

(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(19) Organisation Mondiale de la
Propriété Intellectuelle
Bureau international



(43) Date de la publication internationale
05 mars 2020 (05.03.2020)

WIPO | PCT

(10) Numéro de publication internationale
WO 2020/043973 A1

(51) Classification internationale des brevets :
C03C 17/32 (2006.01) C03C 17/36 (2006.01)

(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML,
MR, NE, SN, TD, TG).

(21) Numéro de la demande internationale :
PCT/FR2019/051897

Publiée:
— avec rapport de recherche internationale (Art. 21(3))

(22) Date de dépôt international :
02 août 2019 (02.08.2019)

(25) Langue de dépôt : français

(26) Langue de publication : français

(30) Données relatives à la priorité :
1857831 31 août 2018 (31.08.2018) FR

(71) Déposant : SAINT-GOBAIN GLASS FRANCE [FR/FR]
; 18 avenue d'Alsace, 92400 COURBEVOIE (FR).

(72) Inventeurs : SCHIAVONI, Michele ; 4 Rue du Douanier
Rousseau, 75014 PARIS (FR). REYMOND, Vincent ; 22
Avenue Gabriel Péri, 92160 ANTONY (FR).

(74) Mandataire : SAINT-GOBAIN RECHERCHE ; Dépar-
tement Propriété Industrielle, 39 quai Lucien Lefranc - BP
135, 93303 AUBERVILLIERS (FR).

(81) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre de
protection nationale disponible) : AE, AG, AL, AM, AO,
AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA,
CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ,
EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR,
HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR,
KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG,
MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM,
PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC,
SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR,
TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre de
protection régionale disponible) : ARIPO (BW, GH, GM,
KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG,
ZM, ZW), eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM),
européen (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES,
FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK,
MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI

(54) Title: TEXTURED GLASS PANEL AND INSULATION FOR A GREENHOUSE

(54) Titre : VITRAGE TEXTURE ET ISOLANT POUR SERRE

(57) Abstract: A glass panel comprising a glass substrate, onto which the following is deposited in succession, from a first surface of said substrate: a first coating comprising a layer having infrared reflection properties or comprising a set of layers, at least one layer of which has infrared reflection properties; a second coating above said first coating comprising an organic or mineral layer, said second coating having a raised texture, said texture being such that its average pitch P_m is less than or equal to 5° and the percentage of the textured surface with a pitch that is greater than 5° is greater than 5%.

(57) Abrégé : Vitrage, comprenant un substrat de verre sur lequel est déposé en succession, depuis une première surface dudit substrat : un premier revêtement comprenant une couche présentant des propriétés de réflexion de l'infrarouge ou un ensemble de couches dont au moins une couche présente des propriétés de réflexion de l'infrarouge, un second revêtement au-dessus dudit premier revêtement comprenant une couche organique ou minérale, ledit second revêtement présentant une texture en relief, ladite texture étant telle que sa pente moyenne P_m est inférieure ou égale à 5° et le pourcentage de la surface texturée ayant une pente supérieure à 5° est supérieur à 5 %.



WO 2020/043973 A1

VITRAGE TEXTURE ET ISOLANT POUR SERRE

L'invention concerne le domaine des vitrages à forte transparence et diffusants, notamment pour la fabrication de serres horticoles.

5 Actuellement, des vitrages plans non texturés en surface sont majoritairement utilisés pour la constitution de serres utilisées pour l'horticulture.

Cependant, depuis quelques années, les vitrages pour serres horticoles deviennent des produits de plus en plus techniques. En effet, tout particulièrement dans les climats tempérés, la productivité de la serre augmente
10 proportionnellement au rayonnement solaire que reçoivent les plantes, notamment pendant les périodes à faible ensoleillement.

Par ailleurs, une transmission diffuse de la lumière solaire incidente à travers le vitrage de la serre permet d'augmenter significativement la productivité. Il s'ensuit que des vitrages qui présentent tout à la fois une haute transmission
15 lumineuse et une forte diffusion de la lumière incidente (mesurée par le niveau de flou, le plus souvent nommé haze selon le terme anglais) sont tout particulièrement appropriés pour entrer dans la constitution de serres. Le flou est le rapport entre la transmission diffuse et la transmission totale du vitrage. La forte transmission recherchée pour ces vitrages est celle que l'on appelle la
20 transmission lumineuse hémisphérique (TLH, parfois notée T_{HEM}), c'est-à-dire la transmission dans le domaine du visible (380-780 nm) moyennée sur plusieurs angles d'incidence. Pour chaque angle d'incidence, on mesure toute l'intensité lumineuse traversant le vitrage quel que soit l'angle d'émergence. La transmission hémisphérique est une caractéristique essentielle de ce genre de vitrage pour
25 l'application recherchée et il est nécessaire que le vitrage concerne sensiblement la même TLH après dépôt de la texture diffusante par rapport à un verre plan non-texturé de même nature et même masse surfacique.

Depuis quelques années, des vitrages texturés dont la texture est obtenue
30 par laminage sont bien connus mais utilisés dans d'autres domaines technique comme le photovoltaïque. Cependant, les verres texturés actuels utilisés dans le photovoltaïque sont configurés pour présenter une très forte transmission lumineuse comparée au même verre non-texturé sans tenir compte généralement

des effets de diffusion de la lumière transmise par ladite texturation, ce qui peut avoir cette fois un impact négatif pour la production horticole.

Les verres texturés selon l'invention sont au contraire configurés pour diffuser la lumière à l'intérieur de la serre, ce qui implique un impact positif pour la production horticole comme indiqué précédemment. En effet, l'effet de diffusion évite les points chauds sur les plantes et permet une meilleure pénétration de la lumière dans toutes les zones de la serre et au final l'obtention d'un éclairage plus homogène.

