

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 330 446**

51 Int. Cl.:
C03C 17/00 (2006.01)
C23C 16/40 (2006.01)
C23C 16/453 (2006.01)
C23C 16/30 (2006.01)
C08J 7/06 (2006.01)
C09D 1/00 (2006.01)
C09D 7/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **05008122 .3**
96 Fecha de presentación: **14.04.2005**
97 Número de publicación de la solicitud: **1602633**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **07.12.2005**

54 Título: **USO DE CAPAS ÓPTICAS PARA LA MEJORA DE TRANSMISIÓN Y/O REDUCCIÓN DE REFLEXIÓN.**

30 Prioridad:
20.04.2004 DE 102004019575

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
13.01.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
13.01.2012

73 Titular/es:
**INNOVENT E.V. TECHNOLOGIEENTWICKLUNG
PRÜSSINGSTRASSE 27 B
07745 JENA, DE**

72 Inventor/es:
Zobel, Bernhard, Dr.;
Richter, Thomas y
Grünler, Bernd, Dr.

74 Agente: **Fàbrega Sabaté, Xavier**

ES 2 330 446 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).

DESCRIPCION

Uso de capas ópticas para la mejora de transmisión y/o reducción de reflexión.

La invención se refiere a un uso de una capa óptica para la mejora de transmisión y/o reducción de reflexión en o sobre sustratos, fabricada por recubrimiento a la llama.

5 La supresión de reflejos de sustratos transparentes puede conseguirse o bien por la aplicación de capas de supresión de reflejos múltiples o bien por la aplicación de una capa de supresión de reflejos sencilla. El modo de acción de las capas de supresión de reflejos múltiples se basa en que mediante la estructura de capa apropiada se produce una interferencia destructiva y por consiguiente la eliminación de reflexiones determinadas. En el caso de capas de supresión de reflejos sencillas se intenta bajar el índice de refracción de la capa para la supresión de
10 reflejos de vidrio a ser posible a un valor de 1,22 y al mismo tiempo aprovechar la rugosidad de la capa para reducir la reflexión. Esto no es posible con capas compactas. Por este motivo se configuran capas semejantes de forma porosa, es decir, con una parte de aire (índice de refracción 1). Las capas de gradiente configuradas de forma semejante presentan un índice de refracción mixto entre el del material de la capa y el del aire.

15 Como es sabido capas semejantes se fabrican con la ayuda de procedimientos sol – gel. En este caso se retira posteriormente de forma parcial una parte orgánica existente de la capa mediante una carga térmica, y por consiguiente se fabrica la capa antirreflektante porosa, véanse los documentos DE 19918811 A1; EP 0835849 A1; EP 0597490 B1. También se conoce como fabricar las capas porosas directamente por procedimientos sol – gel, preformándose la estructura particular ya en el estado de sol (US 4775520 A; DE 10146687 C1).

20 La desventaja de estos procedimientos conocidos consiste en que los procesos sol – gel son relativamente costosos normalmente tanto en la aplicación, como también en la fabricación de los soles. Además, se emplean a menudo disolventes orgánicos caros que representan una carga para el medio ambiente. Son necesarios en muchos casos una maleabilización posterior de las capas y por consiguiente un consumo adicional de energía y gastos aumentados de tiempo.

25 Además, del documento DE 42 37 921 A1 se conoce la aplicación de un recubrimiento que contiene silicio mediante la descomposición hidrolítica a la llama de las sustancias orgánicas de silicio para la hidrofiliación de un sustrato de vidrio de silicato. El documento DE 100 19 926 A1 modificó una superficie de un sustrato compacto por la descomposición pirolítica a la llama de precursores de silicio y de esta manera produce una capa adherente sobre un vidrio o un sustrato de PET. El documento WO 02/14579 A1 divulga un procedimiento de fabricación de una capa de vidrio sobre un sustrato, en el que se descomponen de forma pirolítica a la llama precursores de silicio (dado el caso
30 con el empleo de dopajes). La guía de ondas planar así fabricada no requiere un tratamiento adicional. En el documento US 5 622 750 A se describe un procedimiento nuevo para la fabricación de una guía de ondas planar, que usa la descomposición pirolítica a la llama de precursores de silicio con el empleo adicional de dopantes. Los cuatro últimos documentos mencionados tienen como objetivo únicamente la generación de capas hidrófilas o adherentes o la generación de guías de ondas planares.

35 La presente invención debe evitar estas desventajas.

Según la invención se consigue esto por las características de la primera reivindicación y se complementa por configuraciones ventajosas según las reivindicaciones dependientes. Las capas fabricadas de esta manera sencilla muestran buenos valores en la supresión de reflejos, tanto con incidencia de la luz perpendicular como también inclinada. Esto se aplica tanto a la parte de la luz visible como también a la parte de la luz de ondas más
40 largas. La aplicación del procedimiento conocido en sí de la pirólisis a la llama para la descomposición de precursores de silicio para la fabricación de capas sencillas estructuradas no necesita las estructuraciones térmicas o mecánicas de la capa aplicada necesarias según el estado de la técnica a continuación de un procedimiento sol – gel.

45 Para la fabricación de la capa pueden emplearse tanto un quemador como también varios quemadores, cuya potencia por superficie de salida de llama asciende a 0,5 - 10 kW/10 cm², preferiblemente a 6 kW/10cm². El sustrato puede encontrarse en el proceso de fabricación preferiblemente dentro de la llama del quemador. La temperatura de sustrato de 20 °C a 300 °C es válida para el interior del sustrato y puede ser mayor en la superficie del sustrato. La velocidad del movimiento relativo entre el quemador y un sustrato a recubrir por uno o los dos lados con un valor de 10 a 20000 mm/s es función del sustrato y del espesor de la capa a aplicar. Para el vidrio puede ser, por ejemplo, de
50 12 a 200 mm/s. La distancia entre quemador y sustrato con un valor de 3 a 200 mm está medida de forma que el sustrato se encuentra lo más dentro posible de la llama. El quemador está dirigido con su eje preferiblemente de forma perpendicular al sustrato; el eje puede desviarse también hasta un ángulo de 45° de la perpendicular. Como precursores sirven los compuestos de silicio con la fórmula general R_(4-n)SiX_n (n = 0-4; R = resto orgánico; X = halógeno, OH; OR; por ejemplo, Me₄Si, Me₃Si-O-SiMe₃). Puede emplearse también un compuesto de silicio inorgánico, como por ejemplo SiCl₄, como precursor. Los gases combustibles pueden ser hidrógenos carburados y/o
55

hidrógeno en forma de gas y/o líquido, preferiblemente puede emplearse butano o propano o mezclas de ellos o gas natural. Como oxidante se emplea aire, oxígeno o una mezcla de aire y oxígeno. Los espesores de la capa a fabricar se encuentran entre 5 nm y 200 nm, preferiblemente entre 20 nm y 100 nm. Las capas según la invención presentan un valor de RMS (rugosidad) de 3–50 nm, preferiblemente 5 – 30 nm, especialmente preferido 10–25 nm. Como sustratos pueden emplearse tanto vidrio en forma de vidrio flotado o vidrio colado, recubierto o no recubierto, con o sin piezas intercaladas como también cerámica, plásticos o metales. El efecto ventajoso de las capas ópticas depende del material de los sustratos. La concentración de precursores debe encontrarse entre 0,05 % en volumen / litro de gas combustible y 5 % en volumen / litro de gas combustible, preferiblemente 0,1–1 % en volumen / litro de gas combustible. En este caso la indicación de porcentaje se refiere a precursores con un átomo de Si. En el caso de precursores con más de un átomo de Si por molécula deben dividirse los porcentajes correspondientes en volumen entre el número de átomos de Si.

La invención se explica detalladamente a continuación mediante el dibujo esquemático. Muestran:

- Fig. 1 un esquema de bloques de una instalación de recubrimiento,
- Fig. 2 una parte de esta instalación de recubrimiento,
- Fig. 3 una representación del proceso de recubrimiento,
- Fig. 4 y 5 la dependencia del aumento de transmisión de un primer sustrato,
- Fig. 6 y 7 la dependencia del aumento de transmisión de un segundo sustrato,
- Fig. 8 y 9 la dependencia del aumento de transmisión de un tercer sustrato,
- Fig. 10 y 11 la dependencia del aumento de transmisión de un cuarto sustrato,
- Fig. 12 la dependencia de la reducción de reflexión de un quinto sustrato.

