

①2

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②2 Date de dépôt : 27.10.92.

③0 Priorité : 31.10.91 JP 34930491; 03.04.92 JP 11083192.

④3 Date de la mise à disposition du public de la demande : 27.08.93 Bulletin 93/34.

⑤6 Liste des documents cités dans le rapport de recherche : *Le rapport de recherche n'a pas été établi à la date de publication de la demande.*

⑥0 Références à d'autres documents nationaux apparentés : Division demandée le 12.3.93 bénéficiant de la date de dépôt du 27.10.92 de la demande initiale n° 92 12792 (art. 14 de la loi du 2.1.68 modifiée)

⑦1 Demandeur(s) : ASAHI KOGAKU KOGYO KABUSHIKI KAISHA — JP.

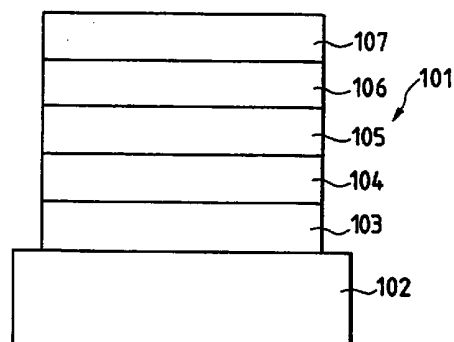
⑦2 Inventeur(s) : Fujii Hideo — c/o Asahi Kogaku Kogyo Kabushiki Kaisha.

⑦3 Titulaire(s) :

⑦4 Mandataire : Cabinet Beau de Loménie.

⑤4 Miroir à substrat de résine.

⑤7 L'invention concerne un miroir.  
Elle se rapporte à un miroir comprenant:  
un substrat (102) de résine,  
une sous-couche (103) formée de bioxyde de silicium et placée sur le substrat de résine,  
une couche réfléchissante (104) formée d'aluminium et placée sur la sous-couche,  
une première couche protectrice (105) formée de bioxyde de silicium et placée sur la couche réfléchissante  
une seconde couche protectrice (106) formée d'au moins un matériau choisi dans le groupe qui contient l'oxyde de titane, l'oxyde de tantale et l'oxyde de zirconium, et placée sur la première couche protectrice, et  
une troisième couche protectrice (107) formée d'oxyde d'aluminium et placée sur la seconde couche protectrice.



FR 2 687 799 - A1



La présente invention concerne un miroir ayant un film multicouche réfléchissant en surface, utilisé dans des produits optiques tels que des appareils de prise de vues, des télescopes et des microscopes.

5 Dans un miroir utilisé dans des produits optiques tels que les appareils de prise de vues, les télescopes et les microscopes, on utilise le plus souvent de l'aluminium comme matériau réfléchissant. Cependant, on ne peut pas  
10 obtenir une résistance à la rayure, une résistance à l'humidité, etc. qui sont suffisantes par simple formation d'une couche réfléchissante d'aluminium sur un substrat. Habituellement, ce problème a été résolu par formation d'une couche protectrice d'un oxyde de silicium, de fluorure de magnésium, etc.

15 L'argent, qui a un pouvoir réflecteur élevé dans la plage visible et du proche infrarouge, est habituellement utilisé comme matériau réfléchissant pour les miroirs ayant un pouvoir réflecteur élevé, utilisés dans les produits optiques. Cependant, un film d'argent formé d'une seule  
20 couche a de mauvaises propriétés d'adhérence, une mauvaise résistance à l'humidité, une mauvaise résistance à la sulfuration, etc. Un film multicouche est formé par la couche unique d'argent, une sous-couche et des couches protectrices, afin que les caractéristiques obtenues soient  
25 meilleures.

La durabilité de ce type de miroir à pouvoir réflecteur élevé est évaluée au cours d'un essai accéléré de résistance à l'humidité, entre 40 et 60 °C. Lorsque le miroir précité à pouvoir réflecteur élevé est soumis à un  
30 test de résistance à l'humidité à 60 °C et 90 % d'humidité relative pendant 24 h, il arrive que les films stratifiés se séparent du substrat par pelage et créent des défauts ponctuels. On considère que les défauts ponctuels sont dus à la dilatation thermique ou au gonflement par imprégnation  
35 de la résine.

Bien que les défauts ponctuels disparaissent progressivement lorsque le miroir est à nouveau placé dans une

atmosphère habituelle, ils peuvent détériorer l'adhérence du film et réduire la durabilité du film réfléchissant.

Récemment, grâce à la mise au point d'outils d'usinage de moules de très grande précision et aux perfectionnements de la technique du moulage par injection, on a  
5 commencé à utiliser des résines comme organes optiques. En particulier, les matières plastiques de construction, telles qu'une résine polycarbonate et une résine de polyacétal, ont une excellente durabilité et peuvent être  
10 utilisées à une température élevée. Cependant, même avec ces matières plastiques de construction, les problèmes posés par l'apparition de défauts ponctuels ne sont pas résolus.