La société déposante a déjà développé un verre texturé destiné plus particulièrement à un usage pour serres horticoles, tel que décrit dans la demande brevet WO2016/170261. La texturation du vitrage a ainsi été adaptée à une telle utilisation, et permet en particulier l'obtention d'un flou élevé, tout en gardant une TLH sensiblement égale à celle d'un verre identique mais dépourvu de texture. Un tel vitrage ne décrit cependant pas de moyens permettant de conserver efficacement la chaleur dans la serre, notamment pendant les périodes de froid extérieur.

Par ailleurs et tout particulièrement dans les pays à climat tempéré, dans lesquels les températures extérieures peuvent être relativement froides une grande partie de l'année, l'isolation thermique des serres est également primordiale pour l'optimisation de leur rendement, quelle que soit la saison. Une telle isolation thermique est en général mesurée par le coefficient de transfert thermique U (ou K) du vitrage tel que défini dans la norme NF EN 673 (2011) ou dans la publication de référence « Vitrages à isolation thermique renforcée, Les techniques de l'ingénieur, BE 9 080 ».

Dans cette optique, l'utilisation des doubles vitrages (DGU pour Double Glass Unit) semblerait la plus indiquée pour augmenter de manière très sensible l'isolation thermique de la serre. Des DGU à haute transmission lumineuse pourraient donc être envisagés. Néanmoins, un DGU a plusieurs inconvénients : il est lourd, il est plus cher et surtout il réduit sensiblement la transmission lumineuse vis-à-vis d'un vitrage simple (SGU pour Single Glass Unit). La présente invention se rapporte ainsi à de tels vitrages simples SGU.

Il existe donc actuellement un besoin dans le domaine spécifique des vitrages pour serre horticole d'un vitrage simple présentant tout à la fois un niveau élevé de flou, une transmission lumineuse hémisphérique élevée, et une bonne isolation thermique permettant de conserver la chaleur dans la serre.

5 L'objet de la présente invention est de proposer un vitrage répondant à un tel cahier des charges et à un tel besoin.

Plus précisément, la présente invention concerne un vitrage comprenant un substrat de verre sur lequel est déposé en succession, depuis une première surface dudit substrat :

- 10 - un premier revêtement comprenant une couche présentant des propriétés de réflexion de l'infrarouge, tout particulièrement dont la longueur d'onde est comprise entre 3 et 50 micromètres, ou un ensemble de couches dont au moins une couche présente des propriétés de réflexion de l'infrarouge,
- un second revêtement au-dessus dudit premier revêtement, comprenant une
15 couche organique ou minérale, ledit second revêtement présentant une texture en relief, ladite texture étant telle que la pente moyenne P_m de ladite face texturée est inférieure ou égale à 15° et le pourcentage de la surface ayant une pente supérieure à 5° est supérieur à 5%, de préférence supérieur ou égal à 10%.

20 Selon l'invention, le second revêtement est avantageusement texturé sur la surface (ou la face) opposée à sa surface au contact dudit premier revêtement.

Par rayonnement infrarouge, on entend au sens de la présente invention le rayonnement de longueur d'onde compris entre 1 et 50 micromètres. Selon des modes de réalisation préférés mais non limitatifs de la présente invention :

- 25 - la pente moyenne P_m de la face texturée est inférieure à 12° et de préférence encore est inférieure à 10° , voire inférieure à 8° , ou même très préférentiellement est inférieure à 6° ,
- la pente moyenne P_m de la face texturée est supérieure à 1° et de préférence encore est supérieur à 2° , voire supérieure à 3° ,
- 30 - le pourcentage de la surface ayant une pente supérieure à 5° est supérieur à 10%, voire supérieur à 15%, et de préférence encore est supérieur à 20%, ou même supérieur à 30%, voire supérieur à 40%, ou très préférentiellement supérieur à 50%. Le pourcentage de la surface ayant une pente inférieure ou égale à 5° est aussi grand que possible (valeur idéale de 100%) mais peut

- cependant et sans sortir du cadre de l'invention, également être inférieur à 100%, voire inférieur à 90% ou même inférieur à 80%, 70% ou 60%.
- 5 - Le flou, tel que mesuré sur un angle de 2,5°, est supérieur à 10%, voire supérieur à 15%, supérieur à 20%, ou même supérieur à 30%, voire supérieur à 40%. Selon un mode de réalisation avantageux, le flou est supérieur à 50%, voire supérieure à 60% ou même supérieure à 80%. Le flou est selon l'invention aussi grand que possible (valeur idéale de 100%) mais peut être inférieur à 100%, voire inférieure à 90%, voire inférieur à 85% sans sortir du cadre de l'invention.
- 10 - Le rapport entre la transmission lumineuse hémisphérique (TLH) du vitrage comprenant le second revêtement et la TLH du vitrage avant le dépôt du second revêtement est supérieur à 0,8, de préférence encore est supérieur à 0,9, et de manière très préférée est supérieure à 0,95. Idéalement ce rapport est sensiblement égal à 1.
- 15 - Le substrat de verre est un verre non texturé sur la face comprenant lesdits premier et second revêtements. Par exemple, le substrat de verre est un verre float dont la surface initiale n'a subi aucun traitement de texturation ou visant à en accentuer la rugosité, avant le dépôt du premier revêtement.
- 20 - La ou les couche(s) présentant des propriétés de réflexion de l'infrarouge dans le premier revêtement est à base d'argent.
- Le premier revêtement est constitué par un empilement comprenant au moins une couche à base d'argent et des couches diélectriques.
- Le premier revêtement a une épaisseur comprise entre 5 nanomètres et 1 micromètre, notamment entre 20 et 500 nm.
- 25 - Le second revêtement texturé est une couche organique. La couche organique peut notamment être constituée d'un polymère choisi parmi un polyvinylidène chloré, un copolymère styrène-butadiène, un polyacrylonitrile, un polyméthacrylonitrile ou encore une polycyclooléfine ou un polypropylène.
- 30 - Le second revêtement texturé est une couche d'un matériau minéral, ledit matériau minéral étant de préférence choisi parmi les oxydes, ou les nitrures. Le revêtement texturé peut notamment être une couche à base d'oxyde de silicium.

