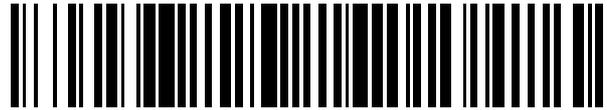


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 791 029**

51 Int. Cl.:

C03C 17/36

(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **27.06.2014 PCT/EP2014/063634**

87 Fecha y número de publicación internacional: **31.12.2014 WO14207171**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **27.06.2014 E 14733191 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **26.02.2020 EP 3013763**

54 Título: **Acrisolamiento antisolar**

30 Prioridad:

27.06.2013 BE 201300453

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

30.10.2020

73 Titular/es:

**AGC GLASS EUROPE (100.0%)
Avenue Jean Monnet, 4
1348 Louvain-La-Neuve, BE**

72 Inventor/es:

**MAHIEU, STIJN;
DI STEFANO, GAËTAN;
HAUPTMANN, MARC y
DUMONT, JACQUES**

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 791 029 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

Acristalamiento antisolar

5 1. Campo de la invención

10 El campo de la invención es el de los acristalamientos de control solar constituidos de un sustrato de vidrio que lleva un apilamiento multicapas, de las cuales al menos una capa delgada confiere dichas propiedades de control solar. A esta capa funcional están asociadas unas capas dieléctricas que tienen como función, especialmente, regular las propiedades de reflexión, de transmisión, de tintado y de protección contra las alteraciones mecánicas o químicas de las propiedades del apilamiento.

15 Más precisamente, la invención se refiere a los acristalamientos destinados a equipar los edificios, pero también los vehículos automóviles. Según estas utilizaciones, algunas propiedades requeridas pueden diferir.

20 Las funcionalidades de los acristalamientos de control solar son múltiples. Se refieren especialmente a la prevención del calentamiento del interior del habitáculo de un vehículo automóvil, en particular frente a la radiación solar que atraviesa un techo transparente, o de un edificio expuesto a la radiación solar cuando ésta es suficientemente intensa. Según algunas formas de realización, esta prevención del calentamiento se puede obtener manteniendo al mismo tiempo una transmisión luminosa apropiada.

25 En el caso, especialmente, de los acristalamientos para edificios, pero también para el automóvil, se demanda cada vez más frecuentemente que sean susceptibles de soportar unos tratamientos térmicos sin que su color, especialmente en reflexión, sea modificado de manera sensible. El objetivo es poder disponer lado a lado de unos acristalamientos tratados térmicamente y de otros que no lo han sido, sin que sean manifiestas diferencias de color.

30 A continuación en la descripción, las propiedades ópticas se definen para unos acristalamientos cuyo sustrato es de vidrio "float" ordinario claro de 4 mm de grosor. La elección del sustrato influye muy evidentemente estas propiedades. Para el vidrio claro ordinario, la transmisión luminosa en 4 mm, en ausencia de capa, se sitúa a aproximadamente el 90% y la reflexión al 8%, medida con una fuente conforme al iluminante "luz del día" normalizado D65 por la CIE, y bajo un ángulo sólido de 2°. Las mediciones energéticas, por su parte, se realizan según la norma EN 410.

35 Mediante el término "vidrio" se entiende designar un vidrio inorgánico. Se entiende por ello un vidrio de grosor al menos superior o igual a 0,5 mm y como máximo inferior o igual a 20,0 mm, preferiblemente al menos superior o igual a 1,5 mm y, como máximo, inferior o igual a 10,0 mm, que comprende silicio como uno de los constituyentes indispensables de la materia vítrea. Para algunas aplicaciones, el grosor puede ser, por ejemplo, de 1,5 o 1,6 mm, o de 2 o 2,1 mm. Para otras aplicaciones será por ejemplo de aproximadamente 4 o 6 mm. Se prefieren los vidrios silico-sodocálcicos claros, extra-claros o coloreados en masa o en superficie.

40 La presencia de un apilamiento multicapas puede plantear problemas de color. Lo más frecuentemente, el mercado demanda que los acristalamientos ofrezcan, tanto en transmisión como en reflexión, una coloración tan neutra como sea posible y, por lo tanto, de apariencia gris. También son posibles unas coloraciones ligeramente verdes o azuladas. Sin embargo, a veces se demandan también unos tintados claramente más pronunciados, por ejemplo azul o verde, para satisfacer criterios estéticos particulares. Los apilamientos multicapas, y en particular las naturalezas, índices y grosor de las capas dieléctricas que encuadran las capas funcionales, se seleccionan especialmente para controlar estas coloraciones.

45 Los acristalamientos de automóviles, en teoría, pueden ser múltiples para conferirles una mejor propiedad de aislamiento, especialmente térmico. De hecho, estas realizaciones son excepcionales. La inmensa mayoría de estos acristalamientos está constituida de acristalamientos únicos, o monolíticos o en laminado. El apilamiento multicapas puede estar sobre una cara que no está protegida de solicitaciones mecánicas o químicas. Los apilamientos en cuestión deben, por lo tanto, presentar una muy buena resistencia a estas posibles agresiones.

50 En la práctica, para limitar los riesgos de alteración, los apilamientos multicapas están normalmente sobre la cara del acristalamiento girada hacia el habitáculo. Pero, incluso en esta posición, deben ofrecer una muy buena resistencia mecánica.

55 Los sistemas de capas según la invención deben también prestarse a las conformaciones de los acristalamientos. Los utilizados en los vehículos son especialmente objeto de tratamientos térmicos durante la conformación, especialmente del curvado de las láminas de vidrio, o también durante el templado destinado a conferirles especialmente unas propiedades mecánicas reforzadas. Las capas utilizadas según la invención deben soportar estos tratamientos sin que sus propiedades se degraden. Unos tratamientos de este tipo imponen unas temperaturas que superan los 600°C durante una decena de minutos. Sometidas a estas temperaturas, las capas deben conservar sus cualidades y propiedades.

