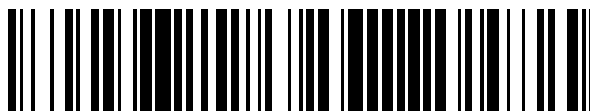


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 770 427**

51 Int. Cl.:

**C03C 17/34** (2006.01)

**C03C 17/36** (2006.01)

**B32B 17/10** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **17.04.2014 PCT/FR2014/050937**

87 Fecha y número de publicación internacional: **23.10.2014 WO14170613**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **17.04.2014 E 14722283 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **22.01.2020 EP 2986577**

54 Título: **Acristalamiento de control solar que comprende dos capas metálicas a base de níquel**

30 Prioridad:

**19.04.2013 FR 1353589**

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

**01.07.2020**

73 Titular/es:

**SAINT-GOBAIN GLASS FRANCE (100.0%)  
Tour Saint-Gobain, 12 place de l'Iris  
92400 Courbevoie, FR**

72 Inventor/es:

**SINGH, LAURA JANE;  
PALACIOS-LALOY, AUGUSTIN y  
NICOLAS, DAVID**

74 Agente/Representante:

**ELZABURU, S.L.P**

ES 2 770 427 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

Acrisolamiento de control solar que comprende dos capas metálicas a base de níquel

5 La invención se refiere a los acristalamientos aislantes llamados de control solar, provistos de apilamientos de capas delgadas llamadas funcionales, es decir, que actúan sobre la radiación solar y/o térmica esencialmente por reflexión y/o absorción de la radiación infrarroja cercana (solar) o lejana (térmica). La presente invención se refiere más particularmente al acristalamiento de capas. La aplicación contemplada más en particular por la invención es, en primer lugar, los acristalamientos de vehículos, como los cristales laterales, el techo solar del automóvil, la luneta trasera. Sin apartarse del alcance de la invención, el presente acristalamiento también se puede usar en el campo de los edificios, como acristalamiento de control solar.

10 Se entiende por capa "funcional" o bien "activa", en el sentido de la presente solicitud, las capas del apilamiento que confieren al apilamiento lo esencial de sus propiedades de aislamiento térmico. Muy a menudo, los apilamientos de capas delgadas que equipan el acristalamiento le confieren propiedades de aislamiento sustancialmente mejoradas esencialmente por las propiedades intrínsecas de dichas capas activas. Dichas capas actúan sobre el flujo de radiación infrarroja térmica que pasa a través de dicho acristalamiento, a diferencia de las otras capas, en general de material dieléctrico y que lo más a menudo tienen principalmente una función de protección química o mecánica de dichas capas funcionales.

Dichos acristalamientos provistos de apilamientos de capas delgadas actúan sobre la radiación solar incidente, ya sea esencialmente por absorción de la radiación incidente por la o las capas funcionales, o esencialmente por reflexión por estas mismas capas.

20 Se agrupan bajo la denominación de acristalamiento de control solar. Se comercializan y se usan principalmente:

- Bien para asegurar esencialmente una protección del habitáculo (automóvil) o la vivienda frente a la radiación solar y evitar un sobrecalentamiento, dichos acristalamientos se califican en la técnica de antisolares,

- O bien para asegurar esencialmente un aislamiento térmico de la vivienda y evitar la pérdida de calor, estos acristalamientos se llaman acristalamientos aislantes.

25 Por antisolar se entiende, por lo tanto, en el sentido de la presente invención, la capacidad del acristalamiento de limitar el flujo de energía, en particular de la radiación solar infrarroja (IRS) que lo atraviesa desde el exterior hacia el interior de la vivienda o habitáculo.

30 Por aislamiento térmico se entiende un acristalamiento provisto de al menos una capa funcional que le confiere una pérdida energética reducida, presentando dicha capa propiedades de reflexión de la radiación IR comprendida entre 5 y 50 micrómetros. Las capas funcionales usadas en esta función presentan un coeficiente de reflexión de la radiación IR alto y se denominan de baja emisión (o low-e según el término en inglés).

En algunos países, las normas implican que los acristalamientos presenten propiedades tanto antisolares como de aislamiento térmico.

35 De una manera conocida, por ejemplo, descrita en la publicación de referencia "Les techniques de l'ingénieur, *Vitrage à isolation thermique renforcée*, C3635 (2004)", dicha propiedad de reflexión es función directamente de la emisividad de la cara del acristalamiento provisto del apilamiento que comprende la o las capas funcionales. El documento US-2012177899 describe apilamientos en los que las capas metálicas son de NiCr, NiCrNx, NbCr, NbCrNx, NbZr, Nb o NbNx. Los documentos US 5188887 US 2004058169 y D4 US2003031879 describen un revestimiento que comprende capas formadas esencialmente de níquel (opcionalmente nitruro).