- L'indice de réfraction du matériau constituant la texture est compris dans le domaine allant de 1,40 à 1,80 à 587nm, de préférence allant de 1,40 à 1,65 à 587 nm.
- L'épaisseur moyenne du second revêtement est comprise entre 1 et 50 micromètres, de préférence entre 1 et 10 micromètres.
- La rugosité de la surface texturée du second revêtement est telle que son R_{sm} moyen compris entre 10 et 100 micromètres.
- La rugosité de la surface texturée du second revêtement est telle que son R_a moyen compris entre 0,5 et 5 micromètres.
- La texture comprend des motifs jointifs de taille comprise dans le domaine allant de 10 à 100 micromètres.
- Ledit vitrage comprend en outre un revêtement anti-reflet sur une ou sur ses deux faces.
- La deuxième face principale du vitrage présente également une texture, identique ou différente de celle imprimée sur le second revêtement. La texture de la deuxième face principale peut avantageusement reprendre l'ensemble des caractéristiques précédemment décrites, en particulier une pente moyenne P_m de la face texturée inférieure ou égale à 15° et un pourcentage de la surface texturée ayant une pente supérieure à 5° supérieur à 5 %.

20

L'invention concerne également une serre horticole équipée d'au moins un vitrage tel que précédemment décrit.

Enfin l'invention se rapporte à un premier procédé de fabrication d'un tel vitrage qui comprend les étapes suivantes :

- dépôt sur un substrat verrier d'un premier revêtement comprenant une couche présentant des propriétés de réflexion de l'infrarouge ou un ensemble de couches dont au moins une couche présente des propriétés de réflexion de l'infrarouge, de préférence par pulvérisation cathodique, ladite couche étant de préférence à base d'argent,
- dépôt sur le premier revêtement obtenu après l'étape précédente d'un second revêtement constitué une couche minérale d'épaisseur notamment comprise entre 1 et 30 micromètres,

- texturation dudit second revêtement, notamment par un procédé de gaufrage, de laminage ou par attaque acide, de préférence par un procédé de laminage,
- de préférence traitement thermique de trempe du vitrage.

5

Un procédé alternatif de fabrication d'un vitrage selon l'invention comprend les étapes suivantes :

- dépôt sur un substrat verrier d'un premier revêtement comprenant une couche présentant des propriétés de réflexion de l'infrarouge ou un ensemble de
10 couches dont au moins une couche présente des propriétés de réflexion de l'infrarouge, de préférence par pulvérisation cathodique, ladite couche étant de préférence à base d'argent,
- traitement thermique de trempe du vitrage,
- dépôt d'un second revêtement constitué d'une couche organique de
15 préférence d'épaisseur comprise entre 1 et 10 micromètres,
- texturation dudit second revêtement, notamment par un procédé de gaufrage, de laminage, de gravure notamment au moyen d'un rouleau préimprimé, ou par attaque acide, de préférence par un procédé de laminage.

20 Selon des modes avantageux de la présente invention, on utilise comme substrat une matrice verrière peu absorbante telle que le verre Diamant® ou encore Albarino® commercialisé par la société déposante. On utilise en particulier un verre dont la TLH est supérieure à 78%, de préférence supérieure à 79%, voire supérieure à 80%.

25 Le niveau de flou du vitrage selon l'invention, tel que mesuré selon un angle de 2,5° sur un Hazemeter Byk-Gardner est de préférence supérieur à 50%, de préférence supérieur à 60%, de préférence encore supérieur à 70%, voire même supérieur à 80%. La mesure peut notamment être effectuée selon les principes décrits dans la norme ISO 13468 (illuminant D65).

30

Au sens de la présente invention et dans le cadre de la présente demande (et notamment dans les exemples), la TLH est mesurée selon les méthodes détaillées dans l'article "Transvision: A light transmission measurement system for greenhouse covering materials" publié dans les actes de « Proc 7th IS on light in

Horticultural Systems, Eds : S. Hemming and E. Heuvelink, Acta Hort.956, ISHS 2012 ».

La surface texturée du vitrage selon l'invention permet la diffusion de la lumière, la surface ayant une pente moyenne P_m de quelques degrés, c'est-à-dire
5 typiquement inférieure ou égale à 15° au sens décrit précédemment.

Au sens de la présente invention, la mesure d'un niveau de flou selon un angle de $2,5^\circ$ signifie que le niveau de flou est mesuré par le rapport entre :

- la quantité de lumière transmise diffusée au-delà d'un cône de demi-
10 angle $2,5^\circ$ autour de la normale à la surface du vitrage et
- la quantité totale de lumière transmise à travers le vitrage.

On a reporté sur la figure 1 ci-jointe à titre purement illustratif un schéma permettant une meilleure compréhension de la mesure du flou selon l'invention. La
15 pente en un point A de la surface texturée du vitrage correspond à l'angle alpha (α) formé entre le plan tangent en ce point et le plan général de la feuille de support (ici la face du substrat verrier). La mesure de la pente au point A est réalisée à partir de la mesure de la variation de hauteur au voisinage de ce point et par rapport au plan général de la feuille. L'homme du métier connaît les
20 appareils (ou profilomètres) capables de réaliser ces mesures de hauteur. Notamment, les mesures ont été effectuées dans le cadre de la présente invention grâce à un profilomètre MIME, utilisant une technologie confocale chromatique. La mesure de la pente moyenne P_m de la surface et du pourcentage de la surface ayant une pente supérieure à 5° est déterminée à partir de la mesure de pentes
25 en des points répartis sur un maillage carré de période 1 micromètre. On calcule alors la moyenne de la pente de tous ces points. Sur la base de la même mesure du profil de la texture du second revêtement, on peut également calculer le pourcentage de la surface ayant une pente supérieure à 5° .

La surface texturée selon l'invention permet en particulier la diffusion de la
30 lumière et l'apparition de flou, la surface ayant dans cette optique une pente moyenne P_m de quelques degrés, c'est-à-dire égale ou inférieure à 15° .

