



CONFÉDÉRATION SUISSE  
OFFICE FÉDÉRAL DE LA PROPRIÉTÉ INTELLECTUELLE

⑪ CH 660 477 A5

⑤① Int. Cl. 4: C 03 C 17/23  
B 32 B 17/00

**Brevet d'invention délivré pour la Suisse et le Liechtenstein**  
Traité sur les brevets, du 22 décembre 1978, entre la Suisse et le Liechtenstein

⑫ **FASCICULE DU BREVET** A5

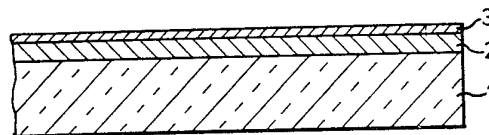
<p>⑲ Numéro de la demande: 1360/84</p> <p>⑳ Date de dépôt: 16.03.1984</p> <p>③① Priorité(s): 17.03.1983 GB 8307460</p> <p>⑲④ Brevet délivré le: 30.04.1987</p> <p>④⑤ Fascicule du brevet publié le: 30.04.1987</p>	<p>⑲③ Titulaire(s): Glaverbel, Bruxelles (BE)</p> <p>⑲② Inventeur(s): Van Cauter, Albert, Charleroi (BE) Terneu, Robert, Thiméon (BE)</p> <p>⑲④ Mandataire: A. Braun, Braun, Héritier, Eschmann AG, Patentanwälte, Basel</p>
--	--

⑤④ **Vitrage à basse émissivité.**

⑤⑦ Le vitrage comprend une feuille (1) transmettant la lumière portant un revêtement d'oxyde métallique (2) conducteur de l'électricité et transmettant la lumière, qui réduit l'émissivité du rayonnement infra-rouge du vitrage.

Le vitrage comporte en outre un revêtement diélectrique (3) dont l'épaisseur est inférieure à 160 nm, qui surmonte le revêtement conducteur de l'électricité et qui augmente le facteur de transmission lumineuse du vitrage.

Application aux vitrages pour bâtiment et aux vitrages utilisés en horticulture.



## REVENDICATIONS

1. Vitrage comprenant une feuille transmettant la lumière portant sur une de ses faces un revêtement d'oxyde métallique conducteur de l'électricité et transmettant la lumière, qui réduit l'émissivité du rayonnement infrarouge de cette face du vitrage, caractérisé en ce que les compositions et les épaisseurs de la feuille transmettant la lumière et du revêtement conducteur de l'électricité sont telles que seuls ils auraient un facteur de transmission lumineuse d'au moins 70%, et en ce que le revêtement conducteur de l'électricité est surmonté d'un revêtement diélectrique dont l'épaisseur est inférieure à 160 nm et qui augmente le facteur de transmission lumineuse du vitrage.

2. Vitrage selon la revendication 1, caractérisé en ce que le revêtement diélectrique a une épaisseur inférieure à 140 nm et de préférence n'excédant pas 110 nm.

3. Vitrage selon l'une des revendications 1 ou 2, caractérisé en ce que le revêtement diélectrique a une épaisseur optique en transmission d'au moins 60 et de préférence d'au moins 70 nm.

4. Vitrage selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que l'indice de réfraction du revêtement diélectrique équivaut, à dix pour cent près, à la racine carrée de l'indice de réfraction du revêtement conducteur de l'électricité.

5. Vitrage selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que le revêtement conducteur de l'électricité comprend de l'oxyde d'étain.

6. Vitrage selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que le revêtement conducteur de l'électricité comprend de l'oxyde d'indium.

7. Vitrage selon l'une des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que le revêtement diélectrique a une résistance à l'abrasion plus forte que le revêtement conducteur de l'électricité.

8. Vitrage selon l'une des revendications 1 à 7, caractérisé en ce que le revêtement diélectrique est constitué de silice.

9. Vitrage selon l'une des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que le revêtement diélectrique est un revêtement de matière polymère.

10. Vitrage selon l'une des revendications 1 à 9, caractérisé en ce que la feuille transmettant la lumière est une feuille de verre.

La présente invention concerne un vitrage comprenant une feuille transmettant la lumière portant sur une de ses faces un revêtement d'oxyde métallique conducteur de l'électricité et transmettant la lumière, qui réduit l'émissivité du rayonnement infrarouge de cette face du vitrage.

