



(11) *Número de Publicação:* PT 835849 E

(51) *Classificação Internacional:* (Ed. 6)
C03C017/00 A C03C017/25 B
G02B001/11 B

(12) *FASCÍCULO DE PATENTE DE INVENÇÃO*

(22) <i>Data de depósito:</i> 1997.09.20	(73) <i>Titular(es):</i> FRAUNHOFER-GES. FORDERUNG ANGEWANDTEN FORSCH. E.V LEONRODSTRASSE 54 80636 MUNCHEN DE
(30) <i>Prioridade:</i> 1996.10.14 DE 19642419	
(43) <i>Data de publicação do pedido:</i> 1998.04.15	(72) <i>Inventor(es):</i> WALTHER GLAUBITT ANDREAS GOMBERT DE DE
(45) <i>Data e BPI da concessão:</i> 2001.08.08	(74) <i>Mandatário(s):</i> JOSÉ EDUARDO LOPES VIEIRA DE SAMPAIO RUA DO SALITRE, 195 R/C DTO 1250 LISBOA PT

(54) *Epígrafe:* PROCESSO E COMPOSIÇÃO DE REVESTIMENTO PARA A PRODUÇÃO DE UM REVESTIMENTO ANTI-REFLEXÃO

(57) *Resumo:*

PROCESSO E COMPOSIÇÃO DE REVESTIMENTO PARA A PRODUÇÃO DE UM REVESTIMENTO ANTI-REFLEXÃO



248

DESCRIÇÃO

“PROCESSO E COMPOSIÇÃO DE REVESTIMENTO PARA A PRODUÇÃO DE UM REVESTIMENTO ANTI-REFLEXÃO”

A invenção refere-se a um processo para a produção de um revestimento anti-reflexão muito poroso, ao revestimento obtido de acordo com este processo e a composições para a realização do processo. O revestimento anti-reflexão de acordo com a presente invenção é utilizado para o simultâneo aumento da transmissão e para evitar ou minimizar reflexões indesejadas de radiações visíveis ou outra radiação electromagnética como por exemplo em tubos de raios catódicos, indicadores de cristais líquidos, quadros de instrumentos, lentes de óculos, ecrãs, colectores solares ou pára-brisas de automóveis.

Na passagem da luz através da superfície de separação de dois meios com diferente índice de reflexão uma parte da radiação é reflectida. Na incidência perpendicular da luz numa chapa de vidro com um índice de refração $n = 1,5$, a proporção reflectida na entrada para o vidro monta a cerca de 4 %. Se a luz incide inclinadamente sobre a superfície de separação, em geral reflecte-se uma proporção muito maior.

Instrumentos indicadores como por exemplo tubos de raios catódicos ou indicadores de cristais líquidos são utilizados frequentemente. A sua qualidade da imagem foi na realidade melhorada, muito embora frequentemente se obtenham imagens dificilmente visíveis em consequência das reflexões. Além disso, a

238

segurança da transmissão das informações a partir de por exemplo quadros de instrumentos, vidros de relógio ou pára-brisas de automóveis é fortemente diminuída pelas reflexões.

Para um grande número de sistemas ópticos é desejável diminuir a reflexão. Um exemplo conhecido são as camadas anti-reflexão de lentes de óculos. Por utilização de camadas anti-reflexão sobre as coberturas de utilizações solares foi possível aumentar a sua eficiência.

Pela aplicação de camadas de interferência, a reflexão é diminuída. Se por exemplo em vidro ($n = 1,5$) se aplica uma camada com a espessura $\lambda/4$ então há uma interferência destrutiva entre a parte reflectida da passagem luz/camada e da passagem camada/vidro. As condições para a interferência destrutiva são sem dúvida válidas sempre apenas num determinado comprimento de onda e de um determinado ângulo de incidência. O índice de refração da camada determina o valor do mínimo de reflexão. Para o despelhamento óptico de vidro, ele deve ser 1,22 e com o comprimento de onda λ consegue-se uma reflexão de aproximadamente 0. Este pequeno valor do índice de refração não se consegue atingir com camadas espessas. Um desespelhamento de uma camada do tipo mencionado é extraordinariamente activo não só visualmente mas também solarmente. As camadas de interferência de 3 camadas utilizadas podem na sua acção anti-reflectora cobrir razoavelmente a gama da luz visível (400 - 800 nm). Para utilizações solares no entanto essas camadas não são apropriadas porque o espectro da radiação solar se prolonga por uma gama muito larga.

