

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE  
INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE  
COURBEVOIE

①1 N° de publication :  
(à n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction)

**3 096 304**

②1 N° d'enregistrement national : **19 05421**

⑤1 Int Cl<sup>8</sup> : **B 32 B 7/06 (2019.12), B 32 B 37/14, 17/10**

⑫

**DEMANDE DE BREVET D'INVENTION**

**A1**

②2 Date de dépôt : 23.05.19.

③0 Priorité :

④3 Date de mise à la disposition du public de la demande : 27.11.20 Bulletin 20/48.

⑤6 Liste des documents cités dans le rapport de recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du présent fascicule*

⑥0 Références à d'autres documents nationaux apparentés :

Demande(s) d'extension :

⑦1 Demandeur(s) : SAINT-GOBAIN GLASS FRANCE S.A.S. — FR.

⑦2 Inventeur(s) : DIGUET Antoine.

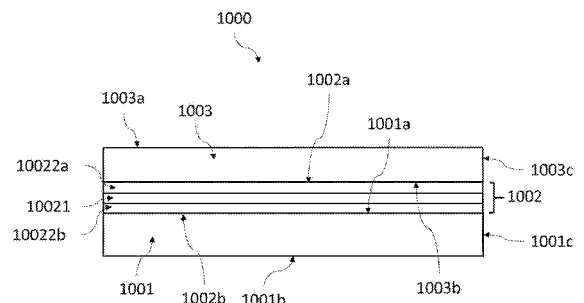
⑦3 Titulaire(s) : SAINT-GOBAIN GLASS FRANCE S.A.S..

⑦4 Mandataire(s) : SAINT-GOBAIN RECHERCHE.

⑤4 Composite laminé pour éléments de couches à propriétés thermiques et transparents aux radiofréquences.

⑤7 L'invention concerne un composite laminé permettant l'obtention d'éléments de couches à propriétés thermiques transparents aux radiofréquences. Elle est remarquable en ce qu'elle permet notamment de conférer une transparence aux radiofréquences et un caractère de réflexion diffuse à des empilements de couches comprenant une ou plusieurs couches fonctionnelles métalliques tout conservant de hautes performances thermiques, notamment de contrôle solaire.

Les éléments de couches obtenus permettent ainsi de fabriquer des vitrages possédant de hautes performances thermiques, notamment en contrôle solaire, des propriétés de réflexion diffuse et une transparence aux radiofréquences telles que celles utilisées dans les télécommunications.



**FR 3 096 304 - A1**



## Description

### **Titre de l'invention : Composite laminé pour éléments de couches à propriétés thermiques et transparents aux radiofréquences**

- [0001] L'invention concerne un composite laminé permettant l'obtention d'éléments de couches à propriétés thermiques et transparents aux radiofréquences. Ces éléments de couches permettent de fabriquer des vitrages possédant de hautes performances thermiques, notamment en contrôle solaire, des propriétés de réflexion diffuse et une transparence aux radiofréquences telles que celles utilisées dans les télécommunications.
- [0002] Les surfaces vitrées constituent la majorité des surfaces externes des bâtiments et des véhicules de transport. Cette augmentation des surfaces vitrées répond au besoin croissant des usagers en matière d'éclairage par la lumière naturelle.
- [0003] Dans le but de réduire les pertes thermiques, les surfaces vitrées sont généralement fonctionnalisées afin d'agir sur les rayonnements solaires et/ou infrarouges incidents. La fonctionnalisation de ces surfaces peut être réalisée par le dépôt d'un empilement de couches comprenant des couches fonctionnelles métalliques.
- [0004] Cet empilement de couches confère aux surfaces vitrées des fonctions dites « sélectives » permettant de diminuer la quantité d'énergie transmise au travers du vitrage vers l'intérieur sans préjudice pour la transmission lumineuse dans le spectre visible. Ces fonctions sont également appelées fonctions de contrôle solaire.
- [0005] Les empilements de couches comprenant des couches fonctionnelles métalliques, comme par exemple les empilements à base d'argent, possèdent des fonctions de contrôle solaire très performantes et sont couramment utilisés dans les vitrages.
- [0006] Ces empilements souffrent toutefois de plusieurs inconvénients.
- [0007] Tout d'abord, les couches métalliques qu'ils comprennent bloquent les ondes électromagnétiques radio, notamment les radiofréquences, qui sont couramment utilisées dans les dispositifs de télécommunication (téléphone cellulaire, émetteurs Wifi ou Bluetooth, puces GPS,...). Le signal radio émis ou détecté par ces dispositifs est affaibli, et la qualité des communications devient médiocre. Les télécommunications peuvent parfois être impossibles. A titre d'exemple, selon l'article de Rodriguez et al., "Radio Propagation into Modern Buildings: Attenuation Measurements in the Range from 800 MHz to 18 GHz," 2014 IEEE 80th Vehicular Technology Conference (VTC2014-Fall), 2014, pp. 1-5, un vitrage qui comprend un empilement de couches comprenant des couches fonctionnelles métallique peut provoquer une atténuation de plus de 30dB des signaux de télécommunication.
- [0008] Cet inconvénient est aussi une des raisons pour lesquelles l'utilisation des em-

pilements comprenant des couches métalliques est réduite pour les vitrages de véhicule.

- [0009] Aussi, aujourd'hui, avec le développement des véhicules et des bâtiments connectés, ainsi que l'utilisation croissante de dispositifs de télécommunication à l'intérieur des bâtiments ou de l'habitacle des véhicules, il est un besoin croissant des vitrages ne faisant pas obstacles à la transmission des ondes électromagnétiques de télécommunication.
- [0010] D'autre part, les surfaces vitrées munies d'empilement comprenant des couches fonctionnelles métalliques ont une réflexion lumineuse qui présente un caractère spéculaire nuisible pour les environnements urbains. La réflexion spéculaire a pour effet de réfléchir et concentrer le rayonnement solaire incident vers les sols. Au sein de ville, cette concentration provoque des augmentations locales de la température amplifiant les effets d'îlots urbains de chaleur (« urban heat islands »).
- [0011] Les empilements de couches comprenant des couches fonctionnelles métalliques peuvent être également inadaptés à la fabrication de certains vitrages feuilletés. Les vitrages feuilletés sont généralement fabriqués par laminage d'une feuille intercalaire organique entre deux feuilles de verre minéral ou organique. En général, l'empilement est déposé, avant laminage, sur l'une des faces internes des feuilles de verre en contact avec l'intercalaire. Après le laminage, l'empilement est ainsi emprisonné entre les feuilles de verre et est ainsi protégé des agressions de l'environnement extérieur.
- [0012] Il est difficile de déposer directement l'empilement sur l'intercalaire au lieu des surfaces internes des feuilles de verre en raison d'incompatibilités chimiques entre les constituants de l'empilement et le matériau de l'intercalaire, et/ou d'incompatibilités techniques avec le procédé de dépôt de l'empilement. Or, un dépôt de l'empilement sur l'intercalaire peut être avantageux afin de disposer d'un stock d'intercalaires prêts à l'emploi qu'il suffirait ensuite de laminier entre deux feuilles de verre pour former un vitrage feuilleté. Il existe des solutions selon lesquelles une feuille intercalaire est combinée avec autre substrat compatible avec l'empilement. Néanmoins, ce substrat est un élément supplémentaire rapporté dans le vitrage feuilleté qui peut rendre plus complexe sa fabrication et/ou en augmenter substantiellement le coût.
- [0013] Par exemple, dans le cas des vitrages feuilletés, les substrats à base de PET et de PMMA conviennent pour le dépôt d'un empilement de couches comprenant des couches fonctionnelles métalliques par pulvérisation cathodique. Toutefois, leurs propriétés mécaniques et chimiques les rendent inaptes au laminage de certains vitrages feuilletés. Ils peuvent réagir avec les autres couches organiques utilisées ou encore avoir un comportement thermomécanique inapproprié pour le procédé de laminage. Par exemple, des défauts sous forme de rides (« wrinkles ») peuvent apparaître lors de la mise en forme du vitrage. Ils sont également plus onéreux que

l'intercalaire à base de PVB utilisé dans ces vitrages. Quant aux matériaux à base PVB, régulièrement utilisés dans les vitrages feuilletés, seuls certains d'entre eux sont compatibles avec les compositions et procédés de dépôt de couches diélectriques.

[0014] L'état de la technique propose quelques solutions. Cependant, elles ne sont pas satisfaisantes car elles ne peuvent pas résoudre tous les inconvénients précités.

[0015] Par exemple, la demande de brevet WO 2012104547 A1 décrit un élément de couches transparent comprenant deux substrats transparents, organiques ou inorganiques, d'indices de réfraction sensiblement similaires entre lesquels est disposé un empilement de couches comprenant une couche métallique. Les surfaces entre deux couches adjacentes sont texturées et parallèles entre elles. Cet élément de couches possède un caractère de réflexion diffuse qui permet de réduire l'effet de réflexion spéculaire. Il peut éventuellement être utilisé dans un vitrage feuilleté. En revanche, il n'est pas transparent aux radiofréquences.

[0016] Il existe donc un besoin pour des vitrages possédant à la fois de hautes performances thermiques, une transparence aux ondes des dispositifs de télécommunication, et une réflexion lumineuse avec un faible caractère spéculaire.

[0017] La présente invention répond à ce besoin.

[0018] Elle a pour objet un composite laminé qui permet l'obtention d'éléments de couches à propriétés thermiques, transparents aux radiofréquences et présentant une réflexion spéculaire réduite. En particulier, elle est remarquable en ce qu'elle permet notamment de conférer une transparence aux radiofréquences et un caractère de réflexion diffuse à des empilements de couches comprenant une ou plusieurs couches fonctionnelles métalliques tout conservant de hautes performances thermiques, notamment de contrôle solaire.

[0019] L'invention se rapporte également à un procédé de fabrication d'un tel composite laminé ainsi qu'à un procédé de fabrication d'un élément de couches, notamment pour vitrage, mettant en œuvre un tel composite laminé.