65

El aspecto estético reviste también una gran importancia comercial para los acristalamientos de protección solar. En efecto, no sólo se demanda que el acristalamiento posea unas propiedades térmicas antisolares, sino que se demanda también que participe en la calidad estética del conjunto al que pertenece. Estos criterios estéticos pueden, a veces, generar unas situaciones un poco conflictivas con la obtención de las mejores propiedades térmicas buscadas.

2. Soluciones de la técnica anterior.

La técnica anterior propone unos acristalamientos antisolares que comprenden una capa que absorbe la radiación solar rodeada de capas dieléctricas.

La solicitud de patente EP 779 255 A1 describe un sustrato de vidrio revestido de una capa que absorbe la radiación solar de NiCr rodeada de capas dieléctricas Si_3N_4 que puede soportar un tratamiento térmico a temperatura elevada.

La patente US 6,852,419 B2 describe un acristalamiento antisolar que comprende un apilamiento formado de una capa que absorbe la radiación solar de NbCrNx rodeada de revestimientos dieléctricos Si_3N_4 . Este apilamiento es capaz de soportar un tratamiento térmico a temperatura elevada.

La solicitud de patente FR 2 869 606 A1 describe un acristalamiento antisolar que comprende un apilamiento formado de una capa que absorbe la radiación solar de Nb rodeada de revestimientos dieléctricos Si_3N_4 . El apilamiento puede también soportar un tratamiento térmico a temperatura elevada. El documento WO02012095380 describe unos acristalamientos de control solar que comprenden unas secuencias de capas de tipo: 1ª dieléctrica/capa funcional absorbente a base de $\text{W}/2^{\text{a}}$ dieléctrica. El documento US20060046089 se refiere a acristalamientos que comprenden una secuencia de capas del tipo: 1ª dieléctrica/capa funcional absorbente/ 2^{a} dieléctrica. El documento FR2799005 se refiere a un acristalamiento de control solar que lleva una secuencia de capas de tipo: 1ª dieléctrica/capa funcional absorbente/ 2^{a} dieléctrica opcional.

Las proposiciones anteriores responden en parte al menos a las exigencias de la utilización considerada de los acristalamientos según la invención, en particular a las propiedades térmicas antisolares. Sin embargo, su propiedad estética debe todavía mejorarse para satisfacer algunas demandas comerciales.

3. Objetivos de la invención

La invención tiene especialmente por objetivo paliar este inconveniente de la técnica anterior.

Más precisamente, un objetivo de la invención es proporcionar un acristalamiento provisto de un apilamiento multicapas con propiedad antisolar que proporciona, además, un aspecto estético favorable al conjunto en el que se instala, y que sea de fabricación simple y poco costosa, especialmente con un mínimo de capas.

Un objetivo de la invención, en al menos uno de sus modos de realización, es también proporcionar un acristalamiento provisto de un apilamiento multicapas con propiedades antisolar y estética que sea apto para sufrir un tratamiento térmico a temperatura elevada, de tipo templado y/o curvado, preferentemente sin modificación significativa de su tintado, en particular en reflexión en el lado del sustrato, de tal manera que un acristalamiento no tratado térmicamente pueda yuxtaponerse con su versión tratada térmicamente sin que un observador pueda detectar una diferencia significativa del aspecto estético global.

La invención, en al menos uno de sus modos de realización, tiene también como objetivo, proporcionar un acristalamiento provisto de un apilamiento multicapas que presente una buena estabilidad desde el punto de vista térmico, químico y mecánico.

La invención, en al menos uno de sus modos de realización, tiene también como objetivo proporcionar un acristalamiento cuyo apilamiento multicapas pueda colocarse en posición externa sin tener obligatoriamente que protegerse del entorno externo por otro sustrato.

4. Exposición de la invención

La invención se refiere a un acristalamiento transparente de control solar que comprende, en al menos una de las caras de un sustrato de vidrio, un apilamiento multicapas transparente que comprende una capa que absorbe la radiación solar de al menos 3 nm de grosor geométrico y un primer y un segundo revestimientos dieléctricos que encuadran dicha capa que absorbe la radiación solar, caracterizado por que la reflexión luminosa del sustrato de vidrio revestido del apilamiento multicapa medida por el lado del sustrato es de al menos el 20% y es al menos el doble de la reflexión luminosa del sustrato de vidrio revestido del apilamiento multicapa medida por el lado del apilamiento, y por que el tintado en reflexión en el lado sustrato presenta un valor de la coordenada colorimétrica a^* ($L^*a^*b^*$ CIE) inferior a 2 y un valor de la coordenada colorimétrica b^* inferior a 5.

Esta nueva característica que se refiere a la reflexión luminosa va en contra de la práctica corriente, según la cual las reflexiones luminosas no son muy diferentes la una de la otra.

5 Se ha descubierto que esta combinación de característica es ventajosa por que proporciona, de manera sorprendente, un efecto estético apreciable y apreciado, conservando al mismo tiempo una visibilidad suficiente a partir del interior del espacio cerrado por el acristalamiento hacia el exterior y evitando un efecto espejo desagradable visto desde el interior.

10 La capa que absorbe la radiación solar, es decir la capa funcional del apilamiento, tiene un grosor geométrico de al menos 3 nm, preferentemente de al menos 5 nm y ventajosamente de al menos 10 nm. Este grosor juega un papel determinante sobre la transmisión luminosa y el factor solar del acristalamiento. El grosor debe ser suficiente, de al menos 3 nm, para obtener un efecto significativo. Su regulación permite después ajustar las propiedades a los valores deseados.

15 Por "capa que absorbe la radiación solar" se entiende, en la presente invención, una capa formada de un metal o de una aleación metálica, o de un nitruro de metal, o de un nitruro de aleación metálica, que tiene un coeficiente de extinción media, entre 380 nm y 750 nm, superior a 0,8, preferentemente superior a 1,2 y ventajosamente superior a 1,4.

