

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE  
INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE  
PARIS

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

**3 015 973**

②1 N° d'enregistrement national : **13 63759**

⑤1 Int Cl<sup>8</sup> : **C 03 C 17/34 (2013.01), F 21 V 8/00**

⑫

## DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②2 Date de dépôt : 31.12.13.

③0 Priorité :

④3 Date de mise à la disposition du public de la demande : 03.07.15 Bulletin 15/27.

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

⑥0 Références à d'autres documents nationaux apparentés :

Demande(s) d'extension :

⑦1 Demandeur(s) : SAINT-GOBAIN GLASS FRANCE  
Société anonyme — FR.

⑦2 Inventeur(s) : MORLENS STEPHANIE, RONDET MAURICETTE, LALUET JEAN-YVES et GUISET PIER-RICK.

⑦3 Titulaire(s) : SAINT-GOBAIN GLASS FRANCE  
Société anonyme.

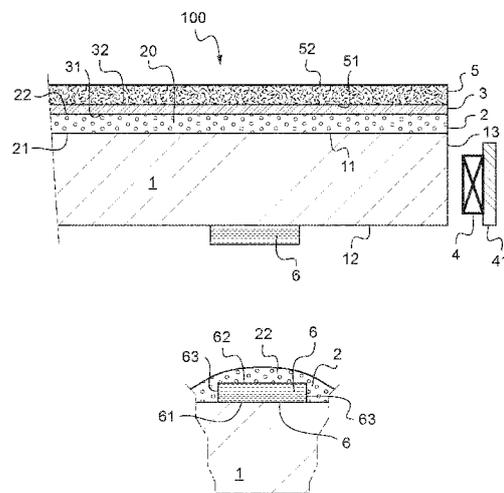
⑦4 Mandataire(s) : SAINT GOBAIN RECHERCHE  
Société anonyme.

⑤4 VITRAGE LUMINEUX AVEC ISOLATEUR OPTIQUE ET SA FABRICATION.

⑤7 La présente invention porte sur un vitrage lumineux (100) et sa fabrication, vitrage comportant:

- un premier substrat verrier (1), en verre minéral, d'indice de réfraction  $n_1$  inférieur à 1,6 à 550 nm, avec des première (11) et deuxième face principales (12) et une tranche (13), première face principale porteuse d'un premier revêtement (5) sous forme d'une peinture ou d'un émail, d'un isolateur optique comportant une couche de silice poreuse (2) d'épaisseur  $e_2$  d'au moins 300nm, d'indice de réfraction  $n_2$  à 550nm d'au plus 1,35 à 550nm,
- une source de lumière (4), de préférence un ensemble de diodes électroluminescentes, couplée optiquement au premier substrat verrier, le premier substrat verrier guidant la lumière émise par la source de lumière,
- des moyens d'extraction de lumière (6) associés au premier substrat verrier.

Il comprend un revêtement de protection (3), minéral et transparent, directement sur la couche de silice poreuse et directement sous le premier revêtement.



FR 3 015 973 - A1



## VITRAGE LUMINEUX AVEC ISOLATEUR OPTIQUE ET SA FABRICATION

La présente invention se rapporte au domaine de l'éclairage et plus particulièrement concerne un vitrage lumineux avec isolateur optique et sa fabrication.

5 Il est connu de former un vitrage lumineux en éclairant un verre par la tranche avec des diodes électroluminescentes. La lumière ainsi injectée est guidée par réflexion totale interne à l'intérieur de ce verre grâce au contraste d'indice avec les matériaux environnants. Cette lumière est ensuite extraite à l'aide d'un motif diffusant.

10 Le document WO2008/059171 propose, en relation avec la figure 5, un panneau lumineux à éclairage par la tranche comportant un guide plan, qui est un verre clair d'épaisseur 2 mm, dont la tranche est couplée à une source de lumière, qui est un réseau de diodes électroluminescentes, et comportant sur une première face principale :

- une couche poreuse discontinue, d'épaisseur de l'ordre de 300nm et d'indice  $n_2$  égal à 1,1, qui est une couche sol gel de silice poreuse,
- 15 - une couche diffusante sur la couche de silice poreuse et couvrant entièrement la première face.

Lorsque la source de lumière n'est pas allumée, le panneau présente un aspect blanc homogène et diffusant et sert par exemple comme cloison, pour préserver l'intimité (effet privacy). Lorsque la source de lumière est allumée, on perçoit par contraste les zones sans couche de silice poreuse, par exemples des bandes décoratives et/ou formant un élément de signalétique, un logo, une marque ...

20 Dans une variante, par exemple pour un carrelage mural, la couche de silice poreuse bas indice est continue, la couche diffusante est opaque, par exemple une laque, le guide plan est un carreau en verre épais de 6mm et on ajoute un réseau diffusant sur la face externe du carreau.

Cette couche poreuse, grâce à sa faible densité à un indice optique nettement inférieur à celui du verre permet d'isoler optiquement le verre de la laque.

Toutefois, il s'avère que cette solution n'est pas assez robuste ou à tout le moins son efficacité n'est pas optimale, on souhaite mieux encore contrôler l'extraction de lumière en un ou des points bien définis et par exemple bien répartis sur la surface du verre.

Pour pallier ces inconvénients, l'invention propose un vitrage lumineux comportant :

- 35 - un premier substrat verrier, en verre minéral (clair, extraclair), d'indice de réfraction  $n_1$  inférieur à 1,6 à 550 nm, mieux dans l'ensemble du spectre visible, avec des première et deuxième face principales et une tranche, première face principale porteuse

## 2

- 5 - d'un premier revêtement (absorbant et/ou diffusant) sous forme d'une peinture ou d'un émail, en contact optique avec la première face principale, premier revêtement notamment continu ou discontinu sur une zone du premier substrat ou sur plusieurs zones, même couvrant sensiblement le premier substrat,
- 10 - d'un isolateur optique, sur la première face principale (notamment directement sur la première face, au moins hors zone(s) avec moyens d'extraction de lumière) et sous le premier revêtement, l'isolateur optique comportant (de préférence étant constitué d') une couche de silice poreuse, notamment sol-gel, d'épaisseur  $e_2$  d'au moins 300nm et de préférence d'au plus 1,5 $\mu$ m, mieux d'au moins 400nm, d'indice de réfraction  $n_2$  à 550nm (mieux dans l'ensemble du spectre visible) d'au plus 1,35, de préférence d'au plus 1,25 et même inférieur à 1,2,
- 15 - une source de lumière, de préférence un ensemble de diodes électroluminescentes (alignées) ou une fibre optique extractrice, couplée optiquement au premier substrat verrier, de préférence par la tranche, dite tranche de couplage, ou en variante couplée optiquement à l'une des faces principales (notamment avec un trou pour loger des diodes), le premier substrat verrier guidant la lumière émise par la source de lumière,
- 20 - des moyens d'extraction de lumière (issue du guidage) associés au premier substrat verrier - notamment des moyens diffusants du côté de la première face principale et/ou du côté de (même de préférence sur) la deuxième face principale et/ou dans la masse du premier substrat verrier - moyens d'extraction de lumière éventuellement formant concentrateur de la lumière.

25 Le vitrage lumineux comprend en outre un revêtement de protection, minéral et transparent, directement sur la couche de silice poreuse et directement sous le premier revêtement.

La Demanderesse a constaté qu'en appliquant directement la peinture sur la couche de silice poreuse sa fonction d'isolateur optique était perdue.

30 Il est probable que les pores, en particulier ceux ouverts en surface, de la couche poreuse soient pollués par la peinture, tout particulièrement qu'un solvant (aqueux et/ou organique notamment tel que le xylène) de la peinture migre dans les pores au moment de la fabrication et reste piégé dans les pores même après un éventuel traitement thermique (pour fixer la peinture).

35 La Demanderesse a même constaté aussi qu'en appliquant directement un émail sur la couche de silice poreuse sa fonction d'isolateur optique était diminuée.

La transparence du revêtement de protection permet en particulier de préserver

la vision de la peinture ou de l'émail du côté deuxième face principale, par exemple à des fins décoratives.

La transparence du revêtement de protection est ici prise au sens large, impliquant une vision au travers, le revêtement de protection pouvant être incolore ou teintée, couleur neutre ou couleur vive. Le revêtement de protection peut être ajusté en fonction de la couleur de la peinture ou de l'émail utilisé à des fins décoratives, pour un complément de couleur.

Ce revêtement de protection peut être teinté par nature (de la matrice) et/ou par exemple par ajout d'additifs colorants, peut contenir comme un colloïde de métal, d'oxyde métallique ou de sel métallique. Comme sol-gel de silice coloré, on peut citer les exemples du document WO2013/054041.

Par simplicité, on peut préférer un revêtement de protection sans additifs ou charges, ou plus largement sans (nano)particules.

La peinture ou l'émail est généralement opaque (transmission lumineuse TL très faible voire nulle) tout comme la plupart des moyens d'extraction.

La transparence du revêtement de protection peut permettre aussi de préserver tout simplement la vision au travers du vitrage lumineux, par transparence dans une zone donnée (ou plusieurs) dépourvue du premier revêtement opaque (revêtement alors discontinu) et généralement également dépourvue des moyens d'extraction.

Le premier revêtement, notamment la peinture, peut alternativement laisser passer plus de lumière par exemple appliquée en couche fine et/ou en ajustant le taux de charges dans le liant.

La transparence du revêtement de protection peut permettre de l'appliquer directement sur la première face dans une zone donnée (ou plusieurs) :

- dépourvues du premier revêtement opaque (revêtement alors discontinu) et pourvues des moyens d'extraction au-dessus du revêtement de protection
- avec un premier revêtement (au moins dans cette zone) laissant passer la lumière.

Alors de préférence le revêtement de protection est choisi d'indice de réfraction  $n_3$  à 550nm (mieux dans l'ensemble du spectre visible) tel que l'écart  $n_3 - n_1$  est inférieur à 0,1 mieux d'au plus 0,05.

Le vitrage peut avoir une zone transparente majoritaire en surface, centrale ou périphérique :

- adjacente (à côté) et même contiguë (jointive) à une zone dite lumineuse avec les moyens d'extraction, entre deux zones lumineuses (latérales, longitudinales) même entourée d'une zone lumineuse (continue ou ensemble de motifs discrets),

## 4

- et/ou adjacente et même contiguë une zone décorative et/ou de masquage avec le premier revêtement (sur l'isolateur optique protégé), entre deux zones décorative et/ou de masquage (latérales, longitudinales) même entourée d'une zone décorative et/ou de masquage (continue ou ensemble de motifs discrets).

5

Le vitrage peut avoir une zone miroir majoritaire en surface, de préférence centrale :

- adjacente et même contiguë à une zone dite lumineuse avec les moyens d'extraction, entre deux zones lumineuses (latérales, longitudinales) même entourée d'une zone lumineuse (continue ou ensemble de motifs discrets),
- et/ou adjacente et même contiguë une zone décorative et/ou de masquage avec le premier revêtement (sur l'isolateur optique protégé), entre deux zones décorative et/ou de masquage (latérales, longitudinales) même entourée d'une zone décorative et/ou de masquage (continue ou ensemble de motifs discrets), de préférence périphérique.

10

15

Le revêtement de protection couvre de préférence toute la surface de la couche de silice poreuse par simplicité même le cas échéant dans une ou des aires sans premier revêtement.

20

L'ensemble premier substrat verrier, couche de silice poreuse et revêtement de protection peut présenter une transmission lumineuse  $T_L$  d'au moins 70%, 80% et même d'au moins 90%, notamment pour une épaisseur de 4mm voire de 2mm.  $T_L$  est mesurée selon la norme EN410 avec un illuminant D65.

25

L'émail comme la peinture présente donc une première surface principale, surface interne, en contact avec le revêtement de protection et une deuxième surface principale, surface externe, opposée à la première surface (donc plus éloignée du premier substrat verrier) qui est de préférence une surface, qui par exemple après installation :

- libre, est en regard d'une paroi opaque, notamment espacée d'au plus 1cm et fixée par des moyens mécaniques (vis, écrou clip etc),
- libre, est en regard d'une paroi vitrée d'un bâtiment (mur, cloison, plafond, toit) ou même d'un véhicule ou
- est visible voire même accessible (au toucher),
- est revêtue d'une colle pour être fixée à une paroi (carrelage mural etc).

30

35

Pour une simplicité de réalisation, le vitrage lumineux peut comprendre un seul substrat verrier en verre minéral et même dénué de substrat verrier en verre organique, rigide ou semi-rigide voire même souple, notamment polycarbonate PC, polyméthacrylate de méthyle PMMA, poly(téréphtalate d'éthylène) PET.

Dans certaines applications le feuilleteage est requis, feuilleteage avec un

deuxième substrat verrier en verre minéral, par exemple pour une cloison vitrée feuilletée, une porte vitrée d'entrée feuilletée, un vitrage feuilleté de véhicule (toit, pare-brise et même vitre latérale).

Aussi, la deuxième surface du premier revêtement peut être en contact avec un intercalaire de feuilletage -qui peut être transparent, clair, extraclair ou même teinté ou diffusant - avec un deuxième substrat verrier (souple, rigide ou semi rigide) en verre minéral qui peut être clair, extraclair ou même teinté ou diffusant.

Le deuxième substrat verrier peut aussi être en verre organique notamment souple comme :

- 10 - un PET de préférence feuilleté avec PVB ou EVA, PET fonctionnel (teinté, diffusant,
- ou un PE éventuellement avec une couche « dure » telle qu'un siloxane,
- ou encore un PU thermodurcissable feuilleté avec un intercalaire thermoplastique PU comme décrit dans le document EP132198.