Pour obtenir une texture proche de celle souhaitée, on réalise de préférence des motifs dont la taille est de l'ordre de 10 à 100 micromètres. Par

taille, on entend le diamètre du plus petit cercle contenant le motif. De préférence les motifs sont jointifs.

On rappelle que le R_{sm} (période moyenne ou pas moyen) d'un profil (c'est-à-dire selon un segment de droite) d'une surface est défini par la relation :

5

$$R_{sm} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^{i=n} S_i = \frac{S_1 + S_2 + \dots + S_n}{n}$$

dans laquelle S_i est la distance entre deux passages par zéro (ligne médiane) et montants, $n+1$ étant le nombre de passage par zéro en montant dans le profil considéré. Pour plus de détails, on pourra également se référer à norme ISO4287
 10 (1997). Ce paramètre R_{sm} est représentatif de la distance entre pics, c'est-à-dire du pas de la texture parallèlement au plan général de la feuille. Les valeurs de R_{sm} sont données après utilisation de filtres gaussiens avec coupures (ou longueur de base, cut-off en anglais) à 0,8 micromètres et 250 micromètres (suppression des périodes inférieures à 0,8 micromètres et supérieures à
 15 250 micromètres). Les mesures de R_{sm} sont réalisées sur une distance d'au moins 1250 micromètres. Pour tout point de la surface texturée, le R_{sm} autour dudit point correspond à la moyenne arithmétique des R_{sm} pour 10 profils partant en étoile à partir du point considéré. Pour le calcul du R_{sm} autour d'un point, on enlève les valeurs supérieures ou égales à 1250 micromètres. Cela évite de
 20 prendre en compte des profils dans certaines lignes directrices de textures particulières comme celle de prismes parallèles ou de lignes droites entre des pyramides alignées (valeur de R_{sm} infini ou non-calculable). On définit le R_{sm} moyen d'une surface texturée en calculant la moyenne arithmétique des R_{sm} autour d'un point, les points étant choisis sur un quadrillage carré avec un pas
 25 de 5 cm.

De préférence, le R_{sm} moyen de la surface texturée est compris dans le domaine allant de 10 micromètres à 100 micromètres et de préférence dans le domaine allant de 20 à 80 micromètres et même dans le domaine allant de 30 micromètres à 70 micromètres voire dans le domaine allant de 40 micromètres
 30 à 60 micromètres. De manière encore préférée, le R_{sm} autour de tout point de la surface texturée est compris dans le domaine allant de 10 micromètres à

100 micromètres et de préférence dans le domaine allant de 20 à 80 micromètres et même dans le domaine allant de 30 micromètres à 70 micromètres voire même dans le domaine allant de 40 micromètres à 60 micromètres.

Les motifs de la texture peuvent être des motifs linéaires parallèles comme
5 des prismes parallèles ou être des motifs pouvant s'inscrire dans un cercle comme des cônes ou des pyramides.

Les motifs de la texture présentent par exemple une profondeur moyenne (ou hauteur moyenne) comprise entre environ 0,5 et 3 micromètres, sur la base des mêmes conditions de mesures que décrites précédemment et selon la norme
10 ISO4287 (1997).

Le premier revêtement selon l'invention comprenant au moins une couche présentant des propriétés de réflexion de l'infrarouge en particulier thermique (c'est-à-dire compris entre 3 et 50 micromètres) ou un ensemble de couches dont au moins une couche présente des propriétés de réflexion de l'infrarouge
15 notamment thermique. Il est de préférence constitué par un empilement de couches comprenant au moins une couche à base d'argent et de préférence au moins deux, voire trois couches d'argent, séparées par des couches de matériaux diélectriques. L'émissivité normale dudit premier revêtement (c'est-à-dire de la surface d'un vitrage revêtu par un tel revêtement), au sens décrit dans la norme
20 EN 12898 (2001), est de préférence inférieure à 0,15, de préférence encore inférieur à 0,1 et de manière très préférée inférieure à 0,05. Ledit premier empilement comprend également des couches de matériaux diélectriques dont les indices, l'emplacement dans la succession de couches et les épaisseurs sont optimisés pour conférer au vitrage une TLH optimale, c'est-à-dire maximale, selon
25 des techniques bien connues dans le domaine. Son épaisseur varie de quelques nanomètres) à quelques centaines de nanomètres, par exemple entre 10 et 300 nanomètres.

C'est par exemple un empilement bas émissif comprenant une couche fonctionnelle à base d'argent et commercialisé par la société déposante sous la
30 référence Eclaz II, dont l'émissivité normale est de 3% et la TLH de 81% lorsqu'il est déposé sur un verre clair tel que le verre Planiclear également commercialisé par la société déposante. Muni d'une telle couche, le coefficient de transfert thermique U du vitrage simple selon l'invention est en général inférieur à $4 \text{ W/m}^2.\text{K}$, et de préférence inférieure à $3,5 \text{ W/m}^2.\text{K}$.

Le second revêtement peut être selon l'invention de nature organique ou de nature minérale.

Selon un premier mode, ce revêtement est de nature organique. Ce
5 revêtement peut être avantageusement un polymère Le matériau choisi est par
exemple un polymère choisi parmi le PVDC (polyvinylidène chloré) tel que décrit
dans la demande WO2016/097599, un copolymère styrène-butadiène comme
décrit dans la demande WO2017/103465, le polyacrylonitrile (PAN) ou le
polyméthacrylonitrile (PMAN) tels que décrits dans la demande WO2013/089185
10 ou encore le polycyclooléfine ou le polypropylène, ou de manière général, tout
polymère suffisamment résistant mécaniquement et chimiquement pour préserver
le premier empilement sous-jacent et notamment les couches réfléchissantes
l'infrarouge de tels empilements, notamment la ou les couches à base d'argent.

Le polymère est avantageusement choisi transparent dans le domaine du
15 visible (380-780 nm) et de préférence également transparent dans l'infrarouge
proche (780-2500 nm). Ledit revêtement est selon l'invention avantageusement
peu ou pas absorbant dans le domaine de l'infrarouge thermique (c'est-à-dire de
longueur d'onde comprise entre 3 et 50 microns).

