



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

(21) PI 0717249-4 A2



(62) Data de Depósito do Pedido Original:
PI0109685 - 23/03/2001

(22) Data de Depósito: 14/09/2007

(43) Data da Publicação: 08/10/2013
(RPI 2231)

(51) Int.Cl.:
C09D 201/00

(54) Título: PRODUTO REVESTIDO CONTENDO UMA CAMADA ALTAMENTE REFRACTIVA E RESISTENTE AO RISCO

(30) Prioridade Unionista: 29/09/2006 DE 10 2006 046 160.6

(73) Titular(es): Bayer Materialscience AG

(72) Inventor(es): Friedrich-Karl Bruder, Karlheinz Hildenbrand, Rafael Oser

(74) Procurador(es): Dannemann, Siemsen, Bigler & Ipanema Moreira

(86) Pedido Internacional: PCT EP2007008007 de 14/09/2007

(87) Publicação Internacional: WO 2008/040439de 10/04/2008

(57) Resumo: "SISTEMA E MÉTODO DE FUMO ELÉTRICO". Um sistema de fumo elétrico (21) compreendendo um cigarro (23) e um acendedor elétrico (25), no qual o cigarro (23) compreende uma superfície fosca de tabaco tubular (66) parcialmente cheia com material de tabaco (80) de modo a definir uma porção de barra de tabaco cheia (60) e uma porção de barra de tabaco vaga (90). O cigarro (23) e o acendedor (25) são mutuamente dispostos de modo que quando o cigarro (23) é recebido no acendedor (25), o elemento do aquecedor elétrico (37) do acendedor (25) pelo menos parcialmente sobrepõe pelo menos uma porção da porção da barra de tabaco cheia (60). O cigarro (23) e o acendedor (25) são também mutuamente dispostos de modo que quando o cigarro (23) é recebido no acendedor (25), a extremidade livre (15) do cigarro (23) fica fechada. O cigarro (23) inclui uma zona de perfurações (12,14) em uma localização ao longo da porção da barra de tabaco cheia (60), com o cigarro sendo isento de perfurações ao longo da porção da barra de tabaco vaga (90).

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para **"PRODUTO REVESTIDO CONTENDO UMA CAMADA ALTAMENTE REFRACTIVA E RESISTENTE AO RISCO"**.

A presente invenção refere-se a um produto revestido contendo um substrato (S) e um revestimento (A), em que o revestimento (A) é caracterizado pelo fato, de que este apresenta um componente real n do índice de refração complexo de pelo menos 1,70, um componente imaginário k do índice de refração complexo de, no máximo, 0,016, uma aspereza superficial como valor R_a de menos do que 20 nm e uma resistência ao risco menor ou igual a 0,75 μm de profundidade do risco, em que o componente real e o componente imaginário do índice de refração foi medido com um comprimento de onda de 400 – 410 nm (isto é, na faixa de comprimento de onda do laser azul), em que a aspereza superficial foi medida como valor R_a por meio de AFM (atomic force microscopy) e em que, para determinar a resistência ao risco, uma agulha de diamante com um raio da ponta de 50 μm foi conduzida sobre o revestimento com uma velocidade de avanço de 1,5 cm/s e um peso de apoio de 40 g e medida a profundidade do risco resultante. Esses revestimentos (A) são designados a seguir, também como "high refractive index Layer" (revestimento HRI). Outro objeto da invenção é um processo para a produção dos produtos revestidos e seu uso para a produção de armazenadores de dados ópticos, bem como a solução de fundição utilizada para a produção dos produtos revestidos.

Revestimentos com um componente real elevado (n) do índice de refração, são conhecidos de várias aplicações, por exemplo, nas lentes ópticas, revestimentos antirreflexivos ou condutores de ondas planares. Revestimentos com índices de refração elevados podem ser produzidos, em princípio, por vários métodos. Pelo processo puramente físico, no chamado "processo de sputtering", os óxidos de metais altamente refrativos, tais como, por exemplo, TiO_2 , Ta_2O_5 , CeO_2 , Y_2O_3 são separados do alto vácuo através de processos de plasma. Enquanto, nesse caso, é possível obter, sem problemas, índices de refração acima de 2,0 na faixa de comprimento de onda visível, o processo é relativamente complexo e caro.

Da EP 0964019 A1 e WO 2004/009659 são conhecidas polímeros orgânicos, por exemplo, polímeros contendo enxofre ou acrilatos halogenados (acrilato de tetrabromofenila, Polyscience Inc.) que, inerentemente possuem um índice de refração mais elevado do que polímeros convencionais e que podem ser aplicados sobre superfícies através de métodos simples de soluções orgânicas por processos de revestimento convencionais. Contudo, neste caso, os componentes reais (n) dos índices de refração são limitados a valores de até cerca de 1,7, medidos na faixa de comprimento de onda visível.

Uma outra variante do processo, que ganha crescentemente importância, baseia-se em nanopartículas de óxido de metal, que são incorporadas em sistemas adesivos orgânicos ou polímeros. As receitas híbridas de polímeros de nanopartículas correspondentes podem ser aplicadas de maneira simples e barata sobre vários substratos, por exemplo, por meio de revestimento rotativo. Os componentes reais (n) dos índices de refração obtíveis encontram-se usualmente entre as superfícies do "sputter" inicialmente mencionadas e as camadas de polímeros altamente refrativos. Com o aumento dos teores de nanopartículas, podem ser obtidos índices de refração aumentados. Por exemplo, a US 2002/76169 A1 publica a produção de sistemas híbridos de nanopartículas-acrilato, nos quais as camadas altamente refrativas contêm um óxido de metal, tal como, por exemplo, óxido de titânio, óxido de índio ou óxido de estanho, bem como um adesivo reticulável por UV, por exemplo, à base de acrilato, em solvente orgânico. Após o revestimento rotativo, evaporação do solvente e irradiação UV, obtêm-se revestimentos correspondentes com um componente real n do índice de refração de 1,60 a 1,95, medido em faixa de comprimento de onda visível.

O revestimento HRI de acordo com a invenção, pode formar a camada superior de armazenadores de dados ópticos (ODS) e possibilita o acoplamento de luz no campo evanescente de uma lente próxima (solid immersion lens, SIL) no armazenador de dados. Com isso, o tamanho da mancha do laser na camada de informação ou na de gravação pode ser diminuída abaixo do limite de refração, o que possibilita um aumento da densidade

do armazenador de dados. O revestimento HRI também pode ser utilizado como camada de acoplamento entre duas ou mais camadas de informação ou de gravação. Para a maior densidade de armazenamento possível, é necessário que o componente real n do índice de refração do revestimento HRI seja o maior possível. Revestimentos conhecidos do estado da técnica limitam a densidade de armazenamento de ODS resultantes dos mesmos devido ao seu componente real (n) dos índices de refração n entre 1,45 a 1,6. Portanto, o objeto foi desenvolver um revestimento HRI com alto índice de refração.

10 Visto que o campo evanescente existe somente em uma distância relativa à superfície da lente do campo próximo que é uma fração do comprimento de onda de luz (óptica de campo próximo), a distância entre a superfície da lente de campo próximo e o revestimento HRI do produto revestido deve ser muito curta, tipicamente na faixa de 20 – 50 nm. Para evitar tanto quanto possível contatos da lente de campo próximo com a superfície do produto revestido, a aspereza do revestimento HRI deve ser a menor possível. No caso de um contato da lente de campo próximo com o revestimento HRI, por um lado, a lente de campo próximo não pode ser contaminada por abrasão e por outro lado, o revestimento HRI e/ou as camadas subjacentes não podem ser danificadas. Por isso, a alta resistência ao risco do revestimento HRI é importante.