En las figuras 1 a 3 se representa un dispositivo automático de recubrimiento 35, en el que un quemador 20 con una llama (o varias llamas) 21 se mueve respecto a un sustrato 22, que se encuentra sobre un soporte 23. El sustrato se encuentra a una distancia de, por ejemplo, 40 mm del quemador. El movimiento del sustrato está representado por una flecha doble 24. Pero también es posible que se muevan el quemador o el quemador y el sustrato. El sustrato 22 se tempera con la ayuda de una instalación de calentamiento 25. Se suministra un precursor (por ejemplo, Me_4Si , $\text{Me}_3\text{Si-O-SiMe}_3$) 26 a través de una instalación de dosificación 27 a un sistema mezclador 28, al que está conectada una regulación de oxidante – gas combustible 29. En la regulación oxidante – gas combustible se mezclan un gas combustible (por ejemplo, propano) 30 y un oxidante (por ejemplo, aire) 31 en relación apropiada. El gas de mezcla así originado llega al sistema mezclador 28 (adición de precursor) y de allí al quemador 20. Allí se quema el gas de mezcla. Para la supervisión de combustión sirve un sistema sensor con indicación 32. Para la fabricación de una capa 33 de espesor correspondiente, que mejora la transmisión y/o que reduce la reflexión, el sustrato 22 se mueve de aquí para allá en las direcciones indicadas por la flecha doble 24, precipitándose partículas $\text{SiO}_x(\text{OH})_{(4-2x)}$ 34 sobre el sustrato 22 como capa que mejora la transmisión y/o que reduce la reflexión.

El precursor también puede añadirse en la llama del quemador en lugar de en el sistema de mezcla 28, descomponiéndose de forma hidrolítica con la ayuda de un oxidante.

Por motivos de visualización, en la Fig. 3 está previsto el sustrato 22 en la punta de la llama 21. No obstante, se encuentra ventajosamente dentro de la llama 21.

A continuación se describe la fabricación de capa sobre cinco sustratos diferentes mediante 5 ejemplos de modo de realización.

40 Ejemplo de modo de realización 1

Con la ayuda de la instalación automática de recubrimiento representado en las figuras 1 a 3 se recubre un disco de vidrio blanco de un tamaño de 85.70 mm^2 con un espesor de 4 mm por una y ambas caras con una capa que contiene Si, O y H de la composición general $\text{SiO}_x(\text{OH})_{(4-2x)}$ ($x = 0-2$). Para la decantación de la capa se emplea un quemador con una potencia térmica de $6 \text{ kW}/10 \text{ cm}^2$. La velocidad de sustrato es de 50 mm/s y la distancia a la llama (entre quemador y sustrato) 40 mm. Como medio oxidante se emplea aire, que se suministra a 200 l/min y se mezcla con un gas combustible que consiste en propano dopado con un 0,3 % en volumen de hexametildisiloxano y se suministra a 8 l/min. El sustrato se calienta previamente a 80 °C en un horno por aire antes de la exposición a la llama. Durante el recubrimiento se emplea una placa temperada (soporte) como contra enfriamiento con 80 °C. Este procedimiento se lleva a cabo con tres sustratos iguales.

Después del enfriamiento se miden los sustratos 22 recubiertos de forma espectroscópica en transmisión

bajo un ángulo de incidencia de luz de 90° y 45° y cada vez se forma un valor medio. Los resultados respecto a la mejora de la transmisión de luz referida a las longitudes de onda, en función del tratamiento y sus repeticiones, pueden deducirse de la Fig. 4 para el ángulo de incidencia de la luz de 90°. Aquí la curva 41 representa la transmisión en superficies no tratadas del sustrato. La curva 42 muestra la transmisión después de cuatro pasadas en el sustrato recubierto por una cara. La curva 43 muestra igualmente la transmisión en un sustrato recubierto por una cara, pero después de 8 pasadas. La curva 44 muestra la transmisión después de 8 pasadas en el caso de recubrimiento por ambas caras del sustrato.

Con un ángulo de incidencia de 45° se producen valores correspondientes, que pueden deducirse de las curvas 51, 52, 53, 54 de la Fig. 5. Puede reconocerse que una mejora de transmisión va acompañada de número creciente de ciclos de recubrimiento, y por consiguiente espesor aumentado de capa. Este efecto puede duplicarse por el recubrimiento de ambas caras del sustrato.

Ejemplo de modo de realización 2

De forma similar al ejemplo de modo de realización 1 se recubre un disco ESG (vidrio blanco, 4 mm de espesor) de un tamaño de 85.70 mm² por una y ambas caras con una capa que contiene Si, O y H de la composición general ya mencionada. Los parámetros del quemador, del movimiento de sustrato, de la distancia a la llama, del medio oxidante, del gas combustible, del calentamiento previo y contra enfriamiento son los mismos que en el ejemplo de modo de realización 1. También en este caso se repite tres veces el recubrimiento. Después del enfriamiento de los sustratos se miden las transmisiones igualmente bajo un ángulo de incidencia de luz de 90° y 45° y cada vez se forma el valor medio. La dependencia de los aumentos de transmisión con un ángulo de incidencia de luz de 90° y de 45° puede deducirse de las figuras 6 y 7. En efecto, las curvas 61, 62, 63 representan las transmisiones que se producen con un ángulo de incidencia de luz de 90° para una superficie de sustrato ESG no tratada o para una superficie de sustrato ESG recubierta por un lado o para una superficie de sustrato ESG recubierta por ambos lados. Las curvas 71, 72, 73 se producen con un ángulo de incidencia de luz de 45° para una superficie de sustrato ESG no tratada o una recubierta por un lado o una recubierta por ambos lados, realizándose los recubrimientos con respectivamente 8 pasadas. De las figuras 6 y 7 se clarifica que mediante el recubrimiento de ambos lados del sustrato se puede duplicar el aumento de transmisión.

Ejemplo de modo de realización 3

En el tercer ejemplo de modo de realización un disco de vidrio flotado sirve de sustrato, siendo los parámetros del tratamiento los mismos que en los ejemplos de modo de realización precedentes. También el número de las pasadas de recubrimiento por un lado y por ambos lados es el mismo. Para ángulos de incidencia de luz de 90° y 45° se producen transmisiones determinadas espectroscópicamente que están representadas en las figuras 8 y 9. En la Fig. 8 la curva 81 representa la transmisión de la superficie de sustrato no tratada, la curva 82 la transmisión de la superficie de sustrato recubierta por un lado después de 8 pasadas y la curva 83 la transmisión de la superficie de sustrato recubierta por ambos lados después de 8 pasadas. En la Fig. 9 están representadas mediante las curvas 91, 92 y 93 las transmisiones correspondientes con un ángulo de incidencia de luz de 45°. La mejora de las transmisiones de luz por los recubrimientos puede deducirse claramente de estas figuras.

Ejemplo de modo de realización 4

Una placa de policarbonato de 4 mm de espesor y un tamaño de 85,70 mm² se recubre a la llama por ambos lados con una capa que contiene Si, O y H de la composición general mencionada anteriormente. El recubrimiento se realiza con 10 pasadas y una velocidad de 500 mm/s. La distancia a la llama, el medio oxidante, el gas combustible y su cantidad de suministro son los mismos que en los ejemplos de modo de realización precedentes. El calentamiento previo y el contra enfriamiento se llevó a cabo a 60 °C. Después del enfriamiento del sustrato se mide espectroscópicamente la transmisión, y de nuevo teniendo en cuenta ángulos de incidencia de luz de 90° y 45° respecto al sustrato. Los resultados están representadas en las figuras 10 y 11 para ángulos de incidencia de luz de 90° y 45° y, en efecto, las curvas 101 y 111 muestran la transmisión de la placa de policarbonato no recubierta y las curvas 102 y 112 la transmisión de la placa de policarbonato recubierta por ambos lados después de 10 pasadas de recubrimiento. De ello puede reconocerse que también puede obtenerse una clara mejora de transmisión sobre sustratos de plástico.