40 De forma general, todas las características luminosas y térmicas presentadas en la presente descripción se obtienen según los principios y métodos descritos en las normas internacionales ISO 9050 (2003) e ISO 10292 (1994), que se refieren respectivamente a la determinación de las características luminosas y energéticas de los acristalamientos usados en el vidrio para la construcción.

45 Un requisito esencial de los apilamientos es primero que estos deben poder someterse a un tratamiento térmico sin alteración de dicho apilamiento. Por alteración se entiende en primer lugar la aparición de grietas en el revestimiento. En particular, es necesario que no aparezca ninguna rotura del apilamiento en el acristalamiento durante el tratamiento térmico o bien durante el enfriamiento (lo más a menudo en forma de templado) del acristalamiento. Un tratamiento térmico en el sentido de la presente invención incluye en particular, pero no necesariamente, una conformación del acristalamiento, en particular un curvado de este, según las técnicas conocidas en el campo. La aparición de grietas es en particular muy perjudicial para el aspecto estético del acristalamiento y conlleva inmediatamente el descarte de este. Además, dicho revestimiento también podría presentar a largo plazo problemas más importantes de deterioro o incluso desprendimiento, en particular por acción de la humedad. Por consiguiente, parece necesario implementar productos cuya resistencia al agrietamiento esté probada y garantizada. Según otra característica esencial de los acristalamientos según la invención, para no obstaculizar la visión de los pasajeros al exterior, estos deben tener una reflexión de la luz interna baja (es decir, de la cara del acristalamiento hacia el habitáculo), en especial inferior a 5%,

o incluso inferior a 4%, muy en particular para una aplicación en automóviles. La transmisión luminosa del acristalamiento provisto del apilamiento también debe poder ser modulable y relativamente alta, según se pueda usar el acristalamiento como techo solar, como luneta trasera o bien como cristal lateral en un vehículo automóvil.

5 Según otro aspecto que también debe tenerse en cuenta en ciertas aplicaciones, cuando están asociados con el sustrato de vidrio, los revestimientos además deben ser también estéticamente agradables, es decir, que el acristalamiento provisto de su apilamiento debe presentar una colorimetría, en especial en transmisión y reflexión interna suficientemente neutra para no molestar a los usuarios, o alternativamente un tono azul o bien verde (para edificio). En el sentido de la presente invención, por color neutro o tono azul, se entiende más en particular, en el sistema de colorimetría CIE LAB ( $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$ ) valores del coeficiente  $b^*$  cercanos a 0 o inferiores a 0. En particular, se deben evitar valores positivos del coeficiente  $b^*$  que se traducen en un color amarillo del acristalamiento, más en particular en el campo de los automóviles.

10 Cualquiera que sea la cara del acristalamiento, este tono debe ser duradero y uniforme en toda la superficie del acristalamiento, en particular si el apilamiento de capas se somete a un tratamiento térmico durante o después de su ciclo de fabricación. La resolución de dicho problema de una conservación duradera de la misma colorimetría en toda la superficie del vidrio es importante cuando el apilamiento de capas se deposita sobre un acristalamiento simple, en especial en su cara 2, es decir, la cara prevista para volver hacia el interior del habitáculo o el edificio. Obligatoriamente, estos acristalamientos provistos de apilamientos funcionales deben así poder someterse a un tratamiento térmico de tipo templado, recocido o bien curvado, sin variación significativa de sus propiedades ópticas y sin degradación de sus propiedades iniciales de aislamiento térmico. En particular, después del tratamiento térmico los acristalamientos provistos de capas según la invención deben presentar una transmisión luminosa sustancialmente constante, presentar una emisividad lo más pequeña y lo más constante posible y una colorimetría sustancialmente inalterada.

15 El objeto de la presente invención es proporcionar un apilamiento de capas delgadas resistentes al agrietamiento durante las diferentes fases de un tratamiento térmico que pueden incluir en especial una conformación del acristalamiento (curvado) y cuyas cualidades no se degraden durante dicho tratamiento, siendo esencialmente las cualidades a preservar los rendimientos de filtrado de la radiación solar (medidos por el coeficiente de emisividad normal  $\epsilon_n$ ) y las características ópticas tales como la intensidad de la transmisión luminosa, la reflexión de la luz baja o incluso los colores. En particular, en una aplicación de edificios, la exigencia de conservar el color es aún más importante si, dentro de una misma fachada, los acristalamientos que se han sometido a un tratamiento térmico deben colocarse cerca de acristalamientos que no se han sometidos a dicho tratamiento.

20 Los apilamientos más eficientes actualmente comercializadas para resolver los problemas anteriores incorporan una capa metálica de tipo plata que funciona esencialmente en el modo de reflexión de una parte mayoritaria de la radiación IR (infrarroja) incidente. Por lo tanto, estos apilamientos se usan principalmente como acristalamientos de tipo bajo emisivos (o low-e en inglés) para el aislamiento térmico de edificios. Sin embargo, estas capas son muy sensibles a la humedad y, por lo tanto, se usan exclusivamente en los acristalamientos dobles, en la cara 2 o 3 de estos, para que estén protegidos de la humedad. Por lo tanto, no se pueden depositar dichas capas sobre acristalamientos simples (también llamados monolíticos). Los apilamientos según la invención no comprenden dichas capas de tipo plata, o bien de tipo oro, platino o bien cobre. De forma más general, los apilamientos según la invención no contienen dichos metales preciosos, o en tal caso en cantidades muy insignificantes, en especial en forma de impurezas inevitables.