20 Los revestimientos dieléctricos que encuadran la capa que absorbe la radiación solar comprenden, preferentemente, al menos una capa en un material dieléctrico a base de un compuesto seleccionado entre el óxido de silicio, el óxido de aluminio, el nitruro de silicio, el nitruro de aluminio, los nitruros mixtos de aluminio-silicio, el oxinitruro de silicio y el oxinitruro de aluminio.

25 La o las capas que forman el revestimiento de material dieléctrico pueden también ser unas capas dopadas con al menos otro elemento, que contiene hasta aproximadamente como máximo el 10% en peso de este otro elemento, presentando estas últimas unas propiedades dieléctricas que no difieren en la práctica de las capas que consisten en dicho material dieléctrico. Así, por ejemplo, cuando la capa es de nitruro de silicio, ésta puede contener hasta el 10% en peso de aluminio (por ejemplo, unas capas depositadas mediante el procedimiento de pulverización catódica a partir de una diana de silicio que contiene hasta el 10% en peso de aluminio). Los revestimientos dieléctricos pueden además estar constituidos de varias capas individuales que comprenden o que consisten esencialmente en estos mismos materiales. Las capas dieléctricas pueden también depositarse mediante la técnica bien conocida denominada PECVD ("Plasma-Enhanced Chemical Vapor Deposition") o depósito químico en fase vapor asistido por plasma.

35 La capa que absorbe la radiación solar, que es la capa funcional, está rodeada de revestimientos dieléctricos. Esto no quiere decir que estos revestimientos dieléctricos deben estar obligatoriamente en contacto directo con la capa funcional, ya que puede haber finas capas intermedias para diversas razones, pero deben estar en la proximidad inmediata de la capa funcional.

40 Cada uno de los revestimientos dieléctricos puede ser una monocapa, pero cada uno de los revestimientos dieléctricos puede también comprender varias capas de materiales diferentes. Sin embargo, cada uno de dichos revestimientos dieléctricos contendrá siempre, preferentemente, al menos 10 nm de uno de los materiales dieléctricos seleccionados entre el óxido, el oxinitruro o el nitruro de silicio, y el óxido, el oxinitruro o el nitruro de aluminio. Los otros materiales dieléctricos pueden ser unos materiales a base de óxidos de Zn, Sn, Ti, Zr, Nb, u otros materiales dieléctricos bien conocidos en el campo, y en particular el estannato de zinc.

45 Preferentemente, la reflexión luminosa del sustrato de vidrio revestido del apilamiento multicapas medida por el lado del sustrato es al menos 2,5 veces, ventajosamente de al menos 3 veces, y preferiblemente de al menos 3,5 veces, incluso 4 veces, superior a la reflexión luminosa del sustrato de vidrio revestido del apilamiento multicapas medida en el lado del apilamiento. Preferentemente, la reflexión luminosa medida por el lado del sustrato es superior de al menos el 14%, de al menos el 16%, preferentemente de al menos el 20%, y ventajosamente de al menos el 25%, a la reflexión luminosa medida por el lado del apilamiento.

50 Se puede así obtener una reflexión luminosa exterior muy elevada que proporciona un efecto estético muy marcado, conservando al mismo tiempo una buena visibilidad a través del acristalamiento visto desde del interior del espacio cerrado por el acristalamiento.

55 Según un modo preferido de realización de la invención, la reflexión luminosa medida por el lado sustrato es de al menos el 27%, preferentemente de al menos el 30%, y ventajosamente de al menos el 35%.

60 Para obtener una reflexión luminosa elevada en el lado del sustrato y una diferencia elevada entre las reflexiones de los dos lados del sustrato revestido existen diferentes posibilidades de realización. Un medio eficaz en el ámbito de los acristalamientos transparentes que son objetos de la invención es influir favorablemente sobre el efecto interferencial entre las capas. Una vez más se pueden considerar diferentes posibilidades. Pero el efecto interferencial influye fuertemente en los tintados obtenidos en reflexión y transmisión. Preferentemente, el grosor óptico virtual L del primer revestimiento dieléctrico, dispuesto entre el sustrato y la capa que absorbe la radiación solar, tiene un valor inferior o igual a 25 nm o incluso inferior o igual a 20 nm, ventajosamente inferior o igual a 17 nm, y preferiblemente inferior o igual a 15 nm. Esta característica favorece la obtención de una reflexión luminosa elevada en el lado del

5 sustrato, teniendo al mismo tiempo la posibilidad de conservar el tintado requerido. Preferentemente, el grosor óptico virtual L del primer revestimiento dieléctrico está comprendido entre 5 y 20 nm, ventajosamente entre 10 y 20, y preferiblemente entre 12 y 16 nm. Esto permite obtener un buen compromiso entre una gran diferencia de reflexión entre las dos caras, un tintado relativamente neutro en el lado del sustrato y una buena resistencia al tratamiento térmico.

10 El grosor óptico virtual L de un revestimiento dieléctrico se define, en el ámbito de la presente invención, como la suma de los grosores geométricos (físicos) en nm de cada uno de los materiales dieléctricos que forman el revestimiento dieléctrico multiplicados por el índice de refracción n a 550 nm de cada uno de los materiales disminuido en el índice de refracción del gas de la atmósfera circundante. Para un revestimiento formado de varios materiales dieléctricos diferentes, el valor L se obtiene haciendo la suma de los resultados de las multiplicaciones del grosor geométrico (e) en nm de cada uno de los materiales por el valor obtenido sustrayendo el valor del índice de refracción a 550 nm de la atmósfera, en general aire, es decir el valor 1, del índice de refracción n a 550 nm del material correspondiente [$L = e \times (n_{D 550} - n_{air 550})$, con $n_{D 550}$ = índice de refracción del material a 550 nm].