15 Dans ce vitrage feuilleté, on peut avoir le système suivant : (isolateur optique/revêtement de protection) /premier revêtement/ premier intercalaire de feuilletage/ support tel que PET/ première électrode/ système optique électrocommandable /deuxième électrode/ support tel que PET/ autre intercalaire de feuilletage/deuxième substrat verrier.

20 Comme système optique électrocommandable on peut citer : cristaux liquides, valve optique (SPD), électrochrome, thermochrome. On peut citer les cristaux liquides décrits dans les demandes EP964288, EP0823653A1, EP0825478A1, EP0964288A3, EP1405131.

25 Le premier revêtement peut être discontinu. Dans ce cas on préfère que le premier revêtement soit en périphérie et éventuellement localement au centre dans une zone transparente.

30 Le vitrage lumineux peut alternativement être feuilleté par sa deuxième face avec un intercalaire de feuilletage avec un deuxième substrat verrier en verre minéral, clair, extraclair. L'intercalaire de feuilletage peut être transparent, clair, extraclair, diffusant en volume plutôt qu'en surface ou porteuse d'une couche diffusante (encre, couche imprimée) pour former (tout ou partie) les moyens d'extraction -.

35 Dans cette dernière configuration de feuilletage, le guidage se fait dans l'ensemble premier substrat/intercalaire de feuilletage/deuxième substrat la source de lumière peut être couplée optiquement au premier substrat verrier et au deuxième substrat verrier en étant éventuellement (tout ou partie) en regard de la tranche du deuxième substrat verrier.

D'ailleurs, les moyens d'extraction peuvent être sur l'intercalaire de feuilletage

et/ou le deuxième substrat.

Comme un intercalaire de feuillette (avec la première face ou la deuxième face), on peut choisir notamment une feuille de matière thermoplastique par exemple en polyvinylbutyral (PVB), en éthylène vinylacétate (EVA), en polyuréthane (PU), ou être en  
 5 résine pluri ou mono-composants réticulable thermiquement (époxy, PU) ou aux ultraviolets (époxy, résine acrylique).

Le vitrage lumineux, monolithique (notamment un seul verre minéral) ou feuilleté (avec verre minéral ou organique), peut faire partie d'un double ou triple vitrage, comme une fenêtre de bâtiment ou de véhicule (train etc) ou une porte de bâtiment ou de véhicule  
 10 (train etc). On préfère dans ce cas laisser une zone transparente sur la plupart du vitrage lumineux, en particulier zone centrale avec éventuel motif(s) (local) d'extraction. On préfère aussi placer le vitrage lumineux du côté intérieur du bâtiment ou du véhicule. Le vitrage lumineux peut même faire partie d'un double vitrage d'une porte d'équipement réfrigéré, notamment vertical. On préfère dans ce cas laisser une zone transparente sur la  
 15 plupart du vitrage lumineux avec un éventuel motif(s) (local) d'extraction. Le vitrage lumineux peut être le plus extérieur de l'équipement.

Le premier revêtement peut être :

- à fonction décorative (en un ou plusieurs motifs de forme et/ou de couleur distinctes, jointifs ou espacés)
- 20 - et/ou fonctionnelle par exemple :
  - avec un ou des motifs de signalisation et/ou à visée commerciale (LOGO etc) de forme et/ou de couleur distinctes, jointifs ou espacés
  - et/ou de masquage d'un élément plus éloigné de la deuxième surface principale en contact ou espacé du premier revêtement
  - 25 - et/ou pour séparer, préserver l'intimité entre deux espaces : cloison vitrée, porte ou fenêtre vitrée d'un réfrigérateur domestique.

Par simplicité de fabrication, le revêtement de protection peut être présent même dans la ou les zones dépourvues du premier revêtement, par exemple être une couche s'étendant sensiblement sur toute la première face principale, ou sur au moins 80% ou  
 30 au moins 90%.

Par simplicité de fabrication, l'isolateur optique (avec la couche de silice poreuse) peut être présent même dans la ou les zones dépourvues du premier revêtement, par exemple être une couche s'étendant sensiblement sur toute la première face principale, ou sur au moins 80% ou au moins 90% à l'exception le cas échéant de zone(s) avec les  
 35 moyens d'extraction sur la première face principale.

Le revêtement de protection peut comprendre, mieux est constitué d'un nitrure, un oxyde, un oxynitrure de préférence d'un des éléments suivants : Si, Ti, Zr, Al, ou

encore d'un des éléments suivants W, Sb, Hf, Ta, V, Mg, Mn, Co, Ni, Sn, Zn, Ce.

On ajuste l'épaisseur du revêtement de protection pour qu'il remplisse sa fonction de protection en fonction de sa nature, et, indirectement, en fonction de sa densité.

- 5 De manière avantageuse, le revêtement de protection comprend, mieux est constitué d'une couche de silice (dense) avec une épaisseur  $e_3$  supérieure à 50nm, même d'au moins 60nm ou encore d'au moins 80nm ou d'au moins 100nm et un indice de réfraction  $n_3$  d'au moins 1,4 et même d'au moins 1,42 même d'au moins 1,44.

- 10 Le choix de  $n_3$  révèle que le revêtement de protection est dense. Il est dénuée de pores traversants (de taille égale à  $e_3$  ou de l'ordre de  $e_3$  soit taille  $/e_3$  entre 1 et 2) et même on peut considérer qu'il est essentiellement dénué de pores à tout le moins avec une fraction volumique inférieure à 10%, mieux à 5%.

- 15 La couche de silice dense comporte une phase solide (essentiellement) continue, plutôt qu'une phase solide principalement sous forme de (nano)particules ou de cristallites.

Une couche de silice dense (notamment non rendue poreuse de manière intentionnelle) présente de manière classique un indice de réfraction à 550nm de l'ordre de 1,45 si déposée par dépôt physique en phase vapeur et entre 1,42 et 1,46 si obtenue par voie sol gel.

- 20 Lors d'essais, la Demanderesse a constaté qu'avec une épaisseur inférieure à 50nm la barrière aux polluants de la couche de silice poreuse était insuffisante tout particulièrement pour un premier revêtement qui est une peinture.

Les pertes optiques sont diminuées progressivement au-delà de 50nm. A partir de 80nm on constate une amélioration significative du guidage.

- 25 La couche poreuse peut être un empilement compact de nanoparticules de silice, par exemple obtenue par voie sol-gel, ou de préférence, une couche de silice comportant une matrice de silice (autrement appelée réseau de silice) contenant des pores et de préférence obtenue par voie sol-gel. On préfère tout particulièrement une couche poreuse comportant une phase solide (essentiellement) continue, formant ainsi les murs denses  
30 des pores, plutôt qu'une phase solide principalement sous forme de (nano)particules ou de cristallites.

- Pour fabriquer la couche sol gel de silice poreuse, il existe différents agents porogènes. Le document EP1329433 divulgue ainsi une couche de silice poreuse élaborée à partir d'un sol de tétraéthoxysilane (TEOS) hydrolysé en milieu acide avec un  
35 agent porogène à base de polyéthylène glycol tert phényle éther (dit Triton) à une concentration entre 5 et 50 g/l. La combustion de cet agent porogène à 500°C libère les pores. Cet agent porogène non localisé est de forme indéterminée et se répand dans la

structure de façon incontrôlée.

D'autres agents porogènes connus tels que des micelles de molécules tensioactives cationiques en solution et, éventuellement, sous forme hydrolysée, ou de tensioactifs anioniques, non ioniques, ou des molécules amphiphiles, par exemple des copolymères blocs. De tels agents génèrent des pores sous forme de canaux de petite  
5 largeur ou des pores plus ou moins ronds de petite taille entre 2 et 5 nm.

On préfère une couche poreuse obtenue avec un agent porogène particulière comme des billes polymériques qui permet quant à lui une meilleure maîtrise de la taille des pores, notamment l'accès à des grandes tailles, une meilleure maîtrise de  
10 l'organisation des pores notamment une distribution homogène, ainsi qu'une meilleure maîtrise du taux de pores dans la couche et une meilleure reproductibilité. Les billes polymériques peuvent être un cœur polymérique et une écorce minérale

La plus petite dimension caractéristique des pores peut être encore plus préférentiellement supérieure ou égale à 30 nm et de préférence inférieure à 120 nm  
15 mieux à 100 nm. Et de préférence également, la plus grande dimension caractéristique des pores peut être encore plus préférentiellement supérieure ou égale à 30 nm et de préférence inférieure à 120 nm mieux à 100 nm.

Le facteur de forme plus grande dimension divisé par plus petite dimension peut être inférieur à 2 et même à 1,5.

Dans un mode de réalisation préféré, la couche de silice poreuse est une matrice  
20 de silice avec des pores fermés (de préférence délimités par les parois de la silice) en volume, et en particulier une porosité ouverte en surface, notamment pores fermés de forme sensiblement ovale ou sensiblement sphérique, chacun de plus petite dimension d'au moins 30nm et de plus grande dimension d'au plus 120nm, de préférence entre 75nm  
25 et 100nm, le revêtement de protection comprend une couche avec une épaisseur  $e_3$  supérieure à la plus grande dimension des pores et de préférence submicronique.

La couche poreuse à pores fermés en volume est mécaniquement stable, elle ne s'effondre pas même pour des fortes concentrations de pores. Les pores peuvent être aisément séparés les uns des autres, bien individualisés.

Les pores peuvent avoir une forme allongée, notamment en grain de riz. Encore  
30 plus préférentiellement, les pores peuvent avoir une forme sensiblement sphérique ou ovale. On préfère que la majorité des pores fermés, voire au moins 80% d'entre eux, aient une forme donnée sensiblement identique, notamment allongée, sensiblement sphérique ou ovale.

La majorité des pores fermés, (voire entre 80% ou même 95% ou mieux tous),  
35 peuvent avoir de préférence une plus petite dimension caractéristique, et de préférence une plus grande dimension également, entre 75 et 100 nm.

Dans la couche poreuse, les pores peuvent être de dimensions différentes, bien que ce ne soit pas préféré.

La porosité peut être en outre monodisperse en taille, la taille des pores étant alors calibrée à une valeur minimale de 30 nm, de préférence 40 nm encore plus  
5 préférentiellement 50 nm et de préférence inférieure à 120 nm.

La proportion en volume de pores peut être de préférence supérieure à 50% et même à 65% et de préférence inférieure à 85%.

Il doit être noté cependant que la fraction volumique maximale de 74 % est la valeur maximale théorique appliquée à un empilement de sphères de dimension  
10 identique, quelle qu'elle soit.

Le premier revêtement peut être en regard des moyens d'extraction (donc de la zone lumineuse), notamment associés à la deuxième face principale, et suffisamment absorbant, opaque pour ne pas voir de la lumière du côté de la première face principale, un halo lumineux.

15 La couche de silice poreuse, notamment couvrant la majorité et même au moins 80% ou au moins 90% de la première face principale, présente au moins une discontinuité, notamment de largeur au moins centimétrique.

Dans une première réalisation, la couche de silice poreuse couvre partiellement la première face, présentant ainsi une première zone dite d'isolation optique comportant  
20 en outre le revêtement de protection et le premier revêtement continu ou discontinu, première zone d'isolation optique de préférence plus proche de la source de lumière que les moyens d'extraction et ce qu'une zone adjacente et de préférence contigüe à la première zone d'isolation optique comporte les moyens d'extraction, notamment formés  
25 par le premier revêtement, moyens d'extraction directement sur la première face principale ou directement sur le revêtement de protection alors directement sur la première face principale et d'indice de réfraction  $n_3$  à 550nm tel que  $n_1 - n_3$  soit inférieur à 0,1.

Dans la discontinuité les moyens d'extraction (tout ou partie des moyens d'extraction), sont formés par le premier revêtement de préférence couvrant la majorité  
30 et même au moins 80% ou au moins 90% de la première face principale.

Les moyens d'extraction sont éventuellement une couche diffusante suffisamment épaisse ou sous une surcouche opaque sur les moyens d'extraction pour que la lumière ne traverse pas ou forme halo lumineux, surcouche qui peut être en matière identique ou distincte du premier revêtement ou de la couche diffusante

35 Eventuellement la couche de silice poreuse est discontinue présentant ainsi une deuxième zone dite d'isolation optique comportant en outre le revêtement de protection et le premier revêtement continu ou discontinu deuxième zone dite d'isolation optique, la

zone d'extraction étant entre la première et la deuxième zone d'isolation optique notamment adjacente et même contigüe à la première et la deuxième zone d'isolation optique

5 Dans une réalisation, la couche de silice poreuse couvre partiellement la première face et est discontinue, présentant ainsi une première zone dite d'isolation optique comportant en outre le revêtement de protection et le premier revêtement continu ou discontinu, première zone d'isolation optique de préférence plus proche de la source de lumière que les moyens d'extraction et présentant ainsi une deuxième zone dite d'isolation optique comportant en outre le revêtement de protection et le premier  
10 revêtement (5) continu ou discontinu. Une zone dite d'extraction comporte les moyens d'extraction est entre la première et la deuxième zone d'isolation optique de préférence adjacente et même contigüe à la première et la deuxième zone d'isolation optique.

Et les moyens d'extraction sont formés par le premier revêtement, moyens d'extraction directement sur la première face principale ou directement sur le revêtement  
15 de protection qui est alors directement sur la première face principale et d'indice de réfraction  $n_3$  à 550nm tel que  $n_1 - n_3$  soit inférieur à 0,1.