La présente invention a pour objet la réalisation  
15 d'un miroir ayant une surface réfléchissante de pouvoir réflecteur élevé, possédant d'excellentes propriétés d'adhérence du film, de résistance à la corrosion, de durabilité et de caractéristiques optiques, par suppression de l'apparition de défauts ponctuels.

20 L'invention concerne aussi la réalisation d'un tel miroir dans lequel aucun défaut ponctuel ne se produit entre un substrat de résine et une structure à film réfléchissant, même en atmosphère à température élevée et humidité élevée.

25 L'invention concerne un miroir qui comprend un substrat de résine,  
une première sous-couche formée de bioxyde de silicium et placée sur le substrat de résine,  
une seconde sous-couche formée de sulfure de chrome  
30 et placée sur la première sous-couche,  
une couche réfléchissante formée d'argent et placée sur la seconde sous-couche, et  
une couche protectrice formée sur la couche réfléchissante.

35 Grâce à la formation de la première sous-couche de bioxyde de silicium avec une contrainte interne de compression entre le substrat de résine et les films

réfléchissants en surface, une contrainte de tension appliquée par les films réfléchissants au substrat de résine dans des conditions de température élevée et d'humidité élevée peut être compensée si bien que les  
5 défauts ponctuels peuvent être évités.

Dans un second aspect, l'invention concerne un miroir qui comprend  
un substrat de résine,  
une sous-couche formée de bioxyde de silicium et  
10 placée sur le substrat de résine,  
une couche réfléchissante formée d'aluminium et placée sur la sous-couche,  
une première couche protectrice formée de bioxyde de silicium et placée sur la couche réfléchissante,  
15 une seconde couche protectrice formée d'au moins un matériau choisi dans le groupe qui contient l'oxyde de titane, l'oxyde de tantale et l'oxyde de zirconium, et placée sur la première couche protectrice, et  
une troisième couche protectrice formée d'oxyde  
20 d'aluminium et placée sur la seconde couche protectrice.

Dans le second aspect, du bioxyde de silicium est utilisé comme matériau de la sous-couche. La sous-couche de bioxyde de silicium impose une contrainte de compression au substrat de résine et son épaisseur peut être modifiée sans  
25 influence sur les caractéristiques optiques du miroir. Un ajustement libre de l'épaisseur de la sous-couche sans qu'il faille prendre en considération les caractéristiques optiques permet une réduction de la contrainte de tension appliquée par l'ensemble de la structure des films réflé-  
30 chissants au substrat ou sa transformation en une contrainte de compression. En conséquence, le miroir réalisé peut difficilement se courber, et aucun défaut ponctuel ne se produit entre le substrat de résine et la structure du film réfléchissant, grâce à l'influence réduite de la  
35 dilatation du substrat, même en atmosphère de température élevée et d'humidité élevée.

D'autres caractéristiques et avantages de l'invention seront mieux compris à la lecture de la description qui va suivre d'exemples de réalisation, faite en référence aux dessins annexés sur lesquels :

5 la figure 1 est une coupe d'un miroir dont la surface réfléchissante a un pouvoir réflecteur élevé, dans un premier mode de réalisation de l'invention ;

les figures 2 et 3 sont des coupes représentant la contrainte de tension et la contrainte de compression dans  
10 le miroir du premier mode de réalisation ;

la figure 4 est une vue en élévation latérale d'un miroir ;

la figure 5 est une vue en élévation latérale d'un miroir dans un second mode de réalisation de l'invention ;

15 la figure 6 est une vue en élévation latérale d'un miroir à l'état normal ;

la figure 7 est une vue en élévation latérale montrant comment un miroir fléchit dans une atmosphère à température élevée et humidité élevée ;

20 la figure 8 est une vue en élévation latérale représentant une contrainte de tension dans un miroir ;

la figure 9 est une vue en élévation latérale représentant une contrainte de compression dans un miroir ;  
et

25 la figure 10 est une vue en élévation latérale représentant des miroirs des exemples 3 à 5 de référence.

En étudiant les causes des défauts ponctuels, l'inventeur a découvert le phénomène suivant.

Lorsqu'un miroir 33 par exemple ayant un substrat 31  
30 de résine et une structure 32 à film réfléchissant formée sur le substrat (voir figure 6) est placé en atmosphère à température élevée et humidité élevée, la structure réfléchissante 32 ne se dilate que légèrement, contrairement à la dilatation thermique importante ou au gonflement important  
35 du substrat 31 par action de l'humidité. En conséquence, comme l'indique la figure 7, le miroir 33 fléchit en prenant une forme concave vers le côté de la structure

réfléchissante 32. Cette flexion due à la dilatation du substrat 31 est la cause principale des défauts ponctuels.

En outre, si une couche élémentaire 35 de film réfléchissant, de film protecteur ou analogues est formée sur le substrat 31 de résine, une contrainte de tension ou de compression reste dans la couche élémentaire 35 comme représenté sur les figures 8 et 9.

