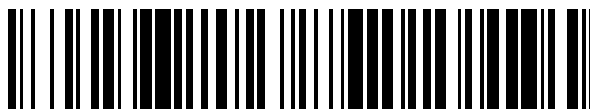


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 675 109**

51 Int. Cl.:

C03C 8/06 (2006.01)
C03C 27/06 (2006.01)
C03B 23/24 (2006.01)
E06B 3/673 (2006.01)
E06B 3/677 (2006.01)
C03C 8/04 (2006.01)
C03C 8/24 (2006.01)
C03C 3/062 (2006.01)
E06B 3/66 (2006.01)
C03C 3/12 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **21.12.2012 PCT/US2012/071324**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **04.07.2013 WO13101748**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **21.12.2012 E 12813699 (1)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **02.05.2018 EP 2797847**

54 Título: **Materiales de fritada a base de vanadio, material de sellado y métodos para su fabricación y uso de los mismos para sellar vidrios aislantes al vacío**

30 Prioridad:
29.12.2011 US 201113339463

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
06.07.2018

73 Titular/es:
GUARDIAN GLASS, LLC (100.0%)
2300 Harmon Road
Auburn Hills MI 48326, US

72 Inventor/es:
DENNIS, TIMOTHY, A.

74 Agente/Representante:
VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

ES 2 675 109 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Materiales de frita a base de vanadio, material de sellado y métodos para su fabricación y uso de los mismos para sellar vidrios aislantes al vacío

5 **Campo de la invención**

Ciertas realizaciones ilustrativas de la presente invención se refieren a materiales de frita mejorados para artículos de vidrio (p.ej., para su uso en vidrios aislados con vacío o unidades VIG) y/o métodos para su fabricación, así como artículos que incluyen dichos materiales de frita mejorados y/o métodos para su fabricación. Más en particular, ciertas realizaciones ilustrativas se refieren a aglutinantes utilizados en materiales de frita a base de vanadio. En ciertas realizaciones ilustrativas, los sellos aislados mejorados creados con materiales de frita se utilizan en conexión con unidades de vidrio aislante al vacío (VIG) y/o se proporciona un método para sellar unidades VIG con los sellos mejorados.

15 **Antecedentes y sumario de las realizaciones ilustrativas de la invención**

Las unidades IG con vacío se conocen en la técnica. Véase por ejemplo las patentes estadounidenses N.os. 5.664.395, 5.657.607 y 5.902.652.

20 Las Figuras 1-2 ilustran una unidad IG con vacío convencional (unidad IG con vacío o unidad VIG). La unidad IG con vacío 1 incluye dos sustratos de vidrio separados por un espacio 2 y 3, que encierra un espacio a baja presión o en el que se hace el vacío 6 entre ellos. Las láminas/sustratos de vidrio 2 y 3 están interconectados por un sello en el borde o periférico de vidrio de soldadura fundido 4 y una serie de pilares de soporte o espaciadores 5.

25 El tubo de bombeo 8 está sellado herméticamente mediante un vidrio soldador 9 en una apertura o agujero 10 que pasa desde la superficie interior de la lámina de vidrio 2 a la parte inferior del rebaje 11 en la cara exterior de la lámina 2. Se fija vacío al tubo de bombeo 8 tal que se pueda hacer el vacío en la cavidad interior entre los sustratos 2 y 3 para crear un área o espacio de baja presión 6. Una vez hecho el vacío, se funde el tubo 8 para sellar el vacío. El rebaje 11 retiene el tubo sellado 8. Opcionalmente, puede incluirse un getter (adsorbente metálico) 12 dentro del rebaje 13.

Se han fabricado unidades IG con vacío convencionales, con sus sellos periféricos de soldador de vidrio fundido 4 del siguiente modo. Se deposita inicialmente una frita de vidrio en una solución (en último término para formar un sello de borde de soldador de vidrio 4) alrededor de la periferia del sustrato 2. Se hace descender el otro sustrato 3 sobre la parte superior del sustrato 2 de manera que queden intercalados los espaciadores 5 y la solución/frita de vidrio entre ellos. A continuación, se calienta todo el conjunto que incluye las láminas 2, 3, los espaciadores y el material de sellado a una temperatura de aproximadamente 500 °C, punto en el cual se funde la frita de vidrio, humedece las superficies de las láminas de vidrio 2, 3 y en último término forma un sello de borde o periférico hermético 4. Se mantiene esta temperatura de 500 °C durante aproximadamente una a ocho horas. Tras la formación del sello de borde/periférico 4 y el sello alrededor del tubo 8, se enfría el conjunto a temperatura ambiente. Debe advertirse que la columna 2 de la patente estadounidense No. 5.664.395 señala que una temperatura de procesamiento de IG con vacío convencional es aproximadamente 500 °C durante una hora. Los autores Lenzen, Turner y Collins de la patente '395 han señalado que "el proceso de sellado del borde es actualmente bastante lento: normalmente, se aumenta la temperatura de la muestra a 200 °C por hora, y se mantiene durante una hora a un valor constante comprendido entre 430 °C y 530 °C, dependiendo de la composición del vidrio soldador." Una vez formado el sello de borde 4, se aplica vacío a través del tubo para formar un espacio de baja presión 6.

La composición de sellos del borde convencional se conoce en dentro de la técnica. Véase por ejemplo, las patentes estadounidenses Nos. 3.837.866; 4.256.495; 4.743.302; 5.051.381; 5.188.990; 5.336.644; 5.534.469; 7.425.518, las publicaciones estadounidenses No. 2005/0233885 o US-A-2009064717.

Lamentablemente, las altas temperaturas y los tiempos de calentamiento prolongados del conjunto completo que se han mencionado utilizados en la formulación del sello del borde 4 no son deseables. Esto se aplica sobre todo en el caso en el que es deseable el uso de un sustrato de vidrio templado o reforzado térmicamente 2, 3 en la unidad IG con vacío. Tal como se muestra en las Figuras 3-4, el vidrio templado pierde la resistencia del templado cuando se expone a altas temperaturas en función del período de calentamiento. Por otra parte, dichas altas temperaturas de procesamiento pueden afectar negativamente a ciertos revestimiento(s) de baja emisividad que se puedan aplicar sobre uno o ambos sustratos de vidrio en ciertos casos.

60 La Figura 3 es un gráfico en el que se ilustra cómo un vidrio en placa templado térmicamente pierde su templado original al exponerlo a diferentes temperaturas durante diferentes períodos de tiempo, siendo el esfuerzo de tensión central original 3.200 UM por pulgada. El eje de las x en la Figura 3 es exponencialmente representativo del tiempo en horas (de 1 a 1.000 horas), mientras que el eje de las Y indica el porcentaje de la resistencia de templado original tras la exposición a calor. La Figura 4 es un gráfico similar a la Figura 3, con la salvedad de que se extiende el eje de las x de cero a una hora exponencialmente.

En la Figura 3 se ilustran siete curvas diferentes, y cada una de ellas indica una exposición a temperatura diferente en grados Fahrenheit (° F). Las diferentes curvas/líneas son 400 °F (en la parte superior del gráfico de la Figura 3), 500 °F, 600 °F, 700 °F, 800 °F, 900 °F y 950°F (la curva inferior del gráfico de la Fig. 3). Una temperatura de 900 °F es equivalente a aproximadamente 482 °C, que está dentro del intervalo utilizado para formar el sello periférico de vidrio soldador convencional 4 mencionado de las Figuras 1-2. Por lo tanto, se dirige la atención a la curva de 900 °F de la Figura 3, etiquetada con el número de referencia 18. Tal como se muestra, se mantiene solamente un 20 % de la resistencia de templado original tras una hora a esta temperatura (900°F o 482°C). Tal pérdida significativa (es decir, un 80 % de pérdida) de la resistencia de templado no es deseable.

Tal como se observa en las Figuras 3-4, el porcentaje de la resistencia de templado que se mantiene varía sobre la base de la temperatura a la que se expone el vidrio templado. Por ejemplo, a 900 °F, solamente se mantiene aproximadamente un 20 % de la resistencia de templado original. Cuando se reduce la temperatura a la que se exponen la lámina a 800 °F, aproximadamente 428 °C, el porcentaje de resistencia que se mantiene es aproximadamente 70 %. Finalmente, una reducción de la temperatura a aproximadamente 600 °F, aproximadamente 315 °C, tiene como resultado aproximadamente 95 % de mantenimiento de la resistencia de templado original de la lámina. Tal como se podrá apreciar, es deseable reducir cualquier pérdida de resistencia de templado como resultado de la exposición de la lámina de vidrio templada a altas temperaturas.

Tal como se ha señalado, la creación de unidades VIG incluye la creación de un sello hermético que puede soportar la presión aplicada sobre el vacío creado en el interior de la unidad. Tal como se ha explicado, la creación del sello puede implicar convencionalmente temperaturas de 500 °C o por encima de ellas. Se requieren dichas temperaturas para obtener una temperatura suficientemente alta para que se funda el material de fritas utilizado para el sello y formar el sello requerido para las unidades VIG. Tal como se ha señalado, dicha temperatura puede tener como resultado una reducción de la resistencia de las unidades VIG en las que se utiliza vidrio templado.

Una solución convencional para sellar sustratos de vidrio entre sí consiste en el uso de un epoxi. Sin embargo, en el caso de unidades VIG, las composiciones epoxídicas pueden ser insuficientes para mantener un sello con vacío. Por otra parte, los epoxis pueden ser susceptibles de factores del entorno que puedan reducir aún más su eficacia cuando se aplican a las unidades VIG.

Otra solución convencional consiste en usar una solución de fritas que contiene plomo. Tal como se sabe, el plomo tiene un punto de fusión relativamente bajo. Por consiguiente, es posible que las temperaturas para el sellado de las unidades VIG no tengan que ser tan altas para los otros materiales de fritas y, por tanto, no se reduzca la resistencia de templado de los sustratos de vidrio templado con la misma cantidad necesaria para otros materiales a base de fritas. Sin embargo, aunque se puedan resolver las cuestiones estructurales mencionadas con las fritas a base de plomo, el uso de plomo en la fritas puede crear otros problemas distintos. Concretamente, las consecuencias para la salud de la población que suponen los productos que contienen plomo. Por otra parte, determinados países (p.ej., en la Unión Europea) pueden imponer una normativa estricta sobre la cantidad de plomo que puede contener un producto concreto. De hecho, puede que algunos países (clientes) requieran productos desprovistos completamente de plomo.

Por lo tanto, se podrá apreciar que se están buscando técnicas para crear sellos mejorados para artículos de vidrio de forma continua.

Asimismo, los materiales de fritas pueden incluir a veces agentes aglutinantes que se utilizan, por ejemplo, para facilitar la unión de varios materiales que componen la fritas. Sin embargo, en ciertos casos, los materiales utilizados en una fritas pueden tener una temperatura de fusión que está por debajo del punto de quemado para un aglutinante que se utiliza en la fritas. En tales situaciones, el quemado incompleto del aglutinante puede tener como resultado un sello de fritas poroso, una menor unión entre la fritas y el vidrio debido por ejemplo a la contaminación de carbono en la fritas u otras características que pueden ser no deseables para sellos a base de fritas.

Por consiguiente, se podrá apreciar que existe la necesidad en la técnica de contar con aglutinantes, disolventes, etc., que se puedan utilizar con materiales de fritas, p.ej., con materiales de fritas con un punto de fusión relativamente reducido, como por ejemplo fritas a base de vanadio (p.ej., fritas VBZ).

Se podrá apreciar también que existe la necesidad en la técnica de sellos mejorados y similares que se puedan integrar con unidades de vidrio templado, como por ejemplo unidades VIG. Los sellos pueden diseñarse para permitir un sellado a temperatura reducida, como por ejemplo, vidrio recocido o templado que se pueda sellar sin un impacto perjudicial para las propiedades del vidrio.

Para abordar estos problemas técnicos, se proporciona un método de fabricación de una unidad de vidrio aislante al vacío (VIG) de acuerdo con la reivindicación 1, un material de sellado de acuerdo con la reivindicación 6, una unidad de vidrio aislante al vacío (VIG) de acuerdo con la reivindicación 9, un método de fabricación de un material de acuerdo con la reivindicación 10 y un método de unión de un material de fritas a un sustrato de acuerdo con la reivindicación 12. En ciertas realizaciones ilustrativas, un material de fritas puede proporcionar una unión entre el vidrio y la fritas suficiente para fines de VIG (p.ej., en lo que se refiere a la resistencia estructural). En ciertas

realizaciones ilustrativas, la fritas proporcionada puede proporcionar unas propiedades de humectación del vidrio apropiadas. En ciertas realizaciones ilustrativas, la fritas puede sellar y tener una resistencia estructural y una estructura vítrea homogénea para proporcionar una barrera adecuada para prevenir la degradación del vacío en las unidades VIG a lo largo de un período de tiempo.

En ciertos casos, las mejoras del flujo en fundido pueden permitir un mejor ajuste de la fritas a la expansión del vidrio y/o mejorar las tolerancias del proceso de las variaciones de la perla de fritas. Las mejores propiedades de humectación y unión de un material de fritas pueden aumentar el rendimiento de VIG reduciendo los fallos de unión de la fritas y el vidrio. Una reducción de la cristalización puede facilitar además o de forma alternativa que la composición seleccionada satisfaga los diferentes entornos de calentamiento (p.ej., un sello interno, un sello externo, etc.).

En ciertos ejemplos ilustrativos, se proporciona un material de fritas que tiene cierta composición. El material de fritas puede incluir entre aproximadamente 50 % y 60 % en peso de óxido de vanadio, entre aproximadamente 27 % y 33 % en peso de óxido de bario y entre aproximadamente 9 % y 12 % en peso de óxido de zinc. En ciertas realizaciones ilustrativas, el material de fritas puede incluir también al menos un aditivo seleccionado entre: Ta₂O₅, Ti₂O₃, SrCl₂, GeO₂, CuO, AgO, Nb₂O₅, B₂O₃, MgO, SiO₂, TeO₂, Ti₂O₃, Y₂O₃, SnF₂, SnO₂, CuCl, SnCl₂, CeO₂, AgCl, In₂O₃, SnO, SrO, MgO, MoO₃, CsCO₃, CuCl₂ y Al₂O₃.

