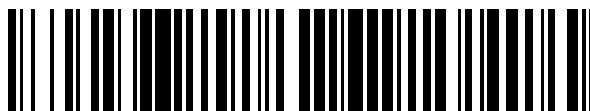


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 463 488**

51 Int. Cl.:

**C03C 17/30** (2006.01)  
**C09D 183/04** (2006.01)  
**C08K 5/05** (2006.01)  
**C08K 5/06** (2006.01)  
**C08L 1/02** (2006.01)  
**C08L 1/10** (2006.01)  
**C08L 1/26** (2006.01)  
**C08L 1/28** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **10.05.2008 E 08758469 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **12.03.2014 EP 2155622**

54 Título: **Recubrimiento antirreflectante serigrafiado secable al horno para vidrio**

30 Prioridad:

**31.05.2007 DE 102007025590**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

**28.05.2014**

73 Titular/es:

**FERRO GMBH (100.0%)  
GUTLEUTSTRASSE  
60327 FRANKFURT AM MAIN, DE**

72 Inventor/es:

**FRITSCHÉ, KLAUS-DIETER y  
TÜNKER, GERHARD**

74 Agente/Representante:

**DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto**

ES 2 463 488 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**

Recubrimiento antirreflectante serigrafiable secable al horno para vidrio

La presente invención se refiere a composiciones para la elaboración de recubrimientos antirreflectantes, a procedimientos para la preparación de dichas composiciones así como a su utilización.

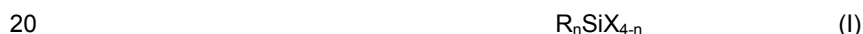
- 5 En el paso de la luz a través de la superficie de contacto de dos medios con diferentes índices de refracción, se refleja una parte de la radiación. En caso de incidencia de luz perpendicular sobre una plancha de vidrio con índice de refracción  $n = 1,5$ , la porción reflejada asciende, en total, aproximadamente a un 8%. Si la luz incidiese oblicuamente sobre la superficie de contacto, se reflejaría, por lo general, una porción mucho mayor. No es deseable una elevada reflexión para muchas aplicaciones, ya que da lugar a una disminución de la transmitancia.
- 10 Se emprendieron, por ello, ensayos para disminuir dicha reflexión. Por ejemplo, se dotaron las superficies de un recubrimiento muy poroso para conseguir dicho objetivo. Recubrimientos de ese tipo se exponen, por ejemplo, en los documentos DE 196 42 419 A1, DE 199 18 811 A1, DE 10 2004 027842 A1, DE 2006 001078 A1, WO 03/027034 A2, DE 100 51 724 A1 y DE 100 51 725 A1.
- 15 El documento DE 196 42 419 A1 describe la utilización de polímeros específicos para preparar composiciones, con las cuales se pueden obtener recubrimientos antirreflectantes de modo especialmente sencillo y económico. Por cierto, las composiciones solo pueden aplicarse con procedimientos de recubrimiento por inmersión.
- En el documento DE 199 18 811 A1, se exponen asimismo composiciones, que contienen polímeros especiales para elaborar un recubrimiento antirreflectante. En especial, las composiciones se pueden emplear para recubrir vidrios inastillables. También estas composiciones se aplican solo por procedimientos de recubrimiento por inmersión.
- 20 Las capas antirreflectantes descritas en el documento de exposición DE 10 2004 027842 A1 presentan una elevada proporción de  $MgF_2$ . Resulta desventajoso, en este caso, especialmente el precio del  $MgF_2$ . Además, en caso de eliminación de residuos inadecuada de los sustratos recubiertos, se produce ácido fluorhídrico (HF) contaminante y venenoso.
- 25 En el documento DE 10 2006 001078 A1 se expone un recubrimiento antirreflectante multicapa, presentando el recubrimiento una capa compacta y una porosa. La capa compacta comprende, en general, fluoruros de modo que este recubrimiento presenta los inconvenientes expuestos anteriormente. Cierto es que se describe que la capa porosa puede aplicarse por "Bar Coating-Verfahren". Evidentemente, no se encuentra en este documento ningún ejemplo de realización concreto para ello. No se emplean polímeros para la preparación de las composiciones.
- 30 El documento de exposición WO 03/027034 A2 describe recubrimientos antirreflectantes, que presentan una resistencia mecánica especialmente alta. Esta propiedad se consigue utilizando partículas de  $SiO_2$  con una determinada distribución granulométrica. Las composiciones empleadas para el recubrimiento se aplican por procedimiento de inmersión.
- 35 El impreso DE 100 51 724 A1 publica además una solución de recubrimiento para la elaboración de capas antirreflectantes. Obviamente, esta solución puede aplicarse solo por procedimiento de inmersión, procedimiento de aerosol o procedimiento de recubrimiento por rotación.
- La publicación DE 100 51 725 A1 presenta además composiciones para la elaboración de capas antirreflectantes, que presentan una elevada proporción de agentes tensioactivos. Evidentemente, esta solución solo puede aplicarse por procedimiento de inmersión, procedimiento de aerosol o procedimiento de recubrimiento por rotación.
- 40 Los procedimientos de inmersión son relativamente costosos por sí mismos, ya que han de prepararse grandes cantidades de solución recubridora para sumergir completamente una plancha. En este caso, se han de resolver problemas de polvo masivos para conseguir un recubrimiento sin defectos. Los procedimientos de serigrafado o de aplicación por rodillos son, por el contrario, más sencillos de realizar.
- 45 Se conocen asimismo salmueras de  $SiO_2$  serigrafiables, aunque no siendo dichas salmueras apropiadas para elaborar recubrimientos antirreflectantes. Salmueras de ese tipo se han expuesto, por ejemplo, en los documentos DE 199 46 712 A1, DE 38 26 715 A1 por Johanna Krön, Gerhard Schottner, Karl-Joachim Deichmann; Fundamentals of Glas Science & Technologie – 3rd ESG Conf. 1995; Glastech. Ber. Glass Sei. Technol. 68 CI (1995), S. 378 – 385.