Através de uma superfície que possui um gradiente do índice de

refracção pode igualmente conseguir-se uma diminuição da reflexão. Isto significa que o índice de refracção não se altera abruptamente mas se aproxima dos valores para o vidro em várias camadas a partir do valor para o ar ($n = 1$). A vantagem da uma tal camada é que ela diminui activamente a reflexão numa larga banda espectral e para todos os ângulos de incidência.

Para a obtenção de superfícies não espelhadas existem já diversos processos. Assim, por exemplo para a diminuição de reflexões superficiais indesejadas aplicam-se películas de anti-reflexão transparentes com diferentes índices de refracção sobre as superfícies a desespelhar. No entanto, isto é problemático porque se tem de aplicar pelo menos duas camadas, devido ao que a produtividade diminui e os custos de produção aumentam. Para por exemplo se desespelharem lentes para óculos ou ecrãs produzem-se camadas de interferência por condensação de vapores. Com este processo na realidade podem-se produzir camadas relativamente resistentes à abrasão, são inconvenientes no entanto os elevados custos de 100 a 150 DM por metro quadrado de superfície desespelhada. Camadas de interferência de multicamadas obtidas por crepitação pelo contrário são apenas apropriadas para o desespelhamento visual e, além disso, não são aplicáveis a todas as geometrias do substrato, por exemplo o lado interior de tubos. O mais largamente utilizado é o desespelhamento difuso por esmerilamento da superfície, mas dessa forma não se consegue um aumento da transmissão. Conseguem-se desespelhamentos opticamente de grande valor aplicando um sistema de três camadas por meio de um processo sol-gel. Com este processo pode conseguir-se mesmo desespelhar vidros de grandes dimensões de vitrines. No entanto, é

extremamente caro com custos de 140 a 200 DM/m².

A partir da DE 4430859 A1 conhece-se uma película de anti-reflexão que consiste em duas camadas com índices de refração diferentes e em que pelo menos a primeira camada contém um absorvedor de luz. A fabricação destas camadas realiza-se na realidade de acordo com processos usuais, por exemplo por precipitação, separação de vapor ou por métodos de recobrimento usuais mas é no entanto de custos intensivos. Como inconveniente desta película de anti-reflexão e do seu processo de obtenção é ainda o facto de, em virtude do absorvedor de luz, não se pode esperar um aumento significativo da transmissão.

A partir da EP 0514973 A2 é conhecido um revestimento de anti-reflexão, especialmente para tubos de raios catódicos. Este revestimento possui um gradiente de índice de refração e, na verdade, este diminui a partir da superfície do substrato em direcção à superfície exterior do revestimento. Este revestimento é obtido por meio de um processo de sol-gel, no qual durante a formação do gel as condições de reacção variam de tal modo que se obtém um gel não poroso, em que o grau de reticulação aumenta a partir da superfície do substrato em direcção à superfície exterior do revestimento. É inconveniente neste processo que por causa das partículas relativamente grandes se verifique um espalhamento da camada que origina a diminuição da transmissão e que por consequência não é apropriado para utilizações solares. Além disso, os revestimentos de multicamadas são de custos muito intensivos.

A partir da US 4 830 879 é igualmente conhecido um revestimento de anti-reflexão para superfícies de vidro, metálicas e de cristais que se prepara por

258

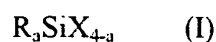
meio de um revestimento de multicamadas e por meio de um processo sol-gel que origina a condensação hidrolítica de alcóxidos metálicos. Neste caso, preparam-se quatro soles diferentemente envelhecidos com diferentes tamanhos das partículas, com os quais o substrato é em seguida revestido sucessivamente. O revestimento anti-reflexão resultante possui um gradiente de tamanho de partículas e por consequência da porosidade e do índice de refração. Esse sistemas de multicamadas ou de camadas em gradiente origina na verdade espelhamentos de banda larga mas no entanto são necessárias para a superfície do sistema de camadas adições extremamente dorosas ($n = 1,05$ l), que são mecanicamente muito instáveis. É além disso um inconveniente deste revestimento o seu processo de preparação extremamente dispendioso que é de custo muito intensivo por causa das numerosas fases operativas.