15 Preferentemente, el segundo revestimiento dieléctrico, dispuesto más allá de la capa que absorbe la radiación solar con respecto al sustrato, tiene un grosor total virtual L comprendido entre 35 y 85 nm, ventajosamente entre 40 y 70 nm, y preferiblemente entre 45 y 65 nm e idealmente entre 50 y 60 nm, y el índice de refracción n medio del revestimiento es superior a 1,5. Esta característica permite al mismo tiempo obtener fácilmente, al mismo tiempo, una reflexión exterior elevada y una reflexión interior baja, y tener al mismo tiempo un tintado en reflexión exterior aceptable y agradable estéticamente.

20 Ventajosamente, el grosor óptico virtual L del primer revestimiento dieléctrico está comprendido entre 10 y 20 nm, y el grosor total virtual L del segundo revestimiento dieléctrico está comprendido entre 45 y 65 nm, preferentemente entre 50 y 60 nm. Se reúnen así las mejores condiciones para obtener una alta reflexión en el lado sustrato con una baja reflexión en el lado capa y un tintado relativamente neutro en reflexión en el lado sustrato.

25 Preferentemente, el grosor virtual L del primer revestimiento dieléctrico, dispuesto entre el sustrato y la capa que absorbe la radiación solar, es al menos una vez y media más grueso o más delgado que el grosor virtual L del último revestimiento dieléctrico del apilamiento multicapas dispuesto por encima de la capa que absorbe el infrarrojo con respecto al sustrato. Esta característica facilita la adaptación de los efectos de interferencia. Preferentemente, el grosor virtual L del primer revestimiento dieléctrico, dispuesto entre el sustrato y la capa que absorbe la radiación solar, es al menos una vez y media más delgado, ventajosamente dos veces, y preferiblemente tres veces, más delgado que el grosor virtual L del último revestimiento dieléctrico del apilamiento multicapas dispuesto por encima de la capa que absorbe el infrarrojo con respecto al sustrato.

30 Como ya se ha indicado anteriormente, uno de los materiales dieléctricos preferidos para formar dichos revestimientos dieléctricos, y en particular el segundo revestimiento dispuesto por encima de la capa funcional, es el nitruro de silicio que tiene un índice de refracción comprendido entre 1,9 y 2,05. Sin embargo, como ya se ha explicado también, el revestimiento dieléctrico puede incluir unas capas de otros materiales dieléctricos diferentes del nitruro de silicio. Preferentemente, el revestimiento de material dieléctrico dispuesto por encima de la capa que absorbe la radiación solar comprende un material que tiene un índice de refracción elevado, superior a 2, y ventajosamente superior a 2,1. En el ámbito de la presente invención, este dieléctrico de alto índice de refracción es preferiblemente un material que soporta el tratamiento térmico sin modificación estructural significativa. Un ejemplo específico de tal material es un óxido de titanio dopado o en mezcla, por ejemplo con circonio o niobio, especialmente una mezcla de óxido de titanio y de óxido de circonio a razón del 40 al 60% cada uno. Otro ejemplo de tal material es el óxido de circonio. Preferentemente, este material de alto índice está dispuesto entre la capa que absorbe la radiación solar y la capa dieléctrica más exterior del apilamiento.

35 La capa que absorbe la radiación solar puede ser de nitruro, tal como TiN, CrN, WN, NbN, TaN, ZrN o NiCrN, o una mezcla de estos nitruros. Estos nitruros pueden también ser parcialmente oxidados. Preferentemente, la capa que absorbe la radiación solar es una capa esencialmente metálica, tal como NiCr, W, Nb, Zr, Ta, el acero inoxidable o aleaciones a base de Ni y/o de Cr.

40 Preferentemente, la capa que absorbe la radiación solar es una capa metálica a base de un metal que tiene un coeficiente de extinción k comprendido entre 2 y 4,5 en la gamma del espectro visible que va de 380 nm a 750 nm.

45 Preferentemente, la capa que absorbe la radiación solar es una capa de una aleación a base de NiCr y de W, una aleación a base de Cr y de Zr, una aleación a base de W y de Zr o Cr, o una aleación a base de W y de Ta. Estas aleaciones han resultado ser muy ventajosas para formar unas capas que absorban la radiación solar que soporten fácilmente el tratamiento térmico a alta temperatura sin deterioro significativo de sus propiedades. Estas aleaciones pueden incluir también un metal suplementario seleccionado entre Ti, Nb, Ta, Ni y Sn.

50 Según algunos ejemplos preferidos de realización de la invención, la capa que absorbe la radiación solar es una capa de una aleación NiCrW rodeada de un primer revestimiento dieléctrico formado esencialmente de nitruro de silicio de un grosor geométrico comprendido entre 10 y 20 nm y de un segundo revestimiento dieléctrico formado esencialmente

de nitruro de silicio de un grosor geométrico comprendido entre 50 y 65 nm Según otros ejemplos preferidos, la capa que absorbe la radiación solar es una capa de una aleación NiCr rodeada de un primer revestimiento dieléctrico formado esencialmente de nitruro de silicio de un grosor geométrico comprendido entre 10 y 20 nm y de un segundo revestimiento dieléctrico formado esencialmente de nitruro de silicio de un grosor geométrico comprendido entre 55 y 60 nm. Según también otros ejemplos preferidos, la capa que absorbe la radiación solar es una capa de una aleación CrZr rodeada de un primer revestimiento dieléctrico formado esencialmente de nitruro de silicio de un grosor geométrico comprendido entre 10 y 20 nm y de un segundo revestimiento dieléctrico formado esencialmente de nitruro de silicio de un grosor geométrico comprendido entre 60 y 66 nm.

Preferentemente, la capa que absorbe la radiación solar tiene un grosor geométrico comprendido entre 3 y 40 nm, incluso entre 3 y 30 nm, preferentemente comprendido entre 5 y 25 nm. Preferentemente, la capa que absorbe la radiación solar tiene preferentemente un grosor geométrico comprendido entre 10 y 25 nm, y ventajosamente comprendido entre 12 y 22 nm. Tal capa que absorbe la radiación solar es adecuada para constituir la capa funcional del apilamiento multicapas, es decir la capa fundamental para la obtención de las propiedades de control solar. Se puede así obtener fácilmente un apilamiento multicapas extremadamente simple y muy resistente.