De tels vitrages sont largement utilisés lorsqu'on désire profiter autant que possible du rayonnement solaire et réduire la perte calorifique par émission de rayonnement infrarouge de longueur d'onde moyenne et longue. Par exemple, pour un collecteur solaire vitré, il est très important, pour obtenir un rendement élevé, que le vitrage transmette une proportion aussi élevée que possible de rayonnement solaire tout en émettant une proportion aussi faible que possible de rayonnement à des longueurs d'onde correspondant à la température du collecteur lui-même. Idéalement pour cette raison, un tel vitrage devrait transmettre tout le rayonnement dans le spectre solaire tout en émettant aucun rayonnement à des longueurs d'onde supérieures à, disons, 2000 nm ou 3000 nm.

De tels vitrages sont également utilisés dans les constructions horticoles, par exemple des serres, des châssis de couches et des cloches où il est avantageux de réduire la perte calorifique tout en permettant l'exposition maximum des végétaux à la lumière visible, de manière à en favoriser la croissance.

Une autre utilisation de tels vitrages réside dans les bâtiments d'habitation, de nouveau avec pour objectif principal la réduction

des pertes calorifiques, et ici une considération légèrement différente apparaît, en ce sens que la qualité de la lumière visible transmise peut être aussi importante que sa quantité. En particulier, il est souhaitable que le vitrage permette une vision claire, c'est-à-dire qu'il transmette la lumière de manière non diffuse.

Un des objets principaux de la présente invention est de favoriser le facteur de transmission lumineuse des vitrages comprenant un revêtement de faible émissivité dans l'infrarouge.

La présente invention fournit un vitrage comprenant une feuille transmettant la lumière portant sur une de ses faces un revêtement d'oxyde métallique conducteur de l'électricité et transmettant la lumière, qui réduit l'émissivité du rayonnement infrarouge de cette face du vitrage, caractérisé en ce que les compositions et les épaisseurs de la feuille transmettant la lumière et du revêtement conducteur de l'électricité sont telles que seuls ils auraient un facteur de transmission lumineuse d'au moins 70%, et en ce que le revêtement conducteur de l'électricité est surmonté d'un revêtement diélectrique dont l'épaisseur est inférieure à 160 nm et qui augmente le facteur de transmission lumineuse du vitrage.

Tel qu'il est utilisé dans la présente description le terme «facteur de transmission lumineuse» correspond au rapport de la quantité de lumière visible transmise à la quantité de lumière visible incidente, ces quantités étant des intégrations corrigées des quantités de lumière transmise et incidente sur la totalité du spectre de la lumière visible, les intégrations étant corrigées pour tenir compte de la distribution spectrale de la source de rayonnement et des caractéristiques de sensibilité spectrale de l'œil humain. Les mesures sont effectuées avec la lumière dirigée vers la face du vitrage portant le revêtement, au moyen d'un spectrophotomètre et la source lumineuse considérée a la composition spectrale de l'illuminant C tel que défini par la Commission Internationale de l'Éclairage. Cet illuminant peut être considéré comme représentant la lumière du jour moyenne. Le facteur de correction pour la sensibilité de l'œil que l'on applique est également normalisé par la Commission Internationale de l'Éclairage.

L'invention offre l'avantage d'augmenter le facteur de transmission lumineuse à travers le vitrage. Il est bien connu dans la technique que la réduction de l'émissivité due à un revêtement conducteur est liée à la présence de porteurs de charge libres à la surface du vitrage. Nous avons cependant trouvé que, même si un tel revêtement diélectrique augmente l'émissivité de la surface portant le revêtement conducteur, pourvu que l'épaisseur du revêtement diélectrique soit inférieure à 160 nm, l'augmentation de l'émissivité peut être parfaitement acceptable et le vitrage selon l'invention présente un compromis favorable entre son facteur de transmission de la lumière visible et ses propriétés d'émission de l'infrarouge.

On a trouvé en fait que l'émissivité du vitrage selon l'invention, dans l'infrarouge, augmente substantiellement proportionnellement avec l'épaisseur du revêtement diélectrique. On préfère dès lors que le revêtement diélectrique ait une épaisseur inférieure à 140 nm et de préférence n'excédant pas 110 nm.