O objectivo da presente invenção é por consequência proporcionar um processo com o qual se atinge um índice de refração ideal para um desespelhamento e com o qual as superfícies dos mais diferentes substratos, como por exemplo vidro, metal ou plástico, podem ser dotadas de modo que se diminuem ou evitam totalmente reflexões. O tratamento das superfícies deve ser tal que, além de uma diminuição ou anulamento da reflexão também se consiga um aumento da transmissão. Além disso, a reflexão sobre substratos de grande superfície deve poder ser excluída ou diminuída eficazmente não variando a qualidade e a custos favoráveis. O acabamento anti-reflexão deve poder ser aplicado apenas numa única fase operatória do processo e, em superfícies de grandes dimensões, deve apresentar apenas uma ligeira oscilação da espessura. O processo deve poder ser aplicado

28

universalmente de modo que os mais diversos materiais do substrato possam ser dotados de um revestimento anti-reflexão e que a reflexão de radiação electromagnética com os mais diferentes comprimentos de onda seja reduzida ou impedida.

Este objectivo é atingido por um processo de acordo com o qual sobre o substrato a desespelhar se aplica e se seca uma solução coloidalmente dispersa e em seguida se eliminam os componentes orgânicos do revestimento mediante aquecimento. A solução coloidalmente dispersa possui um valor de pH de ≥ 7 e é obtida por condensação hidrolítica de compostos de silício da fórmula geral I



na qual os radicais são iguais ou diferentes e R significa um radical orgânico com 1 a 10 átomos de carbono que pode ser interrompido por átomos de oxigénio e/ou de enxofre e/ou por grupos amino, X significa hidrogénio, halogéneo, hidroxil, alcoxi, aciloxi, alquilcarbonilo, alcoxicarbonilo ou NR'_2 com R' igual a hidrogénio, alquilo ou arilo e a é igual a 0, 1 ou 2. Para a preparação da solução coloidalmente dispersa podem-se utilizar compostos monoméricos de silício da fórmula I ou pré-condensados deles derivados. A condensação por hidrólise realiza-se por actuação de água ou de humidade e eventualmente em presença de um catalisador e/ou de um dissolvente.

A solução coloidalmente dispersa contém, além disso, um ou mais polímeros orgânicos que possuem um ou mais grupos OH e/ou NH. A massa molecular média destes polímeros fica compreendida entre 200 e 500 000 e a proporção molar de polímero para silano está compreendida entre 0,1 mmol/mol de

silano e 100 mmol/mole de silano.

Os radicais alquilo na fórmula geral I são por exemplo radicais de cadeia linear, ramificada ou cíclica com 1 a 10 átomos de carbono e de preferência radicais alquilo inferiores com 1 a 6, de maneira especialmente preferida com 1 a 4 átomos de carbono. Exemplos específicos são metilo, etilo, n-propilo, i-propilo, n-butilo, i-butilo, s-butilo, t-butilo, n-pentilo, n-hexilo, ciclo-hexilo, 2-etil-hexilo, dodecilo e octadecilo.

Na fórmula geral I são radicais arilo preferidos por exemplo fenilo, bifenilo e naftilo. Os radicais alcoxi, aciloxi, alquilcarbonilo, alcoxycarbonilo, alquilamino e dialquilamino derivam de preferência dos radicais alquilo e arilo mencionados antes. São exemplos específicos metoxi, etoxi, n-propoxi e i-propoxi, n-butoxi, i-butoxi, s-butoxi e t-butoxi, monometilamino, monoetilamino, dimetilamino, dietilamino, n-etilanilino, acetiloxi, propioniloxi, metilcarbonilo, etilcarbonilo, metoxycarbonilo, etoxycarbonilo, benzilo, 2-feniletilo e tolilo.

Os mencionados radicais podem eventualmente possuir um ou mais substituintes, por exemplo, halogéneo, alquilo, hidroxialquilo, alcoxi, arilo, ariloxi, alquilcarbonilo, alcoxycarbonilo, furfurilo, tetra-hidrofurfurilo, amino, monoalquilamino, dialquilamino, trialquilamónio, amido, hidroxil, formilo, carboxi, mercapto, ciano, isocianato, nitro, epoxi, SO_3H ou PO_4H_2 .

De entre os átomos de halogéneo, são preferidos flúor, cloro e bromo e especialmente cloro.