20 Para poder conduzir a luz evanescente da forma mais efetiva possível através do revestimento HRI, as perdas por absorção e/ou dispersão da luz no revestimento HRI devem ser as menores possíveis, isto é, a extinção do revestimento HRI deve ser a menor possível. Uma medida para a extinção é o componente imaginário k do índice de refração complexo $n^* = n + i \cdot k$.

30 Com auxílio de corantes como material de revestimento, que apresentam uma aresta de absorção viva e dessa maneira, produzem um componente real n elevado do índice de refração com o comprimento de onda do laser azul (400 – 410 nm) através da escala de ressonância, na verdade, é possível produzir uma superfície lisa, mas ao contrário, não se ob-

têm a alta resistência ao risco exigida do revestimento HRI.

Por conseguinte, o objeto da presente invenção foi pôr um revestimento (A) à disposição, o qual apresenta a combinação exigida das quatro propriedades, a saber, um componente real n elevado do índice de refração complexo, um componente imaginário k tão pequeno quanto possível do índice de refração, uma aspereza superficial a menor possível, bem como a mais alta resistência ao risco possível. De modo especial, o objeto da presente invenção foi pôr um revestimento (A) à disposição, que é caracterizado pelo fato de que este revestimento (A) apresenta um componente real n do índice de refração de pelo menos 1,70, um componente imaginário k do índice de refração de no máximo 0,016, uma aspereza superficial como valor R_a menor do que 20 nm e uma resistência ao risco menor ou igual a 0,75 μm de profundidade do risco.

Surpreendentemente, foi verificado, então, que o objeto de acordo com a invenção, é resolvido por um revestimento (A), obténível pelos estágios

i) troca proporcional da água contida em uma suspensão aquosa de nanopartículas por pelo menos um solvente orgânico, de maneira que a suspensão de nanopartículas resultante (A1) apresente um teor de água de 5 a 50 % em peso,

ii) adição de pelo menos um adesivo (A2) à suspensão de nanopartículas (A1) com obtenção de uma solução de fundição (A*),

iii) aplicação desta solução de fundição (A*) sobre um substrato (S) ou sobre uma camada de informação e armazenamento (B) e

iv) reticulação da solução de fundição (A*) por métodos térmicos ou fotoquímicos.

Por conseguinte, o objeto da invenção é um produto revestido contendo um substrato (S) e um revestimento (A) obténível pelos estágios

i) troca proporcional da água contida em uma suspensão aquosa de nanopartículas por pelo menos um solvente orgânico, de maneira que a suspensão de nanopartículas resultante (A1) apresente um teor de água de 5 a 50 % em peso,

ii) adição de pelo menos um adesivo (A2) à suspensão de nanopartículas (A1) com obtenção de uma solução de fundição (A*),

iii) aplicação desta solução de fundição (A*) sobre um substrato (S) ou sobre uma camada de informação e armazenamento (B) e

5 iv) reticulação da solução de fundição (A*) por métodos térmicos ou fotoquímicos.

Preferivelmente, após o estágio iii) o substrato (S) umedecido com a solução de fundição (A*) é inteira ou parcialmente libertado do solvente e/ou o revestimento resultante após o estágio iv) é termicamente pós-
10 tratado.

O produto revestido de acordo com a presente invenção, contém um substrato (S) e um revestimento (A), em que o revestimento (A) é caracterizado pelo fato, de que este apresenta um componente real n do índice de refração complexo n de pelo menos 1,70, preferivelmente de pelo menos
15 1,80, de modo particularmente preferido, de pelo menos 1,85, um componente imaginário k do índice de refração complexo de no máximo 0,016, preferivelmente no máximo 0,008, uma aspereza superficial como valor R_a de menos do que 20 nm e uma resistência ao risco menor ou igual a 0,75 μm , preferivelmente menor ou igual a 0,7 μm , de modo particularmente preferido,
20 menor ou igual a 0,65 μm de profundidade do risco.

As propriedades do revestimento (A) do produto revestido foram determinadas tal como segue: O componente real n e o componente imaginário k do índice de refração complexo foram medidos com um comprimento de onda de 400 – 410 nm (isto é, na faixa de comprimento de onda do laser azul). A aspereza superficial foi medida como valor R_a por meio de AFM (atomic force microscopy). Para a determinação da resistência ao risco, uma
25 agulha de diamante com um raio da ponta de 50 μm foi conduzida com uma velocidade de avanço de 1,5 cm/s e um peso de apoio de 40 g sobre o revestimento e medida a profundidade do risco resultante. Particularidades dos
30 respectivos métodos de medição são indicadas no parágrafo para a produção e teste dos produtos revestidos.

Revestimento A

O revestimento A é obtível a partir da solução de fundição A*, em que a solução de fundição A* é aplicada sobre um substrato (S) ou sobre uma camada de informação e armazenamento (B) e reticulada.

5 Componente A* (solução de fundição)

A solução de fundição A* de acordo com a invenção, contém os componentes

A1: uma suspensão contendo nanopartículas e uma mistura de água e pelo menos um solvente orgânico,

10 A2: um adesivo e

eventualmente A3: outros aditivos (componente A.3).

Por nanopartículas no contexto da presente invenção, são entendidas aquelas partículas, que apresentam tamanhos médios de partículas (d_{50}) menores do que 100 nm, preferivelmente 0,5 a 50 nm, de modo particularmente preferido, de 1 a 40 nm, de modo especialmente preferido, de 5 a 30 nm. Nanopartículas preferidas apresentam, além disso, um valor d_{90} menor do que 200 nm, especialmente menor do que 100 nm, de modo particularmente preferido, menor do que 40 nm, de modo especialmente preferido, menor do que 30 nm. Preferivelmente, as nanopartículas estão presentes na suspensão de forma monodispersa. O tamanho médio de partículas d_{50} é o diâmetro, acima e abaixo do qual encontram-se em cada caso 50 % em peso, das partículas. O valor d_{90} é o diâmetro, acima e abaixo do qual encontram-se 90 % em peso, das partículas. Para a determinação do tamanho das partículas e para a detecção da monodispersidade, presta-se a dispersão de luz de laser ou preferivelmente o uso de ultracentrifugação analítica (AUZ). A AUZ é conhecida pelo técnico, tal como, por exemplo, está descrita em "Particle Characterization", Part. Part. Syst. Charact., 1995, 12, 148-157.

Para a preparação do componente A1 (uma suspensão contendo nanopartículas e uma mistura de água e pelo menos um solvente orgânico), são adequadas suspensões aquosas de nanopartículas de Al_2O_3 , ZrO_2 , ZnO , Y_2O_3 , SnO_2 , SiO_2 , CeO_2 , Ta_2O_5 , Si_3N_4 , Nb_2O_5 , NbO_2 , HfO_2 ou TiO_2 , sendo especialmente adequada uma suspensão aquosa de nanopartículas

de CeO₂. De modo particularmente preferido, as suspensões aquosas das nanopartículas contêm um ou mais ácidos, preferivelmente ácidos carboxílicos RC(O)OH com R = H, C₁ até C₁₈-alquila, que pode ser eventualmente substituída por halogênio, preferivelmente cloro e/ou bromo ou C₅ até C₆-cicloalquila, C₆ até C₂₀-arila ou C₇ até C₁₂-aralquila, que pode ser eventualmente substituída por C₁ até C₄-alquila e/ou halogênio, preferivelmente cloro, bromo. Preferivelmente, R é metila, etila, propila ou fenila, de modo particularmente preferido, R é etila. A suspensão de nanopartículas pode conter como ácido, também ácido mineral, tal como, por exemplo, ácido nítrico, ácido clorídrico ou ácido sulfúrico. As suspensões aquosas das nanopartículas contêm preferivelmente 0,5 – 10 partes em peso, de modo particularmente preferido, 1 a 5 partes em peso, de ácido em relação à soma das partes em peso, de ácido e água. Por exemplo, as suspensões de nanopartículas são NanoCeria[®] CeO₂-ACT (uma suspensão aquosa, estabilizada com ácido acético de nanopartículas de CeO₂, pH = 3,0) e CeO₂-NIT (uma suspensão aquosa, estabilizada com ácido nitroso de nanopartículas de CeO₂, pH = 1,5) da Fa. Nyacol Nano Techn., Inc., EUA.

