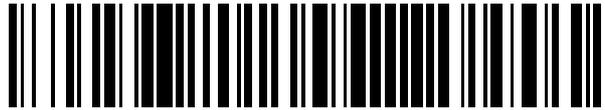


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 531 847**

51 Int. Cl.:

**C03C 21/00** (2006.01)

**G01L 5/00** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **12.09.2011 E 11773063 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **10.12.2014 EP 2616405**

54 Título: **Lámina de vidrio**

30 Prioridad:

**13.09.2010 FR 1057259**

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

**20.03.2015**

73 Titular/es:

**SAINT-GOBAIN GLASS FRANCE (100.0%)  
18 avenue d' Alsace  
92400 Courbevoie, FR**

72 Inventor/es:

**GY, RENÉ;  
SELLIER, JULIEN y  
OBAME, HUGUES**

74 Agente/Representante:

**DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto**

**ES 2 531 847 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

Lámina de vidrio

La invención se refiere al campo de las láminas de vidrio delgadas. Más concretamente, se refiere a láminas de vidrio delgadas susceptibles de resistir a choques violentos.

5 Las láminas de vidrio delgadas se emplean frecuentemente como vidrio de protección, ventana de visualización o incluso como pantalla de diversos dispositivos electrónicos, en particular de bolsillo o portátiles, tal como por ejemplo teléfonos inteligentes (denominados a veces "smartphones"), equipos asistentes digitales personales (denominados a veces "PDA"), cámaras digitales, lectores multimedia, ordenadores etc. Por razones relacionadas con el peso, es  
10 asimismo ventajoso emplear láminas de vidrio delgado como vidrio de cobertura de células solares térmicas o fotovoltaicas.

Las láminas de vidrio utilizadas en tales dispositivos o aplicaciones son susceptibles de ser solicitadas notablemente desde un punto de vista mecánico: contactos repetidos con objetos duros y puntiagudos, impactos de proyectiles, caídas,...

15 Para aumentar su resistencia a los choques, se sabe cómo crear una zona superficial en compresión y una zona central en tensión, mediante procedimientos de templado térmico o de intercambio iónico (que, en ocasiones, se denomina "templado químico"). En este último caso, la sustitución superficial de un ion de la lámina de vidrio (generalmente un ion alcalino como sodio o litio) por un ion de radio iónico más grande (generalmente un ion alcalino como potasio o sodio) permite crear en la superficie de la lámina de vidrio tensiones residuales de compresión, hasta una cierta profundidad. En todo este texto, se entiende por profundidad, según un corte transversal, a una distancia  
20 entre un punto considerado y una superficie de la lámina de vidrio, medida según una normal a dicha superficie. Asimismo, en todo lo que sigue del texto, los esfuerzos son paralelos a la superficie de la lámina de vidrio y son esfuerzos de espesor, en el sentido de que, excepción hecha de las zonas de los bordes, la media de los esfuerzos en todo el espesor de la lámina de vidrio es nula. Los esfuerzos superficiales de compresión se equilibran, en efecto, con la presencia de una zona central en tensión. Hay, por tanto, una cierta profundidad a la cual se produce la transición entre compresión y tensión, profundidad que se denominará "P" en todo el texto que sigue. El perfil de esfuerzo corresponde al trazado del esfuerzo (ya sea de compresión o de tensión) según un corte transversal en  
25 función de la distancia a una de las caras de la lámina de vidrio, medido según una normal a dicha cara.

Se conocen, a partir del documento de la patente GB 1 222 182, láminas de vidrio cuyo espesor es de al menos 3,2 mm, que han experimentado un intercambio iónico de modo que la profundidad en compresión es de al menos 210  
30  $\mu\text{m}$ .

La invención tiene por objeto proponer láminas de vidrio capaces de mantener una resistencia mecánica elevada incluso después de haber sido fuertemente dañadas, por ejemplo tras repetidas caídas. A tal efecto, la invención tiene por objeto una lámina de vidrio cuyo espesor es de al menos 2 mm, que posee una zona superficial en compresión obtenida por intercambio iónico y una zona central en tensión, tal que la profundidad a la cual se produce la transición entre compresión y tensión es de al menos 100 micrómetros, siendo la proporción entre dicha profundidad y dicho espesor de al menos 0,1, siendo dicha lámina además tal que el módulo de rotura en flexión en un ensayo de "anillo sobre trípode" es de al menos 70 MPa, tras realizar una muesca Vickers bajo una carga de 60 N.  
35

El protocolo de medida del módulo de rotura se detalla más adelante, en la parte del presente texto que describe los ejemplos según la invención.  
40

La zona superficial en compresión se obtiene mediante intercambio iónico. Se dan más detalles de este procedimiento en lo que sigue de la presente descripción.