Os silanos da fórmula geral I são hidrolisáveis e condensáveis por meio dos radicais X. Por meio destes grupos hidroliticamente condensáveis forma-se um

reticulado inorgânico com unidades Si-O-Si. Sem limitação do conjunto de exemplos possíveis, são exemplos concretos dos silanos deste tipo Cl_3SiCH_3 , $\text{Si}(\text{CH}_3)(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$, $\text{Si}(\text{C}_2\text{H}_5)\text{Cl}_3$, $\text{Si}(\text{C}_2\text{H}_5)(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$, $\text{Si}(\text{CH}=\text{CH}_2)(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$, $\text{Si}(\text{CH}=\text{CH}_2)(\text{OC}_2\text{H}_4\text{OCH}_3)_3$, $\text{Si}(\text{CH}=\text{CH}_2)(\text{OOCCH}_3)_3$, $\text{Cl}_2\text{Si}(\text{CH}_3)_2$, $\text{Si}(\text{CH}_3)_2(\text{OC}_2\text{H}_5)_2$, $\text{Si}(\text{C}_2\text{H}_5)_2(\text{OC}_2\text{H}_5)_2$, $\text{Cl}_2\text{Si}(\text{CH}=\text{CH}_2)(\text{CH}_3)$, $\text{Si}(\text{CH}_3)_2(\text{OCH}_3)_2$, $\text{Cl}_2\text{Si}(\text{C}_6\text{H}_5)_2$, $\text{Si}(\text{C}_6\text{H}_5)_2(\text{OC}_2\text{H}_5)_2$, $\text{Cl}_3\text{Si}(\text{CH}=\text{CH}_2)$, $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3(\text{CH}_2-\text{CH}=\text{CH}_2)$, $\text{Si}(\text{OOCCH}_3)_3(\text{CH}_2-\text{CH}=\text{CH}_2)$ e $(\text{HO})_2\text{Si}(\text{C}_6\text{H}_5)_2$.

Numa forma de realização preferida do processo de acordo com a presente invenção utilizam-se compostos de silício da fórmula geral SiX_4 . Sem limitação das possibilidades gerais são exemplos concretos de silanos deste tipo SiCl_4 , HSiCl_3 , $\text{Si}(\text{OCH}_3)_4$, $\text{Si}(\text{OOCCH}_3)_4$ e $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$ em que são especialmente preferidos tetralcoxissilanos e $\text{Si}(\text{OCH}_3)_4$ (TMOS) é preferido de maneira muito especial.

Silanos da fórmula geral I são ou comercialmente adquiríveis ou são preparáveis de acordo com processos que são descritos em "Chemie und Technologie der Silicone" (W. Noll, Verlag Chemie, Weinheim/Bergstraße, 1968). Eles podem ser utilizados ou como tais ou sob a forma pré-condensada.

Para a formação da rede inorgânica, os silanos da fórmula geral I são hidrolisados e policondensados. A policondensação realiza-se de preferência de acordo com o processo sol-gel, como se descreve nas DE-A1 2758414, 2758415, 3011761, 3826715 e 3835968. A condensação hidrolítica pode por exemplo realizar-se adicionando directamente a água necessária aos compostos de silício a hidrolisar, a qual se encontra como tal ou dissolvida num dissolvente apropriado, à

258
9

temperatura ambiente e com ligeiro arrefecimento (preferivelmente sob agitação e em presença de um catalisador de hidrólise e de condensação) e agitando a mistura resultante durante algum tempo (uma a várias horas).

A hidrólise realiza-se geralmente a temperaturas compreendidas entre -20 e 130°C, preferivelmente entre 0 e 30°C ou ao ponto de ebulição do dissolvente eventualmente utilizado. O melhor tipo e maneira de proceder de adição de água depende acima de tudo da reactividade dos compostos de partida utilizados. Assim, pode-se por exemplo adicionar gota a gota lentamente os compostos de partida dissolvidos a um excesso de água ou adicionar a água numa porção ou gradualmente ao composto de partida eventualmente dissolvido. Pode também ser útil adicionar a água não como tal com mas introduzi-la no sistema reaccional com o auxílio de sistemas orgânicos ou inorgânicos que contêm água. Mas a adição de água pode também realizar-se por meio de uma reacção química em que se liberta água no decurso da reacção. São exemplos esterificações.