Preferentemente, los dos revestimientos dieléctricos que rodean la capa que absorbe la radiación solar son a base de nitruro de silicio o de nitruro de aluminio. Esto asegura una protección muy buena de la capa metálica que absorbe la radiación solar durante el tratamiento térmico a temperatura elevada.

Pueden añadirse otras capas adicionales, bien directamente sobre el sustrato, o como capa externa de protección, o en el interior del apilamiento del apilamiento multicapas, a fin de proporcionar al apilamiento multicapas de base unas propiedades y/o protecciones suplementarias, tales como, por ejemplo, una protección externa suplementaria contra las agresiones mecánicas o químicas, por ejemplo formada por una mezcla de óxido de titanio y de óxido de circonio, una barrera contra los álcalis que provienen del sustrato, unas propiedades ópticas diferentes, una mejora de las propiedades eléctricas de las capas metálicas, una mejora del porcentaje de depósito, o cualquier función suplementaria. Las capas adicionales deben, no obstante y preferentemente, seleccionarse a fin de que no perturben la capacidad del apilamiento multicapas para soportar un tratamiento térmico a alta temperatura. En particular, se asegurará ventajosamente que estas capas adicionales no sufran modificaciones sustanciales, y especialmente modificaciones de estructura, durante el tratamiento térmico para evitar que provoquen modificaciones de las propiedades ópticas del apilamiento multicapas durante el tratamiento térmico.

Los tratamientos térmicos, especialmente de tipo curvado/templado, pueden también inducir a unas modificaciones más o menos sensibles de las propiedades ópticas y especialmente de los tintados. Preferiblemente, estas variaciones deben minimizarse de tal manera que, tratados o no térmicamente, los acristalamientos presenten una apariencia prácticamente sin cambios.

Tradicionalmente, la medición de las variaciones se efectúa a partir de las coordenadas del sistema CIELAB. La variación se expresa por la expresión designada ΔE^* , expresión que corresponde a la fórmula:

$$\Delta E^* = (\Delta L^{*2} + \Delta a^{*2} + \Delta b^{*2})^{1/2}$$

En la que ΔL^* representa la diferencia entre las coordenadas colorimétricas L^* del acristalamiento antes y después del tratamiento térmico,

Δa^* representa la diferencia entre las coordenadas colorimétricas a^* del acristalamiento antes y después del tratamiento térmico,

Δb^* representa la diferencia entre las coordenadas colorimétricas b^* del acristalamiento antes y después del tratamiento térmico,

Más particularmente, y preferentemente, el acristalamiento según la invención presenta una variación colorimétrica en reflexión en el lado cara del sustrato, ΔE^*_{rg} :

$$\Delta E^*_{rg} = (\Delta L^{*2}_{rg} + \Delta a^{*2}_{rg} + \Delta b^{*2}_{rg})^{1/2}$$

inferior a 8, preferiblemente inferior a 5, ventajosamente inferior a 3, e incluso preferiblemente inferior a 2, cuando dicho acristalamiento se somete a una temperatura de al menos 630°C y de como máximo 670°C durante 7 minutos.

La invención es particularmente útil para la obtención de una muy buena estabilidad del tintado en reflexión en el lado sustrato durante un tratamiento térmico a temperatura elevada de templado y/o de curvado. El tintado en reflexión en el lado sustrato es, en muchas aplicaciones, el tintado más remarcado por un observador, ya que es esta cara la que atrae su atención según las condiciones de uso del acristalamiento. La menor diferencia de tintado es, por lo tanto, más fácilmente visible.

De manera adicional, el acristalamiento según la invención presenta también, preferentemente, una variación colorimétrica en transmisión, ΔE^*_{tr} :

$$\Delta E^*_{tr} = (\Delta L^*_{tr}{}^2 + \Delta a^*_{tr}{}^2 + \Delta b^*_{tr}{}^2)^{1/2}$$

5 inferior a 8, preferiblemente inferior a 5, más preferiblemente inferior a 3, cuando dicho acristalamiento se somete a una temperatura de al menos 630°C y de como máximo 670°C, durante 7 minutos.

10 El acristalamiento según la invención presenta, de manera adicional o no a las dos propiedades anteriores, una variación colorimétrica en reflexión en el lado cara de capa, ΔE^*_{rc} , tal que:

$$\Delta E^*_{rc} = (\Delta L^*_{rc}{}^2 + \Delta a^*_{rc}{}^2 + \Delta b^*_{rc}{}^2)^{1/2}$$

15 inferior a 8, preferiblemente inferior a 5, cuando dicho acristalamiento se somete a una temperatura de al menos 630°C y de como máximo 670°C durante 7 minutos.

20 Según un modo de realización particular, el acristalamiento según la invención es tal que el grosor de la capa que absorbe la radiación solar se selecciona de manera que la transmisión luminosa para un sustrato constituido de vidrio claro de 4 mm de grosor sea al menos igual al 2% y como máximo igual al 75%. En el caso de la utilización como techo de vehículo automóvil, la transmisión luminosa estará preferentemente entre el 2 y el 10%, ventajosamente entre el 6 y el 8%. En el caso de aplicación en edificio, la transmisión luminosa estará preferentemente entre el 10 y el 70%, ventajosamente entre el 10% y el 60%, favorablemente entre el 10 y el 50%, y preferiblemente entre el 20 y el 40%. En efecto, la capa que absorbe la radiación solar controla las transmisiones luminosas y energéticas, de manera que cuanto más gruesa sea ésta, más absorbe.

25 Los acristalamientos según la invención encuentran aplicaciones diversas adaptando sus propiedades por un ajuste de las capas y, especialmente, de sus grosores.