En ciertas realizaciones ilustrativas, se proporciona una unidad vidrio aislante al vacío (VIG). La unidad VIG puede incluir un primer y un segundo sustrato de vidrio sustancialmente paralelos separados por un espacio. Se proporciona un sello de borde alrededor de la periferia del primer y segundo sustrato para formar un sello hermético entre ellos y que define al menos parcialmente un hueco entre los sustratos primero y segundo. El hueco definido entre los sustratos primero y segundo está a una presión por debajo de la atmosférica. El sello de borde incluye un material de fritas, p.ej., fabricado de una composición base, tal como se describe en el presente documento.

En ciertas realizaciones ilustrativas, se proporciona un método para fabricar un material de fritas. Se proporciona una composición base sobre un soporte. La composición base incluye entre aproximadamente 50 % y 60 % en peso de óxido de vanadio, entre aproximadamente 27 % y 33 % en peso de óxido de bario, entre aproximadamente 9 % y 12 % en peso de óxido de zinc y al menos un aditivo seleccionado entre: Ta₂O₅, Ti₂O₃, SrCl₂, GeO₂, CuO, AgO, Nb₂O₅, B₂O₃, MgO, SiO₂, TeO₂, Ti₂O₃, Y₂O₃, SnF₂, SnO₂, CuCl, SnCl₂, CeO₂, AgCl, In₂O₃, SnO, SrO, MgO, MoO₃, CsCO₃, CuCl₂ y Al₂O₃. Se funde la composición base. Se enfría o se deja enfriar la composición base formando un artículo de vidrio intermedio. Se muele el artículo de vidrio intermedio para preparar un material de fritas.

En ciertas realizaciones ilustrativas, se proporciona un método de fabricación de una unidad de vidrio aislante al vacío (VIG). Se proporciona un primer y un segundo sustrato de vidrio sustancialmente paralelos, separados por un espacio uno de otro. Se sellan entre sí los sustratos de vidrio primero y segundo con el uso de un material de fritas, quedando definido un hueco entre los sustratos primero y segundo. Se lleva a cabo el sellado fundiendo el material de fritas a una temperatura de no más de aproximadamente 400 grados C, en el que el material de fritas se ha formado a partir de una composición base que incluye entre aproximadamente 50 % y 60 % en peso de óxido de vanadio, entre aproximadamente 27 % y 33 % en peso de óxido de bario, entre aproximadamente 9 % y 12 % en peso de óxido de zinc y al menos un aditivo a base de óxido o cloruro.

En ciertas realizaciones ilustrativas, se proporciona un material de fritas que tiene cierta composición. El material de fritas puede incluir entre aproximadamente 50 % y 60 % en peso de óxido de vanadio (40-55 % molar, más preferentemente 45-50 % molar), entre aproximadamente 23 % y 33 % en peso (15-35 % molar, más preferentemente 20-23 % molar) de óxido de bario (p.ej., carbonato de bario que se convierte completamente o parcialmente en BaO) y entre aproximadamente 9 % y 12 % en peso de óxido de zinc (15-25 % molar, más preferentemente 19-22 % molar). El material de fritas incluye al menos un primer y un segundo aditivo seleccionado entre SnCl₂, CuCl₂, MoO₃, TeO₂, Ta₂O₅, Nb₂O₅, Al₂O₃, SiO₂ y CsCO₃.

Ciertas realizaciones ilustrativas pueden incluir al menos dos aditivos. Por ejemplo SnCl₂ y SiO₂. Ciertas realizaciones ilustrativas pueden incluir tres o cuatro aditivos seleccionado entre SiO₂, SnCl₂, Al₂O₃ y TeO₂. Ciertas realizaciones ilustrativas pueden incluir entre 5 y 10 diferentes aditivos que se selecciona entre: SnCl₂, CuCl₂, MoO₃, TeO₂, Ta₂O₅, Nb₂O₅, Al₂O₃, SiO₃ y CsCO₃.

En ciertas realizaciones ilustrativas, se proporciona un método de fabricación de una unidad de vidrio aislante al vacío. Se proporciona un primer y un segundo sustrato de vidrio sustancialmente paralelos y separados por un espacio uno de otro, definiéndose un hueco entre el primer y el segundo sustrato. Se dispone un material próximo a los bordes del primer y/o segundo sustrato de vidrio, con el material que comprende al menos un material de fritas y una solución aglutinante. Se aplica energía al material de fritas para fundir un material de fritas a una temperatura de fusión, siendo la temperatura de fusión menos de aproximadamente 400 grados C. La aplicación de energía quema la solución de aglutinante del material. Se forma el material de fritas a partir de una composición base que incluye (% en moles normalizado): óxido de vanadio: ~45-50 %, óxido de bario: ~20-23 % y óxido de zinc: 19-22 %.

En ciertas realizaciones ilustrativas, se proporciona un material. El material puede incluir una solución aglutinante y

un material de fritas con una composición que incluye (% en moles normalizado): óxido de vanadio: ~45-50 %, óxido de bario: ~20-23 % y óxido de zinc: 19-22 %. La solución aglutinante puede tener una temperatura quemado por debajo de la temperatura de fusión del material de fritas.

En ciertas realizaciones ilustrativas, se proporciona un método de fabricación de un material. Se proporciona una composición sobre un soporte, incluyendo dicha composición (% en moles normalizado): óxido de vanadio: ~45-50 %, óxido de bario: ~20-23 % y óxido de zinc: 19-22 %. Se funde la composición. Se enfría y/o se deja enfriar la composición fundida para formar un artículo intermedio. Se muele el artículo intermedio o se transforma de otro modo para crear un material de fritas base. Se combina el material de fritas base con una solución aglutinante, en la que la temperatura de quemado para la solución aglutinante está por debajo de la temperatura de fusión del material de fritas base.

Se proporciona un método de unión de un material de fritas con un sustrato. Se combina el material de fritas con una solución aglutinante para formar un material combinado. Se dispone el material combinado sobre el sustrato. Se calienta el material combinado a una primera temperatura de menos de aproximadamente 300 grados C. Se retiene la temperatura del material combinado dentro de un intervalo de la primera temperatura durante un primer período de tiempo para quemar la solución aglutinante del material de fritas. Después de mantener la temperatura del material combinado, se aumenta la energía aplicada al material combinado para elevar la temperatura del material combinado a una segunda temperatura, por encima de la primera temperatura y por debajo de aproximadamente 400 grados C, durante un segundo período de tiempo. El material de fritas incluye una composición que incluye (% en moles normalizado): óxido de vanadio: ~45-50 %, óxido de bario: ~20-23 % y óxido de zinc: 19-22 %.

Las características, aspectos, ventajas y realizaciones ilustrativas descritas en el presente documento pueden combinarse en cualquier combinación o sub-combinación adecuada para llevar a cabo otras realizaciones más.

Breve descripción de los dibujos

Tanto éstas como otras características y ventajas se podrán entender mejor y de forma más completa haciendo referencia a la siguiente descripción detallada de las realizaciones ilustrativas conjuntamente con los dibujos, en los que:

La FIGURA 1 es una vista transversal de una unidad IG con vacío convencional;

La FIGURA 2 es una vista de planta superior del sustrato inferior, el sello del borde y los espaciadores de la unidad IG de la Fig. 1 tomada a lo largo de la línea de sección ilustrada en la Fig. 1;

La FIGURA 3 es un gráfico que correlaciona el tiempo (horas) con el porcentaje de resistencia de templado que se mantiene, que ilustra la pérdida de la resistencia de templado original para una lámina de vidrio templada térmicamente tras la exposición a diferentes temperaturas durante diferentes períodos de tiempo;

La FIGURA 4 es un gráfico que correlaciona el tiempo con el porcentaje de resistencia de templado que se mantiene similar al de la Fig. 3, a excepción de que se proporciona un período de tiempo más reducido en el eje de las x.

La FIGURA 5 es una vista transversal de una unidad de vidrio aislante al vacío de acuerdo con ciertas realizaciones ilustrativas;

La FIGURA 6 es un diagrama de flujo que ilustra un proceso de fabricación de una unidad de vidrio aislante al vacío con un material de fritas de acuerdo con ciertas realizaciones ilustrativas;

Las FIGURAS 7A-7D son gráficos que compendian las propiedades de composiciones de acuerdo con ciertas realizaciones ilustrativas;

La FIGURAS 8A-8C son gráficos que compendian la calidad de las composiciones de acuerdo con ciertas realizaciones ilustrativas;

La FIGURA 9 es un gráfico en el que se muestran los resultados cuando se añaden elementos adicionales a las composiciones de acuerdo con ciertas realizaciones ilustrativas;

La FIGURAS 10A-10C presentan gráficos que compendian el impacto de aditivos que se añaden a las fritas a base de vanadio de acuerdo con ciertas realizaciones ilustrativas;

La FIGURAS 11A-11C presentan gráficos que compendian la absorción en las longitudes de onda visible y de infrarrojo para fritas a base de vanadio de acuerdo con ciertas realizaciones ilustrativas;

La FIGURAS 12A-12C son gráficos que compendian las características de flujo de los materiales de fritas ilustrativos de acuerdo con ciertas realizaciones ilustrativas;

La FIGURA 13 es un gráfico en el que se muestra el análisis termogravimétrico de ciertos agentes aglutinantes ilustrativos;

La FIGURAS 14A y 14B respectivamente, presentan el gráfico del perfil de calentamiento y los materiales de fritas ilustrativos fundidos de acuerdo con el perfil de calentamiento;

La FIGURAS 15A y 15B respectivamente, presentan otro gráfico del perfil de calentamiento y los materiales de fritas ilustrativos fundidos de acuerdo con el perfil de calentamiento;

La FIGURA 16 presenta otro gráfico más del perfil de calentamiento;

Las FIGURAS 17-20 presentan materiales de fritas ilustrativos fundidos de acuerdo con ciertas realizaciones ilustrativas; y

La FIGURA 21 es un diagrama de flujo que ilustra un proceso de fusión de un material de fritas sobre un sustrato

de acuerdo con ciertas realizaciones ilustrativas.

Descripción detallada de realizaciones ilustrativas de la invención

5 Se proporciona la siguiente descripción en relación con varias realizaciones ilustrativas que pueden compartir características, rasgos, etc. Debe entenderse que uno o más de dichos rasgos de una cualquiera de las realizaciones pueden combinarse con uno o más rasgos de otras realizaciones. Por otra parte, un rasgo en solitario o una combinación de rasgos pueden constituir una realización/realizaciones adicional(es)

10 Ciertas realizaciones ilustrativas pueden tener relación con unidades de vidrio (p.ej., unidades VIG) que incluyen dos sustratos de vidrio sellados con un sello mejorado, p.ej., que es o incluye un material de fritada a base de vanadio. En ciertas realizaciones ilustrativas un sello mejorado puede incluir los siguientes materiales: óxido de vanadio, óxido de bario y óxido de zinc. Por otra parte, ciertas realizaciones ilustrativas pueden incluir uno o más de los siguientes compuestos: Ta₂O₅, Ti₂O₃, SrCl₂, GeO₂, CuO, AgO, Nb₂O₅, B₂O₃, MgO, SiO₂, TeO₂, Tl₂O₃, Y₂O₃, SnF₂, SnO₂, CuCl, SnCl₂, CeO₂, AgCl, In₂O₃, SnO, SrO, MgO, MoO₃, CsCO₃, CuCl₂ y Al₂O₃.

La Fig. 5 es una vista transversal de una unidad de vidrio aislante al vacío de acuerdo con ciertas realizaciones ilustrativas. La unidad VIG 500 puede incluir un primer y un segundo sustrato de vidrio 502a y 502b separados por un espacio y que definen un espacio entre los dos. Los sustratos de vidrio 502a y 502b pueden estar conectados a través de un sello mejorado 504 de fritada a base de vanadio o que la incluye. Los pilares de soporte 506 pueden ayudar a mantener los sustratos primero y segundo 502a y 502b separados por un espacio, sustancialmente paralelos uno con respecto al otro. Se podrá apreciar que el CTE del sello mejorado 504 y los sustratos de vidrio 502a y 502b pueden ajustarse sustancialmente entre sí. Esto puede ser ventajoso por lo que respecta a reducir la probabilidad de que se agriete el cristal, etc., Si bien la Fig. 5 se describe en relación con una unidad VIG, se podrá apreciar que el sello mejorado 504 que incluye o es una fritada a base de vanadio puede utilizarse en conexión con otros artículos y/o disposiciones, entre las que se incluyen por ejemplo unidades de vidrio aislante (IG) y/u otros artículos.

La Fig. 6 es un diagrama de flujo que ilustra un proceso para preparar un material de fritada para su uso en la fabricación de una unidad de vidrio aislante al vacío de acuerdo con ciertas realizaciones ilustrativas. En la etapa 600, se combinan compuestos base y se disponen en un contenedor apropiado (p.ej., un recipiente termo-resistente como por ejemplo un recipiente cerámico). En la etapa 602, se funden los compuestos combinados. Preferentemente, la temperatura para fundir el material combinado puede ser al menos 1000 °C. En ciertas realizaciones ilustrativas, se funde el compuesto combinado a 1000 °C durante 30 a 60 minutos. En ciertas realizaciones ilustrativas, se funde el compuesto combinado a 1100 °C durante 60 minutos. En ciertas realizaciones ilustrativas, se funde el compuesto combinado a 1200 °C durante 60 minutos. En ciertas realizaciones ilustrativas, la temperatura de fusión es un ciclo que incluye 500 °C durante 15 minutos, 550 °C durante 15 minutos, 600 °C durante 15 minutos y una rampa de calentamiento hasta 1000°C durante 60 minutos.

Una vez fundidos los compuestos combinados, se puede enfriar el material en la etapa 604, p.ej., para formar una lámina de vidrio. Tras el enfriamiento, se puede triturar o moler el vidrio en partículas finas en la etapa 606. En ciertas realizaciones ilustrativas, el tamaño de las partículas puede ser no superior a aproximadamente 100 mallas. Una vez molido el vidrio para formar un polvo, se puede disponer entre los sustratos en la etapa 608. En ciertas realizaciones ilustrativas, se puede dispensar el polvo como una pasta con un agente aglutinante. A continuación, se proporcionan con más detalle otros detalles de los agentes disolventes y/o aglutinante que pueden utilizarse en ciertas realizaciones ilustrativas. A continuación, se puede aplicar calor en la etapa 601 sobre el sustrato de vidrio y el polvo. En ciertas realizaciones ilustrativas, el calor puede ser de entre 300°C y 400°C, o más preferentemente entre 325°C y 375°C. Se podrá apreciar, que cuando se aplica el calor a las temperaturas mencionadas al vidrio templado, el vidrio templado puede perder una menor cantidad de resistencia en contraposición a cuando se aplica calor por encima de 350 °C al vidrio templado. Por tanto, ciertas realizaciones ilustrativas implican preferentemente una temperatura de fusión de fritada de menos de 500 °C, más preferentemente menos de 425°C y a veces menos de 350°C.