Resulta especialmente problemático que sencillas variaciones de las composiciones expuestas anteriormente para elaborar recubrimientos antirreflectantes no den lugar a pastas serigrafiables, mediante las cuales se puedan conseguir recubrimientos con buenas propiedades antirreflectantes.

5 Considerando el estado actual de la técnica es, por tanto, problema de la presente invención proporcionar composiciones para elaborar recubrimientos antirreflectantes, con los cuales poder proveer a los sustratos de capas antirreflectantes de modo especialmente sencillo y económico. Especialmente, deberían aplicarse las combinaciones por procedimientos de recubrimiento por impresión y de recubrimiento por rodillo, por ejemplo, por serigrafiado sobre sustratos y seguidamente poder transformarlos de modo sencillo en capas antirreflectantes. Otro problema más  
10 consiste en facilitar composiciones para elaborar capas antirreflectantes, que puedan transformarse en recubrimientos de adherencia y estabilidad mecánica especialmente altas.

Estas misiones así como otras más no mencionadas explícitamente, que sin embargo pueden deducirse o descubrirse sin más a partir de las relaciones discutidas al comienzo, se resuelven por medio de una composición con todas las características de la reivindicación 1. Variaciones ventajosas de las composiciones según la invención se protegen en las reivindicaciones subordinadas. En cuanto al procedimiento para la elaboración y la utilización, los  
15 objetos de las reivindicaciones 18 y 23 facilitan una solución del problema planteado.

Por que una composición para elaborar un recubrimiento antirreflectante comprenda por lo menos un agente de control reológico polímero y por lo menos un disolvente con un punto de ebullición de por lo menos 150°C, se consigue sorprendentemente facilitar una composición, que comprende un condensado obtenible por condensación de compuestos de silicio de fórmula general



en la que los grupos X funcionales son iguales o diferentes e indican grupos hidrolizables o hidroxilos, los grupos R funcionales son iguales o diferentes e indican grupos no hidrolizables y n es igual a 0, 1, 2 o 3, los cuales se pueden aplicar de modo sencillo y económico sobre un sustrato.

25 En especial, la composición puede aplicarse sobre un sustrato por aplicación con rodillos o por procedimiento de impresión, por ejemplo, procedimiento de serigrafiado. Los recubrimientos obtenidos con los compuestos según la invención muestran una alta resistencia mecánica y una alta adherencia sobre muchos sustratos. Además, los compuestos según la invención pueden prepararse y tratarse económicamente y de modo no contaminante. Los sustratos recubiertos presentan, al mismo tiempo, una sorprendente elevada transparencia.

30 La composición según la invención comprende por lo menos un condensado, que se puede obtener por condensación de compuestos de silicio de fórmula general:



en la que los grupos X funcionales son iguales o diferentes e indican grupos hidrolizables o hidroxilos, los grupos R funcionales son iguales o diferentes e indican grupos no hidrolizables y n es igual a 0, 1, 2 o 3.

35 Para elaborar los condensados, se pueden emplear compuestos de sílice monómeros de la fórmula I o precondensados derivados de ellos. La condensación hidrolítica tiene lugar por la acción de agua o humedad y, dado el caso, en presencia de un catalizador y/o un disolvente.