Dans une réalisation, typiquement dans le cas d'une pluralité de discontinuités ou d'une large discontinuité, la couche de silice poreuse, notamment couvrant la majorité et même au moins 80% ou même au moins 90% de la première face principale, présente  
20 au moins une discontinuité notamment de largeur au moins centimétrique. La couche de silice poreuse présente ainsi au moins une première zone dite d'isolation optique et une deuxième zone dite d'isolation optique séparées par la discontinuité, première et deuxième zones disjointes ou interconnectées.

Dans une réalisation, la couche de silice poreuse est discontinue, présentant  
25 ainsi au moins un première zone dite d'isolation optique et une deuxième zone dite d'isolation optique séparées par une zone de discontinuité, le revêtement de protection et le premier revêtement continu ou discontinu sont présents dans la première zone d'isolation optique, de préférence plus proche de la source de lumière que les moyens d'extraction et:

- 30 - la zone de discontinuité comporte, et de préférence forme, une zone de transparence, de préférence plus centrale que la première zone d'isolation optique, les moyens d'extraction étant en regard ou décalés de la zone de discontinuité, notamment de surface supérieure à une zone lumineuse formée par les moyens d'extractions et/ou à la première zone d'isolation optique,
- 35 - et/ou la zone de discontinuité comporte et de préférence étant formée d'une couche (mono ou multicouche) formant un miroir ou un miroir espion, de préférence zone plus centrale que la première zone d'isolation optique directement sur la première

face principale, couche miroir éventuellement avec une surcouche (de protection ou de masquage arrière) formée par le premier revêtement notamment réparti sur toute la première face avec des discontinuités ou même pleine couche couvrant sensiblement la première face.

5 Des exemples de couches formant miroir espion sont décrits dans le brevet WO2012/035258.

Dans une réalisation, la couche de silice poreuse, le revêtement de protection et le premier revêtement s'étendent sur une portion de la première face principale par exemple d'au plus 20% même d'au plus 10% du premier substrat. En outre, les moyens  
10 d'extraction (une surface ou surface cumulée de toutes les zones d'extraction disjointes) peuvent s'étendre sur une portion du vitrage lumineux par exemple d'au plus 40% même 30% ou 20% du vitrage.

Dans une réalisation, la couche de silice poreuse, le revêtement de protection et le premier revêtement continu ou discontinu s'étendent sur une portion de la première  
15 face principale notamment sur une portion sur et en périphérie de la première face principale dite bordure d'isolation optique, ladite portion ou bordure étant du côté du couplage optique avec la source de lumière et à côté de la portion ou bordure est présente une zone de transparence et/ou une zone avec les moyens d'extraction de lumière.

20 Par exemple avec un clair de vitre comportant un motif (local) d'extraction de lumière (décor ou signalisation en lumière continue ou clignotante), ils couvrent une portion sur et en périphérie de la première face principale, ladite portion (bordure) étant du côté du couplage optique avec la source de lumière voire forme un cadre sur et en périphérie de la première face. Les moyens d'extraction peuvent être du côté (directement  
25 sur) de la première face qui après montage du vitrage lumineux n'est pas aisément accessible de préférence.

Cette portion périphérique est par exemple large d'au plus 10cm, le long de la tranche de couplage et le long d'un ou des autres tranches. Il s'agit par exemple d'un émail noir en bande pleine ou sous forme de motifs, notamment avec une décroissance  
30 de la taille des motifs en s'éloignant de la (chaque) tranche, émail utilisé dans une porte vitrée d'équipement réfrigéré par exemple.

La peinture, de préférence une laque, est par exemple à base de résines PU à isocyanate bloqué, avec une réticulation à environ 170°C quelques minutes, et avec des matières minérales (pigments et charges) notamment à hauteur de 55% en masse.  
35 D'autres peintures utilisent des systèmes bi composant sans cuisson. L'épaisseur sèche est souvent entre 30 et 60µm et peut varier suivant les teintes.

Le premier revêtement peut être une laque telle que décrite dans la demande GB2412929 ou encore WO2009/081077.

La laque du premier revêtement selon l'invention comprend de préférence comme liant une résine synthétique, sous forme liquide avant dépôt et adaptée au séchage en four.

Le liant est avantageusement une résine polyuréthane, obtenue par réticulation, par un isocyanate ou un polyisocyanate, de résines hydroxylées, notamment des résines polyesters ou polyéthers, ou de préférence des résines acryliques (ou polyacrylates), lesquelles présentent une résistance aux rayonnements ultraviolets élevée. Dans ce cas, la résine acrylique hydroxylée est de préférence issue de la polymérisation d'un styrène acrylique, tandis que l'isocyanate (ou polyisocyanate) ne comporte avantageusement pas de groupement du type aromatique. Cette combinaison particulière permet notamment d'obtenir de faibles perméabilités, de bonnes propriétés mécaniques (par exemple en terme de résistance à la rayure), et une résistance élevée au rayonnement ultraviolet.

La laque peut comprendre un liant à base de résine acrylique, notamment réticulée avec de la mélamine et/ou un isocyanate.

Le liant de la laque du premier revêtement selon l'invention peut également contenir ou être à base de résine(s) alkyde(s), obtenues par réaction chimique entre au moins un polyol, au moins un polyacide et au moins un acide gras ou une huile. Ces alkydes sont de préférence courtes en huile, c'est-à-dire que la teneur pondérale en huile ou acide gras dans la résine est de préférence inférieure ou égale à 40%. Les polyols peuvent être par exemple des composés du glycérol ou du pentaéarithritol. Les polyacides peuvent être à base d'anhydride phtalique. Les huiles peuvent être siccatives (telles que l'huile de lin, de bois ou de chine), semi-siccatives (telles que l'huile de soja, de tall, de carthame ou de ricin déshydraté), ou encore non siccatives (comme l'huile de coprah ou de ricin). Afin d'améliorer leurs propriétés de résistance à l'eau, les liants alkydes peuvent également être modifiés par des monomères tels que le styrène, le vinyltoluène ou des acrylates ou par des résines phénoliques ou époxydiques. Des résines alkydes aminoplastes réticulant sous l'effet de la chaleur sont des liants particulièrement avantageux de la laque du premier revêtement selon l'invention. Le réticulant aminoplaste est de préférence une résine urée-formol ou mélamine-formol, qui confèrent une bonne résistance à l'eau, notamment lorsqu'elles sont apportées à raison de 20 à 30% en masse par rapport au liant alkyde sec.

La laque peut également comprendre un liant à base de résine acrylique thermodurcissable, par exemple obtenue par réticulation d'une résine acrylique carboxylée par une résine époxydique, formo-phénolique ou mélamine-formol, d'une

résine acrylique à fonction carboxamide par un liant époxydique ou alkyde, ou encore d'une résine acrylique à fonction époxydique par des acides ou des polyamines.

Le premier revêtement qui est une peinture peut être pourvue d'une sous couche promotrice d'adhésion, encore appelée primaire d'adhésion, transparent, située  
5 entre le revêtement de protection et la peinture et dont la fonction est d'améliorer l'adhésion. Cette sous-couche est de préférence à base de silanes qui permettent d'éviter les risques de décollement dus à l'humidité. Des agents promoteurs d'adhésion, comme des silanes, peuvent également être dispersés dans la peinture.

Aussi, dans une configuration, un agent promoteur d'adhésion, notamment à  
10 base de silanes, est présent, sous forme de couche interposée entre la peinture et le revêtement de protection et/ou entre la peinture et une feuille intercalaire polymère (feuilletage avec deuxième substrat verrier comme déjà décrit), et/ou dispersé dans la peinture.

Afin d'optimiser l'adhésion entre la peinture et une éventuelle feuille intercalaire  
15 polymère, on soumet de préférence la peinture à l'action d'un plasma, notamment par un traitement du type décharge couronne, avant traitement thermique. Dans le même but, il est également possible de déposer sur la peinture des silanes, par exemple par pulvérisation ou chiffonnage. Ces traitements permettent d'utiliser des peintures, notamment des laques, dont l'adhésion avec les feuilles intercalaires polymères est  
20 naturellement faible. Ils génèrent néanmoins un surcoût et ne sont de ce fait pas préférés.

La laque comprend avantageusement des pigments, minéraux et/ou organiques, de préférence minéraux, afin de conférer les propriétés esthétiques voulues. Ces pigments sont de préférence du type résistant au rayonnement ultraviolet et à l'humidité. Parmi les pigments employés, on trouve par exemple des oxydes de titane ou de  
25 zirconium éventuellement dopés par des ions d'éléments de transition, ou encore des oxydes mixtes du type zircon ( $ZrSiO_4$ ). Les pigments sont de préférence exempts de métaux lourds tels que le cadmium ou le plomb.

La laque peut également contenir des charges minérales destinées à optimiser ses paramètres physico-chimiques, par exemple sa viscosité. La teneur totale en espèces  
30 minérales (pigments et charges) de la laque est de préférence, exprimée en pourcentage massique, comprise entre 40 et 70%, voire entre 50 et 60%.

La laque du premier revêtement selon l'invention peut être déposée avec tout type de procédé connu de l'homme du métier, comme le rideau, la pulvérisation pneumatique, la sérigraphie ou le « roll-coating ». Le procédé de sérigraphie présente  
35 l'avantage de pouvoir ne revêtir qu'une partie du premier substrat sans masquage.

Le procédé de roll-coating consiste à faire passer le premier substrat (avec l'isolateur optique et le revêtement de protection) entre deux rouleaux, dont l'un (en

général le rouleau supérieur) est enduit de laque. Pour des raisons de coût, le procédé employé est de préférence le rideau dans lequel on crée un écoulement de laque sur une ligne sensiblement perpendiculaire à la direction de défilement des substrats, permettant ainsi de revêtir toute la surface desdits substrats (déjà avec l'isolateur optique et le revêtement de protection). Le débit de laque et la vitesse de défilement du substrat sont réglés de manière à obtenir un dépôt de l'épaisseur désirée, de préférence 100 à 200µm à l'état humide. Le premier substrat (avec l'isolateur optique et le revêtement de protection) et revêtu de la laque est ensuite soumis à un traitement thermique permettant de durcir la laque, plus précisément d'évacuer le solvant et d'effectuer les réactions de polymérisation et/ou de réticulation des résines employées comme liant. La température employée est de préférence comprise entre 50 et 250°C, notamment entre 100 et 200°C afin de conférer à la laque un degré de réticulation apte à diminuer sa perméabilité à l'eau. L'épaisseur de la couche de laque après durcissement est de préférence comprise entre 20 et 100µm, notamment entre 40 et 70µm afin d'obtenir l'opacité désirée.

L'émail du premier revêtement peut être de n'importe quelle couleur et comporte de la fritte de verre fondue et d'autres matières notamment minérales (pigments, charges etc).

Les moyens d'extraction forment une ou plusieurs motifs ou zones lumineuses

La ou les zones lumineuses peuvent être :

- à fonction décorative, lumière d'ambiance (en un ou plusieurs motifs de forme et/ou de couleur distinctes, jointifs ou espacés)

et/ou

- fournir un éclairage architectural

- fournir un éclairage directionnel (moyens d'extraction concentrateur de lumière)

- avec un ou des motifs de signalisation et/ou à visée commerciale (LOGO etc) de forme et/ou de couleur distinctes, jointifs ou espacés

Pour l'extraction de la lumière on emploie des moyens de diffusion, formés soit par un traitement superficiel du verre du type sablage, attaque acide, dépôt d'émail ou de pâte diffusante, soit par un traitement dans la masse du verre de type gravure laser.

Les moyens d'extraction diffusants, sont sous forme d'une texturation de surface, notamment de la première ou de la deuxième face, ou d'une couche diffusante notamment un émail, une peinture, une encre (blanc de préférence ou autre en fonctions des zones des besoins) ou encore un sticker diffusant (amovible)

Les moyens d'extraction forment un concentrateur de lumière (émission de lumière dirigée) par exemple

- moyen réfléchissant en regard de moyen d'extraction pour réfléchir les rayons

extraits selon une direction donnée comme décrit dans FR2989176,

- lentille comme décrit dans le document WO2005/018283,
- premier substrat verrier en biseau notamment avec un angle aigue inférieur ou égal à  $45^\circ$ , décrit dans le document FR2987043 (notamment exemple en figure 2) avec réflecteur qui est une surface réfléchissante et/ou polie.

5

Les moyens d'extraction (tout ou partie) peuvent être du côté de la deuxième face principale notamment plutôt que sous la couche de silice poreuse occupant sensiblement toute la première face principale.

Selon une caractéristique, une couche diffusante, notamment le premier revêtement ou un autre émail, est blanche en présentant une clarté  $L^*$  d'au moins 50 et fait partie ou forme les moyens d'extraction. La couleur est définie de manière connue par les paramètres  $L^*$ ,  $a^*$  et  $b^*$  est mesurée par un spectrocolorimètre.

10

15

En cas de couche diffusante sur la première face, la couche de silice poreuse peut être déposée uniquement adjacente et même contigüe à la couche diffusante (de part et d'autre) ou bien recouvrir également la couche diffusante ou même une zone dépolie.

La couche diffusante qui est sur la première face, est de préférence avec un facteur de réflexion diffuse supérieur ou égal à 50%, voire à 80%.

20

La couche diffusante qui est sur la deuxième face, de préférence est de facteur de transmission diffuse supérieur ou égal à 50%, voire à 80%.

La couche diffusante peut être un ensemble de motifs diffusants qualifié de réseau diffusant tout particulièrement pour une zone lumineuse de grande taille souhaitée la plus uniforme possible.

25

Ce réseau diffusant ou rétrodiffusant peut donc être formé de motifs diffusants par exemple de largeur (moyenne) de 0,2mm à 2mm, préférentiellement inférieure à 1mm et d'épaisseur micronique par exemple de 5 à 10 $\mu$ m. L'espacement (moyen) entre les motifs peut être 0,2 à 5mm. Pour former ce réseau on peut texturer une couche.

