



República Federativa do Brasil
Ministério do Desenvolvimento, Indústria
e do Comércio Exterior
Instituto Nacional da Propriedade Industrial.

(21) **PI0709920-7 A2**

(22) Data de Depósito: 28/03/2007
(43) Data da Publicação: 26/07/2011
(RPI 2116)



* B R P I 0 7 0 9 9 2 0 A 2 *

(51) *Int.Cl.:*
C03C 17/36 2006.01

(54) Título: **SISTEMA DE CAMADAS DE BAIXA EMISSIVIDADE E DE ALTA RESISTÊNCIA AO TRATAMENTO TÉRMICO PARA SUBSTRATOS TRANSPARENTES, EM PARTICULAR PARA VIDRAÇAS, E, VIDRAÇA**

(30) Prioridade Unionista: 29/03/2006 DE 10 2006 014 796.0

(73) Titular(es): Saint-Gobain Glass France

(72) Inventor(es): Heinz Schicht, Pierre-Alain Gillet, Uwe Schmidt

(74) Procurador(es): Momsen, Leonardos & CIA.

(86) Pedido Internacional: PCT FR2007051032 de 28/03/2007

(87) Publicação Internacional: WO 2007/110552 de 04/10/2007

(57) Resumo: SISTEMA DE CAMADAS DE BAIXA EMISSIVIDADE E DE ALTA RESISTÊNCIA AO TRATAMENTO TÉRMICO PARA SUBSTRATOS TRANSPARENTES, EM PARTICULAR PARA VIDRAÇAS, E, VIDRAÇA Um sistema de camadas de baixa emissividade e de alta resistência ao tratamento térmico para substratos transparentes, em especial vidraças compreende pelo menos a partir do substrato um revestimento anti-reflexo inferior constituído por várias camadas parciais e que compreende uma camada essencialmente constituída de ZnO à qual é adjacente uma camada funcional à base de prata, uma camada essencialmente metálica de bloqueio situada acima da camada à base de prata, um revestimento anti-reflexo superior constituído por várias camadas parciais e um revestimento de recobrimento eventualmente constituído por várias camadas parciais. O revestimento anti-reflexo superior apresenta: uma camada parcial feita de ZnO ou feita de um óxido misto $ZnMeO_x$ que contém ZnO ou uma sucessão de camadas de óxidos mistos de tipo $ZnO:Al/ZnMeO_x$, uma camada parcial feita de Si_3N_4 ou feita de $Si_xO_yN_z$ e entre essas duas camadas parciais uma camada de separação de uma espessura de 0,5 a 5 rim, constituída por um óxido metálico ou por um óxido misto de rede cristalina cúbica, que impede um contato direto entre essas duas camadas parciais. A camada de separação intercalada de acordo com a invenção permite melhorar ainda mais as propriedades mecânicas e as propriedades químicas do sistema de camadas e obter para as vidraças revestidas uma alta resistência às manipulações técnicas.

“SISTEMA DE CAMADAS DE BAIXA EMISSIVIDADE E DE ALTA RESISTÊNCIA AO TRATAMENTO TÉRMICO PARA SUBSTRATOS TRANSPARENTES, EM PARTICULAR PARA VIDRAÇAS, E, VIDRAÇA”

5 A invenção se refere a um sistema de camadas de baixa emissividade e alta resistência ao tratamento térmico para substratos transparentes, em especial vidraças, e que apresenta pelo menos a partir do substrato um revestimento anti-reflexo inferior constituído por várias camadas parciais e que compreende uma camada essencialmente constituída de ZnO à
10 qual é adjacente uma camada funcional à base de prata, uma camada essencialmente metálica de bloqueio situada acima da camada à base de prata, um revestimento anti-reflexo superior constituído por várias camadas parciais e um revestimento de recobrimento eventualmente constituído por várias camadas parciais, as camadas sendo aplicadas por pulverização sob vácuo.

15 A presente invenção se refere também a uma vidraça que incorpora pelo menos um substrato de sustentação de um sistema de camadas de acordo com a invenção.