En ciertas realizaciones ilustrativas, los compuestos combinados incluyen los siguientes materiales: óxido de vanadio, óxido de bario y óxido de zinc.

Las Fig. 7A-7D presentan gráficos en los que se compendian las propiedades de las composiciones de acuerdo con ciertas realizaciones ilustrativas.

La tabla que se muestra a continuación corresponde a los datos presentados en la Fig. 7A en la que se han omitido las composiciones con una calidad de fundido inferior a 4 (en una escala de 0 a 5).

Tabla 1, Moles normalizadas de composición de lote								
V ₂ O ₅	BaO	ZnO	BaO/ZnO	Bi ₂ O ₃	B ₂ O ₃	Tg (°C)	Tx 1 (°C)	Valoración
43,66 %	9,87 %	46,47 %	0,21			320	410	4
39,01 %	13,25 %	37,37 %	,35	2,18 %	8,20 %	312	430	4

47,33 %	12,96 %	24,41 %	0,53	9,95 %	5,53 %	305	380	4
50,24 %	23,38 %	21,39 %	1,33			320	425	4
51,54 %	26,26 %	16,46 %	1,60	5,75 %		320	410	4,5

Se aplicaron los fundidos presentados en Fig. 7A sobre un portaobjetos de vidrio de microscopio con una temperatura de 375 °C aplicada durante 15 minutos. La Fig. 7B presenta un gráfico que incluye la temperatura de cristalización (primer pico de cristalización - Tx1 – de la tabla anterior) de los fundidos mencionados. De acuerdo con ciertas realizaciones ilustrativas, una temperatura preferente para Tx1 puede ser entre aproximadamente 375 °C y 425 °C, preferentemente aproximadamente 400°C.

La Fig. 7C presenta las temperaturas de transición vítrea, Tg, en comparación con los fundidos mencionados. En el gráfico se muestran datos ilustrativos que demuestran que pueden ser preferentes valores Tg entre aproximadamente 290 °C y 335 °C para las composiciones mencionadas.

La Fig. 7D incluye los fundidos mencionados en un gráfico en el que se muestra la calidad de fundido frente a la relación bario/zinc.

Las Fig. 8A-8C presentan gráficos que compendian la calidad de las composiciones de acuerdo con ciertas realizaciones ilustrativas. La Fig. 8A compendia el porcentaje de V₂O₅ utilizado en ciertas composiciones ilustrativas. La Fig. 8B compendia el porcentaje de BaO utilizado en ciertas composiciones ilustrativas. La Fig. 8C compendia el porcentaje de ZnO utilizado en ciertas composiciones ilustrativas. Tal como se muestra en los gráficos ilustrativos, un porcentaje de vanadio de aproximadamente 51 % y 53 % puede ser preferente de acuerdo con ciertas realizaciones ilustrativas.

A continuación, en las tablas 2A-2C se muestran composiciones ilustrativas de acuerdo con ciertas realizaciones ilustrativas. Por otra parte, los ejemplos 7-15 de las tablas corresponden a los gráficos 8A-8C. Para las composiciones presentadas en las tablas a continuación, se utilizó el factor BaCO₃ de 1,287027979 para la conversión al compuesto resultante BaO.

Tabla 2A										
	Porcentaje en peso				Pesos de la composición de lote para 25 gramos			Peso normalizado Porcentaje		
Ej.	V ₂ O ₅	BaO	ZnO	Peso normal	V ₂ O ₅	BaO	ZnO	V ₂ O ₅	BaO	ZnO
1	60	30	10	0,23	13,800	8,880	2,300	55,24	35,55	9,21
2	52,5	25	10	0,27	14,175	8,687	2,700	55,45	33,99	10,56
3	45	20	10	0,31	13,950	7,980	3,100	55,73	31,88	12,39
4	45	10	20	0,32	14,400	4,118	6,400	57,79	16,53	25,68
5	52,5	10	25	0,28	14,700	3,604	7,000	58,09	14,24	27,66
6	60	10	30	0,25	15,000	3,218	7,500	58,33	12,51	29,16
7	52,5	25	10	0,24	12,600	7,722	2,400	55,45	33,99	10,56
8	57,5	25	10	0,25	14,375	8,044	2,500	57,69	32,28	10,03
9	47,5	25	10	0,28	13,300	9,009	2,800	52,97	35,88	11,15
10	52,5	27,5	10	0,26	13,650	9,202	2,600	53,63	36,15	10,22
11	57,5	27,5	10	0,25	14,375	8,848	2,500	55,88	34,40	9,72
12	47,5	27,5	10	0,27	12,825	9,556	2,700	51,13	38,10	10,77
13	52,5	22,5	10	0,28	14,700	8,108	2,800	57,40	31,66	10,93
14	57,5	22,5	10	0,26	14,950	7,529	2,600	59,61	30,02	10,37
15	47,5	22,5	10	0,29	13,775	8,398	2,900	54,94	33,49	11,57

Tabla 2B							
	Moles de lote			Moles normalizadas			
Ej.	V ₂ O ₅	BaO	ZnO	V ₂ O ₅	BaO	ZnO	Tipo de vidrio
1	0,3037	0,1801	0,1132	50,87 %	30,17 %	18,95 %	amorfo
2	0,3049	0,1722	0,1298	50,24 %	28,38 %	21,39 %	vítreo
3	0,3064	0,1616	0,1522	49,41 %	26,05 %	24,54 %	amorfo
4	0,3177	0,0838	0,3156	44,31 %	11,68 %	44,01 %	amorfo
Ej.	V ₂ O ₅	BaO	ZnO	V ₂ O ₅	BaO	ZnO	Tipo de vidrio
5	0,3194	0,0722	0,3400	43,66 %	9,87 %	46,47 %	amorfo
6	0,3207	0,0634	0,3584	43,19 %	8,54 %	48,27 %	amorfo
7	0,3049	0,1722	0,1298	50,24 %	28,38 %	21,39 %	vítreo
8	0,3172	0,1636	0,1233	52,51 %	27,08 %	20,41 %	vítreo
9	0,2912	0,1818	0,1370	47,74 %	29,80 %	22,46 %	vítreo
10	0,2949	0,1832	0,1255	48,85 %	30,35 %	20,80 %	vítreo
11	0,3073	0,1743	0,1194	51,12 %	29,00 %	19,87 %	vítreo

12	0,2811	0,1931	0,1323	46,35 %	31,83 %	21,81 %	vítreo
13	0,3156	0,1604	0,1344	51,70 %	26,28 %	22,01 %	vítreo
14	0,3278	0,1521	0,1274	53,97 %	25,05 %	20,98 %	vítreo
15	0,3021	0,1697	0,1421	49,20 %	27,65 %	23,15 %	vítreo

La valoración que se presenta en la Tabla 2C se basa en el depósito de la composición molida sobre un portaobjetos de vidrio de microscopio y el calentamiento de la composición a aproximadamente 375 °C durante entre 10 y 30 minutos.

5

Tabla 2C					
Ejemplo	Tg (°C)	Tx2 (°C)	Tx2 (°C)	Tx1 - Tg	Valoración
1	280	330	540	50	0,0
2	320	425	525	105	4,0
3	280	430	550	150	0,0
4	280	320	365	40	0,0
5	320	410	560	90	4,0
6	285	425	560	140	0,0
7	315	390	530	75	4,5
8	295, 325	415	535	90	5,0
9	320	420	525	100	4,5
10	325	410	540	85	4,5
11	315	395	530	80	4,5
12	330	415	560	85	4,0
13	315	400	530	85	5,0
14	305	395	530	90	4,0
15	320	395	525	75	4,5

La Fig. 9 presenta un gráfico con los resultados de la adición de elementos adicionales (p.ej., Bi₂O₃ y B₂O₃) a la frita a base de vanadio. Los datos correspondientes que se presentan en la Fig. 9 se despliegan también en la Tabla 3, a continuación.

10

Tabla 3								
Ej.	V ₂ O ₅	BaO	ZnO	Bi ₂ O ₃	B ₂ O ₃	Tg(°C)	Tx1(°C)	Respuestas DSC
1	65,39 %	14,87 %	12,46 %	0,00 %	7,28 %	320	430	medio débil
2	60,96 %	13,86 %	11,61 %	0,00 %	13,57 %	240	415	muy débil
3	69,71 %	15,85 %	13,28 %	1,16 %	0,00 %	315	405	picos marcados
4	64,69 %	14,71 %	12,32 %	1,08 %	7,20 %	325	440	muy débil
5	68,91 %	15,67 %	13,13 %	2,29 %	0,00 %	320	410	medio débil
6	64,00 %	14,56 %	12,19 %	2,13 %	7,12 %	320	425	muy débil
7	59,74 %	13,59 %	11,38 %	1,99 %	13,30 %	315	410	muy débil
8	60,34 %	13,72 %	11,49 %	1,00 %	13,43 %	315	400	muy débil
9	70,53 %	16,04 %	13,43 %	0,00 %	0,00 %	315	380	picos marcados

En ciertas realizaciones ilustrativas, una fuerte respuesta DSC puede corresponder a una buena calidad de refundición. En ciertas realizaciones ilustrativas, la adición de bismuto en concentraciones comprendidas entre aproximadamente 0 % y 3 % puede tener como resultado una mayor calidad de flujo de refundido.

15

En ciertas realizaciones ilustrativas, una frita que incluye V₂O₅, BaO y ZnO puede incluir además uno o más aditivos. En ciertas realizaciones ilustrativas, los aditivos pueden constituir entre aproximadamente 0,5 % y 15 % en peso. De acuerdo con ciertas realizaciones ilustrativas, pueden añadirse aditivos a una composición base que incluye entre aproximadamente 50 % y 60 % en peso de V₂O₅, 27 % y 33 % en peso de BaO y 9 % y 12 % en peso de ZnO.

20

A continuación, en las Tablas 4A-4D se muestran los resultados de la inclusión de aditivos en la composición base de V₂O₅, BaO y ZnO. En la Tabla 4D se muestra la calidad de fundido en una escala de aproximadamente 0 a 5 para cada una de las composiciones. En las Fig. 10A-10C se muestran gráficos que corresponden a los datos de las tablas expuestas a continuación. Se utilizó un factor de BaCO₃ de 1,2870 para formar el BaO utilizado para los siguientes ejemplos.

25

Tabla 4A									
Pesos (g)						Peso normalizados			
Ej.	V ₂ O ₅	BaO	ZnO	Tipo de aditivo	Cantidad	V ₂ O ₅	BaO	ZnO	Aditivo
1	52,5	22,5	10	TeO ₂	2	14,175	7,819	2,700	0,540
2	52,5	22,5	10	TeO ₂	4	13,650	7,529	2,600	1,040
3	52,5	22,5	10	Ta ₂ O ₅	5	13,650	7,529	2,600	1,300

ES 2 675 109 T3

4	52,5	22,5	10	Ta ₂ O ₅	10	13,125	7,240	2,500	2,500
5	52,5	22,5	10	Ti ₂ O ₃	5	13,650	7,529	2,600	1,300
6	52,5	22,5	10	Ti ₂ O ₃	10	13,125	7,240	2,500	2,500
7	52,5	22,5	10	SrCl ₂	2	14,175	7,819	2,700	0,540
8	52,5	22,5	10	SrCl ₂	4	13,650	7,529	2,600	1,040
9	52,5	22,5	10	GeO ₂	1	14,175	7,819	2,700	0,270
10	52,5	22,5	10	GeO ₂	2	14,175	7,819	2,700	0,540
11	52,5	22,5	10	CuO	1	14,175	7,819	2,700	0,270
12	52,5	22,5	10	CuO	2	14,175	7,819	2,700	0,540
13	52,5	22,5	10	AgO	1,5	14,175	7,819	2,700	0,405
14	52,5	22,5	10	AgO	3	14,175	7,819	2,700	0,810
15	52,5	22,5	10	Nb ₂ O ₅	3	14,175	7,819	2,700	0,810
16	52,5	22,5	10	Nb ₂ O ₅	6	13,650	7,529	2,600	1,560
17	52,5	22,5	10	B ₂ O ₃	,8	14,175	7,819	2,700	0,216
18	52,5	22,5	10	B ₂ O ₃	1,6	14,175	7,819	2,700	0,432

Tabla 4B								
	Porcentaje en peso normalizado				Moles de composición de lote			
Ej.	V ₂ O ₅	BaO	ZnO	Aditivo	V ₂ O ₅	BaO	ZnO	Aditivo
1	56,17	30,99	10,70	2,14	0,309	0,157	0,131	0,013
2	55,00	30,34	10,48	4,19	0,302	0,154	0,129	0,026
3	54,43	30,02	10,37	5,18	0,299	0,152	0,127	0,012
4	51,75	28,54	9,86	9,86	0,285	0,145	0,121	0,022
5	54,43	30,02	10,37	5,18	0,299	0,152	0,127	0,011
6	51,75	28,54	9,86	9,86	0,285	0,145	0,121	0,022
7	56,17	30,99	10,70	2,14	0,309	0,157	0,131	0,013
8	55,00	30,34	10,48	4,19	0,302	0,154	0,129	0,026
9	56,78	31,32	10,82	1,08	0,312	0,159	0,133	0,010
10	56,17	30,99	10,70	2,14	0,309	0,157	0,131	0,020
11	56,78	31,32	10,82	1,08	0,312	0,159	0,133	0,014
12	56,17	30,99	10,70	2,14	0,309	0,157	0,131	0,027
13	56,48	31,15	10,76	1,61	0,311	0,158	0,132	0,013
14	55,58	30,66	10,59	3,18	0,306	0,155	0,130	0,026
15	55,58	30,66	10,59	3,18	0,306	0,155	0,130	0,012
16	53,87	29,71	10,26	6,16	0,296	0,151	0,126	0,023
17	56,91	31,39	10,84	0,87	0,313	0,159	0,133	0,012
18	56,42	31,12	10,75	1,72	0,310	0,158	0,132	0,025