20 Selon un mode alternatif, le revêtement est de nature minérale. Un tel
revêtement peut être par exemple à base d'oxyde de silicium notamment obtenu
par un procédé sol-gel puis chauffage ou encore tout autre composé minéral
diélectrique transparent dans le domaine du visible (380-780 nm) et de préférence
également transparent dans l'infrarouge proche (780-2500 nm). Ledit revêtement
25 est selon l'invention avantageusement peu ou pas absorbant dans le domaine de
l'infrarouge thermique (c'est-à-dire de longueur d'onde comprise entre 3 et
50 microns).

L'épaisseur du second revêtement est de préférence inférieure à
10 micromètres, et de préférence encore inférieure à 5 micromètres. Notamment
30 dans le cas où le second revêtement est de nature minérale, son épaisseur peut
même être inférieure à 3 micromètres ou même inférieure à 2 micromètres.

Après dépôt du second revêtement, celui-ci est texturé au sens de la
présente invention, de manière à en augmenter le flou selon les critères définis
précédemment, sans en diminuer sensiblement la TLH.

Une telle texture du second revêtement de protection organique ou minéral peut être obtenue par tout moyen connu, en particulier par embossage, par laminage, par gravure (notamment au moyen d'un rouleau préimprimé), par thermoformage, par gaufrage, ou encore par attaque acide.

5

Avantageusement cependant, la texture est obtenue par gravure de la surface dudit second revêtement au moyen d'un rouleau dont les motifs sont imprimés en négatif, avec éventuellement une étape de chauffage de sa surface jusqu'à atteindre une température de ramollissement au moins en surface dudit
10 second revêtement ou alternativement pour densifier ledit revêtement (notamment dans le cas d'une couche sol-gel).

Le vitrage peut comprendre également une ou plusieurs couches antireflets pour augmenter la transmission lumineuse (TLH). Le revêtement antireflet peut
15 être déposé sur l'une ou les deux faces du vitrage, et notamment sur la face non texturée. Cet effet antireflet peut être obtenu par le dépôt d'une couche ou de plusieurs couches formant un empilement, par attaque chimique ou toute autre technique adaptée. L'effet antireflet est choisi pour être efficace aux longueurs d'onde 400-700 nm. Un revêtement anti-reflet (couche anti-reflet ou empilement
20 de couches à effet anti-reflet) a généralement une épaisseur comprise dans le domaine allant de 10 à 500 nm. De telles couches antireflets sont notamment avantageusement choisies parmi les couches en oxyde de silicium poreux, notamment du type de ceux décrits dans la publication WO2008/059170.

L'invention est utile pour faire office de vitrage laissant passer la lumière de
25 serres pour l'horticulture, ainsi que pour d'autres applications nécessitant une forte TLH et un flou important comme une serre horticole mais également une véranda, un hall d'accueil, un espace public.

La figure 1 décrit un exemple d'un vitrage selon l'invention :

30 Le vitrage comprend un substrat transparent 1, dont la transmission lumineuse TLH, est supérieure à 80 %, en particulier supérieure à 82% ou même supérieure à 83%. Il s'agit notamment d'un verre float extra-clair commercialisé par la société déposante sous la référence Diamant®. Sur une première face de ce substrat verrier, est déposé un revêtement antireflet 2 de tout type connu, en

particulier à base d'oxyde de silicium poreux. Sur l'autre face du substrat, sont présents en succession un premier revêtement 3 dit « low-e » et comprenant au moins une couche réfléchissant les infrarouges notamment thermiques, en particulier une couche à base d'argent. De préférence, l'empilement présente une

5 émissivité normale inférieure à 0,1, voire même inférieure à 0,05. Ce premier revêtement est choisi d'une part pour conférer des propriétés d'isolation thermique au vitrage, sans en diminuer substantiellement la TLH, selon les principes décrits précédemment. Un second revêtement 4 de protection, à base minérale ou organique comme décrit précédemment, est présent au-dessus du premier

10 revêtement, par référence à la surface du substrat. Cette couche de protection comporte sur la surface (face) opposée une texturation 5 spécifiquement adaptée pour porter le niveau de flou à une valeur au moins égale à 10% et de préférence supérieure à 50%, au sens précédemment décrit, tout en conservant une valeur de la TLH égale à au moins 80% et de préférence égale à au moins 85%, voire

15 90% de la valeur initiale du vitrage (muni du premier revêtement) avant le dépôt de ce second revêtement de protection.

On obtient ainsi un vitrage présentant tout à la fois de bonnes propriétés d'isolation thermique et un fort niveau de flou, tout en conservant une forte transmission lumineuse TLH et au final un vitrage parfaitement adapté à une

20 utilisation dans une serre horticole.

Un exemple de réalisation non limitatif d'un tel vitrage est donné ci-après :

Dans cet exemple, on imprime par laminage un vitrage tel que décrit précédemment et comprenant :

- 25 - Un substrat verrier clair Planiclear® commercialisé par la société Saint-Gobain Glass France,
- Un premier revêtement constitué par un empilement Eclaz II ® à base d'argent commercialisé par la société Saint-Gobain Glass France,
- Un second revêtement d'un polymère organique à base de copolymère de
- 30 styrène-butadiène comme décrit dans la demande WO2017/103465, d'épaisseur totale égale à environ 5 micromètres.