El espesor e de la lámina de vidrio es, preferentemente, como máximo de 1,5 mm e incluso 1,1 mm. El espesor de la lámina de vidrio es preferentemente de al menos 0,25 mm. Las dimensiones laterales de la lámina de vidrio dependen de la utilización prevista. Al menos una dimensión es generalmente inferior o igual a 40 cm, en especial 30 cm, incluso 20 cm. La superficie de la lámina de vidrio es generalmente de 0,2 m<sup>2</sup> como máximo, incluso 0,1 m<sup>2</sup> como máximo. En las aplicaciones de vidrio de cobertura para células solares, por el contrario, la superficie de la lámina de vidrio será generalmente de al menos 1 m<sup>2</sup>.  
45

La profundidad P a la cual se produce la transición entre compresión y tensión es, de forma ventajosa, de al menos 150 micrómetros, en particular 200 micrómetros, incluso 300 micrómetros y/o de como máximo 500 micrómetros. Los inventores han podido poner en evidencia que grandes profundidades P permitían mejorar considerablemente la resistencia al choque de las láminas de vidrio, lo que es contrario a la idea preconcebida según la cual el refuerzo mecánico va a la par con la intensidad del esfuerzo de compresión superficial. La invención sigue, de este modo, una vía distinta de la seguida generalmente, que consiste en maximizar tanto como se pueda la compresión superficial, en detrimento de la profundidad P.  
50  
55

La relación  $P/e$  entre la profundidad  $P$  y el espesor  $e$  de la lámina de vidrio es, de manera ventajosa, de al menos 0,15 e incluso 0,18.

5 El perfil de esfuerzos en el espesor de la lámina de vidrio es preferentemente de tal forma que el esfuerzo en compresión máximo es de al menos 70 MPa (en especial 80 MPa), estando situada la zona sometida a este esfuerzo en compresión máxima a una distancia no nula de la superficie de la lámina de vidrio. La relación entre esta distancia y el espesor  $e$  de la lámina de vidrio es, preferentemente, de al menos 0,01 y como máximo de 0,1. Un perfil de esfuerzos tal es particularmente original y permite alcanzar fuertes profundidades  $P$  y relaciones  $P/e$  extremadamente elevadas. En efecto, habitualmente, el perfil de esfuerzos es tal que el esfuerzo máximo se obtiene en la superficie de la lámina de vidrio. Con los perfiles habituales, que tienden a una forma parabólica para los tiempos largos de intercambio, la relación entre la profundidad  $P$  y el espesor de la lámina de vidrio no puede sobrepasar el valor de 0,22.

15 De manera alternativa o acumulativa, el perfil de esfuerzos en el espesor de la lámina de vidrio es preferentemente de tal forma que en la zona central que ocupa el tercio del espesor del vidrio, la variación relativa de la intensidad del esfuerzo en tensión es de al menos 10 %, incluso 15 %. Este perfil original en la zona central para un vidrio reforzado por intercambio iónico, que difiere del perfil habitual, caracterizado por un tramo de tensiones en tensión en la zona central, permite alcanzar tensiones máximas de tensión más fuertes sin, no obstante, aumentar la tendencia a la fragmentación en caso de rotura.

20 Por el contrario, , tales perfiles preferidos permiten obtener una relación entre la profundidad  $P$  y el espesor de la lámina de vidrio preferentemente de al menos 0,2, incluso 0,25 o 0,3. La relación  $P/e$  será, generalmente, como máximo de 0,4.

25 Estos perfiles preferidos presentan asimismo compresiones de superficie menores, comúnmente asociadas a una resistencia mecánica inicial más débil. Sin embargo, los inventores han podido demostrar que, contra todo pronóstico, la resistencia de los productos que presentan estos perfiles de esfuerzos mejoraba de hecho netamente después de los daños, por ejemplo en caso de choque. El esfuerzo de compresión máximo es de este modo, preferentemente, inferior o igual a 300 MPa, incluso 200 MPa.

El perfil de esfuerzos o tensiones en el espesor del vidrio se puede determinar de manera conocida con ayuda de un microscopio polarizador equipado con un compensador de Babinet. Tal método se describe por H. Aben y C. Guillemet en "Photoelasticity of glass" ("Fotoelasticidad de vidrio"), Springer Verlag, 1993, páginas 65, 123, 124, 146.

30 El parámetro  $K$ , definido como la raíz cuadrada de la integral en la zona central en tensión del cuadrado del esfuerzo, es, preferentemente, de 1,4 MPa.m<sup>1/2</sup>, como máximo e incluso de 1,3 MPa.m<sup>1/2</sup> como máximo. De este modo, la lámina de vidrio presenta la ventaja de no fragmentarse en caso de rotura. Se entiende por fragmentación la capacidad del vidrio para romperse formando una multitud de pequeños fragmentos de vidrio, incluso de partículas de vidrio, susceptibles de ser eyectadas. Incluso cuando los fragmentos se quedan en su lugar, su pequeño tamaño hace que la visibilidad a través de la lámina de vidrio sea extremadamente baja o incluso nula. Limitando el valor del factor  $K$ , la ruptura de la hoja de vidrio se caracteriza, por el contrario, por la presencia de un pequeño número de fisuras que, aunque no son estéticas, tienen un menor impacto sobre la visibilidad y sobre la propensión a eyectar fragmentos.

El módulo de rotura en flexión "anillo sobre trípode" después de realización de muesca Vickers bajo una carga de 60 N (incluso de 70 N) es, preferentemente, de al menos 80 MPa, incluso 90 e incluso 100 MPa.

40 El módulo de rotura en flexión "anillo sobre trípode" después de realización de muesca Vickers bajo una carga de 20 N es, preferentemente, de 300 MPa como máximo, incluso de 200 MPa como máximo y de al menos 50 MPa. En contra de cualquier previsión, la elección de valores de tensión de ruptura más bajos tras una muesca más ligera se ha revelado sin incidencia sobre la resistencia tras daño en caso de choque del producto final, siendo el criterio realmente discriminador el módulo de rotura para las muescas más grandes.