30

Dans la ou les zones lumineuses (du côté opposé à la face avec moyen d'extraction tel que l'émail et/ou du côté de la face avec moyen d'extraction tel que l'émail), l'éclairage peut être du type lambertien et non directionnel, suivant un axe de propagation de la lumière. Ainsi, la luminance a l'avantage d'être sensiblement égale quel que soit l'angle d'observation.

35

De préférence, le premier substrat verrier revêtu des moyens d'extraction, notamment émail, présente une transmission lumineuse inférieure à 45% voire à 40% ou même à 35%.

Les moyens d'extraction, notamment émail, s'étendent, par exemple sur la totalité d'une face du premier substrat, de manière discontinue ou selon des formes

géométriques éparses aux lignes courbes et/ou droites. L'émail est par exemple à géométrie fractale.

Selon une autre caractéristique, les moyens d'extraction s'étendent de manière discontinue et délimite des zones sombres notamment des motifs de formes  
5 géométriques éparses aux lignes courbes et/ou droites, notamment de longueur (plus grande dimension) au moins centimétrique.

La zone lumineuse peut couvrir une partie de la surface, laisser ainsi au moins une première zone sombre, c'est-à-dire non lumineuse peut couvrir une partie de la surface, laisser ainsi au moins une première zone, zone sombre qui est choisie parmi une  
10 zone transparente (clair de vitre...) ou une zone décorative par un revêtement opaque et/ou coloré tel que le premier revêtement, ou encore une zone réfléchissante notamment miroir par exemple formée par une argenture couverte par une peinture de protection à l'oxydation,

Le miroir est par exemple le produit SGG Miralite de la société SAINT-GOBAIN  
15 GLASS, avec une peinture de protection à l'oxydation, l'argenture du miroir étant disposée sur la même face que le premier revêtement et/ou les moyens d'extraction (émail, peinture) sur une face opposée. En variante, le miroir est à base de chrome tel que le produit SGG Mirastar de la société SAINT-GOBAIN GLASS, le chrome étant sur la face du verre porteuse du le premier revêtement et/ou des moyens d'extraction (émail,  
20 peinture) ou la face opposée.

La largeur maximale, la largeur correspondant à la plus petite dimension surfacique de cette zone lumineuse (de toute forme possible), peut être de préférence inférieure à 200 mm voire inférieure ou égale à 100 mm, notamment pour laisser une surface de zone sombre importante. La largeur est constante ou variable.

25 La zone lumineuse peut être une zone périphérique, notamment le long d'au moins un bord, selon par exemple au moins une bande ou un dessin, tandis que la zone sombre est davantage centrale (et plus éloignée de la source de lumière)..

La couche diffusante (tout ou partie des moyens d'extraction), notamment émail, peut être une couche continue en surface, de largeur inférieure à 200 mm, voire à  
30 100 mm et encore plus préférentiellement inférieure ou égale à 50 mm, ou être discontinue et formée d'un ensemble de motifs fins, de largeur (dimension minimale du motif) inférieure à 200 mm, voire à 100 mm et encore plus préférentiellement inférieure ou égale à 50 mm.

Les motifs d'extraction, diffusants sont par exemple géométriques : bande  
35 rectiligne ou courbée, des ronds concentriques, des L. etc. Les motifs sont identiques ou distincts, parallèle entre eux ou non, avec une distance entre eux identiques ou non.

Dans un mode de réalisation préféré, la couche diffusante (tout ou partie des moyens d'extraction) est constituée de particules agglomérées dans un liant, lesdites particules présentant un diamètre moyen compris entre 0,3 et 2 microns, ledit liant étant dans une proportion comprise entre 10 et 40% en volume et les particules formant des agrégats dont la dimension est comprise entre 0,5 et 5 microns. Cette couche diffusante préférée est particulièrement décrite dans la demande WO0190787.

Les particules peuvent être choisies parmi des particules semi-transparentes et de préférence des particules minérales telles que des oxydes, des nitrures, des carbures. Les particules seront de préférence choisies parmi les oxydes de silice, d'alumine, de zircon, de titane, de cérium, ou d'un mélange d'au moins deux de ces oxydes. Pour l'extraction de la lumière on emploie des moyens de diffusion, formés soit par un traitement superficiel de la feuille de verre du type sablage, attaque acide, dépôt d'émail ou de pâte diffusante, soit par un traitement dans la masse du verre de type gravure laser.

La couche diffusante (tout ou partie des moyens d'extraction) peut être composée d'éléments contenant des particules et un liant, le liant permettant d'agglomérer entre elles les particules. Les particules peuvent être métalliques ou des oxydes métalliques, la taille des particules peut être comprise entre 50 nm et 1  $\mu$ m, de préférence le liant peut être minéral pour une résistance à la chaleur.

La couche diffusante (tout ou partie des moyens d'extraction) peut être composée d'éléments contenant des particules et un liant, le liant permettant d'agglomérer entre elles les particules. Les particules peuvent être métalliques ou des oxydes métalliques, la taille des particules peut être comprise entre 50 nm et 1  $\mu$ m, de préférence le liant peut être minéral pour une résistance à la chaleur.

Dans un mode de réalisation préféré, la couche diffusante (tout ou partie des moyens d'extraction) est constituée de particules agglomérées dans un liant, lesdites particules présentant un diamètre moyen compris entre 0,3 et 2 microns, ledit liant étant dans une proportion comprise entre 10 et 40% en volume et les particules formant des agrégats dont la dimension est comprise entre 0,5 et 5 microns. Cette couche diffusante préférée est particulièrement décrite dans la demande WO0190787.

Les particules peuvent être choisies parmi des particules semi-transparentes et de préférence des particules minérales telles que des oxydes, des nitrures, des carbures. Les particules seront de préférence choisies parmi les oxydes de silice, d'alumine, de zircon, de titane, de cérium, ou d'un mélange d'au moins deux de ces oxydes.

Par exemple, on choisit une couche minérale diffusante (tout ou partie des moyens d'extraction) d'environ 10  $\mu$ m.

Avantageusement, une zone lumineuse est un aplat d'émail (donc une zone pleine par opposition à un réseau de motifs ponctuels type points millimétriques) notamment de longueur (plus grande dimension) au moins centimétrique.

Selon une caractéristique, l'émail d'extraction présente la composition suivante

- 5
- entre 20 et 60 % en poids de  $\text{SiO}_2$ ,
  - 10 à 45 % en poids de pigments réfractaires, notamment de  $\text{TiO}_2$ , notamment de taille micronique
  - de préférence pas plus de 20 % en poids d'alumine et/ou d'oxyde de zinc.

10 Les pigments  $\text{TiO}_2$  rendent l'émail suffisamment opaque (pour visualiser l'émail à l'état off) et abaissent la TL. Des exemples de composition d'émail d'extraction peuvent être l'émail sous la dénomination Ferro 194011 commercialisé par l'entreprise FERRO, la référence AF5000 commercialisé par la société JM, la référence VV30-244-1 commercialisé par Pemco sont très blancs avec une brillance supérieure à 20 et présentent une transmission lumineuse basse, inférieure à 40 %.

15 Avantageusement, les diodes sont disposées de manière à injecter de la lumière par la tranche de la première feuille de verre selon deux côtés opposés parallèles.

20 Comme source de lumière on peut choisir une fibre optique extractrice, avec une face émettrice latérale (couplée à une source de lumière primaire qui est typiquement une diode). On utilise par exemple la fibre optique de 3M dite 3M™ Precision Lighting Elements.

25 On préfère des diodes. Les diodes peuvent être (pré) encapsulées, c'est-à-dire comprenant une puce semi-conductrice et une enveloppe, par exemple en résine type époxy ou en PMMA, encapsulant la puce et dont les fonctions sont multiples : élément diffusant ou de focalisation, conversion de longueur d'onde. L'enveloppe est commune ou individuelle.

Les diodes peuvent être de préférence simples puces semi-conductrices par exemple de taille de l'ordre de la centaine de  $\mu\text{m}$  ou du mm. Leur largeur est de préférence inférieure à l'épaisseur du premier substrat verrier surtout si non feuilleté côté deuxième face.

30 Les diodes peuvent éventuellement comprendre une enveloppe protectrice (provisoire ou non) pour protéger la puce lors de manipulations ou pour améliorer la compatibilité entre les matériaux de la puce et d'autres matériaux.

La diode peut être choisie notamment parmi au moins l'une des diodes électroluminescentes suivantes :

- 35
- une diode à émission latérale, c'est-à-dire parallèlement aux (faces de) contacts électriques, avec une face émettrice latérale par rapport au support,

- une diode dont la direction principale d'émission est perpendiculaire ou oblique par rapport la face émettrice de la puce.

Le diagramme d'émission d'une source peut être lambertien.

De préférence la distance entre les puces et la première feuille est inférieure ou  
5 égale à 2 mm

La lumière extraite du motif d'extraction peut clignoter, changer de couleur grâce à des moyens de pilotage de la source de lumière par exemple un ensemble de diodes émettrices de blanc ou encore de rouge, de vert, de bleu et de préférence également de blanc.

10 Pour une isolation optique tenant compte de l'épaisseur de peau on préfère que :

- lorsque  $n_2$  est inférieur ou égal à 1,3,  $e_2$  est d'au moins 600nm
- lorsque  $n_2$  est inférieur ou égal à 1,25,  $e_2$  est d'au moins 500nm
- lorsque  $n_2$  est inférieur ou égal à 1,2,  $e_2$  est d'au moins 400nm.

Par sécurité on choisit  $e_2$  est d'au moins 600nm et même d'au moins 700nm ou  
15 d'au moins 800nm.

Le premier substrat verrier employé peut être tout type de verre plat, (éventuellement bombé par les procédés de bombage connus de l'homme du métier, lorsqu'il s'agit de revêtir des surfaces courbes). Il peut s'agir de verres monolithiques, c'est-à-dire composés d'une seule feuille de verre, laquelle peut être produite par le  
20 procédé « float » permettant d'obtenir une feuille parfaitement plane et lisse, ou par des procédés d'étirage ou de laminage.

A titre d'exemples de matériaux verriers, on peut citer le verre float (ou verre flotté) de composition sodo-calcique classique, éventuellement durci ou trempé par voie thermique ou chimique, un borosilicate d'aluminium ou de sodium ou toute autre  
25 composition.

Le verre peut être clair, extra-clair, à très faible teneur en oxyde(s) de fer. Il s'agit par exemple des verres commercialisés dans la gamme « DIAMANT » par SAINT-GOBAIN GLASS.

Le substrat peut être un vitrage en verre silicosodocalcique, notamment  
30 extraclair, et le substrat revêtu peut présenter :

- une transmission du rayonnement lumineux supérieure ou égale à 91% voire supérieure ou égale 92% ou même 93% ou 94% à 550 nm ou de préférence sur toute la gamme visible,
- et/ou une réflexion du rayonnement lumineux inférieure ou égale à 7%, voire  
35 inférieure ou égale à 4%, à 550 nm ou de préférence sur toute la gamme visible.

La tranche couplée optiquement peut être façonnée,façonnage automobile

(arrondi ), droit.

Un mode de réalisation préféré dans le cas où le premier revêtement est une laque blanche ou de couleur ivoire consiste à utiliser comme premier substrat verrier un verre extra-clair, c'est-à-dire dont la teneur en oxyde de fer est inférieure à 250ppm, de  
5 préférence inférieure ou égale à 200ppm, voire à 150ppm, et dont la transmission lumineuse sous illuminant D65 est supérieure à 89%, notamment 90% pour une épaisseur de 4mm. Il a été trouvé que les propriétés optiques d'un tel verre permettaient d'obtenir un excellent rendu de la couleur blanche ou ivoire de la laque alors que la teinte résiduelle verte des verres clairs courants, dont la teneur en oxyde de fer est de l'ordre de  
10 1000ppm est particulièrement mise en évidence.

L'épaisseur du premier substrat verrier est de préférence comprise entre 2 et 19mm, de préférence entre 4 et 10mm, plus particulièrement entre 5 et 9mm.

Le premier substrat verrier peut être trempé et/ou bombé même après être revêtu.

15 Le premier substrat verrier avec la couche sol gel et le revêtement de protection peut avoir été traité thermiquement, à une température supérieure ou égale à 450°C de préférence supérieure ou égale à 600°C, notamment est même un verre trempé, bombage trempé.

20 De préférence, par simplicité, la couche de silice poreuse est une couche sol-gel et le revêtement de protection comprend, mieux est constituée, d'une couche de silice sol-gel plutôt qu'un dépôt physique en phase vapeur PVD notamment magnétron (c'est-à-dire par pulvérisation cathodique assistée par magnétron) de la couche de silice (ou autre oxyde) sont plus onéreux et long du fait du caractère isolant électrique de la silice et compliquant la fabrication.

25 La silice poreuse et/ou du revêtement de protection peut être minérale ou même hybride minéral organique. La silice peut être dopée. Les éléments dopants peuvent de préférence être choisis parmi Al, Zr, B, Sn, Zn. Le dopant est introduit pour remplacer les atomes de Si dans un pourcentage molaire pouvant de préférence atteindre 10%, encore plus préférentiellement jusqu'à 5%.

30 Avantagement, le premier substrat est feuilleté par un intercalaire de feuilletage à un deuxième substrat verrier en verre minéral ou organique, intercalaire de feuilletage soit sur la deuxième face soit sur le premier revêtement et/ou le premier substrat fait partie d'un double ou triple vitrage, vitrage isolant ou sous vide, et de préférence le revêtement de protection est une surface libre, éventuellement hors zone  
35 d'assemblage.

