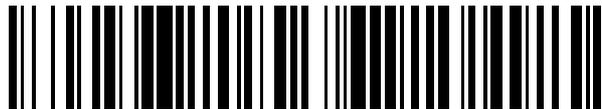


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 547 758**

51 Int. Cl.:

C03C 17/36 (2006.01)

C23C 14/34 (2006.01)

B32B 17/10 (2006.01)

C23C 14/00 (2006.01)

C23C 14/06 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **10.07.2001 E 07002820 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **22.04.2015 EP 1787965**

54 Título: **Artículos con revestimiento de baja emisividad termotratables**

30 Prioridad:

10.07.2000 US 217101 P

28.02.2001 US 794224

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

08.10.2015

73 Titular/es:

GUARDIAN INDUSTRIES CORP. (50.0%)

2300 Harmon Road

Auburn Hills, MI 48326-1714, US y

CENTRE LUXEMBOURGEOIS DE RECHERCHES

POUR LE VERRE ET LA CÉRAMIQUE S.A.

(50.0%)

72 Inventor/es:

LINGLE, PHILIP J.;

DIETRICH, ANTON;

LAIRD, RONALD E. y

LEMMER, JEAN-MARC

74 Agente/Representante:

RIZZO, Sergio

ES 2 547 758 T3

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

DESCRIPCIÓN

Artículos con revestimiento de baja emisividad termotratables

[0001] La invención hace referencia a artículos revestidos (de baja emisividad) termotratables. Dichos artículos revestidos pueden usarse en el contexto de parabrisas de vehículos, unidades de vidrio de aislamiento (IG, en inglés), u otras aplicaciones adecuadas.

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

[0002] Son conocidos en la técnica los revestimientos de capas proporcionados para fines de gestión solar. Dichos revestimientos a menudo buscan reflejar la radiación infrarroja (IR) al tiempo que permiten una alta cantidad de transmitancia de luz visible. En la industria automovilística, por ejemplo, los parabrisas de vehículos a menudo deben tener una transmitancia de luz visible de al menos un 70% en Estados Unidos, y al menos un 75% en Europa, incluso cuando están laminados con una capa de butiral de polivinilo (PVB, en inglés) dispuesta entre sustratos de vidrio opuestos. Esta necesidad de alta transmitancia visible a menudo entra en conflicto con la necesidad de buena reflexión de IR y es difícil lograr las dos de manera simultánea. Lo que hace más difícil los diseños de revestimiento de baja emisividad es la necesidad de un revestimiento duradero mecánicamente y/o químicamente, así como la necesidad de un revestimiento con baja reflectancia visible (lado de vidrio) que no sufra cambio de color radical cuando se ve en ángulos de visión diferentes. También es deseable que dichos revestimiento sean termotratables, de manera que puedan usarse en parabrisas de vehículos cuando se requiere flexión térmica, unidades de IG templados, y similares.

[0003] La patente estadounidense nº 5.584.902 (de propiedad común con esta) revela un sistema de revestimiento de baja emisividad que incluye, desde el sustrato de vidrio hacia fuera, un apilamiento de: $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{NiCr}/\text{Ag}/\text{NiCr}/\text{Si}_3\text{N}_4$. Desafortunadamente, aunque este revestimiento es termotratable y de baja emisividad en esencia, se caracteriza por valores de resistencia laminar y /o emisividad bastante altos que llevan a valores de R_{Solar} (reflectancia de energía solar total) bastante bajos alrededor del 22-24 %. Por ejemplo, se presentaba un revestimiento en la patente '902 que tenía una resistencia laminar (R_s) de 14,4 ohm/cuadrado y una emisividad normal (E_n) de 0,15 antes del tratamiento térmico; y una R_s de 10,5 ohm/cuadrado y una E_n de 0,11 tras el tratamiento térmico.

[0004] El documento EP 0 963 960 A1 hace referencia a revestimientos de baja emisividad capaces de soportar una fase de tratamiento térmico. En este documento, se sugiere una secuencia de capas que tiene básicamente la estructura de Vidrio/ TiO_2 / NiCrO_x / Ag / NiCrO_x / Si_3N_4 . Así, es una idea principal proporcionar un óxido de titanio como capa dieléctrica justo sobre el sustrato de vidrio para bloquear la difusión de sodio desde el sustrato de vidrio.

[0005] En la publicación científica "*Optical properties of reactively sputtered silicon nitride films*" de E. Paula et al., publicada en Vacuum, vol. 37, 1987, páginas de 395 a 379, las observaciones generales describen cómo depositar películas de nitrito de silicio mediante pulverización catódica o *sputtering* DC. Sin embargo, en esta publicación científica no se revelan aplicaciones prácticas de estas capas de nitrito de silicio por pulverización catódica.

[0006] La publicación WO 00/37382 sugiere usar capas dieléctricas basadas en nitrito de silicio y aluminio, donde esté presente una cantidad notable de aluminio, de manera que el principal componente en las capas dieléctricas de este documento sea el aluminio.

[0007] La patente estadounidense nº 5.557.462 (de propiedad común con esta) revela un revestimiento de baja emisividad de plata doble que incluye desde el vidrio hacia fuera un apilamiento de: $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{NiCr}/\text{Ag}/\text{NiCr}/\text{Si}_3\text{N}_4/\text{NiCr}/\text{Ag}/\text{NiCr}/\text{Si}_3\text{N}_4$. El sistema de revestimiento de la patente '462 se caracteriza por buenos valores de emisividad y buenos valores de R_{Solar} . Desafortunadamente, los sistemas de revestimiento descritos en la patente '462 no son termotratables (p.ej., con el tratamiento térmico R_s se dispara, como de aproximadamente 3-5 a más de 10, y tiende a establecerse neblina). Puesto que los revestimientos descritos en la patente '462 no son termotratables, en la práctica, no pueden usarse en aplicaciones como parabrisas de vehículos (donde es necesaria la flexión térmica) u otras aplicaciones que exigen tratamiento térmico (HT, por sus siglas en inglés) como temple, termoendurecido o flexión.

[0008] Se describen determinados revestimientos de plata duales diferentes en la sección de antecedentes de la

solicitud provisional anteriormente mencionada. Véase también la patente estadounidense nº 6.060.178. Desafortunadamente, estos sistemas de revestimiento sufren de escasa durabilidad antes y/o después del tratamiento térmico.

SUMARIO DE LA INVENCION

5 **[0009]** Un objeto de determinados modos de realización de ejemplo de esta invención es proporcionar un revestimiento (o sistema de capas) de baja emisividad termotratable que es mecánicamente y/o químicamente duradero antes y después del tratamiento térmico, teniendo el sistema de revestimiento una transmitancia visible de al menos aproximadamente el 70%.

10 **[0010]** Otro objeto de determinados modos de realización de ejemplo de esta invención es proporcionar un revestimiento de baja emisividad de plata doble que es termotratable y es mecánica y químicamente duradero.

[0011] Otro objeto de determinados modos de realización de ejemplo de esta invención es proporcionar un revestimiento de baja emisividad de plata doble que incluye al menos una capa de contacto de oxidación graduada que está en contacto con una capa reflectante de IR, donde el grado de oxidación en la capa de contacto es graduado o cambia a través del grosor de la capa. La capa o capas de contacto graduadas pueden ayudar a permitir que el revestimiento tenga una elevada transmitancia visible junto con tratabilidad térmica.

20 **[0012]** Otro objeto de determinados modos de realización de ejemplo de esta invención es proporcionar un revestimiento que incluye una capa o capas de contacto que incluyen Ni o NiCr (p.ej., capa de NiCrO_x) que es de oxidación graduada en su grosor de manera que una parte de la capa es más oxidada que otra parte de la capa. De nuevo, se cree que la capa o capas de contacto graduadas pueden ayudar a permitir que el revestimiento tenga una elevada transmitancia visible junto con tratabilidad térmica.

[0013] Otro objeto de determinados modos de realización de ejemplo de esta invención es utilizar una capa de nitruro de silicio en un apilamiento de capas para reducir la neblina experimentada con el tratamiento térmico. La capa de nitruro de silicio puede ser rica en Si en determinados modos de realización.

25 **[0014]** Otro objeto de determinados modos de realización de ejemplo de esta invención es proporcionar un revestimiento según uno o más de los objetos anteriormente mencionados que pueden usarse en el contexto de una unidad de ventana de IG y/o un parabrisas de vehículo.

30 **[0015]** Otro objeto de determinados modos de realización de ejemplo de esta invención es proporcionar un revestimiento de baja emisividad termotratable que tiene elevada transmitancia visible combinada con una resistencia laminar (R_s) de no más de 8,0 ohm/cuadrado, (más preferiblemente no más de aproximadamente 5,0 ohm/cuadrado) antes del tratamiento térmico; y/o una R_s de no más de 8,0 ohm/cuadrado, (más preferiblemente no más de aproximadamente 6,0 ohm/cuadrado, y más preferiblemente no más de aproximadamente 4,0 ohm/cuadrado) tras el tratamiento térmico.

[0016] Otro objeto de esta invención es cumplir uno o más de los objetos anteriormente mencionados.

[0017] Los objetos anteriores se resuelven mediante un artículo según la reivindicación 1.

35 **[0018]** Esta invención se describirá ahora en relación con determinados modos de realización de ejemplo de la misma según se ilustran en los siguientes dibujos, donde:

EN LOS DIBUJOS

[0019]

40 La Figura 1 es una vista de sección transversal lateral de un artículo revestido según un modo de realización de esta invención.

La Figura 2 es una vista de sección transversal parcial esquemática de un parabrisas de vehículo laminado según un modo de realización de esta invención, en el que pueden utilizarse revestimientos según cualquier modo de realización de esta invención.

45 La Figura 3(a) es una vista de sección transversal de una parte de un revestimiento según un modo de realización de esta invención que ilustra un par de capas de contacto de oxidación graduada (p.ej., capas de NiCrO_x) que rodean una capa reflectante de IR (p.ej., Ag).

La Figura 3(b) es una vista de sección transversal de una parte de un revestimiento según otro modo de realización de esta invención que ilustra una capa reflectante de IR (p.ej., Ag) rodeada por un par de

capas de contacto (p.ej., capas de NiCrO_x), de las cuales solo una es de oxidación graduada.

La Figura 4 es una vista de sección transversal parcial y esquemática que ilustra cómo se deposita una capa de contacto graduada (p.ej., capa de NiCrO_x) mediante *sputtering* según un modo de realización de esta invención.

5 La Figura 5 es una vista de sección transversal del apilamiento de capas de revestimientos de los Ejemplos 1-3.

La Figura 6 es una vista de sección transversal de un artículo revestido según otro modo de realización de esta invención.

10 DESCRIPCIÓN DETALLADA DE DETERMINADOS MODOS DE REALIZACIÓN DE EJEMPLO DE LA INVENCION

[0020] En relación ahora más específicamente con los dibujos que acompañan en los que los números de referencia iguales indican capas o partes iguales a lo largo de varias vistas.

15 [0021] Determinados modos de realización de esta invención proporcionan un sistema de capas o revestimiento de baja emisividad que puede usarse en aplicaciones como parabrisas de vehículos, otras ventanas de vehículos, claraboyas, puertas de vidrio, unidades de IG y similares. Los revestimientos según determinados modos de realización de esta invención tienen preferiblemente características de baja emisividad así como alta transmitancia visible, y son termotratables. Preferiblemente, los revestimientos de determinados modos de realización de la presente memoria son mecánicamente duraderos antes y/o después del tratamiento térmico (HT), y el tratamiento térmico no provoca un salto significativo en la resistencia laminar (R_G) y/o neblina. Como se
20 conoce en la técnica, dicho HT a menudo requiere calentar el sustrato revestido a temperaturas que van de 1100° F (593° C) a 1450° F (788° C) durante un periodo de tiempo suficiente para lograr el resultado deseado (p.ej., temple, flexión y/o termoendurecido).

25 [0022] La Figura 1 es una vista de sección transversal lateral de un artículo revestido según un modo de realización de esta invención. El artículo revestido incluye el sustrato 1 (p.ej., sustrato de vidrio verde-azulado, bronce, verde o transparente de aproximadamente 1,0 a 10,0 mm de grosor, más preferiblemente de aproximadamente 1,8 mm a 4 mm de grosor), primera capa antirreflexión dieléctrica 3, segunda capa reductora de neblina dieléctrica 5, primera capa de contacto inferior 7 (que entra en contacto con la capa 9), primera capa reflectante de infrarrojos (IR) metálica conductora 9, primera capa de contacto superior 11 (que entra en contacto con la capa 9), tercera capa dieléctrica 13 (que puede depositarse en uno o más pasos en diferentes modos de
30 realización de esta invención), cuarta capa dieléctrica 15, segunda capa de contacto inferior 17 (que entra en contacto con la capa 19), segunda capa reflectante de IR metálica conductora 19, segunda capa de contacto superior 21 (que entra en contacto con la capa 19), quinta capa dieléctrica 23, y finalmente sexta capa dieléctrica protectora 25. Las capas "de contacto" están cada una en contacto con al menos una capa reflectante de IR. Las capas antes mencionadas 3-25 conforman el revestimiento de baja emisividad termotratable 27 que se
35 proporciona sobre un sustrato de plástico o vidrio 1.