No caso de se utilizar um dissolvente, além dos álcoois alifáticos inferiores (por exemplo, etanol ou i-propanol) interessam também cetonas, preferivelmente dialquilcetonas inferiores como acetona ou metilisobutilcetona, éteres, preferivelmente éteres dialquilílicos inferiores como éter dietílico ou éter dibutilico, THF, amidas, ésteres, especialmente acetato de etilo, dimetilformamida, aminas especialmente trietilamina e as suas misturas. Em formas de realização preferidas do processo de acordo com a presente invenção utilizam-se álcoois como dissolventes, preferivelmente etanol, i-propanol, n-propanol, 1-metoxi-2-propanol ou 2-metoxietanol e de maneira especialmente preferida metanol. A quantidade do

dissolvente utilizado depende da quantidade e da solubilidade do composto de silício (parcialmente) condensado e do polímero utilizado. É decisivo que a solução do revestimento de acordo com a presente invenção esteja presente sob a forma coloidalmente dispersa. Além disso, o álcool utilizado como dissolvente pode funcionar como moderador para a hidrólise e a reacção de condensação e pode controlar-se assim a reactividade do sistema e adequá-la às necessidades do respectivo caso de utilização.

Os compostos de partida não devem estar presentes necessariamente já todos no início da hidrólise (policondensação), mas em certos casos pode ser vantajoso na realidade primeiramente colocar em contacto com água apenas uma parte destes compostos e em seguida adicionar os restantes compostos.

A adição de água pode realizar-se de uma vez ou em várias fases operativas, por exemplo em três fases. Nesse caso, na primeira fase pode por exemplo adicionar-se um décimo a um vigésimo da quantidade de água necessária para a hidrólise. Depois de se agitar durante um curto intervalo de tempo, pode realizar-se a adição de um quinto até um décimo da quantidade de água necessária e, depois de um curto tempo de agitação, pode adicionar-se finalmente o resto.

O tempo de condensação depende dos respectivos componentes de partida e das suas proporções em quantidades, do catalisador eventualmente utilizado, da temperatura de realização da reacção, etc. Em geral, a policondensação realiza-se à pressão normal mas no entanto pode também realizar-se a pressão elevada ou a pressão inferior à pressão normal.

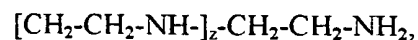
Além dos compostos de silício hidroliticamente (parcialmente)

288

condensados, a solução de revestimento de acordo com a presente invenção contém um ou mais polímeros orgânicos sob a forma dissolvida coloidalmente dispersa. Estes polímeros possuem grupos OH e/ou NH e as massas moleculares médias ficam compreendidas entre 200 e 500 000, em que a proporção molar de polímero para silano monta a 0,1 mmol/mole de silano até 100 mmol/mole de silano. Os polímeros adicionados de acordo com a invenção contêm grupos OH, NH ou SH, por intermédio dos quais se realiza uma acção de permuta com o reticulado inorgânico que se formou por meio da condensação hidrolítica dos compostos de silício. Por meio desta acção de permuta consegue-se uma distribuição uniforme dos polímeros orgânicos no policondensado que em seguida origina uma porosidade especialmente homogênea do revestimento de anti-reflexão de acordo com a presente invenção.

Os polímeros orgânicos podem ser adicionados ou antes do início da condensação hidrolítica, durante esta ou depois de esta terminar.

Sem limitar de qualquer forma o âmbito da invenção, são exemplos concretos de polímeros deste tipo poli-hidrazidas $[-CO-R'-CO-NH-NH-CO-R''-CO-NH-NH-]$ ou polietileniminas $[CH_2-CH_2-NH]_x-[-CH_2-CH_2-N]_y-$



em que são preferidos éteres polietilenoglicol-alquílicos, acetatos de polivinilo, polivinil-pirrolidonas, álcoois polivinílicos, poli-(2-etil-2-oxazolinas), poli-(hidroximetacrilatos) e poli-(hidroxietilatos).

Nas formas de realização preferidas do processo de acordo com a presente invenção, a massa molecular média dos polímeros orgânicos fica compreendida entre 500 e 50 000.

A solução do revestimento de acordo com a invenção possui um valor de pH de ≥ 7 . Este pode por exemplo conseguir-se utilizando catalisadores de condensação básicos para a condensação hidrolítica dos compostos de silício da fórmula geral I como por exemplo amoníaco ou polímeros com reacção básica como por exemplo polietileniminas. Como muito vantajosa verificou-se ser a adição de uma base volátil que em seguida pode ser retirada do sistema por simples elevação da temperatura.

A solução de revestimento de acordo com a presente invenção é aplicada de acordo com métodos usuais sobre as superfícies que se pretende desespelhar e seca-se. Compreende-se automaticamente que a viscosidade da solução de revestimento de acordo com a presente invenção e os parâmetros do processo de revestimento, por exemplo, a velocidade de imersão e de levantamento do substrato que se pretende revestir sucessivamente para dentro e para fora da solução de revestimento devem ser determinados a partir da solução de revestimento em função da espessura de revestimento pretendida. Mas isto pertence aos conhecimentos de qualquer especialista na matéria de revestimento.