Ejemplo de modo de realización 5

Con la ayuda del dispositivo automático de recubrimiento según las figuras 1 a 3 se recubre una chapa de aluminio de un tamaño de 50,50 mm² de 0,5 mm de espesor sobre su lado reflejante de nuevo con una capa que contiene Si, O y H de la composición general SiO_x(OH)_(4-2x) (x=0-2). La exposición a la llama se produce con 2 a 8 pasadas y con una velocidad de 50 mm/s y una distancia a la llama de 40 mm. Como medio oxidante se utiliza una corriente de aire de 200 l/min. El aire se mezcla con un gas combustible que consiste en propano dopado con 0,3 % en volumen de hexametildisiloxano y se suministra a 81/min. El sustrato se calienta previamente a 80 °C en el horno

por aire antes de la exposición a la llama. Durante el recubrimiento se emplea una placa temperada como contra enfriamiento con 80 °C. Después del enfriamiento se mide espectroscópicamente el sustrato recubierto en reflexión con la ayuda de una esfera de Ulbricht con 8° de inclinación. La reducción de reflexión de hasta el 15% y puede deducirse de la Fig. 12. Aquí la curva 121 representa la reflexión del sustrato de aluminio no recubierto. La curva 122 muestra la reflexión después de una pasada de recubrimiento. La curva 123 muestra la reflexión después de dos pasadas de recubrimiento. Las curva 124 se produce con cuatro pasadas de recubrimiento y la curva 125 con ocho pasadas de recubrimiento. En total puede reconocerse una clara reducción de reflexión en función del recubrimiento o del espesor del recubrimiento.

Todas las características representadas en la descripción, las reivindicaciones siguientes y el dibujo pueden ser esenciales en la invención tanto de forma individual como también en combinación cualquiera entre sí.

Lista de referencias

- 20 Quemador
- 21 Llama (llamas)
- 22 Sustrato
- 23 Soporte
- 24 Flecha doble
- 25 Instalación de calentamiento
- 26 Precursor
- 27 Instalación de dosificación
- 28 Sistema mezclador
- 29 Regulación de oxidante – gas combustible
- 30 Gas combustible
- 31 Oxidante
- 32 Sistema sensor con indicación
- 33 Capa
- 34 Partícula
- 35 Dispositivo de recubrimiento
- 41, 42, 43, 44, 51, 52, 53,
54, 61, 62, 63, 71, 72, 73,
81, 82, 83, 91, 92, 93, 101,
102, 111, 112, 121, 122,
123, 124, 125 Curvas

REIVINDICACIONES

- 5 1. Uso de una capa óptica como capa de supresión de reflejos para la mejora de transmisión y/o la reducción de reflexión, fabricada mediante un procedimiento de recubrimiento a la llama sobre sustratos, en el que por al menos una llama de hidrógeno carburado y/o hidrógeno un precursor que contiene silicio se descompone térmica y/o hidrolíticamente con la ayuda de un oxidante, y se deposita directamente de la fase gaseosa sobre el sustrato como capa de $\text{SiO}_x(\text{OH})_{(4-2x)}$, dónde $0 < x \leq 2$, y la capa de $\text{SiO}_x(\text{OH})_{(4-2x)}$ presenta un contenido residual de carbono de 0 al 10%.
- 10 2. Uso según la reivindicación 1, **caracterizada porque** para la fabricación de la capa se introduce el sustrato en la llama de hidrógeno carburado y/o hidrógeno.
- 15 3. Uso según la reivindicación 1, **caracterizada porque** antes y/o durante la fabricación de la capa se calienta el sustrato a 20 a 300 °C, preferiblemente a 60 a 120 °C.
- 20 4. Uso según la reivindicación 1, **caracterizada porque** se genera un espesor de capa de 5 a 200 nm, preferiblemente de 20 a 100 nm.
- 25 5. Uso según la reivindicación 1, **caracterizada porque** compuestos de silicio orgánico sirven de precursores.
- 30 6. Uso según la reivindicación 1, **caracterizada porque** un compuesto de silicio inorgánico sirve de precursor, preferiblemente SiCl_4 .
- 35 7. Uso según la reivindicación 1 ó 4, **caracterizada porque** se ajusta una concentración de precursor de 0,05 a 5 % en volumen / litro de gas combustible, preferiblemente de 0,1 a 1,0 % en volumen / litro de gas combustible, referido a 1 átomo de silicio por molécula de precursor.
- 40 8. Uso según la reivindicación 1, **caracterizada porque** como gas combustible se usa butano o propano o mezclas de los mismos.
- 45 9. Uso según la reivindicación 1, **caracterizada porque** como gas combustible se usa gas natural.
- 50 10. Uso según la reivindicación 1, **caracterizada porque** como oxidante se usa aire, oxígeno o una mezcla de ambos.
11. Uso según la reivindicación 1, **caracterizada porque** la distancia del quemador al sustrato se ajusta de 3 a 200 mm, preferiblemente de 10 a 60 mm.
12. Uso según la reivindicación 9, **caracterizada porque** para la fabricación de capa el quemador y el sustrato se mueven uno respecto al otro una o varias veces.
13. Uso según la reivindicación 1, **caracterizada porque** se emplea un quemador que tiene una potencia térmica, referido a la superficie de salida de llama, de 0,5 a 10 kW/10 cm², preferiblemente de 6 kW/10 cm².
14. Uso según la reivindicación 1, **caracterizada porque** se emplean varios quemadores.
15. Uso según la reivindicación 1, **caracterizada porque** las capas fabricadas presentan una rugosidad según RMS de 3 a 50 nm, preferiblemente de 10 a 25 nm.
16. Uso según al menos una de las reivindicaciones precedentes, **caracterizada porque** el sustrato es de vidrio, cerámica, plástico o metal.

