



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 296 916**

51 Int. Cl.:
C03C 17/36 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Número de solicitud europea: **02718909 .1**

86 Fecha de presentación : **07.02.2002**

87 Número de publicación de la solicitud: **1362015**

87 Fecha de publicación de la solicitud: **19.11.2003**

54 Título: **Artículos con revestimiento de baja emisividad equivalentes y sus procedimientos de fabricación.**

30 Prioridad: **08.02.2001 US 778949**
27.02.2001 US 793404

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
01.05.2008

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
01.05.2008

73 Titular/es: **GUARDIAN INDUSTRIES Corp.**
2300 Harmon Road
Auburn Hills, Michigan 48326-1714, US

72 Inventor/es: **Stachowiak, Grzegorz**

74 Agente: **Peris Lull, Rosa Vanessa**

ES 2 296 916 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Artículos con revestimiento de baja emisividad equivalentes y sus procedimientos de fabricación.

5 La invención se refiere a artículos con un recubrimiento de baja emisividad que presentan aproximadamente las mismas características de color al ojo desnudo tanto antes como tras un tratamiento térmico (por ejemplo, templado térmico), y los procedimientos correspondientes. Tales artículos recubiertos se pueden utilizar en unidades de vidrio aislante (IG), parabrisas y otras aplicaciones adecuadas.

10 **Antecedentes de la invención**

Se conocen sistemas de recubrimiento de control solar. Por ejemplo, la patente norteamericana 5.688.585, de titularidad compartida, divulga un artículo recubierto de control solar que incluye:

15 vidrio/Si₃N₄/NiCr/Si₃N₄. Un objeto de la patente 5.688.585 es proporcionar un sistema de capas depositada por pulverización que, tras un tratamiento térmico, iguale el color con su homólogo no tratado térmicamente. Aunque los sistemas de recubrimiento de la patente 5.688.585 son excelentes para los propósitos que se persiguen, adolecen de ciertas desventajas. En particular, tienden a tener valores de emisividad bastante altos (por ejemplo, debido a que no se divulga una capa de plata (Ag) en la patente 5.688.585).

20

Los sistemas de recubrimiento de baja emisividad (baja-E) son conocidos, asimismo, en la técnica. Por ejemplo, la patente norteamericana 5.376.455, de titularidad compartida, divulga:

25 vidrio/Si₃N₄/NiCr/Ag/NiCr/Si₃N₄. Los sistemas de recubrimiento de baja-E, tales como éste, se diseñan típicamente para una transmisión máxima en el visible. Por esta razón, las capas de NiCr se hacen bastante delgadas. Esto permite unas características de alta transmisión y baja-E, pero unas características de control solar inferiores a lo deseable (por ejemplo, el coeficiente de sombra). Así pues, desafortunadamente el sistema de recubrimiento de baja-E de la patente 5.376.455 no iguala suficientemente el color tras un tratamiento térmico con su homólogo no tratado, por lo que adolece de las características de control solar superiores, tales como el coeficiente de sombra (SC).

30

De acuerdo con esto, cuando se desea proporcionar una unidad de vidrio aislante (IG) con baja emisividad (baja-E) así como características de control solar, se hace necesario frecuentemente combinar el recubrimiento de control solar de la patente 5.688.585 el recubrimiento de baja-E de la patente 5.376.455 en una unidad individual IG. Por ejemplo, el recubrimiento de control solar de la patente 5.688.585 se sitúa sobre la superficie 2 de la unidad IG, mientras que el recubrimiento de baja-E se sitúa sobre la superficie 3 de la unidad IG. La necesidad de estos dos recubrimientos separados y distintos en una unidad IG es poco deseable por razones de coste, proceso y/o rendimiento.

35

40 Es conocida asimismo la necesidad de acoplabilidad (antes del tratamiento térmico frente a después del tratamiento térmico). Los sustratos de vidrio se producen frecuentemente en grandes cantidades y se cortan al tamaño adecuado con el fin de satisfacer las necesidades de una situación particular, tales como un nuevo edificio de oficinas de ventanas y puertas múltiples, las necesidades de parabrisas de vehículos, etc. Es deseable frecuentemente en tales aplicaciones que algunas de las ventanas y/o puertas reciban un tratamiento térmico (esto es, templado, curvado o endurecimiento por calor), mientras que otras no necesitan. Los edificios de oficinas emplean a menudo unidades IG y/o laminados por seguridad y/o control térmico. Es deseable que las unidades y/o laminados que estén tratados térmicamente igualen sustancialmente sus homólogos no tratados (por ejemplo, en lo que se refiere al color, reflectancia y/o similar, al menos en el lado del vidrio) para propósitos arquitectónicos y/o estéticos. Además, es deseable a veces que ciertas ventanas, puertas, parabrisas, etc. sean de un color sustancialmente neutro, preferiblemente que tienda a la zona azul-verde del espectro.

50

En el pasado ha sido posible conseguir la acoplabilidad en sistemas distintos a aquéllos mencionados en la patente 5.688.585, pero sólo entre dos sistemas de capas diferentes, uno de las cuales lleva tratamiento térmico y el otro no. La necesidad de desarrollar y utilizar dos sistemas de capas distintos para conseguir la acoplabilidad ocasiona gastos de fabricación adicionales y necesidades de inventario indeseables.

55

Las patentes norteamericanas números 6.014.872 y 5.800.933 (véase el ejemplo B) divulgan un sistema de capas de baja-E tratado térmicamente, que incluye: vidrio TiO₂/Si₃N₄/NiCr/Ag/NiCr/Si₃N₄. Desafortunadamente, cuando se trata térmicamente, este sistema de capas de baja-E no iguala el color de modo aproximado con su homólogo no tratado (visto desde el lado del vidrio). Esto es debido a que este sistema de capas de baja-E tiene un valor de ΔE^* (lado del vidrio) superior a 4,1 (esto es, para el ejemplo B, Δa^*_G es 1,49, Δb^*_G es 3,81, y ΔL^* (lado del vidrio) no se mide; utilizando la ecuación (1) siguiente, entonces ΔE^* en el lado del vidrio debe ser necesariamente superior a 4,1, y es probablemente mucho mayor que aquél).

60

65 A la vista de lo anterior, será aparente para aquellos expertos en la técnica que existe la necesidad de un sistema de capas o recubrimiento que pudiera satisfacer tanto los requerimientos de control solar como los de baja-E (por ejemplo, así no sería necesario usar juntos un recubrimiento de control solar y un recubrimiento de baja-E separados sobre diferentes superficies de la misma unidad IG). En lugar y/o adicionalmente a la anterior necesidad, existe asimismo

ES 2 296 916 T3

una necesidad en la técnica de un sistema de capas o recubrimiento de baja-E que, tras un tratamiento térmico, iguale sustancialmente el color y/o la reflexión (visto por un ojo humano desnudo desde el lado del vidrio) de su homólogo no tratado térmicamente. En otras palabras, existe una necesidad en la técnica de un sistema de capas o recubrimiento de baja-E acoplable.

5 Es un propósito de esta invención satisfacer alguna y/o todas las necesidades anteriormente enunciadas, y/o otras necesidades que se harán más aparentes al experto en la técnica una vez expuesta la siguiente divulgación.

Resumen de la invención

10 Es un objeto de esta invención proporcionar un sistema de capas o recubrimiento de baja-E que tenga una buena estabilidad de color con un tratamiento térmico.

Otro objeto de esta invención es proporcionar un sistema de capas o recubrimiento de baja-E acoplable.

15 Otro objeto de esta invención es proporcionar un sistema de capas o recubrimiento que tenga características de reflectancia IR mejoradas en relación a aquellos sistemas de recubrimiento descritos en la patente norteamericana 5.688.585.

20 Otro objeto de ciertas realizaciones de esta invención es proporcionar características de control solar mejoradas (por ejemplo, un bajo coeficiente de sombra y/o transmitancia en el visible) en relación a aquéllas de la patente 5.376.455.

Otro objeto de esta invención es proporcionar un sistema de capas o recubrimiento que cuando se trata térmicamente se iguala sustancialmente con su homólogo no tratado térmicamente.

Otro objeto de esta invención es satisfacer uno o más de los objetos anteriormente enunciados.

30 Sorprendentemente, se ha encontrado que la plata en un espesor bastante sustancial se puede emplear a la vez que se consigue una estabilidad de color con el tratamiento térmico (por ejemplo, templado térmico, curvado, o endurecimiento térmico). Los sistemas de capas de la invención se puede utilizar, por ejemplo, en el contexto de unidades IG, ventanillas de vehículos y parabrisas, o similares.

35 De acuerdo con ciertas realizaciones a modo de ejemplo de esta invención, uno o más de los objetos o necesidades anteriormente enunciados se satisfacen al proporcionar un artículo recubierto, como se establece en la reivindicación 1.