40 En los compuestos de silicio de la fórmula I, los grupos X hidrolizables son, por ejemplo, hidrógeno o halógeno, preferiblemente F, Cl, Br o I; alcoxi, preferiblemente C<sub>1-6</sub>-alcoxi como, por ejemplo, metoxi, etoxi, n-propoxi, i-propoxi y butoxi; ariloxi, preferiblemente C<sub>6-10</sub>-ariloxi como, por ejemplo, fenoxi; aciloxi, preferiblemente C<sub>1-6</sub>-aciloxi como, por ejemplo, acetoxi o propioniloxi; alquilcarbonil, preferiblemente C<sub>2-7</sub>-alquilcarbonil como, por ejemplo, acetil; amina, monoalquilamina o dialquilamina con preferiblemente de 1 a 12, en particular, de 1 a 6 átomos de carbono.

45 En la fórmula I, R indica un grupo funcional orgánico no hidrolizable, que, dado el caso, puede llevar un grupo funcional. Ejemplos de R son alquilo, preferiblemente C<sub>1-6</sub>-alquilo, como metilo, etilo, n-propilo, isopropilo, n-butilo, s-butilo y t-butilo, pentilo, hexilo o ciclohexilo; alquenilo, preferiblemente C<sub>2-6</sub>-alquenilo como, por ejemplo, vinilo, 1-propenilo, 2-propenilo y butenilo; alquinilo, preferiblemente C<sub>2-6</sub>-alquinilo como, por ejemplo, acetilenilo y propargilo; y arilo, preferiblemente C<sub>6-10</sub>-arilo como, por ejemplo, fenilo y naftilo.

Ejemplos especiales de grupos funcionales del grupo R son los epoxi-, hidroxi-, éter-, amina-, monoalquilamina-, dialquilamina-, amida-, carboxi-, mercapto, tio-éter-, vinilo-, acriloxi-, metacriloxi-, ciano-, halógeno-, aldehido-,

alquilcarbonilo-, grupo de ácidos sulfónicos y grupo de ácidos fosfóricos. Estos grupos funcionales están unidos al átomo de silicio por medio de grupos puente de alquilo-, alquilenos- o grupos puente de amileno-, que pueden ser sustituidos por átomos de oxígeno o de azufre o grupos de NH. Los mencionados grupos puente se derivan, por ejemplo, de los arriba mencionados grupos de alquilo, de alqueno o arilo. Los grupos R funcionales contienen preferiblemente de 1 a 18, especialmente de 1 a 8, átomos de carbono. Los mencionados grupos R y X funcionales pueden presentar, dado el caso, uno o varios sustituyentes habituales como, por ejemplo, halógeno, alquilo, hidroxialquilo, alcoxi, arilo, ariloxi, alquilcarbonilo, alcoxicarbonilo, furfurilo, tetrahidrofurfurilo, amina, monoalquilamina, dialquilamina, trialquilamonio, amida, hidroxilo, formilo, carboxi, mercapto, ciano, isocianato, nitro, epoxi,  $\text{SO}_3\text{H}$  o  $\text{PO}_4\text{H}_2$ .

Los compuestos de silicio de la fórmula I general pueden hidrolizarse y condensarse por medio de los grupos X funcionales. Por medio de esos grupos condensables hidrolíticamente, se estructura una red inorgánica de unidades Si-O-Si. Los grupos R funcionales son estables en las condiciones de condensación habituales al contrario que los grupos X funcionales respecto de una hidrólisis.

En una forma de realización preferida, para elaborar el condensado se emplean compuestos de silicio de fórmula general  $\text{SiX}_4$ , en los que los grupos X funcionales son iguales o diferentes e indican grupos hidrolizables o grupos hidroxilo. Sin limitar la generalización, ejemplos concretos para tales compuestos de silicio son  $\text{SiCl}_4$ ,  $\text{HSiCl}_3$ ,  $\text{Si}(\text{OCH}_3)_4$ ,  $\text{Si}(\text{OOCCH}_3)_4$  y  $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$ , siendo especialmente preferidos los tetraalcoxisilanos, por ejemplo,  $\text{Si}(\text{OCH}_3)_4$ (TMOS) o  $\text{Si}(\text{OCH}_2\text{CH}_3)_4$ (TEOS). Los mencionados compuestos pueden emplearse unitariamente o como mezcla. La proporción de compuestos de silicio de fórmula general  $\text{SiH}_4$  queda preferiblemente en la región de 0 % en peso a 100 % en peso, de modo especialmente preferido en la zona de 20 % en peso a 80 % en peso, referidos a la cantidad total de compuestos de silicio monómeros.