45 El vidrio es preferentemente un vidrio de tipo aluminosilicato de litio o de sodio. En efecto, este tipo de vidrio se presta al intercambio iónico.

Entre estos vidrios, se prefiere un vidrio tal que tiene una composición química que comprende los siguientes óxidos en los intervalos de contenidos ponderales definidos a continuación:

50	SiO <sub>2</sub>	55 – 72 %, sobre todo 60 – 71 %
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2 – 15 %, sobre todo 3 – 12 %
	Na <sub>2</sub> O	9 – 17 %, sobre todo 10 – 15 %
	K <sub>2</sub> O	0 – 12 %, sobre todo 1 – 10 %
	MgO	2 – 13 %, sobre todo 4 – 12 %

## ES 2 531 847 T3

CaO 0 – 2 %, sobre todo 0 – 1 %

B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 0 – 1 %, sobre todo 0.

5 Estos óxidos representan, preferentemente, al menos 95 %, incluso 98 %, en peso de la composición total. Este vidrio es de tipo aluminosilicato de sodio, apto para ser reforzado mediante un intercambio de iones sodio por iones potasio.

Otro vidrio preferido es un vidrio tal que tiene una composición química que comprende los siguientes óxidos en los intervalos de contenidos ponderales definidos a continuación:

SiO<sub>2</sub> 52 – 75 %, sobre todo 65 – 70 %

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 15 – 27 %, sobre todo 18 – 19,8 %

10 Li<sub>2</sub>O 2 – 10 %, sobre todo 2,5 – 3,8 %

K<sub>2</sub>O 0 – 5 %, sobre todo 0 – 1 %

Na<sub>2</sub>O 0 – 5 %, sobre todo 0 – 1 %

ZnO 0 – 5 %, sobre todo 1,2 – 2,8 %

MgO 0 – 5 %, sobre todo 0,55 – 1,5 %

15 BaO 0 – 5 %, sobre todo 0 – 1,4 %

SrO 0 – 3 %, sobre todo 0 – 1,4 %

TiO<sub>2</sub> 0 – 6 %, sobre todo 1,8 – 3,2 %

ZrO<sub>2</sub> 0 – 3 %, sobre todo 1,0 – 2,5 %

P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 0 – 8 %.

20 Este vidrio es de tipo aluminosilicato de litio, apto para ser reforzado mediante un intercambio de iones litio por iones sodio y/o potasio. La velocidad de intercambio de este tipo de vidrio es especialmente alta, así como su resistencia al rayado.

El vidrio puede ser también de tipo sílico-sodo-cálcico, en especial puede ser un vidrio tal que tiene una composición química que comprende los siguientes óxidos en los intervalos de contenidos ponderales definidos a continuación:

25 SiO<sub>2</sub> 60 – 75 %

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 0 – 4 %

Na<sub>2</sub>O 9 – 18 %

K<sub>2</sub>O 0 – 5 %

MgO 0 – 10 %

30 CaO 4 – 15 %.

Este tipo de vidrio puede también experimentar intercambios iónicos, pero los tiempos de intercambio son generalmente muy largos.

La invención tiene también por objeto:

- 35
- un dispositivo electrónico, sobre todo de bolsillo o portátil, tal como, en especial, un teléfono inteligente, un asistente digital personal, una cámara digital de fotos, un lector multimedia, un ordenador, una tableta, un televisor, que comprende al menos una lámina de vidrio según la invención, como vidrio de protección, ventana de visualización, pantalla, elemento decorativo, transparente o no transparente;
  - una célula solar, térmica o fotovoltaica, que comprende al menos una lámina de vidrio según la invención.

40 La invención tiene también por objeto un procedimiento de obtención de una lámina de vidrio según la invención, que comprende las etapas de fusión del vidrio, de formación, de corte y de intercambio iónico.

La etapa de formación se puede realizar mediante diferentes procedimientos por otra parte conocidos, tales como el procedimiento de flotación, en el cual el vidrio fundido se vierte sobre un baño de estaño en fusión; el laminado entre

5 dos rodillos; el procedimiento denominado "fusión-draw", en el cual el vidrio fundido desborda de un canal y viene a formar una lámina por gravedad o incluso el procedimiento denominado "down-draw" en el cual el vidrio fundido fluye hacia abajo por una rendija antes de ser estirado hasta el espesor deseado mientras a la vez se enfría. De manera ventajosa, a la etapa de corte sigue una etapa de conformado o de pulido de los bordes, antes de la etapa de intercambio iónico.

El intercambio iónico consiste en reemplazar una parte de los iones alcalinos de la lámina de vidrio por iones alcalinos de un radio iónico más grande. Los iones alcalinos son generalmente sodio o litio, sustituidos respectivamente de forma parcial por potasio o sodio. También se pueden utilizar otros iones, tales como iones rubidio o cesio, e incluso iones talio, plata o cobre.

10 De manera ventajosa, el intercambio iónico es seguido por una etapa de tratamiento térmico (al margen del baño de sal fundida), generalmente a los mismos intervalos de temperaturas que las empleadas para el intercambio. Este tratamiento térmico permite aumentar la relación P/e o disminuir la intensidad de los esfuerzos. Asimismo, es posible, sobre todo para vidrios de tipo de los aluminosilicatos de litio, obtener proporciones P/e altas sometiendo la lámina de vidrio delgado a tratamientos de intercambio térmico muy cortos (por ejemplo con una duración de 2 horas como máximo e incluso 1 hora como máximo).