 Por sistema de camadas de alta resistência ao tratamento térmico, entende-se sistemas de camadas que resistem às temperaturas de
20 cerca de 600-7050°C necessárias para a operação de recurvamento e/ou de têmpera de substratos feitos de vidro sem ser destruídas e sem perder suas propriedades essenciais, a saber uma alta transmissão na faixa visível do espectro, uma alta reflexão na faixa da radiação térmica, uma baixa dispersão, uma alta neutralidade de tonalidade, uma alta resistência mecânica
25 e alta resistência química. No tratamento técnico ulterior das vidraças nas quais eles são de preferência colocados, esses sistemas de camadas são também chamados “temperáveis” e/ou “recurváveis”. Fundamentalmente, é evidentemente também possível colocar esses sistemas de camadas sobre substratos que não são em seguida tratados termicamente. Assim, tanto esses

sistemas de camadas conhecidos quanto os sistemas de camadas de acordo com a invenção convêm também para substratos transparentes feitos de matéria sintética.

São chamadas camadas funcionais camadas em geral metálicas que podem ser utilizadas intrinsecamente para o isolamento térmico (a reflexão de calor). Em numerosos casos, a camada funcional dos sistemas de camadas atuais é à base de prata ou constituída essencialmente de prata (que tem um efeito positivo sobre a neutralidade da tonalidade do sistema de camadas), mas também são conhecidos outros materiais para camadas funcionais, por exemplo o ouro e o cobre.

São conhecidos diferentes modos de realização de sistemas de camadas de alta resistência ao calor. Em um primeiro grupo de sistemas de camadas de alta resistência ao calor, as camadas anti-reflexo são todas constituídas por nitreto de silício (Si_3N_4) que é separado da camada funcional de prata por finas camadas de bloqueio feitas de CrNi e/ou feitas de NiCrO_x .

Sistemas de camadas que apresentam estruturas são descritos por exemplo nos documentos EP 0 567 735 B1, EP 0 717 014 B1, EP 0 771 766 B1, EP 0 646 551 B1, EP 0 796 825 B1, EP 1 446 364 B1 e EP 1 174 397 A2. No sistema de camadas descrito no documento EP 0 883 584 B1, as camadas de bloqueio dispostas entre a camada de prata e as camadas anti-reflexo Si_3N_4 são constituídas de silício.

Em um outro grupo de sistemas de camadas de alta resistência ao calor que apresentam uma camada de prata como camada funcional, as camadas anti-reflexo são constituídas por camadas de óxidos. Esses sistemas de camadas dos quais as camadas anti-reflexo são constituídas de óxidos puros são descritos por exemplo nos documentos DE 198 52 358 C1, EP 0 991 92 B1, EP 1 538 131 A1 e WO 2004/058660 A1. Esses sistemas de camadas podem também ser dotados de uma camada superior feita de nitreto metálico e em especial feita de Si_3N_4 .

Pelo documento EP 0 718 250 B1, são conhecidos sistemas de camadas temperáveis dotados de camadas anti-reflexo de óxidos, de nitretos ou de carbonetos, e nas quais a camada funcional à base de prata é recoberta por uma camada metálica de bloqueio que pode ser constituída por exemplo por Nb, por Ta, por Ti, por Cr ou por Ni ou por uma liga de pelo menos dois desses metais. Em um exemplo de realização, uma fina camada intermediária de ZnO é disposta entre a camada de bloqueio feita de Nb disposta sobre a camada de prata e a camada anti-reflexo superior feita de Si_3N_4 .

O documento DE 102 35 154 B4 divulga um sistema de camadas de alta resistência ao calor do tipo indicado no início e dotado de uma camada de bloqueio à base de uma liga de titânio. Esse documento apresenta também sistemas de camadas nas quais uma camada de ZnO eventualmente dopada em Al é aplicada sobre a camada metálica de bloqueio, uma camada feita de Si_3N_4 faz parte do revestimento anti-reflexo superior como a camada de Zn sendo disposta sobre essa camada de ZnO.

Pelo documento DE 101 05 199 C1, é conhecida uma estrutura de camadas de alta resistência ao calor, dotada de camadas anti-reflexo feitas de óxido, na qual uma camada intermediária de uma espessura de 0,5 a 5 nm feita de nitreto de metal, por exemplo feita de Si_3N_4 ou feita de AlN, é disposta entre a camada de prata e a camada metálica de bloqueio disposta acima da camada de prata.