Según otro aspecto más de la presente invención, para elaborar el condensado se emplea preferiblemente una mezcla de silanos, que comprende por lo menos un compuesto de silicio de fórmula  $\text{RSiX}_3$ , en el que los grupos X funcionales son iguales o diferentes e indican grupos hidrolizables o grupos hidroxilo. Sin limitación de la doctrina general, ejemplos concretos de semejantes compuestos de silicio son  $\text{Cl}_3\text{SiCH}_3$ ,  $\text{Si}(\text{CH}_3)_2(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$ ,  $\text{Cl}_3\text{Si}(\text{C}_2\text{H}_5)$ ,  $\text{Si}(\text{C}_2\text{H}_5)(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$ ,  $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3(\text{CH}_2\text{-CH=CH}_2)$ ,  $\text{Si}(\text{OOCCH}_3)_3(\text{CH}_2\text{-CH=CH}_2)$ ,  $\text{Cl}_3\text{Si}(\text{CH=CH}_2)$ ,  $\text{Si}(\text{CH=CH}_2)(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$ ,  $\text{Si}(\text{CH=CH}_2)(\text{OC}_2\text{H}_4\text{OCH}_3)_3$  y  $\text{Si}(\text{CH=CH}_2)(\text{OOCCH}_3)_3$ . Los mencionados compuestos pueden emplearse unitariamente o como mezcla. La proporción de compuestos de silicio de fórmula general  $\text{RSiX}_3$  queda preferiblemente en la región del 20 % en peso al 100 % en peso, referidos a la cantidad total de compuestos de silicio monómeros.

El condensado puede obtenerse preferiblemente por condensación de una mezcla, que comprende por lo menos un compuesto de silicio de fórmula  $\text{R}_2\text{SiX}_2$ , en la que los grupos X funcionales son iguales o diferentes e indican grupos hidrolizables y grupos hidroxilo y los restos R son iguales o diferentes e indican grupos hidrolizables o grupos hidroxilo. Sin limitación de la doctrina general, ejemplos concretos de compuesto de silicio de ese tipo son  $\text{Cl}_2\text{Si}(\text{CH}_3)_2$ ,  $\text{Si}(\text{CH}_3)_2(\text{OC}_2\text{H}_5)_2$ ,  $\text{Si}(\text{C}_2\text{H}_5)_2(\text{OC}_2\text{H}_5)_2$ ,  $\text{Cl}_2\text{Si}(\text{CH=CH}_2)(\text{CH}_3)$ ,  $\text{Si}(\text{CH}_3)_2(\text{OCH}_3)_2$ ,  $\text{Cl}_2\text{Si}(\text{C}_6\text{H}_5)_2$  y  $\text{Si}(\text{C}_6\text{H}_5)_2(\text{OC}_2\text{H}_5)_2$ . Los compuestos mencionados pueden emplearse unitariamente o como compuestos. La proporción de compuestos de silicio de fórmula  $\text{R}_2\text{SiX}_2$  general queda en la zona de 20 % en peso a 80 % en peso, referidos a la cantidad total de compuestos de silicio monómeros.

El condensado puede obtenerse además por condensación de una mezcla, que comprenda por lo menos un compuesto de silicio de fórmula  $\text{R}_3\text{SiX}$ , en la que el grupo X funcional indica un grupo hidrolizable o un grupo hidroxilo y los grupos R funcionales son iguales o diferentes e indican grupos no hidrolizables. Sin limitación de la doctrina general, ejemplos concretos de tales compuestos de silicio son  $(\text{C}_6\text{H}_5)_3\text{SiOH}$ ,  $\text{Si}(\text{CH}_3)_3(\text{OC}_2\text{H}_5)$  y  $\text{Si}(\text{CH}_2\text{CH}_3)_3(\text{OC}_2\text{H}_5)$ . Los mencionados compuestos pueden emplearse unitariamente o como mezcla. La proporción de compuestos de silicio de fórmula general  $\text{R}_3\text{SiX}$  queda preferiblemente en el intervalo de de 0 % en peso a 40 % en peso, de modo especialmente preferido en el intervalo de 10 % en peso a 20 % en peso, referidos a la cantidad total de compuestos de silicio monómeros.

Según una forma de realización preferida más de la presente invención, para preparar el condensado se emplean mezclas de compuestos de silicio de las fórmulas  $\text{SiX}_4$ ,  $\text{RSiX}_3$  y  $\text{R}_3\text{SiX}$  presentadas anteriormente.