25 También se han descrito en el campo otras capas metálicas con función antisolar, que comprenden capas funcionales de tipo Nb metálico o nitrurado, como se describe, por ejemplo, en la solicitud WO 01/21540. Dentro de dichas capas, la radiación solar es absorbida y reflejada de manera no selectiva por la capa funcional que comprende niobio. Se propone más en particular en la solicitud de patente WO 01/21540 A1 un sustrato transparente provisto de un apilamiento de capas delgadas compuestas de una capa funcional de metal (Nb, Ta, Zr) o nitruro de este metal y una capa superior de nitruro u oxinitruro de aluminio y/o nitruro u oxinitruro de silicio. Esta solución es relativamente satisfactoria ya que el apilamiento se considera curvable y/o templable sin la aparición de grietas en el revestimiento. Después del tratamiento térmico, parece así mecánicamente resistente a la vez que conserva buenas características ópticas. Sin embargo, si se desea obtener acristalamientos cuya emisividad sea menor, es necesario aumentar el espesor de la capa funcional, lo que tiene el inconveniente de aumentar también la reflexión de la luz, en particular en el interior del edificio o automóvil. El apilamiento de capas delgadas puede entonces reflejar fuertemente la radiación de luz procedente del interior del edificio y perjudicar la visión hacia el exterior.

30 La solicitud de patente EP 747 329 A1 describe apilamientos que comprenden capas funcionales a base de níquel. Se describen en especial apilamientos de capas que comprenden dos capas funcionales (véanse en particular los ejemplos 18-19 en la tabla de la página 10 de esta publicación). Las dos capas metálicas están separadas por una capa de material dieléctrico de nitruro de silicio, llamada capa intermedia, que se indica que tiene un espesor comprendido entre 50 y 120 nm (véase la tabla en la página 7 de la publicación) para obtener las propiedades deseadas. Sin embargo, las pruebas realizadas por los autores de la invención (y descritas en el resto de la descripción) han demostrado que dichos apilamientos no eran suficientemente resistentes a ciertos tratamientos térmicos, en especial aquellos que se realizan en las condiciones más duras, en particular si el acristalamiento debe someterse a conformado tal como un curvado

35 Los revestimientos se depositan convencionalmente por técnicas de deposición de tipo pulverización en vacío asistida

por campo magnético de un cátodo del material o un precursor del material que se va a depositar, denominada a menudo en la materia técnica de pulverización con magnetrón. Dicha técnica se usa actualmente de forma convencional, en especial cuando el revestimiento que se va a depositar está compuesto de un apilamiento más complejo de capas sucesivas de espesores de unos pocos nanómetros o unas pocas decenas de nanómetros.

- 5 Como se ha indicado previamente, el hecho de que las capas se depositen sobre el sustrato de vidrio antes de su tratamiento térmico puede conllevar su deterioro (en forma de grietas) y una modificación significativa de sus propiedades de aislamiento térmico y/u ópticas. Al contrario, depositar las capas después del tratamiento térmico del vidrio resulta complejo y costoso. Como se ha descrito previamente, es por lo tanto indispensable ofrecer acristalamientos provistos de apilamientos de capas que puedan someterse a dichos tratamientos térmicos sin una  
10 variación significativa de sus propiedades iniciales (mecánicas y ópticas). Idealmente y en especial en el campo de los edificios, también es útil disponer de un producto "para templar" o "templable", a elección del cliente, de modo que se le pueda asegurar que las propiedades en especial ópticas del acristalamiento se mantendrán sustancialmente iguales, tenga que someterse o no a templado para mejorar las propiedades mecánicas de resistencia al impacto. Por lo tanto, se pueden presentar en una misma fachada acristalamientos templados y no templados, sin que la diferencia sea perceptible.  
15

El objeto de la presente invención es, por lo tanto, el desarrollo de nuevos apilamientos de capas delgadas que actúan sobre la radiación solar con el fin de fabricar acristalamientos de control solar, que tengan una capacidad mejorada para resistir los tratamientos térmicos (en especial de tipo de curvado y/o templado) realizados en el sustrato de vidrio portador de dicha apilamiento.

- 20 Más en particular, el objeto de la presente invención es principalmente ofrecer un acristalamiento que presente propiedades antisolares y/o de aislamiento térmico y que pueda someterse a un tratamiento térmico, en especial de tipo templado, sin la aparición de grietas.