A água dessas suspensões aquosas das nanopartículas é parcialmente substituída por pelo menos um solvente orgânico. Essa troca parcial de solvente é efetuada por meio de destilação ou por meio de filtração de membrana, preferivelmente por meio de ultrafiltração, por exemplo, de acordo com o processo de fluxo cruzado. No caso da ultrafiltração de fluxo cruzado trata-se de uma forma de concretização da ultrafiltração em escala técnica (M. Mulder: Basic Principles of Membrane Technology, Kluwer Acad. Publ., 1996, 1^a edição). Nesse caso, a membrana com a solução a ser filtrada (solução feed) é tangencialmente inundada. Para essa troca de solvente utiliza-se preferivelmente pelo menos um solvente selecionado do grupo consistindo em álcoois, cetonas, dicetonas, éteres cíclicos, glicóis, éter glicólico, éster glicólico, N-metilpirrolidona, dimetilsulfóxido, dimetilacetamida e propilenocarbonato. Preferivelmente, é utilizada uma mistura de solventes de pelo menos dois solventes do grupo mencionado acima, utilizando-se de modo particularmente preferido uma mistura de solventes de 1-metóxi-2-

propanol e álcool diacetônico. De modo especialmente preferido, utiliza-se uma mistura de solventes de 1-metóxi-2-propanol (MOP) e álcool diacetônico (DAA), preferivelmente na proporção de 95 : 5 até 30 : 70, de modo particularmente preferido, 90 : 10 até 50 : 50. No solvente utilizado em cada caso
5 pode estar contida água, preferivelmente em uma quantidade de até 20 % em peso, preferivelmente em uma quantidade de 5 – 15 % em peso.

Em uma outra forma de concretização da invenção, a suspensão das nanopartículas é preparada através da troca de solvente em pelo menos um dos solventes orgânicos mencionados acima e em seguida, é adicionado
10 um outro solvente, sendo que este outro solvente é selecionado do grupo consistindo em álcoois, cetonas, dicetonas, éteres cíclicos, tais como, por exemplo, tetra-hidrofurano ou dioxano, glicóis, éter glicólico, éster glicólico, N-metilpirrolidona, dimetilformamida, dimetilsulfóxido, dimetilacetamida, solcetal, propilenocarbonato e acetato de alquila, por exemplo, acetato de buti-
15 la. Também nesta forma de concretização, a água pode estar em cada caso presente no solvente usado, preferivelmente em uma quantidade de até 20 % em peso, preferivelmente em uma quantidade de 5 – 15 % em peso.

É dada preferência ao uso de membranas de ultrafiltração de polissulfona de poliéter, que têm preferivelmente um limite de exclusão (cut
20 off) menor do que 200.000 D, preferivelmente menor do que 150.000 D, de modo particularmente preferido, menor do que 100.000 D. O limite de exclusão (cut off) de uma membrana é definido pelo fato, de que moléculas do tamanho correspondente (por exemplo, 200.000 D e maiores), são retidas, enquanto moléculas e partículas com menores tamanhos podem permear
25 ("Basic Principles of Membrane Technology", M. Mulder, Kluwer Academic Publishers, 1996, 1ª edição). Tais membranas de ultrafiltração retêm as nanopartículas também com altas taxas de passagem, enquanto o solvente permeia. De acordo com a invenção, a troca de solventes é efetuada através de filtração contínua, sendo que a água que permeia é substituída pela
30 quantidade correspondente do solvente ou da mistura de solvente. Como alternativa para as membranas polímeras, também é possível utilizar membranas cerâmicas no estágio de processo da troca de solvente.

O processo de acordo com a invenção, é caracterizado pelo fato de que a troca da água por um dos solventes orgânicos ou misturas de solventes mencionados acima, não passa a um nível inferior a um valor de limite de 5 % em peso, na suspensão de nanopartículas (A1) resultantes. Preferivelmente, a troca de água com o solvente orgânico ou a mistura de solventes é efetuada de maneira tal, que a suspensão de nanopartículas (A1) resultante contém um teor de água de 5 a 50 % em peso, preferivelmente 7 – 30 % em peso, de modo particularmente preferido, 10 – 20 % em peso. A suspensão de nanopartículas resultante contém preferivelmente 1 a 50 % em peso, preferivelmente 5 a 40 % em peso, de modo particularmente preferido 15 a 35 % em peso, de nanopartículas (a seguir, designada como fração sólida de nanopartículas).

Se a troca de solvente da suspensão de nanopartículas na célula da membrana é efetuada por um período mais longo, de maneira que resulta um teor de água inferior a 5 % em peso, então ocorre a agregação das partículas, de maneira que o revestimento daí resultante não preenche as condições da monodispersidade, bem como da alta transparência. Se o teor de água na suspensão de nanopartículas à base orgânica, ao contrário, é maior do que 50 % em peso, então os adesivos a serem usados em um estágio subsequente não podem mais ser claramente dissolvidos nessa suspensão contendo água, de maneira que nesses dois casos, isto é, nas nanopartículas aglomeradas ou nos adesivos não-claramente dissolvidos, resultam revestimentos, que não preenchem a exigência simultânea para um alto índice de refração n e alta transparência.

Como adesivo (A2) podem ser usados tanto termoplastos não-reativos, termicamente secantes, por exemplo, metacrilato de polimetacrilato (Elvacite®, Fa. Tennants) ou acetato de polivinila (Mowilith 30®, Fa. Synthomer), como também componentes monômeros reativos, que após o revestimento podem ser reagidos através de uma reação química ou por meio de uma reação fotoquímica para formar matrizes polímeras altamente reticuladas. Por exemplo, a reticulação é efetuada com auxílio de radiação UV. Uma reticulação com auxílio de radiação UV é particularmente preferida com

respeito a uma alta resistência ao risco. No caso dos componentes reativos trata-se preferivelmente de sistemas de acrilato reticuláveis com UV, tais como são descritos, por exemplo, em P. G. Garratt em "Strahlenhärtung" 1996, C. Vincentz Vlg., Hannover. Preferivelmente, o adesivo (A2) é selecionado de pelo menos de um do grupo consistindo em acetato de polivinila, metacrilato de polimetila, poliuretano e acrilato. De modo particularmente preferido, o adesivo (A2) é selecionado de pelo menos um do grupo consistindo em diacrilato de hexanodiol (HDDA), diacrilato de tripropilenoglicol, penta-acrilato de dipentaeritritol, hexa-acrilato de dipentaeritritol (DPHA), tetra-acrilato de ditrimetilopropano (DTMPTTA), triacrilato de tris-(2-hidroxi-etil)isocianurato, triacrilato de pentaeritritol, triacrilato de tris-(2-hidroxi-etil)isocianurato e diacrilato de hexanodiol (HDDA).