On imprime, au moyen d'un rouleau imprimé, sur la face extérieure de ce second revêtement une texture constituée par une répétition de motifs pyramidaux à base irrégulière en creux de tailles différentes, comme représenté sur la figure 2

ci-jointe. **Sur la figure 2**, la profondeur est la différence de hauteur entre les points les plus clairs et les plus sombres de cette figure. Le tableau 1 ci-dessous indique les principales valeurs de la texture induite sur le second revêtement :

profondeur (μm)	R_{sm} moyen (μm)	P_m ($^\circ$)	Haze (%)	% surface avec pente $>5^\circ$
1.5	50	3.8°	60	100

Tableau 1

On mesure que la TLH est diminuée de l'ordre de 5% par rapport au substrat de verre initial sans les deux revêtements. Le coefficient de transfert thermique U du vitrage selon l'invention est de $3,4 \text{ W/m}^2\cdot\text{K}$, alors qu'il était de $5,8 \text{ W/m}^2\cdot\text{K}$ pour le substrat nu. Le niveau de flou est lui de l'ordre de 60%, ce qui assure une diffusion optimale de la lumière dans la serre.

On donne ci-après différentes méthodes de fabrication d'un vitrage selon l'invention, en relation avec la figure 3 ci-jointe :

Selon une première étape, un substrat float extra-clair, par exemple un substrat diamant® de la société déposante, est sélectionné. Un premier revêtement présentant des propriétés de réflexion de l'infrarouge, connu dans le domaine sous l'appellation « low-e », est déposé sur le substrat extra-clair par les techniques bien connues de pulvérisation sous vide assistée par magnétron. Cet empilement de couches comprend au moins une couche à base d'argent, de préférence en argent, et l'empilement est configuré de telle façon que la TLH de l'ensemble substrat- premier revêtement soit maximisée. De préférence encore, l'empilement est configuré pour minimiser la valeur du coefficient de transfert thermique U , notamment par la sélection d'un empilement dont la valeur de l'émissivité normale est minimale, au sens précédemment décrit. Avantageusement, l'empilement low-e sélectionné est du type « à tremper », et ne présente en outre pas de variation significative de sa colorimétrie lors de la trempe du vitrage. Selon un mode avantageux mais optionnel, on peut déposer sur cette empilement magnétron un revêtement de protection temporaire est appliqué sur le revêtement à propriétés de réflexion de l'infra-rouge. Cette couche est par exemple déposée par voie liquide et est par exemple issue d'une composition à base de méthacrylates (couche easypro) telle que décrite dans la demande WO2015/019022.

A- Selon une première réalisation

- selon une seconde étape :

5 Dans une seconde étape qui peut notamment est effectué en reprise du vitrage obtenu selon l'étape précédente, par exemple sur un autre site, on découpe le verre à la taille souhaitée, on dépose optionnellement la couche antireflet (ou précurseur de ladite couche, notamment un gel de silice selon un procédé dit « dépôt wet ») sur la face opposée conformément à la réalisation déjà
10 décrite en connexion avec la figure 1. On effectue une trempe du vitrage dans les conditions habituelles (par exemple chauffage à 620°C pendant 5 minutes puis refroidissement rapide). La couche antireflet devient poreuse et l'empilement low-e atteint les propriétés recherchées.

- selon une troisième étape :

15 On dépose immédiatement après l'étape de trempe un revêtement de protection permanent de l'empilement low-e au moyen d'un rouleau présentant la texture requise pour conférer au vitrage un relief générant du flou sans en diminuer substantiellement la TLH, avec éventuellement une cuisson intermédiaire ou finale pour durcir le matériau. Le matériau choisi est par exemple un polymère
20 choisi parmi le PVDC (polyvinylidène chloré) tel que décrit dans la demande WO2016/097599, un copolymère styrène-butadiène comme décrit dans la demande WO2017/103465, le polyacrylonitrile (PAN) ou le polyméthacrylonitrile (PMAN) tels que décrits dans la demande WO2013/089185 ou encore le polycyclooléfine ou le polypropylène.

25

B- Selon une seconde réalisation

- dans une seconde étape :

Un revêtement de protection permanent est directement appliqué sur le revêtement à propriétés de réflexion de l'infra-rouge. Cette couche est par
30 exemple une couche silice de sol-gel déposée par voie liquide qui est ensuite polymérisée et soumis à un traitement de durcissement par traitement thermique, puis (ou dans le même temps) texturée selon les techniques classiques d'impression par gravure. Cette couche de protection est transparente aux IR

thermique, trempable et présente la texture requise pour conférer au vitrage un relief générant du flou sans en diminuer substantiellement la TLH.

- selon une troisième étape :

5 Dans une troisième étape, qui peut notamment être effectuée en reprise du vitrage obtenu selon l'étape précédente, par exemple sur un autre site, on découpe le verre à la taille souhaitée, on dépose la couche antireflet (par exemple en silice poreuse telle que décrite dans la publication WO2008/059170 sur la face opposée conformément à la réalisation déjà décrite en connexion avec la figure 1 et on effectue une trempe du vitrage dans les conditions habituelles. La couche
10 antireflets devient poreuse et l'empilement low-e atteint les propriétés recherchées.

On obtient au final un vitrage selon l'invention et apte à être avantageusement utilisé dans des serres horticoles.

REVENDEICATIONS

1. Vitrage, comprenant un substrat de verre sur lequel est déposé en succession, depuis une première surface dudit substrat :
 - 5 - un premier revêtement comprenant une couche présentant des propriétés de réflexion de l'infrarouge ou un ensemble de couches dont au moins une couche présente des propriétés de réflexion de l'infrarouge,
 - 10 - un second revêtement disposé au-dessus dudit premier revêtement comprenant une couche organique ou minérale, ledit second revêtement présentant une texture en relief, ladite texture étant telle que sa pente moyenne P_m est inférieure ou égale à 15° , et que le pourcentage de la surface texturée ayant une pente supérieure à 5° est supérieur à 5%.
- 15 2. Vitrage selon la revendication 1, présentant un flou, tel que mesuré selon un angle de $2,5^\circ$, supérieur à 10%, de préférence supérieur à 50%.
3. Vitrage selon l'une des revendications précédentes, dans lequel le rapport entre la transmission lumineuse hémisphérique (TLH) du vitrage
20 comprenant le second revêtement et la transmission lumineuse hémisphérique du vitrage avant le dépôt du second revêtement est supérieur à 0,8.
4. Vitrage selon l'une des revendications précédentes, dans lequel le substrat
25 de verre est un verre non texturé sur la face comprenant lesdits premier et second revêtements.
5. Vitrage selon l'une des revendications précédentes, dans lequel le second revêtement texturé est une couche organique.
- 30 6. Vitrage selon la revendication précédente, dans lequel la couche organique est constituée d'un polymère choisi parmi un polyvinylidène chloré, un copolymère styrène-butadiène, un polyacrylonitrile, un polyméthacrylonitrile ou encore une polycyclooléfine ou un polypropylène.