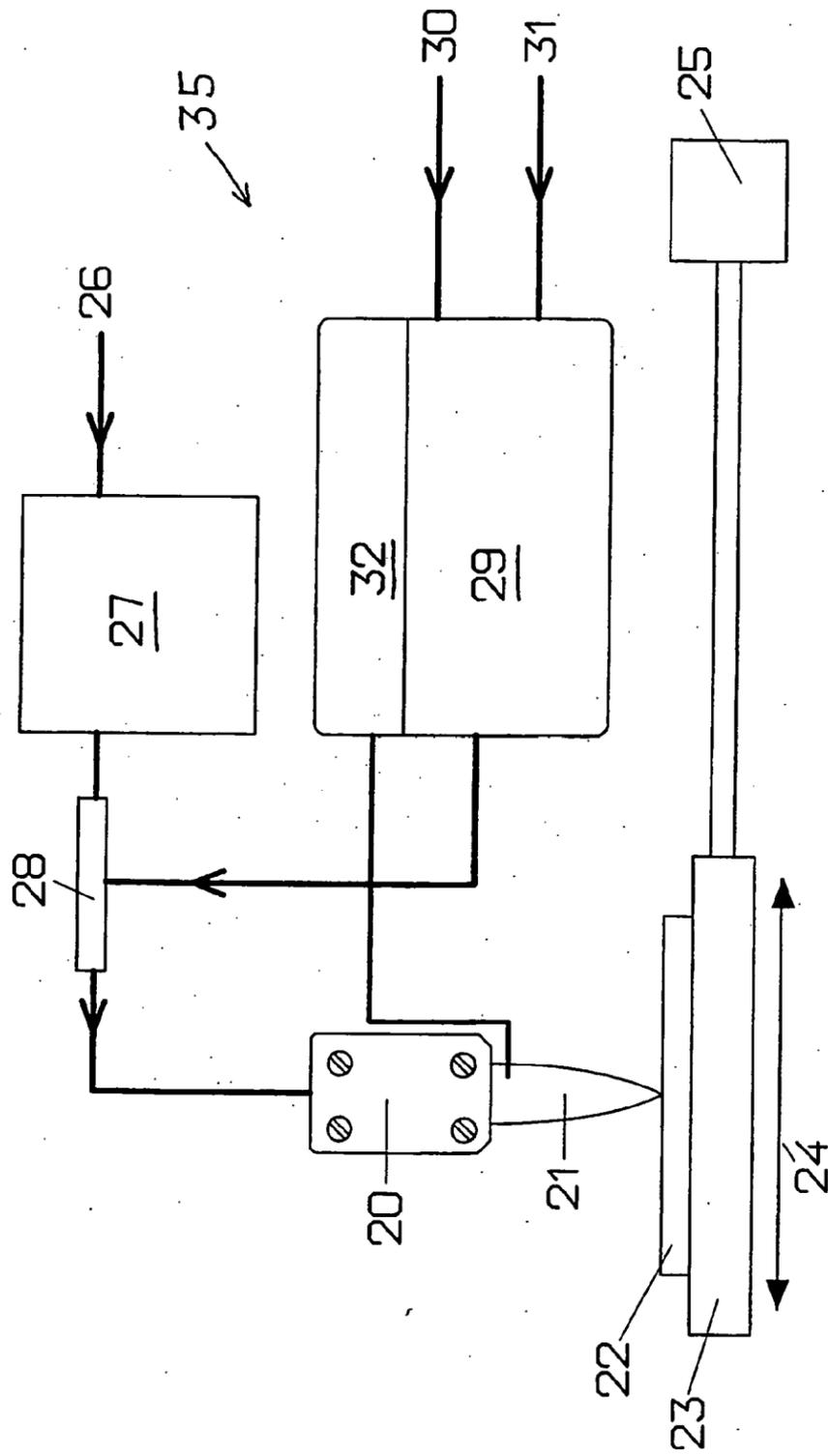


Fig. 1

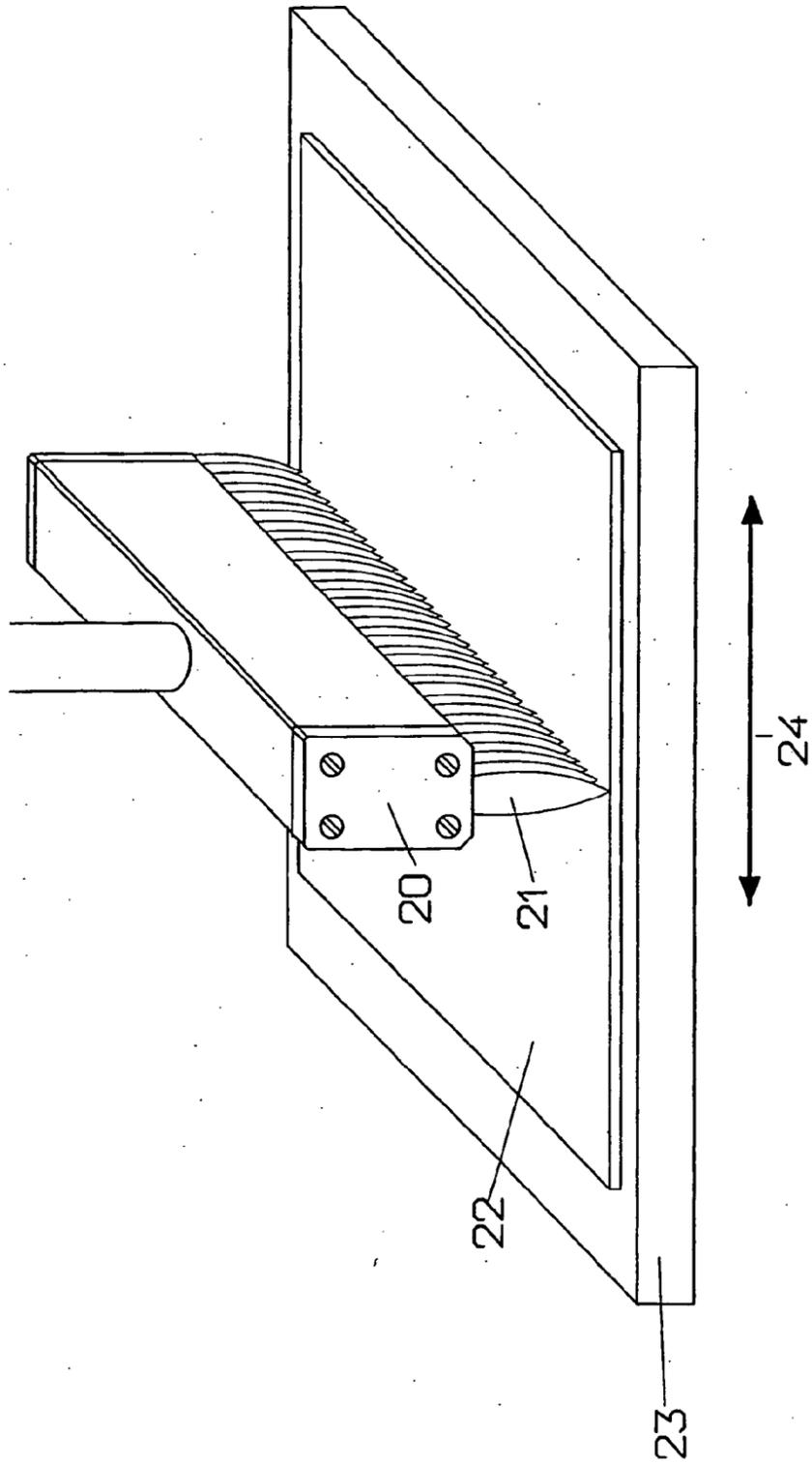


Fig. 2

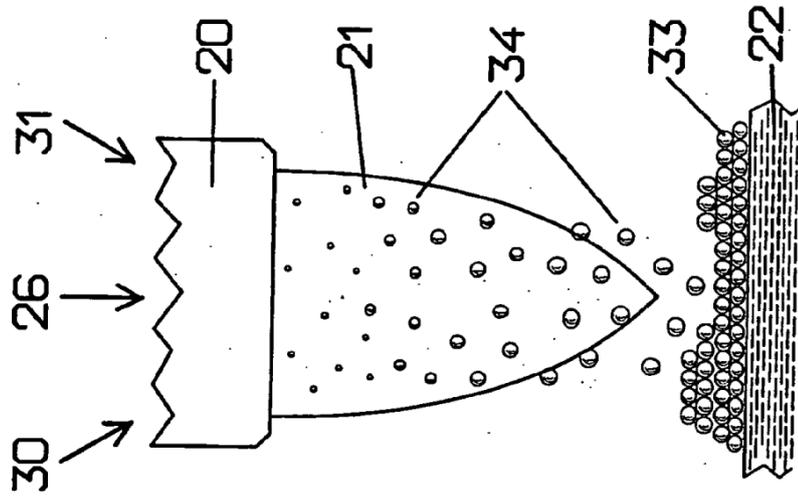