La presente invención se refiere en primer lugar a un acristalamiento con propiedad de control solar que comprende al menos un sustrato de vidrio, estando provisto dicho sustrato de un apilamiento de capas, comprendiendo el  
25 apilamiento al menos dos capas compuestas esencialmente de níquel, opcionalmente nitrurado. Dicho apilamiento no contiene capas de metales preciosos, en particular plata u oro, y cada una de dichas al menos dos capas está separada en el apilamiento de la siguiente por una capa intermedia de un material dieléctrico o por un conjunto de capas intermedias de material dieléctrico. Según la invención, el espesor de la capa intermedia o el espesor acumulado del conjunto de capas intermedias está comprendido entre 5 y 45 nm.

- 30 Según realizaciones preferidas de la presente invención, que por supuesto llegado el caso se pueden combinar entre ellas:

- El apilamiento comprende dos capas compuestas esencialmente de níquel, opcionalmente nitrurado.

- El espesor de la capa intermedia o el espesor acumulado de las capas intermedias está comprendido entre 8 y 40 nm, preferiblemente el espesor de la capa intermedia o el espesor acumulado de las capas intermedias está  
35 comprendido entre 8 y 20 nm.

- Según una primera alternativa, dichas capas están compuestas esencialmente de níquel. Por ejemplo, dichas capas están constituidas de níquel e impurezas inevitables.

- Según otra alternativa, las capas están compuestas esencialmente de níquel nitrurado, es decir, que la capa de níquel también comprende átomos de nitrógeno, en una proporción no obstante limitada, preferiblemente según una  
40 relación atómica Ni/N superior o igual a 2 y más preferiblemente todavía según una relación atómica Ni/N superior o igual a 3. En particular, según este modo, dichas capas pueden estar compuestas únicamente de níquel y nitrógeno, preferiblemente en las proporciones relativas descritas previamente, e impurezas inevitables.

- El espesor acumulado de las capas de níquel (opcionalmente nitrurado) está comprendido preferiblemente entre 6 y 60 nm, y muy preferiblemente el espesor acumulado de las capas de níquel opcionalmente nitrurado está comprendido  
45 entre 10 y 40 nm.

- El apilamiento además comprende al menos una capa inferior de material dieléctrico en contacto con el sustrato y una capa superior de material dieléctrico en la posición más externa del apilamiento, con respecto a dicho sustrato.

- Según una apilamiento preferido, el revestimiento comprende la siguiente sucesión de capas, a partir de la superficie del sustrato:

- 50 - al menos una capa inferior de un material dieléctrico,  
- una primera capa compuesta de níquel opcionalmente nitrurado, con un espesor físico comprendido entre 3 nm y 30 nm, preferiblemente de espesor físico comprendido entre 5 y 20 nm,  
- una capa intermedia o un conjunto de capas intermedias, compuestas de material dieléctrico, de espesor

## ES 2 770 427 T3

acumulado comprendido entre 5 y 45 nm,

- una segunda capa compuesta de níquel opcionalmente nitrurado, de espesor físico comprendido entre 3 nm y 30 nm, preferiblemente de espesor físico comprendido entre 5 y 20 nm,
- al menos una capa superior de un material dieléctrico.

5 - La capa intermedia es única y presenta un espesor físico comprendido entre 5 y 45 nm, preferiblemente la capa intermedia es única y presenta un espesor físico comprendido entre 8 y 40 nm.

10 - La capa única es una capa de un material seleccionado entre un nitruro de silicio, un nitruro de aluminio, un óxido de estaño, un óxido mixto de cinc o estaño, un óxido de silicio, un óxido de titanio, un oxinitruro de silicio. En el sentido de la presente invención, se entiende por material en (o de) nitruro de silicio, óxido de estaño, óxido mixto de cinc y estaño, óxido de silicio, óxido de titanio, oxinitruro de silicio, un material compuesto esencialmente de dicho compuesto, pero que no obstante también puede contener otros elementos minoritarios, en particular en sustitución de cationes, en particular para favorecer la deposición en forma de capas delgadas por las técnicas habituales de pulverización con magnetrón. A modo de ejemplo, las capas según la presente invención de nitruro de silicio o de oxinitruro de silicio, o incluso de óxido de silicio, en especial las depositadas por magnetrón, comprenden lo más a menudo elementos del tipo Al, Zr, B, etc., en proporciones que pueden llegar, por ejemplo, hasta 10% en átomos, en función del contenido de la capa de silicio. De manera similar, las capas de óxido de titanio pueden comprender, en sustitución del titanio, otros cationes metálicos tales como circonio, sin salirse del alcance de la presente invención.

15 - La capa superior y/o la capa inferior están compuestas esencialmente de un material seleccionado entre un nitruro de silicio, un nitruro de aluminio, un óxido de estaño, un óxido mixto de cinc o estaño, un óxido de silicio, un óxido de titanio, un oxinitruro de silicio.