La contrainte résiduelle de tension a tendance à faire fléchir le miroir 33 afin qu'il prenne une forme concave vers le côté du film élémentaire 35 comme indiqué sur la figure 8. D'autre part, la contrainte résiduelle de compression a tendance à faire fléchir le miroir 33 si bien qu'il prend une forme concave vers le côté du substrat 31 comme indiqué sur la figure 9.

Les mesures de la variation de la forme de la surface avant et après la formation du film élémentaire sur le substrat ont montré que, dans le cas du miroir 21 représenté sur la figure 4, parmi les films 23 à 27 formés sur le substrat 22, une contrainte de tension restait dans la sous-couche 23 formée d'oxyde de chrome, la couche réfléchissante 24 formée d'aluminium, la seconde couche protectrice 26 formée d'oxyde de titane, d'oxyde de tantale ou d'oxyde de zirconium et la troisième couche protectrice 27 formée d'oxyde d'aluminium, alors qu'une contrainte de compression restait dans la première couche protectrice formée de bioxyde de silicium. Ainsi, dans le miroir 21, l'ensemble de la structure du film réfléchissant impose une contrainte de tension au substrat 22. En conséquence, lorsque le miroir 21 est placé en atmosphère à température élevée et humidité élevée, il fléchit facilement et prend une forme concave du côté de la structure du film réfléchissant du fait de la dilatation thermique ou de la dilatation due au gonflement du substrat 22.

La figure 1 représente schématiquement un miroir ayant une surface réfléchissante de pouvoir réflecteur élevé, comprenant une structure en couches dans un premier mode de réalisation de l'invention.

Le miroir du premier mode de réalisation possède sept couches formées chacune par évaporation sous vide, pulvérisation ou analogue.

Comme l'indique la figure 1, une première sous-couche 2a de bioxyde de silicium, une seconde sous-couche 3a de sulfure de chrome, une couche réfléchissante 4a d'argent, une première couche protectrice 5a de sulfure de chrome, une seconde couche protectrice 6a de bioxyde de silicium, une troisième couche protectrice 7a d'oxyde d'aluminium et une quatrième couche protectrice 8a de bioxyde de silicium sont formées successivement sur un substrat 1a.

Le substrat 1 est formé d'un matériau à base de résine, sans restrictions particulières. Le matériau à base de résine peut être une résine polycarbonate, une résine de polyacétal, une résine acrylique, une résine de polystyrène, une résine polyimide, une résine de téréphtalate de polyéthylène, une résine de téréphtalate de polybutylène, une résine ABS ou analogue.

L'épaisseur de la première sous-couche 2a formée de bioxyde de silicium est de préférence comprise entre 25 et 100 nm et elle est très avantageusement comprise entre 50 et 75 nm. La contrainte interne de la première sous-couche 2a est une contrainte de compression.

La première sous-couche 2a est introduite afin qu'elle compense une différence de dilatation thermique ou une différence de dilatation due à l'absorption d'humidité entre le substrat 2a de résine et les films 3a à 8a de la surface réfléchissante (décrits dans la suite). Comme le coefficient de dilatation thermique du substrat de résine 1a est supérieur à celui des films 3a à 8a, lorsque le corps stratifié constitué du substrat 1a et des films 3a à 8a est chauffé, une contrainte de tension apparaît dans les films 3a à 8a et l'ensemble du corps stratifié fléchit en prenant une forme concave vers le côté des films réfléchissants 3a à 8a (voir figure 2). La contrainte de tension qui se produit dans les films 3a à 8a dans des conditions de

température élevée et d'humidité élevée est compensée par la contrainte interne de compression de la première sous-couche 2a disposée entre le substrat 1a de résine et les films 3a à 8a, si bien que le corps stratifié ne peut pas  
5 se courber.

Bien que la contrainte de tension existant dans les films 3a à 8a ait tendance à courber le substrat 1a afin qu'il prenne une forme concave vers le côté des films 3a à 8a (voir figure 2), la contrainte de compression dans la  
10 première sous-couche 2a a tendance à courber le substrat 1a de résine qui a tendance à prendre une forme concave vers le côté du substrat 1a (voir figure 3). En conséquence, la structure du corps stratifié, due à la différence de dilatation thermique entre le substrat 1a et les films 3a à  
15 8a, peut être réduite par introduction, entre le substrat 1a et les films 3a à 8a, de la première sous-couche 2a de bioxyde de silicium dans laquelle se produit la contrainte de compression.

Comme l'introduction d'une couche de bioxyde de silicium au-dessus de la seconde sous-couche 3a n'est pas  
20 nécessaire pour que les propriétés de résistance à la rayure, de résistance à la corrosion, d'adhérence du film et de caractéristiques optiques soient suffisantes, la première sous-couche 2a ayant l'épaisseur nécessaire est  
25 introduite uniquement entre le substrat 1a et la seconde sous-couche 3a. Avec cette structure, un miroir ayant une surface réfléchissante de pouvoir réflecteur élevé peut être obtenue, aucun défaut ponctuel n'apparaissant même dans un essai de résistance à l'humidité exécuté à 60 °C et  
30 90 % d'humidité relative pendant 24 h.