Fig. 3

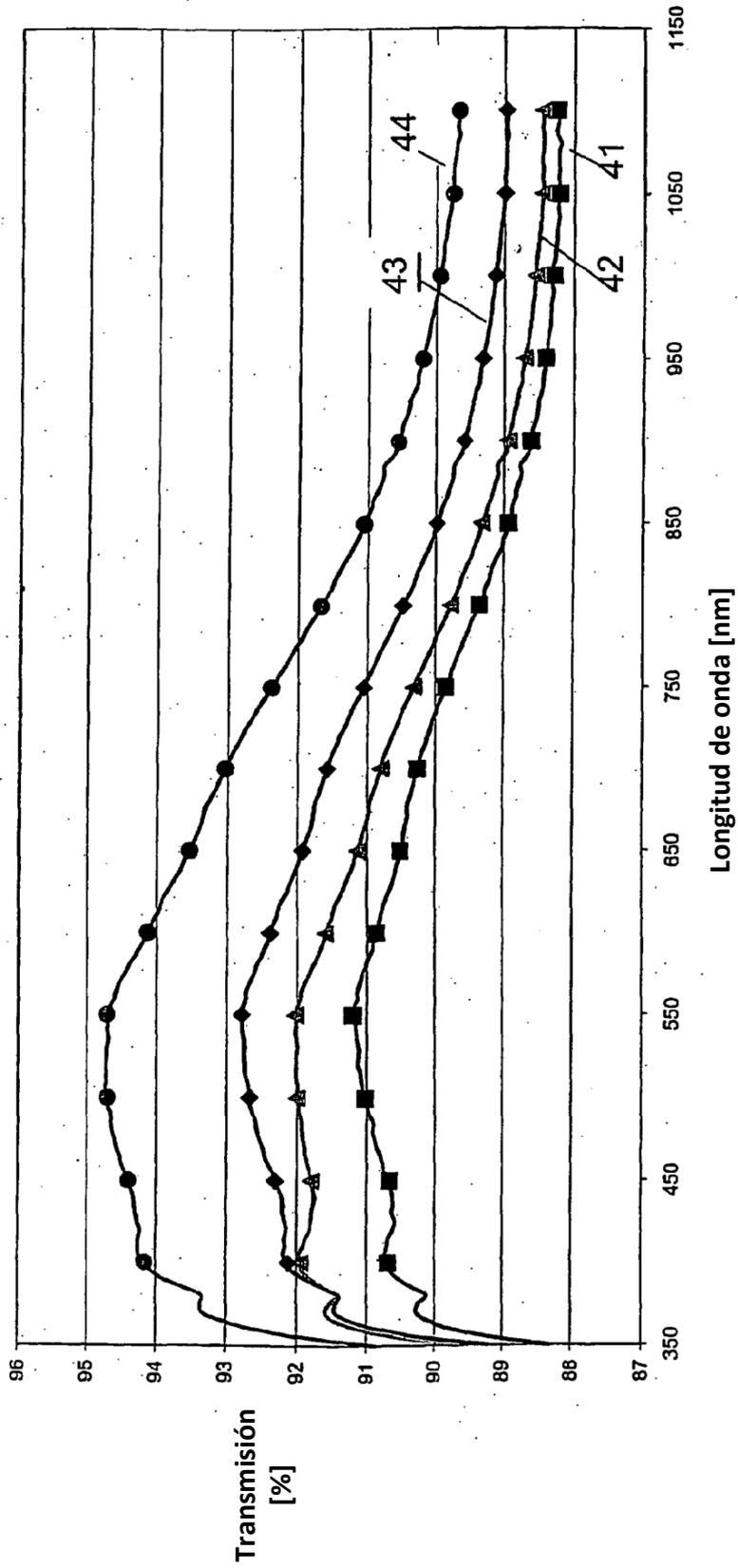


Fig. 4

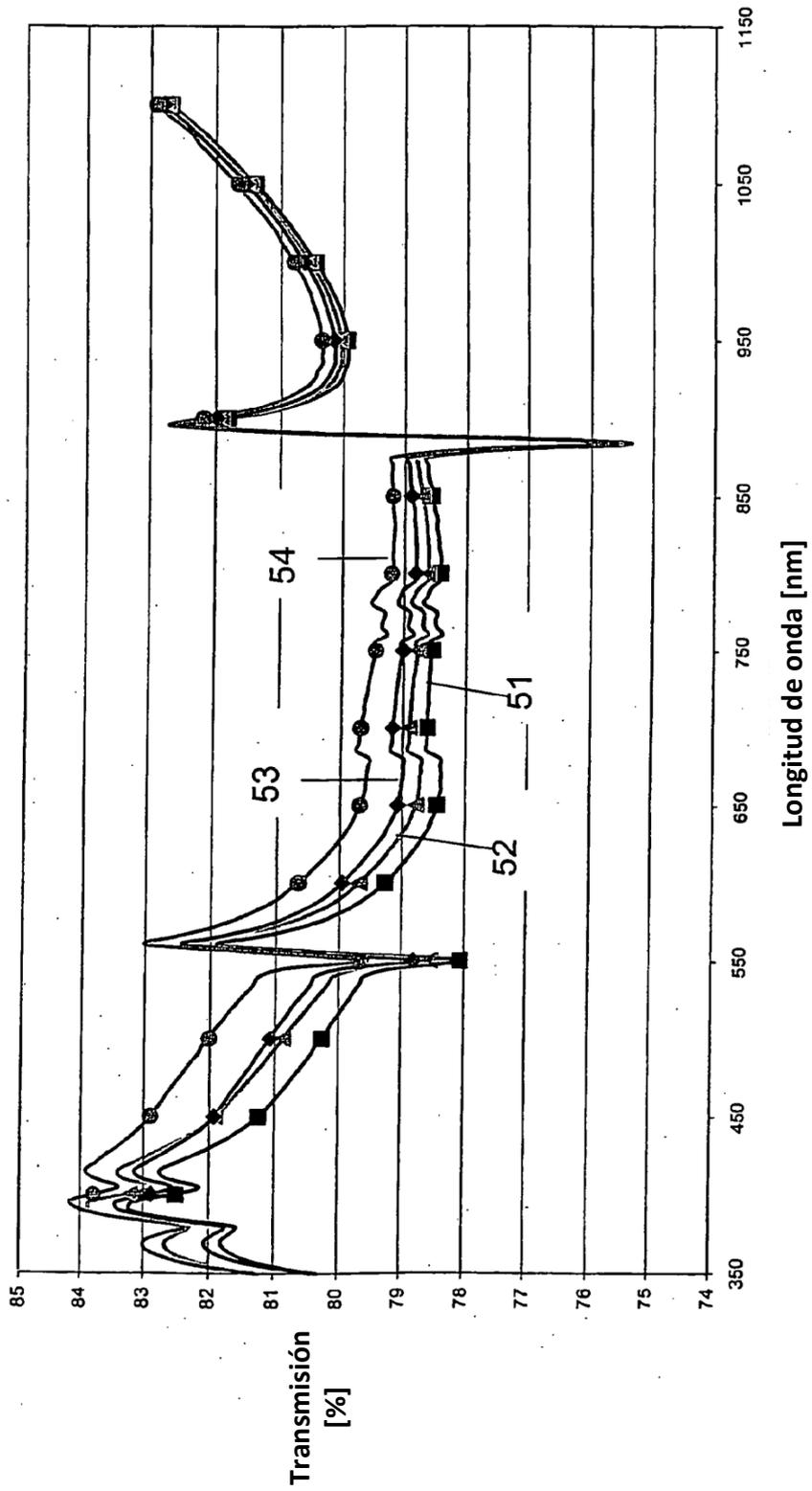