Tabla 4C								
	Moles normalizadas							
Ej.	V ₂ O ₅	BaO	ZnO	Aditivo	Tg (°C)	Tx1 (°C)	Tx2 (°C)	Tx1-Tg
1	50,57 %	25,71 %	21,53 %	2,20 %	315	400	525	85
2	49,48 %	25,16 %	21,07 %	4,30 %	315	420	530	105
3	50,68 %	25,76 %	21,58 %	1,99 %	320	450		130
4	49,69 %	25,26 %	21,16 %	3,90 %	320	450	530	130
5	50,71 %	25,78 %	21,59 %	1,92 %	305	390	495	85
6	49,75 %	25,29 %	21,18 %	3,77 %	295	390	470	95
7	50,56 %	25,70 %	21,53 %	2,21 %	315	405	530	90
8	49,47 %	25,15 %	21,06 %	4,32 %	315	400	530	85
Ej.	V ₂ O ₅	BaO	ZnO	Aditivo	Tg (°C)	Ej.	V ₂ O ₅	BaO
9	50,83 %	25,84 %	21,64 %	1,68 %	315	395	530	80
10	49,99 %	25,41 %	21,28 %	3,31 %	315	400	530	85
11	50,56 %	25,71 %	21,53 %	2,20 %	315	385	525	70
12	49,47 %	25,15 %	21,06 %	4,31 %	320	395	545	75
13	50,61 %	25,73 %	21,55 %	2,12 %	305	390	525	85
14	49,55 %	25,19 %	21,10 %	4,16 %	300	380		80
15	50,68 %	25,76 %	21,58 %	1,98 %	315	425	550	110
16	49,69 %	25,26 %	21,16 %	3,89 %	325	440	465	115
17	50,66 %	25,75 %	21,57 %	2,02 %	315	410	540	95
18	49,66 %	25,25 %	21,14 %	3,95 %	320	405	545	85

Tabla 4D		
Ejemplo	Calidad de fundido a 375 °C, 15 min	Calidad de fundido a 350 °C, 15 min
1	5,0	4,0
2	4,5	4,0
3	4,5	2,0
4	5,0	2,0
5	4,5	4,5
6	5,0	5,0
7	5,5+	5,0
8	5,0	4,5
9	4,5	4,5
10	4,5	4,5
11	4,5	2,0
12	4,0	2,0
13	4,0	5,0
14	3,5	4,0
15	4,5	2,0
16	5,0	2,0
17	4,0	4,5
18	3,5	2,0

En ciertas realizaciones ilustrativas, la composición molar de un aditivo de la composición base es superior a la que se muestra en las tablas 4A-4D. La Tabla 5A presenta aditivos aumentando la cantidad de aditivo (sobre la base de % en moles). La composición base utilizada con la cantidad de aditivo puede basarse por ejemplo en la composición base que se presenta en la fila 1 de las Tablas 4A-4D. Los aditivos que se presentan en la Tabla 5, en las cantidades seleccionadas expuestas puede mejorar la calidad de fundido cuando se compara con la composición base mencionada. Un tipo de fundido vítreo indica que un "botón" del compuesto se fundió en una placa de vidrio formando una estructura vítrea homogénea. Sinterizado indica que se fundieron los compuestos (en forma de polvo), pero permanecieron en forma de polvo.

Tabla 5				
Ejemplo	Tipo de aditivo	Cantidad	Tipo de fundido (350 °C durante 20 minutos)	Adhesión a sustrato de vidrio
1	CuCl	4,00 %	Vítreo	No pegajoso
2	SnCl ₂	3,99 %	Vítreo	No pegajoso
3	SnCl ₂	5,99 %	Vítreo, flujo ligero	Ligeramente pegajoso
4	SiO ₂	6,02 %	Más Vítreo	No pegajoso
5	Al ₂ O ₃	6,00 %	Vítreo	No pegajoso
6	CeO ₂	4,00 %	Sinterizado	No pegajoso
7	TeO ₂	3,99 %	Vítreo	Ligeramente pegajoso
8	TeO ₂	6,01 %	Vítreo	Ligeramente pegajoso
9	Tl ₂ O ₃	3,99 %	Vítreo, flujo ligero	No pegajoso
10	Tl ₂ O ₃	6,01 %	Vítreo, flujo ligero	No pegajoso

Por consiguiente, en ciertas realizaciones ilustrativas, se pueden añadir aditivos o una cantidad relativamente mayor (p.ej., en contraposición con la que se presenta en la Figura 4) a la composición base. En ciertas realizaciones ilustrativas, los aditivos pueden incluir, por ejemplo, CuCl, SnCl₂, SiO₂, Al₂O₃ y TeO₂. Se podrá apreciar que la naturaleza tóxica de óxido de talio (Tl₂O₃) puede excluir su uso en ciertos casos.

En ciertas realizaciones ilustrativas, pueden incluirse dos o más aditivos en un compuesto base. La tabla 6 muestra los resultados de la adición de dos aditivos a una composición base ilustrativa. La Tabla 6 incluye ejemplos de fundidos a 375 y 350.

Por otra parte, se examinaron botones de 13 mm de los compuestos ilustrativos sobre una placa de vidrio. Se muestra también la resistencia estructural del compuesto ilustrativo resultante en la columna que está más a la derecha.

Tabla 6								
Ej.	Aditivo 1	Aditivo 2	Cantidad 1 (% moles)	Cantidad 2 (% moles)	Calidad de fundido (375 °C, 15-20 m)	Calidad de fundido (350 °C, 15-20 m)	Botón 13 mm 350 °C, 20 m	Resistencia
1	TeO ₂	Al ₂ O ₃	3.01	3.01	4.5	5.5	vítreo	Fracturas
2	TeO ₂	Al ₂ O ₃	2.99	5.01	5	4	vítreo	Fracturas

3	TeO ₂	Al ₂ O ₃	4.02	3.01	6	5.5	vítreo	Fracturas
4	TeO ₂	Al ₂ O ₃	3.99	5.00	5	4.5	vítreo	Fracturas
5	TeO ₂	Al ₂ O ₃	5.01	2.99	4.5	4.5	vítreo	Fracturas
6	TeO ₂	Al ₂ O ₃	5.00	5.00	5	4.5	vítreo	Fracturas
7	TeO ₂	SiO ₂	3.01	3.00	5	5.5	vítreo	Fracturas
8	TeO ₂	SiO ₂	2.99	5.02	5	4.5	vítreo	Fracturas
9	TeO ₂	SiO ₂	4.00	2.99	5	4	vítreo	Fracturas
10	TeO ₂	SiO ₂	3.99	4.99	5	4.5	Menos vítreo	Fracturas
11	TeO ₂	SiO ₂	5.00	2.99	4.5	4.5	Menos vítreo	Duro
12	TeO ₂	SiO ₂	5.00	4.99	4.5	4.5	Menos vítreo	Duro
13	SnCl ₂	Al ₂ O ₃	3.01	3.01	5	6	Más vítreo	Duro
14	SnCl ₂	Al ₂ O ₃	3.00	5.01	5	5.5	vítreo	Duro
15	SnCl ₂	Al ₂ O ₃	4.01	3.01	4.5	6	vítreo	Duro
16	SnCl ₂	Al ₂ O ₃	4.00	4.99	5.5	6	vítreo	Duro
17	SnCl ₂	Al ₂ O ₃	5.00	2.99	5.5	5.5	vítreo	Fracturas
18	SnCl ₂	Al ₂ O ₃	5.00	5.00	5.5	5.5	Más vítreo	Duro
19	SnCl ₂	SiO ₂	3.00	3.00	4.5	4.5	vítreo	Duro
20	SnCl ₂	SiO ₂	3.00	4.99	5	6	vítreo	Duro
21	SnCl ₂	SiO ₂	4.00	2.99	6	6	vítreo	Fracturas
22	SnCl ₂	SiO ₂	4.01	4.99	5.5	5.5	vítreo	Fracturas
23	SnCl ₂	SiO ₂	5.00	2.99	5	5.5	vítreo	Duro
24	SnCl ₂	SiO ₂	5.00	4.99	5.5	5.5	vítreo	Fracturas
25	Al ₂ O ₃	SiO ₂	3.01	3.00	4.5	4	Menos vítreo	Duro
26	Al ₂ O ₃	SiO ₂	2.99	4.99	5	5.5	Menos vítreo	Duro
27	Al ₂ O ₃	SiO ₂	4.00	2.99	4.5	4.5	Menos vítreo	Duro
28	Al ₂ O ₃	SiO ₂	4.00	4.99	5	4.5	Menos vítreo	Duro
29	Al ₂ O ₃	SiO ₂	5.01	2.99	5	4.5	Menos vítreo	Duro
30	Al ₂ O ₃	SiO ₂	5.01	4.99	4	2	Menos vítreo	Duro

Por consiguiente, un ejemplo determinado puede incluir dos aditivos similares a los que se incluyen en los ejemplos 3, 16 y 21 tal como se muestra en la Tabla 6 (p.ej., TeO₂ con SiO₂, SnCl₂ con Al₂O₃ y SnCl₂ con SiO₂). En ciertas realizaciones ilustrativas, la adición de dos o más aditivos puede tener resultados beneficiosos en una composición base ilustrativa. Por ejemplo, la adición de SiO₂ a otro aditivo puede aumentar la resistencia de la frita en general. Alternativamente, o además de, TeO₂ combinado con otros aditivos puede aumentar el flujo de fundido y las cualidades de humectación vítrea de la frita en comparación con la frita base.

En ciertas realizaciones ilustrativas, la combinación de SnCl₂ con SiO₂ y/o Al₂O₃ puede tener como resultado un aumento de la resistencia estructural para el material de frita resultante.

En ciertas realizaciones ilustrativas, pueden añadirse uno o más aditivos a la composición base en cantidades comprendidas entre 1 % y 10 % en peso o entre aproximadamente 1 % y 6 % moles normalizadas para un lote. En ciertas realizaciones ilustrativas, se pueden añadir aditivos en una menor cantidad, por ejemplo entre aproximadamente 0,1 % y 1 % en peso. En ciertas realizaciones ilustrativas, un lote para una composición base (en gramos) puede incluir V₂O₅ a 52,5, BaO a 22,5, ZnO a 10. En ciertas realizaciones ilustrativas, los aditivos añadidos a la composición base mencionada pueden incluir: 1) TeO₂ a 3,85 g y Al₂O₃ a 1,84 g; 2) SnCl₂ a 4,65 g y Al₂O₃ a 3,12 g; 3) SnCl₂ a 4,55 g y SiO₂ a 1,08 g. En correspondencia, los aditivos pueden tener por tanto un porcentaje en peso normalizado de: 1) TeO₂ a 1,00 y Al₂O₃ a ,48; 2) SnCl₂ a 1,21 y Al₂O₃ a ,81; 3) SnCl₂ a 1,18 y SiO₂ a ,28. Estos ejemplos pueden corresponderse con los ejemplos 3, 16 y 21 en la Tabla 6 anterior.

Las Fig. 11A-11C presentan gráficos en los que se ilustran la absorción en las longitudes de onda visible y de infrarrojo para fritas a base de vanadio de acuerdo con ciertas realizaciones ilustrativas. Tal como se muestra en los gráficos, las fritas a base de vanadio ilustrativas pueden tener una absorción de al menos 90 % a lo largo de una sustancial anchura del espectro visible y de IR. En ciertas realizaciones ilustrativas, la absorción puede ser

aproximadamente 95 %. Tal como se explica en la solicitud relacionada Serie No. 12/929,874, registrada el 22 de febrero, 2011, titulada "MATERIALES DE FRITA MEJORADOS Y/O MÉTODO DE FABRICACIÓN DE UNIDADES DE VIDRIO AISLANTE AL VACÍO QUE LOS INCLUYE", los materiales de fritas con absorción visible/IR alta pueden ser ventajosos.

La Fig. 11A presenta las propiedades de absorción de una fritas a base de vanadio utilizando como aditivos TeO_2 y Al_2O_3 (p.ej., Ej. 3 de Tabla 6). La Fig. 11B presenta las propiedades de absorción de una fritas a base de vanadio utilizando como aditivos SnCl_2 y Al_2O_3 (p.ej., Ej. 16 de Tabla 6). La Fig. 11C presenta las propiedades de absorción de una fritas a base de vanadio utilizando como aditivos SnCl_2 y SiO_2 (p.ej., Ej. 21 de Tabla 6).

En ciertas realizaciones ilustrativas, la aplicación de energía de IR a un material de fritas puede basarse en el perfil de calentamiento en el que la energía IR aplicada a la fritas varía a lo largo del tiempo. En la solicitud relacionada serie No. 12/929,874 (atty. dkt. no. 3691-2307), cuyo contenido se incorpora en el presente documento como referencia, se pueden encontrar ejemplos de perfiles de calentamiento.

En ciertas realizaciones ilustrativas, una composición base puede aumentarse con 3 o 4 aditivos. Por ejemplo, un lote de una composición base (en gramos) puede incluir V_2O_5 a 52,5, BaO a 22,5, ZnO a 10. Por consiguiente, pueden seleccionarse tres y/o más aditivos entre TeO_2 , SnCl_2 , Al_2O_3 y SiO_2 para aumentar la composición base. Los intervalos (en gramos) para los aditivos pueden variar entre 0 y 7,5 gramos por aditivo. Por tanto, en un porcentaje molar normalizado, pueden incluirse dichos aditivos a entre 0 % y 6 %. Por tanto, el porcentaje molar normalizado de una composición base puede ser V_2O_5 a entre aproximadamente 43 % y 50 %, BaO entre aproximadamente 22 % y 26 %, ZnO entre aproximadamente 18 % y 22 %. En ciertas realizaciones ilustrativas, pueden añadirse los aditivos (en una base molar normalizada) de TeO_2 a en torno a un 2 %, SnCl_2 en torno a un 2 %, Al_2O_3 en torno a un 2 % y SiO_2 en torno a 4 % a la composición base.