A titre d'exemples, le vitrage lumineux est destiné à :

## 21

- un vitrage de bâtiment, comme une façade éclairante, une fenêtre éclairante, un plafonnier, une dalle de sol ou murale éclairante, une porte vitrée éclairante, une cloison éclairante, un plafond éclairant, une marche d'escalier, un garde-corps, une balustrade, un comptoir,
- 5 - un véhicule de transport, comme une vitre latérale éclairante ou un toit vitré éclairant ou une fenêtre éclairante ou une lunette arrière, une porte vitrée éclairante, notamment de transport de particuliers, tel que automobile, camion, ou en commun, tel que train, métro, tramway, bus ou de véhicule aquatique ou aérien (avion),
- 10 - l'éclairage routier ou urbain,
- un vitrage de mobilier urbain, comme une partie vitrée éclairante d'abribus, de balustrade, de présentoir, d'une vitrine, d'une étagère, d'une serre,
- un vitrage d'ameublement intérieur, comme une paroi éclairante de salle de bains, un miroir éclairant, une partie vitrée éclairante d'un meuble,
- 15 - une partie vitrée, notamment porte, étagère vitrée, couvercle d'équipement réfrigéré domestique ou professionnel.

L'invention a encore pour objet une cloison notamment feuilleté, porte (encadrée ou non, notamment feuilleté), fenêtre notamment en double ou triple vitrage, tablette ou porte (notamment en double vitrage) d'équipement réfrigéré domestique ou professionnel

20 vitrage d'ameublement, notamment porte de placard, plafond, garde-corps, panneau mural, carrelage mural, marche d'escalier, miroir, comptoir, vitrine incorporant un vitrage lumineux selon l'invention.

La cloison peut être fixe ou sous forme de panneaux coulissants, par exemple montés sur des rails. La porte peut être une porte d'intérieur ou d'extérieur ou encore une

25 porte de douche.

Pour un éclairage de cloison, d'étagère, de vitrine de magasin ou de locaux d'une société, la forme géométrique de la combinaison de l'émail et de la surface vitrée transparente correspondra avantageusement au logo de la société.

Dans un véhicule, on ajuste l'extraction/la conversion des rayonnements (ainsi

30 que le type et/ou la position et/ou le nombre des diodes) pour :

- un éclairage d'ambiance, de lecture, notamment visible à l'intérieur du véhicule,
- une signalisation lumineuse notamment visible à l'extérieur :
  - par activation de télécommande : détection du véhicule dans un parking ou
  - 35 autre, indicateur de (dé)verrouillage de portes, ou
  - signalisation de sécurité, par exemple comme feux stop sur l'arrière,

- un éclairage sensiblement homogène sur toute la surface d'extraction (une ou plusieurs zones d'extraction, fonction commune ou distincte).

La lumière peut être :

- continue et/ou par intermittence,
- 5 - monochromatique et/ou plurichromatique.

Visible à l'intérieur du véhicule, elle peut ainsi avoir une fonction d'éclairage de nuit ou d'affichage d'informations de toutes natures, de type dessin, logo, signalisation alphanumérique ou autres signalétiques.

10 Comme motifs décoratifs, on peut former par exemple une ou des bandes lumineuses, un cadre lumineux périphérique.

On peut réaliser une seule face d'extraction (interne au véhicule de préférence).

L'insertion de diodes dans ces vitrages permet d'autres fonctionnalités de signalisation suivantes :

- 15 - affichage de témoins lumineux de signalisation destinés au chauffeur du véhicule ou aux passagers (exemple : témoin d'alarme de température du moteur dans le pare-brise automobile, témoin de mise en fonctionnement du système de dégivrage électrique, des vitres...),
- affichage de témoins lumineux de signalisation destinés aux personnes à l'extérieur du véhicule (exemple : témoin de mise en fonctionnement de l'alarme du véhicule dans les vitres latérales),
- 20 - affichage lumineux sur les vitrages des véhicules (par exemple affichage lumineux clignotant sur les véhicules de secours, affichage de sécurité avec faible consommation électrique signalant la présence d'un véhicule en danger).

25 Le vitrage peut comprendre une diode réceptrice de signaux de commande, notamment dans l'infrarouge, pour télécommander les diodes.

Le vitrage est destiné à équiper tout véhicule :

- 30 - vitre latérale d'un véhicule terrestre, notamment automobile, véhicule utilitaire, camion, train, notamment avec l'élément fonctionnel qui est une pièce de maintien d'un système de lève-vitre ou avec le capot enjoliveur,
- toit mobile ou fixe d'un véhicule terrestre, notamment automobile, véhicule utilitaire, camion, train, avec une première feuille éventuellement galbée, notamment un vitrage feuilleté,
- 35 - pare brise d'un véhicule terrestre, notamment automobile, véhicule utilitaire, camion, train, notamment avec la ou les zones lumineuses (formant une signalisation « HUD » par exemple) dans la bordure en émail ou à proximité, lunette arrière notamment dans la bordure en émail ou à proximité,

- hublot, pare-brise d'un véhicule aérien,
- vitres de fenêtre, toit, d'un véhicule aquatique, bateau, sous marin
- double ou triple vitrage dans un train, un bus.

5 Naturellement l'invention porte aussi sur un véhicule incorporant le vitrage défini précédemment.

D'autre part, l'invention a également pour objet un procédé de fabrication du vitrage lumineux tel que décrit précédemment comportant les étapes successives suivantes :

- 10 - (1) sur la première face du premier substrat l'application en un première couche d'un premier sol de précurseur du matériau constitutif de la couche de silice de l'isolateur optique, dopée ou non, notamment un composé hydrolysable tel qu'un halogénure ou un alcoxyde de silicium, dans un premier solvant notamment aqueux et/ou alcoolique, mélangé avec un agent porogène polymérique solide sous forme de particules notamment en suspension
- 15 aqueuse, les particules étant de préférence de taille (plus petite et/ou plus grande dimension caractéristique) supérieure ou égale à 50nm, notamment entre 75 et 100 nm, et de préférence inférieure à 200nm mieux à 130nm,
- 20 - (2) un séchage de la couche, dite couche séchée, de préférence à température ambiante ou d'au plus 110°C, de préférence de durée d'au plus 1h, notamment éliminant le solvant,
- 25 - (3) sur la couche séchée, l'application une deuxième couche d'un deuxième sol de précurseur du matériau constitutif de la couche de silice formant le revêtement de protection, dopée ou non, notamment un composé hydrolysable tel qu'un halogénure ou un alcoxyde de silicium, dans un deuxième solvant notamment aqueux et/ou alcoolique,
- 30 - (4) un traitement thermique à au moins 450°C, notamment de densification simultanée des première et deuxième couches et d'élimination de l'agent porogène, de préférence premier traitement thermique (ou premier traitement thermique de plus de 200°C)
- (5) le refroidissement de préférence jusqu'à la température ambiante éventuellement lentement pour éviter au maximum le risque de fissures
- (6) l'application de la peinture ou de l'émail (sous forme liquide),
- (7) un éventuel autre traitement thermique de préférence d'au plus 200°C (pour la peinture).

35 Le dépôt (1) et/ou (3) sur le substrat peut être réalisé par pulvérisation, par immersion et tirage à partir du sol de silice (ou « dip coating »), par centrifugation (ou « spin coating »), par coulée (« flow-coating »), par rouleau (« roll coating »).

## 24

On peut ainsi choisir de la silice élaborée à partir de tétraéthoxysilane (TEOS), de silicate de sodium, de lithium ou de potassium ou des matériaux hybrides obtenus à partir de précurseurs de type organosilane dont la formule générale est



- 5 avec n un entier entre 0 et 2, R1 une fonction alkyl de type  $C_xH_{2x+1}$ , R2 un groupement organique comprenant par exemple une fonction alkyl, époxy, acrylate, méthacrylate, amine, phényle, vinyle. Ces composés hybrides peuvent être utilisés mélangés ou seuls, en solution dans l'eau ou dans un mélange eau/alcool à un pH approprié.

- 10 Comme couche hybride, on peut choisir une couche à base de méthyltriéthoxysilane (MTEOS), un organosilane à groupement organique non réactif. Le MTEOS est un organosilane qui possède trois groupements hydrolysables et dont la partie organique est un méthyle, non réactif.

- 15 De préférence, le deuxième sol est MTEOS/ TEOS en base alcool, de préférence dans un isopropanol, notamment lorsque l'épaisseur  $e_3$  visé est inférieur à 300nm pour un mouillage optimal, meilleur qu'avec un solvant aqueux et même le premier sol est TEOS dans un solvant aqueux et les particules polymériques en suspension aqueuse et.

Lorsque le deuxième sol est MTEOS/ TEOS dans un solvant éthanol on préfère limiter l'épaisseur  $e_3$  à 120 nm environ même à 100nm.

- 20 Toutefois, on a plus de choix de deuxième sol si  $e_3$  est d'au moins 300nm et mieux d'au moins 400nm par exemple MTEOS/ TEOS en base aqueuse, notamment dans solution acide (HCl), par exemple à pH2.

- 25 Il est plus aisé de déposer l'émail ou la peinture sur la couche de silice poreuse et la couche de silice consolidées. Toutefois, alternativement si le premier revêtement est de l'émail, on sèche la deuxième couche et le traitement thermique (4) est le seul traitement thermique, pour éliminer l'agent porogène et cuire l'émail.

- 30 Le traitement thermique (première et deuxième couche voire avec émail ou même peinture) peut être à au moins 500°C, voire à au moins 600°C pendant une durée inférieure ou égale à 15minutes, de préférence à 5minutes et est suivi une trempe et/ou un bombage/formage.

En effet, les deux couches et l'éventuel émail ont la capacité de supporter les traitements thermiques à haute température sans se fissurer et sans altération notable de ses propriétés optiques de sa durabilité

- 35 Le traitement thermique, notamment bombage/formage, peut être suivi d'une opération de trempe, à au moins 600°C pendant une durée inférieure ou égale à 5 minutes.

Le traitement thermique peut être un bombage/formage entre 650 et 670°C suivi d'une opération de trempe.

Le traitement thermique peut être un bombage/formage entre 600 et 650°C entre 2 et 4min (sans trempe ensuite).

5 On préfère que le traitement thermique et/ou que le refoiissement ne soit pas trop brutal pour éviter les risques de fissures dans les couches. On préfère que la matière de l'agent porogène s'élimine avant que tout soit consolidé et densifié.

On peut ajuster à façon l'indice de réfraction de la couche de silice poreuse en fonction du volume de pores. On peut utiliser la relation suivante pour le calcul de l'indice :

10  $n = f \cdot n_1 + (1-f) \cdot n_{\text{pores}}$  où  $f$  est la fraction volumique du matériau constitutif de la couche et  $n_1$  son indice de réfraction et  $n_{\text{pores}}$  est l'indice des pores généralement égal à 1 s'ils sont vides.

On peut choisir en particulier un agent porogène en l'un des polymères suivants :

- en polyméthacrylate de méthyle (PMMA),
- 15 - en copolymères méthyl (méth)acrylate/acide (méth)acrylique,
- en polymères polycarbonates, polyester, polystyrène, etc
- un latex,

ou d'une combinaison de plusieurs de ces matériaux.

20 L'agent porogène solide peut comprendre de manière avantageuse des billes de préférence polymériques notamment de type PMMA, copolymère méthyl méthacrylate/acide acrylique, polystyrène L'agent porogène solide peut être un latex est de préférence acrylique ou styrénique, stabilisé dans l'eau par un tensioactif, notamment anionique.

25 Il est tout à fait possible de réaliser un revêtement de protection micrométrique, et de préférence d'au plus 3µm.

Les détails et caractéristiques avantageuses de l'invention vont maintenant ressortir des exemples suivants non limitatifs, à l'aide des figures :

- les figures 1 à 4 sont des vues schématiques et partielles en coupe de vitrages lumineux avec isolateur optique protégé dans plusieurs modes de
- 30 réalisation de l'invention,

Les éléments ne sont pas à l'échelle.

### EXEMPLES DE VITRAGES LUMINEUX

35 La figure 1 montre une vue partielle en coupe d'un vitrage lumineux 100 avec isolateur optique protégé dans un premier mode de réalisation comportant :

- un premier substrat verrier 1, qui est un vitrage ici de forme rectangulaire plan ou en variante bombé, en verre silicosodocalcique clair ou extraclair, (de

## 26

6mm environ par exemple pour le bâtiment ou d'au plus 3mm pour l'automobile), d'indice de réfraction  $n_1$  d'environ 1,5 à 550 nm, de TL d'au moins 90%, avec des première 11 et deuxième face principales 12 et une première tranche 13,

- 5 - une source de lumière 4, ici un ensemble de diodes électroluminescentes sur une carte de circuit imprimé dite PCB 41, couplée optiquement à la tranche 13 dit de guidage du premier substrat verrier, le premier substrat verrier guidant la lumière émise par les diodes de préférence espacées d'au plus 2mm de la tranche de guidage, de préférence centrée sur la tranche et de largeur
- 10 inférieure à l'épaisseur du verre 1,
- des moyens d'extraction de lumière 6 associés au premier substrat verrier ici sur la deuxième face principale 12 qui sont une couche diffusante de préférence blanche en présentant une clarté  $L^*$  d'au moins 50, de préférence un émail diffusant, ou en variante un dépoli de la deuxième face ou encore un
- 15 concentrateur optique, moyens d'extraction formant une zone lumineuse ici unique et par exemple centrale.