Fig. 5

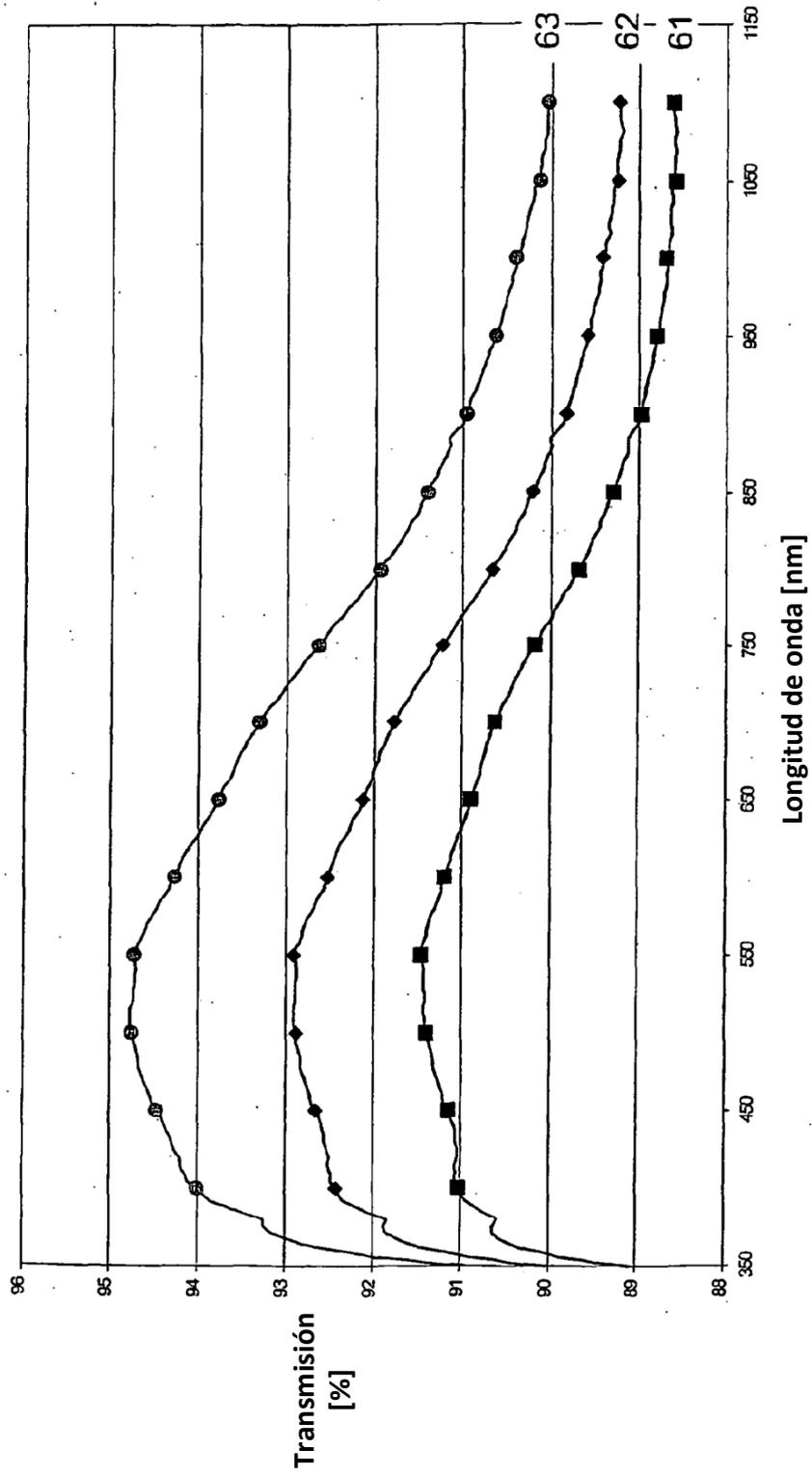


Fig. 6

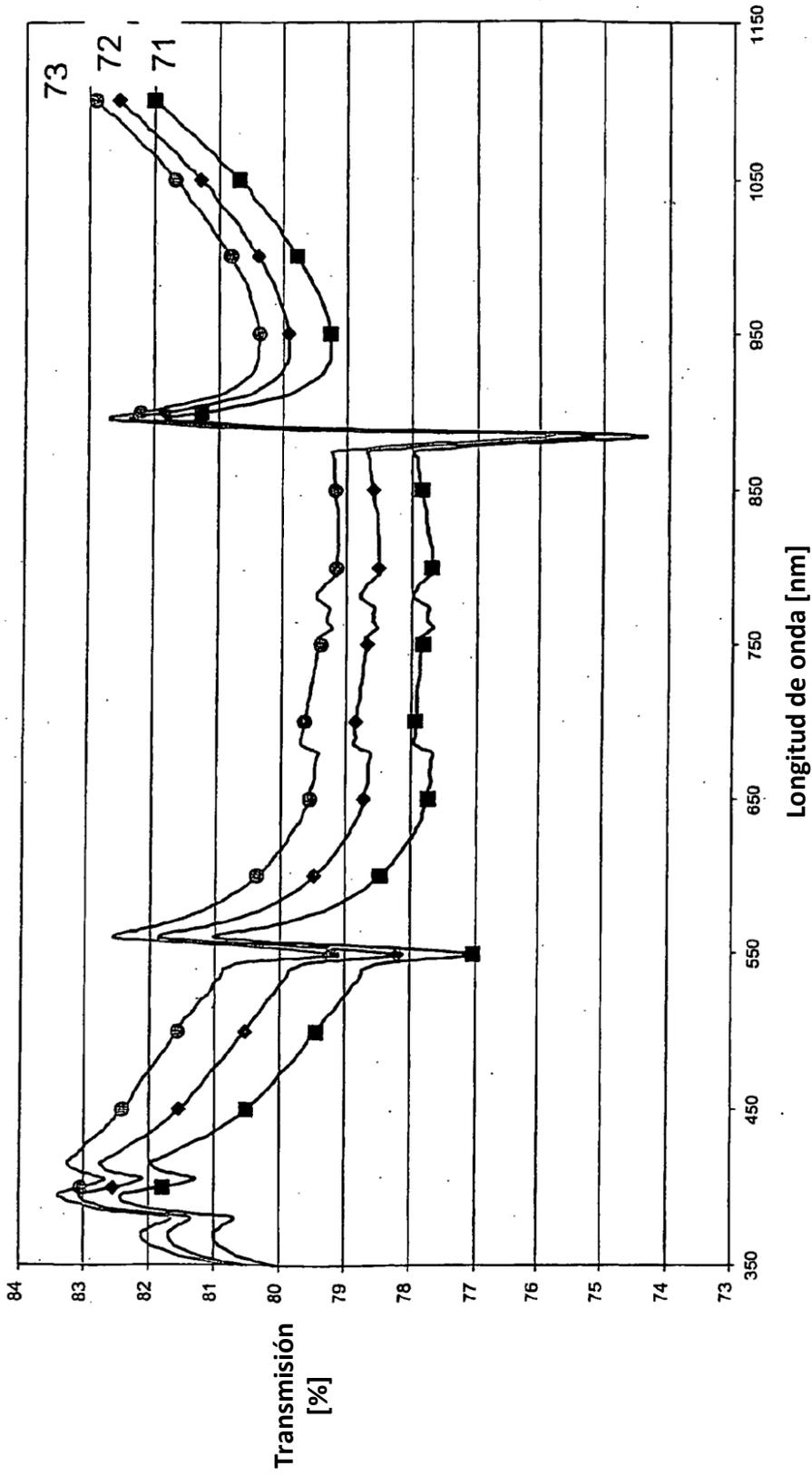


Fig. 7