Dans les formes préférées de réalisation de l'invention, le revêtement diélectrique a une épaisseur optique en transmission d'au moins 60 et de préférence d'au moins 70 nm. L'épaisseur optique en transmission d'un revêtement est définie comme son épaisseur géométrique multipliée par son indice de réfraction. En utilisant cette caractéristique de l'invention, on peut obtenir des avantages considérables au point de vue du facteur de transmission lumineuse, par extinction interférentielle de la lumière visible réfléchie. On a pensé que, pour obtenir l'avantage maximum de ces effets d'interférence, le revêtement devrait avoir une épaisseur optique égale à un quart de la longueur d'onde de la lumière dont la transmission doit être la plus élevée. En fait, on a trouvé que cela n'est pas vrai dans le cas où l'on applique selon l'invention des revêtements de deux matières différentes. L'épaisseur optimale du revêtement diélectrique destiné à augmenter le facteur de transmission lumineuse est aussi fonction de l'épaisseur du revêtement conducteur sous-jacent. La variation de l'épaisseur optimale, qui est substantiellement sinusoidale, est expli-

citée par le tableau ci-dessous qui donne l'épaisseur géométrique optimale d'un revêtement diélectrique de silice déposé sur des revêtements d'oxyde d'étain dopé, de différentes épaisseurs géométriques, déposés sur un substrat de verre sodocalcique. La composition du revêtement de silice est  $\text{SiO}_2$ , où  $x$  se situe entre environ 1,95 et 2,0, mais pour la facilité on s'y référera comme étant un revêtement de dioxyde de silicium ( $\text{SiO}_2$ ). De manière similaire, les revêtements d'oxyde d'étain dopé seront mentionnés sous la formule d'oxyde stannique ( $\text{SnO}_2$ ).

$\text{SnO}_2$	350 nm	385 nm	420 nm	455 nm	490 nm
$\text{SiO}_2$	100 nm	55 nm	100 nm	55 nm	100 nm

Les revêtements de  $\text{SiO}_2$  ont un indice de réfraction d'environ 1,41, de sorte que les valeurs correspondantes de l'épaisseur optique sont 141 nm et 77,5 nm.

De préférence, l'indice de réfraction du revêtement diélectrique équivaut, à dix pour cent près, à la racine carrée de l'indice de réfraction du revêtement conducteur de l'électricité. L'adoption de cette caractéristique préférée de la présente invention réduit la quantité totale de lumière réfléchie aux interfaces entre le revêtement diélectrique et, d'une part, l'air et, d'autre part, le revêtement conducteur. A titre d'exemple, les revêtements de  $\text{SnO}_2$  cités ci-dessus ont un indice de réfraction d'environ 2,0. L'indice de réfraction des revêtements de  $\text{SiO}_2$ , 1,41, est substantiellement égal à la racine carrée de 2.

Il est surprenant que le respect de cette condition donne également des avantages importants en réduisant la proportion de lumière transmise qui l'est de manière diffuse.

Dans certaines formes préférées de réalisation de l'invention, le revêtement conducteur de l'électricité comprend de l'oxyde d'étain. L'utilisation de revêtements à basse émissivité infrarouge constitués d'oxyde d'étain est bien connue en soi et on peut former de tels revêtements qui ont une bonne transmission lumineuse et une bonne émissivité infrarouge. De plus, de tels revêtements peuvent être très résistants à l'abrasion.

Dans d'autres formes préférées de réalisation de l'invention, le revêtement conducteur de l'électricité comprend de l'oxyde d'indium. Les revêtements d'oxyde d'indium sont également bien connus en soi et ces revêtements peuvent présenter de meilleures propriétés que l'oxyde d'étain, en ce qui concerne le facteur de transmission lumineuse élevé et la faible émissivité infrarouge, mais ont l'inconvénient d'être relativement facilement abîmés par abrasion. Pour cette raison, les revêtements d'oxyde d'indium ne sont pas largement utilisés dans des circonstances où ils sont exposés. Puisque, selon la présente invention, le revêtement conducteur de l'électricité, par exemple d'oxyde d'indium, est surmonté d'un autre revêtement, un tel manque relatif de résistance à l'abrasion ne doit plus présenter de désavantages.

Dans des formes préférées de réalisation de l'invention le revêtement diélectrique a une résistance à l'abrasion plus forte que le revêtement conducteur de l'électricité. L'expression «résistance à l'abrasion» est utilisée ici pour désigner la résistance à l'abrasion telle que mesurée selon l'American National Standard N° Z 26.1-1977, test N° 18, pour du verre de sécurité.