[0020] Dans le cadre de l'invention, il fait usage des définitions suivantes.

[0021] Il est considéré qu'une couche diélectrique est une couche dont la conductivité électrique est faible, typiquement inférieure à 100 S/m.

[0022] Lorsqu'il est appliqué à une couche, un substrat ou un vitrage, il est considéré par le terme « transparent », une couche, un substrat ou un vitrage au travers de laquelle ou duquel au moins une partie du rayonnement électromagnétique est transmis dans un domaine utile de longueurs d'onde pour l'application recherchée de sorte qu'un objet peut être distinctement discerné au travers dudit élément dans ledit domaine utile de longueurs d'onde.

[0023] Pour un domaine donné de longueurs d'onde d'un rayonnement électromagnétique, un niveau de transparence ou de clarté d'une couche, d'un substrat ou d'un vitrage peut

être défini sous la forme d'un rapport d'intensités calculé selon les étapes suivantes :

(a) le calcul de la différence entre

- l'intensité du rayonnement transmis au travers de ladite couche selon une direction donnée dans un premier angle solide défini par un premier cône de révolution dont l'axe de révolution est ladite direction et dont le demi-angle au sommet est inférieur à  $0,7^\circ$ , le sommet dudit premier cône étant placé sur la surface de ladite couche par laquelle le rayonnement électromagnétique est transmis, et

- l'intensité du rayonnement transmis dans un deuxième angle solide défini par un deuxième cône de révolution dont l'axe de révolution est ladite direction et dont le demi-angle au sommet est compris entre  $0,7^\circ$  et  $2^\circ$ , le sommet dudit deuxième cône coïncidant avec le sommet du premier cône,

(b) le calcul du rapport de la différence obtenue à l'étape (a) sur l'intensité totale du rayonnement électromagnétique transmis dans l'intégralité de de l'angle solide défini par le cône de révolution dont l'axe de révolution est ladite direction et dont le demi-angle au sommet est compris entre  $0^\circ$  et  $2^\circ$ .

[0024] Une couche est généralement qualifiée de transparente lorsque ce rapport est au moins égal à 0,8, voire 0,9.

[0025] Il est entendu par face texturée ou surface texturée, une face ou une surface dont les dimensions géométriques de son relief sont plus grandes que les longueurs d'onde du domaine utile de longueurs d'onde du rayonnement incident sur ladite surface. De manière générale, et sans caractère limitatif, un exemple typique de surface texturée est une surface dite rugueuse dont la moyenne arithmétique des valeurs absolues des hauteurs et profondeurs de son profil de relief par rapport au plan médian dudit relief est comprise entre  $1\ \mu\text{m}$  et  $1\ \text{mm}$ . Alternativement, la texture d'une surface peut être aussi définie comme une rugosité de surface caractérisée par un paramètre  $R_z$  mesuré selon la norme ISO 4287:1997 et dont la valeur est comprise entre  $1\ \mu\text{m}$  et  $1\ \text{mm}$ .

[0026] Il est considéré par énergie d'adhésion entre deux faces ou deux surfaces, l'énergie nécessaire à la séparation desdites faces ou surfaces lorsqu'elles adhèrent ensemble par contact en raison de tout phénomène physico-chimique d'adhésion. L'adhérence, ou force d'adhérence, correspond à la force nécessaire pour réaliser cette séparation.

[0027] Il est entendu par niveau « flou » ou de « trouble » (haze), la proportion du rayonnement électromagnétique transmis au travers d'un matériau, et dont l'angle de dispersion est supérieur à  $2,5^\circ$  par rapport la direction d'incidence dudit rayonnement. Cette définition correspond à celles des normes ISO 14782 et ASTM D1003.

[0028] Sans aucune précision ou qualificatif, le terme « épaisseur » utilisé pour une couche correspond à l'épaisseur physique, réel ou géométrique,  $e$ , de ladite couche.

[0029] L'expression « ensemble diélectrique de couches » désigne une ou plusieurs couches en contact les unes avec les autres formant un empilement globalement diélectrique,

c'est-à-dire qu'il n'a pas les fonctions d'une couche fonctionnelle métallique. Si l'ensemble diélectrique comprend plusieurs couches, celles-ci peuvent elles-mêmes être diélectriques. L'épaisseur physique, réelle ou géométrique, respectivement l'épaisseur optique, d'un ensemble diélectrique de couches, correspond à la somme des épaisseurs physiques, réelles ou géométriques, respectivement des épaisseurs optiques, de chacune des couches qui le constituent.

- [0030] L'expression « à base de », utilisée pour qualifier un matériau ou une couche quant à ce qu'il ou elle contient, signifie que la fraction massique du constituant qu'il ou elle comprend est d'au moins 50%, en particulier au moins 70%, de préférence au moins 90%.
- [0031] Le substantif « stœchiométrie » et ses adjectifs dérivés doivent être interprétés selon le sens conventionnel du domaine technique. Il signifie notamment que les proportions des éléments chimiques constituant un composé correspondent à celles du « composé défini » tel que les diagrammes thermochimiques ou les conventions en vigueur dans le domaine technique le définissent.
- [0032] Par le terme « lumière » et le qualificatif « lumineux », il est entendu le rayonnement électromagnétique du domaine du spectre électromagnétique correspondant au domaine de la lumière visible, c'est-à-dire dont la longueur d'onde est comprise entre 380nm et 800nm.
- [0033] La transmission lumineuse et la réflexion lumineuse, sont définies, mesurées et calculées en conformité avec les normes EN 410 et ISO 9050. La couleur est mesurée dans l'espace chromatique  $L^*a^*b^*$  CIE 1976 selon la norme ISO 11664 avec un illuminant D65 et un champ visuel de 10° pour l'observateur de référence.
- [0034] Il est considéré par proportion de « lumière diffuse », la proportion de lumière réfléchiée par la surface d'un matériau, dont la dispersion angulaire est supérieure à 2,5° par rapport à la direction de la lumière incidente.
- [0035] La transparence aux radiofréquences est la propriété d'un matériau de ne pas altérer de manière significative l'amplitude et la phase des ondes électromagnétiques du spectre radiofréquence qui le traversent, en particulier le domaine utile du spectre pour une application donnée du matériau. Les fréquences des ondes du spectre radiofréquence sont généralement comprises entre 3 Hz et 300 GHz selon la définition l'Union Internationale des Télécommunications.
- [0036] La transparence aux radiofréquences d'un matériau, en particulier d'un élément de couches ou d'un vitrage comprenant un tel élément, peut être indirectement évaluée par la résistance électrique de surface (« sheet resistance ») du matériau.
- [0037] La résistance électrique de surface est communément notée  $R^2$ , appelée résistance carrée (« sheet resistance »), et exprimée en Ohm. Elle correspond à résistance électrique latérale à travers une zone carrée du matériau, entre les côtés opposés de la

zone carrée. La résistance électrique de surface est indépendante de la taille de la zone carrée. Elle peut être mesurée par des méthodes avec contact, par exemple à l'aide d'une sonde quatre pointes, ou par des méthodes sans contact, par exemple par induction.

- [0038] Plus la résistance de surface est élevée, plus le matériau est transparent aux radiofréquences, c'est-à-dire plus l'atténuation ondes électromagnétiques du spectre radiofréquence qui le traversent est faible. Inversement, plus la résistance de surface est faible, moins le matériau est transparent aux radiofréquences, et plus l'atténuation est élevée. Un exemple de relation liant résistance de surface et atténuation des radiofréquences est décrit dans l'article Y. Liu and J. Tan, "Frequency Dependent Model of Sheet Resistance and Effect Analysis on Shielding Effectiveness of Transparent Conductive Mesh Coatings," Progress In Electromagnetics Research, Vol. 140, 353-368, 2013.
- [0039] Afin de faciliter la compréhension de la présente invention, elle est maintenant décrite et illustrée en référence aux éléments des dessins dans leurs différentes vues.
- [0040] [fig.1] est une représentation schématique d'une composite laminé selon l'invention.
- [0041] [fig.2] est une représentation schématique d'un procédé de fabrication d'un composite laminé selon l'invention.
- [0042] [fig.3] est une représentation schématique d'un procédé de fabrication d'un élément de couches à partir d'un composite laminé selon l'invention.
- [0043] [fig.4] est une représentation schématique d'un composite laminé selon l'invention avec un premier exemple d'empilement de couches comprenant des couches fonctionnelles métalliques.
- [0044] [fig.5] est une représentation schématique d'un composite laminé selon l'invention avec un deuxième exemple d'empilement de couches comprenant des couches fonctionnelles métalliques.
- [0045] [fig.6] est une représentation graphique des spectres de transmission et de réflexion lumineuses d'un vitrage feuilleté comprenant un élément de couches obtenu à l'aide du composite laminé de la figure 4 et d'un vitrage selon l'état de la technique.
- [0046] [fig.7] est une représentation graphique des spectres de réflexion lumineuse d'un vitrage feuilleté comprenant un élément de couches obtenu à l'aide du composite laminé de la figure 5.
- [0047] L'invention, illustrée par le dessin de la figure 1, a pour objet un composite laminé 1000 comprenant :
- un support 1001 comprenant un bord 1001c, une première face principale 1001a et une deuxième face principale 1001b ;
  - une empilement 1002 de couches comprenant au moins une couche 10021 fonctionnelle métallique disposée entre deux ensembles 10022a, 10022b diélectriques de

couches, ledit empilement comprenant une première face 1002a principale et une deuxième face 1002b principale ;

- un premier substrat 1003 polymérique organique transparent comprenant un bord 1003c, une première face 1003a principale et une deuxième face 1003b principale ; dans lequel :

- la première face 1002a principale de l'empilement 1002 est en contact avec la deuxième face 1003b principale du premier substrat 1003 organique polymérique transparent ;

- la deuxième face 1002b principale de l'empilement 1002 est en contact avec la première face 1001a principale du support 1001 ;

- l'énergie d'adhésion entre la deuxième face 1002b principale de l'empilement 1002 et la première face 1001a principale du support 1001 est inférieure à l'énergie d'adhésion entre la première face 1002a principale de l'empilement 1002 et la deuxième face 1003b principale du premier substrat 1003 polymère organique transparent.