La seconde sous-couche 3a formée de sulfure de chrome a une épaisseur qui est de préférence comprise entre 1 et 35 nm et très avantageusement entre 3 et 11 nm. Grâce à l'existence de la seconde sous-couche 3a, la couche  
35 réfléchissante 4a peut être facilement formée avec l'épaisseur voulue.

La couche réfléchissante 4a d'argent formée sur la seconde sous-couche 3a a une épaisseur qui est de préférence comprise entre 50 et 250 nm et très avantageusement entre 85 et 215 nm. Une épaisseur inférieure à 50 nm ne convient pas car, dans une telle plage d'épaisseurs, le miroir n'assure pas une réflexion totale, c'est-à-dire qu'il devient semi-transparent. Une épaisseur supérieure à 250 nm ne convient pas car, dans cette plage d'épaisseurs, la durabilité est détériorée.

10 La première couche protectrice 5a placée sur la couche réfléchissante 4a d'argent est formée de sulfure de chrome afin que des ions soufre ne puissent pas pénétrer dans la couche réfléchissante 4a. La première couche protectrice a une épaisseur qui est de préférence comprise 15 entre 1 et 10 nm et très avantageusement entre 2 et 5 nm. Une épaisseur supérieure à 10 nm ne convient pas car, dans une telle plage d'épaisseurs, l'absorption de la lumière par le sulfure de chrome provoque une réduction du pouvoir réflecteur dans toute la plage visible.

20 La seconde couche protectrice 6a placée sur la première couche protectrice 5a est formée de bioxyde de silicium et, en combinaison avec la troisième couche protectrice 7a (décrite dans la suite), elle ajuste la teinte de la couleur de la lumière réfléchie par la sur- 25 face. La seconde couche protectrice 6a a une épaisseur de préférence comprise entre 50 et 80 nm et très avantageusement entre 65 et 75 nm.

La troisième couche protectrice 7a formée sur la seconde couche protectrice 6a est constituée d'oxyde 30 d'aluminium et est destinée à empêcher la pénétration d'humidité introduite par la face supérieure et à ajuster la teinte de couleur de la lumière réfléchie par la surface. La troisième couche protectrice 7a a une épaisseur comprise de préférence entre 20 et 60 nm et très avantageusement 35 entre 30 et 50 nm.

La quatrième couche protectrice 8a formée sur la troisième couche protectrice 7a est constituée de bioxyde

de silicium et est destinée à augmenter la résistance à la rayure, etc. La quatrième couche protectrice 8a a une épaisseur qui est de préférence comprise entre 7 et 23 nm et très avantageusement entre 7 et 15 nm. Si l'épaisseur est inférieure à 7 nm, les propriétés de résistance à la rayure, etc. ne sont pas suffisantes. Si l'épaisseur dépasse 23 nm, la teinte de coloration de la lumière réfléchie est détériorée.

#### Exemple 1

Lors de la fabrication d'un miroir ayant une surface réfléchissante de pouvoir réflecteur élevé et ayant la structure de la figure 1, une première sous-couche 2a de bioxyde de silicium a d'abord été formée sur un substrat la de résine polycarbonate de 2 mm d'épaisseur par évaporation sous vide, avec six épaisseurs différentes de 0, 25, 50, 75, 100 et 125 nm. Les couches suivantes ont alors été formées successivement : une seconde sous-couche 3a de sulfure de chrome de 7 nm d'épaisseur, une couche réfléchissante 4a d'argent de 100 nm d'épaisseur, une première couche protectrice 5a de sulfure de chrome de 3 nm d'épaisseur, une seconde couche protectrice 6a de bioxyde de silicium de 75 nm d'épaisseur, une troisième couche protectrice 7a d'oxyde d'aluminium de 38 nm d'épaisseur, et une quatrième couche protectrice 8a de bioxyde de silicium de 12 nm d'épaisseur.

#### Test d'adhérence du film

Les échantillons précités de miroir ont été placés dans un thermostat à 40 °C et 95 % d'humidité relative et ont subi un essai de pelage avec un ruban de "Cellophane" toutes les 24 h, jusqu'à 216 h. On a obtenu des résultats satisfaisants avec tous les échantillons dans tous les tests de pelage.

#### Test de résistance à la corrosion

Les échantillons précités ont été placés à 100 mm au-dessus de la surface d'une solution à 10 % en poids de  $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ . Après un temps de 4 h, les variations de l'état de surface et du pouvoir réflecteur à une longueur d'onde de

400 nm ont été examinées sur les échantillons. On n'a observé aucune variation de l'état de surface avant et après le test. La variation du pouvoir réflecteur à 400 nm était aussi égale à 0 %.

5 En outre, un test de teinte de couleur a montré que les échantillons avaient une teinte approximativement neutre de couleur par réflexion.

Test de résistance à l'humidité

10 On a observé l'état de surface des échantillons laissés 24 h dans un thermostat à 60 °C et 95 % d'humidité relative. Les résultats obtenus sont ceux du tableau 1.