15 Generalmente, el intercambio iónico se realiza colocando la lámina de vidrio en un baño lleno de una sal fundida del ion alcalino deseado. Una temperatura elevada, pero inferior a la temperatura de transición vítrea del vidrio a tratar, permite iniciar o cebar un fenómeno de interdifusión, que impacta en primer lugar en las capas superficiales del vidrio.

20 También es posible practicar el intercambio iónico depositando una pasta en la superficie del vidrio. El intercambio iónico se puede también facilitar imponiendo un campo eléctrico o ultrasonidos.

Al menos una etapa de intercambio iónico se realiza preferentemente con ayuda de una sal de potasio y/o de sodio fundida, escogida entre nitratos, sulfatos, cloruros o una cualesquiera de sus mezclas. Una mezcla de sal de sodio y de sal de potasio permite limitar la intensidad de los esfuerzos. Se prefiere en especial el nitrato de potasio.

25 La temperatura y el tiempo de intercambio se tienen que ajustar en función de la composición del vidrio, de su espesor y del perfil de esfuerzos que se desee. Los inventores han podido poner en evidencia que un aumento de la temperatura de intercambio permitía aumentar la profundidad P y obtener el perfil original descrito precedentemente, en el cual la zona sometida al esfuerzo en compresión máximo está situada a una distancia no nula de la superficie de la lámina de vidrio, perfil que, recordemos, permite alcanzar proporciones P/e especialmente elevadas, de al menos 0,2 e incluso 0,25. El perfil original en el cual en la zona central que ocupa el tercio del espesor del vidrio la variación relativa de la intensidad del esfuerzo en tensión es de al menos 10 %, se puede en cuanto tal obtener también mediante un aumento de la temperatura y del tiempo de intercambio, mediante el uso de una lámina de vidrio más delgada o incluso con la ayuda de un tratamiento térmico posterior, tal como el que se ha definido precedentemente en este texto.

35 Sobre todo para los aluminosilicatos de sodio tal como los descritos precedentemente, la temperatura de intercambio es preferentemente de al menos 450 °C, incluso 480 °C. La relajación estructural en la superficie conseguida con estas temperaturas elevadas permite alcanzar el susodicho perfil original, en particular para tiempos de intercambio de al menos 48 horas e incluso 72 horas.

Los ejemplos no restrictivos que siguen a continuación ilustran la presente invención.

40 El vidrio utilizado para los diferentes ejemplos (con excepción del ejemplo de comparación C4) es un aluminosilicato de sodio que tiene la composición ponderal siguiente:

	SiO <sub>2</sub>	62 %
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	8 %
	Na <sub>2</sub> O	12,5 %
45	K <sub>2</sub> O	9 %
	MgO	7,5 %
	CaO	0,5 %.

50 Se produjeron láminas de vidrio de esta composición mediante el procedimiento de flotación, con un espesor de 3 mm; luego se pulieron a fin de alcanzar un espesor de aproximadamente 1 mm. Estas láminas de vidrio fueron sometidas a diversos tratamientos de intercambio iónico, efectuados sumergiendo la lámina de vidrio en un baño de nitrato de potasio fundido. La lámina de vidrio del ejemplo de comparación C4 posee una composición de tipo silico-sodo-cálcico y un espesor de 2 mm.

## ES 2 531 847 T3

5 La tabla 1 que va a continuación recapitula, para los diferentes ejemplos, la temperatura de intercambio (en °C) y el tiempo de intercambio (en horas) , la profundidad P a la cual se produce la transición entre compresión y tensión y la proporción P/e. donde e es el espesor de la lámina de vidrio, así como el parámetro V, que corresponde a la variación relativa de esfuerzo observada en la zona central que ocupa el tercio del espesor de la lámina de vidrio. V se calcula como la variación máxima de esfuerzo en la zona central, dividida por el valor máximo del esfuerzo.

El perfil de tensión, de donde se sacan los valores de P, V y los valores de esfuerzos, se determinan con ayuda de un microscopio polarizador equipado con un compensador de Babinet.

Tabla 1

Ejemplo	Temperatura (°C)	Tiempo (horas)	P (µm)	e (nm)	P/e	V (%)
C1	360	32	31	0,98	0,03	3
C2	380	24	38	0,96	0,04	4
C3	380	34	46	0,90	0,05	4
C4	460	432	90	1,95	0,05	2
1	490	24	125	0,98	0,13	7
2	490	48	234	0,97	0,24	30
3	490	72	270	1,06	0,25	36
4	490	96	280	0,98	0,29	69
5	490	120	309	0,98	0,32	69
6	490	144	315	1,05	0,30	71
7	490	168	320	0,97	0,32	108

10 Los ejemplos C1 a C4 son ejemplos para comparación.

Se puede deducir de los resultados de la tabla 1 que la aplicación de temperaturas elevadas permite aumentar considerablemente la profundidad P. Aumentando el tiempo de tratamiento, la relación P/e puede sobrepasar muy ampliamente el límite teórico de 0,2.

15 La tabla 2 que va a continuación indica para cada muestra el valor del esfuerzo en tensión máximo, el valor del esfuerzo en compresión máximo, el valor del parámetro K y el número de fragmentos obtenidos cuando el vidrio se rompe. Un número elevado es característico de una fragmentación del vidrio.