20 - El apilamiento comprende una primera capa superior de nitruro de silicio de espesor comprendido entre 5 y 150 nm, preferiblemente entre 30 y 70 nm, de nitruro de silicio, y una segunda capa superior encima de la primera, de espesor comprendido entre 1 y 10 nm, seleccionada de un óxido de estaño, un óxido mixto de cinc o estaño, un óxido de silicio, un óxido de titanio, un oxinitruro de silicio.

25 - El apilamiento comprende la sucesión de las siguientes capas, a partir de la superficie del sustrato:

- una capa inferior de espesor comprendido entre 20 y 60 nm de nitruro de silicio,
- una primera capa compuesta esencialmente de níquel, opcionalmente nitrurado, de espesor físico comprendido entre 3 nm y 30 nm, preferiblemente de espesor físico entre 5 y 20 nm,

30 - una capa intermedia o un conjunto de capas intermedias de espesor acumulado comprendido entre 5 y 45 nm, de las cuales al menos una capa de un material seleccionado entre un nitruro de silicio, un nitruro de aluminio, un óxido de estaño, un óxido mixto de cinc o estaño, un óxido de silicio, un óxido de titanio, un oxinitruro de silicio, preferiblemente una capa intermedia única de nitruro de silicio,

- una segunda capa compuesta esencialmente de níquel, opcionalmente nitrurado, de espesor físico comprendido entre 3 nm y 30 nm, preferiblemente de espesor físico comprendido entre 5 y 20 nm,

35 - una capa superior de espesor comprendido entre 5 y 150 nm, preferiblemente entre 30 y 70 nm, de nitruro de silicio.

40 - El apilamiento comprende además capas metálicas protectoras de las capas de níquel opcionalmente nitrurado, en particular seleccionadas del grupo que consiste en Ti, Mo, Al o una aleación que comprende al menos uno de estos elementos, estando dispuestas dichas capas en contacto y por encima y por debajo de las capas compuestas esencialmente de níquel, opcionalmente nitrurado, teniendo cada capa metálica protectora un espesor físico inferior a 2 nm.

El acristalamiento según la invención puede ser un acristalamiento simple en el que el apilamiento de capas delgadas está dispuesto en la cara 2 del acristalamiento simple, numerando las caras del sustrato desde el exterior hacia el interior del edificio o habitáculo que equipa.

45 Según otra realización, en especial para uso en el campo del automóvil, el acristalamiento según la invención puede ser un acristalamiento laminado, que comprende dos sustratos de vidrio ensamblados por una lámina termoplástica, estando provisto dicho acristalamiento de un apilamiento de capas tal como se ha descrito previamente sobre la cara del sustrato hacia el interior del edificio o habitáculo que equipa.

La invención también se refiere a un acristalamiento como se ha descrito previamente, del tipo térmicamente templado y/o curvado.

50 Finalmente, la invención también se refiere al apilamiento de capas como se ha descrito previamente.

En particular, en dicho apilamiento (o acristalamiento), todas las capas funcionales, en el sentido descrito

anteriormente, están compuestas esencialmente de níquel opcionalmente nitrurado, tal como se ha descrito previamente.

Un procedimiento de fabricación de dicho acristalamiento comprende, por ejemplo, al menos las siguientes etapas:

- se introduce un sustrato de vidrio en un dispositivo de pulverización catódica,
- 5 - en un primer compartimento se deposita al menos una capa inferior de un material dieléctrico,
- en un compartimento posterior, se pulveriza un blanco de níquel mediante un plasma generado a partir de un gas neutro tal como argón, que comprende opcionalmente nitrógeno,
- en un compartimento posterior se deposita al menos una capa intermedia de un material dieléctrico,
- 10 - en un compartimento posterior, se pulveriza un blanco de níquel mediante un plasma generado a partir de un gas neutro tal como argón, que comprende opcionalmente nitrógeno,
- en un compartimento posterior, se deposita al menos una capa superior de un material dieléctrico.

Por las expresiones "capa inferior" y "capa superior", en la presente descripción se hace referencia a la posición respectiva de dichas capas con respecto a la capa o capas funcionales en el apilamiento, estando dicho apilamiento soportado por el sustrato de vidrio.

- 15 En particular, cuando el apilamiento contiene una capa inferior única y una capa superior única, la capa inferior es la capa en contacto con el sustrato de vidrio y la capa superior es la capa más externa del apilamiento, alejada del sustrato.

Por la expresión "capa intermedia" se indica la o las capas dispuestas entre dos capas funcionales (níquel opcionalmente nitrurado).

- 20 Por espesor físico (o geométrico) se entiende en el sentido de la presente invención el espesor real de la capa, tal como pueda medirse en particular mediante técnicas convencionales de microscopía electrónica.

La invención y sus ventajas se describen con más detalle, a continuación, mediante los siguientes ejemplos no limitantes, según la invención y comparativos. En todos los ejemplos y en la descripción, a menos que se especifique lo contrario, los espesores dados son físicos.