7. Vitrage selon l'une des revendications 1 à 4, dans lequel le second revêtement texturé est une couche d'un matériau minéral, ledit matériau minéral étant de préférence choisi parmi les oxydes, ou les nitrures.
- 5 8. Vitrage selon la revendication précédente, dans lequel le revêtement texturé est une couche à base d'oxyde de silicium.
- 10 9. Vitrage selon l'une des revendications précédentes, dans lequel la ou les couche(s) présentant des propriétés de réflexion de l'infrarouge est à base d'argent.
- 15 10. Vitrage selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que l'indice de réfraction du matériau constituant le second revêtement est compris dans le domaine allant de 1,40 à 1,80 à 587 nm.
- 20 11. Vitrage selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que l'épaisseur moyenne dudit second revêtement est comprise entre 1 et 50 micromètres, de préférence entre 1 et 10 micromètres.
- 25 12. Vitrage selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que la rugosité de la surface texturée du second revêtement est telle que le R_{sm} moyen compris entre 10 et 100 micromètres.
- 30 13. Vitrage selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que la rugosité de la surface texturée du second revêtement est telle que son R_a moyen est compris entre 0,5 et 5 micromètres.
14. Vitrage selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que la texture comprend des motifs jointifs de taille comprise dans le domaine allant de 10 à 100 micromètres.
15. Vitrage selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'elle comprend un revêtement anti-reflet sur une ou sur ses deux faces.

16. Vitrage selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que sa deuxième face principale présente également une texture, identique ou différente de celle imprimée sur le second revêtement.
- 5 17. Vitrage selon la revendication précédente, caractérisé en ce que la texture de la deuxième face principale a une pente moyenne P_m de la face texturée est inférieure ou égale à 15° et le pourcentage de la surface texturée ayant une pente supérieure à 5° est supérieur à 5 %.
- 10 18. Serre horticole comprenant au moins un vitrage selon l'une des revendications précédentes.
- 15 19. Procédé de fabrication d'un vitrage selon l'une des revendications 1 à 17 comprenant les étapes suivantes :
- dépôt sur un substrat verrier d'un premier revêtement comprenant une couche présentant des propriétés de réflexion de l'infrarouge ou un ensemble de couches dont au moins une couche présente des propriétés de réflexion de l'infrarouge, de préférence par pulvérisation cathodique, ladite couche étant de préférence à base d'argent,
 - 20 - dépôt sur le premier revêtement obtenu après l'étape précédente d'un second revêtement constitué une couche minérale d'épaisseur notamment comprise entre 1 et 30 micromètres,
 - texturation dudit second revêtement, notamment par un procédé de gaufrage, de laminage ou par attaque acide, de préférence par un
 - 25 - procédé de laminage,
 - de préférence traitement thermique de trempe du vitrage.
- 30 20. Procédé de fabrication d'un vitrage selon l'une des revendications 1 à 17 comprenant les étapes suivantes :
- dépôt sur un substrat verrier d'un premier revêtement comprenant une couche présentant des propriétés de réflexion de l'infrarouge ou un ensemble de couches dont au moins une couche présente des propriétés de réflexion de l'infrarouge, de préférence par pulvérisation cathodique, ladite couche étant de préférence à base d'argent,
 - 35

- traitement thermique de trempe du vitrage,
- dépôt d'un second revêtement constitué d'une couche organique de préférence d'épaisseur comprise entre 1 et 10 micromètres,
- texturation dudit second revêtement, notamment par un procédé de gaufnage, de laminage, de gravure notamment au moyen d'un rouleau préimprimé, ou par attaque acide, de préférence par un procédé de laminage.

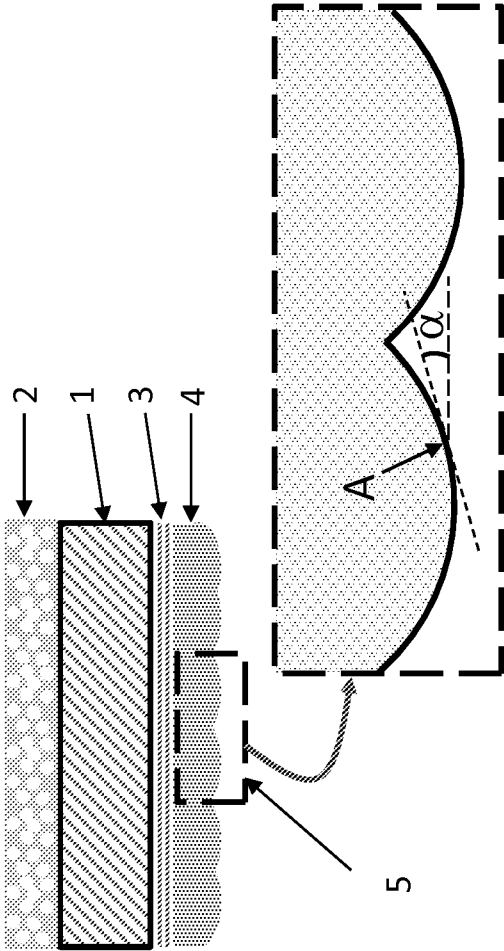


Figure 1

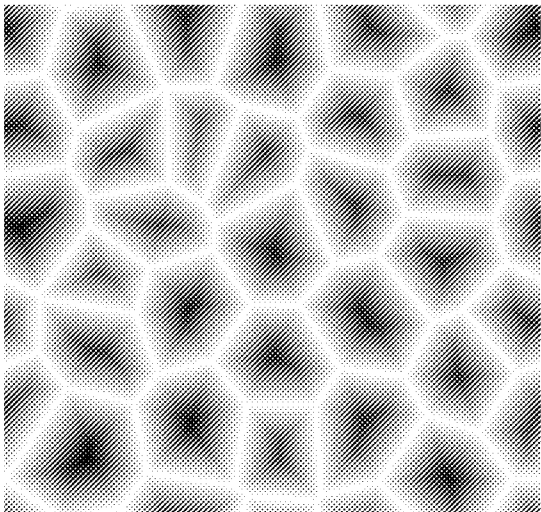


Figure 2

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/FR2019/051897**A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER****C03C 17/32**(2006.01)i; **C03C 17/36**(2006.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C03C