No caso dos componentes utilizados como outros aditivos (A3) na solução de fundição, trata-se preferivelmente de pelo menos um aditivo selecionado do grupo dos fotoiniciadores e termoiniciadores. Em relação à soma das partes em peso dos componentes da solução de fundição, são utilizados até 3 partes em peso, de aditivos (A3), preferivelmente 0,05 a 1 parte em peso, de modo particularmente preferido, 0,1 a 0,5 parte em peso. Fotoiniciadores típicos (iniciadores UV) são hidroxicetonas (Irgacure[®] 184, Fa. Ciba) ou monoacilfosfinas (Darocure[®] TPO, Fa. Ciba). A quantidade de energia (energia da radiação UV) necessária para a iniciação da polimerização UV encontra-se na faixa de cerca de 0,5 a 4 J/cm², de modo particularmente preferido, na faixa de 2,0 a 3,0 J/cm² de área revestida. Como outros aditivos tomam-se em consideração ainda os chamados aditivos de revestimento, tais como são oferecidos, por exemplo, pela Fa. Byk/Altana (46483 Wesel, Alemanha) pelo nome BYK, por exemplo, BYR 344[®].

A solução de fundição A* para os revestimentos altamente refrativos de acordo com a invenção, é preparada dissolvendo pelo menos um adesivo (A2) e eventualmente outros aditivos (A3) em um solvente orgânico ou mistura de solvente, a qual pode conter água. A solução resultante (a seguir denominada como solução adesiva) é misturada com o componente A1 e eventualmente filtrada e desgaseificada. Em uma forma de concretização,

o componente A1 contém o mesmo solvente orgânico ou mistura de solvente da solução adesiva.

Preferivelmente, a solução de fundição A* apresenta a seguinte composição:

5 12 a 30 partes em peso, preferivelmente 13 a 25 partes em peso, de modo particularmente preferido, 14 a 19 partes em peso, de fração sólida de nanopartículas,

2 a 8 partes em peso, preferivelmente 2,5 a 5 partes em peso, de adesivo,

10 0 a 3 partes em peso, preferivelmente 0,05 a 1 parte em peso, de modo particularmente preferido, 0,1 a 5 partes em peso, de outros aditivos (A3)

7 a 28 partes em peso, preferivelmente 15 a 27 partes em peso, de modo particularmente preferido, 20 a 26 partes em peso, de água e

15 32 a 79 partes em peso, preferivelmente 42 a 70 partes em peso, de modo particularmente preferido, 50 a 63 partes em peso, de solvente orgânico, sendo que a soma das partes em pesos, dos componentes está normalizada para 100.

20 A solução de fundição A* apresenta geralmente um teor sólido de 10 a 50 % em peso, preferivelmente de 14 – 28 % em peso. O teor sólido da solução de fundição A* é a soma dos componentes A2, A3 e fração sólida de nanopartículas. A proporção do adesivo (A2) para fração sólida de nanopartículas na solução de fundição é de preferivelmente 40 : 60 até 7 : 93, de modo particularmente preferido, a proporção importa em 26 : 74 até 12 : 88.

25 A espessura da camada do revestimento A importa em 50 nm até 10.000 nm, preferivelmente em 100 nm até 2.000 nm, de modo particularmente preferido, 150 nm até 900 nm. A espessura da camada pode ser ajustada pelo teor sólido da solução de fundição, especialmente no processo do revestimento rotativo. Quando são desejadas altas espessuras do revestimento, trabalha-se com um teor sólido mais elevado da solução de fundição quando são desejados revestimentos mais finos, trabalha-se com um

30

baixo teor sólido da solução de fundição.

Substrato S

O substrato (S) é selecionado de pelo menos um do grupo consistindo em vidro, quartzo, silício e polímero orgânico. Como polímero orgânico utiliza-se preferivelmente policarbonato, polimetacrilato, poliéster, polímero de ciclo-olefina, resina epóxido e resina endurecível por UV. Preferivelmente, trata-se de um substrato, o qual contém policarbonato, trata-se especialmente de folhas de substrato altamente transparentes contendo os tipos de policarbonato Makrolon[®] DP1-1265 ou OD 2015. O substrato (S) pode apresentar ranhuras dispostas em forma de espiral, cavidades e/ou protuberâncias.

Por conseguinte, o objeto da invenção é também um produto revestido, o qual apresenta uma seqüência de camadas (S) – (A) ou (A) – (S).

15 Outras camadas B

O produto revestido de acordo com a invenção, pode conter como outras camadas uma camada de informação e de armazenamento. A camada de informação e de armazenamento é formada de pelo menos uma selecionada do grupo dos metais, materiais semicondutores, materiais dielétricos, calcogenetos de metais ou corantes orgânicos.

Como metal, utiliza-se especialmente Ag, Al, Au e/ou Cu.

Como material semicondutor utiliza-se especialmente silício.

Como material dielétrico utiliza-se especialmente material de troca de fase (Phase Change Material), de modo particularmente preferido, SiO, SiN, SiH, Si, ZnO e ZnS.

As outras camadas B podem ser aplicadas, por exemplo, sobre o substrato ou sobre a camada subjacente por meio do processo de "sputtering".

Por conseguinte, o objeto da invenção é também um produto revestido, o qual apresenta uma seqüência de camadas

(S) – [(B) – (A)]_n – (B) – (A) ou

(A) – (B) – [(A) – (B)]_m – (S) – [(B) – (A)]_n – (B) – (A),

em que m e n independentes um do outro, são 0 ou um número natural maior do que 1, preferivelmente 0 ou um número natural de 1 a 8, de modo particularmente preferido, 2. Por exemplo e preferivelmente, um produto revestido de acordo com a invenção, apresenta uma sequência de camadas (S) – (B) – (A) ou uma sequência de camadas (S) – (B) – (A) – (B) – (A).

O produto revestido de acordo com a invenção, pode ser utilizado para a produção de armazenadores de dados ópticos. Por isso, os armazenadores de dados ópticos contendo um revestimento A e um substrato B são um outro objeto da presente invenção.

10 Processo para a produção dos produtos revestidos

A solução de fundição A* é eventualmente tratada com ultrassom por até 5 minutos, preferivelmente de 10 – 60 segundos e/ou filtrado através de um filtro, preferivelmente com uma membrana de 0,2 μm (por exemplo, membrana RC, Fa. Sartorius).

15 A solução de fundição é aplicada sobre a superfície do substrato ou a superfície da camada de informação e armazenamento. Após remover o excesso da solução de fundição, preferivelmente por centrifugação, um resíduo da solução de fundição permanece sobre o substrato, cuja espessura depende do teor sólido da solução de fundição e, no caso do revestimento rotativo, das condições de centrifugação. Parte ou todo o solvente contido na
20 solução de fundição pode ser eventualmente removido, preferivelmente através de tratamento térmico. A subsequente reticulação da solução de fundição ou do resíduo é efetuada por métodos térmicos (por exemplo, com ar quente) ou fotoquímicos (por exemplo, luz UV). A reticulação fotoquímica
25 pode ser efetuada, por exemplo, em um aparelho de exposição UV: para isso, o substrato revestido é colocado em uma correia transportadora, a qual é movida com uma velocidade de cerca de 1 m/min do lado da fonte de exposição UV (lâmpada de mercúrio, 80 W). Este processo também pode ser repetido, para influenciar a energia de radiação por cm^2 . Prefere-se uma energia de radiação de pelo menos 1 J/cm^2 , preferivelmente de 2 a 10 J/cm^2 .
30 Em seguida, o substrato revestido ainda pode ser pós-tratado termicamente, preferivelmente com ar quente, por exemplo, por 5 a 30 minutos a 60°C –

120°C.

