



(19)



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 298 192**

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

(12)

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

(86) Número de solicitud europea: **01270195 .9**

(86) Fecha de presentación : **12.12.2001**

(87) Número de publicación de la solicitud: **1341732**

(87) Fecha de publicación de la solicitud: **10.09.2003**

(54) Título: **Acristalamiento provisto de un apilamiento de capas finas para la protección solar y/o el aislamiento térmico.**

(30) Prioridad: **15.12.2000 FR 00 16404**

(73) Titular/es: **SAINT-GOBAIN GLASS FRANCE**
18, avenue d'Alsace
92400 Courbevoie, FR

(45) Fecha de publicación de la mención BOPI:
16.05.2008

(72) Inventor/es: **Coustet, Valérie;**
Nadaud, Nicolas;
Barrieres, Frédéric y
Brochot, Jean-Pierre

(45) Fecha de la publicación del folleto de la patente:
16.05.2008

(74) Agente: **Elzaburu Márquez, Alberto**

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

Acristalamiento provisto de un apilamiento de capas finas para la protección solar y/o el aislamiento térmico.

5 La invención se refiere a sustratos transparentes, en particular de material rígido mineral, como vidrio (u orgánico, como un sustrato de polímero, rígido o flexible), estando revestidos dichos sustratos por un apilamiento de capas delgadas que comprenden al menos una capa de comportamiento de tipo metálico que puede actuar sobre la radiación solar y/o la radiación infrarroja de gran longitud de onda.

10 La invención se refiere más particularmente a la utilización de tales sustratos para fabricar acristalamientos de aislamiento térmico y/o de protección solar. Esos acristalamientos están destinados tanto a equipar edificios como vehículos, en particular con vistas a disminuir el esfuerzo de climatización y/o reducir un sobrecalentamiento excesivo ocasionado por la importancia siempre creciente de las superficies acristaladas en habitáculos.

15 Un tipo de apilamiento de capas conocido para conferir a los sustratos tales propiedades está constituido por al menos una capa metálica, como una capa de plata, que se encuentra dispuesta entre dos revestimientos de material dieléctrico del tipo óxido metálico. Este apilamiento se obtiene generalmente por una sucesión de depósitos realizados por una técnica que utiliza el vacío, como pulverización catódica eventualmente asistida por campo magnético. Se pueden prever también dos capas metálicas muy finas por ambos lados de la capa de plata, la capa subyacente como
20 capa de fijación, de nucleación, y la sobrecapa como capa de protección o "de sacrificio" con el fin de evitar la alteración de la plata si la capa de óxido situada encima está depositada por pulverización catódica en presencia de oxígeno.

25 Así, se conocen patentes europeas EP-0 611 213, EP-0 678 484 y EP-0 638 528 de los apilamientos de ese tipo, de una o dos capas a base de plata.

También se conoce de la patente EP-0 847 965 un apilamiento de dos capas de plata concebido de manera que pueda sufrir un tratamiento térmico del tipo bombeo o temple sin evolución óptica importante, gracias a la utilización de capas barrera de oxígeno del tipo nitruro de silicio y de capas que llegan a estabilizar las capas de plata.

30 Finalmente, se conoce de la patente EP-0 844 219 un apilamiento de dos capas de plata -de espesores muy diferentes, que permiten obtener acristalamientos de factor solar reducido a 32% al menos (el factor solar FS es la relación entre la energía total que entra en el local a través del acristalamiento considerado y la energía solar incidente).

35 De manera general, pero más particularmente en el dominio de los dobles acristalamientos para el hábitat, es interesante poder regular en un cierto intervalo el nivel de transmisión luminosa del acristalamiento sin tener, no obstante, que reconfigurar completamente el apilamiento de capas delgadas cada vez.

40 Se han propuesto ya soluciones para responder a este objetivo: la patente FR-2 751 666 propone insertar entre el vidrio y la primera capa de dieléctrico una capa absorbente a base de óxido de hierro. La patente FR-2 708 262 propone insertar una capa absorbente del tipo nitruro de titanio en contacto con y encima de la capa de plata. Sin embargo, esas soluciones presentan un inconveniente tanto en un caso como en el otro, en el caso en que el apilamiento de capas delgadas sufre un tratamiento térmico de tipo recocido, bombeo o temple: la capa absorbente va en gran medida a evolucionar ópticamente y/o hacer evolucionar ópticamente el apilamiento de capas en su conjunto.

45 En efecto, si se encuentra en contacto con el vidrio, o con la plata, bajo el efecto del calor va a tener tendencia a oxidarse, a deteriorarse o a deteriorar las capas adyacentes de manera más o menos controlable. Así, si la capa absorbente está en contacto directo con la capa de plata tiende a desestabilizarla oxidándose. Si está en contacto con el vidrio, la capa va a modificarse por difusión de los iones alcalinos procedentes del vidrio.