- 25 Todos los sustratos son de vidrio transparente de 2 mm de espesor de tipo Planilux comercializado por Saint-Gobain Glass Francia.

Todas las capas se depositan de manera conocida por pulverización catódica asistida por campo magnético (a menudo llamada magnetrón).

- 30 De una manera conocida, las diferentes capas sucesivas se depositan en los compartimentos sucesivos del dispositivo de pulverización catódica, estando provisto cada compartimento de un blanco metálico específico de Si, Ni, seleccionado para el depósito de una capa específica del apilamiento.

De forma más precisa, las capas de nitruro de silicio se depositan en un primer compartimento del dispositivo a partir de un blanco de silicio metálico (dopado con 8% en peso de aluminio), en una atmósfera reactiva que contiene nitrógeno. Las capas de nitruro de silicio, por lo tanto, también contienen aluminio.

- 35 En los siguientes ejemplos, el sustrato de vidrio se ha recubierto así sucesivamente de una apilamiento de capas que comprenden dos capas funcionales de Ni y de capa inferior, capa superior y capa intermedia de nitruro de silicio (indicado por comodidad Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> más adelante incluso si la estequiometría real de la capa no es necesariamente esta).

Ejemplo 1 (según la invención)

- 40 Las condiciones de deposición se ajustaron según técnicas convencionales para una deposición por magnetrón (por ejemplo del tipo de las descritas en la solicitud EP 0 747 329 A1) para obtener una apilamiento que responde a la siguiente secuencia:

Sustrato de vidrio /	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> /	Ni /	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> /	Ni /	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>
(Espesor)	30 nm	8 nm	10 nm	7 nm	55 nm

- 45 Para la deposición de capas de níquel, la presión total del gas (argón) se fija en 3 µbar en el compartimento de deposición, la potencia aplicada al blanco de níquel metálico es del orden de 500 vatios. Para la deposición de capas de nitruro de silicio, la presión total del gas (50% Ar, 50% N<sub>2</sub> en volumen) se fija en 1,5 µbar en el compartimento de deposición, siendo la potencia aplicada al blanco de níquel metálico del orden de 2000 vatios.

# ES 2 770 427 T3

El acristalamiento se somete a continuación a un tratamiento térmico que consiste en un calentamiento a 650°C durante 8 minutos seguido de templado.

A- Medición de las características de los acristalamientos antes y después del tratamiento térmico.

5 Las características térmicas, ópticas y colorimétricas de los acristalamientos se midieron según los siguientes principios y normas:

1º) Propiedades ópticas y colorimétricas:

Las mediciones se realizan conforme a la norma europea ISO 9050 (2003).

De forma más precisa :

- la transmisión luminosa  $T_L$  y la reflexión de luz interna  $R_{Lint}$  se miden según el iluminante  $D_{65}$ ,
- 10 - el color se mide en el acristalamiento monolítico, según las coordenadas colorimétricas  $a^*$ ,  $b^*$  y en la transmisión según el modelo de colorimetría ( $L$ ,  $a^*$ ,  $b^*$ ), ya sea en transmisión o en reflexión interna.

2º) Propiedades térmicas:

15 Las propiedades de aislamiento térmico del acristalamiento se evalúan por la determinación de la emisividad a una incidencia normal  $\epsilon_n$  medida en la cara interior del sustrato recubierto con el apilamiento de capas, según las condiciones descritas en la norma ISO 10292 (1994), anexo A.

Los valores de transmisión luminosa  $T_L$ , reflexión de  $R_{Lint}$ , los coeficientes colorimétricos  $a^*$ ,  $b^*$  y la emisividad normal  $\epsilon_n$  (en porcentajes) se miden para el acristalamiento provisto del apilamiento primero a la salida de la línea del magnetron y después tras el tratamiento térmico que consiste en un calentamiento a 620°C durante 10 minutos seguido de templado.

20 B- Resultados

Los resultados obtenidos para el acristalamiento según el ejemplo 1 se reúnen en la siguiente tabla 1:

Tabla 1

Antes de templado					Después de templado				
$R_L$	$T_L$	$a^*_T$	$b^*_T$	$\epsilon_n$	$R_L$	$T_L$	$a^*_T$	$b^*_T$	$\epsilon_n$
3,2	32	-3,7	0,2	21	3,9	31	-3,7	-0,8	16

25 Los datos dados en la tabla 1 muestran que el acristalamiento según el ejemplo 1 presenta una disminución de la emisividad normal después de haberse sometido al tratamiento térmico. Además, el acristalamiento según la invención se caracteriza por una emisividad relativamente baja a la vez que conserva una transmisión luminosa relativamente alta, permaneciendo la reflexión de la luz sustancialmente igual o ligeramente superior a la del vidrio desnudo.