Dessa maneira, um outro objeto da invenção é um processo para a produção de um produto revestido, contendo os seguintes estágios:

- 5 i) preparação de uma suspensão de nanopartículas monodispersa em pelo menos um solvente orgânico, partindo de uma suspensão aquosa de nanopartículas, em que a água presente na suspensão aquosa de nanopartículas é removida e simultaneamente substituída por pelo menos um solvente orgânico, de maneira que a suspensão de nanopartículas apresenta um teor de água de 5 a 50 % em peso,
- 10 ii) adição de pelo menos um adesivo (A2) e eventualmente outros aditivos (A3) à suspensão de nanopartículas (A1) para obter uma solução de fundição (A*),
- iii) aplicação desta solução de fundição de ii) sobre um substrato ou sobre uma camada de informação e armazenamento (B),
- 15 iv) eventualmente remoção parcial ou total do solvente contido na solução de fundição, preferivelmente através de tratamento térmico, para obter um resíduo sobre o substrato,
- v) reticulação da solução de fundição ou do resíduo através de métodos térmicos ou fotoquímicos e
- 20 vi) eventualmente tratamento térmico do revestimento, preferivelmente a 60 a 120°C.

Exemplos

Componente A.0

25 Ceria CeO₂-ACT[®]: suspensão aquosa de CeO₂: 20 % em peso, de nanopartículas de CeO₂ em 77 % em peso, de água e 3 % em peso, de ácido acético, pH da suspensão: 3,0, tamanho da partícula das nanopartículas de CeO₂ suspensas: 10-20 nm, peso específico: 1,22 g/ml, viscosidade: 10 mPa.s, fabricante: Nyacol Inc., Ashland, MA, EUA.

Componente A.2

30 Adesivo: penta/hexaacrilato de dipentaeritritol (DPHA, Firma Aldrich).

Componente A.3:

Fotoiniciador UV: Irgacure[®] 184 (1-hidróxi-ciclohexilfenilcetona), Ciba Speciality Chemicals Inc., Basileia, Suíça.

Componente S-1:

5 Portador de objeto de vidro de cristal das dimensões 25 x 25 x 1 mm da Fa. Heraeus, qualidade SUPI, ident. n^o 09679597.

Componente S-2:

10 Substrato de CD de policarbonato (Makrolon[®] OD2015, Bayer MaterialScience AG, Leverkusen, Alemanha), que foi produzido através de moldagem por injeção contra uma matriz branca; diâmetro: 120 mm, espessura: 1,2 mm.

Componente S-3:

15 No caso do componente S-3 trata-se do componente S-2, que foi revestido com uma camada de reflexão de 20 nm de Ag. Essa camada de reflexão foi aplicada por meio do processo de "sputtering".

Os seguintes componentes foram utilizados como solventes orgânico nos exemplos:

1-metóxi-2-propanol (MOP), fabricante: Fa. Aldrich.

Álcool diacetônico (DAA), fabricante: Fa. Aldrich.

20 Produção e teste dos produtos revestidos

25 O índice de refração n e o componente imaginário do índice de refração k (a seguir também denominado como constante de absorção k) dos revestimento foram obtidos a partir dos espectros de transmissão e reflexão. Para isso, filmes com espessura de cerca de 100 – 300 nm do revestimento foram aplicados por centrifugação sobre portadores de vidro de cristal de solução diluída. O espectro de transmissão e reflexão dessa estrutura de camada foi medido com um espectrômetro da firma STEAG ETA-Optik, CD-Measurement System ETA-RT e depois, a espessura da camada e do decurso espectral de n e k foram adaptados aos espectros de transmissão e
30 reflexão medidos. Isso ocorre com o software interno do espectrômetro e exige adicionalmente os dados de n e k do substrato de vidro de cristal, que foram previamente determinados em uma medição cega. k está relacionado

com a constante de decaimento da intensidade de luz α , tal como segue:

$$k = \frac{\lambda \cdot \alpha}{4 \pi}$$

λ é o comprimento de onda da luz.

A aspereza superficial foi determinada como valor Ra por meio de Atomic Force Microscopy (AFM) no Tapping Mode (correspondendo a
5 ASTM E-42.14 STM/AFM).

Para determinar a resistência ao risco, são feitos riscos em direção radial, de dentro para fora com uma agulha de diamante com um raio da ponta de 50 μm com uma velocidade de avanço de 1,5 cm/s e um peso da camada de 40 g. A profundidade do risco é medida com rastreador escalonado da firma Tencor Modell Alpha Step 500 e é uma medida para a resistência ao risco. Quanto menor o valor, tanto mais resistente ao risco é o substrato correspondente.
10

O teor de água é determinado de acordo com o método de Karl Fischer.

15 Exemplo 1: Conversão de uma suspensão aquosa de nanopartículas de CeO_2 para uma suspensão de nanopartículas contendo água e solvente orgânico por meio de ultrafiltração de fluxo cruzado

Para a ultrafiltração de fluxo cruzado (UF), foi utilizado um módulo de membrana da Fa. PALL (Centramate OS070C12) com um cassete de membrana UF (PES, MW 100.000). A permeação foi realizada com uma
20 pressão de 250 kPa (2,5 bar), sendo que o permeato contendo água foi rejeitado e o retentado decrescente foi substituído pela mistura de solventes alcóolica 1-metóxi-2-propanol (MOP) / álcool diacetônico (DAA) (proporção MOP/DAA = 85/15). Foram utilizados 6,5 litros do componente A.0. Tal como
25 representado na seguinte tabela, a filtração foi concluída após três ciclos de diferentes comprimentos e dessa maneira, obtidas suspensões de nanopartículas em uma mistura de solvente orgânico e água (componentes A1-1, A1-2, A1-3), que se distinguem em seu teor de água.

Tabela 1: Composição e propriedades dos componentes A1-1, A1-2, A1-3

Com- po- nente	Duração da per- meação [h : min]	Quantidade de perme- ado [litro]	Propriedades do retentado	Teor de água do retenta- do ¹⁾ [% em peso]	Teor só- lido [% em peso]
A.0	-	-	de fácil es- coamento	97 ²⁾	20
A.1-1	02:30	6,5 litros	levemente tixotrópico, escoável	19,4	29,6
A.1-2	08:45	11,0 litros	tixotrópico, de lento es- coamento	15,0	31,1
A.1-3	15:45	13,2 litros	altamente pastoso, de pouco esco- amento	12,3	29,4

1) determinado por meio de titulação de Karl Fischer.

2) contém 3 % em peso, de ácido acético.

Exemplo 2: Preparação de uma solução de fundição com um teor de água

5 de 10,5 % em peso (componente A*-1)

Solução A: 27 g de componente A.2 foram dissolvidos em 200 g de mistura de solvente de MOP e DAA (proporção MOP/DAA = 85/15) sob agitação. Em seguida, foram acrescentados 2 g do componente A.3, formando-se uma solução límpida.

10 Solução B: 388 g do componente A.1-1 (teor de água 19,4 % em peso) em um bécher, foram adicionados a 102 g da mistura de solvente de MOP e DAA (proporção MOP/DAA = 85/15) e agitados, sendo obtida uma suspensão transparente, tingida de amarelo, que foi tratada com ultrassom por 30 minutos.