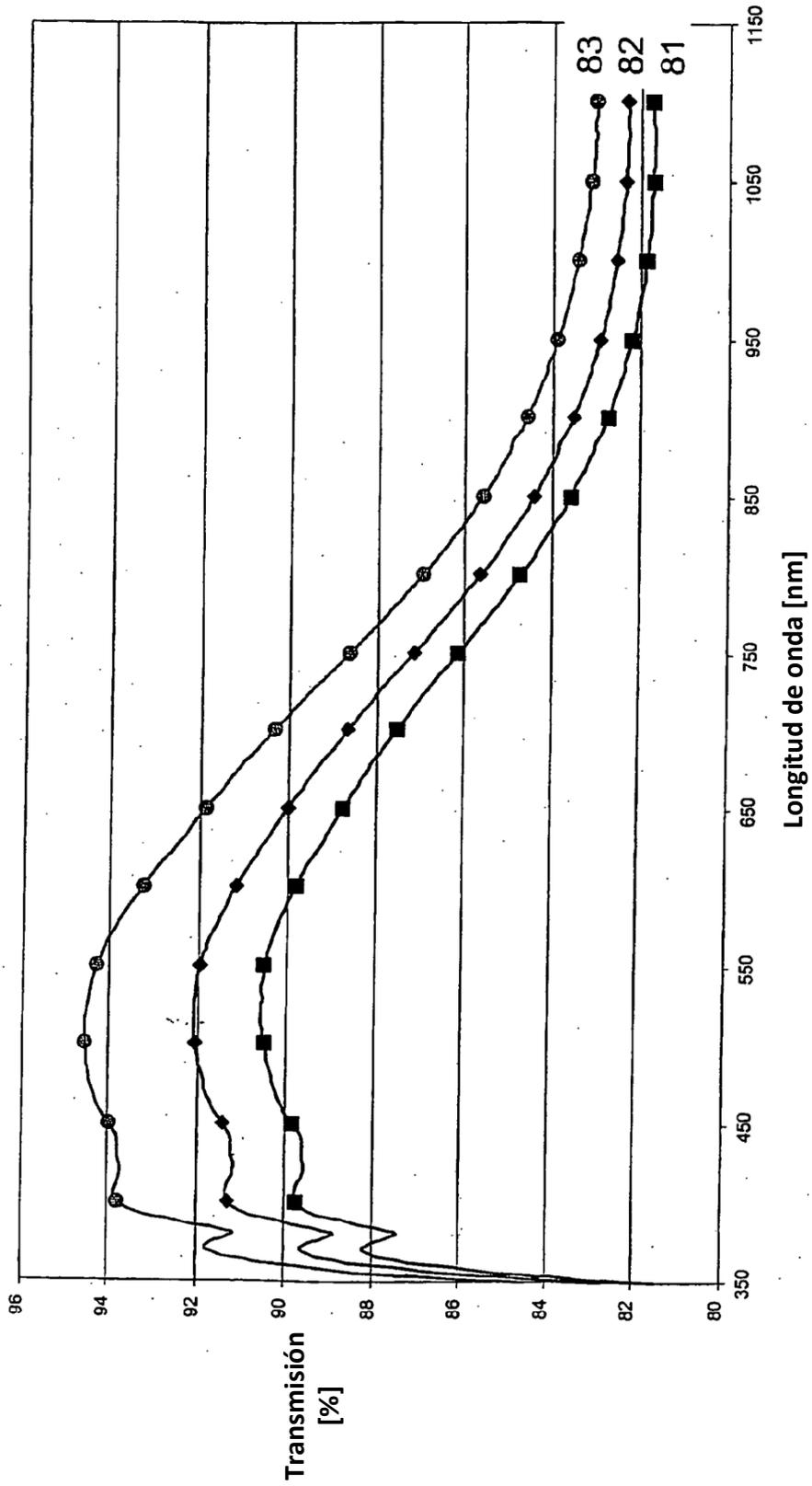


Fig. 8

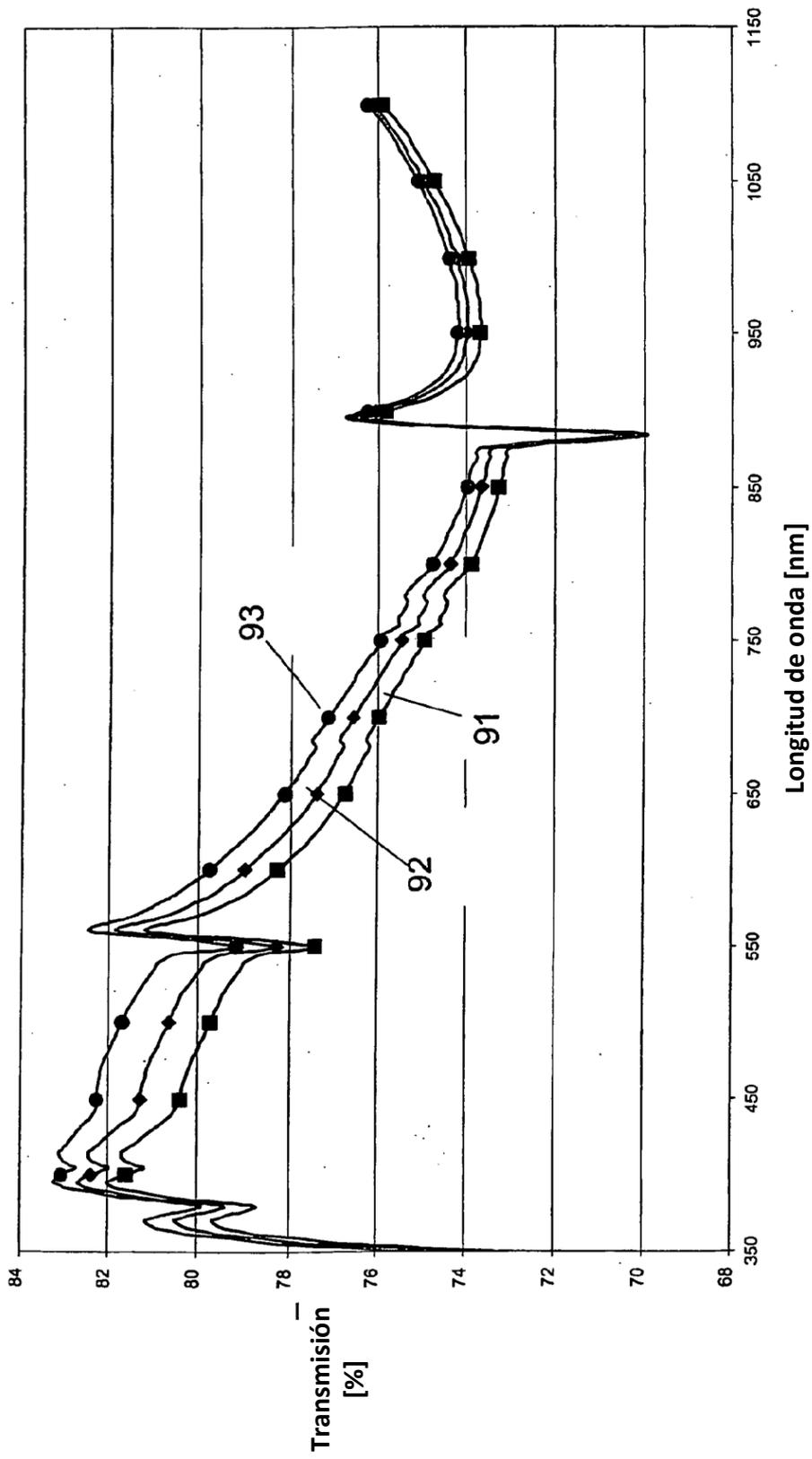


Fig. 9

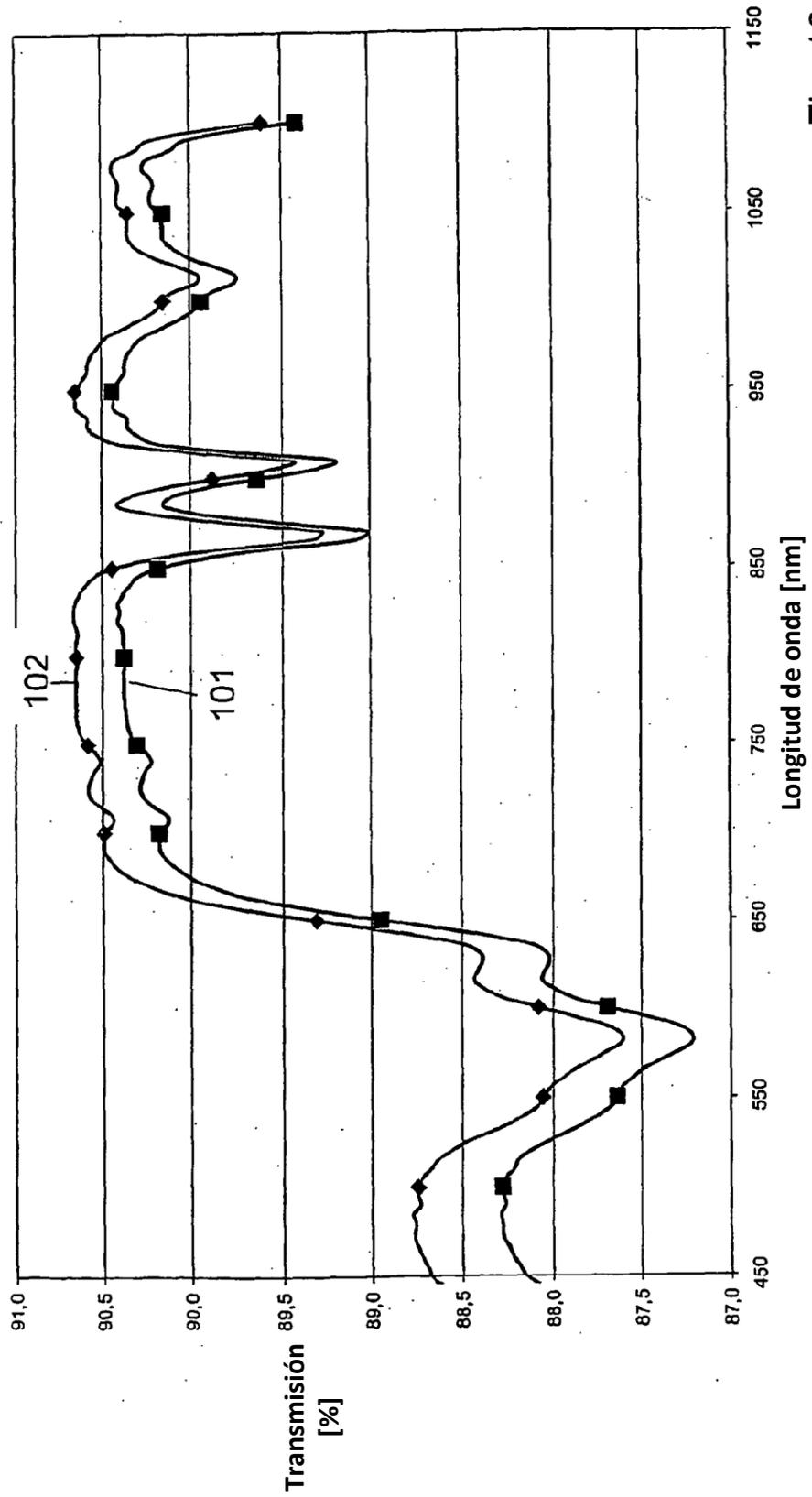