Las técnicas, composiciones, etc., divulgadas en el presente documento pueden utilizarse en otros métodos y/o sistemas para formar una unidad VIG. Por ejemplo, puede utilizarse una fritas a base de vanadio para formar un sello de borde de unidades VIG. Los sistemas, aparatos y/o métodos utilizados para crear una unidad VIG pueden describirse en la solicitud relacionada 12/929,876, registrada el 22 de febrero titulada "TÉCNICAS DE CALENTAMIENTO LOCALIZADO CON LA INCORPORACIÓN DE ELEMENTO(S) DE INFRARROJO SINTONIZABLES PARA UNIDADES DE VIDRIO AISLANTE AL VACÍO Y/O APARATOS PARA LOS MISMOS"

Ciertas realizaciones ilustrativas, puede incluir tres o más aditivos a la composición base que incluye pentaóxido de vanadio, carbonato de bario que se convierte total o parcialmente en óxido de bario; y óxido de zinc. Los tres elementos de fritas "base" mencionados pueden incluirse a 35-55 % molar para V_2O_5 , 15-35 % para BaO y 15-25 % molar para ZnO o, más preferentemente, 40-50 % molar para V_2O_5 , 20-30 % para BaO y 18-22 % molar para ZnO .

Además de un ejemplo de composición de fritas base, pueden añadirse uno o más aditivos. Los aditivos pueden incluir, por ejemplo:

- 1) SnCl_2 entre 1-10 % molar, que puede ayudar a reducir las temperaturas de reblandecimiento del vidrio y/o reducir la cristalización en ciertas realizaciones ilustrativas;
- 2) CuCl_2 entre 1-5 % molar, que puede ayudar a reducir la temperatura de reblandecimiento del vidrio en ciertas realizaciones ilustrativas;
- 3) MoO_3 entre 1-6 % molar, que puede ayudar a reducir la temperatura de reblandecimiento del vidrios en ciertas realizaciones ilustrativas;
- 4) TeO_2 entre 1-10 % molar, que puede ayudar a aumentar la capacidad de flujo del vidrio y/o humectación de un vidrio de sustrato en ciertas realizaciones ilustrativas;
- 5) Ta_2O_5 entre 0,5-5 % molar, que puede ayudar a aumentar la temperatura de reblandecimiento y/o aumentar la temperatura de cristalización en ciertas realizaciones ilustrativas;
- 6) Nb_2O_5 entre 0,5-6 % molar, que puede ayudar a aumentar la temperatura de reblandecimiento y/o aumentar la temperatura de cristalización en ciertas realizaciones ilustrativas;
- 7) Al_2O_3 entre 0,5-5 % molar, que puede ayudar a aumentare la capacidad de resistencia a la intemperie y reblandecimiento, la resistencia química y/o la resistencia mecánica en ciertas realizaciones ilustrativas;
- 8) SiO_2 entre 0,5-5 % molar, que puede ayudar a aumentar la capacidad de resistencia a la intemperie, reblandecimiento, la resistencia química y/o la resistencia mecánica en ciertas realizaciones ilustrativas; y
- 9) CsCO_3 entre 0,5-4 % molar, que puede ayudar a aumentar el flujo de fusión y/o reducir la capacidad de humectación en ciertas realizaciones ilustrativas.

En ciertas realizaciones ilustrativas, pueden añadirse cuatro o más aditivos, más preferentemente seis o más aditivos a la composición base mencionada. Se podrá apreciar que, cuando se aumenta el número de aditivos, las interacciones entre los distintos aditivos pueden producir diferentes resultados sobre la base de los pesos relativos de uno o más aditivos (o la composición base). Asimismo, se apreciará que el mayor número de aditivos puede crear efectos sinérgicos (p.ej., por lo que se refiere a la temperatura de reblandecimiento del vidrio, la capacidad de flujo y/u otros ajustes) que no podrían observarse si no.

En ciertas realizaciones ilustrativas, se pueden introducir uno o más aditivos a lo largo del proceso de creación de frita, en lugar de introducirlos expresamente. Por ejemplo, pueden introducirse ingredientes de aditivo en el material de frita como resultado de la cocción del material de frita en un crisol. Por ejemplo, se pueden "lixiviar" algunos ingredientes desde el crisol e introducirse en el material de frita. En ciertas realizaciones ilustrativas, Al_2O_3 y SiO_2 pueden lixiviarse a través de este proceso.

Las Tablas 7-10 presentan ejemplos de composiciones de frita de acuerdo con ciertas realizaciones ilustrativas. En cada una de las distintas tablas se incluyen uno o más aditivos que varían, al tiempo que se mantienen los demás ingredientes de manera sustancialmente iguales en los ejemplos de los compuestos que se ofrecen en la tabla.

En las Tablas 7A-7C, se varía el óxido de molibdeno en los ejemplos de compuestos; en las Tablas 8A-8C varía el óxido de telurio en los ejemplos de compuestos; en las Tablas 9A-9C varía carbonato de cesio en los ejemplos de compuestos; y en las Tablas 10A-10D varía óxido de tantalio y óxido de niobio en los ejemplos de compuestos.

En las Tablas 7A, 8A, 9A y 10A se muestran composiciones de compuestos de frita ilustrativas por porcentaje en peso normalizado. Las Tablas 7B, 8B, 9B y 10B presentan composiciones de frita ilustrativas por porcentaje en moles normalizado. Los valores que se dan en las Tablas 7-10 A y B están normalizados a aproximadamente 100 % para las composiciones mostradas. Por ejemplo, V_2O_5 del ejemplo 1 en la tabla 7A es 54,88 % en peso de la composición de frita para la composición de frita. De forma similar, V_2O_5 para el mismo ejemplo de composición de frita se muestra como 49,76 % en moles de la composición de frita resultante (p.ej., de la Tabla 7B). Por tanto, el peso normalizado y los porcentajes molares pueden añadirse hasta aproximadamente 100 % para las composiciones de frita ilustrativas presentadas en las diversas tablas del presente documento. Las Tablas 7C, 8C, 9C, 10C y 10D presentan resultados ilustrativos para las composiciones de frita ilustrativas. Tal como se puede deducir de los resultados de las tablas señaladas (p.ej., Tablas 7-10), el comportamiento de uno o más de los ejemplos mencionados puede mejorarse con respecto al material de frita base o un material de frita solamente con un aditivo, tal como se ha explicado. Por ejemplo, el material de frita ilustrativo 9 y 11 presentado en la Tabla 8 presenta un buen flujo a 375 grados (5 y 6,5, respectivamente).

Tabla 7A - MoO_3 Ejemplos

Porcentaje en peso normalizado									
Ejemplos	V_2O_5	BaO	ZnO	MoO_3	TeO_2	Ta_2O_5	Al_2O_3	SiO_2	Nb_2O_5
1	54,88	26,61	10,45	0,87	4,15	1,38	0,00	0,00	1,65
2	54,64	26,49	10,41	1,31	4,13	1,37	0,00	0,00	1,64
3	54,39	26,38	10,36	1,75	4,11	1,37	0,00	0,00	1,64
4	54,15	26,26	10,31	2,19	4,10	1,36	0,00	0,00	1,63
5	53,91	26,14	10,27	2,63	4,08	1,36	0,00	0,00	1,62
6	53,67	26,02	10,22	3,07	4,06	1,35	0,00	0,00	1,62

Tabla 7B - MoO_3 Ejemplos

Moles normalizadas de composición del lote									
Ej.	V_2O_5	BaO	ZnO	MoO_3	TeO_2	Ta_2O_5	Al_2O_3	SiO_2	Nb_2O_5
1	49,76 %	22,24 %	21,18 %	0,99 %	4,29 %	0,51 %	0,00 %	0,00 %	1,02 %
2	49,50 %	22,12 %	21,08 %	1,50 %	4,27 %	0,51 %	0,00 %	0,00 %	1,02 %
3	49,25 %	22,01 %	20,97 %	2,00 %	4,24 %	0,51 %	0,00 %	0,00 %	1,01 %
4	49,00 %	21,90 %	20,86 %	2,50 %	4,22 %	0,51 %	0,00 %	0,00 %	1,01 %
5	48,75 %	21,79 %	20,75 %	3,00 %	4,20 %	0,50 %	0,00 %	0,00 %	1,00 %
6	48,50 %	21,67 %	20,65 %	3,50 %	4,18 %	0,50 %	0,00 %	0,00 %	1,00 %

Tabla 7C - MoO_3 Ejemplos

Resultados del análisis						
Ej.	Portaobjetos 350 °C 15 min	Portaobjetos 375 °C 15 min	375° C botón 13 mm 20 min	Resultados	400° C botón 13 mm 20 min	Resultados
1	5,0	5,5	12,39	vidrio	13,76	ligera turbidez
2	3,0	4,5	12,80	vidrio	14,06	ligera turbidez
3	4,0	5,5	12,51	vidrio	14,14	ligera turbidez
4	4,5	5,0	13,08	vidrio	14,22	ligera turbidez
5	5,5	5,0	12,93	vidrio	14,26	ligera turbidez
6	5,5	5,5	12,88	vidrio	14,50	ligera turbidez

Tabla 8A - TeO_2 Ejemplos

Porcentaje en peso normalizado									
Ejemplo	V_2O_5	BaO	ZnO	MoO_3	TeO_2	Ta_2O_5	Al_2O_3	SiO_2	Nb_2O_5
7	54,84	26,59	10,45	2,67	2,42	1,38	0,00	0,00	1,65

ES 2 675 109 T3

8	54,56	26,46	10,39	2,66	2,91	1,37	0,00	0,00	1,64
9	54,29	26,33	10,34	2,65	3,39	1,37	0,00	0,00	1,63
10	54,02	26,19	10,29	2,63	3,88	1,36	0,00	0,00	1,63
11	53,74	26,06	10,24	2,62	4,37	1,35	0,00	0,00	1,62
12	53,47	25,93	10,18	2,61	4,86	1,34	0,00	0,00	1,61
13	53,20	25,80	10,13	2,59	5,34	1,34	0,00	0,00	1,60
14	52,92	25,66	10,08	2,58	5,83	1,33	0,00	0,00	1,59

Tabla 8B - TeO ₂ Ejemplos									
Moles normalizadas de composición de lote									
Ej.	V ₂ O ₅	BaO	ZnO	MoO ₃	TeO ₂	Ta ₂ O ₅	Al ₂ O ₃	SiO ₂	Nb ₂ O ₅
7	49,61 %	22,17 %	21,12 %	3,06 %	2,50 %	0,51 %	0,00 %	0,00 %	1,02 %
8	49,36 %	22,06 %	21,01 %	3,04 %	3,00 %	0,51 %	0,00 %	0,00 %	1,02 %
9	49,11 %	21,95 %	20,91 %	3,03 %	3,50 %	0,51 %	0,00 %	0,00 %	1,01 %
10	48,85 %	21,83 %	20,80 %	3,01 %	4,00 %	0,51 %	0,00 %	0,00 %	1,01 %
11	48,59 %	21,72 %	20,69 %	2,99 %	4,50 %	0,50 %	0,00 %	0,00 %	1,00 %
12	48,34 %	21,60 %	20,58 %	2,98 %	5,00 %	0,50 %	0,00 %	0,00 %	1,00 %
13	48,09 %	21,49 %	20,47 %	2,96 %	5,50 %	0,50 %	0,00 %	0,00 %	0,99 %
14	47,83 %	21,38 %	20,36 %	2,95 %	6,00 %	0,49 %	0,00 %	0,00 %	0,98 %

Tabla 8C - TeO ₂ Ejemplos						
Resultados del análisis						
Ej.	Portaobjetos 350 °C 15 min	Portaobjetos 375 °C 15 min	375 °C botón 13 mm 20 min	Resultados	400 °C botón 13 mm 20 min	Resultados
7	5,5	6,0	12,89	vidrio	14,37	turbidez
8	3,0	6,5	13,08	vidrio	14,63	ligera turbidez
9	3,0	5,0	13,38	vidrio	14,93	ligera turbidez
10	6,5	5,0	13,17	vidrio	14,66	ligera turbidez
11	4,5	6,5	13,04	vidrio	14,72	vidrio
12	6,0	6,5	12,72	vidrio	14,53	ligera turbidez
13	5,5	5,0	12,94	vidrio	14,59	ligera turbidez
14	5,5	6,0	13,24	vidrio	14,92	ligera turbidez

Tabla 9A - CsCO ₃ Ejemplos										
Porcentaje en peso normalizado										
Ejemplo	V ₂ O ₅	BaO	ZnO	MoO ₃	TeO ₂	Ta ₂ O ₅	Al ₂ O ₃	SiO ₂	Nb ₂ O ₅	CsCO ₃
15	52,95	25,68	10,09	2,58	4,31	1,33	0,00	0,00	1,59	1,47
16	52,69	25,55	10,04	2,57	4,29	1,32	0,00	0,00	1,59	1,97
17	52,43	25,43	9,99	2,56	4,26	1,32	0,00	0,00	1,58	2,44
18	52,17	25,30	9,94	2,54	4,24	1,31	0,00	0,00	1,57	2,92
19	51,91	25,17	9,89	2,53	4,22	1,31	0,00	0,00	1,56	3,41
20	51,65	25,05	9,84	2,52	4,20	1,30	0,00	0,00	1,55	3,89

Tabla 9B - CsCO ₃ Ejemplos										
Moles normalizadas de composición de lote (%)										
Ej.	V ₂ O ₅	BaO	ZnO	MoO ₃	TeO ₂	Ta ₂ O ₅	Al ₂ O ₃	SiO ₂	Nb ₂ O ₅	CsCO ₃
15	48,23	21,55	20,53	2,97	4,47	0,50	0,00	0,00	0,99	0,75
16	48,11	21,50	20,48	2,96	4,46	0,50	0,00	0,00	0,99	1,00
17	47,99	21,45	20,43	2,96	4,45	0,50	0,00	0,00	0,99	1,25
18	47,87	21,39	20,38	2,95	4,44	0,50	0,00	0,00	0,99	1,50
19	47,74	21,34	20,33	2,94	4,43	0,49	0,00	0,00	0,98	1,75
20	47,62	21,28	20,27	2,93	4,41	0,49	0,00	0,00	0,98	2,00

Tabla 9C - CsCO ₃ Ejemplos						
Resultados de ensayo						
Ej.	Portaobjetos 350 °C - 15 min	Portaobjetos 375 °C - 15 min	Botón 13 mm 375 °C 20 min	Resultados	Botón 13 mm 400 °C 20 min	Resultados
15	5,5	6,5	13,40	vidrio	14,88	turbidez
16	5,5	5,5	13,05	vidrio	15,40	vidrio
17	4,0	6,5	13,60	vidrio	15,17	ligera turbidez
18	4,5	6,5	13,33	vidrio	14,81	turbidez