Según un aspecto preferido de la presente invención, para preparar el condensado se puede emplear una mezcla de compuestos de silicio de las fórmulas  $\text{SiX}_4$  y  $\text{R}_2\text{SiX}_2$  presentadas anteriormente.

La relación molar de los compuestos de silicio de fórmulas  $\text{SiX}_4$  generales a los compuestos de silicio de fórmulas  $\text{RSiX}_3$  queda preferiblemente en el intervalo de 10:1 a 1:10, de modo especialmente preferido en el intervalo de 3:1 a 1:3.

La relación molar de los compuestos de silicio de fórmulas  $\text{SiX}_4$  generales a los compuestos de silicio de fórmulas  $\text{R}_3\text{SiX}$  generales queda preferiblemente en el intervalo de 10:1 a 1:10, de modo especialmente preferido en el intervalo de 3:1 a 1:3.

5 La relación molar de los compuestos de silicio de fórmulas  $\text{RSiX}_3$  generales a los compuestos de silicio de fórmulas  $\text{R}_3\text{SiX}$  generales queda preferiblemente en el intervalo de 10:1 a 1:10, de modo especialmente preferido en el intervalo de 3:1 a 1:3.

La relación molar de los compuestos de silicio de fórmulas  $\text{RSiX}_4$  generales a los compuestos de silicio de fórmulas  $\text{R}_2\text{SiX}_2$  generales queda preferiblemente en el intervalo de 10:1 a 1:10, de modo especialmente preferido de 3:1 a 1:3.

10 Silanos de la fórmula I general pueden adquirirse fácilmente bien sea por compra o por preparación según métodos como se describen en "Chemie und Technologie der Silicone" (W.Noll, Verlag Chemie, Weinheim/Bergstrasse, 1968). Pueden emplearse bien sea como tales o de forma precondensada.

15 Para la construcción de la red inorgánica, se hidrolizan y se policondensan los silanos de fórmula I general. La policondensación tiene lugar preferiblemente según el procedimiento sol-gel como se describe, por ejemplo, en los documentos DE 27 58 414, DE 27 58 415, DE 30 11 761, DE 38 26 715 y DE 38 35 968. La condensación hidrolítica puede llevarse a cabo, por ejemplo, de modo que a los compuestos de silicio a hidrolizar, que se presentan bien sea como tales o disueltos en un diluyente apropiado, se agregue directamente el agua necesaria a temperatura ambiente o con ligera refrigeración y la mezcla resultante se agite luego algún tiempo, por ejemplo, de una a varias horas. La hidrólisis y la policondensación tienen lugar preferiblemente por agitación y en presencia de un catalizador de condensación ácido o básico como  $\text{HCl}$ ,  $\text{HNO}_3$  o  $\text{NH}_3$ .

25 La hidrólisis tiene lugar por lo general a temperaturas entre  $-20$  y  $130^\circ\text{C}$ , preferiblemente entre  $60$  y  $110^\circ\text{C}$  o bien al punto de ebullición del disolvente empleado, dado el caso. El mejor modo de agregación de agua depende sobre todo de la reactividad de los compuestos de partida empleados. Así, pues, se pueden, por ejemplo, agregar por goteo los compuestos de partida disueltos lentamente hasta llegar a un exceso de agua o se agrega agua en una porción o en porciones a los compuestos de partida dado el caso disueltos. También puede ser necesario agregar el agua no como tal sino introducirla con ayuda de sistemas orgánicos o inorgánicos, que contengan agua, al sistema en reacción. Pero la agregación de agua puede tener lugar también mediante una reacción química, en la que se libere agua en el curso de la reacción. Ejemplos de ello son las esterificaciones.

30 La proporción de condensado de  $\text{SiO}_2$  en la composición está preferiblemente en el intervalo de 0,01 % en peso a 5 % en peso, de modo especialmente preferido en el intervalo de 0,1 % en peso a 3 % en peso. Esta proporción se refiere al peso del condensado de  $\text{SiO}_2$  después de la hidrólisis sin componentes orgánicos. Este contenido resulta de manera especialmente sencilla a partir del peso de una capa, obtenida por un proceso de combustión, con respecto al peso anterior a la combustión.

35 Según un aspecto especial de la presente invención, el condensado queda en la composición en una forma dispersa coloidalmente.