50 La invención tiene entonces por objetivo regular el nivel de transmisión luminosa de acristalamientos dotados de apilamientos de capas delgadas descritos anteriormente, sin el inconveniente citado, a saber, sin crear una fuerte evolución óptica de los apilamientos en caso de tratamiento térmico.

55 Secundariamente, la invención tiene también por objetivo regular el nivel de transmisión luminosa y/o la selectividad del acristalamiento, no obstante sin aumentar demasiado significativamente el nivel de reflexión luminosa exterior, preferentemente limitando esta reflexión luminosa a un valor inferior a 20%.

60 Secundariamente, la invención tiene también por objetivo que ese control del nivel de transmisión luminosa se obtenga de manera relativamente simple y sea de utilización flexible a escala industrial.

La invención tiene primero por objetivo un acristalamiento que comprende al menos un sustrato transparente dotado de un apilamiento de capas delgadas que comprende una alternancia de n capa(s) funcional(es) con propiedades de reflexión en el infrarrojo y/o la radiación solar y n + 1 revestimientos compuestos por una o varias capas de material dieléctrico, de manera que cada capa funcional esté dispuesta entre dos revestimientos. Además, al menos una capa absorbente en el visible está insertada entre dos capas de material dieléctrico de al menos uno de dichos revestimientos. En esta configuración, la capa absorbente no está ni en contacto directo con el vidrio (lo que limita los problemas de difusión de oxígeno y de alcalinos bajo el efecto del calor) ni en contacto directo con la plata (lo que limita los

problemas de deterioro de la capa de plata inducido por la oxidación de la capa absorbente en su contacto, también bajo el efecto del calor).

De acuerdo con una primera variante, el apilamiento comprende una sola capa funcional dispuesta entre dos revestimientos (caso en el que $n = 1$).

De acuerdo con una segunda variante, el apilamiento comprende dos capas funcionales alternadas con tres revestimientos (caso en el que $n = 2$).

Convenientemente la o las capas funcionales son a base de plata o de aleación metálica que contiene plata.

La capa absorbente (o las capas absorbentes, no estando la invención limitada a la inserción de una única capa absorbente) puede elegirse de materiales diferentes: se puede tratar de un metal o de una aleación metálica del tipo Ti, Nb, Zr o NiCr. Puede tratarse también de un óxido metálico, como óxido de cromo, óxido de hierro o un óxido sub-estequiométrico de titanio o de zinc. Finalmente puede tratarse de un nitruro metálico, como nitruro de titanio, de niobio, de zirconio, de cromo o de NiCr.

Preferentemente, el espesor de la capa absorbente en el visible de acuerdo con la invención está limitado a valores pequeños: su espesor es convenientemente inferior o igual a 7 nm, e incluso más bien inferior a 5 ó 3 nm. Normalmente se elige un espesor comprendido entre 1 y 3 nm: la primera característica de la capa absorbente, mencionada anteriormente, es la ausencia de su contacto directo con el vidrio o con la capa de plata. Su segunda característica es su delgadez: al ser muy fina, no sirve para reducir en gran cantidad la transmisión, sino más bien para ajustarla precisamente en algunas unidades porcentuales.

De acuerdo con un modo de realización preferida de la invención, la capa absorbente en el visible se encuentra entre dos capas de dieléctricos de las que una al menos es a base de un nitruro de silicio y/o de aluminio.

En una primera variante, se encuentra entre dos capas de uno de esos nitruros. Ahí se trata, en efecto, de la configuración óptima para “encapsular” de la mejor manera la capa absorbente para aislarla de las interacciones con especies que pueden oxidarla o degradarla (oxígeno del aire o del vidrio, o de la capa de óxido adyacente, especies que se difunden de la capa de plata bajo el efecto del calor...). En efecto, los nitruros de silicio y/o de aluminio se conocen por su gran inercia química, incluso a alta temperatura. No solamente juegan su papel habitual de dieléctrico con función óptica y con función de protección de las capas de plata (con un índice de refracción del orden de 2), sino que además van a jugar frente a la capa absorbente en el visible el papel de capas pantalla.

En esta configuración, un tratamiento térmico del tipo recocido, bombeo o temple no (o muy poco) va a afectar a la capa absorbente, haciendo las capas de nitruro barrera al oxígeno e impidiéndole oxidarse. En consecuencia, no va a haber variación de transmisión luminosa del apilamiento en su conjunto más sensible que la que se observa para el apilamiento en ausencia de capa absorbente (por ejemplo una modificación de 3% a lo sumo).