De préférence, le revêtement diélectrique est constitué de silice. La silice peut former des revêtements hautement transparents qui ont une excellente résistance à l'abrasion et une bonne stabilité chimique. De plus, on peut fabriquer aisément des revêtements de silice ayant un indice de réfraction d'environ 1,41. Cela est spécialement utile, ainsi qu'on l'a mentionné plus haut, lorsque l'indice de réfraction du revêtement conducteur de l'électricité sous-jacent est approximativement égal à  $(1,41)^2$ , ainsi que c'est le cas pour l'oxyde d'étain.

Un tel revêtement de silice peut être formé de différentes manières. Dans un de ces procédés, une feuille transparente de verre portant un revêtement conducteur de l'électricité est plongée dans une solution d'un composé organo-siliceux tel qu'une solution de tétraméthylorthosilicate  $\text{Si}(\text{OCH}_3)_4$  dans du méthanol. Exposé à l'air,

le  $\text{Si}(\text{OCH}_3)_4$  est converti en  $\text{Si}(\text{OH})_4$  et celui-ci à son tour est converti en  $\text{SiO}_2$  par chauffage à l'air, de préférence à 500-600 °C.

L'épaisseur voulue du revêtement peut être atteinte en réglant la vitesse à laquelle la feuille est retirée de la solution. Dans un autre procédé particulièrement adapté à la formation d'un revêtement continu sur du verre chaud portant un revêtement conducteur, par exemple un ruban continu de verre fraîchement formé portant ce revêtement, le revêtement diélectrique est formé par dépôt à partir de réactif en phase vapeur, par exemple par contact du verre chaud portant un revêtement avec de la vapeur d'hydrure de silicium en présence d'oxygène atmosphérique.

Des revêtements ayant des surfaces très lisses peuvent être formés de ces deux manières. La rugosité de la surface est un des nombreux facteurs ayant un effet sur la proportion de transmission lumineuse diffuse/non diffuse. Lorsqu'on utilise des revêtements conducteurs assez épais, par exemple dont l'épaisseur approche 1000 nm, il est difficile d'éliminer toute rugosité de la surface du revêtement. Cette rugosité favorise la diffusion de la lumière transmise. L'application d'un revêtement supplémentaire ayant une surface plus lisse peut améliorer ce phénomène, de sorte qu'une proportion plus élevée de la lumière transmise est non diffuse. Il faut noter que ce phénomène ne dépend pas de l'indice de réfraction du revêtement diélectrique.

Parmi d'autres matières que l'on peut utiliser pour former le revêtement diélectrique se trouvent les fluorures de calcium et de magnésium. On notera cependant que ces matières ne sont pas très résistantes à l'abrasion, quoique l'on puisse avantageusement les utiliser pour la formation d'un revêtement qui doit être déposé sur une face interne d'un vitrage multiple.

Dans certaines formes préférées de réalisation de l'invention, le revêtement diélectrique est un revêtement de matière polymère. De tels revêtements, par exemple d'un silicone ou d'un polyuréthane, peuvent être formés en plongeant une feuille de verre revêtue de matière conductrice dans une solution de la matière diélectrique soustraite, tandis que la face non revêtue de la feuille de verre est protégée. De tels revêtements sont de préférence utilisés sur une face interne d'un vitrage multiple de manière à être protégés contre l'abrasion.

Des formes préférées de réalisation de la présente invention seront maintenant décrites à titre d'exemple en se référant aux dessins schématiques annexés dans lesquels:

La figure 1 est une vue en coupe d'un détail d'un vitrage selon l'invention, et

la figure 2 est une vue en coupe d'un détail d'un panneau creux comportant un vitrage selon l'invention.

Dans la figure 1, une feuille 1 transmettant la lumière, par exemple de verre, porte un revêtement 2 sur une de ses faces. Ce revêtement 2 est un revêtement d'oxyde métallique conducteur de l'électricité qui réduit l'émissivité de la face portant le revêtement vis-à-vis du rayonnement infrarouge, en particulier du rayonnement infrarouge ayant des longueurs d'onde supérieures à 3000 nm. Le revêtement conducteur 2 est surmonté d'un revêtement diélectrique 3 dont l'épaisseur n'excède pas 160 nm et qui augmente le facteur de transmission lumineuse du vitrage.

Dans la figure 2, une feuille de vitrage 4 transmettant la lumière porte sur une de ses faces un revêtement conducteur 5 d'oxyde métallique transmettant la lumière qui réduit l'émissivité du vitrage vis-à-vis du rayonnement infrarouge, qui est à son tour surmonté d'un revêtement diélectrique 6 dont l'épaisseur est inférieure à 160 nm et qui augmente le facteur de transmission lumineuse du vitrage. La feuille de matière vitreuse 4 est solidarifiée via un intercalaire périphérique 7 à une seconde feuille de vitrage 8 qui peut porter un revêtement ou non. Les revêtements 5, 6 sont disposés à l'intérieur du panneau de manière à être protégés de l'abrasion.