30 Los datos dados en la tabla 1 también indican la colorimetría de los acristalamientos provistos de los apilamientos según la invención: los parámetros  $a^*_T$  y  $b^*_T$  según el ejemplo 1 son relativamente pequeños. Dichas propiedades colorimétricas implican un color neutro o azul-verde poco intenso de los acristalamientos, tal como se busca actualmente en el campo de los edificios. El coeficiente medido en reflexión interna (lado de la capa) es igual a  $b^*_{RLint} = -33$ , lo que confiere al acristalamiento un color también azul en reflexión en el interior del habitáculo, muy buscado en los acristalamientos de automóviles.

Ejemplo 2 a 5:

35 En estos ejemplos, se deposita sobre el mismo sustrato de vidrio que el usado para el ejemplo 1 y según las mismas técnicas, diferentes apilamientos cuya constitución es idéntica, excepto el espesor (indicado X) de la capa intermedia.

De forma más precisa, todos los apilamientos corresponden a la siguiente secuencia:

40 Sustrato de vidrio /  $Si_3N_4$  / Ni /  $Si_3N_4$  / Ni /  $Si_3N_4$   
(Espesor) 30 nm 8 nm X nm 7 nm 55 nm

La Tabla 2 a continuación indica para cada ejemplo el espesor X de la capa intermedia de nitruro de silicio:

Tabla 2

Ejemplo	2	3	4	5
Espesor X (nm)	10	30	50	80
Resistencia al agrietamiento	+	=	-	--

Los ejemplos 2 y 3 están de acuerdo con el objeto de la presente invención, los acristalamientos según los ejemplos 4 y 5 son comparativos.

- 5 Los acristalamientos provistos de apilamientos según los ejemplos 2 a 5 se someten a un tratamiento de curvado cuyas características se dan a continuación:

El acristalamiento se calienta durante 7 minutos a 650°C y se realiza un curvado gravitacional sobre el acristalamiento (apilamiento hacia abajo).

- 10 Los acristalamientos se inspeccionan visualmente y con microscopio óptico después del tratamiento de curvado y se cuenta el número de grietas en la parte central del acristalamiento sometido a las tensiones mecánicas más fuertes.

Los resultados se dan en la tabla 2 anterior en la que:

- el signo (+) indica la ausencia de grietas observables en la muestra,

- el signo (=) indica la presencia de algunas grietas superficiales solo observables con microscopio óptico en la muestra,

- 15 - el signo (-) indica la presencia de grietas observables con microscopio óptico y algunas grietas visibles a simple vista en la muestra,

- el signo (-- ) indica la presencia de grietas profundas visibles a simple vista en la muestra.

- 20 Se ve en la tabla 2 que el grado de agrietamiento observado en los revestimientos es claramente función del espesor de la capa intermedia presente entre dos capas funcionales. La resistencia al agrietamiento del apilamiento parece inversamente proporcional al espesor de dicha capa. Dicho resultado parece inesperado, especialmente en vista de la enseñanza descrita en la solicitud EP 747 329 A1 citada anteriormente.

- 25 Se ha medido también en los acristalamientos de los ejemplos 2 y 5, el coeficiente  $b^*_{RLint}$  en reflexión interna (lado de la capa) para evaluar la colorimetría percibida del acristalamiento, en el lado del habitáculo. Es igual a  $b^*_{RLint} = -27$  para el acristalamiento según el ejemplo 2 según la invención, lo que confiere al acristalamiento del lado de la capa el color azul buscado en los acristalamientos para automóviles. Es igual a  $b^*_{RLint} = +7$  para el acristalamiento según el ejemplo comparativo 5, que confiere al acristalamiento en el lado de la capa esta vez una coloración amarilla indeseable.