[0048] Le support 1001 polymérique organique est un élément sacrificiel dont la fonction est de servir de support de dépôt de la couche diélectrique avant transfert sur le premier substrat 1003 polymérique organique transparent, conformément à un procédé de fabrication d'un élément de couches décrit ensuite. En d'autres termes, il n'est généralement pas destiné à être conservé dans ledit élément de couches. Ainsi, ce support 1001 peut être judicieusement choisi de sorte qu'il soit compatible avec la composition de la couche diélectrique et/ou son procédé de dépôt. Il n'est pas nécessairement transparent.

[0049] La méthode non limitative suivante peut être utilisée pour vérifier que l'énergie d'adhésion entre la deuxième face 1002b principale de la couche diélectrique 1002 et la première face 1001a principale du support 1001 polymérique organique est inférieure à l'énergie d'adhésion entre la première face 1002a principale de la couche diélectrique 1002 et la deuxième face 1003b principale du premier substrat 1003 polymérique organique transparent. Elle consiste à réaliser le délaminage du composite laminé, par exemple en le pelant manuellement, puis à mesurer les résistances ohmiques de la surface 1001a du support 1001 polymérique organique et de la surface 1003b du premier substrat 1003 polymérique organique transparent. La couche diélectrique 1002 étant généralement plus conductrice que le support 1001 et le premier substrat 1003, si la résistance ohmique de la surface 1003b du premier substrat 1003 est inférieure à celle de la surface 1001a du support, alors l'énergie d'adhésion entre la deuxième face 1002b principale de la couche diélectrique 1002 et la première face 1001a principale du support 1001 polymérique organique est inférieure à l'énergie d'adhésion entre la première face 1002a principale de la couche diélectrique 1002 et la

deuxième face 1003b principale du premier substrat 1003 polymérique organique transparent.

- [0050] Alternativement, il est possible de réaliser un examen optique, par mesure de spectre optique en réflexion, en transmission ou en absorption, de la surface 1001a du support 1001 polymérique organique et de la surface 1003b du premier substrat 1003 polymérique organique transparent. Si un comportement spectral caractéristique de la couche diélectrique 1002, par exemple une réflexion plus importante dans l'infrarouge, est majoritairement observé sur la surface 1003b du premier substrat 1003, alors l'énergie d'adhésion entre la deuxième face 1002b principale de la couche diélectrique 1002 et la première face 1001a principale du support 1001 polymérique organique est inférieure à l'énergie d'adhésion entre la première face 1002a principale de la couche diélectrique 1002 et la deuxième face 1003b principale du premier substrat 1003 polymérique organique transparent.
- [0051] L'énergie d'adhésion entre la deuxième face 1002b principale de la couche diélectrique 1002 et la première face 1001a principale du support 1001 polymérique organique est inférieure à l'énergie d'adhésion entre la première face 1002a principale de la couche diélectrique 1002 et la deuxième face 1003b principale du premier substrat 1003 polymérique organique transparent. Cela permet le transfert par délamination la couche diélectrique 1002 depuis le support 1001 polymérique organique vers le premier substrat 1003 polymérique organique transparent lorsque le composite laminé 1000 selon l'invention est utilisé pour la fabrication d'un élément de couches comme décrit ensuite.
- [0052] Cette différence dans les énergies d'adhésion peut notamment être obtenue en sélectionnant un support 1001 polymérique organique dont les propriétés physico-chimiques de sa première face principale 1001a lui confèrent intrinsèquement par sa composition et/ou sa morphologie de surface une énergie d'adhésion plus faible que celle entre la première face 1002a principale de la couche diélectrique 1002 et la deuxième face 1003b principale du premier substrat 1003 polymérique organique transparent.
- [0053] Dans un mode de réalisation du composite laminé de l'invention la deuxième face 1003b principale du premier substrat 1003 polymérique organique transparent et/ou la première face 1001a principale du support 1001 peuvent être texturées et/ou chimiquement fonctionnalisées.
- [0054] Un exemple de fonctionnalisation peut être une couche de silicone de quelques nanomètres à quelques dizaines de micromètres.
- [0055] La deuxième face 1003b principale du premier substrat 1003 polymérique organique transparent peut être une surface texturée. Cette surface texturée peut avoir pour fonction de contribuer à réduire le caractère spéculaire de la réflexion lumineuse d'un

élément de couches susceptible d'être obtenu par un procédé de fabrication comme décrit ensuite. Elle confère notamment un caractère de réflexion diffuse à cet élément de couches. Cette surface texturée peut être intrinsèque au substrat ou obtenu par des méthodes de texturation telles que l'embossage, la gravure ou l'attaque chimique. De préférence, le premier substrat 1003 polymérique organique peut être sélectionné de sorte qu'il présente une texturation de surface intrinsèque.

- [0056] A titre d'exemple, la texturation des faces 1003b et/ou 1001a peut être sous la forme d'une rugosité de surface caractérisée par un paramètre Rz mesuré selon la norme ISO 4287:1997 et dont la valeur est comprise entre 1  $\mu\text{m}$  et 1 mm, en particulier entre 5  $\mu\text{m}$  et 100  $\mu\text{m}$ , de préférence entre 25  $\mu\text{m}$  et 100  $\mu\text{m}$ , voire entre 25  $\mu\text{m}$  et 50  $\mu\text{m}$ , ou encore entre 30  $\mu\text{m}$  et 45  $\mu\text{m}$ .
- [0057] Dans une mode de réalisation du composite laminé de l'invention, la deuxième face 1003b principale du premier substrat 1003 polymérique organique transparent peut être avantageusement une face texturée sous forme d'une rugosité de surface dont le paramètre Rz est égal ou supérieur à 20  $\mu\text{m}$ .
- [0058] Le support 1001 peut être un support minéral, tel qu'un verre minéral par exemple, ou un support organique.
- [0059] Des exemples de support organique sont des supports organiques à base de polyéthylène téréphtalate, de polyéthylène naphtalate, d'éthylène tétrafluoroéthylène ou de poly(méthacrylate de méthyle).
- [0060] Le premier substrat 1003 polymérique organique transparent peut être un film dont les dimensions et la composition sont adaptées à une utilisation en tant que composant d'un élément de couches susceptible d'être obtenu à l'aide d'un procédé de fabrication comme décrit ensuite.
- [0061] En particulier, le premier substrat 1003 polymérique organique transparent peut être avantageusement à base de poly(butyril vinylique). Il entre souvent comme composant d'intercalaire de feuillete dans un élément de couches pour vitrage feuillete. Il possède généralement une texture de surface intrinsèque permettant de contribuer à la fonction de réflexion diffuse, et réduit ainsi le caractère spéculaire de la réflexion lumineuse de l'élément de couches.
- [0062] Les ensembles diélectriques de couches de l'empilement 1002 de couches comprennent au moins une couche en un matériau diélectrique qui peut être à base de nitrures et/ou à base d'oxydes. Ces oxydes ou nitrures peuvent être stœchiométriques ou non stœchiométriques.
- [0063] Des exemples de matériau diélectrique sont le nitrure de silicium, le nitrure de titane, l'oxyde de zinc, l'oxyde d'étain et de zinc, l'oxyde de titane, l'oxyde de silicium, l'oxyde de titane et d'étain, l'oxyde de niobium, le nitrure de niobium, seul ou en combinaison.

- [0064] La couche diélectrique peut être une couche mince, c'est-à-dire une couche dont l'épaisseur est inférieure au micromètre, de quelques centaines de micromètres, voire quelques dizaines de micromètres.
- [0065] L'empilement 1002 de couches comprend au moins une couche fonctionnelle métallique. Les couches fonctionnelles métalliques sont des couches continues. La fraction massique de métal contenu dans les couches fonctionnelles métalliques est de préférence d'au moins 95%, de préférence au moins 98%.
- [0066] Dans un mode de réalisation du composite laminé 1000 de l'invention, l'empilement 1002 de couches comprend au moins deux, voire au moins trois, couches fonctionnelles métalliques chacune disposée entre deux ensembles diélectriques de couches.
- [0067] Les couches fonctionnelles métalliques peuvent être à base d'or, d'argent ou de cuivre. De préférence, la ou les couches fonctionnelles métalliques de l'empilement sont à base d'argent.
- [0068] Dans un mode de réalisation de composite laminé selon l'invention, l'empilement 1002 de couches comprend sur sa première face 1002a principale une couche d'adhésion. Cette couche d'adhésion est destinée à être en contact avec la deuxième face 1003b principale du premier substrat 1003 polymérique organique transparent. Elle peut être telle que l'énergie d'adhésion entre la première face 1001a principale du support 1001 et la deuxième face 1002b principale de l'empilement 1002 est plus faible que celle entre la première face 1002a principale de l'empilement 1002 et la deuxième face 1003b principale du premier substrat 1003 polymérique organique transparent. Cette couche d'adhésion peut notamment être à base d'un matériau choisi parmi l'oxyde de titane, l'oxyde de silicium, l'oxyde de niobium, le nitrure de silicium.
- [0069] L'invention se rapporte également à un procédé de fabrication d'un composite laminé selon l'invention. Il est illustré par le dessin de la figure 2.
- [0070] Le procédé de fabrication d'un composite laminé comprend les étapes suivantes :
- (a) le dépôt d'un empilement 1002 de couches comprenant au moins une couche 10021 fonctionnelle métallique disposée entre deux ensembles 10022a, 10022b diélectriques de couches sur la première face 1001a principale d'un support 1001 ;
  - (b) la mise en contact de l'empilement 1002 de couches fonctionnelles avec la deuxième face 1003b principale d'un premier substrat 1003 polymérique organique transparent ;
  - (c) le laminage de l'ensemble formé par le support 1001, l'empilement 1002 de couches et le premier substrat 1003 polymérique organique transparent ;
- et dans lequel procédé l'énergie d'adhésion entre la deuxième face 1002b principale de l'empilement 1002 de couches et la première face 1001a principale du support 1001 est inférieure à l'énergie d'adhésion entre la première face 1002a principale de

l'empilement 1002 de couches et la deuxième face 1003b principale du substrat 1003 polymère organique transparent.