40 De acuerdo con ciertas realizaciones a modo de ejemplo el artículo recubierto tiene una emisividad hemisférica (E_h) no superior a 0,25 antes del tratamiento térmico, una resistencia de película R_s no superior a 20 ohmios/cuadro antes del tratamiento térmico, y un valor de ΔE^* (reflectancia, lado del vidrio) no superior a 2,5 posteriormente o debido al tratamiento térmico.

Otras realizaciones de esta invención satisfacen uno o más de los objetos o necesidades enunciados anteriormente al proporcionar un procedimiento para fabricar un artículo recubierto, de acuerdo con la reivindicación 13.

45 Otras realizaciones de esta invención satisfacen uno o más de los objetos o necesidades anteriormente enunciados al proporcionar una unidad de ventana de vidrio aislante (IG), de acuerdo con la reivindicación 16.

50 Esta invención se describirá a continuación en relación a ciertas realizaciones de la misma, como se ilustra en los siguientes dibujos, en los cuales:

Dibujos

55 La figura 1 es una vista en sección transversal lateral parcial de una realización de un sistema de capas de acuerdo con esta invención.

La figura 2 es una vista en sección transversal parcial de una unidad IG como se contempla en esta invención, en la cual se puede utilizar el sistema de capas de la figura 1.

60 Descripción detallada de ciertas realizaciones ejemplares de la invención

Ciertas realizaciones de esta invención proporcionan un sistema de capas o recubrimiento que puede usarse en aplicaciones tales como unidades IG, ventanillas de vehículos, parabrisas de vehículos y otras aplicaciones adecuadas. Ciertas realizaciones de esta invención proporciona un sistema de capas que posee una excelente estabilidad de color (esto es, un valor bajo de ΔE^* y/o un valor bajo de Δa^* ; en donde Δ indica el cambio a la vista del tratamiento térmico) con el tratamiento térmico (por ejemplo, templado térmico, curvado, o endurecimiento térmico), tanto monolíticamente como en el contexto de ambientes de paneles duales, tales como unidades IG o parabrisas. Tales tratamientos térmicos a menudo necesitan calentar el sustrato recubierto a temperaturas superiores a 1100°F (593°C)

ES 2 296 916 T3

y hasta 1450°F (788°C) [más preferiblemente entre 1100°F y 1200°F, aproximadamente] durante un período de tiempo suficiente para asegurar el resultado final (por ejemplo, el templado, curvado y/o endurecimiento térmico). Ciertas realizaciones de esta invención combinan tanto (i) estabilidad de color con tratamiento térmico, y (ii) el uso de una capa de plata para la reflexión IR selectiva. Ciertas realizaciones de esta invención combinan (i) y (ii), junto con (iii) color en el cuadrante azul-verde (esto es, el tercer cuadrante) del espectro de color cuando se aplica a un sustrato de vidrio claro y/o verde. Ciertas realizaciones de esta invención combinan (i), (ii) y (iii), junto con (iv) características de baja emisividad.

La figura 1 es una vista en sección transversal lateral de un artículo recubierto de acuerdo con una realización de esta invención. El artículo recubierto incluye un sustrato 1 (por ejemplo, un sustrato de vidrio claro, verde, bronce, gris, azul o azul-verde, de aproximadamente 1,0 a 12,0 mm de espesor), una primera capa dieléctrica 3 de nitruro (por ejemplo, Si_3N_4), una capa integral 5 de níquel (Ni) o níquel-cromo (Ni-Cr), una capa integral 7 de plata (Ag) reflectante al IR, una capa integral 9 de níquel (Ni) o de níquel-cromo (Ni-Cr), y una segunda capa dieléctrica 11 de nitruro de silicio (por ejemplo, Si_3N_4). Se puede(n) proporcionar, asimismo, otra(s) capa(s) anteriores o posteriores al sistema de recubrimiento ilustrado. Así pues, aunque el sistema de capas se encuentra “sobre” o “sustentado por” un sustrato 1 (directa o indirectamente), se puede(n) proporcionar otra(s) capa(s) entre medias. Así pues el sistema de capas de la figura 1, por ejemplo, se puede considerar “sobre” el sustrato 1, a pesar de que se proporcione(n) entre medias otra(s) capa(s).

La capa 7 de Ag reflectante al IR es Ag metálica, aunque es posible que pudiera tener lugar algo de oxidación. Lo mismo es cierto para las capas 5 y 9 de Ni o NiCr. Así pues, en ciertas realizaciones preferidas de esta invención, las capas 5, 7 y 9 no se oxidan más del 25%, más preferiblemente no más del 10%, aproximadamente, y más preferiblemente no más del 1%. En ciertas realizaciones preferidas, las capas 5 y/o 9 son de níquel o de aleación de níquel no nitrurado y no oxidado (por ejemplo, nicromo de 80/20 níquel/cromo en porcentaje de peso). Un aparato a modo de ejemplo que puede utilizarse para fabricar sistemas de recubrimiento de capas de esta invención es un sistema de recubrimiento por pulverizado convencional, tal como la máquina de recubrimiento por pulverizado multicámara sobre vidrio plano de gran área G-49, fabricada por Airco, Inc.

Para las capas tres y 11, que comprenden Si_3N_4 , un blanco que incluye Si empleado para fabricar estas capas, se puede mezclar con hasta el 6-20% en peso de aluminio o acero inoxidable (por ejemplo, SS#316), con lo que aproximadamente esta cantidad aparece entonces en las capas así formadas. Además, aunque las capas 5 y 9 pueden ser de níquel metálico, en ciertas realizaciones preferidas se puede emplear un nicromo, esencialmente consistente, preferiblemente, en un 80-90% de peso en Ni y un 10-20% de peso en Cr, aproximadamente. Un ejemplo de las capas 5 y 9 incluye no sólo SS-316, que consiste esencialmente en un 10% de Ni y un 90% de otros ingredientes, principalmente Fe y Cr, sino igualmente una aleación Haynes 214, que consiste esencialmente, en peso (como composición nominal):

Elemento	Peso %
Ni	75,45
Fe	4,00
Cr	16,00
C	,04
Al	4,50
Y	,01

La figura 2 ilustra el sistema de capas o recubrimiento 22 de la figura 1, utilizado sobre una superficie 2 de una unidad de ventana IG. Con el fin de diferenciar el “interior” de la unidad IG de su “exterior”, el sol 19 se representa esquemáticamente en el exterior. La unidad IG incluye un panel o lámina de vidrio 21 exterior y un panel o lámina de vidrio 23 interior. Estos dos sustratos de vidrio (por ejemplo, vidrio flotado de 2 a 12 mm de espesor) se sellan en su borde perimetral mediante un sellante 25 convencional, y se dotan de una banda desecante 27 convencional. Los paneles se retienen, a continuación, en un marco de retención de ventana o puerta convencional (mostrado en una forma esquemática parcial). Al sellar el borde perimetral de las láminas de vidrio y reemplazar el aire en el espacio de aislamiento (o cámara) 30 con un gas tal como argón, se construye una unidad IG típica, de alto valor aislante. Opcionalmente, el espacio aislante 30 puede estar a una presión inferior a la atmosférica en ciertas realizaciones alternativas, aunque esto, por supuesto, no es necesario en todas las realizaciones. Cualquiera de las paredes interiores 24 o 26 (o ambas) pueden estar dotadas con un sistema de capas (véase la figura 1) de esta invención. En esta realización ilustrada en la figura 2, la pared interna 24 (esto es, la superficie 2) de la lámina de vidrio 21 del lado exterior se ha dotado con un sistema de capas por pulverizado de la figura 1.

65

ES 2 296 916 T3

Volviendo a la figura 1, los materiales y espesores para las capas respectivas del sustrato de vidrio 1 son los siguientes:

TABLA 1

Espesores

Capa	Intervalo (Å)	Preferido (Å)
Si ₃ N ₄ (capa 3)	300-380 Å	3210-360 Å
NiCr (capa 5)	20-150 Å	20-90 Å
Ag (capa 7)	40-120 Å	60-80 Å
NiCr (capa 9)	20-150 Å	20-90 Å
Si ₃ N ₄ (capa 11)	400-500 Å	420-480 Å

Como se puede apreciar en la tabla 1 anterior, la capa 9 superior de Ni o NiCr ha sido sustancialmente engrosada con relación a las realizaciones de la patente 5.376.455, anteriormente mencionada. Además, la(s) capa(s) dieléctrica(s) 3 y/o 11 se ha(n) adelgazado con respecto a la patente 5.676.455. Sorprendentemente, se cree que uno o más de estos cambios dan como resultado la acoplabilidad o los valores menores de ΔE^* (que se describirán a continuación) asociados con ciertas realizaciones de esta invención (esto es, la estabilidad mejorada con el tratamiento térmico). Uno o ambos de estos cambios se puede asociar, asimismo, con la durabilidad mejorada experimentada por ciertas realizaciones de esta invención. Asimismo, se debe notar que estas realizaciones representan una mejora significativa sobre la patente 5.688.585, ya que el presente inventor ha encontrado un modo de (i) utilizar una capa de Ag para reflejar la radiación IR de modo que se consiga un sistema de capas de baja-E y, al mismo tiempo, (ii) tenga una buena estabilidad con un tratamiento térmico (esto es, un(os) valor(es) bajo(s) de ΔE^* y/o de Δa^*). Esta combinación de un sistema de baja-E con una buena estabilidad con el tratamiento térmico se cree que es nueva e inventiva.