O documento EP 1 238 950 A2 e o documento EP 1 583 723 A1 descrevem sistemas de camadas temperáveis que apresentam eventualmente várias camadas funcionais feitas de prata e camadas anti-reflexo feitas de nitreto ou camadas parciais feitas de nitreto que formam as camadas em anti-reflexo, e nas quais uma sucessão de camadas feitas de $\text{NiCrO}_x - \text{SnO}_2 - \text{Si}_3\text{N}_4$ é disposta acima da camada funcional de prata.

O documento DE 103 51 616 A1, que se refere também a sistemas de camadas de alta resistência ao calor, divulga também sistemas de

camadas que apresentam a sucessão de camadas Ag – Si₃N₄ – ZnO – SnO – Si₃N₄.

5 O documento WO 97/48649 descreve também sistemas de camadas de alta resistência ao calor que são dotados de camadas funcionais de prata e de camadas anti-reflexo feitas de Si₃N₄. De acordo com esse documento, a sucessão de camadas situadas acima da camada superior de prata pode ser também constituída de Nb – ZnO – TiN – Si₃N₄.

10 Aos sistemas de camadas temperáveis ou recurváveis, são impostas exigências grandes não somente em termos de resistência ao calor mas também em termos de propriedades mecânicas e de propriedades químicas. Por ocasião do transporte no interior da empresa, do corte e da polidura por fricção das vidraças, por ocasião da operação de lavagem nos autômatos de lavagem, por ocasião do transporte dentro do forno de têmpera e/ou de recurvamento e por ocasião das operações ulteriores de transporte e de
15 tratamento (que são reunidas na seqüência sob o nome de “manipulações”), essas camadas são expostas a solicitações grandes que podem facilmente acarretar danos ao sistema de camadas.

O problema na base da invenção é melhorar ainda mais as propriedades mecânicas e as propriedades químicas de sistemas de camadas
20 de alta resistência ao calor e desenvolver sistemas de camadas que apresentem boas propriedades ópticas e uma alta resistência às manipulações técnicas.

A invenção resolve esse problema com as disposições descritas na reivindicação 1. As reivindicações dependentes detalham características especialmente vantajosas.

25 Ainda que já se possa obter fundamentalmente uma dureza relativamente grande e boas propriedades de manipulação do sistema de camadas com a sucessão conhecida de Si₃N₄ – ZnO acima e/ou abaixo da camada de prata, com essa sucessão de camadas, às vezes são observados defeitos de qualidade nas operações de produção e de tratamento ulterior. De

maneira surpreendente, esses defeitos de qualidade podem ser evitados intercalando-se para isso de acordo com a invenção uma camada de separação feita de um óxido metálico ou um óxido misto de rede cristalina cúbica.

Uma causa da sensibilidade da sucessão de camadas Si_3N_4 – ZnO e $\text{ZnO} - \text{Si}_3\text{N}_4$ poderia ser um defeito de estabelecimento da camada fronteira. De fato, Si_3N_4 é um material amorfo que apresenta propriedades de isotropia acusadas, enquanto que ZnO é um material cristalino de empilhamento hexagonal muito denso e com propriedades anisotrópicas. A anisotropia é provocada pela estrutura espacial da rede e se manifesta por exemplo na elasticidade, na dureza, na aptidão para o descolamento e o alongamento térmico, e isso em função da dependência dessas propriedades em relação à direção. Em contrapartida a camada de um material cristalino de rede cúbica intercalada como camada de separação é isotrópica do ponto de vista óptico, mas para o que diz respeito a suas propriedades mecânicas, ela se comporta como um material anisotrópico. Ela assegura assim uma função dupla e age dessa maneira como camada de reforço da ligação entre a camada de Si_3N_4 e a camada de ZnO .

Como materiais para a camada de separação de rede cristalina cúbica convêm por exemplo camadas à base ou constituídas de NiCrO_x , Al_2O_3 , MgAlO_x , TiAlO_x , NiAlO_x e NiO . A camada de óxido misto que contém ZnO pode ser à base de ou constituída de ZnSnO_x , ZnAlO_x , ZnBiO_x , ZnSbO_x ou ZnInO_x (de maneira habitual as letras em índice indicam números que permitem obter uma certa estequiometria).