La première face principale 11 quant à elle comporte successivement :

- une couche sol gel de silice poreuse 2 d'épaisseur  $e_2$  de 800nm, d'indice de réfraction  $n_2$  à 550nm d'au plus 1,35 à 550nm la couche de silice poreuse 2
- 20 étant une matrice de silice avec des pores fermés 20 et ouverts en surface, notamment de forme sensiblement ovale ou sensiblement sphérique, chacun de plus petite dimension d'au moins 30 nm et de plus grande dimension d'au plus 120nm, de préférence entre 75nm et 100nm, couvrant sensiblement la première face 11, de surface interne 21 et surface externe 22,
- 25 - un revêtement de protection, minéral et transparent, 3 directement sur la couche de silice poreuse couvrant toute la couche de silice poreuse, ici qui est une couche de silice sol gel avec une épaisseur  $e_3$  supérieure à 50nm et un indice de réfraction  $n_3$  d'au moins 1,4 à 550nm, de surface interne 31 et surface externe 32,
- 30 - un premier revêtement décoratif 5 couvrant la première face, par exemple une couche continue de peinture et de préférence une laque, colorée (blanc, noir compris) de préférence de couleur distincte des moyens d'extraction, ou arrangés en motifs discrets colorés disjoints ou continus en une couleur ou des couleurs distinctes, par exemple fabriqué par masquage ou par
- 35 sérigraphie, de surface interne 51, et surface externe 52.

Le vitrage peut être trempé grâce au traitement thermique pour former la couche de silice poreuse sol gel et la couche de silice sol gel dense. Le vitrage peut être bombe

trempe grâce au traitement thermique pour former la couche de silice poreuse sol gel et la couche de silice sol gel dense.

L'émail d'extraction présente par exemple la composition suivante :

- entre 20 et 60 % en poids de  $\text{SiO}_2$ ,
- 5 - 10 à 45 % en poids de pigments réfractaires, incluant le  $\text{TiO}_2$ , notamment de taille micronique
- de préférence pas plus de 20 % en poids d'alumine et/ou d'oxyde de zinc.

Les pigments  $\text{TiO}_2$  rendent l'émail suffisamment opaque pour visualiser l'émail à l'état off) et abaissent la TL

- 10 Des exemples de composition d'émail peuvent être l'émail sous la dénomination Ferro 194011 commercialisé par l'entreprise FERRO, la référence AF5000 commercialisé par la société JM, la référence VV30-244-1 commercialisé par Pemco.

L'émail est ici sérigraphié ou en variante imprimé. On peut envisager que le traitement thermique servant à fabriquer les couches sol gel servent à cuire l'émail.

- 15 Les moyens d'extraction peuvent former alternativement une pluralité de motifs lumineux par exemple en larges bandes de préférence périphériques et/ou motifs plus discrets notamment géométriques. Les motifs lumineux forment un décor, une signalétique, un LOGO, une marque. L'éclairage peut être continu ou clignotant et/ou de couleur variable.

- 20 On peut rajouter d'autres diodes sur la tranche opposée (non montrée ici) notamment dans le cas d'un vitrage de grande taille et/ou avec plusieurs motifs centimétriques espacés.

- Afin de voir le fond continu de laque (ou émail ou autre peinture) on peut souhaiter que la zone lumineuse ne soit pas répartie sensiblement sur tout le vitrage (éviter l'extraction sur toute la face porteuse des moyens d'extraction).
- 25

En variante, la couche diffusante peut être directement sur la première face

- sous la couche de silice poreuse éventuellement avec une rupture ou une hétérogénéité d'épaisseur sur au niveau de chaque bord 63 et/ou la surface externe 62 comme montré en figure 1' qui est une vue de détail.
- 30 - sous la peinture permettant éventuellement d'absorber de la lumière extraite en direction opposée à la première face.

- La peinture (laque) présente une première surface principale 51 (interne) en contact avec le revêtement de protection et une deuxième surface principale 52 (externe) opposée à la première surface (donc plus éloigné du premier substrat verrier) qui est une surface libre.
- 35

Après installation du vitrage lumineux monolithique, cette surface libre peut être en regard d'une paroi opaque d'un bâtiment (mur, cloison, plafond, toit) ou même d'un

véhicule. La surface libre du vitrage lumineux monolithique peut être visible voire même accessible (au toucher) ou espacée notamment d'au plus 1cm et par exemple fixée par des moyens mécaniques. Dans une application de carrelage mural, on utilise de la colle sur le premier revêtement couvrant la surface du substrat verrier pour sa fixation au mur.

Après installation du vitrage lumineux monolithique, cette surface libre peut être en regard d'une paroi vitrée d'un bâtiment (mur, cloison, plafond, toit ) ou même d'un véhicule.

En variante, la deuxième surface est feuilletée via un intercalaire de feuilletage (clair ou extraclair) en matière plastique comme le PVB ou l'EVA à un deuxième substrat verrier, par exemple identique au premier substrat verrier, par exemple pour former une cloison, un plafond, un sol. On peut même insérer un système électrocommandable à propriétés optiques variables soit la séquence suivante sur le revêtement de protection : premier PVB ou EVA/ premier support transparent d'électrode tel que du PET/ première électrode transparente notamment ITO ou multicouche argent/couche de cristaux liquides/ deuxième électrode transparente notamment ITO ou multicouche argent/ deuxième support transparent d'électrode tel que du PET/ deuxième PVB ou EVA. A l'état off, le système est opaque et à l'état on le système est transparent et révèle le premier revêtement.

20

La figure 2 montre une vue partielle en coupe d'un vitrage lumineux 200 avec isolateur optique protégé dans un deuxième mode de réalisation.

Seules les différences par rapport au premier mode sont décrites. Le vitrage lumineux 200 diffère comme suit.

25

La couche sol gel de silice poreuse 2 et la couche sol gel de silice de protection 3 sont discontinues formant une première zone d'isolation optique 24 ici périphérique et une deuxième zone d'isolation optique 25 centrale ou périphérique disjointe, par exemple réalisées après masquage avec un ruban adhésif dans une zone 23 par exemple centrale de préférence de largeur (plus petite dimension) au moins centimétrique. En variante, il peut y avoir une pluralité de zones masquées.

30

Le premier revêtement 5' est une laque blanche (ou un émail blanc) formant une zone de couverture 53, couvrant directement la première face dans la zone de discontinuité (sans isolateur optique protégé) 23 et formant en même temps les moyens d'extraction, en remplacement des moyens d'extraction sur la deuxième face ou même en complément.

35

On peut toutefois prévoir de la laque ou de l'émail blanc uniquement dans la ou les zones 23 et choisir sur la première zone d'isolation 24 un émail ou laque décoratif

d'une ou d'autres couleurs données de surface 54 continue ou discontinue, et/ou choisir sur la deuxième zone d'isolation 25 un émail ou laque décoratif d'une ou d'autres couleurs données de surface 55 continue ou discontinue.

5 Par sérigraphie, l'émail ou la laque peut être discontinue même dans la ou les zones libres 23 si on souhaite par exemple une des zones de transparence ou si la laque ou l'émail sont formés d'un réseau de motifs diffusants (rendu lumière uniforme etc).

Alternativement, la couche de silice sol gel de protection 3 peut être présente sous la laque ou l'émail dans la ou les zones sans isolateur optique car elle présente un indice de réfraction acceptable. En outre, elle est transparente.

10

La figure 3 montre une vue partielle en coupe d'un vitrage lumineux 300 avec isolateur optique protégé dans un troisième mode de réalisation.

Seules les différences par rapport au deuxième mode sont décrites. Le vitrage lumineux 200 diffère comme suit.

15

La couche de silice sol gel de protection 3 peut être présente dans la ou les zones 23 sans isolateur optique car elle présente un indice de réfraction acceptable. En outre, elle est transparente.

20 Les moyens d'extraction 6 par exemple un émail diffusant, blanc sont distincts du premier revêtement 5, par exemple d'une couleur donnée. Le premier revêtement 5 couvre l'émail diffusant (de manière optionnelle) dans la zone 23 sans isolateur optique.

La figure 3' montre une vue partielle en coupe d'un vitrage lumineux 300' avec isolateur optique protégé dans une variante du troisième mode de réalisation comportant :

25 Seules les différences par rapport au troisième mode sont décrites. Le vitrage lumineux 300' diffère comme suit.

30 Les moyens diffusants 6 par exemple un émail ou une laque blanche (ou un dépoli ou un concentrateur optique) sont sur la deuxième face et sur deux zones par exemple deux bandes. Dans la zone sans isolation optique est présente un miroir 7 notamment par argenture ou en variante un miroir espion. La couche de silice sol gel de protection 3, absente ici, pourrait être présente dans la ou les zones 23 sans isolateur optique. Le premier revêtement 5 ici discontinu pourrait couvrir le miroir (notamment formant sa couche de protection).

Les deux zones lumineuses 6 sont en regard de la périphérie de la zone miroir ou alternativement en regard des zones d'isolation optique.

35

On peut rajouter d'autres diodes sur la tranche opposée.

Ce miroir éclairant 300' peut être feuilleté via la deuxième face 12 ou du côté de la première face 11.

En variante, la zone sans isolation comporte seulement sur une aire la couche miroir, notamment centrale, et de part et d'autre les moyens d'extraction par exemple le dépoli de la première face ou une couche diffusante et notamment une peinture ou laque blanche distincte ou correspond au premier revêtement sur la première et/ou la deuxième zone d'isolation optique et même à l'arrière de la couche miroir à l'argent.

La figure 4 montre une vue partielle en coupe d'un vitrage lumineux 400 avec isolateur optique protégé dans un quatrième mode de réalisation.

Seules les différences par rapport au premier mode sont décrites. Le vitrage lumineux 400 diffère comme suit.

La couche sol gel de silice poreuse 2, la couche sol gel de silice 3 formant le revêtement de protection et le premier revêtement 5 notamment un email de masquage (couche pleine ou discontinue) sont sur une bordure 15 de la première face 11 par exemple, centimétrique par exemple d'au plus 10cm. Dans une zone plus centrale de la première face sont présents les moyens d'extraction 6, par exemple un email diffusant espacé par une zone transparente 16. La transparence du vitrage 400 est la plus étendue possible.

Ce vitrage lumineux 400 par exemple utilisé dans un véhicule, un équipement urbain (abribus etc), un bâtiment, peut être feuilleté, ou encore peut être monté dans un double ou triple vitrage.

Si les moyens d'extraction sont amovibles comme un sticker, on préfère que la deuxième face soit extérieure à la lame de gaz entre les vitrages.

Si on veut protéger les moyens d'extraction, on préfère que la deuxième face soit du côté de la lame de gaz entre les vitrages.

25

#### EXEMPLES D'ISOLATEURS OPTIQUES PROTEGES

Sur une première face principale de quatre verre flotté silicosodocalcique d'épaisseur 6 mm, numérotés E1 à E4, tel que le verre Diamant de la société Saint Gobain Glass France, on forme quatre isolateurs optiques protégés, chacun sous forme d'une couche sol gel de silice poreuse d'épaisseur  $e_2$  de 800 nm environ d'épaisseur, avec 18 % environ d'extrait sec de  $\text{SiO}_2$  et 80% environ de porosité, d'indice de réfraction  $n_2$  d'environ 1,15 à 550nm, revêtue d'une couche de silice (dense) comme revêtement de protection transparent d'indice de réfraction  $n_2$  d'environ 1,45 à 550nm et d'épaisseur  $e_3$  variable comme suit:

35

- pour E1 :  $e_3$  est de 80nm environ.
- pour E2 :  $e_3$  est de 130nm environ

- pour E3 : e3 est de 200nm environ
- pour E4 : e3 est de 250nm environ

On prépare une formulation utilisée pour tous ces quatre exemples.

- 5 Une solution constituée de 12,45 ml de tétraéthoxysilane –TEOS- (40 % en poids) et de 17,55 ml d'HCl aqueux à pH2 est agitée pendant au moins une heure.
- A 26 ml de cette solution de TEOS pré-hydrolysé, on ajoute 15 ml d'une solution aqueuse d'agents porogènes polymériques solides qui sont des billes de latex BT21 (Neocryl®- de diamètre 80nm environ) commercialisé par la société IMCD France SAS, et 9 ml d'HCl à
- 10 pH2.
- On recouvre chaque verre des exemples E1 à E4 de ce mélange liquide par spin coating (tournette) à la vitesse de 750 t/min et accélération de 1000 t/min/s pendant 30 s.
- Après on réalise un séchage de 30 min à 110 °C.
- Sur cette couche séchée, on recouvre d'une composition liquide de formulation variante
- 15 pour les exemples E1 à E4 comme indiqué ci-dessous

#### E1

- A 10,7 g d'une solution de tétraéthoxysilane –TEOS- + méthyltriéthoxysilane –MTEOS- à 28 % en poids dans l'isopropanol –IPA- (solution commerciale de la société Evonik sous
- 20 le nom de Xenios®) sont ajoutés à 89,3 g d'IPA de manière à obtenir une concentration de 3 % en poids de TEOS + MTEOS
- Le dépôt de ce mélange est effectué sur la couche séchée refroidie, par spin coating (tournette) à une accélération de 1000 t/min/s, pendant 30 s, à une vitesse de 2000 t/min

#### 25 E2

- A 10,7 g d'une solution de tétraéthoxysilane –TEOS- + méthyltriéthoxysilane –MTEOS- à 28 % en poids dans l'isopropanol –IPA-. sont ajoutés 89,3 g d'IPA de manière à obtenir une concentration de 3 % en poids de TEOS + MTEOS
- Le dépôt de ce mélange est effectué sur la couche séchée refroidie, par spin coating
- 30 (tournette) à une accélération de 1000 t/min/s, pendant 30 s, à une vitesse de 2000 t/min

#### E3

- A 21,4 g d'une solution de tétraéthoxysilane –TEOS- + méthyltriéthoxysilane –MTEOS- à 28 % en poids dans l'isopropanol –IPA-. sont ajoutés 78,6 g d'IPA de manière à obtenir
- 35 une concentration de 6 % en poids de TEOS + MTEOS.
- Le dépôt de ce mélange est effectué sur la couche séchée refroidie, par spin coating (tournette) à une accélération de 1000 t/min/s, pendant 30 s, à une vitesse de 2000 t/min

E4

A 21,4 g d'une solution de tétraéthoxysilane –TEOS- + méthyltriéthoxysilane –MTEOS- à 28 % en poids dans l'isopropanol –IPA-. sont ajoutés 78,6 g d'IPA de manière à obtenir  
5 une concentration de 6 % en poids de TEOS + MTEOS.