[0071] Un avantage remarquable du composite laminé selon l'invention, lorsqu'il est notamment utilisé dans un procédé de fabrication d'un élément de couches, est qu'il permet s'affranchir des contraintes techniques des procédés existants sans préjudice des performances optiques dudit élément ainsi obtenu. Cela est notamment dû au caractère sacrificiel du support 1001 polymérique organique et au transfert possible de la couche diélectrique 1002 dudit support 1001 sur le premier substrat 1003.

[0072] Ainsi, pour la fabrication d'un élément de couches, il n'est désormais plus requis l'utilisation d'un support 1001 polymérique organique compatible à la fois avec le dépôt de la couche diélectrique 1002 et avec l'utilisation spécifique de l'élément de couches.

[0073] L'invention permet donc de simplifier la fabrication, d'accroître le choix des combinaisons substrat/empilement de couches, et de diminuer les coûts. Elle permet d'éviter une conception de procédés de fabrication dédiés à certains éléments de couches, ou encore une modification importante des procédés existants lorsqu'est recherché un changement de substrat ou d'empilement dans desdits élément à couches.

[0074] Il convient de remarquer que les énergies d'adhésion peuvent varier avec la température à laquelle le composite laminé est utilisé pour fabriquer un élément de couches. Ces variations dépendent notamment de la nature et des propriétés de surface des matériaux utilisés support 1001 et du premier substrat 1003. Aussi, l'étape (b) de délaminage est de préférence réalisée dans une gamme de température et/ou une gamme de vitesse de délaminage dans lesquelles l'énergie d'adhésion entre la deuxième face 1002b principale de la couche diélectrique 1002 et la première face 1001a principale du support 1001 polymérique organique est inférieure à l'énergie d'adhésion entre la première face 1002a principale de la couche diélectrique 1002 et la deuxième face 1003b principale du premier substrat 1003 polymérique organique transparent.

[0075] Dans un mode de réalisation, le procédé précité comprend en outre, avant l'étape (a), une étape de texturation et/ou de fonctionnalisation chimique de la première face 1001a principale du support 1001 et/ou, avant l'étape (b), une étape de texturation et/ou de fonctionnalisation chimique de la deuxième face 1003b principale du premier substrat 1003 polymérique organique transparent.

[0076] Ces étapes supplémentaires peuvent être avantageuses pour ajuster l'énergie d'adhésion entre la deuxième face 1002b principale de la couche diélectrique 1002 et la première face 1001a principale du support 1001 polymérique organique afin qu'elle soit bien inférieure à celle entre la première face 1002a principale de la couche diélectrique 1002 et la deuxième face 1003b principale du substrat 1003 polymère

organique transparent. Cela peut être utile lorsqu'un risque existe que les deux énergies d'adhésion soient semblables, notamment en raison du choix dans la composition du support 1001 et du premier substrat transparent 1003.

- [0077] Un exemple d'étape de fonctionnalisation pour un support 1001 à base de PET peut être le dépôt d'une couche de silicium métallique de quelques dizaines de micromètres. Un exemple d'étape de texturation pour un support 1001 à base de PMMA peut être un embossage de microreliefs dont les dimensions et l'agencement géométrique.
- [0078] L'étape (a) de dépôt de l'empilement 1002 de couches peut être réalisée à l'aide de toutes méthodes adaptées de dépôts physiques ou chimiques. Des exemples sont la pulvérisation cathodique assistée par un champ magnétique, le dépôt chimique en phase vapeur, l'enduction par trempage (dip-coating), l'enduction centrifuge (spin-coating).
- [0079] Dans un mode de réalisation, l'étape (a) de dépôt de l'empilement de couches est réalisé à l'aide de méthodes de pulvérisation cathodique.
- [0080] Ces méthodes peuvent être éventuellement assistées par un champ magnétique. L'avantage de ces méthodes est qu'elles permettent le dépôt de couches diélectriques minces, peuvent être utilisés avec de nombreux de types de supports polymériques organiques, tels que le PET, le PMMA ou encore l'ETFE.
- [0081] Un avantage du composite laminé selon l'invention est qu'il peut être fabriqué en amont et stocké, avant d'être utilisé ultérieurement dans un procédé de fabrication d'un élément de couches.
- [0082] Ainsi, un fabricant d'élément de couches peut se constituer une gamme de composites laminés avec des combinaisons différentes de couches diélectriques et de substrats organiques polymériques transparents. Il peut alors sélectionner celui des composites laminés qui est le plus approprié pour l'application recherchée.
- [0083] De manière avantageuse, le support 1001 polymérique organique et le premier substrat 1003 polymérique organique peuvent alors être des films flexibles. Cela permet de stocker le composite laminé selon l'invention sous forme de rouleaux prêts à l'emploi avant son utilisation dans un procédé de fabrication d'un élément de couches transparent à réflexion diffuse selon un procédé tel que celui décrit ci-après.
- [0084] Les avantages du composite laminé quant à son utilisation sont illustrés par le procédé de fabrication d'un élément de couches. Le procédé est illustré par le dessin de la figure 3.
- [0085] Le procédé de fabrication d'un élément de couches comprenant les étapes suivantes :
- (a) la fourniture d'un composite laminé 1000 selon l'invention ;
  - (b) le délaminage dudit composite laminé 1000 de manière à provoquer le retrait du support 1001 ;
  - (c) la mise en contact de la première face 3001a d'un deuxième substrat 3001 polymérique organique transparent avec la deuxième face 1003b principale du premier

substrat 1003 polymérique transparent de manière à intercaler l'empilement 1002 de couches entre lesdites surfaces 3000a, 1003b.

- [0086] Dans un mode de réalisation du procédé précité, tel que la première face 3001a principale du deuxième substrat 3001 polymérique organique transparent est une face texturée, par exemple sous la forme d'une rugosité de surface. Cette caractéristique peut participer à accroître le niveau de réflexion diffuse de l'élément de couches obtenu.
- [0087] L'invention se rapporte également à un élément de couches transparent à réflexion diffuse susceptible d'être obtenu par un procédé tel que décrit précédemment.
- [0088] Un élément de couches obtenu à l'aide du procédé de fabrication décrit précédemment a pour avantage d'associer en un seul produit : les hautes performances thermiques, notamment de contrôle solaire, d'un empilement de couches comprenant des couches fonctionnelles métalliques, une transparence aux radiofréquences et une réflexion diffuse permettant de réduire les effets nuisibles de la réflexion spéculaire desdits empilements. L'invention permet ainsi de palier les limitations des produits courants comprenant des empilements de couches comprenant des couches fonctionnelles métalliques.
- [0089] En particulier, l'élément de couches susceptible d'être obtenu peut présenter un niveau de transparence supérieur à 97%, un niveau de flou inférieur à 3%, une proportion de réflexion diffuse supérieure à 15% et une résistance de surface supérieure à 50 Ohm/cm<sup>2</sup>.
- [0090] Une propriété remarquable d'un élément de couches susceptible d'être obtenu conformément à l'invention, est que le rapport entre le niveau de réflexion diffuse sur le niveau de réflexion spéculaire peut être plus élevé dans le domaine infrarouge du spectre solaire que dans le domaine visible. Ainsi, lorsque cet élément de couches est utilisé dans un vitrage, le vitrage obtenu peut être esthétiquement proche d'un vitrage de l'état de la technique ayant des propriétés de contrôle solaire, mais diffusant une grande partie de l'énergie solaire que ce dernier.
- [0091] Un autre avantage de l'élément de couches est qu'il peut être utilisé directement comme intercalaire de feuilletage dans un vitrage feuilleté. En ce sens, l'invention se rapporte également à un vitrage feuilleté comprenant un intercalaire de feuilletage formé par un élément de couche susceptible d'être obtenu par un procédé tel que celui décrit précédemment.
- [0092] Les caractéristiques et les avantages de l'invention sont illustrés par les exemples de réalisation de l'invention décrits ci-après.
- [0093] Un premier composite laminé CL.1 selon l'invention a été fabriqué conformément à la figure 4.
- [0094] Dans CL.1, le support 1001 est un film PET d'une épaisseur de 50µm. L'empilement

1002 de couches est un empilement de couches minces comprenant deux couches 10021a, 10021b fonctionnelles métalliques à base d'argent, chacune disposée entre deux ensembles diélectriques de couches 10022a, 10022b, 10022c. Dans l'exemple, les ensembles diélectriques de couches comprennent une seule couche à base de dioxyde de titane dont l'épaisseur, E, est indiquée sur la figure 5.

[0095] L'empilement 1002 de couches a été déposé par pulvérisation cathodique assistée par un champ magnétique (magnétron) sur le support 1001 polymérique organique.

[0096] Le premier substrat 1003 polymérique organique transparent est un film PVB-1 d'une épaisseur d'environ 0,38 mm commercialisé par la société Sikesui sous la référence RZN12. La face 1003b du substrat 1003 mis en contact avec l'empilement 1002 de couches présente une texturation sous la forme d'une rugosité de surface comprise entre 5 et 25  $\mu\text{m}$  en terme de Rz mesuré selon la norme ISO 4287:1997.

[0097] L'étape de laminage de l'ensemble de l'ensemble formé par le support 1001 polymérique organique, de l'empilement 1002 de couches et le premier substrat 1003 polymérique organique a été réalisée à l'aide de rouleaux à 60°C avec une force de pression linéique inférieure à 10 N/cm.