40 [0023] En determinados modos de realización de esta invención, la primera capa dieléctrica 3 puede ser de o incluir dióxido de titanio (TiO_x donde x es de 1,7 a 2,3, más preferiblemente 2,0), nitruro de silicio (Si_xN_y donde x/y puede ser aproximadamente 0,75 (es decir, Si_3N_4), o alternativamente x/y puede ser de aproximadamente 0,76 a 1,5 en modo de realización ricos en Si), dióxido de silicio (SiO_x donde x es de 1,7 a 2,3, más preferiblemente aproximadamente 2,0), óxido de niobio (p.ej., Nb_2O_5), SiZrN , óxido de estaño, óxido de zinc, oxinitruro de silicio, o cualquier otro material dieléctrico adecuado. La primera capa dieléctrica 3 funciona como una capa de antirreflexión en determinados modos de realización de esta invención.

45 [0024] La segunda capa dieléctrica 5 puede funcionar para reducir la neblina en determinados modos de realización de esta invención, y es preferiblemente de o incluye nitruro de silicio (p.ej., Si_3N_4 , o alternativamente nitruro de silicio rico en silicio Si_xN_y donde x/y es de 0,76 a 1,5, más preferiblemente de 0,85 a 1,2). Cuando se deposita por *sputtering* la capa o capas de nitruro de silicio aquí, puede usarse una diana de Si, o
50 alternativamente una diana que incluye Si mezclado con hasta 3-20% en peso de aluminio y/o acero inoxidable (p.ej., SS#316), con aproximadamente esta cantidad de aluminio y/o acero apareciendo después en la capa o capas así formadas. También pueden utilizarse otros materiales para la capa reductora de neblina 5, incluyendo, sin carácter limitativo, SiZrN .

[0025] Aunque puede usarse Si_3N_4 para la capa 5 (y/o capa 15) en determinados modos de realización, se ha descubierto que un tipo rico en silicio de nitruro de silicio como capa 5 es mejor para reducir la neblina y/o mejorar la durabilidad mecánica en determinados modos de realización de esta invención. En ausencia de esta capa 5 (y/o 15), la neblina tiende a ser al menos de 0,45; mientras que con esta capa o capas se reduce a no

más de 0,4 como se analiza aquí. En los modos de realización de nitruro de silicio rico en Si, la capa 5 (y/o capa 15) es de o incluye Si_xN_y donde x/y es de 0,76 a 1,5, más preferiblemente de aproximadamente 0,85 a 1,2. Si_3N_4 tiene un índice de refracción "n" de aproximadamente 2,04, y un coeficiente de extinción "k" de aproximadamente 0. Sin embargo, el nitruro de silicio rico en Si según determinados modos de realización de esta invención puede tener un índice de refracción de al menos aproximadamente 2,05, más preferiblemente de al menos aproximadamente 2,07 y puede ser 2,08 (a 632 nm) en modos de realización de ejemplo. Además, el nitruro de silicio rico en Si según determinados modos de realización de esta invención pueden tener un coeficiente de extinción "k" de al menos aproximadamente 0,001, y más preferiblemente de al menos aproximadamente 0,003. En un primer ejemplo monolítico tras HT de una capa de nitruro rico en Si 5 (y/o 15), "n" fue 2,099 y "k" fue 0,0034; mientras que en un segundo ejemplo monolítico tras HT "n" fue 2,168 y "k" fue 0,014. El nitruro de silicio rico en Si, además de ser mejor en la reducción de neblina que Si_3N_4 , también se ha descubierto que se adhiere mejor al óxido de titanio de la capa 3 en modos de realización de ejemplo. De manera sorprendente, se ha descubierto también que el nitruro de silicio rico de Si bajo las capas de $NiCrO_x$ y Ag en las Figs. 1, 5 y 6 proporciona una resistencia laminar (R_S) más baja.

[0026] Las capas reflectantes de infrarrojos (IR) 9 y 19 son preferiblemente metálicas y conductoras, y pueden estar hechas de o incluir plata (Ag), oro o cualquier otro material reflectante de IR adecuado. Sin embargo, Ag metálica es el material elegido para las capas reflectantes de IR 9 y 19 en determinados modos de realización de ejemplo de esta invención. Estas capas reflectantes de IR ayudan a permitir que el revestimiento 27 tenga características de baja emisividad.

[0027] Las capas de contacto 7, 11, 17 y 21 son de o incluyen óxido de níquel (Ni) o un óxido de aleación de níquel como óxido de cromo y níquel ($NiCrO_x$), en modos de realización preferidos de esta invención. Las capas de $NiCrO_x$ 7, 11, 17, y/o 21 pueden ser completamente oxidadas en determinados modos de realización de esta invención (es decir, completamente estequiométricas), o pueden ser al menos aproximadamente un 75% oxidadas en otros modos de realización de esta invención. Mientras que $NiCrO_x$ es un material preferido para las capas 7, 11, 17 y/o 21, aquellos expertos en la técnica reconocerán que pueden usarse otros materiales en su lugar (p.ej., óxidos de Ni, óxidos de aleaciones de Ni, óxidos de Cr, óxidos de aleaciones de Cr, $NiCrO_xN_y$ o cualquier otro material adecuado) para una o más de estas capas. Se observa que las capas de contacto 7, 11, 17 y/o 21 pueden o no ser continuas en diferentes modos de realización de esta invención.

[0028] Cuando las capas 7, 11, 17 y/o 21 comprenden $NiCrO_x$ en determinados modos de realización, el Ni y Cr pueden disponerse en diferentes cantidades, como en forma de nicromo en peso de aproximadamente 80-90% Ni y 10-20% Cr. Una diana de *sputtering* de ejemplo para depositar estas capas incluye no solo SS-316 que consta esencialmente de 10% Ni y 90% otros ingredientes, principalmente Fe y Cr, sino también aleación Haynes 214, que en peso consta esencialmente de (como composición nominal) los siguientes materiales que pueden también aparecer en estas capas:

Elemento	Peso %
Ni	75,45
Fe	4,00
Cr	16,00
C	0,04
Al	4,50
Y	0,01

[0029] Una o más capas de contacto 7, 11, 17 y/o 21 (p.ej., de o que incluyen $NiCrO_x$) son preferiblemente de oxidación graduada en determinados modos de realización de esta invención de manera que el grado de oxidación de la(s) capa(s) cambie a través del grosor de la(s) capa(s). Por ejemplo, una o más capas de contacto (7, 11, 17 y/o 21) pueden ser graduadas de manera que sean menos oxidadas en la superficie de contacto con la capa reflectante de IR inmediatamente adyacente (9 o 19) que en una parte de la capa o capas de contacto más lejana o la más distante de la capa reflectante de IR inmediatamente adyacente. Se cree que graduar la oxidación de una o más capas de contacto 7, 11, 17 y/o 21 permite que el revestimiento de baja emisividad 27 logre la combinación de tratabilidad térmica y elevada transmisión visible (lo que no era alcanzable anteriormente utilizando capas de contacto de $NiCrO_x$ en un sistema de revestimiento de baja emisividad de plata doble; p.ej., véase la patente '462 antes mencionada). Esto se explicará en mayor detalle a continuación en relación con las Figs. 3(a) y 3(b).

[0030] Volviendo a la Figura 1, la tercera capa dieléctrica 13 actúa como capa de acoplamiento entre las dos mitades del revestimiento 27, y es de o incluye óxido de estaño en determinados modos de realización de esta invención. Sin embargo, otros materiales dieléctricos pueden usarse en su lugar para la capa 13, incluyendo, sin carácter limitativo, nitruro de silicio, dióxido de titanio, óxido de niobio, oxinitruro de silicio, óxido de zinc, o similares. La cuarta capa dieléctrica 15 funciona como un reductor de neblina en determinados modos de realización de esta invención, y es preferiblemente de o incluye nitruro de silicio (p.ej., Si₃N₄, o alternativamente el nitruro de silicio rico en silicio aquí analizado). Sin embargo, en modos de realización alternativos de esta invención, pueden usarse otros materiales (p.ej., SiZrN) en su lugar para la capa dieléctrica 15.

[0031] La quinta capa dieléctrica 23 puede ser de o incluir óxido de estaño en determinados modos de realización de esta invención. Sin embargo, otros materiales dieléctricos pueden usarse en su lugar para la capa 23, incluyendo, sin carácter limitativo, nitruro de silicio, dióxido de titanio, óxido de niobio, oxinitruro de silicio, óxido de zinc, o similares. La capa dieléctrica superior protectora 25 se proporciona al menos para fines de durabilidad, y puede ser de o incluir nitruro de silicio (p.ej., Si₃N₄) en determinados modos de realización de esta invención. Sin embargo, pueden usarse otros materiales dieléctricos en su lugar para la capa 25, incluyendo, sin carácter limitativo, dióxido de titanio, oxinitruro de silicio, óxido de estaño, óxido de zinc, óxido de niobio, SiZrN o similares.

[0032] También puede(n) proporcionarse otra(s) capa(s) por encima o por debajo del revestimiento ilustrado 27. De este modo, aunque el sistema de capas o revestimiento 27 está "sobre" o "es soportado por" el sustrato 1 (directa o indirectamente), puede proporcionarse otra capa o capas entre ellos. Por ello, por ejemplo, el revestimiento 27 de la Fig. 1 puede considerarse "sobre" y "soportado por" el sustrato 1 incluso si se proporcionara otra capa o capas entre la capa 3 y el sustrato 1. Además, determinadas capas del revestimiento 27 pueden eliminarse en determinados modos de realización, mientras que otras pueden añadirse en otros modos de realización de esta invención sin salir del espíritu general de determinados modos de realización de esta invención.

[0033] La Figura 2 ilustra un laminado (p.ej., parabrisas de vehículos) según un modo de realización de esta invención, incluyendo el revestimiento 27 de la Fig. 1. Como se muestra en la Fig. 2, el laminado (p.ej., parabrisas) incluye un primer sustrato de vidrio 1 sobre el que se dispone el revestimiento 27, y un segundo sustrato de vidrio 31. Se proporciona una capa de PVB 33 entre los sustratos de una manera conocida, para que estén en contacto con el revestimiento 27 en un lado del mismo. En el modo de realización de la Fig. 2, se proporciona el revestimiento 27 en/sobre la segunda superficie (o n° 2) 37 del laminado. La primera superficie 35 está en el exterior del laminado expuesto a la parte exterior del vehículo, la segunda superficie 37 está en el interior o parte interna del sustrato exterior 1, la tercera superficie 39 está en la parte interior del sustrato interior 31, y la cuarta superficie 41 está en el interior del vehículo. Los revestimientos 27 de la presente memoria se proporcionan preferiblemente sobre la segunda superficie 37 o tercera superficie 39 de dichos laminados (lo mismo es cierto también con respecto a las unidades de IG).