15 As soluções A e B foram combinadas, depois tratadas mais uma vez com ultrassom por 30 minutos e filtradas através de um filtro de 0,2 µm (membrana RC Minisart). A solução de fundição (componente A*-1) tem a seguinte composição calculada:

Composição e propriedades do componente A*-1 (solução de

fundição): vide tabela 3.

Exemplo 3. Preparação da solução de fundição A*-2 com um teor de água de 24,4 % em peso

5 Solução A: 2,7 g do componente A.2 foram dissolvidos em 20 g de mistura de solvente de MOP e DAA (proporção MOP/DAA = 85/15) sob agitação. Em seguida, foram acrescentados 0,2 g do componente A.3, formando-se uma solução límpida.

10 Solução B: 36,9 g do componente A.1-2 (teor de água de 15,0 % em peso) em um bécher foram adicionados a 12,0 g de água e agitados, obtendo-se uma suspensão levemente transparente, tingida de amarelo, que foi tratada com ultrassom por 30 minutos.

15 As soluções A e B foram combinadas, depois tratadas mais uma vez com ultrassom por 30 minutos e filtradas através de um filtro de 0,2 µm (membrana RC Minisart). A solução de fundição (componente A*-2) tem a seguinte composição calculada:

Composição e propriedades do componente A*-2 (solução de fundição): vide tabela 3.

Exemplo 4: Preparação das soluções de fundição A*-3 até A*-5 (teor de água 30 % em peso e mais) (exemplos comparativos)

20 Solução A: 2,7 g do componente A.2 foram dissolvidos na mistura de solvente de MOP e DAA (proporção MOP/DAA = 85/15) indicada na tabela 2 abaixo (vide coluna "quantidade de MOP/DAA acrescentada") sob agitação. Em seguida, são acrescentados 0,2 g do componente A.3, formando-se uma solução límpida.

25 Solução B: 36,9 g do componente A.1-2 (teor de água de 15,0 % em peso) em um bécher foram adicionados à quantidade de água indicada na tabela 2 abaixo (vide coluna "quantidade de água acrescentada") e agitados, formando-se uma suspensão levemente transparente, tingida de amarelo, que foi tratada com ultrassom por 30 segundos.

Tabela 2: Quantidades de solvente MOP/DAA e água acrescentadas na preparação das soluções de fundição A*-3 até A*-5

Exem- plo	Solução de fundição	Quantidade de MOP/DAA acescentada ¹⁾ [g]	Quantidade de água acescentada [g]
4a	A*-3	16	16
4b	A*-4	12	20
4c	A*-5	9	23

1) Mistura de solventes de MOP e DAA na proporção MOP/DAA = 85/15.

Composição e propriedades dos componentes A*-3 até A*-5: vide tabela 3.

5 Exemplo 5: Preparação da solução de fundição A*-6 com um teor de água de 5,1 % em peso (exemplo comparativo)

Solução A: 2,7 g do componente A.2 foram dissolvidos em 32,0 g da mistura de solventes de MOP e DAA (proporção MOP/DAA = 85/15) sob agitação. Em seguida, foram acrescentados 0,2 g do componente A.3, formando-se uma solução límpida.

Solução B: 38,9 g do componente A.1-3 (teor de água 12,3 % em peso) em um bécher de vidro, foram adicionados a 20,0 g da mistura de solventes de MOP e DAA (proporção MOP/DAA = 85/15) e agitados, obtendo-se uma suspensão tixotrópica, tingida de amarelo, que foi tratada com ultrassom por 30 segundos.

As soluções A e B foram combinadas e depois, tratadas mais uma vez com ultrassom por 30 segundos. A suspensão turva resultante (componente A*-6) não pôde ser filtrada através de um filtro de 0,2 µm (membrana RC Minisart).

20 Composição e propriedades do componente A*-6 (solução de fundição): vide tabela 3.

Tabela 3: Composição e propriedades das soluções de fundição A*-1 até A*-6

Exemplo	2	3	4a (compara- ção)	4b (compara- ção)	4c (compara- ção)	5 (compara- ção)
solução de fundi- ção	A*-1	A*-2	A*-3	A*-4	A*-5	A*-6
componentes em % em peso						
componente A.2	3,8	3,8	3,8	3,8	3,8	3,8
componente A.3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3
CeO ₂ ¹⁾	15,9	16,0	16,0	16,0	16,0	12,2
MOP	59,1	47,2	42,5	37,8	34,2	67,7
DAA	10,4	8,3	7,5	6,7	6,0	11,9
água	10,5	24,4	30,0	35,6	39,7	5,1
teor sólido [% em peso] ²⁾	20,0	20,1	20,0	20,0	20,0	15,3
	suspensão transparente, amarela, de fácil escoamento	suspensão transparente, de fácil es- coamento	suspensão transparente, de fácil es- coamento	suspensão levemente turva, de fácil escoamento, resistência deficiente à longa duração (separação em duas fases)	suspensão turva, de fácil escoamen- to, resistência defi- ciente à longa du- ração (separação em duas fases)	suspensão turva, leve- mente tixotró- pica

1) A fração sólida de nanopartículas (aqui CeCO₂), resultante do componente A. 1.

2) O teor sólido indicado da respectiva solução de fundição é a soma de A.2+A.3+fração sólida de nanopartículas (CeO₂).

Exemplo 6: Revestimento de vários substratos com a solução de fundição A*-1

Exemplo 6a: Revestimento do componente S-1 (portador de objeto de vidro de cristal, para determinar os valores k, n e Ra)

5 O componente S-1 foi carregado com cerca de 0,5 ml do componente A*-1. Foi revestido com um revestimento rotativo (Lackschleuder) nas seguintes condições:

Velocidade de rotação: 10.000 rotações por minuto, 10 segundos

10 O revestimento foi reticulado com uma lâmpada de mercúrio a 5,5 J/cm² e, em seguida, temperado a 80°C por 10 minutos.

Propriedades do revestimento:

- composição calculada do revestimento:

79,8 % em peso, de CeO₂,

15 18,8 % em peso, de poliacrilato (DPHA reticulado),

1,4 % em peso, de Irgacure[®] (componente A3).

- Avaliação visual: revestimento altamente transparente, livre de defeitos

- Espessura da camada d: 190 nm

20 - Índice de refração n (a 405 nm): 1,89

- Constante de absorção k (a 405 nm): 0,008

- Aspereza superficial (faixa de medição 20 x 20 µm²) Ra: 2,94 nm.

Exemplo 6b: Revestimento do componente S-2 (substrato CD de policarbonato)

25 Para determinar a resistência ao risco, a solução de fundição foi aplicada sobre o componente S-2 através de revestimento rotativo.

As condições do revestimento rotativo eram as seguintes:

30 Dosagem do componente A*-1 com 50 rotações por minuto, distribuição do componente A*-1 com 10 rotações por minuto durante um período de 60 segundos, separação por centrifugação do componente A*-1 com 3000 rotações por minuto durante um período de 15 segundos. O revesti-

mento foi reticulado com uma lâmpada de mercúrio a $5,5 \text{ J/cm}^2$ e, em seguida, temperado a 80°C por 10 minutos.

Propriedades do revestimento:

- espessura da camada d: 550 nm
- 5 - resistência ao risco: profundidade do risco $0,62 \mu\text{m}$

Exemplo 6c: Revestimento do componente S-3 (substrato CD com camada de prata (Ag))

As condições do revestimento rotativo eram as seguintes:

- 10 Dosagem do componente A*-1 com 50 rotações por minuto distribuição do componente A*-1 com 10 rotações por minuto durante um período de 60 segundos, separação por centrifugação do componente A*-1 com 3000 rotações por minuto durante um período de 15 segundos. O revestimento foi reticulado com uma lâmpada de mercúrio a $5,5 \text{ J/cm}^2$ e, em seguida, temperado a 80°C por 10 minutos.