En una segunda variante, la capa absorbente en el visible está dispuesta en el revestimiento entre una capa a base de óxido(s) metálico(s) (u óxido de silicio) y una capa de nitruro de aluminio y/o de silicio. La configuración preferida consiste en que la capa de óxido se encuentra bajo la capa absorbente, y la capa de nitruro encima. De acuerdo con esta variante, hay contacto directo entre la capa absorbente y la capa de óxido. En consecuencia, en caso de tratamiento térmico puede que la capa absorbente sufra una oxidación, pero por un lado está limitada (sobre todo cuando la recubre encima un nitruro, el aislante del oxígeno de la atmósfera), por otro lado esta oxidación puede presentarse beneficiosa en el sentido de que la capa absorbente llega a “atrapar” al oxígeno y así preservar de la oxidación las otras capas del apilamiento. Entonces se observa generalmente una variación de transmisión luminosa del apilamiento un poco superior que en el caso de la primera variante, que puede llegar hasta 4 a 5% por ejemplo.

Al menos uno de los revestimientos del apilamiento de acuerdo con la invención comprende al menos una capa de óxido elegido entre uno al menos de los óxidos siguientes: óxido de zinc, óxido de estaño, óxido de titanio, óxido de silicio, óxido de tántalo, óxido de niobio, óxido de circonio. Como se ha expuesto en la patente EP-0 847 965 citada anteriormente, en efecto es interesante que los revestimientos comprendan a la vez capas de óxido metálico y capas de nitruro de silicio o de aluminio.

Así, bajo al menos una de las capas funcionales es conveniente tener una capa a base de óxido de zinc, que tiende a facilitar la adhesión y la cristalización de la capa funcional a base de plata y a aumentar así su calidad y su estabilidad a alta temperatura.

También es conveniente que la o al menos una de las capas funcionales esté bajo una capa a base de óxido de zinc para aumentar la adhesión.

Para asegurar que el apilamiento pueda sufrir sin evolución óptica demasiado significativa tratamientos térmicos del tipo recocido, temple o bombeo, es preferible que cada uno de los revestimientos comprenda al menos una capa de nitruro de silicio y/o de aluminio.

ES 2 298 192 T3

Opcionalmente se puede insertar una capa fina de metal o de óxido metálico sub-estequiométrico (eventualmente nitrurado) entre cada capa funcional y el revestimiento dispuesto encima de ella y/o el revestimiento dispuesto debajo de ella. Puede tratarse de capas de titanio, niobio, aleación níquel-cromo, que eventualmente se oxidan parcialmente durante el depósito del apilamiento (cuando la capa siguiente se deposita por pulverización catódica reactiva en presencia de oxígeno). Normalmente se les designa bajo el nombre de capas de fijación (para la capa de abajo) o de capa de sacrificio o capa “blocker” (bloqueante) (para la capa de encima).

De acuerdo con una variante preferida, el apilamiento comprende dos capas funcionales a base de plata con tres revestimientos, y la capa absorbente en el visible se encuentra insertada en el revestimiento denominado “intermedio”, es decir, el dispuesto entre las dos capas funcionales. Se ha mostrado que es en esta configuración en donde la capa absorbente parece la más estabilizada/aislada, y que el aspecto en reflexión exterior del acristalamiento es el mejor. Un ejemplo de apilamiento de acuerdo con la invención es el siguiente:

Sustrato transparente/ Si_3N_4 / $\text{ZnO}/\text{Ag}/\text{ZnO}/\text{Si}_3\text{N}_4/\text{TiN}$ o $\text{NbN}/\text{Si}_3\text{N}_4/\text{ZnO}/\text{Ag}/\text{ZnO}/\text{Si}_3\text{N}_4$

eventualmente con capas finas de metal (eventualmente oxidado parcialmente) del tipo titanio sobre una de las caras al menos de las capas de plata.

La invención se refiere a todos los acristalamientos dotados de esos apilamientos; los acristalamientos laminares (en donde el apilamiento se deposita sobre uno de los sustratos rígidos o sobre un sustrato flexible del tipo poli (tereftalato de etileno), PET, que se le lleva a ensamblar con los dos sustratos rígidos por láminas termoplásticas), los acristalamientos laminares denominados asimétricos, los acristalamientos múltiples del tipo doble-acristalamiento preferentemente con el apilamiento en cara 2 o en cara 3 del acristalamiento (numerando las caras de los sustratos, de manera convencional, desde la cara más exterior a la cara interior del acristalamiento una vez montado en un local). La invención se refiere más en particular a los dobles acristalamientos que presentan:

Σ transmisiones luminosas T_L de 75% a lo sumo, en particular 70% ó 65% a lo sumo, particularmente de al menos 40%, o comprendidas entre 55 y 65% o entre 45 y 55%, particularmente en los alrededores de 50% y 60%, y/o

Σ una reflexión luminosa exterior R_L inferior o igual a 20%, particularmente de 17% a lo sumo, y/o

Σ valores de a^* y de b^* en reflexión luminosa exterior inferiores o iguales a 1, preferentemente negativos (incluso después de haber sufrido tratamientos térmicos del tipo temple), más particularmente en el caso de apilamientos de dos capas de plata.

El punto clave de la invención es por tanto que la capa absorbente en el visible insertada de una manera particular en apilamientos convencionales permite regular la transmisión luminosa de ellos sin evolucionar ópticamente en caso de tratamiento térmico y/o sin perturbación del aspecto en reflexión del sustrato.