[0034] Volviendo a la Fig. 1, aunque pueden usarse diversos grosores acordes con uno o más de los objetos aquí analizados, los materiales de ejemplos y los grosores preferidos de ejemplos para las respectivas capas sobre el sustrato de vidrio 1 en el modo de realización de la Fig. 1 son los siguientes:

Tabla 1 (Materiales/grosores de ejemplo: Modo de realización Fig. 1)

Capa	Intervalo preferido (Å)	Más preferido (Å)	Ejemplo (Å)
TiO ₂ (capa 3)	0-400 Å	50-250 Å	100 Å
Si _x Ny (capa 5)	0-400 Å	50-250 Å	170 Å
NiCrO _x (capa 7)	5-100 Å	10-50 Å	18 Å
Ag (capa 9)	50-250 Å	80-120 Å	105 Å
NiCrO _x (capa 11)	5-100 Å	10-50 Å	16 Å

SnO ₂ (capa 13)	0-800 Å	500-850 Å	650 Å
Si _x N _y (capa 15)	0-800 Å	50-250 Å	170 Å
NiCrO _x (capa 17)	5-100 Å	10-50 Å	18 Å
Ag (capa 19)	50-250 Å	80-120 Å	105 Å
NiCrO _x (capa 21)	5-100 Å	10-50 Å	16 Å
SnO ₂ (capa 23)	0-500 Å	100-300 Å	150 Å
Si ₃ N ₄ (capa 25)	0-500 Å	100-300 Å	250 Å

[0035] La Figura 6 ilustra el revestimiento termotratable de baja emisividad 27 según otro modo de realización de esta invención. El revestimiento 27 de la Fig. 6 es el mismo que el revestimiento de la Fig. 1 descrito arriba, excepto en que (i) la capa dieléctrica 3 se ha eliminado o (ii) las capas 3 y 5 son sustituidas con una sola capa de nitruro de silicio 40. La capa de nitruro de silicio 40 puede ser de o incluir Si₃N₄ en determinados modos de realización de esta invención. En otros modos de realización, la capa de nitruro de silicio 40 puede ser de o incluir Si_xN_y donde x/y puede ser de aproximadamente 0,65 a 0,80, o alternativamente de aproximadamente 0,76 a 1,5 en modos de realización ricos en silicio. En otro modo de realización del modo de realización concreto de la Fig. 6, la capa 40 puede ser de o incluir SiZrN. La capa de nitruro 40 es ventajosa porque actúa para reducir la neblina, y es preferiblemente de aproximadamente 10 a 500 Å de grosor, más preferiblemente de aproximadamente 200-400 Å de grosor. En este modo de realización, la capa reflectante de IR superior 19 puede espesarse también en aproximadamente 0 a 10 Å, y/o la dieléctrica superior 25 puede espesarse en aproximadamente un 0-10%. En otro aspecto del modo de realización de la Fig. 6, el nitruro de silicio puede usarse para la capa 40 pero de tal manera que la parte inferior de la capa sea de o incluya Si₃N₄, mientras que la parte superior es del nitruro de silicio de tipo rico en silicio antes analizado. Como en todos los modos de realización de la presente memoria, el nitruro de silicio rico en Si ha mejorado el rendimiento en la reducción de la neblina en comparación con Si₃N₄. El modo de realización de la Fig. 6 tiende a tener una transmisión visible reducida (pero aún al menos un 70%) en relación con el modo de realización de la Fig. 1, pero puede ser más duradero bajo determinadas circunstancias, y R_{Solar} puede ser superior que en el modo de realización de la Fig. 1 que por supuesto es beneficioso.

[0036] En determinados modos de realización de ejemplo de esta invención, los sistemas de capas/revestimiento 27 según todos los modos de realización anteriores tienen las siguientes características de baja emisividad antes/después de tratamiento térmico (HT) cuando están en forma monolítica, como se expone en la Tabla 2:

Tabla 2: Monolítico antes/después de tratamiento térmico (HT)

Característica	General	Más preferido	Lo más preferido
R _s (ohm/cuadrado) (antes de HT):	<= 10,0	<= 8,0	<= 5,0
R _s (ohm/cuadrado) (tras HT):	<= 8,0	<= 6,0	<= 4,0
E _n (antes de HT):	<= 0,08	<= 0,06	n/a
E _n (tras HT):	<= 0,07	<= 0,05	n/a
Neblina (tras HT):	<= 0,40	<= 0,30	<= 0,28

[0037] Los revestimientos 27 según determinados modos de realización de ejemplo de esta invención (p.ej., Figs. 1-6) tienen las siguientes características de color/transmisión/reflexión/neblina (p.ej., el color grisáceo preferido puede verse a continuación) cuando se encuentran sobre sustrato de vidrio de sílice, sosa y cal transparente (p.ej., 2,1 mm de grosor) en forma laminada con otro sustrato de vidrio de sílice, cal y sosa transparente similar (p.ej., en forma de un parabrisas para vehículo con PVB o líquido de inmersión entre los dos sustratos) como se muestra en la Fig. 2 (es decir, en la superficie nº 2 del laminado), como se expone en la Tabla 3. En la Tabla 3 a

continuación, R_gY es la reflexión visible desde el exterior del vehículo como se muestra en la Fig. 2, y R_fY es reflexión visible desde el otro lado del laminado como desde el interior del vehículo en la Fig. 2, y los valores a^* , b^* bajo estos parámetros de reflexión respectivos también corresponden al lado de vidrio (g) (p.ej., fuera del vehículo en la Fig. 2) y el lado de película (f) (p.ej., interior del vehículo en la Fig. 2), respectivamente.

5

Tabla 3: Color/transmisión tras HT: Forma laminada

Característica	General	Más preferido
T_{vis} (III. A, 2 grad.):	$\geq 70\%$	$\geq 75\%$ (Fig. 1 solo)
T_{vis} (III. C, 2 grad.):	$\geq 70\%$	$\geq 75\%$ (Fig. 1 solo)
R_gY (III. A, C; 2 grad.):	$\leq 11\%$	$\leq 9\%$
a^*_g (III. A, C; 2°):	-2,0 a +2,0	-1,0 a +1,0
b^*_g (III. A, C; 2°):	-10,0 a +1,0	-8,0 a -2,0
R_fY (III. A, C; 2 grad.):	$\leq 11\%$	$\leq 9\%$
a^*_f (III. A, C; 2°):	-3,0 a +1,0	-2,0 a 0,0
b^*_f (III. A, C; 2°):	-5,0 a 0,0	-4,0 a -1,0
R_{solar} :	$\geq 26\%$	$\geq 28\%$
Neblina:	$\leq 0,4$	$\leq 0,3$
T_{solar} :	$\leq 50\%$	$\leq 48\%$

10

15

20

[0038] De manera sorprendente, se ha descubierto que los apilamientos de capas según determinados modos de realización de esta invención se caracterizan por cambios de color visible bastante bajos debido al cambio de ángulo de visión (VA, por sus siglas en inglés) cuando es visto desde el lado del vidrio del artículo (p.ej., desde el exterior del vehículo en la Fig. 2). Por ejemplo, la Tabla 4 a continuación ilustra los valores Δa^*_g bajos asociados a artículos revestidos laminados de determinados modos de realización de esta invención cuando se ve desde un ángulo de visión normal (es decir, recto) frente a un ángulo de visión desalineado 60 grados. En otras palabras, la Tabla 4 a continuación ilustra que según determinados modos de realización de esta invención Δa^*_g puede mantenerse bastante bajo incluso dado un cambio de ángulo de visión (VA) de 60 grados de manera que los artículos revestidos no parezcan cambiar de color al ojo humano cuando sean vistos desde diferentes ángulos. Obsérvese que los valores Δb^* no se consideran tan importantes como los valores Δa^* , porque los cambios de a^* son normalmente más perceptibles al ojo humano que los correspondientes cambios de b^* . En determinados modos de realización de ejemplo, a^*_g se encuentra en el intervalo de -2,0 a +2,0 tanto antes como después del cambio de ángulo de visión (VA) de 60 grados, de manera que a^*_g permanece cercano al eje b^* (es decir, el eje b^* es azul(-)/amarillo(+) vertical, mientras que el eje a^* es verde (-)/rojo (+) horizontal) incluso a través de este cambio radical en el ángulo de visión minimizando así la apariencia de cambio de color.

Tabla 4: Cambio de color con cambio de ángulo de visión (VA) de 60°

Característica	General	Más preferido	Mejor
R_gY (normal VA):	$\leq 11\%$	$\leq 9\%$	$\leq 8\%$
a^*_g (normal VA):	-2,0 a +2,0	-1,0 a +1,0	-1,0 a 0,0
R_gY (60° VA):	$\leq 18\%$	$\leq 16\%$	$\leq 15\%$
a^*_g (60° VA):	-2,0 a +4,0	0,0 a +4,0	0,0 a 2,0

Característica	General	Más preferido	Mejor
Δa^* (cambio 60° VA):	$\leq 3,0$	$\leq 2,0$	n/a

[0039] Se ha mencionado anteriormente que el sistema de revestimiento de baja emisividad de plata doble de la patente estadounidense nº 5.557.462 (es decir, vidrio/Si₃N₄/NiCr/Ag/NiCr/Si₃N₄/NiCr/Ag/NiCr/Si₃N₄) no es termotratable al menos porque con el tratamiento térmico R_s asciende, p.ej., de aproximadamente 3-5 hasta por encima de 10, y tiende a aparecer neblina. Se cree actualmente que si se quisiera aumentar significativamente el grosor de las capas de NiCr de la patente '462 en un intento de lograr tratabilidad térmica, esto resultaría desafortunadamente en una reducción de la transmitancia visible bien por debajo del 70% lo que por supuesto haría los artículos revestidos inutilizables en aplicaciones de parabrisas de vehículos.

[0040] Sin embargo, se ha descubierto de manera sorprendente que mediante la graduación de la oxidación de una o más de las capas de contacto no cristalinas 7, 11, 17 y/o 21, el artículo revestido resultante puede mantener una elevada transmisión visible, características de baja emisividad que incluyen R_s baja, y buena durabilidad con el tratamiento térmico (p.ej., temple, flexión térmica, etc.). Se hace referencia a las Figs. 3(a) y 3(b) en este sentido.

[0041] Como se muestra en la Fig. 3(a), tanto las capas de contacto 7 como 11 (y/o 17 y 21) en ambos lados de la capa reflectante de IR aplicable 9 (y/o 19) son de oxidación graduada de manera que son menos oxidadas (incluyendo ningún grado de oxidación en algunos modos de realización opcionales) en la superficie de contacto de la capa reflectante de IR (p.ej., Ag). En otras palabras, las dos capas de contacto en ambos lados de la capa de Ag 9 son menos oxidadas de manera progresiva a través de sus respectivos grosores a medida que se acercan a la capa de Ag 9. De este modo, en determinados modos de realización de esta invención, las partes (p.ej., partes de grosor 5 Å) de las capas 7 y 11 (o 17 y 21) más cercanas a la capa 9 (o 19) son oxidadas de un 0 a un 40%, más preferiblemente oxidadas de aproximadamente 0 a aproximadamente 20%, y más preferiblemente oxidadas de aproximadamente un 0 a un 10%. En cambio, las partes (p.ej., partes de grosor 5 Å) de la capa 7 y 11 (o 17 y 21) más lejanas de la capa 9 (o 19) son al menos aproximadamente un 50% oxidadas, más preferiblemente al menos aproximadamente 60% oxidadas, incluso más preferiblemente al menos aproximadamente un 75% oxidadas, y más preferiblemente al menos aproximadamente un 85% oxidadas.

[0042] De este modo, las capas de contacto se hacen progresivamente menos oxidadas a través de sus respectivos grosores a medida que se acercan a la capa reflectante de IR 9, 19. En determinados modos de realización, esto provoca que las capas de contacto 7 y 11 (o 17 y 21) sean conductoras o al menos semiconductoras en la superficie de contacto con la capa reflectante de IR 9 (o 19), y sustancialmente no conductoras en otras partes de las capas 7 y 11 (o 17 como en la parte de grosor de 5 Å' más lejana de la capa 9 (o 19). De este modo, cuando las capas de contacto son de o incluyen NiCrO_x graduado, el valor x decrece progresivamente a través del grosor de la capa hacia la capa reflectante de IR 9, 19. Este valor x puede incluso acercarse a cero o ser cero cerca de la capa reflectante de IR inmediatamente adyacente en determinados casos.

[0043] Se cree que las partes menos oxidadas de las capas de contacto 7 y 11 (y/o 17 y 21) cercanas a la superficie de contacto de la capa reflectante de IR 9 (o19) permiten que el revestimiento 27 soporte el tratamiento térmico (HT) y proporcionan buena adhesión a la capa 9, 19. Sin embargo, estas partes menos oxidadas o no oxidadas de las capas de contacto son también menos transparentes a la luz visible de lo que lo son las partes más oxidadas de las capas de contacto. De este modo, cuando la oxidación es de manera gradual: (a) las partes altamente oxidadas de las capas de contacto graduales 7 y 11 (y/o 17 y 21) son más transparentes a la luz visible y permiten al revestimiento 27 mantener sus características de alta transmisión visible, mientras que (b) las partes menos oxidadas de las capas de contacto graduadas soportan mejor la(s) capa(s) reflectante(s) de IR 9, 19 durante el HT y proporcionan buena adhesión a las mismas, y permiten que el revestimiento soporte el mismo.

[0044] El modo de realización de la Figura 3(b) de esta invención es similar al modo de realización de la Fig. 3(a), excepto que solo una de sus capas de contacto que está en contacto con la capa reflectante de IR es graduada. En este modo de realización concreto, la capa o capas de contacto superiores 11, 21 es de oxidación graduada como se ha analizado anteriormente, mientras que la inferior no lo es y es sustancialmente oxidada, o al menos aproximadamente un 50% oxidada. En determinados modos de realización de esta invención, las cuatro capas de contacto no cristalinas 7, 11, 17 y 21 pueden ser de oxidación graduada de esta manera, mientras que en otros modos de realización solo las capas de contacto superiores 11 y 21 pueden ser graduadas. En otros modos de realización de esta invención, tres de las capas de contacto pueden ser graduadas, o alternativamente solo una de las capas de contacto puede ser de oxidación graduada. Mientras que NiCrO_x es un material preferido

para las presentes capas de contacto graduadas, se apreciará por aquellos expertos en la técnica que pueden usarse otros materiales en su lugar (p.ej., que incluyen, sin carácter limitativo, NiCrO_xN_y , óxido de níquel, óxido de cromo, óxido de aleación de níquel, etc.), y pueden ser de oxidación graduada para permitir un sistema de revestimiento de plata doble para mantener elevada transmisión y buenas características de baja emisividad incluso en vista de HT.