Le dépôt de ce mélange est effectué sur la couche séchée refroidie, par spin coating (tournette) à une accélération de 1000 t/min/s, pendant 30 s, à une vitesse de 2000 t/min.

Puis pour chaque exemple E1 à E4 on recuit comme suit: montée à 100°C en 10min,  
10 100°C pendant 1h, de 100 à 450°C en 3h, 450°C pendant 3h, puis refroidissement.

En variante, on augmente le pallier maximal à 600°C ou même au-delà en diminuant la durée de ce pallier à moins de 15min, même 5min, en bombant éventuellement le verre, et/ou même éventuellement on réalise une opération de trempé.

15

En variante il est tout à fait possible de réaliser un revêtement de protection plus épais par exemple micrométrique et de préférence d'au plus 3µm.

Une formulation de laque, colorée, est ensuite appliquée en pleine couche sur  
20 chaque revêtement de protection, de 50µm d'épaisseur, déposée selon le procédé du rideau. Le solvant est du xylène ou en variante aqueux.

La laque après séchage comprend les ingrédients suivants :

- un liant sous forme de résine polyuréthane obtenue par réticulation, par un isocyanate non aromatique, de résines acryliques hydroxylées issues de la  
25 polymérisation d'un styrène acrylique
- des matières minérales (pigments et charges) à hauteur de 55% en masse.

Cette laque est obtenue par dépôt au rideau, suivi d'un séchage pendant une durée de 5 minutes.

Les moyens d'extraction sont l'émail diffusant blanc de l'exemple 1, sur la zone  
30 centrale de la deuxième face.

Les luminances mesurées à la normale des exemples E1 à E4 sont similaires. Par comparaison, en l'absence de la couche de silice de protection, le guidage n'est pas satisfaisant.

## REVENDICATIONS

1. Vitrage lumineux (100, 200, 300, 300', 400) comportant :
  - 5 - un premier substrat verrier (1), en verre minéral, d'indice de réfraction  $n_1$  inférieur à 1,6 à 550 nm, avec des première (11) et deuxième face principales (12) et une tranche (13), première face principale porteuse :
    - d'un premier revêtement (5, 5') sous forme d'une peinture ou d'un émail, en contact optique avec la première face principale,
    - 10 - d'un isolateur optique, sur la première face principale et sous le premier revêtement, l'isolateur comportant une couche de silice poreuse (2) d'épaisseur  $e_2$  d'au moins 300nm, d'indice de réfraction  $n_2$  à 550nm d'au plus 1,35 à 550nm,
    - une source de lumière (4), couplée optiquement au premier substrat verrier, le
    - 15 premier substrat verrier guidant la lumière émise par la source de lumière,
    - des moyens d'extraction de lumière (6, 5') associés au premier substrat verrier, caractérisé en ce qu'il comprend un revêtement de protection (3), minéral et transparent, directement sur la couche de silice poreuse et directement sous le premier revêtement.
- 20 2. Vitrage lumineux (100, 200, 300, 300', 400) selon la revendication précédente, caractérisé en ce que le revêtement de protection (3) comprend une couche de silice avec une épaisseur  $e_3$  supérieure à 50nm et un indice de réfraction  $n_3$  d'au moins 1,4 à 550nm.
- 25 3. Vitrage lumineux ((100, 200, 300, 300', 400) selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que le revêtement de protection (3) comprend une couche de silice avec une épaisseur  $e_3$  supérieure ou égale à 80nm et un indice de réfraction  $n_3$  d'au moins 1,4 à 550nm.
- 30 4. Vitrage lumineux (100, 200, 300, 300', 400) selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que la couche de silice poreuse (2) est une matrice de silice avec des pores fermés en volume, notamment de forme sensiblement ovale ou sensiblement sphérique, chacun de plus petite dimension d'au moins 30 nm et de plus grande dimension d'au plus 120nm, de préférence entre 75nm et 100nm, le revêtement de protection comprend une couche avec une épaisseur  $e_3$  supérieure à la plus grande dimension des pores et de préférence submicronique.
- 35 5. Vitrage lumineux (200, 300, 400) selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que la couche de silice poreuse (2) couvre partiellement la première face, présentant ainsi une première zone dite d'isolation

- optique (24) comportant en outre le revêtement de protection (3) et le premier revêtement (5) continu ou discontinu, première zone d'isolation optique de préférence plus proche de la source de lumière (4) que les moyens d'extraction (5',6) et ce qu'une zone adjacente et de préférence contigüe à la première zone d'isolation
- 5 optique comporte les moyens d'extraction (6, 5'), notamment formés par le premier revêtement (5'), moyens d'extraction directement sur la première face principale (11) ou directement sur le revêtement de protection alors directement sur la première face principale (11) et d'indice de réfraction  $n_3$  à 550nm tel que  $n_1-n_3$  soit inférieur à 0,1.
6. Vitrage lumineux (200, 300, 400) selon l'une quelconque des revendications
- 10 précédentes, caractérisé en ce que la couche de silice poreuse (2) couvre partiellement la première face (11) et est discontinue, présentant ainsi une première zone dite d'isolation optique (24) comportant en outre le revêtement de protection (3) et le premier revêtement (5) continu ou discontinu, première zone d'isolation optique de préférence plus proche de la source de lumière (4) que les moyens d'extraction
- 15 (5',6) et présentant ainsi une deuxième zone dite d'isolation optique (24) comportant en outre le revêtement de protection (3) et le premier revêtement (5) continu ou discontinu, et en ce qu'une zone dite d'extraction comporte les moyens d'extraction est entre la première et la deuxième zone d'isolation optique de préférence adjacente et même contigüe à la première et la deuxième zone d'isolation optique et les
- 20 moyens d'extraction sont formés par le premier revêtement (5'), moyens d'extraction directement sur la première face principale (11) ou directement sur le revêtement de protection qui est alors directement sur la première face principale (11) et d'indice de réfraction  $n_3$  à 550nm tel que  $n_1-n_3$  soit inférieur à 0,1.
7. Vitrage lumineux (300', 400) selon l'une quelconque des revendications précédentes,
- 25 caractérisé en ce que la couche de silice poreuse (2) est discontinue, présentant ainsi au moins un première zone dite d'isolation optique (24) et une deuxième zone dite d'isolation optique (25) séparées par une zone de discontinuité (23), le revêtement de protection (3) et le premier revêtement (5) continu ou discontinu sont présents dans la première zone d'isolation optique, de préférence plus proche de la source de
- 30 lumière que les moyens d'extraction et en ce que:
- la zone de discontinuité comporte, et de préférence forme, une zone de transparence, de préférence plus centrale que la première zone d'isolation optique, les moyens d'extraction (6) étant en regard ou décalés de la zone de discontinuité, notamment de surface supérieure à une zone lumineuse formée par les moyens
- 35 d'extractions et/ou à la première zone d'isolation optique,
- et/ou la zone de discontinuité comporte et de préférence étant formée d'une couche formant un miroir (7) ou un miroir espion, directement sur la première face principale,

couche miroir éventuellement avec une surcouche (de protection ou de masquage arrière) formée par le premier revêtement.

8. Vitrage lumineux (400) selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que la couche de silice poreuse (2), le revêtement de protection (3) et le premier revêtement (5) continu ou discontinu s'étendent sur une portion de la première face principale, notamment sur une portion sur et en périphérie de la première face principale dite bordure d'isolation optique, ladite portion ou bordure étant du côté du couplage optique avec la source de lumière et à côté de la portion ou bordure est présente une zone de transparence et/ou une zone avec les moyens d'extraction de lumière.
9. Vitrage lumineux (100, 200, 300, 300', 400) selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que le premier revêtement (5) est blanc, en présentant une clarté  $L^*$  d'au moins 50 et fait partie ou forme les moyens d'extraction (6).
10. Vitrage lumineux selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'entre le revêtement de protection et le premier revêtement est intercalé un primaire d'adhésion transparent notamment à base de silanes.
11. Vitrage lumineux (100, 200, 300, 300', 400) selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que les moyens d'extraction (6) sont diffusants, sous forme d'une texturation de surface, notamment de la première ou de la deuxième face, ou d'une couche diffusante notamment un émail, une peinture, une encre ou encore un sticker diffusant et/ou forment un concentrateur de lumière.
12. Vitrage lumineux (100, 200, 300, 300', 400) selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que la source de lumière (4) est un ensemble de diodes électroluminescentes de préférence alignées sur une carte de circuit imprimé et couplées optiquement à la tranche.
13. Vitrage lumineux (100, 200, 300, 300', 400) selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que le premier substrat (1) est le seul substrat verrier en verre minéral et de préférence le premier revêtement, continu ou discontinu, présente une première surface orientée vers la première face, sur le revêtement de protection voire même sur la première face, et une deuxième surface principale opposée qui est une surface libre ou éventuellement revêtue d'une colle.
14. Vitrage lumineux (100, 200, 300, 300', 400) selon l'une quelconque des revendications précédentes caractérisé en ce que la couche de silice poreuse (2) est une couche sol-gel et le revêtement de protection (3) est une couche de silice sol-gel.
15. Vitrage lumineux (100, 200, 300, 300', 400) selon l'une quelconque des revendications précédentes caractérisé en ce que le premier substrat verrier (1) est

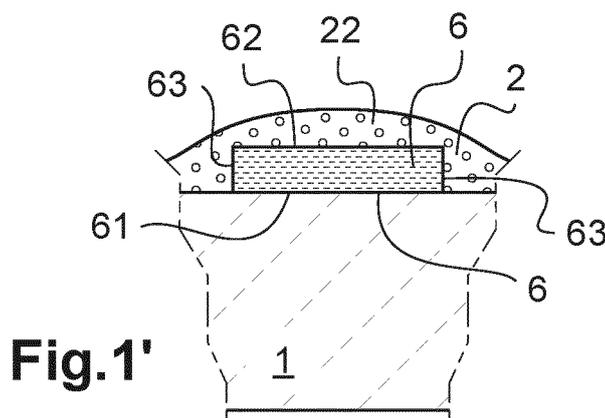
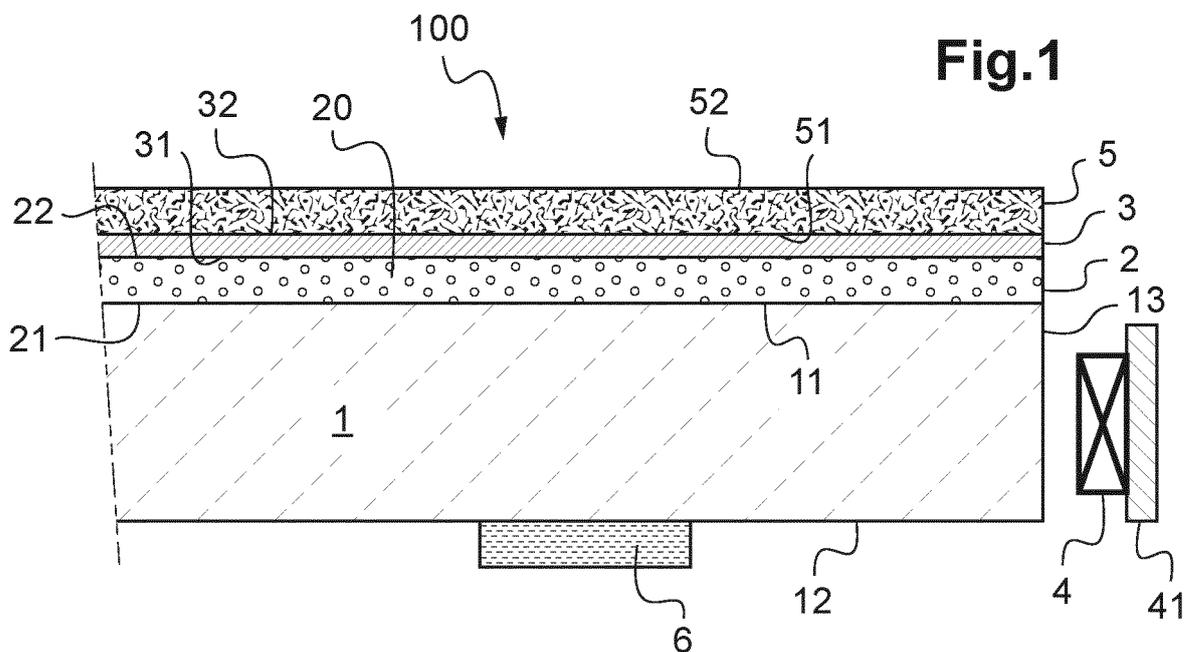
trempe et/ou bombé.