Convenientemente la(s) capa(s) absorbente(s) de acuerdo con la invención tiene(n) una absorción luminosa intrínseca de al menos 3%, en particular comprendida entre 4 y 15% o entre 6 y 12% (cada una o el conjunto de dichas capas absorbentes si la invención utiliza varias de ellas).

La invención se describirá más detalladamente con ayuda de los ejemplos siguientes.

En todos los ejemplos, los apilamientos se depositan sobre un sustrato de vidrio claro silico-sódico-cálcico de 6 mm. Después el sustrato se monta en doble acristalamiento con un segundo sustrato de vidrio idéntico, de manera que el apilamiento esté en cara 2 y que la lámina de gas interpuesto entre los 2 vidrios sea de argón y de 12 mm de espesor. Esos acristalamientos están destinados fundamentalmente a la vivienda, como acristalamientos de aislamiento térmico/de control solar).

En todos los ejemplos se hace un primer montaje en doble acristalamiento con el vidrio dotado de capas no templadas, después un segundo montaje en donde el vidrio una vez dotado del apilamiento de capas ha sufrido un temple en las condiciones usuales en el ámbito (que comprende un calentamiento del vidrio a 640°C durante varios minutos).

Todas las capas de los apilamientos se depositan por pulverización catódica asistida por campo magnético: (capas de óxido por pulverización catódica reactiva en presencia de oxígeno de blancos metálicos o de blancos cerámicos eventualmente sub-estequiométrico, las capas de nitruro por pulverización catódica reactiva en presencia de nitrógeno).

ES 2 298 192 T3

Ejemplo comparativo 1

El apilamiento de capas es el siguiente: (la tabla de más abajo indica los espesores de las capas en nanometros)

	Ej. comparativo 1
Vidrio	nm
Si ₃ N ₄	31
ZnO	10
Ag	9,5
Ti	0,8
ZnO	10
Si ₃ N ₄	64
ZnO	10
Ag	17,5
Ti	0,8
ZnO	10
Si ₃ N ₄	21,5

Es comparativo, puesto que no tiene capa absorbente en el visible entre dos capas de dieléctrico. Las dos capas de titanio encima de las capas de plata son muy finas y llegan a oxidarse (al menos parcialmente) durante el depósito de la capa siguiente de ZnO (como en los ejemplos siguientes).

Ejemplos 2 y 3 de acuerdo con la invención

Los ejemplos recogen el apilamiento del ejemplo 1 añadiendo una capa de nitruro de titanio “en medio” de la capa de Si₃N₄ del revestimiento dieléctrico que se encuentra entre las dos capas de plata. Se trata de la primera variante de la invención, en donde la capa absorbente está protegida de la oxidación por las dos capas que la rodean.

La tabla a continuación reagrupa los espesores en nm de cada una de las capas.

	Ejemplo 2	Ejemplo 3
Vidrio	-	-
Si ₃ N ₄	31	31
ZnO	10	10
Ag	9,5	9,5
Ti	0,8	0,8
ZnO	10	10
Si ₃ N ₄	32	32
TiN	0,7	1,4
Si ₃ N ₄	32	32

ES 2 298 192 T3

	Ejemplo 2	Ejemplo 3
ZnO	10	10
Ag	17,5	17,5
Ti	0,8	0,8
ZnO	10	10
Si ₃ N ₄	21,5	21,5

La tabla más abajo recapitula para cada uno de los ejemplos 1 a 3 los datos siguientes:

- la transmisión T_L en % según el Iluminante D65;
- la longitud de onda dominante λ_D de transmisión, en nm;
- el valor de reflexión luminosa exterior R_{ext} en %;
- el valor de a^* y b^* en reflexión luminosa de acuerdo con el sistema de colorimetría (L, a^* , b^*);
- el factor solar FS, de acuerdo con una norma DIN.

Esos valores están dados para el doble acristalamiento sin temple del vidrio de capas ("sin temple") y para el doble acristalamiento con el vidrio de capas templadas ("con temple").

Ejemplos	T_L	λ_D	R_{ext}	a^*	b^*	FS
Ejemplo 1 comparativo						
sin temple	63,4	516	17,1	-4,4	-3,5	34
con temple	65,3	508	21,1	-3,8	-4,7	34
Ejemplo 2						
sin temple	60,2	496	16,4	-3,9	0,7	33
con temple	62,3	493	17,4	-0,6	-2,5	33
Ejemplo 3						
sin temple	57,6	501	13,4	-4,6	-5,0	31
con temple	59,5	497	14,5	-2,7	-7,8	31

De esos datos se pueden sacar las conclusiones siguientes:

- Con la capa adicional de TiN según la invención, se puede reducir de manera controlada la T_L en 2 a 7 u 8% ajustando en consecuencia su espesor aunque se conserva un nivel de reflexión exterior moderado, claramente inferior a 20% (se podría obtener la misma disminución de T_L engrosando las capas de plata, pero en detrimento de la reflexión luminosa exterior que aumenta entonces significativamente).
- Se puede hacer ese ajuste con una capa muy delgada: menos de 2 nm de TiN, por tanto sin aumentar significativamente el tiempo de ciclo de producción del apilamiento, sin aumentar significativamente el coste ni la complejidad de ello.
- La adición de esta capa absorbente tiene también como consecuencia directa una ganancia de al menos 1 a 3 puntos de FS.
- Incluso sin temple, la capa absorbente de acuerdo con la invención tiene un efecto beneficioso sobre la reflexión exterior reduciéndola en al menos 1 a 4% (a niveles de T_L comparables), y permite conservar valores de a^* y b^* negativos (es decir, un color residual en reflexión en los azules-verdosos, que es el tinte más investigado actualmente).

ES 2 298 192 T3

- Todas esas ventajas se conservan incluso cuando el apilamiento sufre un temple: ciertamente hay ligeras variaciones de T_L o de R_L , pero la reflexión luminosa permanece muy por debajo de 20% (contrariamente al ejemplo comparativo en el que aumenta en cerca de 4% y supera el umbral de 20%). Es una prueba de que la capa de TiN es estable, no (poco) ha evolucionado ópticamente gracias a su “encapsulado” entre dos nitruros.

Señalar también que puede ser preferible que las dos capas de nitruro que rodean la capa de TiN no sean del mismo espesor, pudiendo la más alejada del sustrato ser más gruesa en por ejemplo un tercio (alrededor de 20, 30 ó 40%) respecto a la otra (o recíprocamente).

Señalar por otra parte que se puede reemplazar la capa de TiN por una capa de NbN o por una capa de metal del tipo Ti, Nb o Zr.

Finalmente señalar la fuerte disimetría en los espesores de las dos capas de plata, que sigue particularmente la enseñanza de la patente EP-0 844 219 citada anteriormente.

Ejemplos 4, 5 y 5 bis

Esos ejemplos son similares al ejemplo 3, con capas de TiN (ejemplo 4) y de NbN (ejemplo 5) como capas absorbentes. Están siempre de acuerdo con la primera variante de la invención.

La tabla a continuación reagrupa los espesores en nm de cada una de las capas del apilamiento:

	Ejemplo 4	Ejemplo 5	Ejemplo 5 bis
Vidrio	-	-	-
Si ₃ N ₄	31	31	29
ZnO	10	10	10
Ag	8, 5	8, 5	8,5
Ti	0,8	0,8	0,8
ZnO	10	10	10
Si ₃ N ₄	31	31	30
Capa absorbente	NbN: 1,4	TiN: 1,4	TiN: 2
Si ₃ N ₄	31	31	30
ZnO	10	10	10
Ag	17,0	17,0	20,2
Ti	0,8	0,8	0,8
ZnO	10	10	10
Si ₃ N ₄	23	23	20

Señalar que los ejemplos 2 a 5 bis de acuerdo con la invención presentan después del temple una buena calidad óptica, sin aparición de picaduras de corrosión o defectos de anclaje en particular.

La tabla a continuación recapitula para esos tres ejemplos los mismos datos fotométricos que para los ejemplos anteriores 1 a 3, con las mismas convenciones, y además:

- la pureza en transmisión p_e en porcentaje,
- el valor de ΔE en reflexión, sin unidad, que, en el sistema de colorimetría (L , a^* , b^*) se calcula según la fórmula $[(a^*_f - a^*_i)^2 + (b^*_f - b^*_i)^2 + (L^*_f - L^*_i)^2]^{1/2}$ con a^*_i , b^*_i y L^*_i los valores antes del temple, y a^*_f , b^*_f y L^*_f los valores después del temple.

ES 2 298 192 T3

Ejemplos	T _L	λ ₀	pe	Rl _{ext}	a*	b*	ΔE	FS
Ejemplo 4								
antes del temple	58,5	537	3,4	14,2	-1,0	-7,8	-	32
después del temple	59,6	521	2,2	15,7	-2,7	-9,0	2,9	33
Ejemplo 5								
antes del temple	58,6	542	4,6	14,4	-0,7	-9,0	-	32
después del temple	60,4	531	2,8	16,0	-2,1	-10,1	2,7	33
Ejemplo 5 bis								
antes del temple	49,4	500	6,4	16,2	-1,9	-5,3 -		26
después del temple	50,6	494	2,8	17,9	-1,6	-6,2 -		26

Se señala que el aumento de transmisión luminosa después de temple es muy limitado: alrededor de 1,5% con la capa de NbN, alrededor de 2 ó 1,2% con una capa de TiN según su espesor. Aun así, el color en reflexión exterior evoluciona poco después de temple: los valores de a* y b* permanecen negativos, con una disminución del valor de a* en alrededor de -2 y una variación del valor de b* de ± 1. El ejemplo 5 bis es particularmente bueno sobre este punto, con un valor de a* que no evoluciona más que en +0,3 y un valor de b* que no evoluciona más que en -0,9.