40 Por lo demás, la composición según la invención comprende por lo menos un medio de control de reología polímero. Medios de control de reología en el sentido de la presente invención son compuestos, que dan lugar a una viscosidad estructural o a un comportamiento tixotrópico de una combinación. Estos compuestos son aditivos habituales, en general, en pastas para serigrafía. Estos polímeros tienen preferiblemente un efecto estabilizador en dispersiones o coloides. Los medios de control de reología preferidos pueden arder completamente a partir de una temperatura de unos  $500^\circ\text{C}$ .

Los medios de control de reología comprenden grupos hidroxilo.

45 El peso molecular del medio de control de reología queda preferiblemente en el intervalo de 500 g/mol a 500.000 g/mol, de modo especialmente preferido en el intervalo de 2.000 g/mol a 400.000 g/mol. El peso molecular se refiere, en este caso, a la media de peso y puede determinarse, por ejemplo, por medio de cromatografía de permeación de geles (GPC).

Según un aspecto especial, pueden emplearse como medios de control de reología especialmente celulosa, derivados de celulosa, de modo especialmente preferido éter celulosa y/o éster celulosa. A ellos corresponden en especial hidroxiprolimetilcelulosa.

50 La cantidad de medio de control de reología queda en el intervalo de 5 % en peso a 15 % en peso.

La composición según la invención comprende además preferiblemente por lo menos un 60 % en peso, de modo especialmente preferido por lo menos un 70 % en peso de disolvente, que presente un punto de ebullición de por lo menos 150°C, de modo especialmente preferido de por lo menos 200°C. Según un aspecto preferido de la presente invención, la cantidad de disolvente puede quedar en el intervalo de 60 a 99,5 % en peso y de modo especialmente preferido en el intervalo de 80 a 95 % en peso. Ejemplos preferidos de disolventes orgánicos de elevada ebullición apropiados son di-, tri-, tetra-, penta- o hexámeros de monoglicoles como, por ejemplo, los di-, tri-, tetra-, penta y hexámeros de glicoles de etileno, propileno o butileno, y sus monoéteres y diéteres, pudiendo sustituirse uno o ambos grupos hidroxilo por, por ejemplo, un grupo metoxi, un grupo etoxi, un grupo propoxi o un grupo butoxi; terpenos, por ejemplo, terpineol; y poliolos, por ejemplo, 2-metil-2,4-pentadiol. Disolventes especiales de elevada ebullición son los polietilenglicoles y sus éteres, como dietilenglicol, trietilenglicol y tetraetilenglicol, éter de dietilo de dietilenglicol, éter de metilo de tetraetilenglicol o éter de monobutilo de dietilenglicol. De ellos, se prefieren especialmente el glicol dietilénico, el glicol tetraetilénico y el éter de monobutilo de dietilenglicol. Obviamente, también pueden emplearse mezclas de dos o más de esos disolventes.

La cantidad de disolvente empleado se rige por la cantidad y la solubilidad de los compuestos de silicio (parcialmente) condensados y de los polímeros empleados. Además, un alcohol puede operar como moderador para la hidrólisis y la condensación y se puede controlar con ello la reactividad del sistema y adaptarlo a los requerimientos del respectivo caso de aplicación.

La composición de la presente invención puede aplicarse ventajosamente por procedimiento de impresión, por ejemplo, por procedimiento de serigrafiado, y aplicación por rodillo sobre un sustrato. Conforme a ello, composición según la invención presenta una viscosidad intrínseca o un comportamiento tixotrópico. Con un cizallamiento de 0,5 s<sup>-1</sup> y una temperatura de 25°C, las composiciones preferidas presentan una viscosidad en el intervalo de 0,5 Pa·s a 8 Pa·s, de modo especialmente preferido de 1,0 Pa·s a 6 Pa·s. La viscosidad con un cizallamiento de 30 s<sup>-1</sup> y una temperatura de 25°C de las composiciones preferidas queda preferiblemente en el intervalo de 0,6 Pa·s a 4 Pa·s, de modo especialmente preferido en el intervalo de 0,8 Pa·s a 2,5 Pa·s. Con un cizallamiento de 0,5 s<sup>-1</sup>, la viscosidad de la composición es preferiblemente el doble de grande que la viscosidad con un corte de 30 s<sup>-1</sup>.

La composición puede presentarse preferiblemente como solución coloidal dispersa, en la que el condensado se presenta en forma de partículas en el compuesto. La composición según la invención puede obtenerse de modo que se mezclen los distintos componentes de la composición, teniendo lugar la condensación, descrita anteriormente, de los compuestos de silicio de fórmula I en presencia del medio de control reológico. En este caso, pueden emplearse los compuestos de silicio o precondensados monómeros.