[0098] Deux exemples d'éléments de couches transparents ont été fabriqués à partir du composite laminé CL.1. Leur structure sont décrites dans le tableau 1.

[0099] [Tableaux1]

	EC. 1	EC. 2
Substrat 1 1003	PVB-1	PVB-1
Empilement 1002	Fig. 4	Fig. 4
Support 1001	-	PET
Substrat 2 1002	PVB-1	PVB-1

[0100] Le premier exemple d'élément de couches, EC.1, est un élément de couche obtenu à l'aide d'un procédé de fabrication d'un élément de couches selon l'invention. Après délamination du composite CL.1, un deuxième substrat 3001 polymérique organique transparent à base de PVB-1 a été mis en contact avec l'empilement 1002 de couches.

[0101] Le deuxième exemple d'élément de couche, EC.2, est un élément de couche qui n'a pas été obtenu à l'aide d'un procédé de fabrication d'un élément de couches selon l'invention. Dans cet exemple d'élément de couches EC.2, un deuxième substrat 3001 polymérique organique transparent à base de PVB-1 a été directement mis en contact avec la deuxième face principale 1001b du support 1001 du composite laminé CL.1. Autrement dit, dans cet exemple, le composite laminé CL.1 est utilisé tel quel sans délamination. Ce deuxième exemple est un exemple comparatif, représentatif d'éléments de couches de l'état de la technique.

- [0102] Chacun des deux éléments de couches transparents EC.1 et EC.2 ont été incorporés dans un vitrage feuilleté, VEC.1 et VEC.2 respectivement, sous la forme d'un intercalaire de feuilletage entre deux feuilles de verre minéral transparent silico-sodo-calcique de type PLANILUX d'une épaisseur de 2,1 mm.
- [0103] Les propriétés optiques des vitrages VEC.1 et VEC.2 ont été mesurées. Elles sont regroupées dans le tableau 2.
- [0104] Dans le tableau 2 :
- [0105] - la transmission lumineuse dans le spectre visible, TL, la réflexion lumineuse dans le spectre visible, RL, et le facteur solaire sur le spectre solaire, g, sont définis, mesurés et calculés en conformité avec les normes EN 410 et ISO 9050. La couleur est mesurée dans l'espace chromatique  $L^*a^*b^*$  CIE 1976 selon la norme ISO 11664 avec un illuminant D65 et un champ visuel de  $10^\circ$  pour l'observateur de référence.
- [0106] -  $a^*T$  et  $b^*T$  sont les valeurs des paramètres  $a^*$  et  $b^*$  mesurées en transmission dans l'espace chromatique  $L^*a^*b^*$  CIE 1976 avec un illuminant D65, un champ visuel de  $10^\circ$  pour l'observateur de référence ;
- [0107] -  $a^*R$  et  $b^*R$  sont respectivement les valeurs des paramètres  $a^*$  et  $b^*$  mesurées en réflexion dans l'espace chromatique  $L^*a^*b^*$  CIE 1976 avec un illuminant D65 et un champ visuel de  $10^\circ$  pour l'observateur de référence ;
- [0108] - RE est la réflexion lumineuse sur l'ensemble du spectre solaire entre 300 nm et 2500 nm mesurée selon les normes EN 410 et ISO 9050.
- [0109] - H est le niveau de « flou » ou de « trouble » (haze) correspondant à la proportion du rayonnement électromagnétique transmis au travers d'un matériau, et dont l'angle de dispersion est supérieur à  $2,5^\circ$  par rapport la direction d'incidence dudit rayonnement. Cette définition correspond à celles des normes ISO 14782 et ASTM D1003. Elle a été mesurée à l'aide d'un haze-meter Haze-Gard de BYK-Gardner ;
- [0110] - C est le niveau de transparence ou de clarté d'une couche. Il est défini comme un rapport entre, d'une part, la différence entre l'intensité du rayonnement transmis au travers de ladite couche selon une direction donnée dans un premier angle solide défini par un premier cône de révolution dont l'axe de révolution est ladite direction et dont le demi-angle au sommet est inférieur à  $0,7$ , le sommet dudit premier cône étant placé sur la surface de ladite couche par laquelle le rayonnement électromagnétique est transmis, et l'intensité du rayonnement transmis dans un deuxième angle solide défini par un deuxième cône de révolution dont l'axe de révolution est ladite direction et dont le demi-angle au sommet est compris entre  $0,7$  et  $2^\circ$ , le sommet dudit deuxième cône coïncidant avec le sommet du premier cône et, d'autre part, l'intensité totale du rayonnement électromagnétique transmis dans l'intégralité de l'angle solide défini par le cône de révolution dont l'axe de révolution est ladite direction et dont le demi-angle au sommet est compris entre  $0^\circ$  et  $2^\circ$ . Le niveau de transparence a été mesuré à l'aide

d'un haze-meter Haze-Gard de BYK-Gardner.

- [0111] - DL est la proportion, en pourcentages, de la « lumière diffuse » sur le spectre visible, c'est-à-dire la proportion de lumière réfléchiée par la surface d'un matériau, dont la dispersion angulaire est supérieure à 2,5° par rapport à la direction de la lumière incidente.
- [0112] – DE est la proportion, en pourcentages, de la « lumière diffuse » sur le spectre solaire entre 300 nm et 2500 nm.
- [0113] – R<sup>2</sup> est la résistance électrique de surface, exprimée en Ohm/cm<sup>2</sup> et mesurée par une méthode d'induction à l'aide d'un appareil SRM-14T de Nagy Mess-systems.
- [0114] Dans le tableau 4, les valeurs de RL, DL, a\*R et b\*R sont les valeurs moyennes des deux faces principales des vitrages.
- [0115] [Tableaux2]

	VEC.1	VEC.2
H(%)	1,8	0,4
C(%)	98,8	99,7
R <sup>2</sup> (Ohm)	280	3,2
TL (%)	77,7	77,2
g (%)	52,6	50
a*T	-2,2	-2,1
b*T	4,4	4,8
RL (%)	28,9	31,2
a*R	-1,2	-2,2
b*R	-2,4	-1,6
RE (%)	28,9	31,2
DL (%)	0,9	0,5
DE (%)	18	1,2
DE / RE (%)	63,4	3,9

- [0116] L'exemple VEC.1 qui est selon l'invention possède une résistance ohmique et une proportion de lumière diffuse plus élevées que l'exemple VEC.2 selon l'état de la technique. Les valeurs des autres propriétés optiques sont similaires entre VEC.1 et VEC. 2. Ces résultats montrent clairement que la composite laminé de l'invention permet d'obtenir un élément de couche pour la fabrication de vitrage muni d'un empilement de couches comprenant des couches fonctionnelles métalliques, et possédant des propriétés de réflexion diffuse et de transparence aux radiofréquences.

- [0117] La figure 6 est une représentation graphique des spectres de transmission, T, et de réflexion, R, et de réflexion diffuse, D, des vitrages VEC.1 et VEC.2 sur l'ensemble du spectre solaire. Ces spectres ont été mesurés à l'aide d'un spectrophotomètre Lambda 900 de la société Perkin-Elmer, selon la norme ISO 9050.
- [0118] Les spectres de transmission T et de réflexion R lumineuse sont similaires pour les deux vitrages. Ils sont tous deux non transparents aux infrarouges. En revanche, VEC1 a un spectre de réflexion diffuse D très intense dans le domaine des infrarouges. Pour VEC.2, l'intensité du spectre de réflexion diffuse est quasi nulle. Ces spectres montrent que le vitrage VEC.1 selon l'invention présente une fonction de contrôle solaire et une apparence esthétique dans le visible similaires à celles d'un vitrage de l'état de la technique mais avec une réflexion spéculaire dans l'infrarouge plus réduite. Cette caractéristique est avantageuse pour minimiser les phénomènes de concentration du rayonnement solaire vers les sols des milieux urbains.
- [0119] Un deuxième composite laminé CL.2 selon l'invention a été fabriqué conformément à la figure 5.
- [0120] Dans CL.2, le support 1001 est un film PET fonctionnalisé d'une épaisseur de 25 $\mu$ m. Il revêtu d'une couche de silicone. Ce support est commercialisé par Mitsubishi Polyester Film sous la dénomination Hostaphan® 7SLK.
- [0121] L'empilement 1002 de couches est un empilement de couches minces comprenant trois couches 10021a, 10021b, 10021c fonctionnelles métalliques à base d'argent, chacune disposé entre deux ensembles diélectriques de couches 10022a, 10022b, 10022c, 10022d. Dans l'exemple, les ensembles diélectriques de couches comprennent plusieurs couches minces diélectriques dont les épaisseurs, E, et les compositions sont indiquées sur la figure 5.
- [0122] L'empilement 1002 de couches a été déposé par pulvérisation cathodique assistée par un champ magnétique (magnétron) sur le support 1001 polymérique organique.
- [0123] Le premier substrat 1003 polymérique organique transparent est un film PVB-1 d'une épaisseur d'environ 0,38 mm commercialisé par la société Sikesui sous la référence RZN12. La face 1003b du substrat 1003 mis en contact avec l'empilement 1002 de couches présente une présentant une texturation sous la forme d'une rugosité de surface comprise entre 5 et 25  $\mu$ m en terme de Rz mesuré selon la norme ISO 4287:1997.
- [0124] L'étape de laminage de l'ensemble de l'ensemble formé par le support 1001 polymérique organique, de l'empilement 1002 de couches et le premier substrat 1003 polymérique organique a été réalisée à l'aide de rouleaux à 60°C avec une force de pression linéique inférieure à 10 N/cm.
- [0125] Dans cet exemple CL.2, l'empilement 1002 comprend également sur sa première face principale 1002a une couche d'adhésion à base de TiO<sub>2</sub> qui est comprise dans

l'ensemble diélectrique 10022d. Cette couche a pour fonction d'augmenter l'énergie d'adhésion entre l'empilement et le premier substrat 1003 polymérique organique transparent.