Ejemplo 6

Este ejemplo está de acuerdo con la segunda variante de la invención: la capa absorbente se encuentra en el revestimiento dieléctrico superior (encima de la segunda capa de plata), entre una capa de óxido y una capa de nitruro.

La tabla a continuación reagrupa los espesores en nm de cada una de las capas del apilamiento:

	Ej.6
Vidrio	nm
Si ₃ N ₄	31
ZnO	10
Ag	8,5
Ti	0,8
ZnO	10
Si ₃ N ₄	62
ZnO	10
Ag	17,0
Ti	0,8
ZnO	10
TiN	1,4
Si ₃ N ₄	23

Se ha montado el vidrio como anteriormente en doble acristalamiento, sin temple y después de temple. La evolución óptica después de temple es la siguiente:

$$\Sigma \Delta T_L = T_L \text{ después de temple} - T_L \text{ antes de temple} = +2,4\%,$$

ES 2 298 192 T3

$\Sigma \Delta b^*$ en reflexión exterior = b^* después de temple - b^* antes de temple = 2,

ΣR_{LEXT} después de temple = 16,5%,

5 Σ relación T_L/FS = alrededor de 62-63/33.

No hay picadura de corrosión, incluso si los parámetros de depósito no están perfectamente ajustados, y los defectos de desanclaje son muy pequeños y muy poco numerosos.

10 Se han probado varias configuraciones en las que la capa absorbente se encuentra entre una capa de óxido y una capa de nitruro, evaluando la calidad óptica de los apilamientos después de temple. Son las variantes del ejemplo 6 detalladas a continuación (los espesores de todas las capas salvo la de la capa absorbente son los mismos que los del ejemplo 6):

15 Ejemplo 6.1

Sustrato/ Si_3N_4 / $\text{ZnO}/\text{Ag}/\text{Ti}/\text{ZnO}/\text{TiN}(1 \text{ a } 3 \text{ nm})/\text{Si}_3\text{N}_4/\text{ZnO}/\text{Ag}/\text{Ti}/\text{ZnO}/\text{Si}_3\text{N}_4$

20 Ejemplo 6.2

Sustrato/ Si_3N_4 / $\text{ZnO}/\text{Ag}/\text{Ti}/\text{ZnO}/\text{Si}_3\text{N}_4/\text{TiN}(1 \text{ a } 3 \text{ nm})/\text{ZnO}/\text{Ag}/\text{Ti}/\text{ZnO}/\text{Si}_3\text{N}_4$

25 Ejemplo 6.3

Sustrato/ Si_3N_4 / $\text{ZnO}/\text{Ag}/\text{Ti}/\text{ZnO}/\text{Si}_3\text{N}_4/\text{ZnO}/\text{Ag}/\text{Ti}/\text{ZnO}/\text{TiN}(1 \text{ a } 3 \text{ nm})/\text{Si}_3\text{N}_4$

30 Ejemplo 6.4

Sustrato/ Si_3N_4 / $\text{ZnO}/\text{Ag}/\text{Ti}/\text{ZnO}/\text{TiN}(1 \text{ a } 2 \text{ nm})/\text{Si}_3\text{N}_4/\text{ZnO}/\text{Ag}/\text{Ti}/\text{ZnO}/\text{TiN}(1 \text{ a } 2 \text{ nm})/\text{Si}_3\text{N}_4$

Este ejemplo utiliza por tanto dos capas absorbentes.

35

La calidad óptica después de temple de esos vidrios se ha evaluado por la densidad de los defectos de menos de 2 micrómetros y por la densidad de los defectos de al menos 2 micrómetros. Las configuraciones más favorables son las del ejemplo 6.3 y las del ejemplo 6.4:

40 Σ para el ejemplo 6.3, con 2 nm y 3 nm de capa absorbente, no hay defecto alguno de más o de menos de 2 micrómetros.

Σ para el ejemplo 6.4, hay defectos poco numerosos cuando las dos capas absorbentes tienen cada una un espesor de 1 nm, y ningún defecto si la primera a partir del sustrato tiene un espesor de 1 nm y la segunda un espesor de 2 nm. (la configuración según el ejemplo 6.3 se puede considerar como mejor que la del ejemplo 6.4 puesto que se evita cualquier defecto con 2 nm en un caso, y 2+1 nm al menos en el otro caso).

45

para el ejemplo 6.2 la configuración óptima se observa con 3 nm de capa absorbente (pocos defectos)

50

para el ejemplo 6.1 la configuración óptima se observa con 3 nm de capa absorbente también (ningún defecto de menos de 2 micrómetros, pocos defectos de al menos 2 micrómetros)

55

por comparación, si se reproduce el ejemplo 6.1 omitiendo la capa absorbente, se tiene después de temple una gran densidad a la vez de defectos de menos de 2 micrómetros y defectos de al menos 2 micrómetros, densidad prohibitiva para un producto comercial.