A sucessão das camadas parciais do revestimento anti-reflexo superior que a invenção propõe, quer dizer a disposição de uma camada de separação feita de um óxido metálico ou um óxido misto de rede cristalina cúbica entre a camada parcial que contém ZnO e em um desenvolvimento vantajoso da invenção, a camada parcial feita de nitreto de silício pode ser alternativamente ou cumulativamente também realizada no interior do

revestimento anti-reflexo inferior do sistema de camadas. Assim, é possível realizar no âmbito do preâmbulo da reivindicação 1, um revestimento anti-reflexo inferior e/ou um revestimento anti-reflexo superior que apresente:

- uma camada parcial de ZnO ou de um óxido misto $ZnMeO_x$ que contém ZnO ou uma sucessão de camadas de óxidos mistos de tipo ZnO:Al/ZnMeO_x,
- uma camada parcial feita de Si_3N_4 ou feita de $Si_xO_yN_z$ e
- entre essas duas camadas parciais uma camada de separação de uma espessura de 0,5 a 5 nm, constituída por um óxido metálico ou por um óxido misto de rede cristalina cúbica, que impede um contato direto entre essas duas camadas parciais em contato direto.

Os sistemas de camadas de acordo com a invenção podem também apresentar em especial as disposições abaixo das camadas parciais:

- substrato
- 15 (vidro)/ Si_3N_4 /ZnO:Al/Ag/NiCr/ZnO:Al/NiCrO_x/ Si_3N_4 /(camada de recobrimento)
- substrato
- (vidro)/ Si_3N_4 /NiCrO_x/ZnO:Al/Ag/NiCr/ZnO:Al/NiCrO_x/ Si_3N_4 /(camada de recobrimento)
- 20 substrato
- (vidro)/ Si_3N_4 /ZnSnO_x/ZnO:Al/Ag/NiCr/ZnO:Al/NiCrO_x/ Si_3N_4 /(camada de recobrimento)
- substrato
- (vidro)/ Si_3N_4 /NiCrO_x/ZnSnO_x/ZnO:Al/Ag/NiCr/ZnO/ZnSnO_x/NiCrO_x/ Si_3N_4 /(camada de recobrimento)
- 25

É possível obter ainda uma melhora das propriedades de resistência mecânica do sistema de camadas com camadas de recobrimento à base de certos compostos de TiZrHf.

Uma primeira camada de recobrimento vantajosa (“topcoat”) é

constituída por $\text{TiZrHf}(\text{C}_x\text{O}_y\text{N}_z)$. Essa camada de recobrimento é pulverizada a partir de um alvo metálico de TiZrHf com como gás de trabalho N_2 adicionado de 0,5 % de CH_4 . É possível no entanto também passar sem a adição de CH_4 e obter o carbono necessário no gás de trabalho que circunda o

5 alvo de TiZrHf pelos hidrocarbonetos presentes no sistema de bombeamento a um baixo nível de capacidade de aspiração, assim como divulgou fundamentalmente o documento EP 0 270 024 B1 no qual a pulverização de camadas de $\text{TiC}_x\text{O}_y\text{N}_z$. A incorporação do oxigênio é efetuada imediatamente quando a camada entra em contato com a atmosfera. Com o auxílio da

10 espectroscopia eletrônica de Auger (AES) e da espectroscopia eletrônica para análise química (XPS/ESCA), foi possível demonstrar que a camada de recobrimento assim preparada tem uma estrutura homogênea de TiZrHf -carboxinitreto. A existência de uma tal estrutura é conhecida na literatura especializada (ver por exemplo o periódico alemão “Hochvakuum,

15 Grenzflächen/Dünne Schichten”, fascículo 1, março 1984, página 142 e “Thin Solid Films”, 100 (1983), páginas 193 a 201, “The micro hardness of reactively sputtered $\text{TiC}_x\text{O}_y\text{N}_z$ -films”).

O documento WO 2004/71984 A1 divulga sistemas de camadas temperáveis nos quais a camada de recobrimento pode ser

20 constituída por oxinitretos, oxicarbonetos e carbonitretos de Ti, Zr e de outros elementos dos grupos IVb, Vb e VIb do sistema periódico. No entanto, esses sistemas de camadas conhecidos são misturas de compostos individuais e essa camada não é idêntica à estrutura complexa e homogênea de ligação realizada na invenção.