Em muitos casos pode ser vantajoso que a solução de revestimento de acordo com a presente invenção possa envelhecer por agitação ou repouso antes da aplicação sobre o substrato. Isto origina um aumento do tamanho das partículas e a formação de estruturas oligoméricas. Deve no entanto ter-se em atenção que a solução de revestimento de acordo com a presente invenção deve ser coloidalmente dispersa até ao momento de realização do processo de revestimento, isto é existir como sol. Desta forma obtêm-se revestimentos de anti-reflexão uniformes e

homogêneos.

Em seguida, os componentes orgânicos, isto é, os polímeros orgânicos e os radicais R eventualmente existentes no policondensado são eliminados por aquecimento. As temperaturas utilizadas para o efeito dependem evidentemente da estabilidade térmica do substrato revestido e dos componentes orgânicos a eliminar. Resulta um revestimento de anti-reflexão puramente inorgânico que resiste a solicitações térmicas intensos.

Surpreendentemente verificou-se que com o processo de acordo com a presente invenção é possível o acabamento de um substrato de grande superfície com tratamento favorável do ponto de vista de custos com uma camada anti-reflexão com pequenas oscilações da espessura que se pode realizar já por revestimento uma única vez do substrato com a solução de revestimento de acordo com a presente invenção. Surpreendentemente verificou-se que, por introdução de polímeros orgânicos na solução de revestimento de acordo com a presente invenção, se obtêm revestimentos anti-reflexão especialmente uniformes com uma porosidade e uma espessura da camada especialmente homogêneas. Isto tem como consequência que os revestimento anti-reflexão de acordo com a invenção possuam um índice de refração especialmente homogêneo e que os substratos revestidos com a camada de revestimento anti-reflexão de acordo com a presente invenção possuam uma coloração uniforme da superfície. Ao contrário do estado da técnica, a camada de anti-reflexão de acordo com a invenção não possui gradientes do índice de refração.

As camadas anti-reflexão de acordo com a invenção reduzem ou anulam

28

não só as reflexões mas também aumentam simultaneamente a transmissão.

Os revestimentos anti-reflexão de acordo com a presente invenção são sistemas inorgânicos puros com todas as vantagens com esse facto ligadas, como por exemplo possibilidade de resistência a esforços mecânicos e térmicos ou resistência ao envelhecimento. Por consequência, os revestimentos anti-reflexão de acordo com a presente invenção podem ser aplicados de maneira essencialmente mais favorável do ponto de vista de custos do que os sistemas de acordo com o actual estado da técnica. Cálculos feitos cuidadosamente mostram que o preço por metro quadrado de vidro revestido dos dois lados é inferior a DM 10.

As camadas de revestimento anti-reflexão de acordo com a presente invenção aderem não só sobre quase todas as espécies de vidro minerais, mas também sobre metais como por exemplo aço e sobre plásticos como por exemplo PMMA, PC ou PS.

Por meio do tamanho e da quantidade do polímero orgânico pode controlar-se a porosidade e, por consequência, o índice de refração da camada de anti-reflexão de acordo com a presente invenção pretendido e satisfazer as exigências dos respectivos casos de utilização. Por exemplo, um aumento do volume dos poros tem como consequência uma diminuição do índice de refração. Ainda por meio da espessura da camada do revestimento de acordo com a presente invenção pode-se adaptar o seu comportamento anti-reflexão ao comprimento de onda da radiação incidente.

O revestimento anti-reflexão de acordo com a presente invenção pode por exemplo ser utilizado para o desespolhamento e o aumento da transmissão de

tubos de raios catódicos, indicadores de instrumentos, lentes de óculos, ecrãs, colectores solares para aumentar o grau de acção, janelas, tubos, etc.

Como o auxílio de exemplos de realização esclarece-se pormenorizadamente o processo de acordo com a invenção.