60

Se ve por tanto que se han de tener en cuenta dos parámetros para asegurar una buena calidad óptica después de temple de los apilamientos de acuerdo con la invención: el lugar de la o de las capas absorbentes en el apilamiento (preferentemente “en” el dieléctrico más exterior o en el dieléctrico intermedio de los apilamientos de dos capas de plata), y su o sus espesores (variable según las configuraciones, pero preferentemente de al menos 1,5 ó 2 nm, e incluso más bien alrededor de 3 nm cuando la capa absorbente está “en” el dieléctrico intermedio).

65

Se ve también que la presencia de la capa absorbente mejora el comportamiento en los tratamientos térmicos del apilamiento en su conjunto.

ES 2 298 192 T3

Ejemplo 7 comparativo

Este ejemplo se da como comparación, en la medida en que esta vez la capa absorbente está en contacto directo con el vidrio:

	Ej. comparativo 7
Vidrio	nm
TiN	1,4
Si ₃ N ₄	31
ZnO	10
Ag	8,5
Ti	0,8
ZnO	10
Si ₃ N ₄	62
ZnO	10
Ag	17,8
Ti	0,8
ZnO	10
Si ₃ N ₄	23

Se monta siempre de la misma manera el vidrio en doble acristalamiento, sin temple y después de temple: $\Delta T_L = +4\%$, Δb^* en reflexión exterior = -2 a -3, calidad óptica muy mala: muchísimas picaduras de corrosión.

Este ejemplo demuestra que colocar la capa directamente en contacto con el vidrio tiene un impacto desastroso sobre la calidad óptica del vidrio después de temple, con un aumento significativo de T_L .

En conclusión, la inserción de una capa absorbente en el visible (y más allá) entre dieléctricos de tipo nitruro y/u óxido permite un control fino de la transmisión luminosa, una ganancia de FS, sin las perturbaciones ópticas que se habría podido temer, muy particularmente en reflexión exterior y muy particularmente cuando las capas sufren un tratamiento térmico: evolución óptica global del apilamiento limitada en caso de temple (menos de $\pm 3\%$ o incluso $\pm 2\%$ en T_L), mantenimiento de un nivel de reflexión exterior moderado y de una colorimetría satisfactoria en reflexión exterior, calidad óptica después de temple satisfactoria.

Los acristalamientos que comprenden un sustrato dotado del apilamiento de acuerdo con la invención pueden comprender también una u otras varias funcionalidades: pueden comprender, por ejemplo, un revestimiento anti-suciedad a base de TiO₂ fotocatalítico, un revestimiento hidrófobo a base de polímero fluorado, un revestimiento hidrófilo a base de SiO₂ o SiOC, uno o varios revestimientos anti-reflejos. Esos revestimientos están preferentemente dispuestos sobre una al menos de las caras exteriores de los acristalamientos (las caras giradas hacia el exterior, por oposición a las caras giradas hacia la hoja termoplástica interior en el caso de un laminado o a las caras giradas hacia la lámina de aire, de gas o de vacío en el caso de un acristalamiento aislante).

El apilamiento de acuerdo con la invención puede ser también calefactor, con alimentación eléctrica y las conexiones apropiadas.

REIVINDICACIONES

1. Acristalamiento que comprende al menos un sustrato transparente dotado de un apilamiento de capas delgadas que comprenden una alternancia de n capa(s) funcional(es) con propiedades de reflexión en el infrarrojo y/o en la radiación solar y de n+1 revestimientos compuestos por una o varias capas de material dieléctrico, de manera que cada capa funcional esté dispuesta entre dos revestimientos, al menos un revestimiento que comprende al menos dos capas de material dieléctrico, **caracterizado** porque al menos una capa absorbente en el visible se inserta entre dos capas de material dieléctrico de al menos uno de dichos revestimientos.

2. Acristalamiento de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado** porque el apilamiento comprende una sola capa funcional dispuesta entre dos revestimientos.

3. Acristalamiento de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado** porque el apilamiento comprende dos capas funcionales alternadas con tres revestimientos.

4. Acristalamiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, **caracterizado** porque la(s) capa(s) funcional(es) es (son) de plata o de aleación metálica que contiene plata.

5. Acristalamiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, **caracterizado** porque la(s) capa(s) absorbente(s) en el visible se elige(n) a base de un metal o de una aleación metálica como Ti, Nb, Zr o NiCr, a base de un óxido metálico como óxido de cromo, óxido de hierro o un óxido sub-estequiométrico de titanio o de zinc, o a base de un nitruro metálico como nitruro de titanio, de niobio, de circonio, de cromo o de NiCr.

6. Acristalamiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, **caracterizado** porque el espesor de la (cada una de las) capa(s) absorbente(s) en el visible es inferior o igual a 7 nm, en particular inferior o igual a 5 nm o a 3 nm, preferentemente comprendido entre 1 y 2 nm.

7. Acristalamiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, **caracterizado** porque una al menos de las dos capas entre las que se inserta(n) la(s) capa(s) absorbente(s) en el visible es de un material dieléctrico a base de un nitruro de aluminio y/o de silicio.

8. Acristalamiento de acuerdo con la reivindicación 7, **caracterizado** porque la(s) capa(s) absorbente(s) en el visible se inserta(n) entre dos capas a base de nitruro de aluminio y/o de silicio.

9. Acristalamiento de acuerdo con la reivindicación 7, **caracterizado** porque la(s) capa(s) absorbente(s) en el visible se deposita(n) entre una capa de óxido(s) metálico(s) y una capa a base de nitruro de silicio y/o de aluminio.

10. Acristalamiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, **caracterizado** porque al menos uno de los revestimientos comprende una capa de óxido elegido entre óxido de zinc, de estaño, de titanio, de silicio, de tántalo, de niobio, de circonio, o una mezcla de al menos dos de entre ellos.

11. Acristalamiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, **caracterizado** porque la o cada una de las capa(s) funcional(es) está encima de un revestimiento cuya última capa es a base de óxido de zinc.

12. Acristalamiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, **caracterizado** porque la o cada una de las capa(s) funcional(es) está debajo de un revestimiento cuya primera capa es a base de óxido de zinc.

13. Acristalamiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, **caracterizado** porque cada uno de los revestimientos comprende al menos una capa a base de nitruro de silicio y/o de aluminio.

14. Acristalamiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, **caracterizado** porque una capa fina de un metal o de un sub-óxido metálico se inserta entre cada capa funcional y uno al menos de los revestimientos que la rodean, particularmente una capa de sacrificio a base de titanio, niobio, níquel-cromo y preferentemente de espesor inferior a 2 nm.

15. Acristalamiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, **caracterizado** porque el apilamiento comprende dos capas funcionales a base de plata entre tres revestimientos, con la(s) capa(s) absorbente(s) en el visible insertada(s) en el revestimiento "intermedio" dispuesto entre las dos capas funcionales y/o en el revestimiento "superior" dispuesto encima de la segunda capa funcional.

16. Acristalamiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, **caracterizado** porque el apilamiento es el siguiente:

$\text{Si}_3\text{N}_4/\text{ZnO}/\text{Ag}/\text{ZnO}/\text{Si}_3\text{N}_4/\text{TiN}$ o $\text{NbN}/\text{Si}_3\text{N}_4/\text{ZnO}/\text{Ag}/\text{ZnO}/\text{Si}_3\text{N}_4$ o

$\text{Si}_3\text{N}_4/\text{ZnO}/\text{Ag}/\text{ZnO}/\text{Si}_3\text{N}_4/\text{ZnO}/\text{Ag}/\text{ZnO}/\text{TiN}$ o $\text{NbN}/\text{Si}_3\text{N}_4$ o

ES 2 298 192 T3

$\text{Si}_3\text{N}_4/\text{ZnO}/\text{Ag}/\text{Ti}/\text{ZnO}/\text{TiN}/\text{Si}_3\text{N}_4/\text{ZnO}/\text{Ag}/\text{Ti}/\text{ZnO}/\text{TiN}/\text{Si}_3\text{N}_4$

eventualmente con capas finas de metal parcial o totalmente oxidadas dispuestas sobre una de las caras al menos de cada una de las caras de plata.

5

17. Acristalamiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, **caracterizado** porque está en forma de acristalamiento laminado, de acristalamiento asimétrico o de un acristalamiento múltiple del tipo doble acristalamiento.

10

18. Acristalamiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, **caracterizado** porque la(s) capa(s) absorbente(s) tiene(n) una absorción luminosa intrínseca de al menos 3%, en particular comprendida entre 4 y 15% o entre 6 y 12%.

15

19. Doble acristalamiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, **caracterizado** porque el apilamiento comprende dos capas funcionales a base de plata, con una transmisión luminosa T_L de al menos 65%, en particular comprendida entre 40 y 65%, una reflexión luminosa exterior R_L inferior o igual a 20%, en particular de 17% a lo sumo, y valores de a^* y b^* en reflexión luminosa exterior inferiores o iguales a 1, preferentemente negativos.

20

20. Acristalamiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, **caracterizado** porque la(s) capa(s) absorbente(s) en el visible y/o el apilamiento de capas en su conjunto no evoluciona(n), o poco, ópticamente en caso de tratamiento térmico del tipo recocido, bombeo, temple.

25

21. Acristalamiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, **caracterizado** porque está dotado también de al menos otro revestimiento de funcionalidad diferente, en particular un revestimiento anti-suciedad, un revestimiento hidrófobo, un revestimiento hidrófilo, un revestimiento anti-reflejos.

30

35

40

45

50

55

60

65