25 Uma outra camada de recobrimento vantajosa é constituída por uma camada pura oxidada de TiZrHfYO_x . Essa camada de recobrimento oxidada é de preferência pulverizada a partir de um alvo cerâmico condutor oxidado que contém em relação ao teor em ZrO_2 de 5 a 10 % em peso de Y_2O_3 . Essa camada é de preferência pulverizada a partir de um alvo tubular

em uma atmosfera de trabalho de Ar/O₂.

A invenção vai agora ser descrita com o auxílio de dois exemplos de realização que são comparados a um exemplo comparativo do estado da técnica. Como as disposições de acordo com a invenção devem
5 melhorar em especial a resistência mecânica e a dureza, para avaliar as propriedades das camadas nas vidraças revestidas, são realizadas medições e os testes indicados abaixo.

A. Teste Taber da empresa Taber Industries

10 Nesse teste, comprime-se um corpo de prova revestido e não temperado no aparelho e trata-se o mesmo com o auxílio de um rolo de atrito do tipo CS – 10 F fazendo-se o rolo de atrito girar durante 50 voltas sob uma carga de 500 g. A camada assim tratada é avaliada no microscópio. Os resultados desse teste estão indicados em % de camadas ainda presentes.

15 B. Teste de arranhão Erichsen em corpos de prova não temperados

Em corpos de prova revestidos e não temperados de 10 x 10 cm², cria-se com uma ponta de tipo “van Laar” um arranhão circular na camada sob uma carga de 5 N. Em seguida, o corpo de prova é temperado termicamente e mede-se no microscópio a largura do arranhão. Quanto mais
20 estreito for o arranhão, menos a camada sofreu de tensão e melhor é portanto a qualidade da camada.

C. Teste de arranhão Erichsen em corpos de prova temperados

No mesmo aparelho que no teste B, foram realizados sob uma carga crescente arranhões circulares na camada em corpos de prova
25 protendidos no formato de 10 x 10 cm², e determina-se as cargas nas quais é observada um arranhão interrompido e aquelas nas quais é observado um arranhão contínuo.

D. Teste de lavagem Erichsen em corpos de prova não protendidos

Submete-se corpos de prova revestidos e não protendidos a um teste de lavagem Erichsen de acordo com a norma ASTM 2486. Mede-se em qual medida é possível observar defeitos na camada depois de 300 passagens.

E. Teste de lavagem Erichsen em corpos de prova protendidos

5 Tempera-se em um forno de t mpera corpos de prova revestidos com as dimens es 10 x 40 cm² e submete-se os mesmos ao mesmo teste de lavagem.. Mede-se o n mero de passagens ao qual come a-se a observar um descolamento da camada.

10 F. Medica o da resist ncia aos arranh es por nosso pr prio m todo de teste

Nessa medica o, puxa-se com uma velocidade definida uma agulha solicitada por um peso sobre a camada, e isso tanto antes da t mpera (v) quanto depois da t mpera (n). O peso g para o qual tra os de arranh es s o vis veis   uma medida da resist ncia ao arranh o.

15 G. Teste com l  de a o

Nesse teste, passa-se sob uma leve press o um tamp o de l  de a o sobre a camada de um corpo de prova n o temperado. Considera-se que o teste teve sucesso quando n o se pode ver nenhum aranh o.

H. Teste com  lcool

20 Esse teste   realizado depois da protens o esfregando-se a camada com o aux lio de um pano impregnado de  lcool. N o se pode ver nenhuma mancha de atrito.

I. Medica es com o aux lio do aparelho de medica o de difus o da lua da empresa Gardner

25 I.1 Medica o da luz dispersa antes (v) e depois (n) da t mpera
I.2 Medica o da transmiss o antes (v) e depois (n) da t mpera.

Exemplo comparativo

Em uma instala o industrial de revestimento de modo cont nuo na qual   poss vel utilizar todos os tipos de alvos, a saber tanto alvos

planos quanto alvos tubulares, em corrente contínua e/ou em corrente alternada, aplica-se com o auxílio do processo de pulverização catódica reativa sustentada por campo magnético e sobre vidraças de vidro float de uma espessura de 4 mm um sistema de camadas de baixa emissividade que
 5 corresponde ao estado da técnica, os números dados antes do símbolo químico representando a espessura de cada camada individual em nm:

vidro/25Si₃N₄/9ZnO:Al/11,5Ag/3,5NiCr/5ZnO:Al/33Si₃N₄/2Zn₂TiO₄.