[0045] La Figura 4 ilustra cómo una capa de contacto de oxidación graduada 7, 17 puede ser depositada sobre un sustrato como parte de un revestimiento según un modo de realización de ejemplo de esta invención, usando una introducción asimétrica de gas oxígeno a un área diana. El sustrato 1 con parte de un sistema de capas sobre el mismo procede en la dirección D mediante el revestidor de pulverización. La diana del cátodo de *sputtering* 51 en la carcasa 53 puede comprender NiCr o cualquiera de las dianas que incluyen Ni analizadas anteriormente cuando la capa de contacto (p.ej., capa 7) va a ser de o incluir NiCrO_x . Otras dianas cerámicas o metálicas pueden usarse cuando se van a usar otros materiales como capa(s) de contacto. Cuando el sustrato 1 se mueve en la dirección D bajo la diana 51, se introduce gas alrededor de la diana en dos lados 57 y 59 del mismo. En un lado 57 de la diana 51, al menos gas oxígeno (p.ej., O_2) (p.ej., flujo de oxígeno de aproximadamente 30-60 mL/min. a 4,1 kW), y opcionalmente una mezcla de oxígeno y un gas inerte como argón (Ar), son cargados a la zona de revestimiento bajo y/o próxima a la diana. Sin embargo, en el otro lado 59 de la diana 51, se usa menos gas oxígeno y se introduce más cantidad de otro gas como Ar en la zona de revestimiento bajo y/o próxima a la diana. Para fines de ejemplo, en el lado 57 de la diana, el flujo de gas puede comprender cualquiera de (a) oxígeno 100%, (b) una mezcla 70/30 de oxígeno/argón, (c) una mezcla 50/50 de oxígeno/argón, (d) una mezcla de 30/70 de oxígeno/argón, o (e) una mezcla 50/25/25 de oxígeno/argón/nitrógeno; mientras que en el otro lado 59 de la diana, el flujo de gas puede comprender cualquiera de (a) 100% argón o algún otro gas inerte, (b) una mezcla 50/50 de argón/nitrógeno, o (c) una mezcla 90/10 de argón/oxígeno. De este modo, hay más flujo de gas oxígeno en el lado 57 de la diana que en el otro lado 59. De este modo, como el sustrato 1 pasa bajo la diana 51, la primera parte de capa 7 a ser depositada es altamente oxidada debido a la presencia de gas oxígeno en el lado 57 de la diana, pero la segunda parte de capa 7 a ser depositada es mucho menos oxidada debido a la falta de gas oxígeno en el lado de salida 59 de la diana. De este modo, cerca de la diana 51, el sustrato pasa primero a través de un área de revestimiento por *sputtering* enriquecida con gas oxígeno y a continuación pasa a través de un área de revestimiento por *sputtering* empobrecida en gas oxígeno que presenta menos gas oxígeno. Tras la deposición de la capa 7 en la Fig. 4, el sustrato continúa de manera que la diana 60 pueda usarse para depositar por *sputtering* la capa 9 sobre el sustrato sobre las capas ya depositadas.

[0046] Por supuesto, las cantidades de oxígeno y/u otro(s) gas(es) pueden ajustarse para graduar la oxidación de las capas de contacto de cualquier manera que se desee. Cuando se desea graduar la capa o capas de contacto 11, 21 en el lado superior de la capa reflectante de IR 9, 19, el flujo de gas mostrado en la Fig. 4 y descrito anteriormente se invierte de manera que el flujo que incluye mayor oxígeno se encuentre en el lado de la salida 59 de la diana y el flujo con menos gas oxígeno o nada de oxígeno se encuentre en el lado de entrada 57 de la diana.

EJEMPLOS 1-3

[0047] Los siguientes tres artículos revestidos de ejemplo se realizaron según determinados modos de realización de esta invención. Para cada uno de los tres Ejemplos, el sistema de capas/revestimiento 27 mostrado en la Fig. 5 fue depositado por *sputtering* sobre un sustrato de vidrio flotado de sílice, cal y sosa, grande y transparente y de 2,1 mm de grosor 1, y después se cortó en al menos una muestra de 3" x 3" (7,62 x 7,62 cm). Se usó un aparato de revestimiento por pulverización catódica de seis cámaras Leybold Terra-G para la deposición por pulverización catódica de los revestimientos 27 sobre el sustrato 1. Había cinco cátodos en cada cámara, así que había un total de 30 dianas de cátodo en el revestidor por pulverización catódica. La numeración de cátodos utiliza el primer dígito para referirse a la cámara del revestidor y el segundo dígito para referirse a la posición del cátodo en esa cámara. Por ejemplo, el cátodo n° 32 era el segundo cátodo (segundo dígito) en la tercera cámara de pulverización catódica (primer dígito). Los cátodos n° C13, C14, C23, C62, C31, C32, C62, C64 y C65 eran cátodos de tipo Twin Mag II; el cátodo n° C42 era un cátodo tipo C-Mag dual; y los cátodos n° C44, C51 y C53 eran cátodos planos. Como apreciarán aquellos expertos en la técnica, la primera mitad de un revestimiento 27 puede depositarse en un revestidor por pulverización catódica, y a continuación el artículo puede pasarse de nuevo por el revestidor para depositar por pulverización catódica la segunda mitad del revestimiento sobre el sustrato. En el revestidor por pulverización catódica, las capas 7-11 y 17-21 fueron depositadas por pulverización catódica sobre el sustrato utilizando pulverización catódica en corriente continua, mientras que otras capas son depositadas mediante pulverización catódica sobre el sustrato usando un sistema de tipo CA de frecuencia media. A continuación, "*" significa un contenido de A1 de aproximadamente 10%. La velocidad de línea para cada Ejemplo era 2,6 metros por minuto (m/min.). Las configuraciones de proceso/revestidor para los tres Ejemplos se encuentran en la Tabla 5. Todos los flujos de gas (p.ej., oxígeno,

argón, nitrógeno) se presentan en unidades de mL/minuto. En los ejemplos a continuación, aunque no se muestra en los gráficos, el flujo de oxígeno se cerró en los lados de las dianas de NiCr analizadas arriba para graduar la oxidación de las capas de contacto 11 y 21 como se muestra en la Fig. 3(b) (es decir, solo las dos capas de contacto 11 y 21 sobre las capas de plata respectivas eran de oxidación graduada en estos Ejemplos). Los voltios hacen referencia a voltios del cátodo y los amperios (A) hacen referencia a amperios del cátodo. "Tr" representa el ajuste; y el panel de ajuste (Tr), ajuste (Tr) medio y bomba de ajuste (Tr) se miden todos en mL/minuto. La presión se mide en mbar x 10⁻³. El gas de ajuste se refiere a los flujos de gas ajustados de manera individual a lo largo de la longitud del cátodo para realizar correcciones con respecto a la uniformidad del grosor de capa. Las dianas NiCr fueron aproximadamente 80/20 NiCr. El proceso para cada Ejemplo se divide en tres gráficos independientes (es decir, Partes n° 1-3) porque se presenta una gran cantidad de información; solo los datos de cátodo y diana se proporcionan para los tres gráficos en cada ejemplo para su fácil referencia. Las capas de nitruro de silicio 5 y 15 eran ricas en Si a través de su completo grosor o grosos; como puede verse por el hecho de que se usara mucho más gas argón (Ar) inerte que gas nitrógeno en la pulverización catódica de estas capas de nitruro de silicio.

15 **Tabla 5: Procesos/configuración del revestidor para los Ejemplos 1-3**

EJEMPLO 1

[0048]

EJEMPLO n° 1 (Parte n° 1)

	Cátodo	Diana	Voltios (V)	Potencia (kW)	Flujo Ar (mL/min)	Flujo O ₂ (mL/min)	Flujo N ₂
20	n° 13	Ti	743	73	200	25	80
5	n° 14	Ti	703	64	200	35	50
	n° 23	Ti	738	63,5	200	35	50
	n° 42	Si*	456	29,7	225	0	165
	n° 44	NiCr	370	4,3	150	38	0
	n° 51	Ag	432	3,2	100	0	0
25	n° 53	NiCr	386	4,1	150	48	0
	n° 62	Sn	431	18,3	200	240	100
	n° 31	Sn	477	24,2	200	290	100
	n° 32	Sn	428	24,5	200	300	100
	n° 42	Si*	453	30,2	225	0	165
	n° 44	NiCr	360	4,2	150	38	0
	n° 51	Ag	430	3,2	100	0	0
	n° 53	NiCr	380	4,1	150	48	0
	n° 62	Sn	442	18,4	200	240	100
	n° 64	Si*	554	40,6	200	0	200
30	n° 65	Si*	545	40,3	250	0	200

35

EJEMPLO N° 1 (Parte n° 2 continuación de la Parte n° 1 anterior [cátodo/diana en común])

	Cátodo	Diana	Amperios (A)	Voltaje depósito (V)	Frec. (kHz)	Gas de ajuste
5	n° 13	Ti	128	364	26,7	O ₂
	n° 14	Ti	125	346	26,7	O ₂
	n° 23	Ti	110	344	26,5	O ₂
	n° 42	Si*	n/a	230	26,18	N ₂
	n° 44	NiCr	11,4	0	0	Ar
10	n° 51	Ag	7,4	0	0	Ar
	n° 53	NiCr	10,7	0	0	Ar
	n° 62	Sn	45	203	25,03	O ₂
	n° 31	Sn	61	224	25,6	O ₂
	n° 32	Sn	60	225	25,64	O ₂
	n° 42	Si*	n/a	230	26,18	N ₂
	n° 44	NiCr	11,6	0	0	Ar
	n° 51	Ag	7,4	0	0	Ar
	n° 53	NiCr	10,5	0	0	Ar
	n° 62	Sn	42	208	25,1	O ₂
	n° 64	Si*	93,5	264	26,4	N ₂
	n° 65	Si*	93,5	273	26,2	N ₂

15 EJEMPLO N° 1 (Parte n° 3 continuación de las Partes n° 1-2 anteriores [cátodo/diana en común])

Cátodo	Diana	Consola Tr	Medio Tr	Bomba Tr	Presión	Lambda	Lambda activa
n°13	Ti	7,5	15	7,5	2,79E ⁻⁰³	252	Verdadero
n° 14	Ti	12,5	25	12,5	3,03E ⁻⁰³	252	Verdadero
n° 23	Ti	7,5	35	7,5	4,83E ⁻⁰³	252	Verdadero
n° 42	Si*	50	5	45	2,18E ⁻⁰³	0	Falso
n° 44	NiCr	15	70	15	2,26E ⁻⁰³	0	Falso
n° 51	Ag	15	70	15	1,37E ⁻⁰³	0	Falso

20

EJEMPLO N° 1 (Parte n° 3 continuación de las Partes n° 1-2 anteriores [cátodo/diana en común])

5

Cátodo	Diana	Consola Tr	Medio Tr	Bomba Tr	Presión	Lambda	Lambda activa
n° 53	NiCr	15	70	15	2,16E ⁻⁰³	0	Falso
n° 62	Sn	15	70	15	2,12E ⁻⁰³	220	Verdadero
n° 31	Sn	15	70	15	2,97E ⁻⁰³	220	Verdadero
n° 32	Sn	15	70	15	3,19E ⁻⁰³	220	Verdadero
n° 42	Si*	50	5	45	2,52E ⁻⁰³	0	Falso
n° 44	NiCr	15	70	15	2,30E ⁻⁰³	0	Falso
n° 51	Ag	15	70	15	1,44E ⁻⁰³	0	Falso
n° 53	NiCr	15	70	15	2,38E ⁻⁰³	0	Falso
n° 62	Sn	15	70	15	2,24E ⁻⁰³	220	Verdadero
n° 64	Si*	20	60	20	2,88E ⁻⁰³	0	Falso
n° 65	Si*	20	60	20	3,61E ⁻⁰³	0	Falso

10

EJEMPLO 2

[0049]

EJEMPLO n° 2 (Parte n° 1)