20 La fragmentación se caracteriza por la densidad de fragmentos después de la ruptura. Para esto, las probetas se revisten con una película adhesiva por las dos caras. Luego se impacta el vidrio a 1 cm de una de sus esquinas, con ayuda de una punta de carburo y de un martillo. El recuento del número de fragmentos se hace a al menos 2 cm del punto de impacto, en un cuadrado de 3 x 3 cm<sup>2</sup>.

Tabla 2

Ejemplo	Tensión de tensión máxima (MPa)	Tensión de compresión máxima (MPa)	K (MPa.m <sup>1/2</sup> )	Número de fragmentos
C1	33	> 500	1,0	1
C2	36	> 500	1,1	1
C3	39	> 500	1,2	1
C4	< 15	270	< 0,4	1
1	72	> 300	1,6	58
2	74	> 150	1,4	17
3	68	91	1,3	1
4	56	56	0,7	1
5	47	37	0,7	2
6	39	35	0,5	1
7	12	21	0,2	1

5 Las figuras 1a y 1b son clichés obtenidos cuando se observa un corte de láminas de vidrio de los ejemplos 3 y C3 con ayuda de un microscopio de polarización equipado con un compensador de Babinet. Un dispositivo tal, utilizado de manera corriente en la técnica, permite determinar el perfil de esfuerzos en el espesor del vidrio, es decir, el valor del esfuerzo en función de la profundidad. La forma de las franjas de interferencia observadas con ayuda del dispositivo reproduce la distribución de esfuerzos en el núcleo de la lámina de vidrio, mientras que el desfase de las franjas es proporcional a la intensidad del esfuerzo. El nivel de referencia se fija de manera arbitraria en la franja más negra y la variación de esta franja (indexada en la figura mediante las flechas blancas) permite determinar el perfil de esfuerzos. Los esfuerzos en tensión corresponden a las franjas situadas por encima del nivel de referencia y los esfuerzos en compresión se sitúan por debajo. Las franjas se hacen difíciles de discernir cerca de la superficie si el gradiente de esfuerzo es demasiado importante.

15 La profundidad a la cual la franja negra atraviesa el nivel de referencia es la profundidad P. El perfil de la lámina de vidrio del ejemplo 3 es especialmente atípico, ya que presenta una relación P/e superior a 0,22 y una fuerte variación relativa del esfuerzo en tensión a la altura de la zona central, exenta de cualquier tramo de rellano. Por el contrario, el ejemplo de comparación C3 presenta una relación P/e de solamente 0,05, con una tensión de tensión en el núcleo casi constante.

20 En la figura 2 se trazan los perfiles de esfuerzos para el ejemplo 3 (puntos indicados por cuadrados rellenos) y para el ejemplo de comparación C3 (puntos representados por rombos sin rellenar). Como es costumbre, los esfuerzos en compresión son negativos mientras que los esfuerzos en tensión se representan por valores positivos. Los valores exactos del esfuerzo en compresión justo en la superficie no se indican, puesto que la medida resulta difícil cerca de la superficie si el gradiente de esfuerzo es allí demasiado importante.

25 Los resultados de los ensayos se representan en la figura 3, en la cual se representa el módulo de rotura (resistencia a la flexión) en el ensayo de flexión “anillo sobre trípode” (expresado en MPa) en función de la carga para la muesca Vickers experimentada precedentemente.

El esfuerzo o módulo de rotura en flexión anillo sobre trípode tras realización de muesca se mide de la siguiente manera; se toma el resultado de la media de 5 ensayos. Se cortan probetas de 70 x 70 mm<sup>2</sup> en una lámina de vidrio que no ha experimentado ningún tratamiento después de su fabricación. Tras el intercambio iónico, se limpian las probetas con agua y se secan.

30 A continuación, una cualquiera de las caras de cada probeta se reviste con una película adhesiva que se pondrá a continuación en compresión. El papel de esta película es el de permitir la localización del origen de la rotura.

La muesca se realiza en la cara opuesta a la de la película adhesiva, mediante pesos colocados encima de una punta Vickers. La probeta se posiciona bajo la punta de tal forma que la muesca se realice en medio de la probeta, con un error de 1 mm.

5 El descenso de la punta sobre la probeta se efectúa merced a una máquina Instron 4505 provista de un captador de fuerza de 5 kN. En la posición inicial, la punta se coloca a una distancia de 2 a 5 mm por encima de la probeta. Después de acerca la punta al vidrio a una velocidad de 10 mm/min. Una vez establecido el contacto entre la punta y el vidrio, la fuerza aplicada por la máquina se hace nula y solo los pesos colocados sobre la punta provocan la muesca en el vidrio. La realización de la muesca dura 20 segundos, luego la máquina levanta la punta.

A continuación se almacena el vidrio al menos durante 12 h con el fin de estabilizar la propagación de las fisuras. En caso de rotura una vez hecha la muesca pero antes del ensayo de flexión, se considera nulo el módulo de rotura en flexión.

10 El ensayo de flexión mediante anillo sobre trípode se realiza con ayuda de una máquina Instron 4400R, regulada con una velocidad de descenso de la pieza transversal de 2 mm/min, instrumentada con un captador de fuerza de 10 kN, con un anillo de 10 mm de diámetro con un toro de 10 mm de radio, fijado en un extremo de la máquina Instron y con un zócalo sobre el cual se pegan 3 bolas de radio de 5 mm, dispuestas entre sí a ángulos de 120° sobre un círculo de 20 mm de radio cuyo centro es el mismo que el centro del anillo.