19	6,0	4,5	13,28	vidrio	14,59	turbidez
20	4,5	7,0	13,97	vidrio	16,36	ligera turbidez

Tabla 10A - Ta ₂ O ₅ y Nb ₂ O ₅ Ejemplos									
Porcentaje en peso normalizado									
Ejemplo	V ₂ O ₅	BaO	ZnO	MoO ₃	TeO ₂	Ta ₂ O ₅	Al ₂ O ₃	SiO ₂	Nb ₂ O ₅
21	53,87	26,12	10,26	2,63	3,37	1,34	0,00	0,00	2,41
22	53,42	25,90	10,18	2,60	3,34	1,34	0,00	0,00	3,22
23	52,98	25,69	10,09	2,58	3,31	1,33	0,00	0,00	4,01
24	53,59	25,99	10,21	2, 61	3,35	2,65	0,00	0,00	1,60
25	53,15	25,77	10,12	2,59	3,32	2,65	0,00	0,00	2,39
26	52,71	25,56	10,04	2,57	3,29	2,65	0,00	0,00	3,18
27	52,28	25,35	9,96	2,55	3,27	2,63	0,00	0,00	3,97
28	52,86	25,63	10,07	2,58	3,30	3,97	0,00	0,00	1,59
29	52,43	25,43	9,99	2,56	3,28	3,94	0,00	0,00	2,38
30	52,00	25,21	9,90	2,54	3,25	3,94	0,00	0,00	3,16
31	51,57	25,01	9,82	2,51	3,22	3,93	0,00	0,00	3,93

Tabla 10B - Ta ₂ O ₅ y Nb ₂ O ₅ Ejemplos									
Moles normalizadas de composición de lote									
Ej.	V ₂ O ₅	BaO	ZnO	MoO ₃	TeO ₂	Ta ₂ O ₅	Al ₂ O ₃	SiO ₂	Nb ₂ O ₅
21	48,87 %	21,84 %	20,81 %	3,01 %	3,48 %	0,50 %	0,00 %	0,00 %	1,50 %
22	48,61 %	21,73 %	20,70 %	3,00 %	3,46 %	0,50 %	0,00 %	0,00 %	2,00 %
23	48,37 %	21,62 %	20,59 %	2,98 %	3,44 %	0,50 %	0,00 %	0,00 %	2,50 %
24	48,87 %	21,84 %	20,81 %	3,01 %	3,48 %	1,00 %	0,00 %	0,00 %	1,00 %
25	48,62 %	21,73 %	20,70 %	3,00 %	3,46 %	1,00 %	0,00 %	0,00 %	1,50 %
26	48,37 %	21,62 %	20,59 %	2,98 %	3,44 %	1,00 %	0,00 %	0,00 %	2,00 %
27	48,12 %	21,51 %	20,49 %	2,96 %	3,43 %	1,00 %	0,00 %	0,00 %	2,50 %
28	48,62 %	21,73 %	20,70 %	3,00 %	3,46 %	1,50 %	0,00 %	0,00 %	1,00 %
29	48,37 %	21,62 %	20,59 %	2,98 %	3,44 %	1,50 %	0,00 %	0,00 %	1,50 %
30	48,12 %	21,50 %	20,49 %	2,96 %	3,43 %	1,50 %	0,00 %	0,00 %	2,00 %
31	47,87 %	21,39 %	20,38 %	2,95 %	3,41 %	1,50 %	0,00 %	0,00 %	2,50 %

Tabla 10C - Ta ₂ O ₅ y Nb ₂ O ₅ Ejemplos						
Resultados de análisis						
Ej.	Portaobjetos 350 °C - 15 min	Portaobjetos 375 °C - 15 min	Botón 13 mm – 375 °C 20 min	Resultados	Botón 13 mm – 400 °C 20 min	Resultados
21	4,5	6,5	13,24	vidrio	15,21	vidrio
22	4,0	6,5	12,42	vidrio	14,50	vidrio
23	2,5	6,0	12,24	vidrio	14,55	vidrio
24	4,5	6,5	12,56	vidrio	14,47	vidrio
25	3,0	5,0	12,35	vidrio	14,16	vidrio
26	4,5	6,0	12,19	vidrio	14,88	vidrio
27	4,5	5,0	12,30	vidrio	14,48	vidrio
28	3,0	5,5	12,16	vidrio	14,34	vidrio
29	3,0	5,5	11,62	vidrio	14,07	vidrio
30	3,0	5,5	11,79	vidrio	14,20	vidrio
31	3,0	6,0	11,77	vidrio	13,96	vidrio

Tabla 10D - Ta ₂ O ₅ y Nb ₂ O ₅ Ejemplos		
Continuación resultados del análisis		
Ejemplo	Botón 13 mm – 425 °C 20 min	Resultado
21	16.07	Turbidez
22	15.86	Turbidez
23	16.08	ligera turbidez
24	14.79	Turbidez
25	15.99	Vidrio
26	16.40	ligera turbidez
27	16.15	ligera turbidez
28	15.33	Turbidez
29	15.55	Vidrio
30	15.71	ligera turbidez
31	14.57	Turbidez

En ciertas realizaciones ilustrativas, el uso de Ta_2O_5 y/o Nb_2O_5 pueden ayudar a reducir la cristalización del material de frit. A media que aumenta el porcentaje de contribución de dichos aditivos, puede aumentar también la temperatura de reblandecimiento (p.ej., una temperatura a la que el material de frit puede fluir). En ciertas realizaciones ilustrativas, pueden ser deseables propiedades de un sello por puntos en una unidad VIG (p.ej., sellado del agujero con vacío en una unidad VIG).

Los materiales de frit utilizados para sellos con vacío de agujero por puntos pueden tener diferentes propiedades deseables a los de los materiales de frit para un sello de perímetro para una unidad VIG. Por ejemplo, un material de frit utilizado para sellado por puntos puede exponerse completa o sustancialmente a IR y por tanto puede alcanzar una temperatura más alta a la del sello de perímetro. En cambio, el sello de perímetro puede hacer que el vidrio absorba cierto porcentaje de la SWIR dirigida a la frit de un sello de perímetro (p.ej., 10 % - 30 % de la SWIR). Por tanto, un material de frit ilustrativo (p.ej. ejemplo 21) puede utilizarse para un sello de perímetro mientras que el ejemplo 26 puede utilizarse para un sellado por puntos.

Tal como se muestra en la Tabla 10D, las composiciones de frit ilustrativas pueden proporcionar una mayor resistencia o una mayor tolerancia a la cristalización. Las composiciones ilustrativas presentadas en las Tablas 7-10 se prepararon un crisol de alúmina. Con dicho crisol, puede "lixiviarse" del crisol una cantidad determinada de Al_2O_3 y SiO_2 durante el proceso de preparación de frit. Por tanto, si bien aunque no se muestren Al_2O_3 y SiO_2 en las tablas 7-10 anteriores, pueden estar presentes estos aditivos (u otros dependiendo del tipo de crisol) en la composición de frit como consecuencia del proceso de lixiviación del proceso desde el crisol. La lixiviación de Al_2O_3 y SiO_2 pueden ser resultado del fundido o cocido de las composiciones de frit a determinadas temperaturas (p.ej., 800 grados C, 1000 grados C, etc.). Las diferentes temperaturas de cocido y/o las diferentes duraciones del período de cocido pueden afectar a la cantidad de material lixiviado del crisol. La variación de Al_2O_3 y SiO_2 puede cambiar el comportamiento de la frit para sellar a 375 grados C y 400 grados C.

En ciertas realizaciones ilustrativas, puede incluirse Al_2O_3 en un material de frit a entre 0 % y 2 % moles normalizadas por composición, o un porcentaje en peso normalizado de entre 0 % y 1,2 %, o más preferentemente aproximadamente 0,8 %. Se puede incluir SiO_2 a entre 1 y 5 % en moles normalizado por composición y/o entre aproximadamente 0,5 y 2 % en peso y más preferentemente aproximadamente 1,2 % en peso normalizado. El autor de la invención ha determinado que en ciertos casos, incluir SiO_2 o Al_2O_3 en una cantidad por encima de aproximadamente 2-5 %, tuvieron como resultado calidades de flujo no deseables en la composición de frit. En particular, al unirlo a un sustrato de vidrio ilustrativo, en ciertos casos, porcentajes superiores de SiO_2 o Al_2O_3 (p.ej., en exceso de 2 o 4 %) tuvo como resultado en concreto calidades similares para la composición de frit final.

En la Tabla 11 se muestran ejemplos de resultados en un crisol de platino. Dicho crisol puede reducir, o incluso prevenir, la lixiviación del exceso de aditivos durante el proceso de cocido del material de frit.

Tabla 11									
Crisol de platino - Moles normalizadas (%)									
V_2O_5	BaO	ZnO	CuCl	$SnCl_2$	TeO_2	Ta_2O_5	Al_2O_3	SiO_2	Nb_2O_5
44,56	21,96 %	18,21 %	1,42 %	4,66 %	3,88 %	0,47 %	1,19 %	2,73 %	0,93 %
44,25	21,81 %	18,09 %	1,41 %	4,62 %	3,85 %	0,46 %	1,20 %	3,38 %	0,92 %
43,95	21,66 %	17,96 %	1,40 %	4,59 %	3,83 %	0,46 %	1,19 %	4,05 %	0,91 %
44,38	21,87 %	18,14 %	1,41 %	4,64 %	3,86 %	0,46 %	1,60 %	2,71 %	0,92 %
44,08	21,72 %	18,02 %	1,40 %	4,61 %	3,84 %	0,46 %	1,59 %	3,36 %	0,92 %
43,78	21,57 %	17,89 %	1,39 %	4,57 %	3,81 %	0,46 %	1,58 %	4,03 %	0,91 %
44,20	21,78 %	18,07 %	1,41 %	4,62 %	3,85 %	0,46 %	1,99 %	2,70 %	0,92 %
43,89	21,63 %	17,94 %	1,40 %	4,59 %	3,82 %	0,46 %	1,99 %	3,38 %	0,91 %
43,60	21,48 %	17,82 %	1,39 %	4,56 %	3,80 %	0,46 %	1,98 %	4,01 %	0,91 %

Las Figs. 12A-12C son gráficos en los que se compendian características de flujo de materiales de frit ilustrativos de acuerdo con ciertas realizaciones ilustrativas.

La Fig. 12A demuestra que, a 375 grados C, aumentar el porcentaje de Ta_2O_5 puede causar un aumento de la temperatura de reblandecimiento inicial y la resultante reducción del flujo (p.ej., el diámetro del botón de 13 mm) para el material de frit ilustrativa. En ciertas realizaciones ilustrativas, aumentar el porcentaje de Nb_2O_5 puede proporcionar menos de una reducción del flujo. Tal como se ha señalado, puede utilizarse una frit (p.ej. Ej. 21) con esta composición para un sello de perímetro de una unidad VIG.

La Fig. 12B demuestra que, a 400 grados C, el Ej. 21 ha mejorado las características de flujo. Por ejemplo, con 1,0 % Ta_2O_5 , la frit fluye bien.

La Fig. 12C demuestra que, a 425 grados C, el Ej. 21 continúa fluyendo a temperaturas superiores, si bien, tal como se ha presentado en la Tabla 10D, la composición de frit puede cristalizarse a dicha temperatura. Sin embargo, el Ej., 26 puede continuar teniendo un buen flujo y tiene solamente una ligera cristalización. Por consiguiente, el Ej., 26

puede continuar fluyendo a temperaturas más altas.

Tal como se ha explicado, puede aplicarse un agente aglutinante (o combinarse con él) a un material de frita (p.ej., un material de frita a base de los materiales descritos en el presente documento). El autor de la presente solicitud ha reconocido que la menor temperatura de fusión de ciertos materiales de frita ilustrativos puede proporcionar puntos de fusión que son inferiores a los de la temperatura de quemado para ciertos tipos de agentes aglutinantes que se pueden utilizar en combinación con el material de frita. Debe señalarse que se realizaron los siguientes análisis utilizando el Ej. 26 como composición de frita, si bien cabe esperar que otras composiciones de frita divulgadas en el presente documento tengan características de comportamiento similares, a no ser que se especifique de otra forma. Debe señalarse también que es posible añadir en algunos casos un material de ajuste de CTE. Un ejemplo es GM31682 distribuido por Schott, que se añadió a 6,9 % en pesos para llevar a cabo los siguientes análisis.

La Fig. 13 es un gráfico en el que se muestra en el que el análisis termogravimétrico (TGA) de ciertos agentes aglutinantes ilustrativos. Se llevó a cabo el análisis TGA en nitrógeno y, tal como puede observarse, los agentes aglutinantes "QPAQ" ilustrativos (que se explican con mayor detalle más adelante) tienen un intervalo de quemado que es aproximadamente 100 ° más bajo que el de otros agentes aglutinantes de la familia de compuestos de celulosa.

En ciertas realizaciones ilustrativas, se pueden utilizar los siguientes materiales de unión ilustrativos en combinación con ciertos materiales de frita.

Ejemplo 1: Un agente aglutinante de polímero de metil celulosa. Ejemplo 1 incluyó 0,75 % en peso de metil celulosa (polímero de peso molecular 400 cps) en agua DI. El análisis TGA de este material indicó un quemado del aglutinante a en torno a 320-380°C.

Ejemplo 2: Un agente aglutinante de carbonato de polietileno, por ejemplo $[\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCO}_2]_n$ o $\text{C}_3\text{H}_4\text{O}_3$. Un ejemplo de dicho agente aglutinante está disponible con la marca comercial QPAC® 25 de Empower Materials Inc. Se podrá apreciar que es posible utilizar otros materiales aglutinantes que incluyan carbonato en ciertas realizaciones ilustrativas.

Ejemplo 3: Un agente aglutinante de carbonato de polipropileno, por ejemplo $[\text{CH}_3\text{CHCH}_2\text{OCO}_2]_n$ o $\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_3$. Un ejemplo de dichos agentes aglutinantes se distribuye en el mercado con el nombre QPAC® 40 de Empower Materials Inc. Tal como se señala en dicha Fig. 13, el análisis TGA de estos ejemplos 2 y 3 indica que el quemado del material aglutinante puede ser en torno a 250-275 °C.

