



ESPAÑA

19 ES	11 21	463610	10 A1
	22	FECHA DE PRESENTACION 27 OCT. 1977	

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES: 31 NUMERO	32 FECHA	33 PAIS
735.939	27 de octubre de 1.976	NORTEAMERICA

47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	GOLF	

64 TITULO DE LA INVENCION
PERFECCIONAMIENTOS EN DISPOSITIVOS ELECTROCROMICOS DE MODULACION DE LUZ VARIABLE.

71 SOLICITANTE (S)
AMERICAN CYANAMID COMPANY.

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
Wayne, New Jersey, EE.UU. de A.

72 INVENTOR (ES)
Thomas Bradley Reddy.

73 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE
GOMEZ-ACEBO

La invención se refiere a dispositivos electro-ópticos, cuyas características de absorción de radiación electromagnética puede alterarse selectivamente por la influencia de un campo eléctrico adecuadamente controlado. Mas particularmente, la invención se refiere a dispositivos de modulación de luz variable que incluyen un substrato transmisor de luz con una capa de material electrocrómico persistente como un modulador de luz y un contra-electrodo separado de la capa electrocrómica por un material conductor de iones. Específicamente, la invención está dirigida a un método para formar un material conductor de iones mejorado para dispositivos electrocrómicos.

Los dispositivos electrocrómicos se conocen en la técnica y se ejemplifican por las Patentes de los Estados Unidos comúnmente cedidas, anteriores, tales como 3.704.057, 3.708.220, 3.819.252 y 3.970.365. Estas patentes describen métodos y materiales adecuados para formar el dispositivo electrocrómico en general de la presente invención. El dispositivo se forma preferiblemente en una disposición de emparedado de un substrato, un material electrocrómico, un medio conductor de iones y un contra-electrodo. El substrato de transmisión de luz incluye un revestimiento de un material conductor tal como óxido de estaño. Este substrato puede proporcionarse convenientemente como una unidad mediante vidrio NESA[®] comercialmente disponible, el cual es un producto que tiene un revestimiento transparente de óxido de estaño sobre una superficie de una lámina de vidrio. El material electrocrómico puede ser depositado sobre la capa de óxido de estaño mediante técnicas conocidas de deposición al vacío. Además, éstas patentes sirven para ilustrar diversos materiales conductores de

iones que se han utilizado previamente. En la Patente de los Estados Unidos No. 3.704.057, se muestra el empleo de un electrolito ácido líquido; la Patente de los Estados Unidos No. 3.708.220 introduce un gel de electrolito conductor semisólido. En un esfuerzo para mejorar la vida de la celda, las Patentes de los Estados Unidos Nos. 3.819.252 y 3.970.365 enseñan la incorporación de aditivos seleccionados a un gel conductor de iones sólido.

Aunque los medios anteriores para la conducción de iones han sido efectivos en los dispositivos electrocrómicos operados con éxito, el logro de una vida prolongada en la celda prevalece como una meta sumamente buscada. El medio de intercambio de iones presente está diseñado para proporcionar un dispositivo electrocrómico con una vida mejorada de la celda. Se sabe que los dispositivos electrocrómicos, tales como aquellos descritos en las patentes mencionadas, que tienen presentes cantidades sustanciales de electrolito ácido, líquido, tienen una vida limitada de la celda debido a un proceso lento que involucra la disolución de la capa de película electrocrómica y la capa de óxido de estaño del sustrato.

Sin embargo, mientras que las membranas de intercambio de iones sólidas sirven como conductores de iones adecuados, el empleo de una capa sólida acarrea el problema de asegurar el buen contacto eléctrico entre el contra-electrodo, el electrodo electrocrómico y el material de conducción de iones. Una propuesta para resolver este problema de contacto eléctrico, es introducir una pequeña cantidad de electrolito líquido a la membrana de intercambio de iones. Dicha disposición ha encontrado el éxito para lograr el contacto; sin embargo, la presencia del electrolito líquido, aun en cantidades mínimas,

contribuye eventualmente a la disolución y a la degradación de la capa electrocrómica.

La presente invención está dirigida al empleo de una composición de polímero viscoelástica como un material conductor de iones. Las propiedades viscoelásticas del conductor de iones sirven para proporcionar un contacto eléctrico íntimo cuando se prensa entre las dos superficies del electrodo. La eliminación del electrolito líquido también da como resultado un tiempo de vida de la celda mejorado, mediante la separación de la causa sospechada de erosión.