15 La probeta se coloca entre estas tres bolas y el anillo, de tal forma que la muesca esté alineada con el centro del anillo, con un error de 1 mm como máximo. Se aplica entonces sobre el anillo una fuerza creciente hasta la rotura de la probeta. Solo se contabilizan las probetas cuyo origen de rotura está bajo el anillo. El módulo de rotura viene dado por la fórmula siguiente en función de la fuerza de rotura y del espesor de la probeta:

$$\sigma \text{ (Mpa)} = 0,847 \times \text{Fuerza (N)} / \text{espesor (mm)}$$

20 Los rombos vacíos son los puntos medidos en el caso del ejemplo de comparación C3, mientras que los cuadrados llenos corresponden al ejemplo 3 según la invención.

25 Se puede ver que, gracias a las compresiones más fuertes de superficie, el ejemplo de comparación C3 presenta módulos de rotura mucho más elevados que en el caso de muescas más débiles. Por el contrario, este módulo de rotura cae de manera vertiginosa cuando la carga para la muesca aumenta, hasta hacerse nulo para cargas superiores a 60 N. La lámina de vidrio según la invención (ejemplo 3) presenta un comportamiento muy diferente, con un módulo de rotura constante, del orden de 100 MPa, incluso para cargas para la muesca muy elevadas, por encima de 60 N.

30 En contra de lo que se podía esperar, el módulo de rotura mucho más bajo para las muescas más ligeras no se ha revelado penalizador para las propiedades finales de resistencia al choque. Por el contrario, es la elección concreta de módulo de rotura para las muescas mayores lo que puede suponer la diferencia.

## REIVINDICACIONES

- 5 1. Lámina de vidrio que tiene una zona superficial en compresión obtenida por intercambio iónico y una zona central en tensión (o tracción), caracterizada porque su espesor es como máximo de 2 mm y porque la profundidad a la cual se produce la transición entre compresión y tensión es de al menos 100 micrómetros, siendo la relación entre dicha profundidad y dicho espesor de al menos 0,1, siendo dicha lámina además tal que el módulo de rotura en flexión en un ensayo "anillo sobre trípode" es de al menos 70 MPa tras realización de muesca Vickers bajo una carga de 60 N.
2. Lámina de vidrio según la reivindicación precedente, cuyo espesor es como máximo de 1,1 mm y de al menos 0,25 mm.
- 10 3. Lámina de vidrio según una de las reivindicaciones precedentes, tal que la profundidad a la cual se produce la transición entre compresión y tensión es de al menos 200 micrómetros y como máximo 500 micrómetros.
4. Lámina de vidrio según una de las reivindicaciones precedentes, cuyo perfil de esfuerzos en el espesor de la lámina de vidrio es tal que el esfuerzo en compresión máximo es de al menos 70 MPa, estando situada la zona sometida a este esfuerzo en compresión a una distancia no nula de la superficie de la lámina de vidrio.
- 15 5. Lámina de vidrio según una de las reivindicaciones precedentes, cuyo perfil de esfuerzos en el espesor de la lámina de vidrio es tal que, en la zona central que ocupa el tercio del espesor de vidrio, la variación relativa de la intensidad del esfuerzo en tensión es de al menos 10 %.
6. Lámina de vidrio según una de las reivindicaciones 4 o 5, tal que la relación entre la profundidad a la cual se produce la transición entre compresión y tensión y el espesor es de al menos 0,2 y como mucho de 0,4.
- 20 7. Lámina de vidrio según una de las reivindicaciones precedentes, tal que el parámetro K es como máximo de  $1,4 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ , incluso como máximo de  $1,3 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ , donde K es la raíz cuadrada de la integral en la zona central en tensión del cuadrado del esfuerzo.
8. Lámina de vidrio según una de las reivindicaciones precedentes, tal que el vidrio es del tipo aluminosilicato de litio o de sodio.
- 25 9. Lámina de vidrio según la reivindicación precedente, tal que su composición química comprende los siguientes óxidos en los intervalos de cantidades en peso definidos a continuación:
- |                                |                                 |
|--------------------------------|---------------------------------|
| SiO <sub>2</sub>               | 55 – 72 %, sobre todo 60 – 71 % |
| Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | 2 – 15 %, sobre todo 3 – 12 %   |
| Na <sub>2</sub> O              | 9 – 17 %, sobre todo 10 – 15 %  |
| 30 K <sub>2</sub> O            | 0 – 12 %, sobre todo 1 – 10 %   |
| MgO                            | 2 – 13 %, sobre todo 4 – 12 %   |
| CaO                            | 0 – 2 %, sobre todo 0 – 1 %     |
| B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>  | 0 – 1 %, sobre todo 0.          |
10. Lámina de vidrio según la reivindicación 8, tal que su composición química comprende los siguientes óxidos en los intervalos de cantidades en peso definidos a continuación:
- 35
- |                                |                                   |
|--------------------------------|-----------------------------------|
| SiO <sub>2</sub>               | 52 – 75 %, sobre todo 65 – 70 %   |
| Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | 15 – 27 %, sobre todo 18 – 19,8 % |
| Li <sub>2</sub> O              | 2 – 10 %, sobre todo 2,5 – 3,8 %  |
| 40 K <sub>2</sub> O            | 0 – 5 %, sobre todo 0 – 1 %       |
| Na <sub>2</sub> O              | 0 – 5 %, sobre todo 0 – 1 %       |
| ZnO                            | 0 – 5 %, sobre todo 1,2 – 2,8 %   |
| MgO                            | 0 – 5 %, sobre todo 0,55 – 1,5 %  |
| BaO                            | 0 – 5 %, sobre todo 0 – 1,4 %     |
| SrO                            | 0 – 3 %, sobre todo 0 – 1,4 %     |