En ciertas realizaciones ejemplares, la estabilidad con el tratamiento térmico da como resultado una acoplabilidad sustancial entre las versiones tratadas térmicamente y no tratadas del sistema de capas o recubrimiento. En otras palabras, en aplicaciones monolíticas y/o IG, en ciertas realizaciones de esta invención, dos sustratos de vidrio que tienen el mismo sistema de recubrimiento sobre ellos (uno con un tratamiento térmico tras la deposición y el otro sin tratamiento térmico) aparecen al ojo humano desnudo como sustancialmente iguales cuando se observan desde el lado del vidrio del producto (esto es, mirando a través de, al menos, un sustrato de vidrio antes de ver el recubrimiento).

En ciertas realizaciones de esta invención, se ha encontrado asimismo que la acoplabilidad (cuando se puede conseguir en aplicaciones monolíticas) puede incluso ser mejorada en aplicaciones IG y/o laminados.

Así pues, en ciertas realizaciones, la acoplabilidad se alcanza monolíticamente. Sin embargo, otras realizaciones sólo alcanzan la acoplabilidad cuando se utilizan en estructuras de sustrato dual o multi-vidrio, tal como una unidad IG. La mejora de la acoplabilidad en una unidad IG ocurre debido al efecto moderador del panel de vidrio 26 interior (figura 2). La luz reflejada por el panel 26 interior se suma aproximadamente a la luz reflejada por el panel 21 exterior. Consecuentemente, el color percibido de la unidad IG en reflexión es algo así como el promedio pesado de los colores reflejados por los paneles individuales 21 y 26. El impacto de cada panel en el color resultante estará en alguna proporción respecto al porcentaje de luz reflejado por cada panel y que alcanza el ojo del observador. Considerando el observador exterior, la luz reflejada por el panel 21 exterior alcanzará el ojo del observador sin obstáculos. Sin embargo, la luz reflejada por el panel 26 interior deberá atravesar el panel frontal dos veces (una vez antes de ser reflejada por el panel interior y una vez después) antes de alcanzar el ojo del mismo observador. En efecto, la cantidad de luz reflejada por el panel interior se reducirá en un factor igual al cuadrado de la transmitancia del panel exterior. Por esta razón, el efecto moderador del panel interior disminuirá rápidamente con la disminución de la transmitancia en el visible del panel 21 frontal. El efecto de disminución será incluso mayor debido al hecho de que, típicamente, la reflectancia del panel 21 recubierto aumentará a medida que la transmitancia disminuya, lo que aumenta así adicionalmente el porcentaje de luz reflejada por el panel frontal en la luz reflejada por la unidad IG. Por ejemplo, el producto recubierto descrito en la solicitud de patente mencionada número WO 01/40131 en el estado recocado presentaba una transmitancia en el visible de alrededor del 70%, y una reflectancia en el lado del vidrio de alrededor del 10%. La transmitancia aumento a aproximadamente el 75%, mientras que la reflectancia del lado del vidrio disminuyó a, aproximadamente, el 8% para el producto tratado térmicamente. La reflectancia exterior total para la unidad IG tratada térmicamente será de un 8% para el panel frontal, y de un 8% (reflectancia del vidrio no cubierto)*0,75² = 4,5%. Así

pues, la luz reflejada por el panel 26 interior equivale al 36% de la reflectancia exterior total de la unidad IG tratada térmicamente. Esto significa que el ΔE^*_{IGU} de la unidad IG se reducirá en un 36% en comparación con el ΔE^*_{mono} de la monolítica. Se ha determinado (solicitud de patente WO 01/40131) que, debido al aumento del 5% en transmitancia, aproximadamente, durante el tratamiento térmico, el efecto moderador real era incluso superior (aproximadamente el 55%, medida de $\Delta E^*_{mono} = 3,95$, $\Delta E^*_{IGU} = 1,76$). En contraste, el efecto moderador de los productos recubiertos de menor transmitancia, tales como los del ejemplo 2 de esta solicitud de patente, será prácticamente inexistente. Para la unidad IG tratada térmicamente, la reflectancia exterior del panel frontal 21 fue el 16,51%. La transmitancia del panel frontal térmicamente tratado fue el 44,91. La reflectancia exterior total de la unidad IG mostrada en la figura 2 se puede calcular como 16,51% para el panel frontal 21 y $8\% \cdot 0,45^2 = 1,62\%$ para el panel 26 interior. En este caso, la luz del panel 26 interior será tan sólo de, aproximadamente, el 9% de la reflectancia total de la unidad IG, y el efecto moderador esperado sobre ΔE^* será de, aproximadamente, el 9%. El efecto moderador adicional debido al aumento de la transmitancia por el tratamiento térmico será, asimismo, muy pequeño en este caso, ya que el aumento de transmitancia es muy pequeño ($\Delta T = 0,72\%$). La consideración prueba que para recubrimientos de menor transmitancia, para conseguir la acoplabilidad en una unidad IG, la acoplabilidad debe ser conseguida prácticamente por el panel frontal 21 cubierto en el estado monolítico. Así pues, en ciertas realizaciones, generalmente aquellas con una transmitancia superior al 60%, el ΔE del sustrato monolítico (individual) puede ser sustancialmente superior a 2,5, y se puede alcanzar todavía la acoplabilidad en artículos duales o multipanel de esta invención. Sin embargo, en ciertas otras realizaciones, generalmente aquellas con transmitancias inferiores al 60%, el ΔE del sustrato monolítico (individual) puede no ser sustancialmente superior a 2,5, preferiblemente inferior a 2,5, con el fin de alcanzar la acoplabilidad en los artículos duales o multipanel de esta invención. En los ejemplos 1-4, los valores de ΔE^* se reducen en 0,5-0,8 puntos para muestras de transmitancia superior (#1 y #3), y en 0,2-0,3 puntos para muestras de transmitancia inferior (#2 y #4).

Los valores de ΔE^* y Δa^* son importantes para determinar si hay o no acoplabilidad o una acoplabilidad sustancial en el contexto de esta invención. El color se describe aquí por referencia a los valores convencionales a^* , b^* que, en ciertas realizaciones de esta invención, son ambos negativos con el fin de proporcionar color en el intervalo de colores sustancialmente neutrales deseado, que tiende al cuadrante azul-verde. El término Δa^* es simplemente un indicativo de cuánto cambia el valor de color a^* debido al tratamiento térmico.

El término ΔE^* (y ΔE) es bien entendido en la técnica y es reportado, junto con diversas técnicas para su determinación, en ASTM 2244-93, así como por Hunter *et al.*, The measurement of appearance, 2nd Ed. Cptr. 9, página 162 y sucesivas [John Wiley and Sons, 1987]. Como se utiliza en la técnica, ΔE^* (y ΔE) es una manera de expresar adecuadamente el cambio (o la ausencia del mismo) en reflectancia y/o transmitancia (y, por lo tanto, igualmente la apariencia de color) en un artículo después de o debido a un tratamiento térmico. ΔE se puede calcular por la técnica "ab", o por la técnica Hunter (designada mediante el empleo del subíndice "H"). ΔE corresponde a la escala Hunter Lab L, a, b (o L_h , a_h , b_h). De modo similar, ΔE^* corresponde a la escala CIE LAB L^* , a^* , b^* . Ambas se considera útiles y equivalentes para los propósitos de esta invención. Por ejemplo, como se reportó anteriormente en Hunter *et al.*, la técnica de coordenadas/escala rectangulares (CIE LAB 1976), conocida como la escala L^* , a^* , b^* , se puede utilizar, en donde:

L^* son unidades de luminosidad (CIE 1976)

a^* son unidades rojo-verde (CIE 1976)

b^* son unidades amarillo-azul (CIE 1976)

y la distancia ΔE^* entre L^*_0 , a^*_0 , b^*_0 y L^*_1 , a^*_1 , b^*_1 es:

$$\Delta E^* = [(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2]^{1/2} \quad (1)$$

donde

$$\Delta L^* = L^*_1 - L^*_0 \quad (2)$$

$$\Delta a^* = a^*_1 - a^*_0 \quad (3)$$

$$\Delta b^* = b^*_1 - b^*_0 \quad (4)$$

donde el subíndice "0" representa el recubrimiento (artículo recubierto) antes del tratamiento térmico, y el subíndice "1" representa el recubrimiento (artículo recubierto) tras el tratamiento térmico; y los números empleados (por ejemplo, a^* , b^* , L^*) son aquéllos calculados mediante la técnica de coordenadas L^* , a^* , b^* anteriormente mencionada (CIE LAB 1976). De modo similar, ΔE se puede calcular utilizando la ecuación (1) en la que los valores a^* , b^* , L^* se reemplazan con los valores a_h , b_h , L_h de Hunter Lab. Asimismo, se encuentran dentro del ámbito de esta invención

ES 2 296 916 T3

y de la cuantificación de ΔE los números equivalentes si se convierten a aquéllos calculados mediante cualquier otra técnica que emplee el mismo concepto de ΔE^* definido anteriormente.