Exemplo

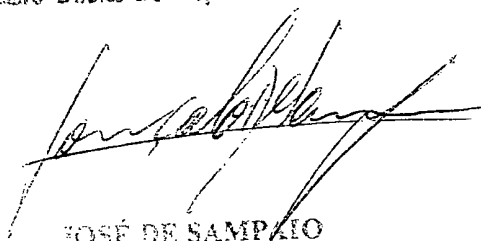
Dissolvem-se 7,6 g de polietilenoglicol com a massa molar média igual a 10 000 em 9,5 g de água amoniacal com um valor de pH de 9,5 em presença de 27,0 g de metanol. Adiciona-se esta solução a uma mistura de 15,2 g de tetrametoxi-silano e 80,0 g de metanol. Depois de se agitar durante 10 minutos, filtra-se a mistura resultante. Após um envelhecimento durante cerca de 80 minutos, recobrem-se lentes de óculos por imersão. Para se obter uma camada muito especialmente uniforme de cerca de 100 nm, fixam-se as lentes que se pretende recobrir no banho de revestimento e retira-se a solução de revestimento que nelas se encontra dentro de 2 minutos de maneira isenta de trepidação. Depois do processo de revestimento, secam-se as lentes a 130°C durante 30 minutos e em seguida aquecem-se a 500°C com uma velocidade de aquecimento de 120 K/h e mantêm-se a esta temperatura durante 1 hora. Obtêm-se lentes de vidro desespelhadas com uma tonalidade uniforme lilás-azulada. A camada anti-reflexão resultante possui um índice de refração igual a 1,22.

A Figura 1 mostra as transmissões de uma chapa de vidro desespelhada de acordo com o exemplo de realização em comparação com uma amostra não desespelhada.

A Figura 2 mostra o aumento da transmissão visual e solar de uma chapa de vidro desespelhada de acordo com o exemplo da realização.

Lisboa, 5 de Novembro de 2001

31 O Agente Oficial da Propriedade Industrial

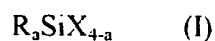


JOSÉ DE SAMPAIO
A.O.P.I.
Rua do Salitre, 195, r/c-Drt.
1269-063 LISBOA

228

REIVINDICAÇÕES

1. Processo para a preparação de um revestimento anti-reflexão poroso, caracterizado pelo facto de se aplicar uma solução coloidalmente dispersa que se obteve por condensação hidrolítica de um ou mais compostos de silício da fórmula geral I



na qual os radicais são iguais ou diferentes e R significa um radical orgânico com 1 a 10 átomos de carbono, que pode ser interrompido por átomos de oxigénio e/ou de enxofre e/ou por grupos amino, X significa hidrogénio, halogéneo, hidroxí, alcoxi, aciloxi, alquilcarbonilo, alcóxicarbonilo ou NR'_2 com R' igual a hidrogénio, alquilo ou arilo e a é igual a 0, 1 ou 2,

e/ou por pré-condensados delas derivados, eventualmente em presença de um dissolvente e/ou de um catalisador por actuação de água ou de humidade,

e que contém um polímero orgânico que possui um ou mais grupos OH e/ou NH com um peso molecular médio compreendido entre 200 e 500 000 em forma coloidalmente dissolvida,

em que a proporção molar de polímero para silano está compreendida entre 0,1 mmol/mole de silano e 100 mmol/mole de silano,

e que possui um valor de pH de ≥ 7

sobre um substrato e se secar e se eliminar os componentes orgânicos por aquecimento.

238

2. Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo facto de o composto de silício ter a fórmula geral I SiX_4 em que o radical X tem as significações mencionadas antes na reivindicação 1.

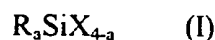
3. Processo de acordo com a reivindicação 1 ou 2, caracterizado pelo facto de o dissolvente eventualmente existente ser um álcool, de preferência metanol, etanol, i-propanol, n-propanol, 1-metoxi-2-propanol ou 2-metoxietanol.

4. Processo de acordo com uma ou mais reivindicações 1 a 3, caracterizado pelo facto de o peso molecular médio do polímero orgânico estar compreendido entre 500 e 50 000.

5. Processo de acordo com uma ou mais reivindicações 1 a 4, caracterizado pelo facto de o polímero orgânico ser um éter polietilenoglicol alquílico, um acetato de polivinilo, uma polivinilpirrolidona, um álcool polivinílico, uma poli-(2-etil-2-oxazolina), um poli-(hidroximetilacrilato) ou um poli-(hidroxiacrilato).