30 Los acristalamientos según la invención pueden pertenecer a los acristalamientos dobles y, en este caso, el apilamiento multicapas puede estar dispuesto en el espacio entre las dos láminas de vidrio, lo que limita los riesgos de alteración, especialmente mecánica. No obstante, una de las características significativa de los apilamientos multicapas propuestas para los acristalamientos según la invención es su resistencia tanto mecánica como química. Esta resistencia es tal que pueden utilizarse con el apilamiento multicapas expuesto sin otra protección. En este último caso, el acristalamiento puede también componerse de una sola lámina de vidrio, aplicándose los apilamientos multicapas sobre una cara de esta lámina. Puede también tratarse de un acristalamiento laminado que comprende dos láminas de vidrio, o más, uniéndose las láminas mediante láminas intermedias de material termoplástico según las técnicas tradicionales en este campo.

40 En estas aplicaciones, sobre un acristalamiento único, el apilamiento multicapas no está protegido del entorno. Incluso en el caso de acristalamiento laminado, las capas pueden estar sobre una cara externa para que puedan desempeñar su papel en el control de transmisión energética actuando sobre la emisividad de la superficie.

45 El acristalamiento según la invención encuentra por lo tanto su aplicación como elemento acristalado de vehículo automóvil: techo, ventana lateral, luneta trasera (estando el apilamiento multicapas preferentemente sobre la cara expuesta hacia el habitáculo) y elemento de acristalamiento de edificios.

50 El acristalamiento según la invención encuentra también aplicación como elemento acristalado de aparatos electrodomésticos, tales como una puerta de horno, en los que puede también aportar un efecto estético buscado. Resiste bien a las diferentes agresiones químicas y/o mecánicas debidas a este tipo particular de aplicación.

55 Como ya se ha indicado anteriormente, varias veces, el acristalamiento según la invención encuentra por supuesto también su aplicación como elemento acristalado de un edificio. En este caso de aplicación, el acristalamiento puede formar un acristalamiento doble o triple con el apilamiento multicapas dispuesto frente al espacio cerrado en el interior del acristalamiento múltiple. El acristalamiento puede también formar un acristalamiento laminado, cuyo apilamiento multicapas puede estar en contacto con la materia adhesiva termoplástica que une los sustratos, en general PVB. El acristalamiento según la invención es, no obstante, particularmente útil cuando el apilamiento multicapas está frente al entorno externo, ya sea un simple acristalado o un acristalamiento laminado, pero también eventualmente un acristalamiento múltiple.

60 Por supuesto, el sustrato de vidrio puede ser un vidrio tintado en la masa, tal como un vidrio gris, azul o verde, para absorber además la radiación solar, o para formar un espacio privado de baja transmisión luminosa con el fin de disimular el habitáculo del vehículo, o un despacho en un edificio, a las miradas externas.

65 5. Descripción de modos preferidos de realización de la invención

Unos ejemplos de acristalamientos según la invención, pero también unos ejemplos comparativos (“R”) se dan en la tabla I siguiente. Las propiedades ópticas se definen para unos acristalamientos cuyo sustrato es de vidrio “float” ordinario claro de 4 mm de grosor. Las capas están en el orden, de izquierda a derecha, partiendo del vidrio. Los grosores geométricos aproximativos se expresan en nm.

Tabla I: Ejemplos de acristalamientos según la invención y comparativos de los rendimientos de acristalamientos según la invención con unos acristalamientos de la técnica anterior, depositándose los revestimientos sobre un vidrio claro que tiene un grosor de 4 mm. Las transmisiones luminosas (TL) y las reflexiones luminosas en el lado capa (Rc) y en el lado vidrio (Rg) se indican también (en %) para algunos ejemplos.

Las capas que absorben la radiación solar y las capas dieléctricas se aplican por una técnica de pulverización catódica (“sputtering”) en unas condiciones habituales para este tipo de técnica. En una variante, las capas dieléctricas se aplican mediante la técnica bien conocida denominada PECVD (“Plasma-Enhanced Chemical Vapor Deposition”) o depósito químico en fase vapor asistido por plasma.

Las capas dieléctricas de nitruro de silicio se producen a partir de dianas metálicas en una atmósfera constituida de una mezcla de argón (30-70%) y de nitrógeno (70-30%) bajo una presión total de 4 mTorr (0,53 Pa). Las capas de cromo-circonio (40% en peso de Cr y 60% de circonio en la aleación CrZr), las capas de níquel-cromo (níquel/cromo 80/20) y las capas de níquel-cromo (níquel/cromo 80/20)-tungsteno (50% en peso de NiCr y 50% de W en la aleación NiCrW) se depositan a partir de cátodos metálicos en atmósfera de argón solo. Las capas dieléctricas de óxido de silicio se producen al principio de una diana a base de silicio en una atmósfera que contiene argón y oxígeno.

En las muestras, se mide la transmisión luminosa TL y la reflexión luminosa en el lado sustrato con el iluminante D65, 2º. Las coordenadas colorimétricas L*, a*, b*, CIE, se miden también antes y después del tratamiento térmico con el iluminante D65, 10º. El ángulo bajo el cual se llevan a cabo las mediciones a cabo es de 8º.

Las muestras se someten a un tratamiento térmico que comprende el mantenimiento a 670ºC durante 8 minutos y 30 segundos. Las variaciones de transmisión y de reflexión en ΔE* se dan también en la tabla I. En esta tabla, las anotaciones SiN designan los nitruros de silicio sin representar una fórmula química, entendiéndose que los productos obtenidos no son de manera necesaria rigurosamente estequiométricos, sino que son los obtenidos en las condiciones de depósito indicadas y que son similares los productos estequiométricos. Las capas de SiN pueden contener hasta aproximadamente un máximo del 10% en peso de aluminio que proviene de la diana. Las capas SiN tienen un índice de refracción n=2,03 a 550 nm. El revestimiento dieléctrico puede además estar constituido de varias capas individuales que comprenden o que consisten esencialmente en estos mismos materiales.