Tableau 1

	Epaisseur de la lère sous-couche	Etat de surface (nombre de défauts ponctuels)
15	0 nm	nombreux
	25 nm	peu nombreux
	50 nm	néant
	75 nm	néant
20	100 nm	peu nombreux
	125 nm	nombreux

25 Il faut noter, d'après les résultats du tableau 1, qu'aucun défaut ponctuel ne se produit lorsque l'épaisseur de la première sous-couche 2a de bioxyde de silicium est comprise entre 50 et 75 nm et, dans ce cas, le miroir de pouvoir réflecteur élevé selon l'invention, constituant un élément optique formé de résine, a une excellente résistance à l'humidité.

30 Bien que les quatre couches protectrices 5a à 8a soient formées sur la couche réfléchissante 4a dans le premier mode de réalisation, le nombre de couches protectrices et leurs structures ne sont pas limités à ceux du premier mode de réalisation.

35 Comme décrit précédemment, dans le premier mode de réalisation, on peut obtenir un miroir dont la surface réfléchissante a un pouvoir réflecteur élevé, le miroir

constituant une pièce optique de résine dans laquelle aucun défaut ne se produit même dans des conditions sévères de test de la résistance à l'humidité à 60 °C et 95 % d'humidité relative pendant 24 h, par introduction de la sous-couche de bioxyde de silicium entre le substrat de résine et les films réfléchissants.

La figure 4 représente un miroir ayant une structure de film réfléchissant à cinq couches. Comme l'indique cette figure, un miroir 21 est formé par disposition successive, sur un substrat 22 de résine, d'une sous-couche 23 d'oxyde de chrome, d'une couche réfléchissante 24 d'aluminium, d'une première couche protectrice 25 de bioxyde de silicium, d'une seconde couche protectrice 26 d'oxyde de titane et d'une troisième couche protectrice 27 d'oxyde d'aluminium.

Dans cette structure de film, l'adhérence de la couche réfléchissante 24 d'aluminium au substrat 22 est accrue si bien que la structure du film ne présente pas de pelage dans l'essai de pelage.

Cependant, le miroir précédent 21 pose le problème suivant. Lorsque le miroir 21 est placé en atmosphère à température élevée de 60 °C et d'humidité élevée de 90 % d'humidité relative pendant une longue période, des défauts ponctuels (pelage local de la structure du film du substrat 22) se produisent du fait de la dilatation thermique ou de la dilatation par gonflage de la résine. Bien que les défauts ponctuels disparaissent progressivement lorsque le miroir 21 est à nouveau placé dans une atmosphère habituelle, ils peuvent détériorer l'adhérence de la structure du film réfléchissant au substrat 22 de résine.

La figure 5 est une vue en élévation latérale d'un miroir dans un second mode de réalisation de l'invention. Comme l'indique cette figure, un miroir 101 est formé par disposition successive, sur un substrat 102 de résine, d'une sous-couche 103, d'une couche réfléchissante 104, d'une première couche protectrice 105, d'une seconde couche protectrice 106 et d'une troisième couche protectrice 107.

Le substrat 102 du miroir 101 est à base d'un matériau à base de résine, sans restrictions particulières. Ce matériau peut être résine polycarbonate, une résine de polyacétal, une résine acrylique, une résine de polystyrène, une résine polyimide, une résine de téréphtalate de polyéthylène, une résine de téréphtalate de polybutylène, une résine ABS ou analogue.

La sous-couche 103 formée de bioxyde de silicium a pour rôle non seulement d'augmenter l'adhérence de la couche réfléchissante 104 au substrat 102 de résine, mais aussi, grâce à la contrainte de compression qui existe lorsque la sous-couche 103 est formée, à réduire l'influence de la dilatation thermique ou par gonflage du substrat 102 de résine. L'épaisseur de la sous-couche 103 est déterminée convenablement en fonction d'une force de flexion du miroir 101 qui est due au coefficient de dilatation thermique et au coefficient de dilatation par gonflage du substrat 102 de résine choisi, de la contrainte de tension appliquée par la couche réfléchissante 104 et les couches protectrices 105 à 107 au substrat 102, et d'autres facteurs. L'épaisseur de la sous-couche 103 est habituellement comprise entre 50 et 350 nm et de préférence entre 50 et 300 nm.

La couche réfléchissante 104 est formée d'aluminium et elle a une épaisseur qui est habituellement comprise entre 50 et 250 nm et de préférence entre 100 et 200 nm. Une épaisseur inférieure à 50 nm ne convient pas car, dans ce cas, le miroir 101 devient semi-réfléchissant.

La première couche protectrice 105 est formée de bioxyde de silicium et elle joue le rôle d'une couche à faible indice de réfraction qui est destinée à augmenter la réflexion dans la plage visible. L'épaisseur de la première couche protectrice 105 est habituellement comprise entre 42 et 133 nm et de préférence entre 70 et 105 nm.