As camadas de ZnO:Al são pulverizadas a partir de um alvo metálico de ZnAl que contém 2 % em peso de Al. A camada de bloqueio
 10 disposta sobre a camada de prata é pulverizada com argônio como gás de trabalho a partir de um alvo metálico de NiCr constituído por 80 % em peso de Ni e por 20 % em peso de Cr. A camada superior anti-reflexo feita de nitreto de silício é pulverizada em condições reativas com um gás de trabalho
 15 de Ar/N₂ a partir de um alvo de Si e a camada de recobrimento superior (camada dita “topcoat”) é também pulverizada em condições reativas com como gás de trabalho ArO₂ a partir de um alvo metálico de liga de ZnTi que conta 73 % em peso de Zn e 27 % em peso de Ti. Na vidraça revestida, corta-se os corpos de prova necessários para realizar os testes mencionados mais
 20 acima.

Quando os corpos de prova devem ser protendidos, eles o são em um forno técnico tipo 47067 da empresa EFKO respeitando-se as normas da tecnologia.

Nos corpos de prova do exemplo comparativo, são
 25 determinadas as propriedades com o auxílio dos testes mencionados mais acima:

A. Teste Taber:	80 %
B. Largura do arranhão no teste de arranhão Erichsen:	160-180 µm
C. Avaliação visual dos aranhões:	contínuos a 1 N
D. Teste de lavagem em vidro não	início de descolamento da camada depois

temperado:	de 30 passagens
E. Teste de lavagem em vidro temperado:	camada sem defeito
F. Resistência aos arranhões:	(v) : 55-64 g; (n) : 15-20 g
G. Teste com lâ de aço:	mancha de arranhão
H. Teste com álcool:	nenhuma mancha visível
I1. Difusão da luz:	(v) : 0,17 %; (n) : 0,30 %
I2. Transmissão:	(v) : 84 %; (n) : 89 %

Exemplo de realização 1

Na mesma instalação de revestimento de modo contínuo que aquela utilizada no exemplo comparativo, reveste-se uma vidraça de vidro float de uma espessura de 4 mm com o sistema de camadas seguinte:

5 vidro/25Si₃N₄/9ZnO:Al/11,5Ag/3,5NiCr/5ZnO:Al/2,5NiCrO_x/
33Si₃N₄/2TiZrHf(C_xO_yN_z).

As camadas de ZnO:Al, a camada de NiCr e as camadas de Si₃N₄ são pulverizadas nas mesmas condições que aquelas indicadas a propósito do exemplo comparativo. A camada de NiCrO_x também é pulverizada a partir de uma camada de NiCr de 80 /20, mas em condições reativas com como mistura de gás de trabalho Ar/O₂ = 250/90 cm³ padrão. O alvo utilizado para a colocação da camada de recobrimento de TiZrHf(C_xO_yN_z) é constituída por uma liga de TiZrHf a 55 % em peso de Ti, 44 % em peso de Zr e 1 % em peso de Hf e é pulverizada com como gás de trabalho uma mistura de Ar e N₂. A incorporação de C na camada de recobrimento é efetuada a partir do gás residual presente na instalação depois de abaixamento da potência de aspiração nesse catodo e a incorporação de O é efetuada também a partir do gás residual, mas também a partir da atmosfera depois que a camada foi colocada em contato com a atmosfera exterior. As medições XPS/ESCA e AES realizadas nessa camada de recobrimento apresentam uma boa correspondência com os dados da estrutura Mecarbooxinitreto divulgadas na literatura.

Nesse produto, e com o auxílio dos testes mencionados mais acima, são determinadas as seguintes propriedades:

A. Teste Taber:	87 %
B. Largura do arranhão no teste de	80 μm

arranhão Erichsen:	
C. Avaliação visual dos aranhões:	contínuos a 7 N
D. Teste de lavagem em vidro não temperado:	início de descolamento da camada depois de 200 passagens
E. Teste de lavagem em vidro temperado:	camada sem defeito
F. Resistência aos aranhões:	(v) : 141-450 g; (n) : 60-80 g
G. Teste com lã de aço:	nenhuma mancha visível
H. Teste com álcool:	nenhuma mancha visível
I1. Difusão da luz:	(v) : 0,17 %; (n) : 0,18 %
I2. Transmissão:	(v) : 74,4 %; (n) : 87 %

A transmissão (74,4 %) do corpo de prova antes da protensão é portanto relativamente baixa, porque a camada de recobrimento feita de $TiZrHf(C_xO_yN_z)$ é relativamente muito absorvente. É só depois da operação de tratamento térmico de têmpera que os componentes nitretados e carbonados são decompostos em óxidos não absorventes.