- [0126] Pour le support 1001, un film PET fonctionnalisé est préféré par rapport à un substrat minéral tel qu'un verre silico-sodo-calcique car la première couche mince avec laquelle il est en contact est à base de nitrure de silicium qui très adhérent au verre silico-sodo-calcique. Il est toutefois possible de remplacer le film PET par tout autre matériau adapté de sorte que l'énergie d'adhésion entre la deuxième face principale de l'empilement et la première face principale du support est inférieure à l'énergie d'adhésion entre la première face principale de l'empilement et la deuxième face principale du premier substrat polymère organique transparent.
- [0127] Un exemple d'élément de couches EC.3 transparent a été fabriqué à partir du composite laminé CL.2 à l'aide d'un procédé de fabrication d'un élément de couches selon l'invention. Après délamination du composite CL.2, un deuxième substrat 3001 polymérique organique transparent à base de PVB-1 a été mis en contact avec l'empilement 1002 de couches.
- [0128] L'élément de couches EC.3 a été incorporés dans un vitrage feuilleté, VEC.3, sous la forme d'un intercalaire de feuilletage entre deux feuilles de verre minéral transparent sodo-silico-calcique de type PLANILUX d'une épaisseur de 2,1 mm.
- [0129] Les propriétés optiques du vitrage VEC.3 ont été mesurées. Elles sont regroupées dans le tableau 3. Les propriétés sont les mêmes que celles du tableau 2.
- [0130]

[Tableaux3]

	VEC.3
H(%)	1,6
C(%)	98,5
g (%)	44,7
R <sup>2</sup> (Ohm)	2000
TL (%)	61
a*T	-5,5
b*T	0,7
RL (%)	9,6
a*R	-10,4
b*R	-2,4
RE (%)	26,9
DL (%)	3,2
DE (%)	20,7
DE / RE (%)	77

[0131] L'exemple VEC.3 qui est selon l'invention possède une résistance de surface et une proportion de lumière diffuse élevées. Ces résultats montrent que le composite laminé de l'invention permet d'obtenir un élément de couche pour la fabrication de vitrage muni d'un empilement de couches comprenant des couches fonctionnelles métalliques qui possède des propriétés de contrôle solaire, de réflexion diffuse et de transparence aux radiofréquences.

[0132] La figure 7 est une représentation graphique des spectres de transmission, T, et de réflexion, R, et de réflexion diffuse, D, pour chacune des deux faces principales F1, F2 du vitrage VEC.3. Les spectres de transmission T et de réflexion R sont similaires pour les deux faces. Elles sont toutes deux non transparents aux infrarouges. Le spectre de réflexion diffuse D est plus intense pour les deux faces F1, F2 dans le domaine des infrarouges que dans le domaine visible. Ces spectres montrent que le vitrage VEC.3 selon l'invention présente une fonction de contrôle solaire avec une réflexion spéculaire dans l'infrarouge plus réduite. Cette caractéristique est avantageuse pour minimiser les phénomènes de concentration du rayonnement solaire vers les sols des milieux urbains. Le vitrage selon l'invention a également d'une réflexion diffuse plus réduite dans le visible, ce qui lui confère aussi un aspect esthétique dans le visible proche de celui des vitrages contrôle solaire existant.

[0133] Ces exemples démontrent que l'invention permet de conférer une transparence aux radiofréquences et un caractère de réflexion diffuse à des empilements de couches comprenant une ou plusieurs couches fonctionnelles métalliques tout conservant de hautes performances thermiques, notamment de contrôle solaire. L'invention surmonte les inconvénients de l'état de la technique qui ne permet pas d'obtenir des vitrages présentant toutes ces propriétés simultanément.

## Revendications

- [Revendication 1] Composite laminé (1000) comprenant :
- un support (1001) comprenant un bord (1001c), une première face principale (1001a) et une deuxième face principale (1001b) ;
  - une empilement (1002) de couches comprenant au moins une couche (10021) fonctionnelle métallique disposée entre deux ensembles (10022a, 10022b) diélectriques de couches, ledit empilement comprenant une première face (1002a) principale et une deuxième face (1002b) principale ;
  - un premier substrat (1003) polymérique organique transparent comprenant un bord 1003c, une première face (1003a) principale et une deuxième face (1003b) principale ;
- dans lequel :
- la première face (1002a) principale de l'empilement (1002) est en contact avec la deuxième face (1003b) principale du premier substrat (1003) organique polymérique transparent ;
  - la deuxième face (1002b) principale de l'empilement (1002) est en contact avec la première face (1001a) principale du support (1001) ;
  - l'énergie d'adhésion entre la deuxième face (1002b) principale de l'empilement (1002) et la première face (1001a) principale du support (1001) est inférieure à l'énergie d'adhésion entre la première face (1002a) principale de l'empilement (1002) et la deuxième face (1003b) principale du premier substrat (1003) polymère organique transparent.
- [Revendication 2] Composite laminé (1000) selon la revendication 1, tel que la deuxième face (1003b) principale du premier substrat (1003) polymérique organique transparent et/ou la première face (1001a) principale du support (1001) sont texturées et/ou chimiquement fonctionnalisées.
- [Revendication 3] Composite laminé (1000) selon la revendication 2, tel que la deuxième face (1003b) principale du premier substrat (1003) polymérique organique transparent est une face texturée sous forme d'une rugosité de surface dont le paramètre  $R_z$  est égal ou supérieur à 20  $\mu\text{m}$ .
- [Revendication 4] Composite laminé (1000) selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, tel que le support (1001) est un support minéral ou un support organique.
- [Revendication 5] Composite laminé (1000) selon la revendication 4, tel que le support est un support organique à base de polyéthylène téréphtalate, de polyéthylène naphthalate, d'éthylène tétrafluoroéthylène ou de

- poly(méthacrylate de méthyle).
- [Revendication 6] Composite laminé (1000) selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, tel que le premier substrat (1003) polymérique organique transparent est à base de poly(butyracétate vinylique).
- [Revendication 7] Composite laminé (1000) selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, tel que l'empilement (1002) de couches comprend au moins deux, voire au moins trois, couches fonctionnelles métalliques chacune disposée entre deux ensembles diélectriques de couches.
- [Revendication 8] Composite laminé (1000) selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, tel que les ensembles diélectriques de couches de l'empilement (1002) de couches comprennent au moins une couche en un matériau diélectrique qui est à base d'oxydes et/ou de nitrures.
- [Revendication 9] Composite laminé (1000) selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, tel que la ou les couches fonctionnelles métalliques de l'empilement sont à base d'argent.
- [Revendication 10] Composite laminé (1000) selon l'une quelconque des revendications 1 à 9, tel que l'empilement (1002) de couches comprend sur sa première face principale une couche d'adhésion à base d'un matériau choisi parmi l'oxyde de titane, l'oxyde de silicium, l'oxyde de niobium, le nitrure de silicium.
- [Revendication 11] Procédé de fabrication d'un composite laminé (1000) comprenant les étapes suivantes :
- (a) le dépôt d'un empilement (1002) de couches comprenant au moins une couche (10021) fonctionnelle métallique disposée entre deux ensembles (10022a, 10022b) diélectriques de couches sur la première face (1001a) principale d'un support (1001), ledit empilement comprenant une première face (1002a) principale et une deuxième face (1002b) principale ;
  - (b) la mise en contact de l'empilement (1002) de couches fonctionnelles avec la deuxième face (1003b) principale d'un premier substrat (1003) polymérique organique transparent ;
  - (c) le laminage de l'ensemble formé par le support (1001), l'empilement (1002) de couches et le premier substrat (1003) polymérique organique transparent ;
- et dans lequel procédé l'énergie d'adhésion entre la deuxième face (1002b) principale de l'empilement (1002) de couches et la première face (1001a) principale du support (1001) est inférieure à l'énergie d'adhésion entre la première face (1002a) principale de l'empilement

- (1002) de couches et la deuxième face (1003b) principale du substrat (1003) polymère organique transparent.
- [Revendication 12] Procédé selon la revendication 11, tel qu'il comprend en outre, avant l'étape (a), une étape de texturation et/ou de fonctionnalisation chimique de la première face (1001a) principale du support (1001) et/ou, avant l'étape (b), une étape de texturation et/ou de fonctionnalisation chimique de la deuxième face (1003b) principale du premier substrat (1003) polymérique organique transparent.
- [Revendication 13] Procédé selon l'une quelconque des revendications 11 à 12, tel que l'étape (a) de dépôt de l'empilement (1002) de couches est réalisé à l'aide de méthodes de pulvérisation cathodique.
- [Revendication 14] Procédé de fabrication d'un élément de couches comprenant les étapes suivantes :
- (a) la fourniture d'un composite laminé (1000) selon l'une quelconque des revendications 1 à 10 ;
  - (b) le délaminage dudit composite laminé (1000) de manière à provoquer le retrait du support (1001) ;
  - (c) la mise en contact de la première face (3001a) d'un deuxième substrat (3001) polymérique organique transparent avec la deuxième face (1003b) principale du premier substrat (1003) polymérique transparent de manière à intercaler l'empilement (1002) de couches entre lesdites surfaces (3000a, 1003b).
- [Revendication 15] Procédé selon la revendication 14, tel que la première face principale (3001a) du deuxième substrat (3001) polymérique organique transparent est une face texturée.
- [Revendication 16] Élément de couches susceptible d'être obtenu par un procédé selon l'une quelconques de revendication 14 à 15.
- [Revendication 17] Vitrage feuilleté comprenant un intercalaire de feuilletage formé par un élément de couches selon la revendication 16.