En ciertas realizaciones de la invención, sistemas de capas dispuestos sobre sustratos de vidrio monolítico claro presentan los colores siguientes antes del tratamiento térmico, vistos desde el lado del vidrio del artículo recubierto (R_G %):

TABLA 2

Color (R_G) antes del tratamiento térmico

	General	Preferido
a^*	0,0 a -5,0	0,0 a -3,0
b^*	-1,0 a -10,0	-3,0 a -9,0

Tras el tratamiento térmico, en ciertas realizaciones de esta invención, sistemas de capas dispuestos sobre sustratos de vidrio monolítico claro presentan las siguientes características de color ΔE^* y Δa^* , cuando se ven desde el lado del vidrio (G) (por oposición al lado de la capa) en el artículo recubierto:

TABLA 3

*Características de color (ΔE^*_G & Δa^*_G) tras el tratamiento térmico*

	General	Preferido
ΔE^*_G es	$\leq 2,5$	$\leq 2,0$
Δa^*_G es	$\leq 1,0$	$\leq 0,8$

De acuerdo con esto, como se muestra la tabla 3 anterior, artículos recubiertos de acuerdo con ciertas realizaciones de esta invención presenta un valor de ΔE^* (lado del vidrio) no superior a 2,5, e incluso más preferiblemente, no superior a 2,0; y presentan un valor Δa^* (lado del vidrio) no superior a 1,0, más preferiblemente no superior a 0,8. Cuando uno o ambos de estos valores se alcanzan, esto puede dar como resultado acoplabilidad. Debe notarse que los valores b^* no son considerados tan importantes como los valores a^* , ya que cambios en a^* se cree que son más aparentes al ojo humano desnudo que cambios en b^* en ciertas instancias.

Ejemplos 1-4

Los siguientes cuatro ejemplos de artículos recubiertos (cada uno recocido y tratado térmicamente) se fabricaron de acuerdo con ciertas realizaciones de esta invención. Para cada uno de los cuatro ejemplos, el sistema de capas fue: vidrio/ Si_3N_4 / $NiCr$ / Ag / $NiCr$ / Si_3N_4 (véase, por ejemplo, la figura 1). Para cada uno de estos ejemplos, el sustrato fue vidrio de sílice-cal-sosa, sustancialmente clara, de 5,6-6,0 mm de espesor. Los ajustes para el proceso/recubrimiento para los cuatro ejemplos fueron los siguientes.

Con respecto a los ejemplos 1-2, se hicieron utilizando una máquina de recubrimiento por pulverizado sobre vidrio plano de gran área G-49, fabricada por Airco, Inc., que utiliza velocidades de línea de 170 IPM, utilizando las zonas de recubrimiento 3-5; en donde "*" significa contenido en Al de, aproximadamente, un 10% y flujo de gas (por ejemplo, Ar, N_2) medido en unidades sccm. Todos los blancos de los ejemplos 1-2 fueron blancos C-Mag, excepto que los blancos utilizados para depositar las capas de Ag y Cr (números de blanco 19-21) eran planos. Además, en los ejemplos 1-2, la primera capa de nitruro de silicio se depositó en la zona de recubrimiento 3 utilizando potencia AC, las capas de Ag y $NiCr$ se depositaron en la zona de recubrimiento 4 utilizando potencia DC, y la capa de recubrimiento de nitruro de silicio se depositó en la zona de recubrimiento 5 utilizando potencia AC. La máquina de recubrimiento se ajustó y funcionó durante el pulverizado de los ejemplos 1-2 como sigue:

ES 2 296 916 T3

TABLA 4

Ajustes/Procesos de recubrimiento para los ejemplos 1-2

Ejemplo #1

	Cátodo	Blanco	Potencia (kW)	Voltaje (V)	Presión (mTorr)	Flujo de aire	Flujo de N ₂
10	#13	Si/Al*	27,7	444	2,5	551	1489
	#14	Si/Al*	27,7	451	2,5	551	1489
	#15	Si/Al*	27,7	459	2,5	551	1489
15	#16	Si/Al*	27,7	481	2,5	551	1489
	#17	Si/Al*	27,7	453	2,5	551	1489
	#18	Si/Al*	27,7	480	2,5	551	1489
20	#19	NiCr	10,5	n/a	2,7	1110	0
	#20	Ag	4,15	n/a	2,7	1110	0
	#21	NiCr	10,5	n/a	2,7	1110	0
25	#22	Si/Al*	33,6	465	2,5	541	1336
	#23	Si/Al*	33,6	462	2,5	541	1336
	#24	Si/Al*	33,6	452	2,5	541	1336
30	#25	Si/Al*	33,6	456	2,5	541	1336
	#26	Si/Al*	33,6	478	2,5	541	1336
	#27	Si/Al*	33,6	463	2,5	541	1336

Ejemplo #2

	Cátodo	Blanco	Potencia (kW)	Voltaje (V)	Presión (mTorr)	Flujo de aire	Flujo de N ₂
40	#13	Si/Al*	27,7	444	2,5	551	1489
	#14	Si/Al*	27,7	451	2,5	551	1489
45	#15	Si/Al*	27,7	459	2,5	551	1489
	#16	Si/Al*	27,7	481	2,5	551	1489
	#17	Si/Al*	27,7	453	2,5	551	1489
50	#18	Si/Al*	27,7	480	2,5	551	1489
	#19	NiCr	17,0	n/a	2,7	1110	0
	#20	Ag	4,15	n/a	2,7	1110	0
55	#21	NiCr	17,0	n/a	2,7	1110	0
	#22	Si/Al*	33,6	465	2,5	541	1336
60	#23	Si/Al*	33,6	462	2,5	541	1336
	#24	Si/Al*	33,6	452	2,5	541	1336
	#25	Si/Al*	33,6	456	2,5	541	1336
65	#26	Si/Al*	33,6	478	2,5	541	1336
	#27	Si/Al*	33,6	463	2,5	541	1336

ES 2 296 916 T3

Los ejemplos 3-4 se hicieron utilizando una máquina de recubrimiento por pulverizado Leybold TG-1, que emplea a una velocidad de línea de 4 m/min; en donde "*" significa, de nuevo, contenido de aluminio (Al) del blanco de, aproximadamente, un 10% y flujo de gas (por ejemplo, Ar, N₂) medido en unidades sccm. Los números de blanco 34, 42, 55 y 61 eran blancos 2xC-Mag, los blancos números 44, 51 y 53 eran blancos planos, y el blanco 65 era un blanco Twin-Mag. La presión se midió en mTorr. La máquina de recubrimiento se ajustó y corrió durante el pulverizado de los ejemplos 3-4 como sigue:

TABLA 5

Ajustes/Procesos de recubrimiento para los ejemplos 3-4

Ejemplo #3

Cátodo	Blanco	Potencia(kW)	Voltaje (V)	Presión (mTorr)	Flujo de aire	Flujo de N ₂	Freq. (kHz)
#34	Si/Al*	64,5	395	3,6	203	452	28,1
#42	Si/Al*	64,5	341	3,1	200	452	28,7
#44	NiCr	12,5	385	2,5	220	0	DC
#51	Ag	4,55	466	2,3	315	0	DC
#53	NiCr	12,5	421	2,4	220	0	DC
#55	Si/Al*	62	373	3,5	200	447	27,8
#61	Si/Al*	64	374	4,5	200	447	28,1
#65	Si/Al*	62	326	3,5	200	377	27,8