15 Propriedades do revestimento:

- espessura da camada d: 500 nm
- resistência ao risco: profundidade do risco $0,55 \mu\text{m}$

Exemplo 7: Revestimento de vários substratos com as soluções de fundição A*-2 até A*-5

20 Exemplo 7a: Revestimento do componente S-1 (portador de objeto de vidro de cristal, para determinar os valores k, n e Ra)

Um componente S-1 em cada caso foi carregado com cerca de 0,5 ml de um componente selecionado do grupo de A*-2 até A*-5. Foi revestido com um revestimento rotativo (Lackschleuder) nas seguintes condições:

- 25 Velocidade de rotação: 10.000 rotações por minuto, 10 segundos.

O revestimento foi reticulado com uma lâmpada de mercúrio a $5,5 \text{ J/cm}^2$ e, em seguida, temperado a 80°C por 10 minutos.

Tabela 4: Propriedades dos revestimentos

Exemplo	Resultante da solução de fundição	Teor de água da solução [% em peso]	Avaliação visual do revestimento	Espessura da camada d [nm]	Constante de absorção k	Índice de refração n	Ra [nm]
7a-1	A*-2	24,4	transparente	212,5	0,003	1,887	3,7
7a-2 (com-paração)	A*-3	30,0	leve turvação	não medida	não medida	não medida	não medida
7a-3 (com-paração)	A*-4	35,6	turva	não medida	não medida	não medida	não medida
7a-4 (com-paração)	A*-5	39,7	muito turva	não medida	não medida	não medida	não medida

não medida = pois amostras, que eram turvas na avaliação visual, não foram mais analiticamente acompanhadas depois.

Exemplo 7b: Revestimento do componente S-2 (substrato CD de policarbonato, para a determinação da resistência ao risco)

Para determinar a resistência ao risco, a solução de fundição foi aplicada sobre o componente S-2 através de revestimento rotativo.

5 As condições do revestimento rotativo eram as seguintes:

Dosagem do componente A*-2 com 50 rotações por minuto, distribuição do componente A*-2 com 10 rotações por minuto durante um período de 60 segundos, separação por centrifugação do componente A*-2 com 3000 rotações por minuto durante um período de 15 segundos. O revestimento foi reticulado com uma lâmpada de mercúrio a $5,5 \text{ J/cm}^2$ e, em seguida, temperado a 80°C por 10 minutos.

Propriedades do revestimento:

- espessura da camada d: 212 nm
- resistência ao risco: profundidade do risco $0,65 \mu\text{m}$.

15 Exemplo 8: Revestimento do componente S-1 (portador de objeto de vidro de cristal) com a solução de fundição A*-6 (exemplo comparativo).

O componente S-1 foi carregado com cerca de 0,5 ml do componente A*-6. Este foi revestido com um revestimento rotativo (Lackschleuder) nas seguintes condições:

20 Velocidade de rotação: 10.000 rotações por minuto, 10 segundos.

O revestimento foi reticulado com uma lâmpada de mercúrio a $5,5 \text{ J/cm}^2$ e, em seguida, temperado a 80°C por 10 minutos.

Propriedades do revestimento:

25 Avaliação visual: revestimentos turvos, os quais não preenchem a constante de absorção k requerida (pois foi medido um $k > 0,016$) e dessa maneira, não foi ulteriormente avaliado.

Exemplo 9: Determinação da resistência ao risco do componente S-2 (substrato CD de policarbonato) (exemplo comparativo)

30 Para a comparação com os produtos correspondentes revestidos, o substrato S-2 não-revestido foi testado com respeito à resistência ao risco, com o seguinte resultado:

Resistência ao risco: profundidade do risco 0,93 μm .

Exemplo 10: Determinação da resistência ao risco do componente S-3 (substrato CD de policarbonato com uma camada de reflexão de Ag) (exemplo comparativo)

5 Para a comparação com os produtos correspondentes revestidos, o substrato S-3 não-revestido foi testado com respeito à resistência ao risco, com o seguinte resultado:

Resistência ao risco: profundidade do risco 0,77 μm .

Discussão dos resultados

10 Na conversão da suspensão aquosa de nanopartículas para uma suspensão de uma mistura de água e solvente orgânico (exemplo 1), uma outra redução significativa da quantidade de água nitidamente para menos de 10% em peso, exige um tempo de permeação que aumenta de forma superproporcional, pois a permeação do solvente do retentado que se
15 torna crescentemente pastoso é efetuada cada vez mais devagar.

O exemplo comparativo 5 (vide também a tabela 3) mostra, que uma solução de fundição A*-6 com um teor de água de 5,1% em peso, já é turva. O fato, de que essa solução de fundição A*-6 já é tixotrópica na consistência, age também desfavoravelmente sobre o estágio de processo do
20 revestimento. Tal como foi mostrado com base no exemplo comparativo 8, não é possível produzir um revestimento altamente refrativo a partir da solução de fundição A*-6, o qual apresenta a alta transparência requerida de acordo com a invenção (exemplo comparativo 8).

As soluções de fundição preparadas nos exemplos comparativos
25 4a – 4c possuem um teor de água de 30% em peso e maior. Essas soluções de fundição A*-3 até A*-5, na verdade, ainda são transparentes, contudo, os revestimentos resultantes destas são turvos (exemplos comparativos 7a-2 até 7a-4, vide também a tabela 4).

O objeto de acordo com a invenção, pode ser resolvido com as
30 soluções de fundição A*-1 e A*-2 (exemplo 2 ou 3) com um teor de água de 10,5 ou 24,4% em peso. Os revestimentos resultantes (vide exemplo 6 ou 7) preenchem todas as exigências de acordo com a invenção. O revestimento

resultante da solução de fundição A*-2 é particularmente vantajoso, pois o revestimento resultante apresenta uma constante de absorção k muito baixa de 0,003 (vide exemplo 7a).

5 Tal como é evidente da comparação das medições da resistência ao risco dos exemplos comparativos 9 e 10 com a medição da resistência ao risco dos substratos revestidos de acordo com a invenção (exemplos 6b, 6c, 7b), o revestimento de acordo com a invenção, aumenta nitidamente a resistência do substrato ao risco.

REIVINDICAÇÕES

1. Produto revestido contendo um substrato (S) e um revestimento (A), caracterizado pelo fato de que o revestimento (A) é caracterizado pelo fato de que este apresenta um componente real n do índice de refração complexo de pelo menos 1,70, um componente imaginário k do índice de refração complexo de no máximo 0,016, uma aspereza superficial como valor R_a de menos do que 20 nm e uma resistência ao risco menor ou igual a 0,75 μm de profundidade do risco, em que o componente real e o componente imaginário do índice de refração foi medido com um comprimento de onda de 400 – 410 nm, em que a aspereza superficial como valor R_a foi medida por meio de AFM (atomic force microscopy) e em que, para determinar a resistência ao risco, uma agulha de diamante com um raio da ponta de 50 μm foi conduzida sobre o revestimento de policarbonato (substrato), com uma velocidade de avanço de 1,5 cm/s e um peso de apoio de 40 g e determinada a profundidade do risco.