Fig. 10

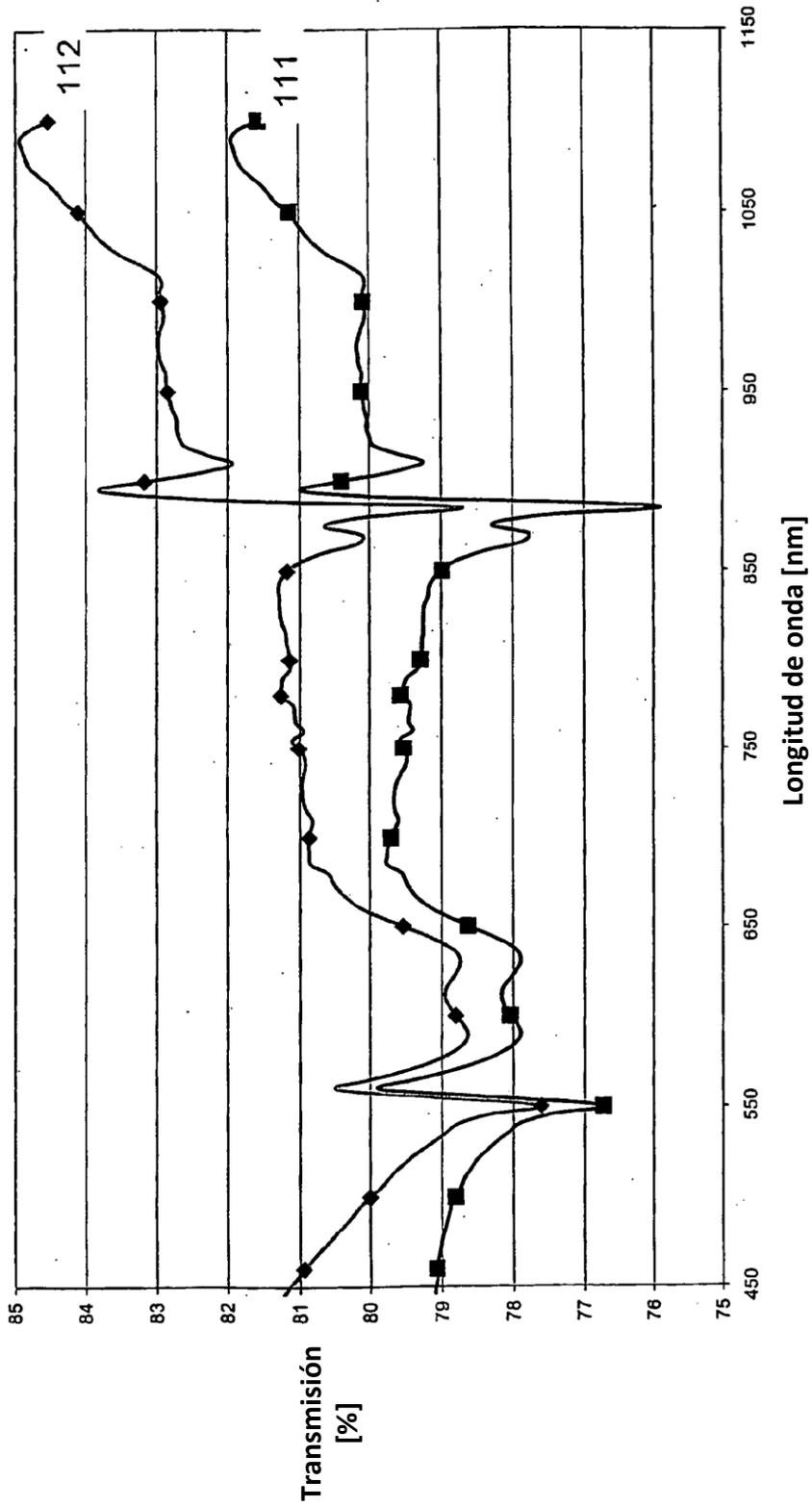


Fig. 11

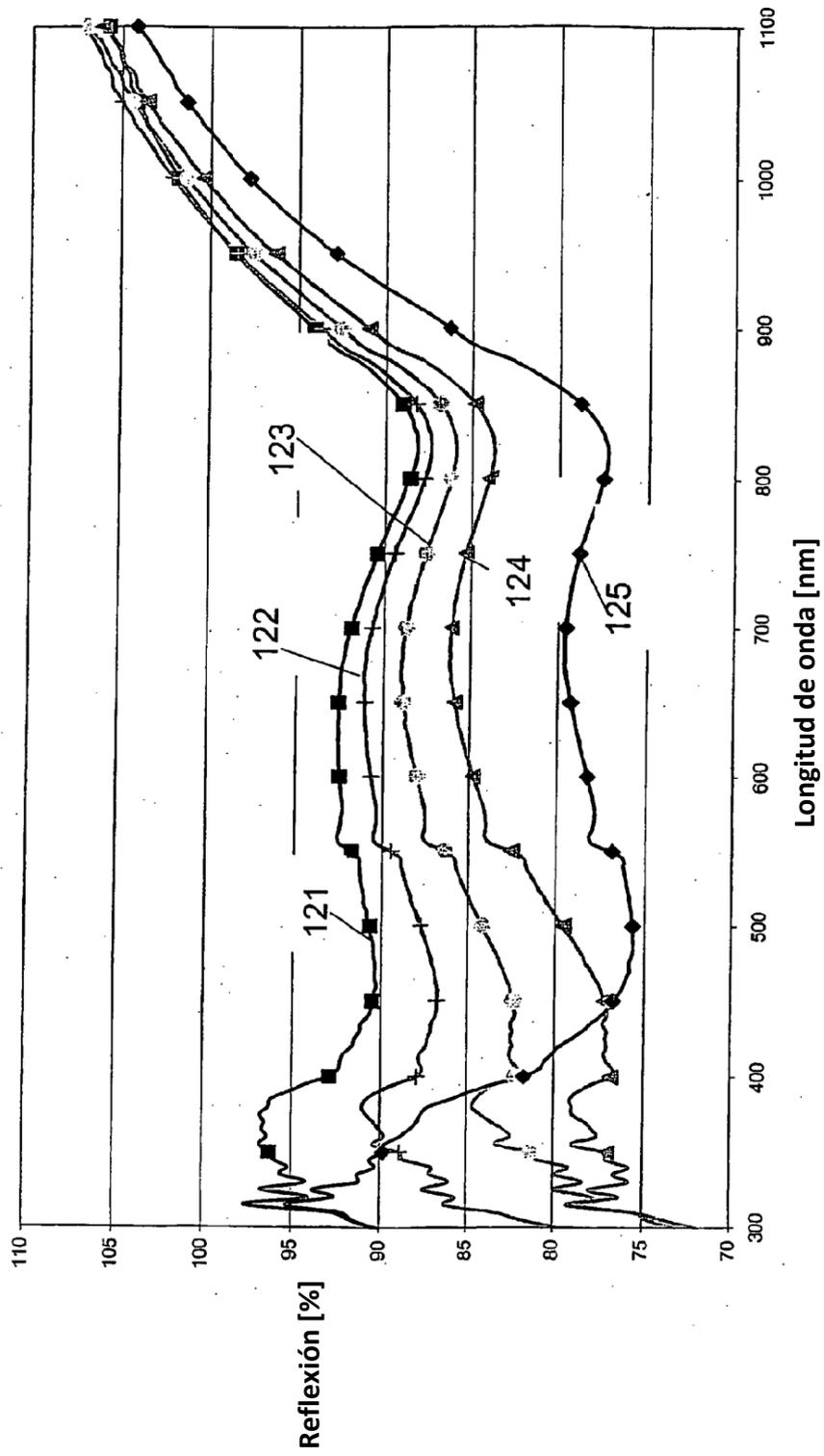


Fig. 12