Ejemplo #4

Cátodo	Blanco	Potencia(kW)	Voltaje (V)	Presión (mTorr)	Flujo de aire	Flujo de N ₂	Freq. (kHz)
#34	Si/Al*	64,5	395	3,6	203	452	28,1
#42	Si/Al*	64,5	341	3,1	200	452	28,7
#44	NiCr	19	347	2,5	220	0	DC
#51	Ag	4,55	466	2,3	315	0	DC
#53	NiCr	19	379	2,4	220	0	DC
#55	Si/Al*	62	373	3,5	200	447	27,8
#61	Si/Al*	64	374	4,5	200	447	28,1
#65	Si/Al*	62	326	3,5	200	377	27,8

Tras ser depositados por pulverización sobre un sustrato de vidrio, como se estableció anteriormente, los ejemplos 1-4 se probaron y se encontró que tenían las siguientes características monolíticamente (no en una unidad IG), en donde el tratamiento térmico fue templado térmico del producto monolítico en un horno de templado convencional a, aproximadamente, 685°C (1265°F) durante ciclos de tres minutos y enfriamiento a temperatura ambiente (nota: los valores de coordenadas de color a* y b* están de acuerdo con la técnica CIE LAB 1976, Ill CIE-C 2 degree observer):

ES 2 296 916 T3

TABLA 6

Características de los Ejemplos 1-4 (Monolítico)

5 Ejemplo #1

Valor/Medición	Antes del tratamiento térmico	Después del tratamiento térmico
10 Transmisión (TY) %:	56,36	59,21
L* _T :	79,82	81,41
15 a* _T :	-3,14	-3,27
b* _T :	-3,93	-4,68
20 Reflectancia observada desde el lado del vidrio (G): R _G Y (%):	12,68	11,52
L* _G :	42,27	40,44
a* _G :	-1,95	-1,53
25 b* _G :	-6,72	-7,06
ΔE* (esto es, desde el lado del vidrio (G)):		1,9
30 Δa* _G (esto es, desde el lado del vidrio (G)):		0,42
35 Reflectancia observada desde el lado de la película/recubrimiento (F): R _F Y (%):	2,71	2,78
L* _F :	18,86	19,12
40 a* _F :	11,58	12,73
b* _F :	0,28	-1,59
45 R _s (resistencia de película en ohmios/cuadro):	12	10,8
Total SolarT%	38	
Solar R _{out} :	16	
50 Valor U	0,74	
Valor U S	0,69	
Coeficiente de sombra (SC)	0,54	
55 SHGC:	0,463	
Ganancia térmica	117	
E _h (emisividad hemisférica):	0,176	

60

65

ES 2 296 916 T3

Ejemplo #2

Valor/Medición	Antes del tratamiento térmico	Después del tratamiento térmico
5 Transmisión (TY) %:	44,19	44,91
L* _T :	72,36	72,83
10 a* _T :	-3,68	-3,2
b* _T :	-5,82	-6,3
15 Reflectancia observada desde el lado del vidrio (G): R _G Y (%):	17,05	16,51
L* _G :	48,33	47,64
20 a* _G :	-1,26	-1,37
b* _G :	-3,09	-3,37
25 ΔE* (esto es, desde el lado del vidrio (G)):		0,8
Δa* _G (esto es, desde el lado del vidrio (G)):		0,11
30 Reflectancia observada desde el lado de la película/recubrimiento (F): R _F Y (%):	4,6	4,63
L* _F :	25,55	25,66
35 a* _F :	15,09	13,7
b* _F :	11,73	14,62
40 R _s (resistencia de película en ohmios/cuadro):	11,3	10,6
Total SolarT%	29	
45 Solar R _{out} :	20	
Valor U	0,74	
Valor U S	0,7	
50 Coeficiente de sombra (SC)	0,45	
SHGC:	0,385	
Ganancia térmica	99	
55 E _h (emisividad hemisférica):	0,169	

60

65

ES 2 296 916 T3

Ejemplo #3

Valor/Medición	Antes del tratamiento térmico	Después del tratamiento térmico
5 Transmisión (TY) %:	56,98	58,71
L* _T :	80,17	81,13
10 a* _T :	-2,82	-2,82
b* _T :	-2,23	-2,73
15 Reflectancia observada desde el lado del vidrio (G): R _G Y (%):	15,27	14,21
L* _G :	46	44,53
20 a* _G :	-2,17	-1,81
b* _G :	-8,63	-8,95
25 ΔE* (esto es, desde el lado del vidrio (G)):		1,5
Δa* _G (esto es, desde el lado del vidrio (G)):		0,36
30 Reflectancia observada desde el lado de la película/recubrimiento (F): R _F Y (%):	2,19	2,32
L* _F :	16,47	17,1
35 a* _F :	13,68	12,73
b* _F :	-14,48	13,76
40 R _s (resistencia de película en ohmios/cuadro):	11,5	-13,25
Total SolarT%	39	10,5
45 Solar R _{out} :	19	
Valor U	0,74	
Valor U S	0,68	
50 Coeficiente de sombra (SC)	0,55	
SHGC:	0,47	
Ganancia térmica	119	
55 E _h (emisividad hemisférica):	0,17	

60

65

ES 2 296 916 T3

Ejemplo #4

Valor/Medición	Antes del tratamiento térmico	Después del tratamiento térmico
5 Transmisión (TY) %:	50,08	51,08
L* _T :	76,12	76,73
10 a* _T :	-3,61	-2,88
b* _T :	-5,02	-4,66
15 Reflectancia observada desde el lado del vidrio (G): R _G Y (%):	14,62	13,82
L* _G :	45,1	43,98
20 a* _G :	-0,59	-1,36
b* _G :	-4,33	-4,52
25 ΔE^* (esto es, desde el lado del vidrio (G)):		1,4
Δa^*_G (esto es, desde el lado del vidrio (G)):		0,77
30 Reflectancia observada desde el lado de la película/recubrimiento (F): R _F Y (%):	3,83	3,67
L* _F :	23,09	22,56
35 a* _F :	15,93	11,79
b* _F :	3,51	10,42
40 R _s (resistencia de película en ohmios/cuadro):	11	9,1
Total SolarT%	33	
45 Solar R _{out} :	19	
Valor U	0,73	
Valor U S	0,69	
50 Coeficiente de sombra (SC)	0,49	
SHGC:	0,42	
Ganancia térmica	107	
55 E _h (emisividad hemisférica):	0,164	

Además, se encontró que cada uno de los ejemplos 1-4 eran química y mecánicamente durables, como se definen estos términos a continuación, tanto antes como después de tratamiento térmico.

60 Como se puede observar de lo anterior, cada uno de los ejemplos 1-4 presenta una buena acoplabilidad, ya que, vistos desde el lado del vidrio (G) de los respectivos artículos, ΔE^* no era superior a 2,5, y preferiblemente no era superior a 2,0; mientras que Δa^*_G (su valor absoluto, como se utiliza aquí) no era superior a 1,0, y preferiblemente no superior a 0,8. Estos valores (esto es, ΔE^* y Δa^*) son importantes medidos desde el lado del vidrio (G) del artículo recubierto, por oposición al lado de la película (F), ya que los observadores en la mayoría de las aplicaciones ven predominantemente los productos desde el lado del vidrio. Respecto a la acoplabilidad, por ejemplo, el ejemplo 3
65 presentaba los siguientes valores (vistos desde el lado del vidrio (G)):

ES 2 296 916 T3

	b^*_T :	-3,54	-4,08
	Reflectancia observada desde el lado exterior:		
5	$R_{out}Y$ (%):	15,15	14,45
	L^*_{out} :	45,84	44,87
	a^*_{out} :	-2,44	-1,76
10	b^*_{out} :	-6,66	-7,15
	ΔE^*_{out} (esto es, desde el lado exterior del vidrio):		
15			1,34
	Δa^*_{out} (valor absoluto):		
			0,68
	Reflectancia observada desde el lado de la película/recubrimiento (interior): $R_{in}Y$ (%):		
20		9,81	9,82
	L^*_{in} :	37,51	37,51
	a^*_{in} :	3,01	3,46
25	b^*_{in} :	-0,48	-1,84
	Total Solar T%	31	
	Solar R_{out} :	18	
30	Valor U	0,34	
	Valor U S	0,37	
	Coefficiente de sombra (SC)	0,43	
35	TY%/SC	116,7	
	SHGC:	0,39	
40	Ganancia térmica	96	

Ejemplo #2

Valor/Medición	Antes del tratamiento térmico	Después del tratamiento térmico	
45			
50	Transmisión (TY) %:	39,47	40,16
	L^*_T :	69,09	69,58
	a^*_T :	-4,95	-4,51
55	b^*_T :	-4,97	-5,45
	Reflectancia observada desde el lado exterior:		
	$R_{out}Y$ (%):	18,86	18,48
60	L^*_{out} :	50,53	50,07
	a^*_{out} :	-1,82	-1,92