La composición de polímero viscoelástica orgánica puede prepararse disolviendo la sal de sodio de ácido polietilensulfónico en agua, y haciendo pasar esta solución a través de una columna de intercambio de iones de ácido fuerte. Se ha encontrado que un intercambiador de iones comercialmente disponible tal como Amberlite [®] IR-120 es adecuado para este procedimiento. Haciendo pasar la sal de sodio a través de esta columna de intercambio de iones se logra convertirla al ácido sulfónico libre. Generalmente es preferible proporcionar una coloración de fondo para la celda electrocrómica a fin de tener una superficie de contraste contra la cual puede verse fácilmente una exhibición electrocrómica. Consecuentemente, la solución de ácido sulfónico libre, puede mezclarse con un pigmento adecuado y después deshidratarse para producir una composición que contenga ácido polietilensulfónico, pigmento y agua. Esta composición es estable, es viscoelástica, y proporciona buena conductividad y también buen contacto eléctrico entre los electrodos de un dispositivo de exhibición electrocrómica.

Los siguientes ejemplos ilustran las modalidades pre

feridas de la invención:

Preparación de Electrolito Polimérico

EJEMPLO I

5 Se disolvieron 3,5005 gramos de polietilensulfonato de sodio en 350 ml de agua destilada. Esta solución se hizo pasar lentamente a través de una columna de intercambio de iones de ácido fuerte (Amberlite [®] IR-120) convirtiendo por lo tanto la sal de sodio a ácido polietilensulfónico. Para proporcionar coloración se agregó a la solución un pigmento amarillo (Amarillo Solar C). El pigmento se agregó primero desterronando el pigmento con una pequeña cantidad de la solución de polímero y después transfiriendo cuantitativamente el polímero desterronado a la solución principal. La suspensión resul-
10 tante se deshidrató entonces en un evaporador de evaporación instantanea a 45°C. Se separó el agua, para formar un material elastomérico con un contenido de agua de 16,6 % y una concentración de pigmento de 7,6 % del peso total.

EJEMPLO II

20 Se hizo pasar una solución de poli(etilensulfonato) de sodio a una concentración de 1 g por 100 ml de H₂O, a través de una columna de intercambio de iones de ácido fuerte y se coloreó mediante un pigmento amarillo como en el Ejemplo I. La suspensión pigmentada de polímero se deshidrató a 45°C hasta que el contenido de agua fué de 15,7 %, y la concentración del pigmento fué de 12,6 % del peso total. El producto resul-
25 tante fué de una consistencia elastomérica.

Conjunto de un Dispositivo EC con Electrolito Polimérico

EJEMPLO III

30 Se tomó una porción del producto pastoso viscoelástico del Ejemplo I (ácido polietilensulfónico), y se prensó entre dos placas de electrodo.

Uno de los electrodos consistió de un sustrato de vidrio con una capa de SnO_2 conductora sobre la misma (comercialmente disponible como una unidad bajo el nombre NESAS[®] vidrio) y con una capa de una película amorfa evaporada de óxido de tungsteno depositada sobre el SnO_2 . El óxido de tungsteno se depositó sobre el vidrio NESAS en la forma de una figura de 8 con un espesor de 3600 Å. Se utilizó un depósito de SiO_2 de 2400 Å de espesor para cubrir la película de SnO_2 en áreas no cubiertas por el óxido de tungsteno. El segundo electrodo consistió de un electrodo de papel que comprende una banda de filamento, permeada con carbón. El electrodo de papel se unió por compresión a una capa de vidrio NESAS.

El dispositivo estractificado, montado, se selló con un adhesivo epoxi. El contra-electrodo de papel se hizo positivo y el electrodo con el óxido de tungsteno se hizo negativo, y se hizo pasar una corriente de 250 microamperios durante 0,9 segundos. El óxido de tungsteno se coloreó de azul y proporcionó una información de exhibición digital. Para borrar, se invirtió la polaridad y se hizo pasar una corriente de 270 microamperes durante 0,9 segundos. Se sometió a un ciclaje de operaciones un grupo de prueba de cuatro de tales dispositivos (coloreados y borrados) durante cuatro millones de ciclos sin fallas.