Le tableau 1 suivant donne les propriétés de feuilles 1 de verre flotté de 6 mm d'épaisseur portant des revêtements 2 d'oxyde d'étain dopé au fluor qui sont surmontés de revêtements diélectriques 3 de silice.

Les revêtements de silice sont chimiquement stables et résistants à l'abrasion, de sorte qu'ils peuvent être exposés aux conditions atmosphériques. Un tel vitrage peut être incorporé dans un panneau creux par exemple tel que décrit en se référant à la figure 2 avec la face portant les revêtements dirigée vers l'intérieur ou l'extérieur du panneau. L'indice de réfraction des revêtements d'oxyde d'étain est environ 2,0 et celui des revêtements de silice est environ 1,41.

Dans le tableau 1, les différentes colonnes concernent les propriétés suivantes:

- I Epaisseur réelle du revêtement de SnO<sub>2</sub> (nm)
- II Emissivité infrarouge du verre portant le revêtement de SnO<sub>2</sub> (%)
- III Facteur de transmission lumineuse du verre portant le revêtement de SnO<sub>2</sub> (%)
- IV Epaisseur réelle optimale du revêtement de SiO<sub>2</sub> (nm)
- V Emissivité infrarouge du verre revêtu de SnO<sub>2</sub> et SiO<sub>2</sub> (%)
- VI Facteur de transmission lumineuse du verre revêtu de SnO<sub>2</sub> et SiO<sub>2</sub> (%)

Tableau 1

I	II	III	IV	V	VI
350	29	83	100	35	90
420	21	85	100	25	90,5
490	16	82	100	20	90,3
840	12	75	100	17	90,3

Le dépôt des revêtements d'oxyde d'étain tels que cités ci-dessus est bien connu et ne nécessite pas d'être détaillé ici. Des exemples spécifiques de procédés appropriés de dépôt de tels revêtements peuvent être trouvés dans la demande de brevet britannique publiée sous le N° 2.119.360 A.

Suivent maintenant des exemples de deux procédés de dépôt de revêtement de silice, l'un étant un procédé par lot, l'autre un procédé continu.

#### Procédé par lot de dépôt de silice

On réalise une solution dans les proportions suivantes:

Tétraméthylorthosilicate Si(OCH <sub>3</sub> ) <sub>4</sub>	0,55 mole
Eau	0,75 ml
HCl	1,0 ml
Méthanol	ad 1,0 l

Le verre portant le revêtement d'oxyde métallique est plongé dans une telle solution et en est retiré sans à-coups. Le verre portant le revêtement est ensuite chauffé dans l'air à une température aussi élevée que l'on peut (par exemple comprise entre 500°C et 600°C) pour convertir le Si(OCH<sub>3</sub>)<sub>4</sub> d'abord en Si(OH)<sub>4</sub> et finalement en SiO<sub>2</sub>.

L'épaisseur du revêtement de SiO<sub>2</sub> résultant est réglée en variant la vitesse à laquelle la feuille est retirée de la solution.

Un tel procédé produit une feuille de verre portant une couche d'oxyde métallique et dont les deux faces portent un revêtement de silice, à moins évidemment que la face ne portant pas de revêtement ait été protégée pendant l'immersion ou nettoyée après l'immersion et avant le chauffage. Le second revêtement de silice a un effet négligeable sur les propriétés de la feuille de verre.

#### Procédé continu de dépôt de silice

Des feuilles ou un ruban continu de verre chaud revêtu(es) d'oxyde métallique est/sont mis(es) en contact avec de l'hydrure de silicium en phase vapeur. Si le verre est suffisamment chaud, par exemple à une température supérieure à 500°C, l'hydrure de silicium

pyrolyse en présence d'oxygène pour former un revêtement adhérent de silice.

L'exemple 6 du brevet britannique N° 1.524.326 donne un procédé de formation d'un revêtement de silicium sur un ruban de verre en exposant le ruban à de la vapeur d'hydrure de silicium dans une atmosphère sans oxygène. Ce procédé peut facilement être modifié, simplement en exécutant le revêtement à l'air, pour former un revêtement de silice (SiO<sub>2</sub>).