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

EPO-Internal

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	WO 2016170261 A1 (SAINT-GOBAIN GLASS FRANCE [FR]) 27 October 2016 (2016-10-27) cited in the application page 3, paragraph 4 page 5, paragraph 2; claims	1-20
Y	WO 2015019022 A1 (SAINT GOBAIN [FR]) 12 February 2015 (2015-02-12) cited in the application claim 1 page 7, lines 20-31	1-20
A	WO 2012134881 A1 (GUARDIAN INDUSTRIES [US]; KRASNOV ALEXEY [US] ET AL.) 04 October 2012 (2012-10-04) claims	1-20



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

“A” document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

“E” earlier application or patent but published on or after the international filing date

“L” document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

“O” document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

“P” document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

“T” later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

“X” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

“Y” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

“&” document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

17 October 2019

Date of mailing of the international search report

23 October 2019

Name and mailing address of the ISA/EP

European Patent Office
p.b. 5818, Patentlaan 2, 2280 HV Rijswijk
Netherlands

Telephone No. (+31-70)340-2040

Facsimile No. (+31-70)340-3016

Authorized officer

Friederich, Pierre

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.

PCT/FR2019/051897

Patent document cited in search report			Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)			Publication date (day/month/year)
WO	2016170261	A1	27 October 2016	CA	2981682	A1	27 October 2016
				CN	107466202	A	12 December 2017
				DK	3286149	T3	23 April 2019
				EP	3286149	A1	28 February 2018
				ES	2717824	T3	25 June 2019
				FR	3035397	A1	28 October 2016
				FR	3035398	A1	28 October 2016
				JP	2018517649	A	05 July 2018
				PL	3286149	T3	31 July 2019
				RU	2017135226	A	08 April 2019
				US	2018141845	A1	24 May 2018
				WO	2016170261	A1	27 October 2016
				WO	2015019022	A1	12 February 2015
CA	2918930	A1	12 February 2015				
CN	105431391	A	23 March 2016				
CN	109942206	A	28 June 2019				
EA	201690342	A1	30 June 2016				
EP	3030530	A1	15 June 2016				
FR	3009302	A1	06 February 2015				
KR	20160040192	A	12 April 2016				
US	2016194516	A1	07 July 2016				
US	2019062586	A1	28 February 2019				
WO	2015019022	A1	12 February 2015				
ZA	201600593	B	26 April 2017				
WO	2012134881	A1	04 October 2012				
				US	2012251773	A1	04 October 2012
				WO	2012134881	A1	04 October 2012

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale n°

PCT/FR2019/051897

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE INV. C03C17/32 C03C17/36 ADD.		
Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB		
B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement) C03C		
Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche		
Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si cela est réalisable, termes de recherche utilisés) EPO-Internal		
C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		
Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
Y	WO 2016/170261 A1 (SAINT-GOBAIN GLASS FRANCE [FR]) 27 octobre 2016 (2016-10-27) cité dans la demande page 3, alinéa 4 page 5, alinéa 2; revendications -----	1-20
Y	WO 2015/019022 A1 (SAINT GOBAIN [FR]) 12 février 2015 (2015-02-12) cité dans la demande revendication 1 page 7, lignes 20-31 -----	1-20
A	WO 2012/134881 A1 (GUARDIAN INDUSTRIES [US]; KRASNOV ALEXEY [US] ET AL.) 4 octobre 2012 (2012-10-04) revendications -----	1-20
☐ Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents ☒ Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe		
* Catégories spéciales de documents cités:		
"A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent "E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date "L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée) "O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens "P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée "T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention "X" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément "Y" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier "&" document qui fait partie de la même famille de brevets		
Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée 17 octobre 2019		Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale 23/10/2019
Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016		Fonctionnaire autorisé Friederich, Pierre

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande internationale n°

PCT/FR2019/051897

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
WO 2016170261 A1	27-10-2016	CA 2981682 A1	27-10-2016
		CN 107466202 A	12-12-2017
		DK 3286149 T3	23-04-2019
		EP 3286149 A1	28-02-2018
		ES 2717824 T3	25-06-2019
		FR 3035397 A1	28-10-2016
		FR 3035398 A1	28-10-2016
		JP 2018517649 A	05-07-2018
		PL 3286149 T3	31-07-2019
		RU 2017135226 A	08-04-2019
		US 2018141845 A1	24-05-2018
		WO 2016170261 A1	27-10-2016
WO 2015019022 A1	12-02-2015	AU 2014304330 A1	17-03-2016
		CA 2918930 A1	12-02-2015
		CN 105431391 A	23-03-2016
		CN 109942206 A	28-06-2019
		EA 201690342 A1	30-06-2016
		EP 3030530 A1	15-06-2016
		FR 3009302 A1	06-02-2015
		KR 20160040192 A	12-04-2016
		US 2016194516 A1	07-07-2016
		US 2019062586 A1	28-02-2019
		WO 2015019022 A1	12-02-2015
		ZA 201600593 B	26-04-2017
WO 2012134881 A1	04-10-2012	EP 2695004 A1	12-02-2014
		US 2012251773 A1	04-10-2012
		WO 2012134881 A1	04-10-2012