Las cifras entre paréntesis son los grosores físicos en nm de las diferentes capas. Las propiedades (en % para la transmisión y la reflexión luminosas) se dan en acristalamiento monolítico después del tratamiento térmico. La denominación “TZO” representa un óxido mixto que comprende un 50% de TiO₂ y un 50% de ZrO₂. Las capas TZO tienen un índice de refracción n=2,3 a 550 nm.

Ej.	Apilamiento multicapas	TL	Rc	Rg	ΔE* _{TL}	ΔE* _{Rc}	ΔE* _{Rg}
R1	SiN (20)/NiCrW (8,5)/SiN (35)	31,6	19,3	24,6	0,7	1,9	1,7
R2	SiN (20)/NiCrW (13,7)/SiN (35)	19,9	25,7	32,7	1,3	1,3	0,9
R3	SiN (20)/NiCrW (22)/SiN (35)	10,19	33	41,4	3	2,1	0,3
R4	SiN (87)/NiCrW (13,7)/SiN (30)	20,67	31,9	21,6	2	3	0,8
1	SiN (13)/CrZr (6,7)/SiN (50,6)	33,8	7,4	34,6			
2	SiN (13)/CrZr (10,3)/SiN (46,7)	23,5	13,8	39,9			
3	SiN (79,2)/CrZr (14)/SiN (50,1)	22,2	15	30,9			
4	SiN (16,4)/CrZr (7,6)/TZO (24,1)/SiN (25)	31,3	8,6	39			
5	SiN (13)/CrZr (11,6)/TZO (21,4)/SiN (25)	21,6	12,7	44,7			
6	SiN (13,4)/CrZr (21,3)/TZO (18,2)/SiN (31,3)	10,8	15,7	51,2			
7	SiN (78)/CrZr (14,7)/TZO (22,5)/SiN (25,1)	22	13,4	33			
8	SiN (15)/NiCrW (9,8)/SiN (50,6)	32,5	6	34,6	0,6	6	1
9	SiN (15)/NiCrW (15,4)/SiN (48,2)	21,6	11,5	40,1	0,9	5,3	0,7
10	SiN (15)/NiCrW (24,5)/SiN (48)	10,5	17,5	45	2,1	3,7	1,5
11	SiN (78,4)/NiCrW (18)/SiN (49,5)	20,4	14,9	30,9	1,2	4,9	0,7
12	SiN (15)/NiCrW (10,1)/TZO (29,7)/SiN (20)	32,4	6,1	39,2	1,2	3,1	0,9
13	SiN (15)/NiCrW (16,2)/TZO (27,2)/SiN (20)	21,1	9,2	45,1	0,9	2,6	0,9
14	SiN (15)/NiCrW (25)/TZO (13,2)/SiN (34,7)	10,8	14,9	47,7	0,4	2,8	0,6
15	SiN (75,4)/NiCrW (18,9)/TZO (23,7)/SiN (23,6)	21,3	11,9	33,5	1,4	1,4	0,3

Las coordenadas colorimétricas (L*a*b* CIE) de los ejemplos comparativos y de algunos ejemplos según la invención se dan en la tabla II siguiente en reflexión en el lado sustrato y en transmisión.

Tabla II

Ej.	Reflexión en el lado vidrio R _G			Transmisión		
	L*	a*	b*	L*	a*	b*
R1	56,8	-1,97	-3,5	63,14	-0,81	-4,51
R2	63,93	-1,66	-0,86	51,89	-0,98	-5,1
R3	70,38	-1,32	2,96	38,28	-1,08	-2,49
R4	54,23	-3,43	-17,41	52,52	-0,45	2,38
1	65,28	-3,2	-1,74	64,02	-2,18	-1,93
2	69,45	-2,66	-0,2	53,77	-2,39	-2
3	62,41	-3,08	-12,22	52,59	-2,58	7,41
4	68,7	-3,3	-2,0			
5	72,6	-2,7	-1,3			
6	75,5	-1,7	6			
7	64,6	-3,1	-11,9			

5 Los ejemplos según la invención tienen una reflexión exterior, vista en el lado del sustrato, elevada y una reflexión interior, vista en el lado del apilamiento, baja, lo que da un brillo y un resplandor que proporciona un efecto estético particularmente marcado y conservando al mismo tiempo una reflexión interior baja, por lo tanto sin efecto espejo, y un tintado en reflexión que responde a los criterios comerciales. Se constata también que un grosor del segundo revestimiento dieléctrico, que se encuentra en la gama preferida, permite obtener más fácilmente este efecto estético, y particularmente con un primer revestimiento dieléctrico delgado. El ejemplo 3 muestra también que, con un primer revestimiento dieléctrico grueso, pero conservando una relación elevada entre los dos revestimientos dieléctricos, se puede obtener este efecto estético con un tinte azul particularmente sostenido, como lo muestra el valor altamente negativo de la coordenada colorimétrica b*.

10 Las resistencias mecánica y química de los acristalamientos según la invención se caracterizan por el paso con éxito de las pruebas definidas en la norma EN1096-2 para los revestimientos denominados de clase B. Además, los acristalamientos según la invención satisfarán también a las exigencias de las pruebas siguientes:

15 * neblina salina (NSS: Neutral Salt Spray) según la norma ISO 9227-2006, preferentemente durante al menos 10 días;

20 * de la cámara climática según la norma EN1036-2008, preferentemente durante al menos 10 días; y

* ensayo Cleveland según la norma ISO 6270-1:1998, preferentemente durante al menos 10 días;

25 * prueba de resistencia ácida (SO₂) según la norma EN 1096-2.

30 * prueba AWRT (Automatic web rub test) descrita a continuación: un pistón recubierto de un tejido de algodón se pone en contacto con la capa a evaluar y oscila sobre su superficie. El pistón lleva un peso para aplicar una fuerza de 33 N sobre un dedo de 17 mm de diámetro. La abrasión del algodón sobre la superficie revestida dañará (retirá) la capa después de un cierto número de ciclos. La prueba se utiliza para definir el límite antes de que la capa se decolore (retirada parcial de la capa) y que aparezcan unas rayaduras en la capa. La prueba se realiza para 10, 50, 100, 250, 500 y 1000 ciclos, en diversos sitios separados sobre la muestra. La muestra se observa bajo un cielo artificial para determinar si se pueden ver sobre la muestra una decoloración o unas rayaduras. El resultado AWRT indica el número de ciclos que no da, o da muy poca, degradación (no visible a simple vista bajo un cielo artificial uniforme a 80 cm de distancia de la muestra).