16. Vitrage lumineux (100, 200, 300, 300', 400) selon l'une quelconque des revendications précédentes caractérisé en ce que e2 est d'au moins 400nm et même 600nm.
- 5 17. Vitrage lumineux (100, 200, 300, 300', 400) selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que le premier substrat (1) est feuilleté par un intercalaire de feuilletage à un deuxième substrat verrier en verre minéral ou organique, intercalaire de feuilletage soit sur la deuxième face soit sur le premier revêtement et/ou en ce que le premier substrat fait partie d'un double ou triple vitrage, vitrage isolant ou sous vide, et de préférence le revêtement de protection est une surface libre, éventuellement hors zone d'assemblage.
- 10 18. Cloison, porte, fenêtre, tablette ou porte d'équipement réfrigéré domestique ou professionnel, vitrage d'ameublement, notamment porte de placard, plafond, garde-corps, panneau mural, carrelage mural, marche d'escalier, comptoir, vitrine, miroir, vitrage de véhicule incorporant un vitrage lumineux (100, 200, 300, 300', 400) selon l'une des revendications précédentes.
- 15 19. Procédé de fabrication du vitrage lumineux (100, 200, 300, 300', 400) selon l'une quelconque des revendications précédentes caractérisé en ce qu'il comprend les étapes successives suivantes :
- 20 - (1) sur la première face du premier substrat l'application en un première couche d'un premier sol de précurseur du matériau constitutif de la couche de silice de l'isolateur optique, dopé ou non, notamment un composé hydrolysable tel qu'un halogénure ou un alcoxyde de silicium, dans un premier solvant notamment aqueux et/ou alcoolique, mélangé avec un agent porogène polymérique solide sous forme de particules notamment en suspension aqueuse, les particules étant de préférence de taille supérieure ou égale à 50 nm, de préférence entre 75 et 100 nm,
- 25 - (2) un séchage de la couche, dite couche séchée,
- (3) sur la couche séchée, l'application en une deuxième couche d'un deuxième sol de précurseur du matériau constitutif de la couche de silice formant le revêtement de protection, dopé ou non, notamment un composé hydrolysable tel qu'un halogénure ou un alcoxyde de silicium, dans un deuxième solvant notamment aqueux et/ou alcoolique,,
- 30 - (4) un traitement thermique à au moins 450°C,
- 35 - (5) le refroidissement de préférence jusqu'à la température ambiante,
- (6) l'application de la peinture ou de l'émail.
20. Procédé de fabrication du vitrage lumineux (100, 200, 300, 300', 400) selon la

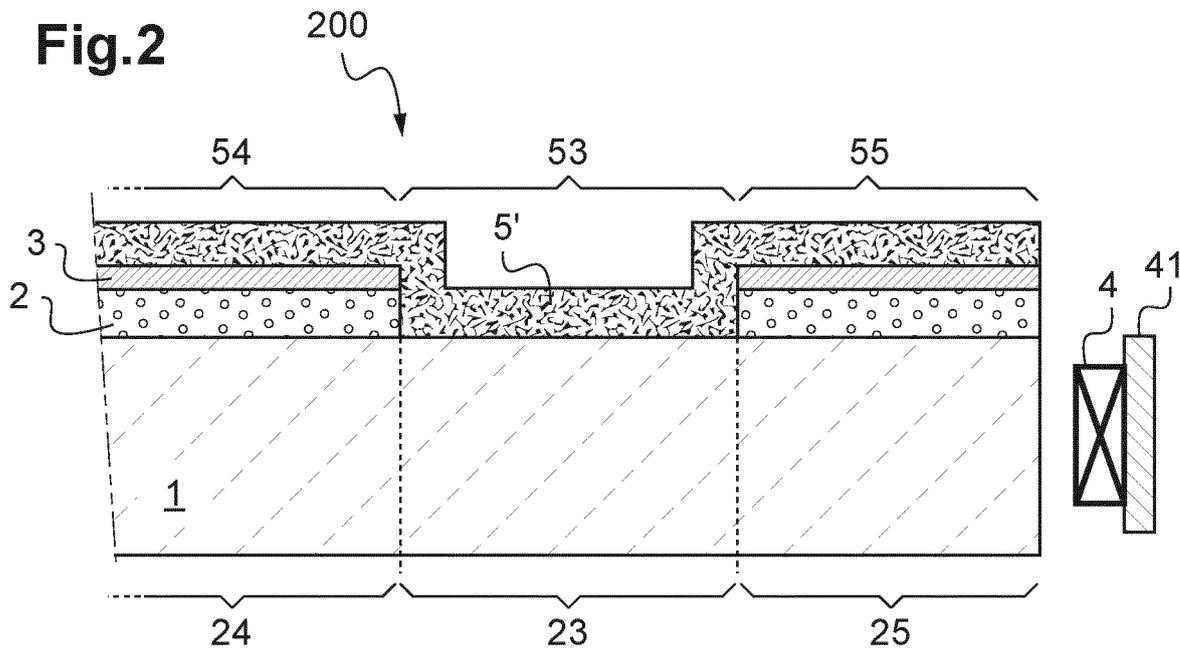
37

revendication précédente caractérisé en ce que le deuxième sol est du TEOS/MTEOS et de préférence le premier sol est du TEOS dans un solvant aqueux et les particules polymériques sont en suspension aqueuse.

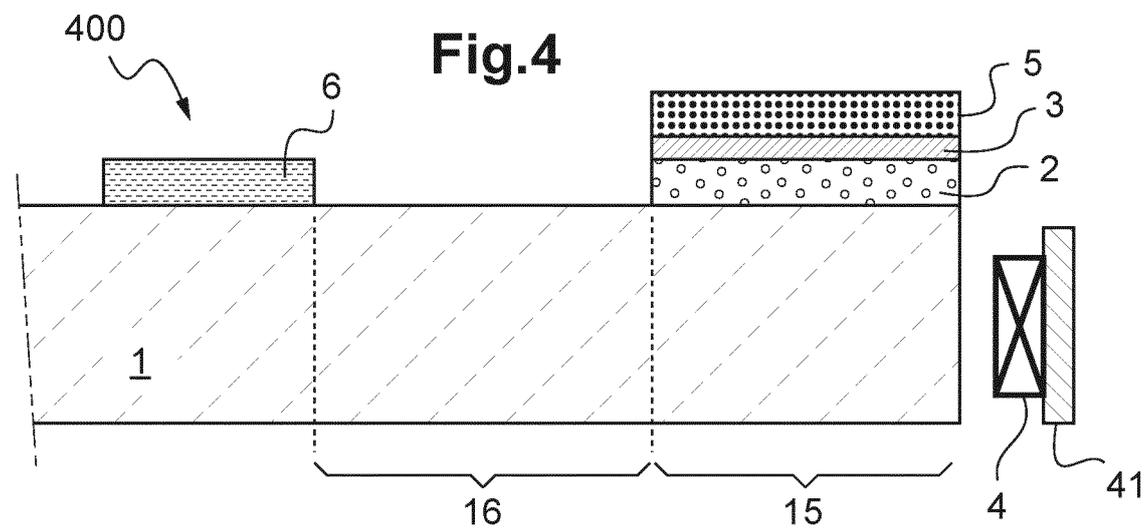
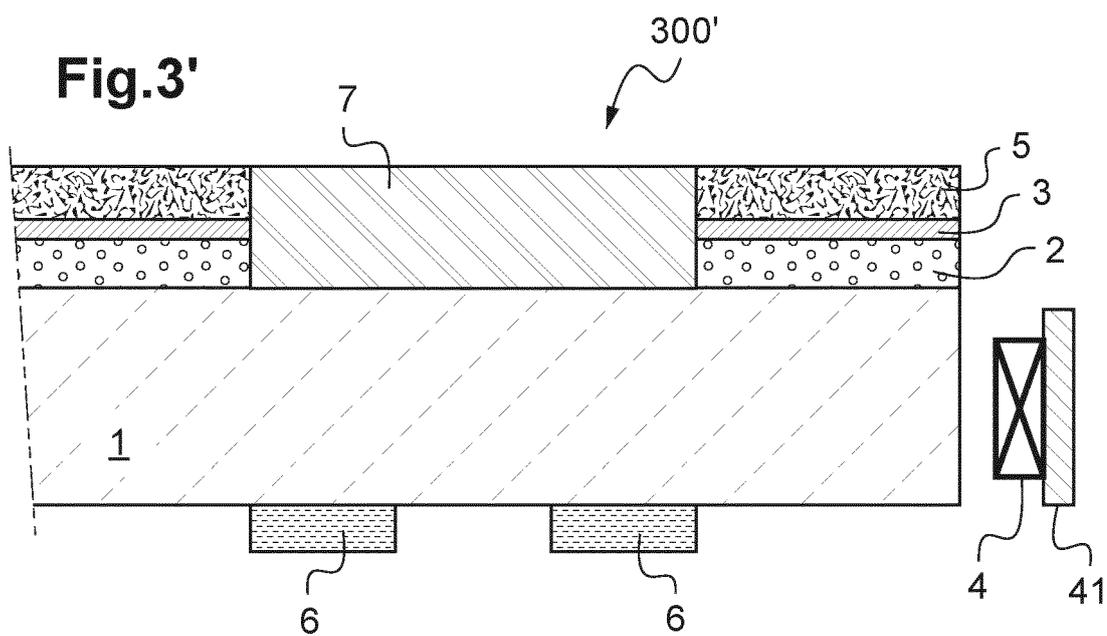
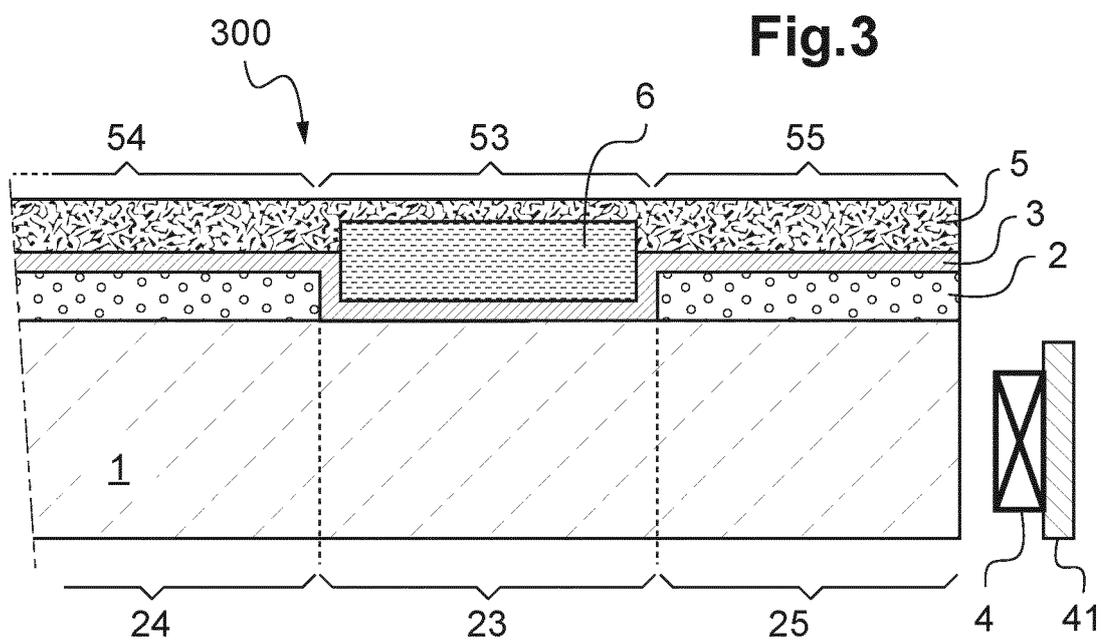
1/2



**Fig. 2**



2/2





**RAPPORT DE RECHERCHE  
PRÉLIMINAIRE**

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

N° d'enregistrement  
national

FA 793146  
FR 1363759

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
A	WO 2008/059171 A2 (SAINT GOBAIN [FR]; SCHIAVONI MICHELE [FR]; COUNIL GUILLAUME [FR]; HUIG) 22 mai 2008 (2008-05-22) * figure 5 * * exemple 3 *	1-20	C03C17/34 F21V8/00
A	WO 2008/059170 A2 (SAINT GOBAIN [FR]; HUIGNARD ARNAUD [FR]; ROHAUT NATHALIE [FR]; BESSON) 22 mai 2008 (2008-05-22) * figure 11 * * La Sturcture Feuilletée Lumineuse; page 30 *	1-20	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)
			C03C G02F G02B
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
22 août 2014		Saldamli, Saltuk	
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS		T : théorie ou principe à la base de l'invention	
X : particulièrement pertinent à lui seul		E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure	
Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un		à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date	
autre document de la même catégorie		de dépôt ou qu'à une date postérieure.	
A : arrière-plan technologique		D : cité dans la demande	
O : divulgation non-écrite		L : cité pour d'autres raisons	
P : document intercalaire		& : membre de la même famille, document correspondant	

1

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE  
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 1363759 FA 793146**

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche préliminaire visé ci-dessus.

Les dits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du **22-08-2014**

Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets, ni de l'Administration française

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
WO 2008059171 A2	22-05-2008	AT 514109 T	15-07-2011
		EP 2092379 A2	26-08-2009
		FR 2908523 A1	16-05-2008
		WO 2008059171 A2	22-05-2008
-----			
WO 2008059170 A2	22-05-2008	BR PI0718842 A2	04-02-2014
		CN 101626989 A	13-01-2010
		CN 103553357 A	05-02-2014
		CN 103921507 A	16-07-2014
		EP 2089331 A2	19-08-2009
		EP 2423171 A1	29-02-2012
		EP 2423172 A1	29-02-2012
		EP 2423173 A1	29-02-2012
		FR 2908406 A1	16-05-2008
		JP 2010509175 A	25-03-2010
		KR 20090082217 A	29-07-2009
		US 2010101649 A1	29-04-2010
		WO 2008059170 A2	22-05-2008
-----			