65

ES 2 296 916 T3

	b^*_{out} :	-3,57	-3,96
5	ΔE^*_{out} (esto es, desde el lado exterior del vidrio):		0,54
	Δa^*_{out} (valor absoluto):		0,1
10	Reflectancia observada desde el lado de la película/recubrimiento (interior): $R_{in}Y$ (%):	11,11	11,04
	L^*_{in} :	39,77	39,65
15	a^*_{in} :	5,77	5,32
	b^*_{in} :	3,03	3,5
	Total Solar T%	24	
20	Solar R_{out} :	21	
	Valor U	0,34	
	Valor U S	0,36	
25	Coefficiente de sombra (SC)	0,36	
	TY%/SC	109,6	
	SHGC:	0,31	
30	Ganancia térmica	78	

Ejemplo #3

35	Valor/Medición	Antes del tratamiento térmico	Después del tratamiento térmico
40	Transmisión (TY) %:	50,5	51,84
	L^*_T :	76,37	77,18
45	a^*_T :	-4,21	-4,19
	b^*_T :	-1,94	-2,34
	Reflectancia observada desde el lado exterior:		
50	$R_{out}Y$ (%):	17,93	17,35
	L^*_{out} :	49,41	48,69
	a^*_{out} :	-2,68	-2,58
55	b^*_{out} :	-8,14	-8,44
	ΔE^*_{out} (esto es, desde el lado exterior del vidrio):		0,7
60	Δa^*_{out} (valor absoluto):		0,1
	Reflectancia observada desde el lado de la	9,47	9,52

65

ES 2 296 916 T3

película/recubrimiento (interior): $R_{in}Y$ (%):

5	L^*_{in} :	36,87	36,97
	a^*_{in} :	3,21	3,39
	b^*_{in} :	-5,91	-5,83
10	Total Solar T%	32	
	Solar R_{out} :	20	
	Valor U	0,34	
15	Valor U S	0,36	
	Coefficiente de sombra (SC)	0,46	
	TY%/SC	109,8	
20	SHGC:	0,4	
	Ganancia térmica	97	

Ejemplo #4

30	Valor/Medición	Antes del tratamiento térmico	Después del tratamiento térmico
	Transmisión (TY) %:	44,41	45,6
35	L^*_T :	72,5	73,28
	a^*_T :	-4,91	-4,28
	b^*_T :	-4,37	-4,18
40	Reflectancia observada desde el lado exterior:		
	$R_{out}Y$ (%):	16,84	16,04
	L^*_{out} :	48,05	47,02
45	a^*_{out} :	-1,31	-1,87
	b^*_{out} :	-4,81	-4,97
50	ΔE^*_{out} (esto es, desde el lado exterior del vidrio):		1,18
	Δa^*_{out} (valor absoluto):		0,56
55	Reflectancia observada desde el lado de la película/recubrimiento (interior): $R_{in}Y$ (%):	10,57	10,47
	L^*_{in} :	38,86	38,67
60	a^*_{in} :	5,7	3,75
	b^*_{in} :	-0,05	2,59
	Total Solar T%	27	

65

ES 2 296 916 T3

Solar R _{out} :	20
Valor U	0,34
Valor U S	0,36
Coefficiente de sombra (SC)	4
TY%/SC	111
SHGC:	0,35
Ganancia térmica	86

Para cada uno de los ejemplos 1-4, se puede apreciar en las tablas anteriores que ΔE^* mejora cuando se utiliza en el contexto de una unidad IG (por ejemplo, véase la figura 2). Para productos con una transmitancia en el visible superior (por ejemplo, ejemplos 1 y 3), la mejora en ΔE^* (esto es, la mejora en ΔE^* se puede caracterizar por $\Delta E^*_{\text{mono}} - \Delta E^*_{\text{IG}}$) fue ligeramente mejor que la mejora en ΔE^* para los ejemplos con menor transmitancia en el visible (por ejemplo, ejemplos 2 y 4). Como se muestra en la tabla 8 adjunta, las mejoras en ΔE^* (esto es, $\Delta E^*_{\text{mono}} - \Delta E^*_{\text{IG}}$) para los ejemplos 1-4 fueron 0,57, 0,21, 0,85, y 0,19, respectivamente. Debe notarse que para la tabla 8 adjunta, el valor de ΔE^* para el lado del vidrio reflectante para las versiones IG de los ejemplos 1-4 fue medido dos veces (2) con un espectrómetro Hunter Lab UltraScan XE, en donde las dos mediciones ilustran, por ejemplo, la imprecisión del aparato.

TABLA 8

ΔE^* para los ejemplos 1-4 (Mono vs IG)

Medición	Ej. #1 monolítico	Ej. #1 IG	Ej. #2 monolítico	Ej. #2 IG	Ej. #3 monolítico	Ej. #3 IG	Ej. #4 monolítico	Ej. #4 IG
T vis (%)	56,36		44,19		56,98		50,08	
ΔE^*g	1,9	1,34	0,8	0,54	1,5	0,7	1,4	1,18
Δa^*g	0,42	0,68	0,11	0,1	0,36	0,1	0,77	0,56
ΔE^*g (2)	1,87		0,59		1,33		1,49	
Δa^*g (2)	0,8		0,17		0,21		0,67	
$\Delta E^*_{\text{mono}} - \Delta E^*_{\text{IGU}}$		0,57		0,21		0,85		0,19
$\Delta E^*_{(2)\text{mono}} - \Delta E^*_{\text{IGU}}$		0,53		0,05		0,63		0,31
mejora de		29,8		28,3		54,7		14
$\Delta E^* \%$								
(2) - Mediciones repetidas mostrando la precisión del instrumento								

Como se puede ver en las tablas 7 y 8 anteriores, en el contexto de una unidad IG como la mostrada en la figura 2, cada uno de los recubrimientos de los ejemplos 1-4 presentaba una buena acoplabilidad ya que, vistos desde el exterior de los respectivos artículos (por ejemplo, el exterior de una estructura tal como un edificio en el que se instale la unidad IG), ΔE^* no era superior a 3,0, más preferiblemente no superior a 2,5, e incluso más preferiblemente no superior a 2,0, y más preferiblemente no superior a 1,5, aproximadamente (por ejemplo, en el ejemplo 1, la medida de ΔE^* (reflectancia exterior) en una unidad IG fue 1,34, en el ejemplo 2 fue 0,54, en el ejemplo 3 fue 0,70, y en el ejemplo 4 fue 1,18); mientras que $\Delta a^*_{\text{outside}}$ (su valor absoluto, como se utiliza aquí) no era superior a 1,0, y preferiblemente

ES 2 296 916 T3

no superior a 0,8. Estos valores (esto es, ΔE^* y Δa^*) son importantes medidos del lado del vidrio/exterior/externo (G) del artículo recubierto (el exterior de la estructura de la figura 2), ya que los observadores en la mayoría de las aplicaciones ven los productos predominantemente desde el exterior del edificio en el que la unidad IG está instalada, por ejemplo.

5

Cada una de las unidades IG anteriormente enumeradas presentaba características de baja emisividad y resistencia de película como las discutidas anteriormente en relación a las realizaciones monolíticas. Las unidades IG de acuerdo con ciertas realizaciones de esta invención presentan preferiblemente una transmitancia en el visible (TY%) no superior al 60%, aproximadamente, más preferiblemente del 30-60%, aproximadamente, antes del TT y, más preferiblemente, del 35-55%, aproximadamente, antes del TT. Los artículos recubiertos IG de acuerdo con ciertas realizaciones de esta invención presentan preferiblemente una transmitancia en el visible (TY%) del 10-55%, aproximadamente, tras el TT, más preferiblemente del 35-55% tras el TT. De modo similar, los artículos recubiertos de acuerdo con realizaciones IG de esta invención presentan preferiblemente un coeficiente de sombra (SC) no superior a 0,50, aproximadamente, (antes y/o después del TT), más preferiblemente del 0,25 al 0,47, aproximadamente (antes y/o después del TT). Adicionalmente, los artículos recubiertos IG (por ejemplo, la figura 2) de acuerdo con ciertas realizaciones de esta invención presentan preferiblemente un valor de reflectancia del lado del vidrio ($R_G Y\%$) del 10-22%, aproximadamente, antes y/o después del TT.

10

15

Se puede ver asimismo que, de acuerdo con ciertas realizaciones preferidas de esta invención, las realizaciones IG se caracterizan por un valor a^*_G (equivalente a a^*_{out}) de 0,0 a -5,0, aproximadamente, más preferiblemente de 0,0 a -3,0 aproximadamente, antes y/o después del tratamiento térmico. Esto permite que los artículos recubiertos de acuerdo con ciertas realizaciones de esta invención tengan un color neutro o azul-verde deseable, especialmente cuando b^*_G es, asimismo, negativo.