La seconde couche protectrice 106 est formée d'au moins un matériau choisi parmi l'oxyde de titane, l'oxyde de tantale et l'oxyde de zirconium, et elle constitue un matériau d'indice de réfraction élevé destiné à augmenter

la réflexion dans la plage visible. L'épaisseur de la seconde couche protectrice 106 est habituellement comprise entre 24 et 89 nm et de préférence entre 45 et 70 nm.

La troisième couche protectrice 107 est formée  
5 d'oxyde d'aluminium et elle a pour rôle de protéger la  
seconde couche protectrice 106 qui a une durabilité insuffisante. L'épaisseur du troisième film protecteur est habituellement comprise entre 10 et 110 nm et de préférence entre 10 et 80 nm. Si l'épaisseur est inférieure à 10 nm,  
10 la durabilité n'est pas suffisante. Si l'épaisseur dépasse 110 nm, la troisième couche protectrice 107 réduit l'effet d'accentuation de la réflexion dû à la combinaison de la première et de la seconde couche protectrice 105 et 106.

#### Exemples 2 à 4

15 Un miroir 101 tel que représenté sur la figure 5 a été fabriqué par formation des couches suivantes sur un substrat 102 de résine polycarbonate de 2 mm d'épaisseur, par évaporation sous vide : une sous-couche 103 de bioxyde de silicium ayant une épaisseur de 50 nm (exemple 2), de  
20 200 nm (exemple 3) ou de 350 nm (exemple 4), une couche réfléchissante 104 d'aluminium de 100 nm d'épaisseur, une première couche protectrice 105 de bioxyde de silicium de 52 nm d'épaisseur, une seconde couche protectrice 106 d'oxyde de titane de 33 nm d'épaisseur, et une troisième  
25 couche protectrice 107 d'oxyde d'aluminium de 45 nm d'épaisseur.

#### Exemples 5 à 7

Un miroir 101 tel que représenté sur la figure 5 a été fabriqué par formation des couches suivantes sur un  
30 substrat 102 de résine polycarbonate de 2 mm d'épaisseur, par évaporation sous vide : une sous-couche 103 de bioxyde de silicium ayant une épaisseur de 50 nm (exemple 5), de 200 nm (exemple 6) ou de 350 nm (exemple 7), une couche réfléchissante 104 d'aluminium de 100 nm d'épaisseur, une  
35 première couche protectrice 105 de bioxyde de silicium de 52 nm d'épaisseur, une seconde couche protectrice 106

d'oxyde de tantale de 36 nm d'épaisseur, et une troisième couche protectrice 107 d'oxyde d'aluminium de 45 nm d'épaisseur.

#### Exemples 8 à 10

5 Un miroir 101 tel que représenté sur la figure 5 a été fabriqué par formation des couches suivantes sur un substrat 102 de résine polycarbonate de 2 mm d'épaisseur, par évaporation sous vide : une sous-couche 103 de bioxyde de silicium ayant une épaisseur de 50 nm (exemple 8), de  
10 200 nm (exemple 9) ou de 350 nm (exemple 10), une couche réfléchissante 104 d'aluminium de 100 nm d'épaisseur, une première couche protectrice 105 de bioxyde de silicium de 52 nm d'épaisseur, une seconde couche protectrice 106 d'oxyde de zirconium de 40 nm d'épaisseur, et une troisième  
15 couche protectrice 107 d'oxyde d'aluminium de 45 nm d'épaisseur.

#### Exemple de référence 1

Un miroir a été fabriqué par formation des couches suivantes, sur un substrat de polycarbonate de 2 mm  
20 d'épaisseur, par évaporation sous vide : une couche réfléchissante d'aluminium de 100 nm d'épaisseur, une première couche protectrice de bioxyde de silicium de 52 nm d'épaisseur, une seconde couche protectrice d'oxyde de titane de 33 nm d'épaisseur, et une troisième couche protectrice  
25 d'oxyde d'aluminium de 45 nm d'épaisseur.

#### Exemple de référence 2

Un miroir 21 tel que représenté sur la figure 4 a été fabriqué par formation des couches suivantes sur un substrat 22 de polycarbonate de 2 mm d'épaisseur, par  
30 évaporation sous vide : une sous-couche 23 d'oxyde de chrome de 15 nm d'épaisseur, une couche réfléchissante 24 d'aluminium de 100 nm d'épaisseur, une première couche protectrice 25 de bioxyde de silicium de 52 nm d'épaisseur, une seconde couche protectrice 26 d'oxyde de titane de  
35 33 nm d'épaisseur, et une troisième couche protectrice 27 d'oxyde d'aluminium de 45 nm d'épaisseur.

Exemples de référence 3 à 5

Un miroir 41 tel que représenté sur la figure 10 a été fabriqué par formation des couches suivantes sur un substrat 42 de polycarbonate de 2 mm d'épaisseur, par évaporation sous vide : une sous-couche 43 de bioxyde de silicium de 200 nm d'épaisseur, une couche réfléchissante 44 d'aluminium de 100 nm d'épaisseur, une première couche protectrice 45 de bioxyde de silicium de 95 nm d'épaisseur, et une seconde couche protectrice 46 de 65 nm d'épaisseur formée d'oxyde de titane (exemple de référence 3), d'oxyde de tantale (exemple de référence 4) ou d'oxyde de zirconium (exemple de référence 5).