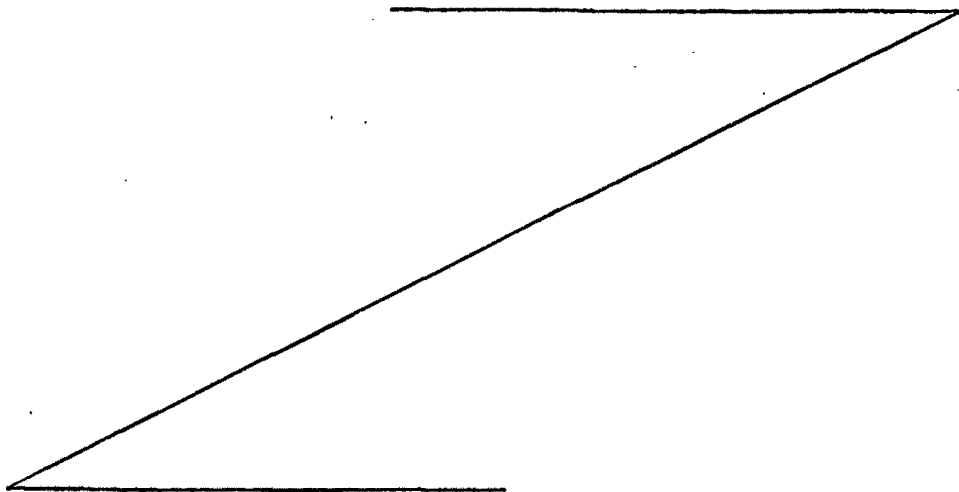
EJEMPLO IV

Se montó un dispositivo de exhibición electrocrómico, como se describe en el ejemplo III, utilizando, sin embargo, el material viscoelástico de electrolito del ejemplo II. El dispositivo ensamblado se coloreó mediante el paso de una corriente de 320 microamperes durante 0,9 segundos. La eliminación del color se logró haciendo pasar una corriente de 340 mi

croamperes durante 0,9 segundos. Dicho dispositivo se sometió a un ciclo de operaciones, durante 2,9 millones de ciclos antes de fallar.

5 En las aplicaciones en donde puede requerirse una más elevada conductividad de iones, la invención puede también utilizarse en la forma de composiciones viscoelásticas, obtenidas mediante la adición de un ácido de bajo peso molecular tal como ácido sulfúrico, a la mezcla de ácido polietilensulfónico, pigmento y agua. Varias otras modalidades también pueden
10 ofrecer ventajas en aplicaciones particulares. Los copolímeros de ácido etilensulfónico pueden prepararse mezclando el ácido etilensulfónico con otros monómeros tales como acrilamida, ácido acrílico, ácido metacrílico, ácido maléico, N-vinilpirrolidona, acetato de vinilo y estireno, antes de la polimerización.
15

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su
20 principio fundamental.



REIVINDICACIONES

5 1ª.- Perfeccionamientos en dispositivos electrocrómicos de modulación de luz variable del tipo que comprenden un substrato transmisor de luz con un material electrocrómico persistente como modulador de luz y un contraelectrodo separado de dicho substrato por un material conductor de iones, caracterizados porque se incluye un material conductor de iones mejorado que comprende una composición de polímero viscoelástico, preparado a partir de ácido polietilensulfónico.

10 2ª.- Perfeccionamientos según la reivindicación 1, caracterizados porque la composición de polímero viscoelástico incluye agua.

15 3ª.- Perfeccionamientos según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizados porque la composición de polímero viscoelástico incluye un pigmento.

20 4ª.- Perfeccionamientos según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizados porque la composición de polímero viscoelástico comprende un copolímero de ácido etilensulfónico y un monómero copolimerizable con el mismo, seleccionado entre acrilamida, ácido acrílico, ácido metacrílico, ácido maléico, N-vinilpirrolidona, acetato de vinilo y estireno.

25 5ª.- Perfeccionamientos según la reivindicación 1, caracterizados porque la composición de polímero viscoelástico comprende una composición de un ácido de bajo peso molecular, ácido polietilensulfónico, pigmento y agua.

6.- Perfeccionamientos en dispositivos electrocrómicos de modulación de luz variable, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

70

Esta Memoria consta de 9 hojas escritas a máquina
por una sola cara.

Madrid, - 7 AGO. 1978

AMERICAN CYANAMID COMPANY

J. M. GOMEZ ACEDO Y PASEDO
p. p. Firmado: J. Suarez Diaz