**REIVINDICACIONES**

- 5 1. Acristalamiento con propiedad de control solar que comprende al menos un sustrato de vidrio provisto de un apilamiento de capas, caracterizándose dicho acristalamiento por que el apilamiento comprende al menos dos capas compuestas esencialmente de níquel opcionalmente nitrurado, no conteniendo dicho apilamiento capas de metales preciosos, en particular de plata o de oro, en el que cada una de dichas capas está separada en el apilamiento de la siguiente por una capa intermedia de un material dieléctrico o por un conjunto de capas intermedias de material dieléctrico, estando comprendido el espesor de la capa intermedia o el espesor acumulado del conjunto de capas intermedias entre 5 y 45 nm.
- 10 2. Acristalamiento según la reivindicación 1, en el que el espesor de la capa intermedia o el espesor acumulado de las capas intermedias está comprendido entre 8 y 40 nm, preferiblemente comprendido entre 8 y 20 nm.
3. Acristalamiento según una de las reivindicaciones precedentes, en el que dichas al menos dos capas están compuestas esencialmente de níquel.
4. Acristalamiento según una de las reivindicaciones 1 o 2, en el que dichas al menos dos capas están compuestas esencialmente de níquel y nitrógeno, siendo la relación de Ni/N en dichas capas mayor o igual a 2.
- 15 5. Acristalamiento según una de las reivindicaciones 1 o 2, en el que dichas al menos dos capas están compuestas esencialmente de níquel y nitrógeno, siendo la relación de Ni/N en dichas capas mayor o igual a 3.
6. Acristalamiento según una de las reivindicaciones precedentes, en el que el espesor acumulado de las capas compuestas esencialmente de níquel opcionalmente nitrurado está comprendido entre 6 y 60 nm, preferiblemente entre 10 y 40 nm.
- 20 7. Acristalamiento según una de las reivindicaciones precedentes, en el que el apilamiento comprende además al menos una capa inferior de material dieléctrico en contacto con el sustrato y una capa superior de material dieléctrico, en la posición más externa del apilamiento, con respecto a dicho sustrato.
8. Acristalamiento según una de las reivindicaciones precedentes, en el que dicho revestimiento comprende la siguiente sucesión de capas, a partir de la superficie del sustrato:
  - 25 - al menos una capa inferior de un material dieléctrico,
  - una primera capa compuesta esencialmente de níquel opcionalmente nitrurado, de espesor físico comprendido entre 3 nm y 30 nm,
  - una capa intermedia de espesor comprendido entre 5 y 45 nm o un conjunto de capas intermedias, compuestas de material dieléctrico, de espesor acumulado comprendido entre 5 y 45 nm,
  - 30 - una segunda capa compuesta esencialmente de níquel opcionalmente nitrurado, de espesor físico comprendido entre 3 nm y 30 nm,
  - al menos una capa superior de un material dieléctrico.
9. Acristalamiento según una de las reivindicaciones precedentes, en el que la capa intermedia es única y presenta un espesor físico comprendido entre 5 y 45 nm, preferiblemente un espesor físico comprendido entre 8 y 40 nm.
- 35 10. Acristalamiento según una de las reivindicaciones precedentes, en el que la o las capas intermedias son de un material seleccionado entre un nitruro de silicio, un nitruro de aluminio, un óxido de estaño, un óxido mixto de cinc y estaño, un óxido de silicio, un óxido de titanio, un oxinitruro de silicio.
- 40 11. Acristalamiento según una de las reivindicaciones precedentes, en el que la capa superior y/o la capa inferior están compuestas esencialmente de un material seleccionado entre un nitruro de silicio, un nitruro de aluminio, un óxido de estaño, un óxido mixto de cinc o estaño, un óxido de silicio, un óxido de titanio, un oxinitruro de silicio.
12. Acristalamiento según una de las reivindicaciones precedentes, en el que el apilamiento comprende la siguiente sucesión de capas, a partir de la superficie del sustrato:
  - una capa inferior de espesor comprendido entre 20 y 60 nm de nitruro de silicio,
  - una primera capa compuesta esencialmente de níquel opcionalmente nitrurado, de espesor físico comprendido
  - 45 entre 3 nm y 30 nm, preferiblemente de espesor físico comprendido entre 5 y 20 nm,
  - una capa intermedia o un conjunto de capas intermedias de espesor acumulado comprendido entre 5 y 45 nm, de las cuales al menos una capa de un material seleccionado entre un nitruro de silicio, un nitruro de aluminio, un óxido de estaño, un óxido mixto de cinc o estaño, un óxido de silicio, un óxido de titanio, un oxinitruro de silicio, preferiblemente una capa intermedia única de nitruro de silicio,

## ES 2 770 427 T3

- una segunda capa compuesta esencialmente de níquel opcionalmente nitrurado, de espesor físico comprendido entre 3 nm y 30 nm, preferiblemente de espesor físico comprendido entre 5 y 20 nm,

- una capa superior de espesor comprendido entre 5 y 150 nm de nitruro de silicio.

5 13. Acristalamiento según una de las reivindicaciones precedentes, en el que el apilamiento comprende además capas metálicas protectoras de las capas de níquel opcionalmente nitruradas, en particular seleccionadas del grupo compuesto de Ti, Mo, Al o una aleación que comprende al menos uno de estos elementos, estando dispuestas dichas capas en contacto y encima y debajo de las capas compuestas esencialmente de níquel opcionalmente nitrurado, teniendo cada capa metálica protectora un espesor físico inferior a 2 nm.

10 14. Acristalamiento simple según una de las reivindicaciones precedentes, estando dispuesto el apilamiento de capas delgadas en la cara 2 del acristalamiento simple, numerando las caras del sustrato del exterior hacia el interior del edificio o el habitáculo que equipa.

15 15. Acristalamiento laminado según una de las reivindicaciones 1 a 13, que comprende dos sustratos de vidrio ensamblados por una lámina termoplástica, estando provisto dicho acristalamiento de dicho apilamiento de capas en la cara del sustrato que mira hacia el interior del edificio o el habitáculo que equipa.

15 16. Acristalamiento según una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que se temple térmicamente y/o curva.

17. Apilamiento de capas como se describe en una de las reivindicaciones 1 a 13.