Les échantillons des exemples 2 à 10 et des exemples de référence 1 à 5 ont été soumis aux tests suivants.

## 15 Test de résistance à la rayure

La surface d'un échantillon de miroir a été soumise 20 fois à un frottement aller et retour avec une pression d'environ 5 N/cm<sup>2</sup> d'un papier à nettoyer les lunettes qui a été immergé dans un mélange de solvants formé d'éther et de méthanol, et on a observé d'éventuelles anomalies, telles qu'une rayure.

## Test d'adhérence du film

Un ruban de "Cellophane" a été collé à un échantillon de miroir, puis arraché fortement. La surface de l'échantillon a été observée afin que des anomalies telles que le pelage soient déterminées.

## Test de résistance à l'humidité

Un échantillon de miroir a été placé dans un thermostat à 60 °C et 90 % d'humidité relative pendant 48 h, et on a observé la présence d'anomalies telles qu'une fissure ou un défaut ponctuel.

Les résultats des essais précédents figurent dans le tableau 2. Dans ce tableau, le signe "o" indique l'absence d'anomalies.

Tableau 2

	Essai de résistance à la rayure	Essai d'adhérence	Essai de résistance à l'humidité
5	<hr/>		
	Exemple 2	o	o
	Exemple 3	o	o
	Exemple 4	o	o
	Exemple 5	o	o
10	Exemple 6	o	o
	Exemple 7	o	o
	Exemple 8	o	o
	Exemple 9	o	o
	Exemple 10	o	o
15	Exemple de référence 1	o	pelage défauts ponctuels
	Exemple de référence 2	o	o défauts ponctuels
	Exemple de référence 3	grande rayure	o o
20	Exemple de référence 4	grande rayure	o o
	Exemple de référence 5	grande rayure	o o

25

Comme décrit précédemment, le miroir du second mode de réalisation est avantageux par sa résistance à la rayure car la troisième couche protectrice, constituant la couche supérieure, est formée d'oxyde d'aluminium. En outre, grâce à la sous-couche de bioxyde de silicium, les défauts ponctuels peuvent être efficacement supprimés entre le substrat et la structure du film lorsque le miroir est placé en atmosphère à température élevée et humidité élevée. En conséquence, le miroir réalisé peut être utilisé avantageusement dans les appareils de prise de vues, les télescopes, les microscopes, les imprimantes laser, les lecteurs de codes à barres, etc.

35

Bien entendu, diverses modifications peuvent être apportées par l'homme aux miroirs qui viennent d'être décrits uniquement à titre d'exemples non limitatifs sans sortir du cadre de l'invention.

REVENDICATIONS

1. Miroir caractérisé en ce qu'il comprend  
un substrat (102) de résine,  
une sous-couche (103) formée de bioxyde de silicium  
et placée sur le substrat de résine,  
une couche réfléchissante (104) formée d'aluminium  
35 et placée sur la sous-couche,  
une première couche protectrice (105) formée de  
bioxyde de silicium et placée sur la couche réfléchissante,  
une seconde couche protectrice (106) formée d'au  
moins un matériau choisi dans le groupe qui contient  
l'oxyde de titane, l'oxyde de tantale et l'oxyde de zirco-  
nium, et placée sur la première couche protectrice, et  
5 une troisième couche protectrice (107) formée  
d'oxyde d'aluminium et placée sur la seconde couche  
protectrice.
2. Miroir selon la revendication 1, caractérisé en  
ce que l'épaisseur de la sous-couche (103) est comprise  
10 entre 50 et 350 nm, l'épaisseur de la couche réfléchissante  
(104) est comprise entre 50 et 250 nm, et les épaisseurs  
des couches protectrices, de la première à la troisième  
(105-107), sont comprises respectivement entre 42 et  
133 nm, entre 24 et 89 nm et entre 10 et 110 nm.