20

Finalmente, en ciertas realizaciones IG preferidas de esta invención, el cociente de la transmisión en el visible (TY%) respecto al coeficiente de sombra (SC) (esto es, TY%/SC) es preferiblemente no superior a 125,0, más preferiblemente de 90 a 125, aproximadamente, y más preferiblemente de 100 a 120, aproximadamente. En ciertas realizaciones IG, esto se combina con una transmitancia solar total del 20-34%, aproximadamente, más preferiblemente del 24-33%, aproximadamente.

25

30

Ciertos términos se utilizan de modo predominante en la técnica de los recubrimientos sobre vidrio, particularmente cuando se definen las propiedades y características de manejo solar de vidrios recubiertos. Tales términos se utilizan aquí de acuerdo con su significado bien conocido. Por ejemplo como se utiliza aquí:

35

40

La intensidad de la longitud de onda de luz visible reflejada, esto es, la “reflectancia” se define por su porcentaje y se reporta como $R_x Y$ o R_x (esto es, el valor Y citado a continuación en ASTM E-308-85), en donde “X” es tanto “G” para el lado del vidrio como “F” para el lado de la película. “Lado del vidrio” (por ejemplo “G”) significa visto desde el lado del sustrato de vidrio opuesto a aquél sobre el que se localiza el recubrimiento, mientras que “lado de la película” (esto es, “F”) significa visto desde el lado del sustrato de vidrio sobre el que se localiza el recubrimiento.

Las características de color se miden y se reportan aquí utilizando las coordenadas y escala CIE LAB a^* , b^* (esto es, el diagrama CIE a^* , b^* , III. CIE-C 2 degree observer). Otras coordenadas similares se pueden utilizar de modo equivalente, tales como el subíndice “h” para significar el uso convencional de la escala Hunter Lab, o III. CIE-C 10° observer, o las coordenadas CIE LUV u^*v^* . Estas escalas se definen aquí de acuerdo con ASTM D-2244-93 “Standard Test Method for Calculation of Color Differences from Instrumentally Measured Color Coordinates” 9/15/93, ampliado por ASTM E-308-85, Annual Book of ASTM Standards, Vol. 06.01 “Standard Method for Computing the Colors of Objects by 10 Using the CIE System” y/o como se reporta en IES LIGHTING HANDBOOK 1981 Reference Volume.

45

Los términos “emitancia” y “transmitancia” son bien entendidos en la técnica y se utilizan aquí de acuerdo con su significado bien conocido. Así pues, por ejemplo, el término “transmitancia” significa aquí transmitancia solar, que se compone de la transmitancia en el visible (TY), la transmitancia de la radiación infrarroja, y la transmitancia de la radiación ultravioleta. La transmitancia total de la energía solar (TS) se caracteriza entonces habitualmente como un promedio pesado de estos otros valores. Con relación a estas transmitancias, la transmitancia en el visible como se reporta aquí se caracterizan por la técnica estándar CIE Illuminant C, 2 degree observer, a 380-720 nm, el infrarrojo cercano es 720-2500 nm; el ultravioleta es 300-800 nm; y la solar total es 300-2500 nm. Para los propósitos de la emitancia, sin embargo, se emplea un intervalo particular del infrarrojo (esto es, 2500-40,000 nm).

50

55

La transmitancia en el visible se pueden medir utilizando técnicas convencionales conocidas. Por ejemplo, utilizando un espectrómetro tal como un Perkin Elmer Lambda 900 o un Hitachi U4001 se obtiene una curva espectral de transmisión. La transmisión en el visible se calcula entonces utilizando la metodología ASTM 308/2244-93 anteriormente mencionada. Se puede emplear un número menor de puntos de longitud de onda que el prescrito, si se desea. Otra técnica para medir la transmitancia en el visible es emplear un espectrómetro tal como un Spectrogard, comercialmente disponible, fabricado por Pacific Scientific Corporation. Este dispositivo mide y reporta la transmitancia en el visible directamente. Como se reporta y mide aquí, la transmitancia en el visible (esto es, el valor Y en el sistema CIE tristimulus, ASTM E-308-85) utiliza la técnica III. CIE 2 degree observer.

60

65

ES 2 296 916 T3

La “emitancia” (E) es una medida o característica tanto de la absorción como de la reflexión de la luz a longitudes de onda dadas. Cuando la transmitancia es cero, lo que ocurre aproximadamente en el caso de un vidrio flotante con longitudes de onda superiores a 2500 nm, la emitancia se puede representar por la fórmula:

$$E = 1 - \text{Reflectancia}_{\text{película}}$$

Para propósitos arquitectónicos, los valores de la emitancia adquieren bastante importancia en el así llamado “intervalo intermedio”, denominado asimismo algunas veces el “intervalo lejano” del espectro infrarrojo, esto es, aproximadamente 2500-40,000 nm, por ejemplo, como se especifica en el programa WINDOW 4.1, LBL-35298 (1994) de los laboratorios Lawrence Berkeley, referidos a continuación. El término “emitancia” como se utiliza aquí se usa por lo tanto para hacer referencia a los valores de emitancia medidos en este intervalo infrarrojo, como se especifica en el ASTM Standard E 1585-93 para medir la energía infrarroja con el fin de calcular la emitancia, titulado “Standard Test Method for Measuring and Calculating Emittance of Architectural Flat Glass Products Using Radiometric Measurements”. Este estándar y sus disposiciones se incorporan aquí por referencia. En este estándar, la emitancia se reporta como emitancia hemisférica (E_h) y emitancia normal (E_n).

La acumulación real de datos para la medición de tales valores de emitancia es convencional y se puede llevar a cabo utilizando, por ejemplo, un espectrómetro Beckman Model 4260, con un accesorio “VW” (Beckman Scientific Inst Corp). Este espectrómetro mide reflectancia frente a longitud de onda y, a partir de esto, se calcula la emitancia utilizando el estándar ASTM E-1585-93 mencionado anteriormente, que se incorporan aquí por referencia.

Otro término empleado aquí es el de “resistencia de película”. La resistencia de película (R_s) es un término bien conocido en la técnica y se utiliza aquí de acuerdo con su significado bien conocido. Aquí se reporta en unidades de ohmios por cuadro. Generalmente hablando, este término se refiere a la resistencia en ohmios al paso de una corriente eléctrica a través del sistema de capas, para cualquier cuadrado de un sistema de capas sobre un sustrato de vidrio. La resistencia de película es una indicación de la bondad con la que la capa o el sistema de capas refleja la energía infrarroja, y por lo tanto se utiliza habitualmente junto con la emitancia como una medida de esta característica. La “resistencia de película” puede ser convenientemente medida, por ejemplo, utilizando una sonda de cuatro puntas, tal como la sonda de resistividad desechable de cuatro puntas con un cabeza de Magnetron Instruments Corp, Model M-800, fabricada por Signatone Corp de Santa Clara, California.

“Durabilidad química” o “durable químicamente” se utiliza aquí como sinónimo del término de la técnica “resistente químicamente” o “estabilidad química”. La durabilidad química se determina haciendo hervir una muestra de 2” x 5” de un sustrato de vidrio recubierto en, aproximadamente, 500 cm³ de HCL al 5% durante una hora (esto es, a aproximadamente 220°F). La muestra se considera que ha pasado esta prueba (y que, por tanto, el sistema de capas es “resistente químicamente”, o se considera que es “durable químicamente” o que tiene “durabilidad química”) si el sistema de capas de la muestra no muestra decoloración visible o pelado visible, y no aparece agujeros mayores de, aproximadamente, 0,003” de diámetro tras hervir durante una hora.

“Durabilidad mecánica” como se utiliza aquí se define mediante las siguientes pruebas. La prueba utiliza un Pacific Scientific Abrasion Tester (o equivalente), en el que se pasa a cíclicamente cepillo de nylon de 2” x 4” x 1” sobre el sistema de capas durante 500 ciclos empleando un peso de 150 g, aplicado sobre una muestra de 6” x 17”. En esta prueba, si no aparecen arañazos sustanciales apreciables a la vista del ojo desnudo bajo luz visible, la prueba se considera superada y el artículo se dice que es “mecánicamente durable” o que tiene “durabilidad mecánica”.

Los términos “tratamiento térmico” y “tratado térmicamente” como se utilizan aquí significan calentar el artículo a una temperatura suficiente para permitir el templado térmico, el curvado o el endurecimiento térmico del artículo de vidrio. Esta definición incluye, por ejemplo, calentar un artículo recubierto a una temperatura de, al menos, 1100°F, aproximadamente (por ejemplo, a una temperatura de 500°C a 900°C, aproximadamente) durante un periodo de tiempo suficiente para permitir el templado.