Cátodo	Diana	Voltios (V)	Potencia (kW)	Flujo Ar (mL/min)	Flujo O ₂ (mL/min)	Flujo N ₂
n° 13	Ti	729	74,6	200	25	80
n° 14	Ti	703	66	200	35	50
n° 23	Ti	738	63,5	200	35	50
n° 42	Si*	451	29,7	225	0	165
n° 44	NiCr	371,5	4,3	150	38	0
n° 51	Ag	434	3,2	100	0	0
n° 53	NiCr	390	4,1	150	48	0
n° 62	Sn	427	18,4	200	240	100
n° 31	Sn	476	24,6	200	290	100
n° 32	Sn	427	25,3	200	300	100
n° 42	Si*	458	29,3	225	0	165
n° 44	NiCr	368	4,3	150	38	0
n° 51	Ag	431	3,2	100	0	0
n° 53	NiCr	386	4,1	150	48	0
n° 62	Sn	436	18,4	200	240	100
n° 64	Si*	552	40,6	200	0	200
n° 65	Si*	548	40,6	250	0	200

15

EJEMPLO N° 2 (Parte n° 2 continuación de la Parte n° 1 anterior [cátodo/diana en común])

Cátodo	Diana	Amperios (A)	Voltaje depósito (V)	Frec. (kHz)	Gas ajuste
n° 13	Ti	146	364	26,7	O ₂
n° 14	Ti	125	346	26,7	O ₂
n° 23	Ti	110	344	26,5	O ₂
n° 42	Si*	n/a	230	26,18	N ₂
n° 44	NiCr	11,4	0	0	Ar
n° 51	Ag	7,3	0	0	Ar
n° 53	NiCr	10,3	0	0	Ar
n° 62	Sn	45,5	203	25,03	O ₂
n° 31	Sn	62	225	25,6	O ₂
n° 32	Sn	61	226	25,64	O ₂
n° 42	Si*	n/a	230	26,18	N ₂
n° 44	NiCr	11,6	0	0	Ar
n° 51	Ag	7,4	0	0	Ar
n° 53	NiCr	10,5	0	0	Ar
n° 62	Sn	44	206	25,1	O ₂
n° 64	Si*	93,5	264	26,4	N ₂
n° 65	Si*	93,5	273	26,2	N ₂

EJEMPLO N° 2 (Parte n° 3 continuación de las Partes n° 1-2 anteriores [cátodo/diana en común])

	Cátodo	Diana	Consola Tr	Medio Tr	Bomba Tr	Presión	Lambda	Lambda activa
5	n° 13	Ti	7,5	15	7,5	2,79E ⁻⁰³	252	Verdadero
	n° 14	Ti	12,5	25	12,5	3,03E ⁻⁰³	252	Verdadero
	n° 23	Ti	7,5	35	7,5	4,83E ⁻⁰³	252	Verdadero
	n° 42	Si*	50	5	45	2,13E ⁻⁰³	0	Falso
	n° 44	NiCr	15	70	15	2,26E ⁻⁰³	0	Falso
	n° 51	Ag	15	70	15	1,35E ⁻⁰³	0	Falso
	n° 53	NiCr	15	70	15	2,14E ⁻⁰³	0	Falso
10	n° 62	Sn	15	70	15	2,13E ⁻⁰³	220	Verdadero
	n° 31	Sn	15	70	15	3,22E ⁻⁰³	220	Verdadero
	n° 32	Sn	15	70	15	3,25E ⁻⁰³	220	Verdadero
	n° 42	Si*	50	5	45	2,21E ⁻⁰³	0	Falso
	n° 44	NiCr	15	70	15	2,26E ⁻⁰³	0	Falso
	n° 51	Ag	15	70	15	1,39E ⁻⁰³	0	Falso
	n° 53	NiCr	15	70	15	2,18E ⁻⁰³	0	Falso
	n° 62	Sn	15	70	15	2,15E ⁻⁰³	220	Verdadero
	n° 64	Si*	20	60	20	2,75E ⁻⁰³	0	Falso
15	n° 65	Si*	20	60	20	3,35E ⁻⁰³	0	Falso

EJEMPLO 3

[0050]

EJEMPLO nº 3 (Parte nº 11)

	Cátodo	Diana	Voltios (V)	Potencia (kW)	Flujo Ar (mL/min)	Flujo O ₂ (mL/min)	Flujo N ₂
5	nº 13	Ti	743	73	200	25	80
	nº 14	Ti	703	64	200	35	50
	nº 23	Ti	738	63,5	200	35	50
	nº 42	Si*	456	29,7	225	0	165
	nº 44	NiCr	370	4,3	150	38	0
	nº 51	Ag	432	3,2	100	0	0
	nº 53	NiCr	386	4,1	150	48	0
10	nº 62	Sn	431	18,3	200	240	100
	nº 31	Sn	481	25,2	200	290	100
	nº 32	Sn	439	25,9	200	300	100
	nº 42	Si*	449	30,4	225	0	165
	nº 44	NiCr	364	4,2	150	38	0
	nº 51	Ag	427	3,2	100	0	0
	nº 53	NiCr	383	4,0	150	48	0
	nº 62	Sn	452	19,5	200	240	100
	nº 64	Si*	553	40,6	200	0	200
	nº 65	Si*	545	40,3	250	0	200

15

EJEMPLO Nº 3 (Parte nº 2 continuación de la Parte nº 1 anterior [cátodo/diana en común])

	Cátodo	Diana	Amperios (A)	Voltaje depósito (V)	Frec. (kHz)	Gas de ajuste
20	nº 13	Ti	128	364	26,7	O ₂
	nº 14	Ti	125	346	26,7	O ₂
	nº 23	Ti	110	344	26,5	O ₂
	nº 42	Si*	n/a	230	26,18	N ₂
	nº 44	NiCr	11,4	0	0	Ar
	nº 51	Ag	7,4	0	0	Ar
	nº 53	NiCr	10,7	0	0	Ar
	nº 62	Sn	45	203	25,03	O ₂
	nº 31	Sn	62	226	25,6	O ₂
	nº 32	Sn	62	229	25,64	O ₂
25	nº 42	Si*	n/a	230	26,18	N ₂
	nº 44	NiCr	11,4	0	0	Ar
	nº 51	Ag	7,5	0	0	Ar
	nº 53	NiCr	10,5	0	0	Ar
	nº 62	Sn	45,4	212	25,1	O ₂
	nº 64	Si*	94	264	26,4	N ₂
	nº 65	Si*	93,5	273	26,2	N ₂

30

EJEMPLO N° 3 (Parte n° 3 continuación de las Partes n° 1-2 anteriores [cátodo/diana en común])

	Cátodo	Diana	Consola Tr	Medio Tr	Bomba Tr	Presión	Lambda	Lambda activa
	n° 13	Ti	7,5	15	7,5	2,79E ⁻⁰³	252	Verdadero
	n° 14	Ti	12,5	25	12,5	3,03E ⁻⁰³	252	Verdadero
	n° 23	Ti	7,5	35	7,5	4,83E ⁻⁰³	252	Verdadero
5	n° 42	Si*	50	5	45	2,18E ⁻⁰³	0	Falso
	n° 44	NiCr	15	70	15	2,26E ⁻⁰³	0	Falso
	n° 51	Ag	15	70	15	1,37E ⁻⁰³	0	Falso
	n° 53	NiCr	15	70	15	2,16E ⁻⁰³	0	Falso
	n° 62	Sn	15	70	15	2,12E ⁻⁰³	220	Verdadero
	n° 31	Sn	15	70	15	3,01E ⁻⁰³	220	Verdadero
	n° 32	Sn	15	70	15	3,24E ⁻⁰³	220	Verdadero
	n° 42	Si*	50	5	45	2,58E ⁻⁰³	0	Falso
	n° 44	NiCr	15	70	15	2,27E ⁻⁰³	0	Falso
10	n° 51	Ag	15	70	15	1,41E ⁻⁰³	0	Falso
	n° 53	NiCr	15	70	15	2,37E ⁻⁰³	0	Falso
	n° 62	Sn	15	70	15	2,26E ⁻⁰³	220	Verdadero
	n° 64	Si*	20	60	20	2,90E ⁻⁰³	0	Falso
	n° 65	Si*	20	60	20	-3,69E ⁻⁰³	0	Falso

15 **[0051]** Tras depositar por pulverización catódica los revestimientos 27 de los Ejemplos 1-3 sobre los sustratos respectivos 1 según lo anterior, estos se sometieron a ensayos/mediciones como se muestra en la Tabla 6 (es decir, en un estado monolítico). Se llevó a cabo tratamiento térmico colocando los artículos revestidos en un horno calentado a aproximadamente 625 grados C durante aproximadamente cinco (5) minutos.

Tabla 6: Ejs. 1-3, monolítico antes/después del tratamiento térmico (HT)

	Característica	Ejemplo 1	Ejemplo 2	Ejemplo 3
	T _{vis} , Ill. A, 2° (antes de HT):	>=70%	>=70%	>=70%
	T _{vis} , Ill. A, 2° (tras HT):	>=78%	>=78%	>=78%
20	R _s (ohm/cuadrado) (antes de HT):	4,43	4,37	4,27
	R _s (ohm/cuadrado) (tras HT):	3,46	3,33	3,44
	E _n (antes de HT):	<= 0,06	<= 0,06	<= 0,06
	E _n (tras HT):	<= 0,05	<= 0,05	<= 0,05
	Neblina (tras HT):	0,15	0,28	0,22

25 **[0052]** A continuación, los artículos revestidos termotratados monolíticos de Ejemplos 1-3 fueron laminados cada uno en otro sustrato correspondiente de vidrio flotado de sílice, cal y sosa de 3 pulgadas por 3 pulgadas (7,6 x 7,6 cm) de 2,1 mm de grosor transparente, con una capa de PVB (aproximadamente 0,8 mm de grosor) estando situada entre los sustratos de manera conocida, y el revestimiento 27 provisto sobre la superficie n° 2 como se muestra en la Fig. 2. Los artículos revestidos laminados resultantes (véase Fig. 2) se probaron/midieron a continuación y se descubrió que presentaban las siguientes características expuestas en la Tabla 7. En la Tabla 7, el lado de vidrio (G) es el mismo que el del exterior del vehículo en la Fig. 2, mientras que el lado de película (F) es el mismo que el del interior del vehículo en la Fig. 2.

Tabla 7: Color de Ejs. 1-3 en forma laminada post-HT (es decir, como en la Fig. 2)

Valor/Medición	Ejemplo 1	Ejemplo 2	Ejemplo 3
III. C. 2°			
Transmisión (TY o T _{vis}) %:	75,37	75,32	74,68
a* _T :	-2,92	-3,17	-2,25
b* _T :	3,87	4,39	4,07
Reflectancia vista desde el lado de vidrio (G): R _G Y (%):	7,93	8,02	8,22
a* _G :	0,53	0,93	0,29
b* _G :	-5,23	-7,10	-5,64
Reflectancia vista desde el lado del revestimiento/película (F): R _F Y (%):	7,83	7,85	8,11
a* _F :	-1,59	-1,23	-1,68
b* _F :	-2,75	-3,74	-2,73
III. D65.2°			
Transmisión (TY o T _{vis}) %:	75,69	75,34	74,71
a* _T :	-2,81	-3,05	-2,16
b* _T :	3,85	4,35	4,07
Reflectancia vista desde el lado de vidrio (G): R _G Y (%):	7,93	8,03	8,22
a* _G :	0,26	0,57	-0,01
b* _G :	-5,17	-7,03	-5,58
Reflectancia vista desde el lado del revestimiento/película (F): R _F Y (%):	7,84	7,85	8,12
a* _F :	-1,79	-1,48	-1,88
b* _F :	-2,71	-3,69	-2,69
III. A. 2°			
Transmisión (TY o T _{vis}) %:	75,27	75,23	74,78
a* _T :	-1,95	-2,05	-1,37
b* _T :	3,28	3,74	3,68
III. C. 10°			
Transmisión (TY o T _{vis}) %:	75,16	75,08	74,91
a* _T :	-2,39	-2,59	-2,78
b* _T :	3,93	4,45	4,02
Reflectancia vista desde el lado de vidrio (G): R _G Y (%):	8,01	8,14	8,31
a* _G :	0,11	0,28	-0,15
b* _G :	-5,21	-7,03	-5,60
Reflectancia vista desde el lado del revestimiento/película (F): R _F Y (%):	7,87	7,90	8,16
a* _F :	-1,54	-1,30	-1,62
b* _F :	-2,79	-3,78	-2,77

III. D65. 10°

Transmisión (TY o T _{vis}) %:	75,19	75,12	74,92
a* _T :	-2,29	-2,49	-2,66
b* _T :	3,92	4,45	3,99
Reflectancia vista desde el lado de vidrio (G): R _G Y (%):	8,01	8,14	8,31
a* _G :	-0,09	0,01	-0,37
b* _G :	-5,20	-7,02	-5,58
Reflectancia vista desde el lado del revestimiento/película (F): R _F Y (%):	7,88	7,91	8,16
a* _F :	-1,69	-1,49	-1,78
b* _F :	-2,77	-3,76	-2,75

III. A. 10°

Transmisión (TY o T _{vis}) %:	75,20	75,15	74,85
a* _T :	-1,41	-1,63	-1,75
b* _T :	3,34	3,98	4,02

Además, se descubrió que cada uno de los Ejemplos 1-3 era química y mecánicamente duradero según la definición de estos términos que se aporta a continuación, tanto antes como después del HT.