FIG. 1

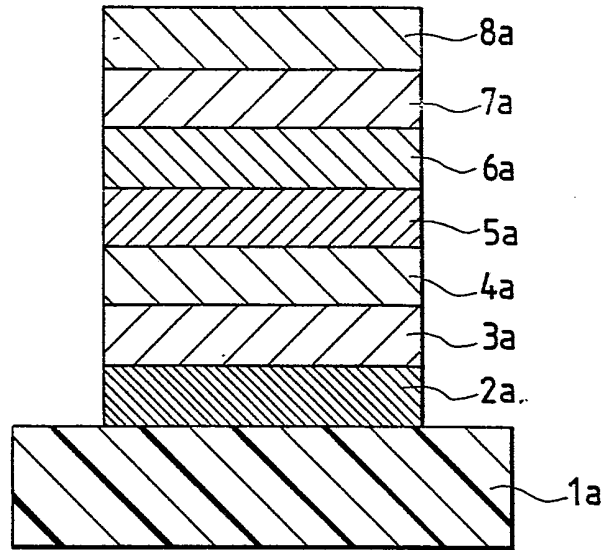


FIG. 2

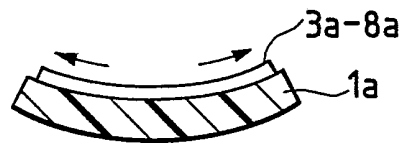


FIG. 3

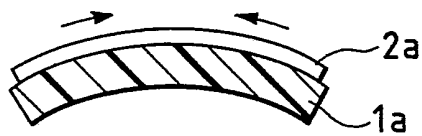


FIG. 4

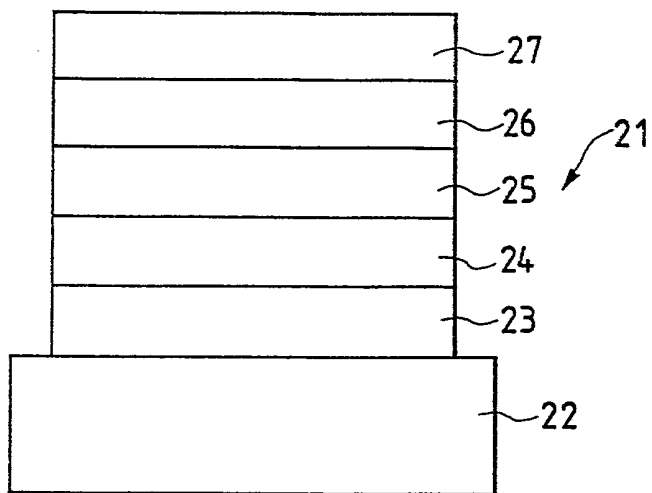


FIG. 5

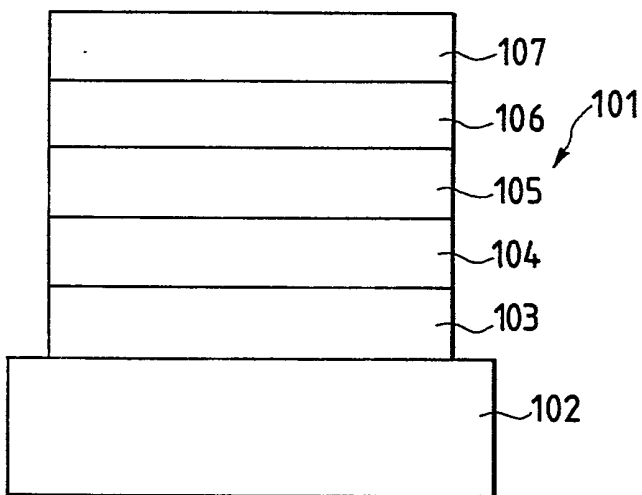


FIG. 6

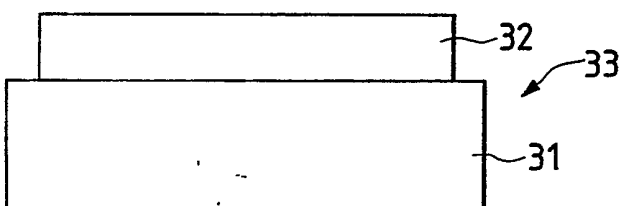


FIG. 7

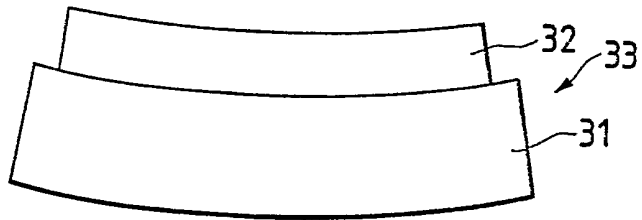


FIG. 8

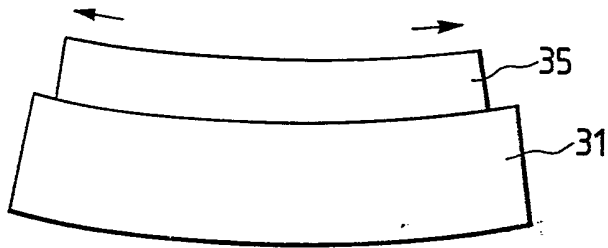


FIG. 9

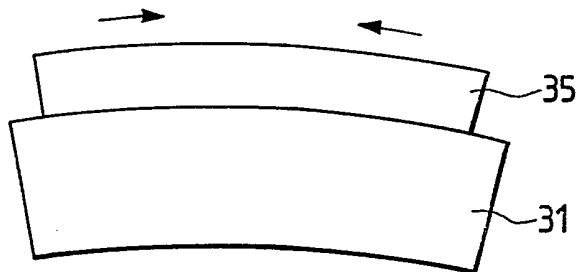


FIG. 10