Los ejemplos que se muestran en las Figs. 14B, 15B, 16B y 17-19 incluyeron una relación 5:1 (grama) entre la frita y la solución aglutinante. Se secaron en capas en portaobjetos de microscopio y se colocaron los portaobjetos en un vidrio revestido 71/38. Se podrá apreciar que esta relación entre la frita y la solución aglutinante se da a modo de ejemplo y que se pueden utilizar otras relaciones. Por ejemplo, la relación puede ser entre 4:1 y 6:1.

Las Fig. 14A, 15A y 16 son gráficos de la temperatura frente al tiempo en los que se muestran diversas temperaturas a diversos periodos de tiempo de un material de frita ilustrativo, una temperatura de conducto (p.ej., en la que se aplica energía IR) y dos sustratos de vidrio que se revisten (p.ej., con revestimiento con baja emisividad) y que no se revisten (p.ej., "transparente") respectivamente.

Las Fig. 14A y 14B muestran respectivamente un gráfico de perfil de calentamiento y materiales frita ilustrativos fundidos de acuerdo con el perfil de calentamiento de Fig. 14A. El perfil de calentamiento reflejado en el gráfico de la Fig. 14A incluyó aproximadamente 1 minuto de tiempo de retención 1402 en torno a 270-275°C. Después de este tiempo de retención, se aumentó la temperatura a una temperatura de fusión de la frita. El tiempo de rampa para este aumento puede estar comprendido entre 1,8 y 2,3 minutos o, más preferentemente, aproximadamente 2,1 minutos.

La Fig. 14B presenta materiales de frita ilustrativos que incluyen diferentes agentes aglutinantes. El material de frita fundido 1410 incluyó el agente aglutinante del ejemplo 2 mencionado, mientras que el material de frita fundido 1412 incluyó el agente aglutinante del ejemplo 1 antes señalado. La frita 1410 tiene propiedades que incluyeron su fusión, porosidad, no ser vítrea y/o la deslaminación desde el sustrato. La frita 1412 tuvo propiedades que incluyeron su rugosidad y su escasa fusión, no vítrea y/o la determinación del sustrato.

Las Fig. 15A y 15B respectivamente presentan otro gráfico el perfil de calentamiento y materiales de frita fundidos ilustrativos de acuerdo con el perfil de calentamiento. El perfil de calentamiento reflejado en el gráfico de la Fig. 15A incluyó un tiempo de retención de aproximadamente 1 minuto 1502 a en torno a 265-275 °C. Después de este tiempo de retención, se aumentó la temperatura a una temperatura de fusión de la frita. El tiempo de rampa para este aumento puede estar comprendido entre 4,3 y 5,7 minutos, más preferentemente entre aproximadamente 4,5 y 5,2 e incluso más preferentemente entre aproximadamente 4,7 y 5 minutos. Se podrá apreciar que dicho aumento del tiempo de rampa (p.ej., en el ejemplo que se presenta en la Fig. 14A) puede conseguirse reduciendo el voltaje de IR en relación con la energía aplicada al material de frita. Por ejemplo, puede reducirse el voltaje de aproximadamente 80 % a en torno a un 50 %. Podrá apreciarse que pueden ajustarse dichos porcentajes dependiendo de la energía producida por los elementos de calentamiento implicados en el procedimiento de fusión.

La Fig. 15B presenta materiales de frita ilustrativos que incluyen diferentes agentes aglutinantes. El material de frita fundido 1510 incluyó el agente aglutinante del ejemplo 2 antes señalado, mientras que el material de frita fundido 1512 incluyó el agente aglutinante del ejemplo 1 antes mencionado. La frita 1410 presentó propiedades que incluyeron un aspecto brillante (p.ej., un aumento con respecto a las fritas presentadas en la Fig. 14) al mismo tiempo que fue rugoso y presentó un aspecto sin defectos y no hubo deslaminación desde el sustrato. La frita 1512 presentó propiedades que incluyeron rugosidad y agrietamiento (p.ej., lo que indica que sigue presente el agente aglutinante) y/o deslaminación del sustrato. Estos resultados pueden indicar que el agente aglutinante sigue presente en el material de frita ilustrativo.

La Fig. 16 presenta otro gráfico más del perfil de calentamiento que puede utilizarse para aplicar energía a un material de frita dispuesto en un sustrato. El perfil de calentamiento reflejado en el gráfico de la Fig. 16A incluyó un tiempo de retención de aproximadamente 5 minutos a en torno a 270-275°C. De acuerdo con ciertas realizaciones ilustrativas, el tiempo de retención puede estar comprendido entre aproximadamente 235-290°C. Después de este tiempo de retención, se aumentó la temperatura a una temperatura de fusión de la frita (p.ej., 380-400°C o menos de 400°C). El tiempo de rampa para este aumento puede ser entre 2 y 3 minutos, más preferentemente entre aproximadamente 2,2 y 2,8 e incluso más preferentemente aproximadamente 2,4 minutos.

Las Figs. 17-20 presentan materiales de frita ilustrativos que incluyen diferentes agentes aglutinantes fundidos como resultado de la aplicación de perfiles de calentamiento ilustrativos. Los materiales de frita 1702, 1802, 1902 y 2002 se basan en un material de frita que incluye el agente aglutinante del ejemplo 2 antes señalado. Los materiales de frita 1704, 1804, 1904 y 2004 se basan en un material de frita que incluye el agente aglutinante del ejemplo 3 antes señalado. Los materiales de frita 1706, 1806, 1906 y 2006 se basan en un material de frita que incluye el agente aglutinante del ejemplo 1 antes señalado.

En la Fig. 17, el perfil de calentamiento utilizado incluyó un tiempo de retención de aproximadamente 5 minutos a en torno a 275 °C con un tiempo de rampa de 5 minutos posterior para sellar (p.ej., a la temperatura de fusión del material de frita). Los materiales de frita 1702 y 1704 tuvieron ambos un buen flujo y uniones sólidas con los correspondientes sustratos. Sin embargo, el material de frita 1706 fue rugoso y no vítreo y hubo deslaminación desde el sustrato.

En la Fig. 18, el perfil de calentamiento utilizado incluyó un tiempo de retención de aproximadamente 5 minutos a en torno a 275 °C con un tiempo de rampa de 5 minutos posterior para sellar (p.ej. a la temperatura de fundido del material de frita). Los materiales de frita 1802 y 1804 presentaron ambos un buen flujo, pero hubo algo de deslaminación desde el sustrato. El material de frita 1806 presentó una completa deslaminación desde el sustrato. Asimismo, si bien los bordes de la frita puedan haberse fundido, siguió presente la rugosidad de la frita en la versión fundida.

En Fig. 19, el perfil de calentamiento utilizado incluyó aproximadamente un tiempo de retención de 5 minutos a en torno a 275 °C. Se utilizó un tiempo de rampa de 2,3 minutos posterior para sellar (p.ej., a la temperatura de fundido del material de frita). Los materiales de frita 1902 y 1904 tuvieron ambos un buen fundido junto con una buena unión con los correspondientes sustratos. El material de frita 1906 presentó cierta fusión a lo largo de los bordes, pero siguió levantándose desde el sustrato. Los materiales de frita 1 y 2 pueden aplicarse por lo tanto, junto con el perfil de calentamiento de la Fig. 19, a un sustrato de vidrio y que puede utilizarse para formar una unidad VIG.

En la Fig. 20, el perfil de calentamiento utilizado incluyó un tiempo de retención de aproximadamente 10 minutos a en torno a 275 °C. Un tiempo de rampa de 2,3 minutos posterior para sellar (p.ej., a la temperatura de fusión del material de frita). Los materiales de frita 2002 y 2004 presentaron un buen fundido y adhesión al sustrato. El material de frita 2006 presentó un fundido relativamente escaso y se levantó completamente del portaobjetos sustrato.

Si bien es posible que en ciertas realizaciones ilustrativas se utilice una temperatura de retención de en torno a 275 °C, se pueden utilizar otras temperaturas comprendidas entre aproximadamente 235 °C a 325 °C o, más preferentemente, entre aproximadamente 260 °C y 285 °C. En ciertas realizaciones ilustrativas, una temperatura de retención puede ser menos de aproximadamente 300 °C. En un ejemplo, se utilizó una temperatura de retención de aproximadamente 267 °C. En ciertas realizaciones ilustrativas, la temperatura puede variar, o aumentarse lentamente durante este período de tiempo (p.ej., para retención a cierta temperatura o dentro de cierto intervalo durante un período de tiempo).

Asimismo, es posible emplear tiempos de retención en los que se utilizaron estas y otras temperaturas de retención. Por ejemplo, puede emplearse un tiempo de retención puede oscilar entre 1 y 30 minutos, más preferentemente entre aproximadamente 2 y 15 minutos e incluso más preferentemente entre aproximadamente 5 y 10. En ciertas realizaciones ilustrativas, el tiempo de retención puede ser menos de 5 o 10 minutos.

El autor de la presente solicitud determinó que en ciertos casos, un tiempo de quemado que es demasiado corto (p.ej., menos de un minuto) que puede conducir a restos de carbono remanentes. Dicha característica puede ser deseable en ciertas condiciones. El autor de la solicitud también determinó que, en ciertas condiciones, un mayor tiempo de retención (p.ej., que exceda 30 minutos) puede tener como resultado que el material de frita tenga una

menor resistencia de unión a un sustrato subyacente. Por consiguiente, se podrá apreciar que la duración del tiempo utilizado para “abrasar” una solución aglutinante puede influir en la calidad de la frita (p.ej., el sello de la frita al sustrato). Por ejemplo, ciertos marcos de tiempo, tal como se divulgan en el presente documento pueden utilizarse para reducir (o en algunos casos eliminar) los efectos negativos de las características no deseables anteriores.

Asimismo, en ciertas realizaciones ilustrativas, el tiempo de rampa para la temperatura de sellado puede variar entre aproximadamente 1 minuto y 10 minutos, más preferentemente entre aproximadamente 2 y 5 minutos. Ciertas realizaciones ilustrativas pueden emplear un tiempo de rampa de menos de 5 minutos, o más preferentemente menos de 3 minutos. Por consiguiente, ciertas realizaciones ilustrativas pueden utilizar tiempos de rampa relativamente reducidos (p.ej., tiempos que son inferiores a la temperatura de retención).

La Fig. 21 es un diagrama de flujo en el que se ilustra un proceso para fundir un material de frita sobre un sustrato de acuerdo con ciertas realizaciones ilustrativas. En la etapa 2102, una frita incluye un agente aglutinante aplicado sobre un sustrato. En la etapa 2104, se dispone después el sustrato en un entorno en el que se eleva la temperatura del material de frita aplicada sobre el sustrato a un primer nivel. Dicha temperatura puede oscilar entre aproximadamente 200°C y 350°C, o más preferentemente entre aproximadamente 250°C y 300°C, o incluso más preferentemente aproximadamente 275°C.

En la etapa 2106, se mantiene la temperatura del material de frita a un nivel relativamente estable durante un período de tiempo, p.ej., entre aproximadamente 1 y 10 minutos, o aproximadamente 5 minutos. A continuación, se eleva la temperatura de frita a la temperatura de fusión de la frita en la etapa 2108. Esto puede tener lugar durante un período de menos de aproximadamente 5 minutos, más preferentemente menos de aproximadamente 3 minutos, o incluso más preferentemente aproximadamente 2,3 minutos. En la etapa 2110, se enfrían a continuación el sustrato, la frita y otras entidades. Como resultado, se puede unir el material de frita al sustrato y consumirse por quemado completamente o de forma sustancial el material aglutinante que se había incluido originalmente con la frita.

Las personas especializadas en la técnica podrán apreciar la posibilidad de llevar a cabo ajustes de CTE a partir del material de frita global (p.ej., el compuesto) para las propiedades de humectación y unión de la frita para cooperar con el sustrato subyacente (p.ej., un sustrato de vidrio). En ciertas realizaciones ilustrativas, pueden añadirse compuestos de ajuste de CTE para estos y/u otros fines.

Se podrá apreciar que es posible utilizar uno o más aditivos de óxido, cloruro y/o fluoruro de metal como aditivos en diferentes realizaciones de la presente invención. Asimismo, en ciertas implementaciones ilustrativas, los aditivos de óxido, cloruro y/o fluoruro de metal pueden ser estequiométricos o sub-estequiométricos.

Debe advertirse que las realizaciones ilustrativas explicadas en el presente documento pueden utilizarse en conexión con otras aplicaciones, como por ejemplo aplicaciones MEMS. En el contexto MEMS, puede aumentarse la carga de CTE para reducir la expansión global en silicio y/o alúmina. Por ejemplo, pueden ser suficientes 3 ppm de ajustador de CTE con un 40 % en peso de ZrW_2O_8 para lo primero y 8 ppm de CTE con un 35 % en peso de esferas a base de molibdeno pueden ser suficientes para lo segundo.

En ciertas realizaciones ilustrativas, se proporciona un método de fabricación de una unidad de vidrio aislante al vacío (VIG). Se proporciona un primer y un segundo sustrato de vidrio sustancialmente paralelos y separados por un espacio uno de otro, definiéndose un hueco entre los sustratos primero y segundo. Se dispone un material próximo a los sustratos de vidrio primero y/o segundo, comprendiendo el material al menos un material de frita y una solución aglutinante. Se aplica energía al material de frita para fundir el material de frita a una temperatura de fusión, siendo la temperatura de fusión inferior a aproximadamente 400 grados C. La aplicación de energía consume por quemado sustancialmente la solución aglutinante del material. El material de frita se forma a partir de una composición base que incluye: ~45-50 % óxido de vanadio, ~20-23 % óxido de bario y ~19-22 % óxido de zinc. Estos porcentajes se dan en porcentajes en moles normalizados.

Además de las características del párrafo anterior, en ciertas realizaciones ilustrativas, la aplicación de energía al material de frita puede incluir una temperatura de retención del material de frita a una primera temperatura durante un primer período de tiempo; y aumentar la temperatura del material de frita a la temperatura de fusión a lo largo de un segundo período de tiempo.

Además de las características del párrafo anterior, en ciertas realizaciones ilustrativas, el primer período de tiempo puede ser superior al segundo período de tiempo.

Además de las características de cualquiera de los dos párrafos anteriores, en ciertas realizaciones ilustrativas, el primer período de tiempo puede oscilar entre aproximadamente 2 y 15 minutos.