5 **[0053]** Como se ve arriba, al depositar cada una de las capas de nitruro de silicio, se usó más gas Ar que gas N en el proceso de *sputtering*. En los Ejemplos la ratio Ar/N es aproximadamente 225/165 (o 1,36) como puede verse arriba. En los modos de realización preferidos de esta invención, la ratio Ar/N es de aproximadamente 1,15 a 3,0, más preferiblemente de aproximadamente 1,20 a 2,0 y más preferiblemente de aproximadamente 1,2 a 1,5. Esta ratio que usa más gas inerte (p.ej., Ar) que nitrógeno al realizar la pulverización catódica de las capas de nitruro de silicio permite que las capas de nitruro de silicio resultantes sean ricas en Si como se ha analizado
10 anteriormente.

15 **[0054]** La Tabla 8 compara a continuación, para el laminado de HT del Ejemplo 1, las características de visión a un ángulo de visión (VA) normal frente a un VA con desviación del eje de 60° (es decir, el VA 60° está a 60 grados del VA normal). Como puede observarse, el Ejemplo 1 se caracteriza por la estabilidad sustancial del color en este amplio rango de ángulos de visión, de manera que un observador que ve el laminado del Ejemplo 1 a un VA normal (es decir, recto de manera que la línea o lugar sea perpendicular al plano del artículo) y un VA de 60° no percibiría mucho cambio de color, en caso de que percibiera alguno. Esto se debe al bajo valor Δa* reflectivo desde el lado del vidrio (G) (es decir, Δa* significa la diferencia entre a* a un VA normal y el VA a 60° del eje). Nota: el color de sesenta grados en III. D65, observador estándar grado 10.

Tabla 8: Cambio de color con cambio de ángulo de visión (VA) de 60° (Ej. 1)

20

Característica	Ej. 1 (VA Normal)	Ej. 1 (VA a 60° del eje)
T _{vis} :	75,27%	n/a
a* _T :	-2,2	n/a
b* _T :	4,2	n/a
T _{solar} :	46,75%	
R _{solar} :	30,15	36,11
R _g Y:	7,8%	14,56%

25

Característica	Ej. 1 (VA Normal)	Ej. 1 (VA a 60° del eje)
a* _g :	-0,23	1,6
b* _g :	-5,59	-1,33
Δa* _g (cambio VA 60°):	1,83	igual
ΔL* _g (cambio VA 60°):	11,4	igual

5

[0055] Como puede observarse arriba en la Tabla 8, Δa*_g (cambio VA 60°) reflectivo según determinados modos de realización de esta invención es preferiblemente no superior a 3,0, y más preferiblemente no superior a 2,0. En la Tabla 8, era 1,83. Además, T_{solar} es preferiblemente no superior al 50% en determinados modos de realización de esta invención, incluso más preferiblemente no superior al 48%, y más preferiblemente no superior a aproximadamente el 47%.

10

[0056] Determinados modos de realización de esta invención tras el tratamiento térmico y laminación se caracterizan de la siguiente manera en relación con el color reflectivo del lado del vidrio (G):

Tabla 9:

Parámetro	VA Normal	VA 60° del eje
a*	-2,0 a +2,0	-2,0 a + 3,0
b*	-1,0 a -12,0	0 a -9,0

15

[0057] Determinados términos se han usado generalmente en la técnica del revestimiento de vidrio, especialmente al definir propiedades y características de gestión solar de vidrio revestido. Dichos términos se usan aquí según su significado conocido. Por ejemplo, según su uso aquí:

20

[0058] La intensidad de luz de longitud de onda visible reflejada, es decir, "reflectancia" se define por su porcentaje y se presenta como R_XY o R_X (es decir, el valor Y citado a continuación en ASTM E-308-85), donde "X" es "G" para el lado del vidrio o "F" para el lado de la película. "Lado de vidrio" (p.ej., "G") significa visto desde el lado del sustrato de vidrio opuesto a aquel en el que reside el revestimiento, mientras que "lado de la película" (es decir, "F") significa visto desde el lado del sustrato de vidrio sobre el que reside la película.

25

[0059] Las características de color se miden y presentan aquí usando la escala y coordenadas a*, b* CIE LAB 1976 (es decir, el diagrama a*b* CIE 1976, III. CIE-C observador 2 grados), donde:

- L* son unidades de claridad (CIE 1976)
- a* son unidades de rojo-verde (CIE 1976)
- b* son unidades de amarillo-azul (CIE 1976)

30

35

[0060] Otras coordenadas similares pueden usarse de manera equivalente como mediante el subíndice "h" para indicar el uso convencional del método Hunter (o unidades) III. C, observador 10° o las coordenadas CIE LUV u*v*. Estas escalas se definen aquí según ASTM D-2244-93 "Standard Test Method for Calculation of Color Differences From Instrumentally Measured Color Coordinates" 9/15/93 ampliado por ASTM E-308-95, Annual Book of ASTM Standards, Vol. 06.01 "Standard Method for Computing the Colors of Objects by 10 Using the CIE System" y/o según se presenta en IES LIGHTING HAND-BOOK 1981 Reference Volume.

40

[0061] Los términos "emisividad" (o emitancia) y "transmitancia" se comprenden bien en la técnica y se usan aquí según su significado conocido. De este modo, por ejemplo, el término "transmitancia" aquí significa transmitancia solar, que está compuesto por transmitancia de luz visible (TY de T_{vis}), transmitancia de energía infrarroja (T_{IR}) y transmitancia de luz ultravioleta (T_{UV}). La transmitancia de energía solar total (TS o T_{solar}) puede caracterizarse como media ponderada de estos otros valores. Con respecto a estas transmitancias, la transmitancia visible puede caracterizarse para fines arquitectónicos mediante la técnica de iluminante estándar C, 2 grados; mientras que la transmitancia visible puede caracterizarse para fines automovilísticos mediante la técnica de estándar III. A 2 grados (para aquellas técnicas, véase por ejemplo ASTM E-308-95, incorporado aquí mediante referencia).

Para fines de emisividad, se emplea un intervalo de infrarrojos particulares (es decir, 2.500-40.000 nm). Diversos estándares para calcular/medir cualquiera y/o todos de los parámetros anteriores pueden encontrarse en la solicitud provisional antes mencionada sobre la que se reivindica prioridad aquí.

5 **[0062]** El término R_{solar} hace referencia a reflectancia de energía solar total (lado del vidrio aquí), y es una media ponderada de reflectancia IR, reflectancia visible y reflectancia UV. Este término puede calcularse según las normas DIN 410 y SO 13837 (12/98) Tabla 1, p. 22 conocidas para aplicaciones automovilísticas, y el estándar ASHRAE 142 conocido para aplicaciones arquitectónicas, ambos de los cuales quedan incorporados aquí mediante referencia. La "neblina" se define del siguiente modo. La luz difundida en muchas direcciones provoca una pérdida en el contraste. El término "neblina" se define aquí según ASTM D 1003 que define la neblina como el porcentaje de luz que al pasar a través se desvía del haz incidente más de 2,5 grados sobre la media. La "neblina" puede medirse aquí mediante un medidor de neblina Byk Gardner (todos los valores de neblina aquí se miden mediante dicho medidor de neblina y carecen de unidad).

[0063] La "emisividad" (o emitancia) (E) es una medida, o característica tanto de la absorción como reflectancia de la luz a longitudes de onda dadas. Normalmente se representa con la fórmula:

$$15 \quad E = 1 - \text{Reflectancia}_{\text{película}}$$

[0064] Para fines arquitectónicos, los valores de emisividad resultan bastante importantes en el llamado "rango medio", a veces llamado también el "largo alcance" del espectro de infrarrojos, es decir, aproximadamente 2.500 - 40.000 nm., por ejemplo, como se especifica mediante el programa WINDOW 4.1, LBL-35298 (1994) por Lawrence Berkeley Laboratories, referenciado a continuación. El término "emisividad" según su uso aquí, se usa así para referirse a los valores de emisividad medidos en este rango de infrarrojo especificado por ASTM Standard E 1585-93 titulado "*Standard Test Method for Measuring and Calculating Emittance of Architectural Flat Glass Products Using Radiometric Measurements*". Este estándar, y sus disposiciones, se incorporan a la presente memoria mediante referencia. En este estándar, la emisividad se presenta como emisividad hemisférica (E_H) y emisividad normal (E_N).

25 **[0065]** La acumulación real de datos para la medición de dichos valores de emisividad es convencional y puede hacerse usando, por ejemplo, un espectrofotómetro Beckman Modelo 4260 con acoplamiento "VW" (Beckman Scientific Inst. Corp.). Este espectrofotómetro mide la reflectancia frente a la longitud de onda, y a partir de esto, la emisividad se calcula usando el ASTM Standard 1585-93 antes mencionado.

30 **[0066]** Otro término empleado aquí es la "resistencia laminar". La resistencia laminar (R_S) es un término conocido en la técnica y se usa aquí según su significado conocido. Se presenta aquí en unidades de ohmios por cuadrado. En general, este término se refiere a la resistencia en ohmios por cuadrado de un sistema de capas sobre un sustrato de vidrio a una corriente eléctrica que pasa a través del sistema de capas. La resistencia laminar es una indicación de lo bien que refleja la energía infrarroja el sistema de capas o la capa, y por ello se usa a menudo junto con la emisividad como una medida de esta característica. La "resistencia laminar" puede medirse convenientemente, por ejemplo, usando un ohmímetro de sonda de cuatro puntos, como una sonda de resistencia de cuatro puntos desechable con un cabezal Magnetron Instruments Corp., modelo M-800 producido por Signatone Corp. de Santa Clara, California.

40 **[0067]** Los términos "durabilidad química" o "químicamente duradero" se usan aquí de manera sinónima con el término de la técnica "resistente químicamente" o "estable químicamente". La durabilidad química se determina cociendo una muestra de 2" x 5" (5,08 cm x 12,70 cm) de un sustrato de vidrio revestido en aproximadamente 500 cc de 5% HCl durante 5 minutos (es decir, a aproximadamente 220°F(104,44°C)). Se considera que la muestra pasa esta prueba (y, por tanto, que el sistema de capas es "resistente químicamente" o se considera "químicamente duradero" o que tiene "durabilidad química") si al menos la mitad del sistema de capas de la muestra permanece tras los 5 minutos.

45 **[0068]** La "durabilidad mecánica" según su uso aquí se define mediante las siguientes pruebas. El ensayo utiliza un medidor de abrasión Pacific Scientific Abrasion Tester (o equivalente) donde se pasa un cepillo de nailon de 2" x 4" x 1" (5,08 cm x 10,16 cm x 2,54 cm) (p.ej., como el fabricado por Wright Bernet de Franklin Park, Illinois, Modelo 1280 Cepillo de uñas y mano) cíclicamente sobre el sistema de capas en 500 ciclos empleando 150 g de peso, aplicado a una muestra de 6" x 17" (15,24 cm x 43,18 cm). En esta prueba, si no aparecen arañazos perceptibles o sustanciales cuando se ve a simple vista bajo luz visible, se considera que se ha superado la prueba, y se afirma que el artículo es "duradero mecánicamente" o que presenta "durabilidad mecánica".

[0069] Los términos "tratamiento térmico" y "tratar térmicamente" según su uso aquí significan calentar al artículo

a temperatura suficiente para permitir el temple térmico, flexión y termoendurecido del artículo que incluye vidrio. Esta definición incluye, por ejemplo, calentar un artículo revestido a una temperatura de al menos aproximadamente 1100 grados F (p.ej., de una temperatura de aproximadamente 550 grados C a aproximadamente 900 grados C) durante un periodo de tiempo suficiente para permitir el temple.

- 5 **[0070]** Una vez aportada la revelación anterior, serán evidentes numerosas características, modificaciones y mejoras diferentes para aquellos expertos en la técnica. Por ejemplo, y sin carácter limitativo, la capa o capas de contacto de oxidación graduada antes mencionadas y la capa o capas de nitruro de silicio ricas en Si pueden usarse con apilamientos de capa de plata sencilla, así como los apilamientos de capa de plata doble ilustrado. Dichas otras características, modificaciones y mejoras se consideran, por lo tanto, parte de esta invención, el
10 alcance de la cual queda determinado por las reivindicaciones.