2. Produto revestido contendo um substrato (S) e um revestimento (A), caracterizado pelo fato de que é obtenível através dos estágios

i) troca proporcional da água contida em uma suspensão aquosa de nanopartículas por pelo menos um solvente orgânico, de maneira que a suspensão de nanopartículas resultante (A1) apresente um teor de água de 5 a 50% em peso,

ii) adição de pelo menos um adesivo (A2) à suspensão de nanopartículas (A1) com obtenção de uma solução de fundição (A*),

iii) aplicação desta solução de fundição (A*) sobre um substrato (S) ou sobre uma camada de informação e armazenamento e

iv) reticulação da solução de fundição (A*) por métodos térmicos ou fotoquímicos.

3. Produto revestido de acordo com a reivindicação 2, caracterizado pelo fato de que após o estágio iii), o substrato (S) umedecido com a solução de fundição (A*) é total ou parcialmente libertado do solvente.

4. Produto revestido de acordo com a reivindicação 2 ou 3, caracterizado pelo fato de que o revestimento resultante após o estágio iv) é

termicamente pós-tratado.

5 5. Produto revestido de acordo com qualquer uma das reivindicações 2 a 4, caracterizado pelo fato de que a suspensão aquosa de nanopartículas utilizada no estágio i) apresenta um tamanho médio de partícula (d_{50}) inferior a 100 nm.

10 6. Produto revestido de acordo com qualquer uma das reivindicações 2 a 5, caracterizado pelo fato de que no estágio i), as nanopartículas da suspensão aquosa de nanopartículas são selecionadas de pelo menos uma do grupo consistindo em Al_2O_3 , ZrO_2 , ZnO , Y_2O_3 , SnO_2 , SiO_2 , CeO_2 , Ta_2O_5 , Si_3N_4 , Nb_2O_5 , NbO_2 , HfO_2 e TiO_2 .

7. Produto revestido de acordo com qualquer uma das reivindicações 2 a 6, caracterizado pelo fato de que a solução de fundição (A*) resultante de acordo com o estágio ii) apresenta um teor de água de 7 – 28 % em peso.

15 8. Produto revestido de acordo com qualquer uma das reivindicações 2 a 7, caracterizado pelo fato de que o solvente orgânico é selecionado de pelo menos um do grupo consistindo em álcoois, cetonas, dicetonas, éteres cíclicos, glicóis, éter glicólico, éster glicólico, N-metilpirrolidona, dimetilformamida, dimetilsulfóxido, dimetilacetamida e propilenocarbonato.

20 9. Produto revestido de acordo com qualquer uma das reivindicações 2 a 8, caracterizado pelo fato de que no estágio ii), o adesivo A2) é selecionado de pelo menos um do grupo consistindo em

(a) termoplastos não-reativos, termicamente secantes

25 (b) componentes monômeros reativos, que podem ser reticulados através de uma reação química e

(c) sistemas adesivos fotoquimicamente reativos.

30 10. Produto revestido de acordo com qualquer uma das reivindicações 2 a 9, caracterizado pelo fato de que no estágio ii) é acrescentado pelo menos um outro componente (componente A3) selecionado do grupo dos fotoiniciadores e termoiniciadores.

11. Produto revestido de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 10, caracterizado pelo fato de que o substrato (S) é selecionado

de pelo menos um do grupo consistindo em vidro, quartzo, silício e polímero orgânico.

5 12. Produto revestido de acordo com a reivindicação 11, caracterizado pelo fato de que o substrato (S) é selecionado de pelo menos um do grupo consistindo em vidro, quartzo, silício, policarbonato, polimetacrilato, poliéster, polímero de ciclo-olefina, resina epóxido e resina endurecível por UV.

10 13. Produto revestido de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 12, caracterizado pelo fato de que como outra camada, está contida uma camada de informação e armazenamento (B).

14. Produto revestido de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 13, caracterizado pelo fato de que este apresenta uma sequência de camada

15 (S) – (A),
 (A) – (S) – (A),
 (S) – [(B) – (A)]_n – (B) – (A) ou
 (A) – (B) – [(A) – (B)]_m – (S) – [(B) – (A)]_n – (B) – (A),

em que m e n independentes um do outro, são 0 ou um número natural maior do que 1.

20 15. Uso do produto revestido como definido em qualquer uma das reivindicações 1 a 14 para a produção de armazenadores de dados ópticos.

25 16. Armazenadores de dados ópticos, caracterizados pelo fato de que contem um produto revestido como definido em qualquer uma das reivindicações 1 – 14.

17. Solução de fundição (A*), caracterizada pelo fato de que contem

2 – 8 partes em peso, de adesivo (A.2),
 12 – 30 partes em peso, de fração sólida de nanopartículas,
 30 7 – 28 partes em peso, de água e
 32 – 79 partes em peso, de solvente orgânico.

18. Solução de fundição (A*) como definida na reivindicação 17,

caracterizada pelo fato de que contem como outro componente 0,05 – 1 parte em peso, de outros aditivos (A.3).

19. Solução de fundição (A*) de acordo com a reivindicação 17, caracterizada pelo fato de que é obténível através dos estágios

5 i) troca parcial da água contida em uma suspensão aquosa de nanopartículas por pelo menos um solvente orgânico, de maneira que a suspensão aquosa de nanopartículas (A1) resultante apresente um teor de água de 5 a 20 % em peso,

10 ii) adição de pelo menos um adesivo (A2) à suspensão de nanopartículas (A1).

20. Processo para a produção de um produto revestido, caracterizado pelo fato de que contem os seguintes estágios:

15 i) preparação de uma suspensão monodispersa de nanopartículas em pelo menos um solvente orgânico partindo de uma suspensão aquosa de nanopartículas, em que a água presente na suspensão aquosa de nanopartículas é removida e simultaneamente substituída por pelo menos um solvente orgânico, de maneira que a suspensão de nanopartículas apresente um teor de água de 5 a 50% em peso,

20 ii) adição de pelo menos um adesivo (A2) e eventualmente outros aditivos (A3) à suspensão de nanopartículas (A1) com obtenção de uma solução de fundição (A*),

iii) aplicação desta solução de fundição de ii) sobre um substrato ou sobre uma camada de informação e armazenamento (B),

25 iv) eventualmente remoção parcial ou total do solvente contido na solução de fundição com obtenção de um resíduo sobre o substrato,

v) reticulação da solução de fundição ou do resíduo através de métodos térmicos ou fotoquímicos e

vi) eventualmente tratamento térmico do revestimento.

RESUMO

Patente de Invenção: **"PRODUTO REVESTIDO CONTENDO UMA CAMADA ALTAMENTE REFRACTIVA E RESISTENTE AO RISCO"**.

5 A presente invenção refere-se a um produto revestido contendo um substrato e um revestimento apresentando um componente real do índice de refração complexo de pelo menos 1,70, um componente imaginário do índice de refração complexo de, no máximo, 0,016, uma aspereza superficial de menos do que 20 nm e uma resistência ao risco menor que 0,75 μm . O componente real e o componente imaginário do índice de refração são me-
10 didos com um comprimento de onda de 400 – 410 nm. A aspereza superficial é medida como valor Ra por meio de atomic force microscopy. A determinação da resistência ao risco é conduzida sobre uma superfície com substrato de policarbonato usando-se uma agulha de diamante com um raio da ponta de 50 μm com uma velocidade de avanço de 1,5 cm/s. As reivindica-
15 ções independentes também são incluídas para os seguintes: (1) dados ópticos de memória contendo o referido produto revestido; e (2) solução de moldagem usada na produção dos referidos produtos revestidos.