Sorprendentemente, la elaboración puede llevarse a cabo, en este caso, en una etapa, eligiéndose la cantidad de agua de modo que deba separarse la menor cantidad posible de agua excedente. Preferiblemente debe separarse de la composición un 20 % en peso como máximo, de modo especialmente preferido un 5 % en peso de agua como máximo tras la hidrólisis. Según una forma de realización especialmente preferida, no se separa agua tras la hidrólisis. Gracias a ello, se logra sorprendentemente preparar la composición en una etapa.

Tras la hidrólisis de los compuestos de silicio para preparar el condensado, se pueden mezclar las composiciones obtenidas con disolventes y/o medios de control reológicos. Gracias a ello, se puede adaptar la composición a los requerimientos de la máquina de recubrimiento. Gracias a esta medida, se puede ajustar, por ejemplo, el espesor de capa del recubrimiento antirreflectante. Sorprendentemente, la presente invención proporciona, por ello, una pasta, que puede adaptarse con medios sencillos a los requerimientos especiales para aplicar la pasta de los dispositivos específicos. Con ello, se pueden conseguir, en especial, ventajas en técnicas de producción.

Tras la aplicación de la composición, se pueden eliminar por calentamiento los componentes orgánicos, es decir, el medio de control reológico, el disolvente y el grupo R funcional existente, dado el caso, en el policondensado. Al mismo tiempo, las temperaturas utilizadas se rigen obviamente por la estabilidad térmica de los sustratos recubiertos y los componentes orgánicos a eliminar. Resulta un recubrimiento antirreflectante puramente inorgánico, que puede someterse a cargas térmicas elevadas. El calentamiento tiene lugar preferiblemente a temperaturas en el intervalo de 500°C a 1000°C, de modo especialmente preferido en el intervalo de 550°C a 700°C. La combustión puede llevarse a cabo en hornos de calcinación de vidrio laminado o de temple.

La composición según la invención puede aplicarse sobre vidrios minerales para aminorar la reflexión. El recubrimiento antirreflectante según la invención puede emplearse, por ejemplo, para eliminar el reflejo y aumentar la transmisión en tubos de rayos catódicos, indicadores de instrumentos, cristales de gafas, pantallas de televisión, colectores solares, ventanas, etc.

Los sustratos preferidos provistos de un recubrimiento antirreflectante pueden presentar, por ejemplo, una transmisión de por lo menos un 95%, de modo especialmente preferido de por lo menos un 96%. En este caso, el

recubrimiento puede aplicarse tanto por un lado, como también por ambos lados, dando lugar una aplicación por ambos lados frecuentemente a una transmisión especialmente alta o bien una reflexión menor.

A continuación, se explicará más detalladamente la presente invención a base de ejemplos sin que, por ello, haya de resultar una limitación de la invención.

5 Ejemplo 1

Preparación de una pasta de trifenilsilanol, MTES y TEOS en una etapa.

10 Se disuelven 2,3 g de trifenilsilanol, 1,734 g de tetraetoxilano y 0,742 g de metiltrietoxilano en 42,37 g de una solución 7,5% de hidroxipropilmetilcelulosa (Klucel L) en glicoléter (Dowanol TPM). Seguidamente, se agregan mezclando 0,25 g de HNO<sub>3</sub> al 65% y 2,43 g de agua. A continuación se agitan 0,18 g de amoniaco al 25% agitado y 2 horas con reflujo a 70°C. Se forma una pasta claramente transparente. La pasta se mezcla al 1:1 con una disolución de Klucel L al 7,5% en Dowanol TPM, se comprime por medio de un tamiz 100T en vidrio laminado, se seca 10 minutos a 120°C y se calcina 5 minutos a 600°C. Se forma una capa antirreflectante de reflejo incoloro. En caso de recubrimiento por ambos lados, resulta un vidrio, que muestra una reflexión especialmente reducida, aumentándose la transmisión en aproximadamente un 6% respecto del vidrio original.

15 Ejemplo 2

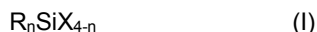
Preparación de una pasta de difenildietoxilano, y TEOS en una etapa.

20 Se disuelven 4,53 g de difenildietoxilano y 1,734 g de tetraetoxilano en 40,88 g de una solución de Klucel L al 7,5% en Dowanol TPM. Seguidamente, agregan mezclando 0,25 g de HNO<sub>3</sub> al 65% y 2,43 g de agua. A continuación, se agitan 0,18 g de amoniaco al 25% agitado y se agitan 2 horas a 70°C en reflujo. Se forma una pasta claramente transparente. La pasta se mezcla al 1:1 con una solución de Klucel L al 7,5% en Dowanol, se comprime mediante un tamiz de 100T sobre vidrio laminado, se seca 10 minutos a 120°C y se calcina 5 minutos a 600°C. Se forma una capa antirreflectante de reflejo incoloro. En caso de un recubrimiento por ambos lados, resulta un vidrio, que muestra una reflexión especialmente reducida, aumentándose la transmisión un 5% aproximadamente respecto del vidrio original.