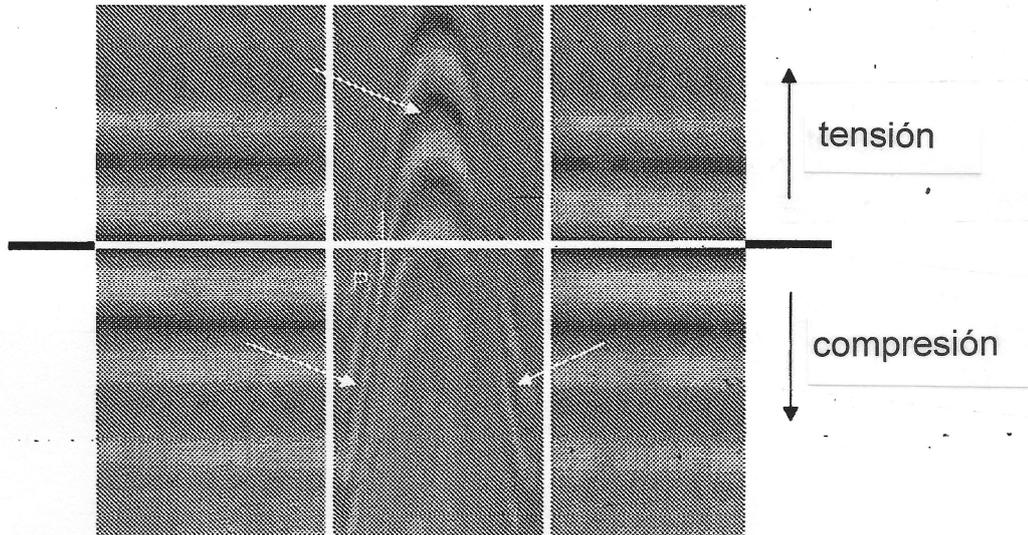
## ES 2 531 847 T3

TiO<sub>2</sub> 0 – 6 %, sobre todo 1,8 – 3,2 %

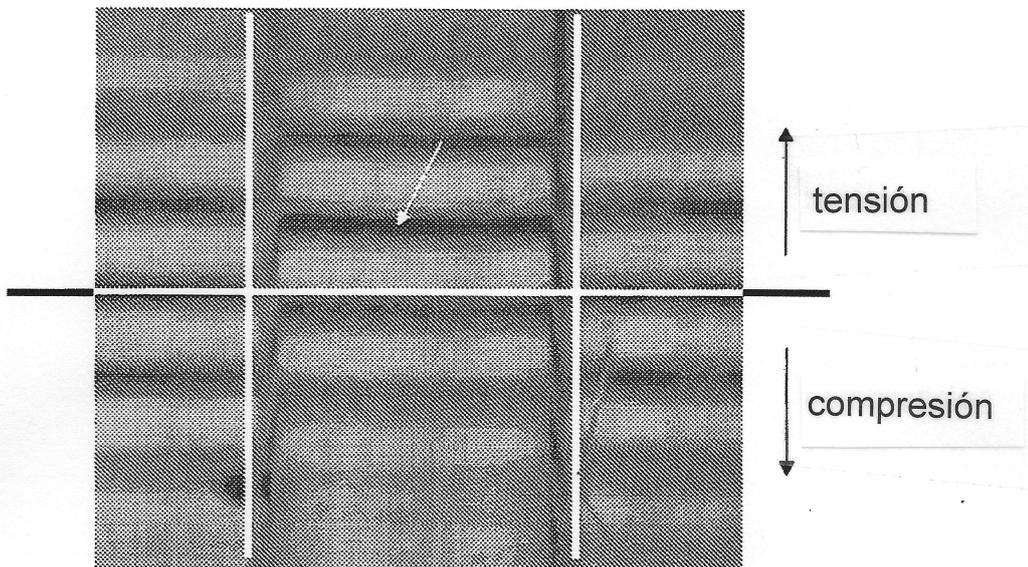
ZrO<sub>2</sub> 0 – 3 %, sobre todo 1,0 – 2,5 %

P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 0 – 8 %.

- 5 11. Dispositivo electrónico, en especial de bolsillo o portátil, tal como, en particular, un teléfono inteligente, un asistente digital personal, una cámara digital de fotos, un lector multimedia, un ordenador, una tableta, un televisor, que comprende al menos una lámina de vidrio según una de las reivindicaciones precedentes, como vidrio de protección, ventana de visualización, pantalla o elemento decorativo.
12. Célula solar, térmica o fotovoltaica, que comprende al menos una lámina de vidrio según una de las reivindicaciones 1 a 10.
- 10 13. Procedimiento de obtención de una lámina de vidrio según una de las reivindicaciones de lámina de vidrio precedentes, que comprende las etapas de fusión del vidrio, de formación, de corte y de intercambio iónico.
14. Procedimiento según la reivindicación precedente tal que, al menos se realiza una etapa de intercambio iónico con ayuda de una sal de potasio y/o de sodio fundido, escogida entre nitratos, sulfatos, cloruros o cualquiera de sus mezclas.
- 15 15. Procedimiento según la reivindicación precedente tal que la temperatura de intercambio es de al menos 450 °C, en especial 480 °C.