15

20

25

30

REIVINDICACIONES

- 5 1. Un artículo revestido que comprende:
- un revestimiento proporcionado sobre un sustrato de vidrio (1), comprendiendo dicho revestimiento desde el sustrato de vidrio hacia fuera:
- 10 a) al menos una capa dieléctrica (3, 5);
 b) una primera capa de contacto (7);
 c) una primera capa reflectante de IR (9);
 d) una segunda capa de contacto (11), dicha primera capa reflectante de IR (9) estando en contacto con cada una de dicha primera y segunda capa de contacto;
- 15 e) al menos una capa dieléctrica (13, 15);
 f) una tercera capa de contacto (17);
 g) una segunda capa reflectante de IR (19);
 h) una cuarta capa de contacto (21), dicha segunda capa reflectante de IR (19) estando en contacto con cada una de dicha tercera y cuarta capa de contacto;
- 20 i) al menos una capa dieléctrica (23, 25);
- donde tras ser tratado térmicamente (HT) dicho artículo revestido tiene una transmitancia visible de al menos un 70%, una T_{solar} no superior del 50%, una R_{solar} de al menos un 26%, y una resistencia laminar (R_s) no superior a 8,0 ohm/cuadrado; y donde dicha a) al menos una capa dieléctrica (5) es Si_xN_y rico en Si donde x/y es de 0,85 a 1,5.
2. El artículo revestido de la reivindicación 1, donde x/y es de 0,85 a 1,2.
- 25 3. El artículo revestido de la reivindicación 2, donde dicho artículo revestido tiene un valor de neblina no superior a 0,40 tras el tratamiento térmico.
4. El artículo revestido de la reivindicación 3, donde dicha capa que incluye nitruro de silicio (5) tiene una constante dieléctrica "n" de al menos 2,05.
- 30 5. El artículo revestido de la reivindicación 4, donde dicha capa que incluye nitruro de silicio (5) tiene una constante dieléctrica "n" de al menos 2,07.
6. El artículo revestido de la reivindicación 1, donde al menos dos de dicha primera (7), segunda (11), tercera (15) y cuarta (21) capa de contacto comprenden Ni o una aleación de Ni.
7. El artículo revestido de la reivindicación 6, donde dichas al menos dos de dicha primera (7), segunda (11), tercera (15) y cuarta (21) capa de contacto comprenden NiCrOx.
- 35 8. El artículo revestido de la reivindicación 7, donde dichas al menos dos capas de contacto que comprenden NiCrO_x son de oxidación graduada de manera que una primera parte de cada una de dichas al menos dos capas cercana a una capa reflectante de IR adyacente es menos oxidada que una segunda parte de dicha capa que está más alejada de dicha capa reflectante de IR que dicha primera parte.
- 40 9. El artículo revestido de la reivindicación 1, donde al menos dos de dicha primera (5), segunda (11), tercera (17) y cuarta (21) capa de contacto comprenden al menos Ni o una aleación de Ni y donde dicha primera, segunda, tercera y cuarta capa de contacto son al menos parcialmente oxidadas; y donde la primera (9) y segunda (19) capa reflectante de IR comprenden Ag; y donde tras ser sometido a tratamiento térmico (HT) y laminado dicho artículo revestido tiene una transmitancia visible de al menos aproximadamente un 70%, una T_{solar} no superior a aproximadamente un 50%, una R_{solar} de al menos un 26%, y una resistencia laminar (R_s) no superior a 8,0
- 45 ohm/cuadrado.
10. El artículo revestido de la reivindicación 9, donde dicho nitruro de silicio (5) Si_xN_y es rico en Si de manera que x/y es de 0,85 a 1,2.
11. El artículo revestido de la reivindicación 9, donde dichas al menos dos capas de contacto comprenden

NiCrO_x.

- 5 **12.** El artículo revestido de la reivindicación 11, donde dichas al menos dos capas de contacto que comprenden NiCrO_x son de oxidación graduada cada una de manera que una primera parte de cada una de dichas al menos dos capas cercana a una capa reflectante de IR adyacente es menos oxidada que una segunda parte de dicha capa que está más alejada de dicha capa reflectante de IR que dicha primera parte.
- 13.** El artículo revestido de la reivindicación 1, donde la primera (7), segunda (11), tercera (17) y cuarta (21) capa de contacto comprenden Ni o una aleación de Ni al menos parcialmente oxidados; y donde la primera y segunda capa reflectante de IR comprenden Ag.
- 10 **14.** El artículo revestido de la reivindicación 13, donde tras ser laminado y sometido a tratamiento térmico dicho artículo revestido tiene una transmitancia visible de al menos un 70%, una T_{solar} no superior a un 50%, una R_{solar} de al menos un 26%, y una resistencia laminar (R_s) no superior a 8,0 ohm/cuadrado.
- 15.** El artículo revestido de la reivindicación 13, donde tras ser laminado y sometido a tratamiento térmico, dicho artículo revestido tiene una transmitancia visible de al menos un 75%, una T_{solar} no superior a un 48%, y una resistencia laminar (R_s) no superior a 6,0 ohm/cuadrado.
- 15 **16.** El artículo revestido de la reivindicación 13, donde cada una de dichas capas de contacto comprende NiCrO_x.
- 17.** El artículo revestido de la reivindicación 13, donde dicha a) al menos una capa dieléctrica comprende dicha capa de nitruro de silicio (5) y una capa de dióxido de titanio (3), donde dicho dióxido de titanio se sitúa entre dicha capa de nitruro de silicio (5) y dicho sustrato (1).
- 20 **18.** El artículo revestido de la reivindicación 13, donde dicha e) al menos una capa dieléctrica adicional (15) comprende nitruro de silicio.

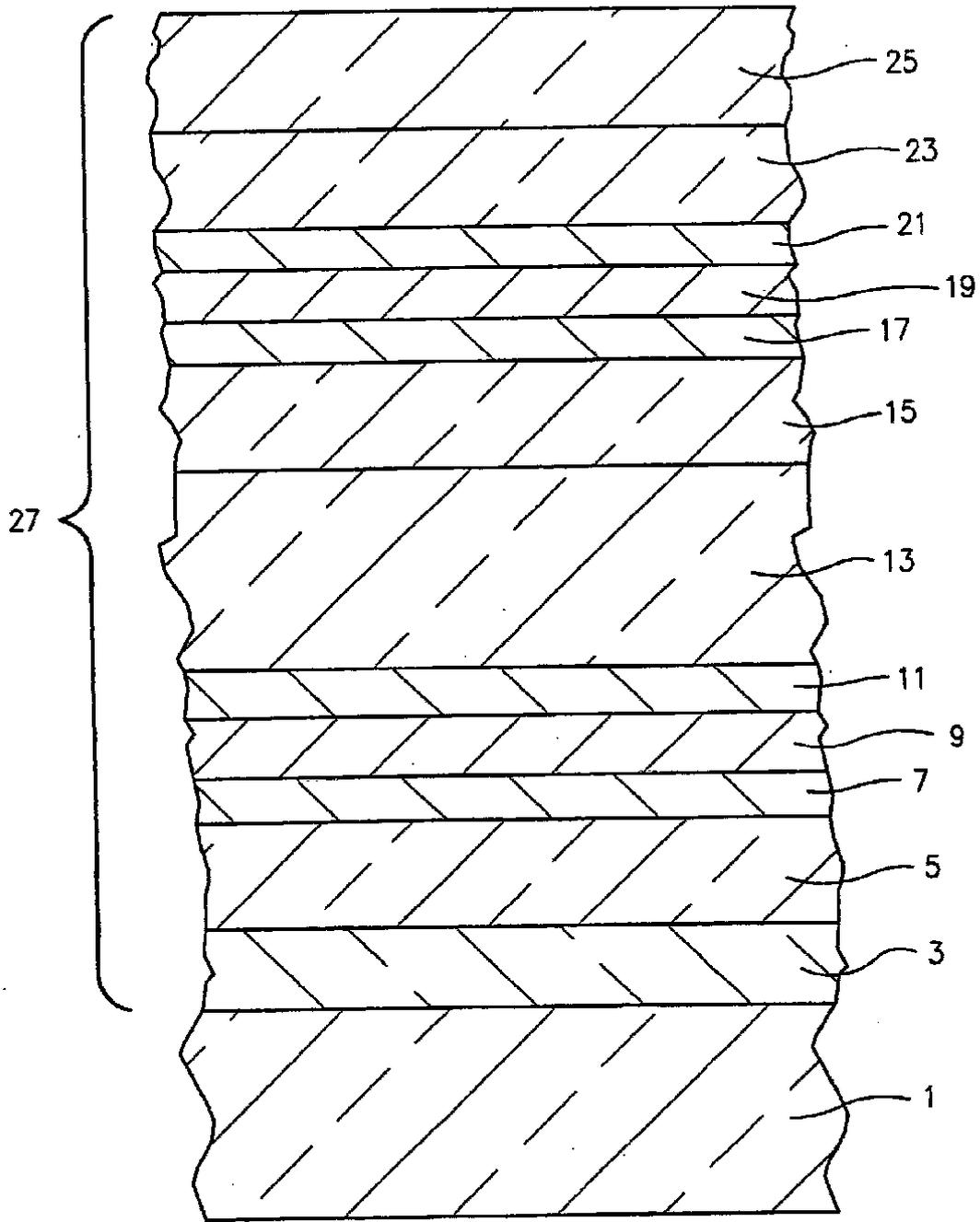


FIG. 1

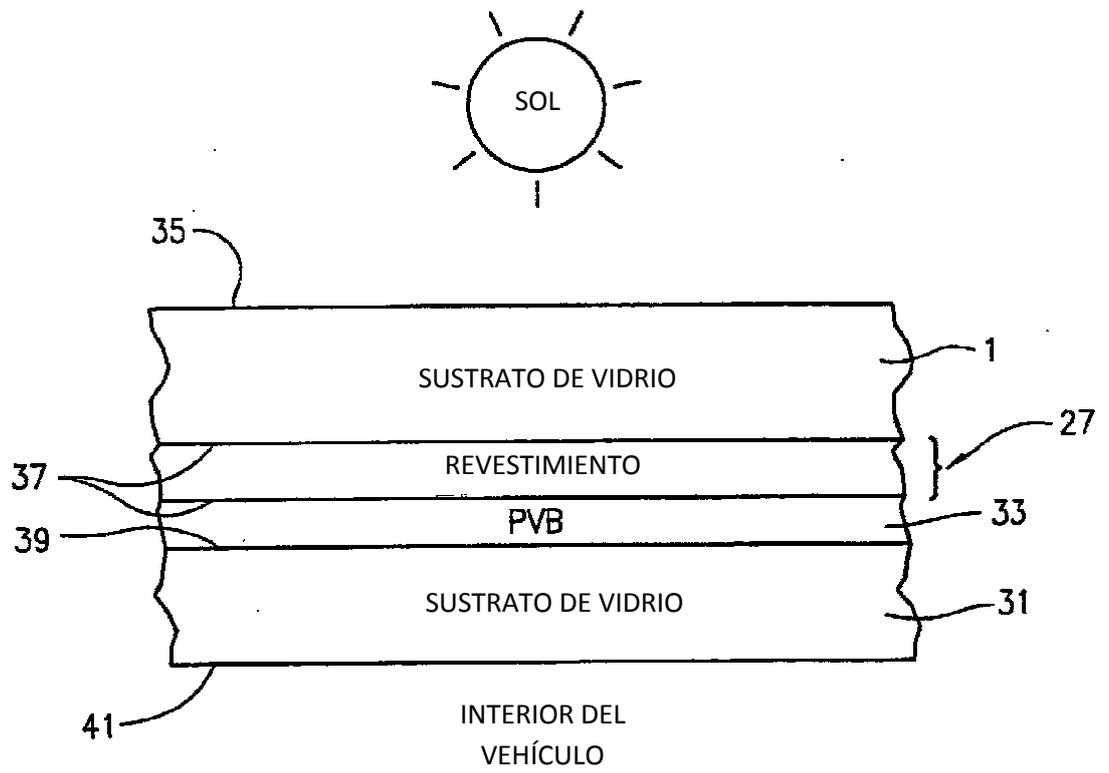


FIG. 2

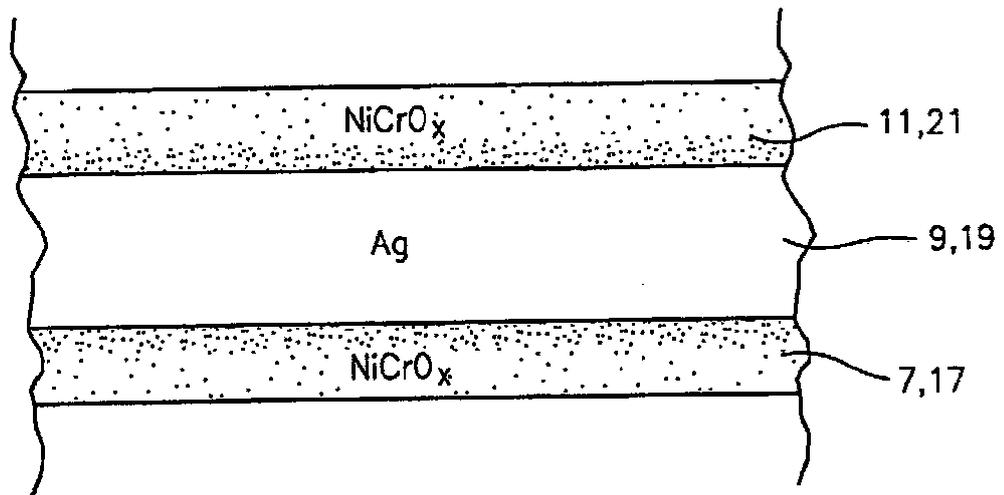


FIG. 3(a)