[Fig. 1]

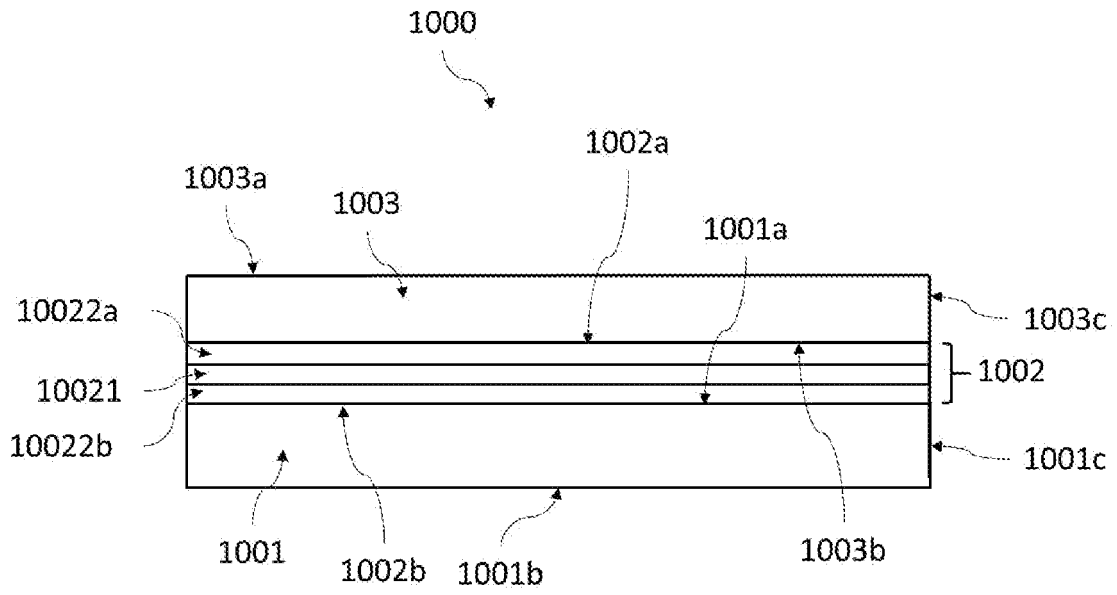


Fig. 1

[Fig. 2]

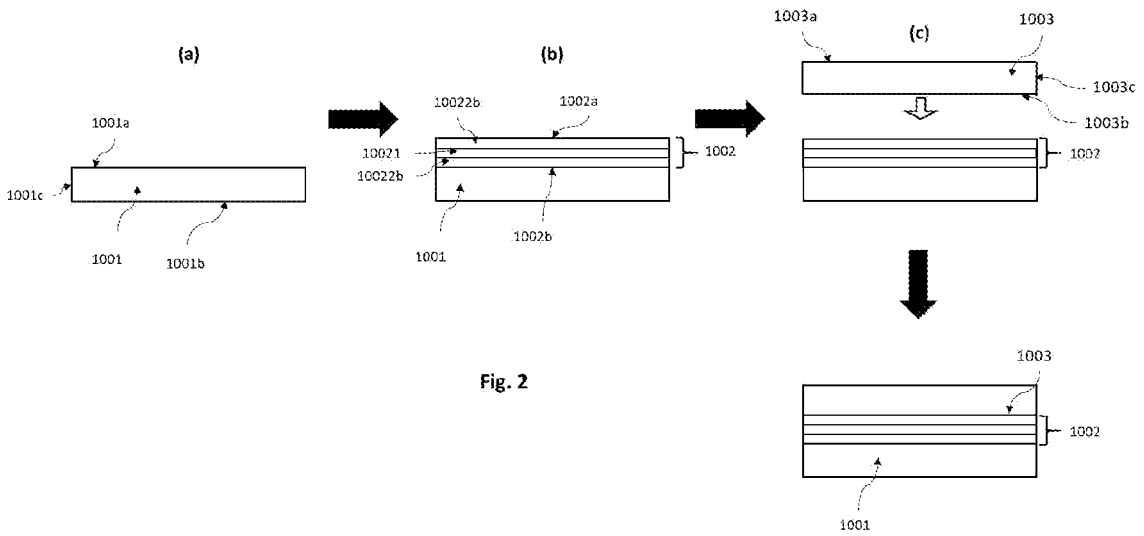


Fig. 2

[Fig. 3]

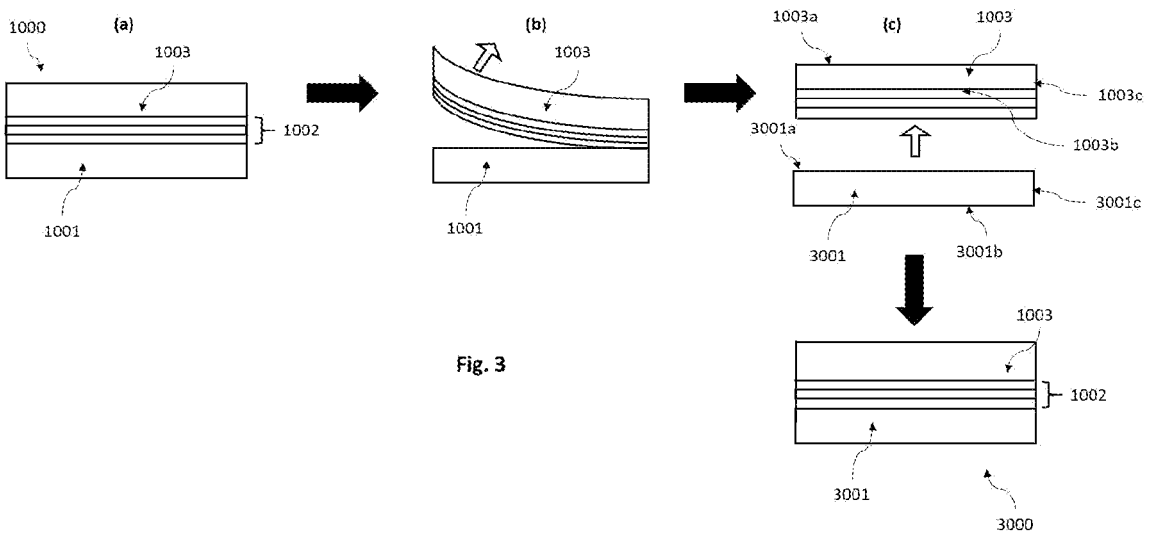
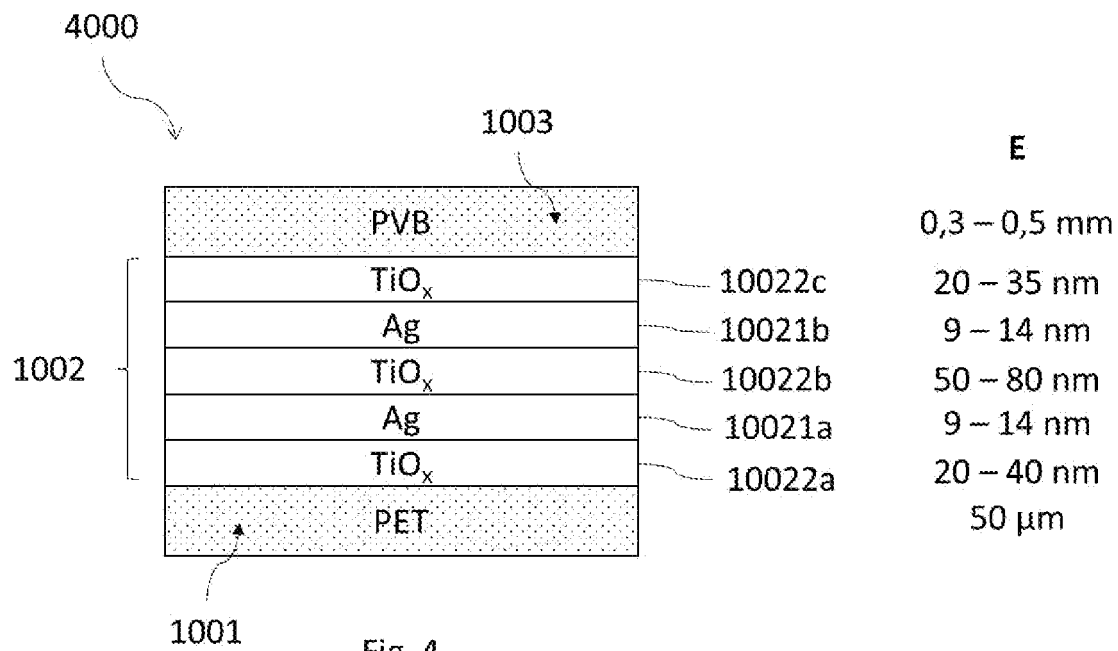
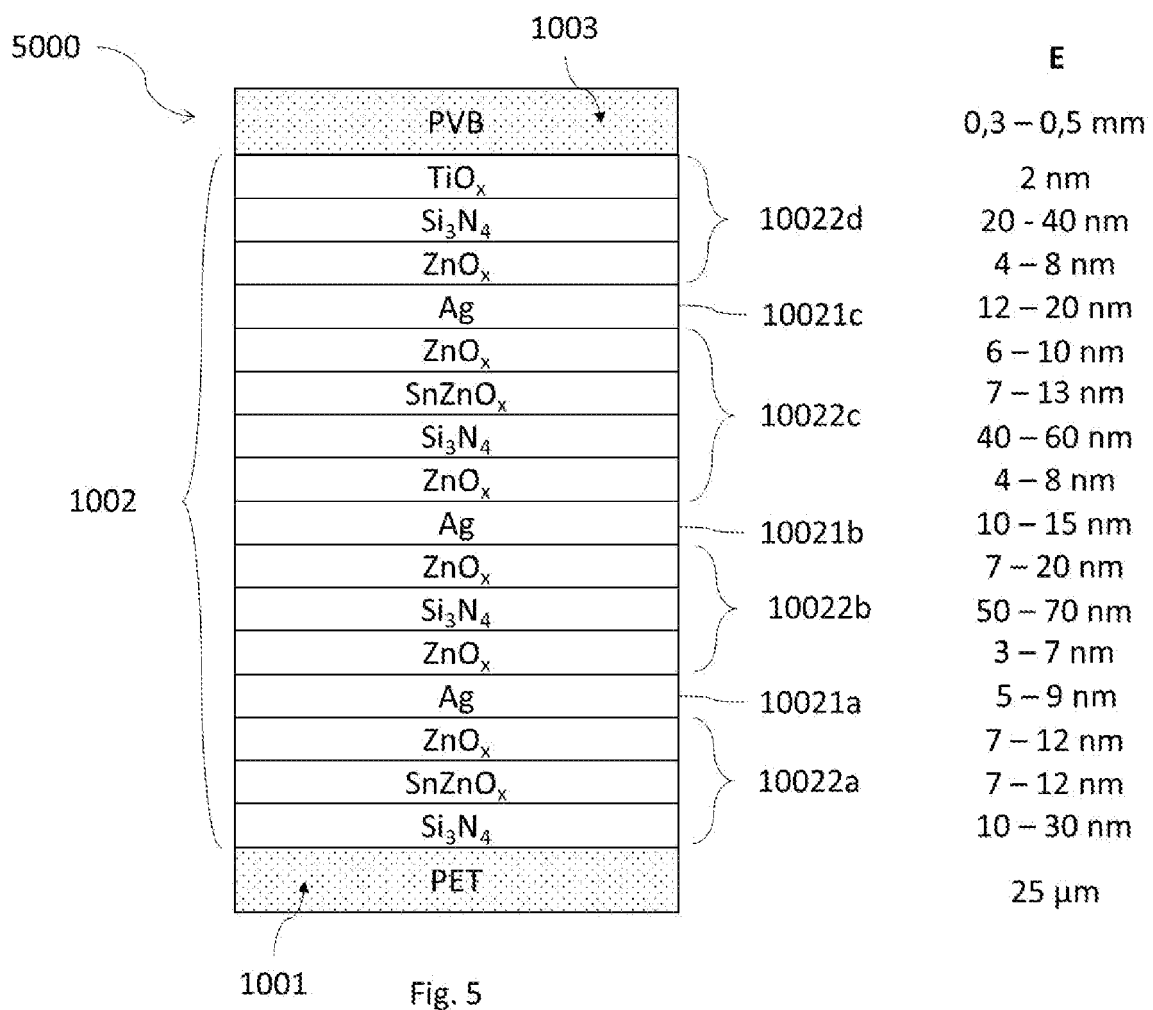