**Fig. 1a**



**Fig. 1b**

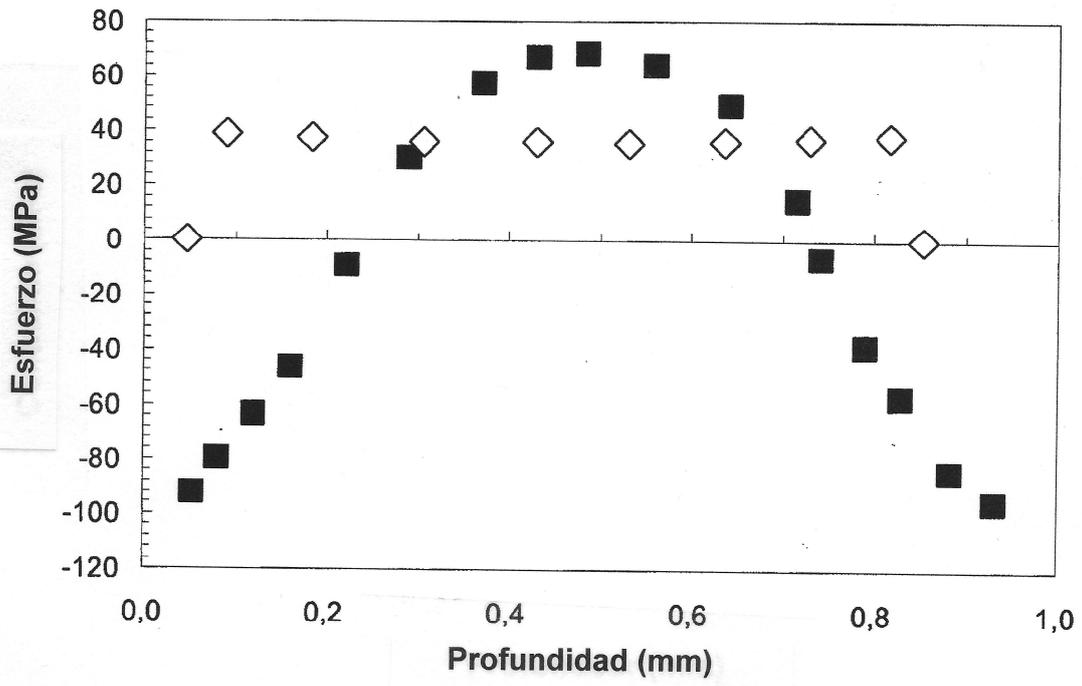
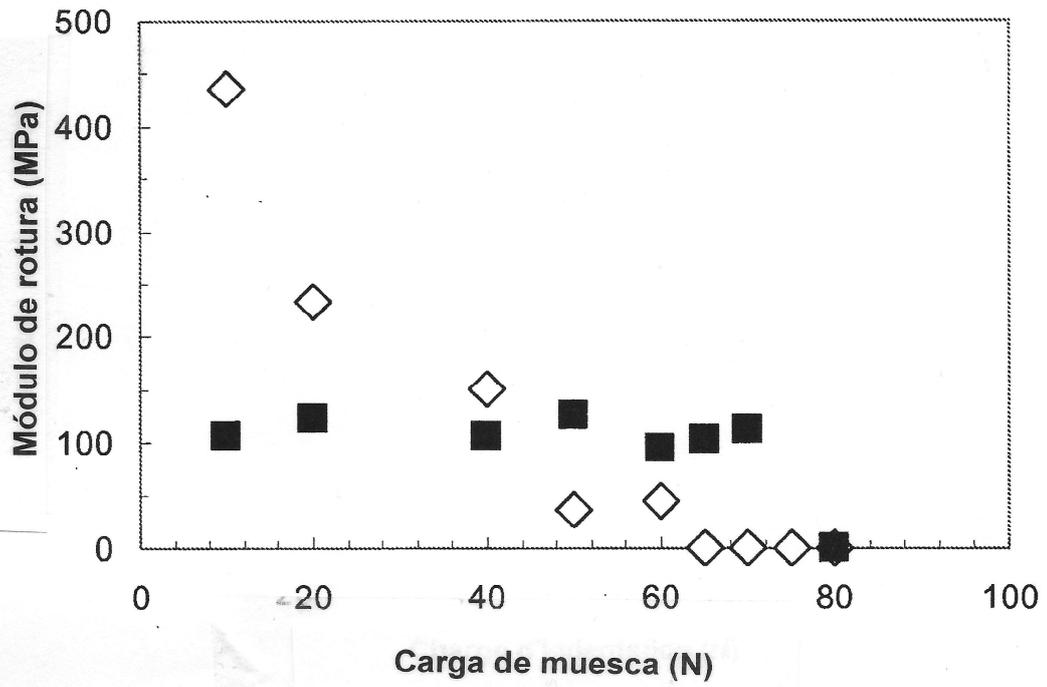


Fig. 2



**Fig. 3**