25

## REIVINDICACIONES

1. Composición para preparar un recubrimiento antirreflectante, que comprende un condensado obtenible por condensación de compuestos de silicio de fórmula general:



5 en la que los grupos X funcionales son iguales o diferentes e indican grupos hidrolizables o grupos hidroxilos, los grupos R funcionales son iguales o diferentes e indican grupos no hidrolizables y n es 0, 1, 2 o 3, caracterizada por que la composición comprende por lo menos un medio de control reológico polímero y por lo menos un disolvente con un punto de ebullición de por lo menos 150°C, donde la condensación tiene lugar en presencia del por lo menos un medio de control reológico polímero, que comprende grupos hidroxilo, y la composición comprende de 5 % en peso a 15 % en peso de medio de control reológico polímero.

2 Composición según la reivindicación 1, caracterizada por que la composición con un cizallamiento de 0,5 s<sup>-1</sup> y una temperatura de 25°C presenta una viscosidad en el intervalo de 1,0 a 6 Pa·s.

3. Composición según la reivindicación 1 o 2, caracterizada por que la composición con un cizallamiento de 30 s<sup>-1</sup> y una temperatura de 25°C presenta una viscosidad en el intervalo de 0,8 Pa·s a 2,5 Pa·s.

15 4. Composición según por lo menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizada por que el agente de control reológico es celulosa o un derivado de la celulosa.

5. Composición según por lo menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizada por que el condensado se puede obtener por condensación de una mezcla, que comprende por lo menos un compuesto de silicio de fórmula SiX<sub>4</sub>, en la que los grupos X funcionales son iguales o diferentes e indican grupos hidrolizables o hidroxilos, quedando la proporción de compuesto de silicio según la fórmula SiX<sub>4</sub> en el intervalo de 20 % en peso a 80 % en peso, referidos a la cantidad total de compuesto de silicio monómero.

6. Composición según por lo menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizada por que la composición contiene por lo menos un 60 % en peso de disolvente con un punto de ebullición de por lo menos 150°C.

25 7. Composición según por lo menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizada por que la proporción de condensado de SiO<sub>2</sub> en el compuesto queda en el intervalo de 0,01 % en peso a 5 % en peso.

8. Procedimiento para preparar una composición según por lo menos una de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado por que se mezcla una mezcla, que comprende por lo menos un disolvente con un punto de ebullición de por lo menos 150°C, por lo menos un agente de control reológico, que comprende grupos hidroxilo, y por lo menos un compuesto de fórmula general:



35 en la que los grupos funcionales son iguales o diferentes y R indica un grupo orgánico con 1 a 10 átomos de carbono, que puede ser sustituido por átomos de oxígeno y/o de azufre y/o por grupos amínicos, y X representa hidrógeno, halógeno, hidroxilo, aciloxi, alquilcarbonilo, alcoxicarbonilo o NR'<sub>2</sub>, con R' igual hidrógeno, alquilo o arilo y n es igual a 0, 1, 2 o 3, y condensa los compuestos de fórmula (I).

9. Procedimiento según la reivindicación 8, caracterizado por que la cantidad de agua agregada se elige de modo que se separe como máximo un 20 % en peso por destilación después de o durante la condensación.

10. Procedimiento según la reivindicación 8 o 9, caracterizado por que la composición se prepara en una sola etapa de proceso, mezclándose y condensándose los componentes.

40 11. Procedimiento para preparar un recubrimiento antirreflectante, caracterizado por que se aplica una composición según por lo menos una de las reivindicaciones 1 a 7 o una composición obtenible según por lo menos una de las reivindicaciones 8 a 10 sobre un sustrato y se calcina obteniéndose una capa nanoporosa.

12. Procedimiento según la reivindicación 11, caracterizado por que la composición se calcina a una temperatura en el intervalo de 550°C a 750°C.



13. Procedimiento según la reivindicación 11 o 12, caracterizado por que el espesor de la capa antirreflectante se ajusta mezclando la composición con una mezcla, que contiene el disolvente y el agente de control reológico.
14. Procedimiento según por lo menos una de las reivindicaciones 11 a 13, caracterizado por que la combustión tiene lugar en un horno de combustión de vidrio laminado o en un horno de temple.