Exemplo de realização 2

Na mesma instalação de revestimento de modo contínuo que aquela utilizada no exemplo comparativo, reveste-se uma vidraça de vidro float de uma espessura de 4 mm com o sistema de camadas abaixo:

10 vidro/25Si₃N₄/2,5NiCrO_x/9ZnO:Al/11,5Ag/3,5NiCr/5ZnO:Al/2,5NiCrO_x/Si₃N₄/2TiZrHfYO_x.

A camada de recobrimento feita de TiZrHfYO_x é colocada a partir de um alvo tubular feito de cerâmica constituído por um material oxidado condutor. O material oxidado é preparado a partir de uma liga metálica que conta 56 % em peso de Ti, 40 % em peso de Zr, 1 % em peso de Hf e 3 % em peso de Y. As outras camadas são pulverizadas nas mesmas condições que nos exemplos precedentes.

Com o auxílio dos testes mencionados mais acima, são determinadas nesse produto as seguintes propriedades:

A. Teste Taber:	90 %
B. Largura do arranhão no teste de arranhão Erichsen:	50-60 μm
C. Avaliação visual dos aranhões:	contínuos a 10 N
D. Teste de lavagem em vidro não temperado:	início de descolamento da camada depois de 450 passagens
E. Teste de lavagem em vidro temperado:	camada sem defeito

F. Resistência aos arranhões:	(v) : 139-366 g; (n) : 80-105 g
G. Teste com lã de aço:	nenhuma mancha visível
H. Teste com álcool:	nenhuma mancha visível
I1. Difusão da luz:	(v) : 0,18 %; (n) : 0,18 %
I2. Transmissão:	(v) : 84 %; (n) : 87 %

Depois da protensão do vidro revestido, esse sistema de camadas é de maneira reprodutível isento de rugosidade e de névoa quando ele é examinado sob luz do dia rasante ou sob luz halógena.

REIVINDICAÇÕES

1. Sistema de camadas de baixa emissividade e de alta resistência ao tratamento térmico para substratos transparentes, em particular para vidraças, e que apresenta pelo menos a partir do substrato um revestimento anti-reflexo inferior constituído por várias camadas parciais e que compreende uma camada essencialmente constituída de ZnO à qual é adjacente uma camada funcional à base de prata, uma camada essencialmente metálica de bloqueio situada acima da camada à base de prata, um revestimento anti-reflexo superior constituído por várias camadas parciais e um revestimento de recobrimento eventualmente constituído por várias camadas parciais, as camadas sendo aplicadas por pulverização sob vácuo, caracterizado pelo fato de que o revestimento anti-reflexo superior apresenta:

- uma camada parcial de ZnO ou de um óxido misto $ZnMeO_x$ que contém ZnO ou uma sucessão de camadas de óxidos mistos de tipo ZnO:Al/ZnMeO_x,

- uma camada parcial feita de Si_3N_4 ou feita de $Si_xO_yN_z$ e
- entre essas duas camadas parciais uma camada de separação de uma espessura de 0,5 a 5 nm, constituída por um óxido metálico ou por um óxido misto de rede cristalina cúbica, que impede um contato direto entre essas duas camadas parciais.

2. Sistema de camadas de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a camada de separação é à base ou constituída de $NiCrO_x$, Al_2O_3 , $MgAlO_x$, $TiAlO_x$, $NiAlO_x$ e NiO.

3. Sistema de camadas de acordo com as reivindicações 1 ou 2, caracterizado pelo fato de que o óxido misto que contém ZnO é à base de ou constituído de $ZnSnO_x$, $ZnAlO_x$, $ZnBiO_x$, $ZnSbO_x$ ou $ZnInO_x$.

4. Sistema de camadas de acordo com uma das reivindicações 1 a 3, caracterizado pelo fato de que a camada parcial feita de ZnO ou feita de um óxido misto que contém ZnO ou constituída por uma sucessão de óxidos

mistos de tipo ZnO:Al/ZnMeO_x é disposta diretamente sobre a camada metálica de bloqueio.