6. Solução de revestimento coloidalmente dispersa para a preparação de uma solução de revestimento anti-reflexão de acordo com o processo segundo uma ou mais reivindicações 1 a 5, caracterizado pelo facto de possuir um valor de $\text{pH} \geq 7$, pelo facto de ter sido obtida por condensação hidrolítica de um ou mais compostos de silício da fórmula geral I

288



na qual os radicais são iguais ou diferentes e R significa um radical orgânico com 1 a 10 átomos de carbono, que pode ser interrompido por átomos de oxigénio e/ou de enxofre e/ou por grupos amino, X significa hidrogénio, halogéneo, hidroxi, alcoxi, aciloxi, alquilcarbonilo, alcóxicarbonilo ou NR'_2 com R' igual a hidrogénio, alquilo ou arilo e a é igual a 0, 1 ou 2,

e/ou por pré-condensados delas derivados, eventualmente em presença de um dissolvente e/ou de um catalisador por actuação de água ou de humidade,

e pelo facto de conter um polímero orgânico que possui um ou mais grupos OH e/ou NH com um peso molecular médio compreendido entre 200 e 500 000 em forma coloidalmente dissolvida,

em que a proporção molar de polímero para silano está compreendida entre 0,1 mmol/mole de silano e 100 mmol/mole de silano.

7. Solução de revestimento de acordo com a reivindicação 6, caracterizada pelo facto de conter compostos de silício (parcialmente) condensados, que derivam de compostos da fórmula geral SiX_4 , em que o radical X tem as significações mencionadas antes na reivindicação 1.

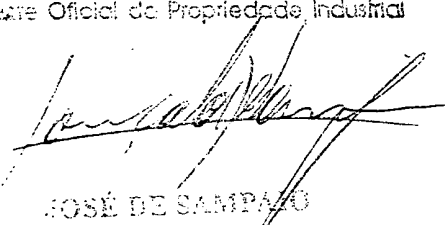
8. Solução de revestimento de acordo com a reivindicação 6 ou 7, caracterizada pelo facto de como dissolvente eventualmente existente conter um álcool, de preferência metanol, etanol, i-propanol, n-propanol, 1-metoxi-2-propanol ou 2-metoxietanol.

9. Solução de revestimento de acordo com uma ou mais reivindicações 6 a 8, caracterizada pelo facto de a massa molecular média do polímero orgânico estar compreendida entre 500 e 50 000.

10. Solução de revestimento de acordo com uma ou mais reivindicações 6 a 9, caracterizada pelo facto de como polímero orgânico conter um éter polietilenoglicol alquílico, um acetato de polivinilo, uma polivinilpirrolidona, um álcool polivinílico, uma poli-(2-etil-2-oxazolina), um poli-(hidroximetilacrilato) ou um poli-(hidroxiacrilato).

Lisboa, 5 de Novembro de 2001

Registo Oficial da Propriedade Industrial


JOSÉ DE SAMPAIO
A.G.P.I.
Rua do Salitre, 195, 4/2-Dto.
1269-062 LISBOA

758

1/1

Desespetramento por revesalhamento poroso Sol-Gel

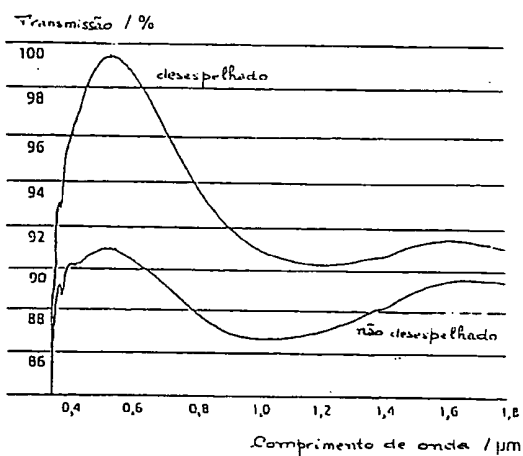


Fig. 1

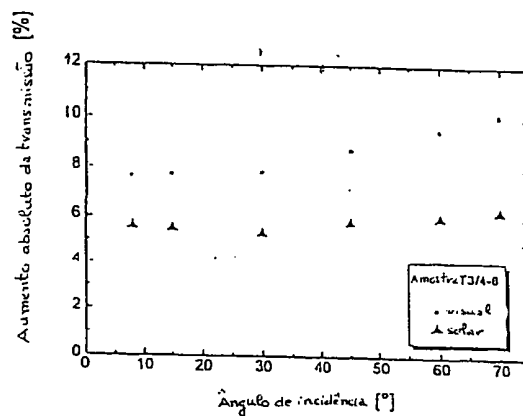


Fig. 2