El término “valor U” o “factor U” (sinónimos de “transmitancia térmica”) es un término bien comprendido en la técnica y se utiliza aquí de acuerdo con este significado bien conocido. El “valor U” se reporta aquí en términos de BTU/hr/ft²/grados F, y se puede determinar de acuerdo con el procedimiento de la cámara térmica reportado en, y de acuerdo con la designación ASTM: C1199-91.

El término “coeficiente de sombra” es un término bien comprendido en la técnica y se utiliza aquí de acuerdo con su significado bien conocido. Se determina de acuerdo con el estándar ASHRAE 142 “Standard Method for Determining and Expressing the Heat Transfer and Total Optical Properties of Fenestration Products” del ASHRAE Standards Project Committee, SPC 142, Septiembre de 1995.

Una vez presentada la divulgación anterior se harán aparentes al experto muchas otras características, modificaciones y mejoras. Tales otras características, modificaciones y mejoras se consideran, por tanto, parte de esta invención, el ámbito de la cual se establecerá mediante las siguientes reivindicaciones.

ES 2 296 916 T3

REIVINDICACIONES

1. Un artículo recubierto que comprende un sistema de capas soportado por un sustrato de vidrio (1), en el que dicho sistema de capas comprende desde dicho sustrato de vidrio hacia fuera:

- a. una primera capa dieléctrica (3) que incluye nitruro de silicio con un espesor de 300-380 Å;
- b. una primera capa integral (5) de Ni o NiCr con un espesor de 20-150 Å;
- c. una capa reflectante del infrarrojo (IR) que comprende plata (7) con un espesor de 40-120 Å;
- d. una segunda capa integral (9) de Ni o NiCr; y
- e. una segunda capa dieléctrica (11) que incluye nitruro de silicio, con un espesor de 400-500 Å, **caracterizado** porque
- f. el sustrato de vidrio recubierto tiene un valor de ΔE^* (lado del vidrio) no superior a 2,5 tras o debido al tratamiento térmico; y
- g. dicha segunda capa integral (9) de Ni o NiCr tiene un espesor de 20-150 Å.

2. El artículo recubierto de la reivindicación 1, **caracterizado** adicionalmente porque el sistema de capas soportado por el sustrato de vidrio tiene un valor de ΔE^* (lado del vidrio) no superior a 2,0 tras o debido al templeado térmico, y en el que dicho artículo recubierto tiene un color **caracterizado** por los valores de coordenadas de color a^*_G y b^*_G del artículo recubierto, ambos negativos tanto antes como después de tratamiento térmico del artículo recubierto.

3. El artículo recubierto de las reivindicaciones 1 o 2, **caracterizado** adicionalmente porque el sustrato de vidrio recubierto tiene un valor de Δa^*_G (lado del vidrio, valor absoluto) no superior a 1,0 tras o debido al tratamiento térmico.

4. El artículo recubierto de las reivindicaciones 1 o 2, **caracterizado** adicionalmente porque el sustrato de vidrio recubierto tiene un valor de Δa^*_G (lado del vidrio, valor absoluto) no superior a 0,8 tras o debido al tratamiento térmico.

5. El artículo recubierto de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado** adicionalmente porque dicho artículo recubierto tiene una emisividad hemisférica (E_h) no superior a 0,25, tanto antes como después de tratamiento térmico.

6. El artículo recubierto de cualquiera de las reivindicaciones anteriores 1 a 4, **caracterizado** adicionalmente porque dicho artículo recubierto tiene una emisividad hemisférica (E_h) no superior a 0,20, tanto antes como después de tratamiento térmico.

7. El artículo recubierto de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado** adicionalmente porque dicho artículo recubierto tiene un valor de la resistencia de película R_s no superior a 20 ohmios/cuadro antes del tratamiento térmico.

8. El artículo recubierto de cualquiera de las reivindicaciones anteriores 1 a 6, **caracterizado** adicionalmente porque dicho artículo recubierto tiene un valor de la resistencia de película R_s no superior a 15 ohmios/cuadro, tanto antes como después de tratamiento térmico.

9. El artículo recubierto de cualquiera de las reivindicaciones anteriores 1 a 6, **caracterizado** adicionalmente porque dicho artículo recubierto tiene un valor de la resistencia de película R_s no superior a 12 ohmios/cuadro, tanto antes como después de tratamiento térmico.

10. El artículo recubierto de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado** adicionalmente porque dicho sistema de capas comprende las capas enumeradas con los siguientes espesores:

primera capa integral (3) de nitruro de silicio:	espesor de 320-360 Å
primera capa integral (5) de Ni o NiCr:	espesor de 20-90 Å
capa de plata (7):	espesor de 60-80 Å
segunda capa integral (9) de Ni o NiCr:	espesor de 20-90 Å
segunda capa integral (11) de nitruro de silicio:	espesor de 420-480 Å

ES 2 296 916 T3

11. El artículo recubierto de la reivindicación 1, **caracterizado** adicionalmente porque el artículo recubierto forma parte de una unidad de ventana de vidrio aislante (IG).

5 12. El artículo recubierto de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado** adicionalmente porque dicho artículo recubierto tiene una emisividad hemisférica (E_n) no superior a 0,25 antes del tratamiento térmico, y una resistencia de película R_s no superior a 20 ohmios/cuadro antes del tratamiento térmico.

10 13. Un procedimiento para fabricar un artículo recubierto, que comprende los pasos de depositar sobre un sustrato de vidrio (1), desde dicho sustrato de vidrio hacia fuera:

- 15 a. una primera capa dieléctrica (3) que incluye nitruro de silicio con un espesor de 300-380 Å;
- b. una primera capa integral (5) de Ni o NiCr con un espesor de 20-150 Å;
- 20 c. una capa reflectante del infrarrojo (IR) que comprende plata (7) con un espesor de 40-120 Å;
- d. una segunda capa integral (9) de Ni o NiCr; y
- e. una segunda capa dieléctrica (11) que incluye nitruro de silicio, con un espesor de 400-500 Å, h. donde antes del tratamiento térmico el sustrato de vidrio con el sistema de capas encima tiene una resistencia de película R_s no superior a 20 ohmios/cuadro, **caracterizado** porque
- 25 f. el sustrato de vidrio recubierto tiene un valor de ΔE^* (lado del vidrio) no superior a 2,5 tras o debido al tratamiento térmico; y
- g. dicha segunda capa integral (9) de Ni o NiCr tiene un espesor de 20-150 Å.

30 14. El procedimiento de la reivindicación 13, **caracterizado** adicionalmente porque dicho tratamiento térmico comprende el templado térmico del sustrato con el sistema de capas sobre éste.

15. El procedimiento de las reivindicaciones 13 o 14, **caracterizado** adicionalmente porque dicha deposición comprende un pulverizado.

35 16. Una unidad de ventana de vidrio aislante (IG) que comprende un primer (1, 21) y un segundo sustratos de vidrio (23), sellados entre sí con sus bordes perimetrales respectivos próximos de modo que se forma un espacio aislante (30) entremedias, un sistema de capas soportado por uno de dicho sustratos de vidrio para formar una unidad monolítica próxima a dicho espacio aislante, comprendiendo dicho sistema de capas de la unidad monolítica, desde dicho sustrato de vidrio hacia fuera:

- 40 a. una primera capa dieléctrica (3) que incluye nitruro de silicio con un espesor de 300-380 Å;
- b. una primera capa integral (5) de Ni o NiCr con un espesor de 20-150 Å;
- 45 c. una capa reflectante del infrarrojo (IR) que comprende plata (7) con un espesor de 40-120 Å;
- d. una segunda capa integral (9) de Ni o NiCr; y
- e. una segunda capa dieléctrica (11) que incluye nitruro de silicio, con un espesor de 400-500 Å, **caracterizado** porque
- 50 f. la unidad monolítica tiene un valor de ΔE^* (exterior o externo) no superior a 2,5 tras o debido al tratamiento térmico; y
- 55 g. dicha segunda capa integral (9) de Ni o NiCr tiene un espesor de 20-150 Å.

17. La unidad IG de la reivindicación 16, **caracterizado** adicionalmente porque dicha unidad monolítica tiene un valor de ΔE^* (exterior o externo) no superior a 2,0 tras o debido al templado térmico, y en el que dicha unidad IG tiene un color **caracterizado** por valores de coordenadas de color a^*_G y b^*_G que son ambos negativos.

60 18. La unidad IG de las reivindicaciones 16 o 17, **caracterizado** adicionalmente porque dicha unidad monolítica tiene un valor de ΔE^* (exterior o externo) no superior a 1,5 tras o debido a un templado térmico.

65 19. El artículo recubierto de la reivindicación 1, en el que el sustrato de vidrio recubierto se utiliza como un panel en una unidad de ventana IG.