L'influence de la variation de l'épaisseur d'un revêtement de SiO<sub>2</sub> diélectrique déposé sur un revêtement de SnO<sub>2</sub> de 840 nm d'épaisseur sur le facteur de transmission lumineuse et l'émission infrarouge est représentée dans le tableau 2 suivant (verre flotté de 6 mm d'épaisseur).

Tableau 2

Epaisseur SiO <sub>2</sub> (nm)	Facteur de transmission lumineuse	Emissivité infrarouge (%)
0	75	12
50	86,7	14,5
75	89,6	15,8
100	90,3	17
150	85,4	19,5

On notera que l'émissivité infrarouge du vitrage augmente linéairement avec l'épaisseur du revêtement diélectrique, tandis que le facteur de transmission lumineuse atteint un maximum lorsque le revêtement diélectrique a une épaisseur de 100 nm (épaisseur optique 141 nm). Cela est dû à des effets d'interférence.

Au lieu de former un revêtement conducteur d'oxyde d'étain, il est possible d'utiliser un autre oxyde métallique, par exemple de l'oxyde d'indium. Des revêtements d'oxyde d'indium dopé peuvent être formés de la même manière que des revêtements d'oxyde d'étain au moyen d'une solution de chlorure d'indium. En fait, les revêtements d'oxyde d'indium aussi minces que 100 nm ont une excellente basse émissivité infrarouge. Les revêtements d'oxyde d'indium eux-mêmes n'ont pas une résistance élevée à l'abrasion mais ils peuvent être protégés par un revêtement superficiel dur, par exemple de silice qui a une meilleure résistance à l'abrasion. Sans cela, ils sont utilisés de préférence, ainsi qu'on le représente à la figure 2, à l'intérieur de vitrages multiples.

Dans le cas où le revêtement diélectrique n'est pas exposé, tel le revêtement 6 à l'intérieur du vitrage creux représenté à la figure 2, le revêtement peut être constitué d'une matière fragile.

Des exemples de telles matières relativement fragiles sont les fluorures de magnésium et de calcium qui peuvent être déposés sous forme de revêtements minces ayant un indice de réfraction de 1,38 et 1,43 respectivement.

En variante, le revêtement diélectrique peut être constitué de matière polymère. De nombreuses telles matières ont un indice de réfraction d'environ 1,5. De telles matières peuvent être appliquées sur des feuilles de verre portant un revêtement d'oxyde métallique par immersion dans une solution de la matière polymère voulue. Des revêtements diélectriques de silicone ou de polyuréthane peuvent être appliqués de cette manière.

Il faut cependant noter que de tels revêtements ne doivent pas avoir une épaisseur supérieure à 160 nm afin de ne pas perdre le bénéfice de l'application du revêtement conducteur à basse émissivité. A titre d'exemple, si un revêtement de SnO<sub>2</sub> de 840 nm est surmonté d'une couche diélectrique polymère de 1000 nm d'épaisseur, l'émissivité infrarouge du vitrage sera d'environ 90%, substantiellement la même que celle du verre sans revêtement.

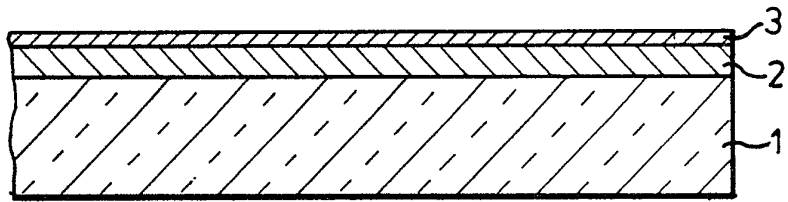


FIG.1

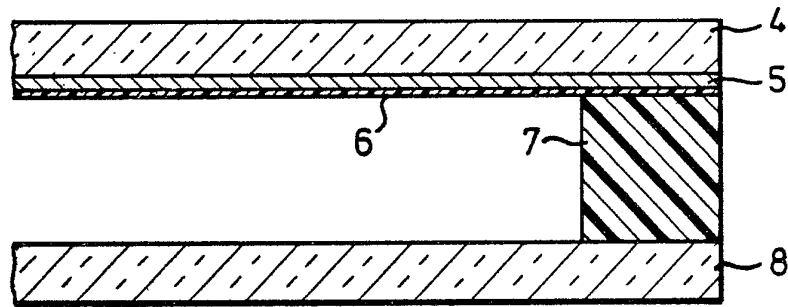


FIG.2