Fig. 3

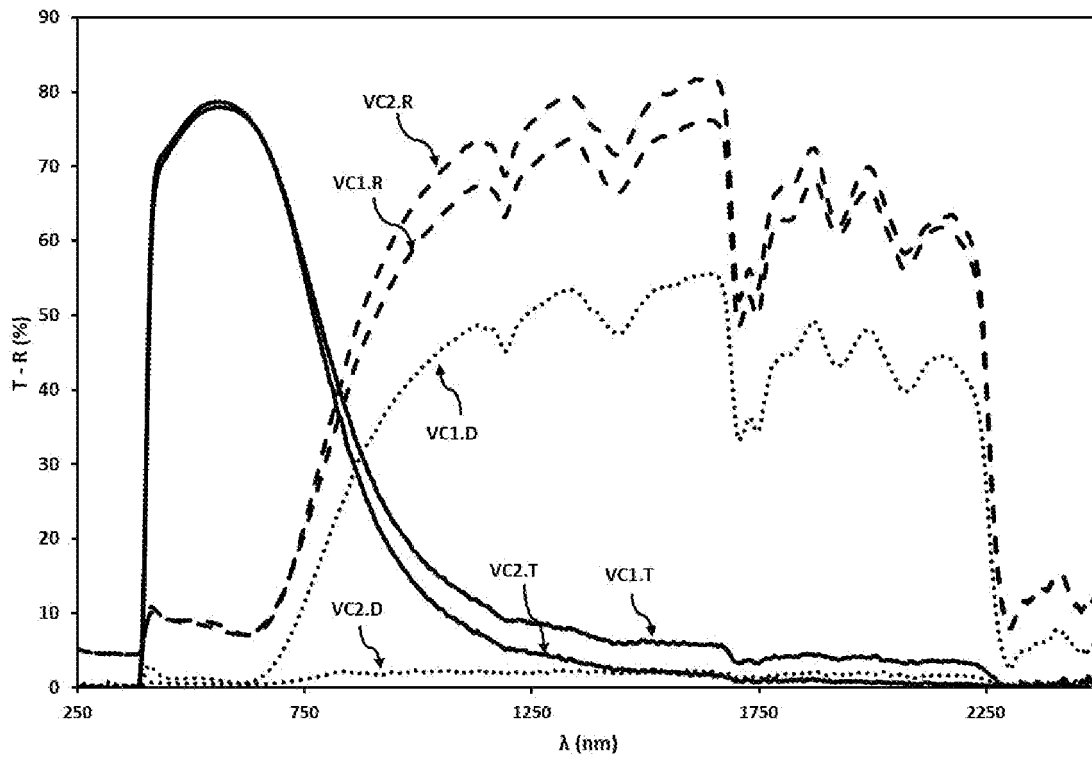
[Fig. 4]



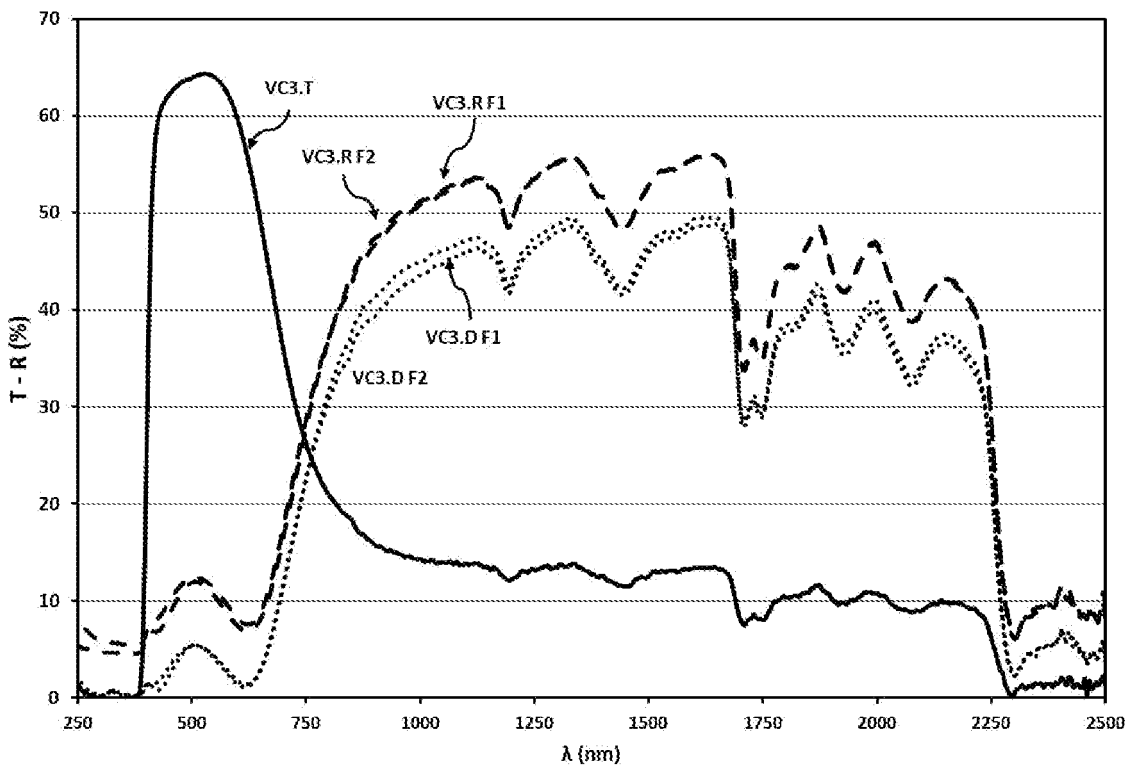
[Fig. 5]



[Fig. 6]



[Fig. 7]



**RAPPORT DE RECHERCHE  
 PRÉLIMINAIRE**

établi sur la base des dernières revendications  
 déposées avant le commencement de la recherche

N° d'enregistrement  
 national

FA 870483  
 FR 1905421

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
X	US 2013/208375 A1 (KRASNOV ALEXEY [US] ET AL) 15 août 2013 (2013-08-15)	1-13	B32B7/06
A	* alinéas [0015], [0016], [0020] - [0024], [0028] - [0030], [0049], [0053], [0054], [0058] * * revendications 1-3,5-20 *	14-17	B32B3/00 B32B37/14 B32B17/10
X	EP 0 745 569 A1 (SAINT GOBAIN VITRAGE [FR]) 4 décembre 1996 (1996-12-04) * page 2, ligne 42 - page 3, ligne 11 * * page 3, ligne 26 - page 5, ligne 27 * * revendications 1-20 * * figure 1 *	1-17	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)
			B32B
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
26 février 2020		Girard, Sarah	
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS		T : théorie ou principe à la base de l'invention	
X : particulièrement pertinent à lui seul		E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure.	
Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie		D : cité dans la demande	
A : arrière-plan technologique		L : cité pour d'autres raisons	
O : divulgation non-écrite		.....	
P : document intercalaire		& : membre de la même famille, document correspondant	

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE  
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 1905421 FA 870483**

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche préliminaire visé ci-dessus.  
Les dits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du **26-02-2020**  
Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets, ni de l'Administration française

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
US 2013208375	A1	15-08-2013	AUCUN
-----			
EP 0745569	A1	04-12-1996	AT 202060 T 15-06-2001
			DE 69613275 D1 19-07-2001
			DE 69613275 T2 25-04-2002
			EP 0745569 A1 04-12-1996
			ES 2159701 T3 16-10-2001
			FR 2734811 A1 06-12-1996
			JP 4216352 B2 28-01-2009
			JP H09104085 A 22-04-1997
			US 5965246 A 12-10-1999
-----			