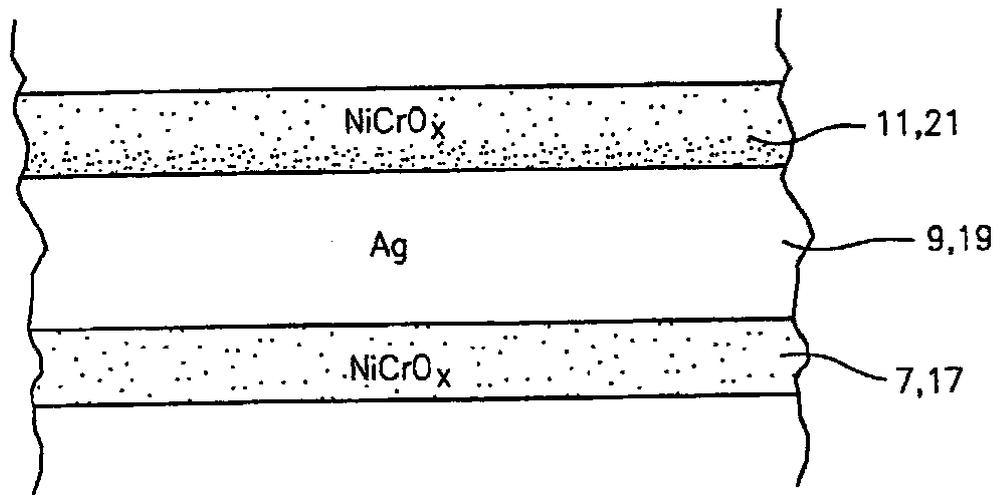


FIG. 3(b)

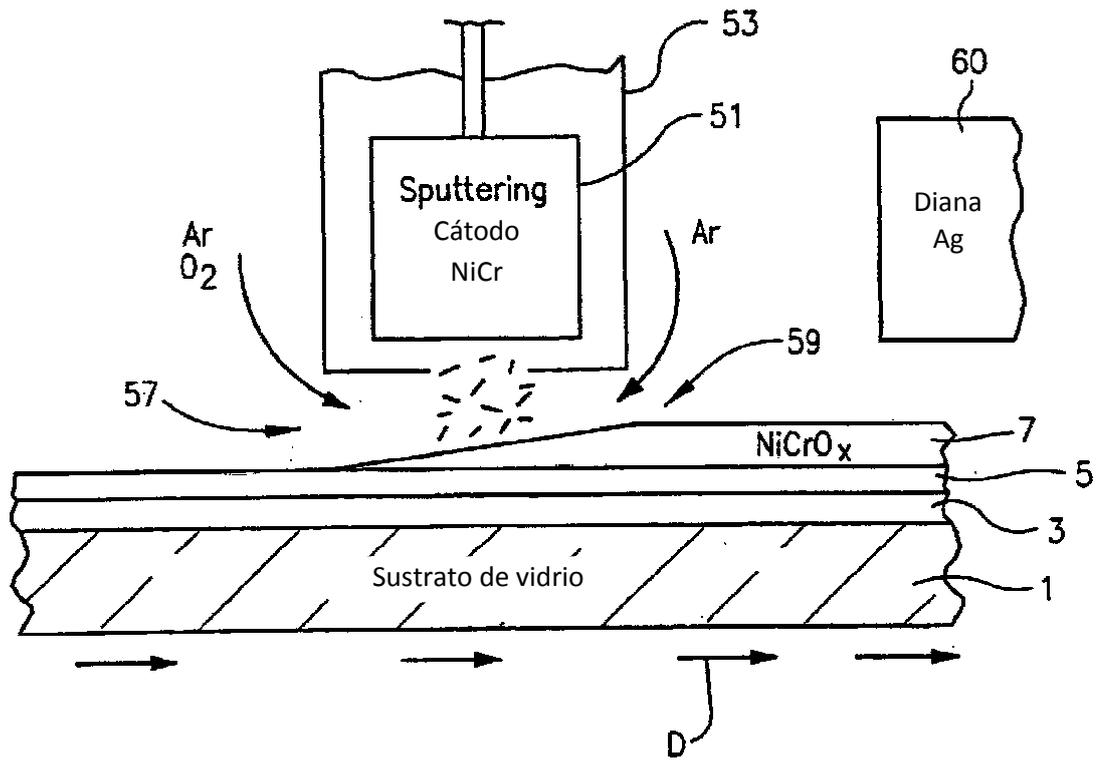


FIG. 4

Ejemplos 1-3

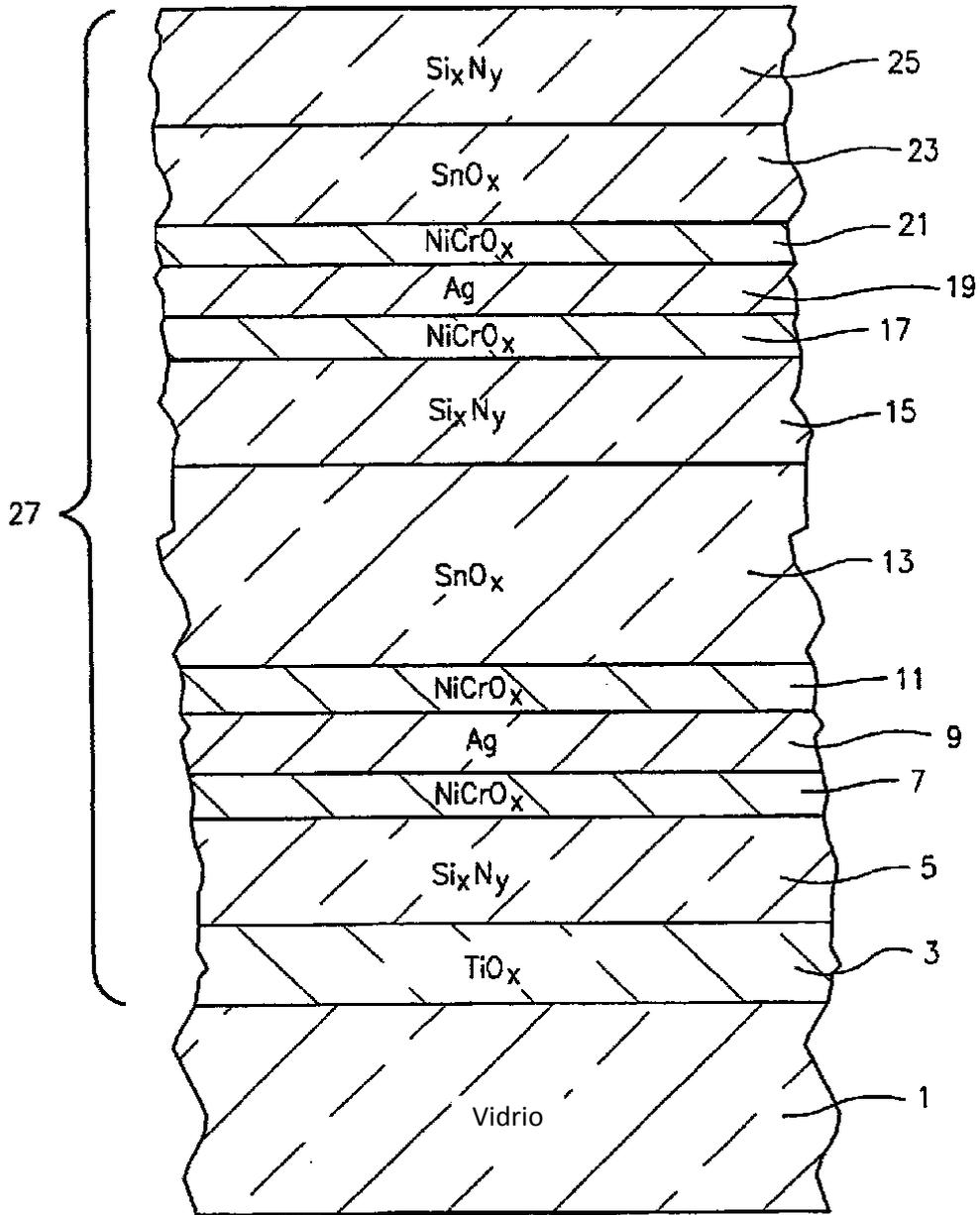


FIG. 5

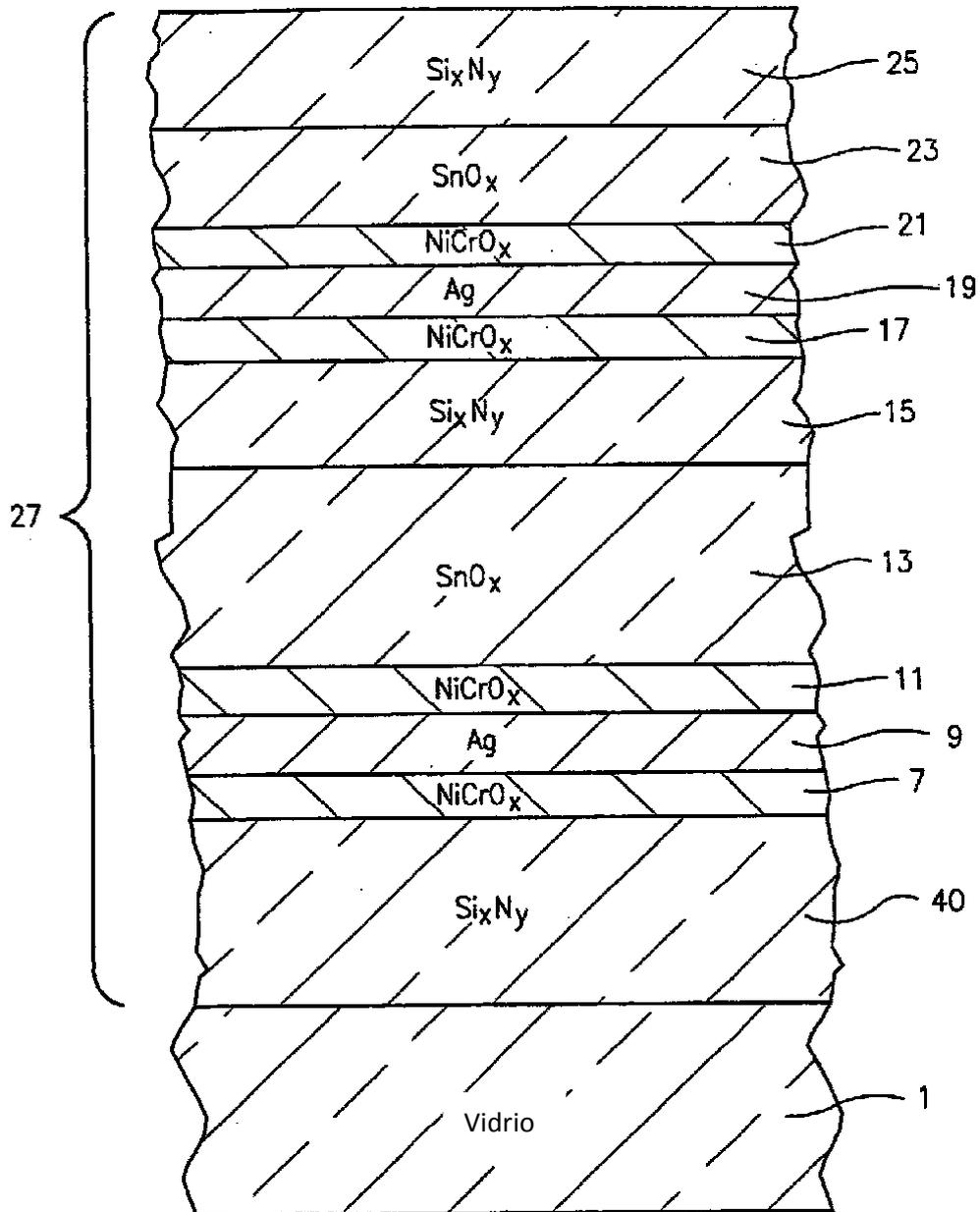


FIG. 6