5 5. Sistema de camadas de acordo com uma das reivindicações 1 a 4, caracterizado pelo fato de que o revestimento anti-reflexo inferior apresenta também:

- uma camada parcial de ZnO ou de um óxido misto ZnMeO_x que contém ZnO ou uma sucessão de camadas de óxidos mistos de tipo ZnO:Al/ZnMeO_x ,

- uma camada parcial feita de Si_3N_4 ou feita de $\text{Si}_x\text{O}_y\text{N}_z$ e

10 - entre essas duas camadas parciais uma camada de separação de uma espessura de 0,5 a 5 nm, constituída por um óxido metálico ou por um óxido misto de rede cristalina cúbica, que impede um contato direto entre essas duas camadas parciais.

15 6. Sistema de camadas de acordo com uma das reivindicações 1 a 5, caracterizado pelo fato de que uma camada de recobrimento disposta acima do revestimento anti-reflexo superior é constituída por $\text{TiZrHf(C}_x\text{O}_y\text{N}_z)$.

20 7. Sistema de camadas de acordo com uma das reivindicações 1 a 5, caracterizado pelo fato de que uma camada de recobrimento disposta acima do revestimento anti-reflexo superior é constituída por TiZrHfYO_x .

8. Sistema de camadas de acordo com uma das reivindicações precedentes, caracterizado pelo fato de que tem a estrutura de camadas seguinte:

substrato/ Si_3N_4 / $\text{ZnO:Al/Ag/NiCr/ZnO:Al/NiCrO}_x$ / Si_3N_4 / $\text{TiZrHf(C}_x\text{O}_y\text{N}_z)$.

25 9. Sistema de camadas de acordo com uma das reivindicações 1 a 7, caracterizado pelo fato de que tem a estrutura de camadas seguinte: substrato/ Si_3N_4 / NiCrO_x / $\text{ZnO:Al/Ag/NiCr/ZnO:Al/NiCrO}_x$ / Si_3N_4 / TiZrHfYO_x .

10. Sistema de camadas de acordo com uma das reivindicações 1 a 7, caracterizado pelo fato de que tem a estrutura de camadas seguinte:

substrato/Si₃N₄/ZnSnO_x/ZnO:Al/Ag/NiCr/ZnO:Al/NiCrO_x/Si₃N₄/TiZrHf(C_xO_yN_z).

11. Vidraça caracterizada pelo fato de que ela incorpora pelo menos um substrato de sustentação de um sistema de camadas de acordo com uma das reivindicações precedentes.

RESUMO

PI 070920-7

“SISTEMA DE CAMADAS DE BAIXA EMISSIVIDADE E DE ALTA
RESISTÊNCIA AO TRATAMENTO TÉRMICO PARA SUBSTRATOS
TRANSPARENTES, EM PARTICULAR PARA VIDRAÇAS, E,
5 VIDRAÇA”

Um sistema de camadas de baixa emissividade e de alta
resistência ao tratamento térmico para substratos transparentes, em especial
vidraças compreende pelo menos a partir do substrato um revestimento anti-
reflexo inferior constituído por várias camadas parciais e que compreende
10 uma camada essencialmente constituída de ZnO à qual é adjacente uma
camada funcional à base de prata, uma camada essencialmente metálica de
bloqueio situada acima da camada à base de prata, um revestimento anti-
reflexo superior constituído por várias camadas parciais e um revestimento de
recobrimento eventualmente constituído por várias camadas parciais. O
15 revestimento anti-reflexo superior apresenta: uma camada parcial feita de
ZnO ou feita de um óxido misto $ZnMeO_x$ que contém ZnO ou uma sucessão
de camadas de óxidos mistos de tipo $ZnO:Al/ZnMeO_x$, uma camada parcial
feita de Si_3N_4 ou feita de $Si_xO_yN_z$ e entre essas duas camadas parciais uma
camada de separação de uma espessura de 0,5 a 5 nm, constituída por um
20 óxido metálico ou por um óxido misto de rede cristalina cúbica, que impede
um contato direto entre essas duas camadas parciais. A camada de separação
intercalada de acordo com a invenção permite melhorar ainda mais as
propriedades mecânicas e as propriedades químicas do sistema de camadas e
obter para as vidraças revestidas uma alta resistência às manipulações
25 técnicas.