35 * prueba DBT (Dry Bruch test) según la norma ASTM D2486-00 (método de prueba "A"), preferentemente durante al menos 1000 ciclos,

40 y esto antes y después de un eventual tratamiento térmico.

Por supuesto, la invención no se limita a los ejemplos de realización mencionados anteriormente.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Acristalamiento transparente de control solar que comprende, sobre al menos una de las caras de un sustrato de vidrio, un apilamiento multicapas transparente que comprende una capa que absorbe la radiación solar de al menos 3 mm de grosor geométrico, que es la capa funcional del apilamiento, y unos primer y segundo revestimientos dieléctricos que encuadran dicha capa que absorbe la radiación solar, caracterizado por que la reflexión luminosa del sustrato de vidrio revestido del apilamiento multicapa medida en el lado del sustrato es de al menos el 20% y es al menos el doble de la reflexión luminosa del sustrato de vidrio revestido del apilamiento multicapa medida en el lado del apilamiento, por que el tintado en reflexión en el lado sustrato presenta un valor de la coordenada colorimétrica a^* inferior a 2 y un valor de la coordenada colorimétrica b^* inferior a 5, por que el segundo revestimiento dieléctrico, dispuesto más allá de la capa que absorbe la radiación solar con respecto al sustrato, tiene un grosor total virtual L comprendido entre 45 y 65 nm, y por que el grosor virtual L del primer revestimiento dieléctrico, dispuesto entre el sustrato y la capa que absorbe la radiación solar, es al menos una vez y media más grueso o más delgado que el grosor virtual L del segundo revestimiento dieléctrico del apilamiento multicapas, definiéndose L como la suma de los grosores geométricos (físicos) en nm de cada uno de los materiales dieléctricos que forman el revestimiento dieléctrico multiplicados por el índice de refracción n a 550 nm de cada uno de los materiales disminuido del índice de refracción del gas de la atmósfera circundante.
- 20 2. Acristalamiento según la reivindicación 1, caracterizado por que la reflexión luminosa del sustrato de vidrio revestido del apilamiento multicapa medida en el lado del sustrato es al menos 2,5 veces, preferentemente al menos 3 veces, y ventajosamente al menos 3,5 veces, superior a la reflexión luminosa del sustrato de vidrio revestido del apilamiento multicapa medida en el lado del apilamiento.
- 25 3. Acristalamiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 o 2, caracterizado por que la reflexión luminosa medida en el lado sustrato es superior de al menos el 14%, preferentemente de al menos el 20% y ventajosamente del al menos el 25%, a la reflexión luminosa medida en el lado apilamiento.
- 30 4. Acristalamiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que la reflexión luminosa medida en el lado sustrato es de al menos el 27%, preferentemente de al menos el 30%, y ventajosamente de al menos el 35%.
- 35 5. Acristalamiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que el segundo revestimiento dieléctrico tiene un grosor total virtual L comprendido entre 55 y 65 nm, y por que el índice de refracción n medio del revestimiento es superior a 1,5.
- 40 6. Acristalamiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que el grosor virtual L del primer revestimiento dieléctrico es al menos una vez y media más delgado, preferentemente dos veces, y ventajosamente tres veces, más delgado que el grosor virtual L del segundo revestimiento dieléctrico del apilamiento multicapas.
- 45 7. Acristalamiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que el segundo revestimiento dieléctrico comprende un material que tiene un índice de refracción elevado, superior a 2, preferentemente superior a 2,1.
- 50 8. Acristalamiento según la reivindicación 7, caracterizado por que el segundo revestimiento dieléctrico comprende una mezcla de óxido de titanio y de óxido de circonio o de niobio.
- 55 9. Acristalamiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que la capa que absorbe la radiación solar está formada de un material que tiene un coeficiente de extinción medio, entre 380 nm y 750 nm, superior a 1,2, y preferentemente superior a 1,4.
- 60 10. Acristalamiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que la capa que absorbe la radiación solar comprende una aleación a base NiCr y de W, una aleación a base de Cr y de Zr, una aleación a base de W y de Zr, o una aleación a base de W y de Ta.
- 65 11. Acristalamiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que la capa que absorbe la radiación solar tiene un grosor geométrico comprendido entre 3 y 40 nm, preferentemente comprendido entre 5 y 25 nm.
12. Acristalamiento según la reivindicación 11, caracterizado por que la capa que absorbe la radiación solar tiene un grosor geométrico comprendido entre 10 y 25 nm, y preferentemente comprendido entre 12 y 22 nm.
13. Acristalamiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que los dos revestimientos dieléctricos que rodean la capa que absorbe la radiación solar son a base de nitruro de silicio o de nitruro de aluminio.

14. Acristalamiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, cuya variación colorimétrica en transmisión, ΔE^*_{tr} es inferior a 8, preferiblemente inferior a 5, más preferiblemente inferior a 3, cuando dicho acristalamiento se somete a una temperatura de al menos 630°C y de como máximo 670°C durante 7 minutos.
- 5 15. Acristalamiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, cuya variación colorimétrica en reflexión en el lado de la cara del sustrato, ΔE^*_{rg} es inferior a 8, preferiblemente inferior a 5, más preferiblemente inferior a 3, cuando dicho acristalamiento se somete a una temperatura de al menos 630°C y de como máximo 670°C durante 7 minutos.
- 10 16. Utilización de un acristalamiento de control solar según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores como elemento acristalado de vehículo automóvil, como elemento de acristalamiento de edificio o como elemento acristalado de un aparato electrodoméstico, tal como una puerta de un horno de cocción.