Además de las características del párrafo anterior, en ciertas realizaciones ilustrativas, el primer periodo de tiempo puede ser entre aproximadamente 5 y 10 minutos.

Además de las características de cualquiera de los cuatro párrafos anteriores, en ciertas realizaciones ilustrativas, el segundo período de tiempo puede ser menos de aproximadamente 5 minutos.

5 Además de las características del párrafo anterior, en ciertas realizaciones ilustrativas, el segundo período de tiempo puede ser menos de aproximadamente 3 minutos.

Además de las características de cualquiera de los seis párrafos anteriores, en ciertas realizaciones ilustrativas, la primera temperatura puede ser menos de aproximadamente 300 grados C.

10 Además de las características de cualquiera de los ocho párrafos anteriores, en ciertas realizaciones ilustrativas, una realización entre el material de fritada y la solución aglutinante puede ser de aproximadamente 5 a 1.

Además de las características de cualquiera de los nueve párrafos anteriores, en ciertas realizaciones ilustrativas, la solución aglutinante puede incluir carbonato de polipropileno o carbonato de polietileno.

15 Además de las características de cualquiera de los párrafos anteriores, en ciertas realizaciones ilustrativas, la composición base puede incluir al menos cuatro aditivos a base de óxido, cloruro y/o fluoruro.

20 En ciertas realizaciones ilustrativas, se proporciona un material que comprende una solución aglutinante; y un material de fritada que tiene una composición que incluye: ~45-50 % óxido de vanadio, ~20-23 % óxido de bario y ~19-22 % óxido de zinc. Estos porcentajes se dan en porcentajes molares normalizados. La solución aglutinante tiene una temperatura de quemado que es inferior a la temperatura de fusión del material de fritada.

25 Además de las características del párrafo anterior, en ciertas realizaciones ilustrativas, la temperatura de fusión del material de fritada puede ser menos de aproximadamente 400 grados C.

Además de las características de cualquiera de los dos párrafos anteriores, en ciertas realizaciones ilustrativas, la solución aglutinante puede incluir carbonato de polipropileno o carbonato de polietileno.

30 Además de las características de cualquiera de los tres párrafos anteriores, en ciertas realizaciones ilustrativas, la solución aglutinante puede consumirse por quemado desde el material cuando se eleva la temperatura a 250 grados C y 400 grados C durante no más de 15 minutos.

35 Además de las características de cualquiera de los cuatro párrafos anteriores, en ciertas realizaciones ilustrativas, la composición incluye además al menos seis aditivos seleccionados del grupo que consiste en: Ta₂O₅, Ti₂O₃, SrCl₂, GeO₂, CuO, AgO, Nb₂O₅, B₂O₃, MgO, SiO₂, TeO₂, Tl₂O₃, Y₂O₃, SnF₂, SnO₂, SnCl₂, CeO₂, AgCl, In₂O₃, SnO, SrO, MoO₃, CsCO₃ y Al₂O₃.

40 En ciertas realizaciones ilustrativas, se proporciona una unidad de vidrio aislante al vacío (VIG). Se proporcionan un primer y un segundo sustrato sustancialmente paralelos de vidrio separados por un espacio. Se proporciona un sello de borde alrededor de una periferia del sustrato primero y/o segundo para formar un sello hermético entre ellos y que define al menos parcialmente un hueco entre los sustratos primero y segundo. Se proporciona el hueco a una presión por debajo de la atmosférica. El sello del borde se forma a partir del material, al menos inicialmente, de acuerdo con cualquiera de los cinco párrafos anteriores.

45 En ciertas realizaciones ilustrativas, se proporciona un método de fabricación de un material. Se proporciona una composición sobre un soporte comprendiendo dicha composición: ~45-50 % óxido de vanadio, ~20-23 % óxido de bario y 19-22 % óxido de zinc. Estos porcentajes se dan en porcentajes molares normalizados. Se funde la composición. Se enfría la composición fundida y/o se deja que se enfríe la composición fundida para formar un artículo intermedio. Se crea un material de fritada base (p.ej., por molido) a partir del artículo intermedio. Se combina el material de fritada base con una solución aglutinante. La temperatura de quemado para la solución aglutinante está por debajo de la temperatura de fusión del material de fritada base.

50 Además de las características del párrafo anterior, en ciertas realizaciones ilustrativas, la composición puede incluir al menos cuatro aditivos seleccionados del grupo que consiste en: Ta₂O₅, Ti₂O₃, SrCl₂, GeO₂, CuO, AgO, Nb₂O₅, B₂O₃, MgO, SiO₂, TeO₂, Tl₂O₃, Y₂O₃, SnF₂, SnO₂, SnCl₂, CeO₂, AgCl, In₂O₃, SnO, SrO, MoO₃, CsCO₃ y Al₂O₃.

Además de las características de cualquiera de los dos párrafos anteriores, en ciertas realizaciones ilustrativas, la temperatura de fusión puede ser inferior a aproximadamente 400 grados C.

60 Además de las características de cualquiera de los tres párrafos anteriores, en ciertas realizaciones ilustrativas, la temperatura de quemado puede ser inferior a aproximadamente 300 grados C.

65 Además de las características de cualquiera de los cuatro párrafos anteriores, en ciertas realizaciones ilustrativas, la solución aglutinante puede incluir carbonato de polipropileno y carbonato de polietileno.

En ciertas realizaciones ilustrativas, se proporciona un método de unión de un material de fritado a un sustrato. Se combina el material de fritado con una solución aglutinante para formar un material combinado. Se dispone sobre el sustrato el material combinado. Se calienta el material combinado a una primera temperatura de menos de aproximadamente 300 grados C. Se mantiene una temperatura de los materiales combinados dentro del intervalo de la primera temperatura durante un primer período para quemar la solución aglutinante del material de fritado. Después de mantener la temperatura del material combinado, se aumenta la energía aplicada al material combinado para elevar la temperatura del material combinado a una segunda temperatura, por encima de la primera temperatura y por debajo de aproximadamente 400 grados C, durante un segundo período de tiempo. El material de fritado incluye una composición que comprende: ~45-50 % óxido de vanadio, ~20-23 % óxido de bario y ~19-22 % óxido de zinc. Estos porcentajes se dan en porcentajes molares normalizados.

Además de las características del párrafo anterior, en ciertas realizaciones ilustrativas, la solución aglutinante puede incluir carbonato de polipropileno y carbonato de polietileno.

Además de las características de cualquiera de los dos párrafos anteriores, en ciertas realizaciones ilustrativas, la primera temperatura puede ser aproximadamente 275 grados C.

Además de las características de cualquiera de los tres párrafos anteriores, en ciertas realizaciones ilustrativas, el primer período de tiempo puede oscilar entre aproximadamente 5 y 10 minutos.

Además de las características de cualquiera de los cuatro párrafos anteriores, en ciertas realizaciones ilustrativas, el segundo período de tiempo puede ser inferior al del primer período de tiempo.

Además de las características de cualquiera de los cinco párrafos anteriores, en ciertas realizaciones ilustrativas, el segundo período de tiempo puede ser menos de aproximadamente 5 minutos.

Además de las características de cualquiera de los seis párrafos anteriores, en ciertas realizaciones ilustrativas, el segundo período de tiempo puede ser menos de aproximadamente 3 minutos.

Además de las características de cualquiera de los siete párrafos anteriores, en ciertas realizaciones ilustrativas, una relación entre el material de fritado y la solución aglutinante puede ser de aproximadamente 5 a 1.

Tal como se utilizan en el presente documento, no debe interpretarse que las expresiones “soportado por” y similares signifiquen que dos elementos están adyacentes directamente entre sí, a no ser que se señale explícitamente. Es decir, se puede afirmar que una primera capa se encuentra “encima” o “soportada por” otra segunda capa, incluso si hay una o más capas entre ellas.

A continuación, se describen otras realizaciones para facilitar la comprensión de la invención:

1. Un método de fabricación de una unidad de vidrio aislante al vacío (VIG), comprendiendo dicho método: proporcionar un material de sellado directamente o indirectamente sobre un primer sustrato de vidrio y/o un segundo sustrato de vidrio, comprendiendo dicho material al menos un material de fritado y una solución aglutinante; proporcionar los sustratos de vidrio primero y segundo sustancialmente paralelos, separados con un espacio en relación uno con otro, proporcionándose el material de sellado sobre al menos uno de los sustratos de vidrio y definiéndose un espacio entre los sustratos primero y segundo, en el que al menos una porción del material de sellado está localizado entre los sustratos de vidrio primero y segundo; aplicar energía al material de fritado para fundir el material de fritado al menos a una temperatura de fusión, siendo la temperatura de fusión inferior a aproximadamente 400 grados C, en el que la aplicación de la energía consume por quemado sustancialmente la solución aglutinante del material de sellado y en el que, tras la aplicación de la energía, se sellan los sustratos de vidrio primero y segundo entre sí directa o indirectamente y en el que el material de fritado se forma a partir de una composición de base que incluye:

Ingrediente	% en moles normalizado
óxido de vanadio	~45-50 %,
óxido de bario	~20-23 % y
óxido de zinc	~19-22 %;

2. El método de la realización 1, en el que la aplicación de energía sobre el material de fritado incluye:

mantener una temperatura del material de fritado a una primera temperatura durante un primer período de tiempo; y aumentar la temperatura del material de fritado a la temperatura de fusión durante un primer período de tiempo.

3. El método de la realización 2, en el que el primer período de tiempo es mayor que el segundo período de tiempo.

4. El método de cualquiera de las realizaciones 2-3, en el que el primer período de tiempo oscila entre aproximadamente 2 y 15 minutos.

5. El método de cualquiera de las realizaciones 2-4, en el que el primer periodo de tiempo oscila entre aproximadamente 5 y 10 minutos.
6. El método de cualquiera de las realizaciones 2-5, en el que el segundo período de tiempo es menos de aproximadamente 5 minutos.
- 5 7. El método de cualquiera de las realizaciones 2-6, en el que el segundo período de tiempo es menos de aproximadamente 3 minutos.
8. El método de cualquiera de las realizaciones 2-7, en el que la primera temperatura es menos de aproximadamente 300 grados C.
9. El método de cualquiera de las realizaciones anteriores, en el que antes de aplicar la energía, la relación entre el
- 10 material de fritada y la solución aglutinante es de aproximadamente 5 a 1.
10. El método de cualquiera de las realizaciones anteriores, en el que la solución aglutinante incluye carbonato de polipropileno y carbonato de polietileno.
11. El método de cualquiera de las realizaciones anteriores, en el que la composición base incluye al menos cuatro aditivos a base de óxido, cloruro y/o fluoruro.
- 15 12. El método de la realización 1, que comprende además hacer vacío en el hueco entre los sustratos de vidrio primero y segundo a una presión por debajo de la presión atmosférica después de haber formado un sello con al menos dicho material de fritada.
13. Un material de sellado que comprende:
una solución aglutinante; y
- 20 un material de fritada que tiene una composición que incluye:

	Ingrediente	% en moles normalizado
	óxido de vanadio	~45-50 %,
	óxido de bario	~20-23 % y
25	óxido de zinc	~19-22 %;

en la que la solución aglutinante tiene una temperatura de quemado que es inferior a una temperatura de fusión del material de fritada.

14. El material de la realización 13, en el que la temperatura de fusión del material de fritada es menos de aproximadamente 400 grados C.
15. El material de cualquiera de las realizaciones 13-14, en el que la solución aglutinante incluye carbonato de polipropileno o carbonato de polietileno.
16. El material de cualquiera de las realizaciones 13-15, en el que la solución aglutinante se consume por quemado
- 35 sustancialmente desde el material cuando se eleva la temperatura del material a entre 250 grados C y 400 grados C durante 15 minutos como máximo.
17. El material de cualquiera de las realizaciones 13-16, en el que la composición incluye además al menos seis aditivos seleccionados del grupo que consiste en: Ta₂O₅, Ti₂O₃, SrCl₂, GeO₂, CuO, AgO, Nb₂O₅, B₂O₃, MgO, SiO₂, TeO₂, Ti₂O₃, Y₂O₃, SnF₂, SnO₂, SnCl₂, CeO₂, AgCl, In₂O₃, SnO, SrO, MoO₃, CsCO₃ y Al₂O₃.
- 40 18. Una unidad de vidrio aislante al vacío (VIG) que comprende:

- un primer y un segundo sustrato sustancialmente paralelos separados por un espacio; y
un sello de borde provisto alrededor de la periferia de los sustratos primero y/o segundo para formar un sello hermético entre ellos y definiendo al menos parcialmente un hueco entre los sustratos primero y segundo,
- 45 en la que se proporciona el hueco a una presión por debajo de la atmosférica,
en la que el sello de borde se forma con un material, al menos inicialmente, de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 13-17.

19. Un método de fabricación de un material, método que comprende:
- 50 proporcionar una composición sobre un soporte, comprendiendo la composición

	Ingrediente	% en moles normalizado
	óxido de vanadio	~45-50 %,
	óxido de bario	~20-23 % y
55	óxido de zinc	~19-22 %;

fundir la composición y enfriar la composición fundida y/o permitir el enfriado de la composición fundida para formar un artículo intermedio;

- crear un material de fritada a partir del artículo intermedio; y
- 60 combinar el material de fritada base con una solución aglutinante, en el que la temperatura de quemado para la solución aglutinante está por debajo de la temperatura de fusión del material de fritada base.

20. El método de la realización 19, en el que la composición incluye al menos cuatro aditivos seleccionados del grupo que consiste: Ta₂O₅, Ti₂O₃, SrCl₂, GeO₂, CuO, AgO, Nb₂O₅, B₂O₃, MgO, SiO₂, TeO₂, Ti₂O₃, Y₂O₃, SnF₂, SnO₂, SnCl₂, CeO₂, AgCl, In₂O₃, SnO, SrO, MoO₃, CsCO₃ y Al₂O₃.
- 65 21. El método de cualquiera de las realizaciones 19-20, en el que la temperatura de fusión es menos de

aproximadamente 400 grados C.

22. El método de cualquiera de las realizaciones 19-21, en el que la temperatura de quemado es menos de aproximadamente 300 grados C.

23. El método de cualquiera de las realizaciones 19-22, en el que la solución aglutinante incluye carbonato de polipropileno y carbonato de polietileno.

24. Un método de unión de un material de frit a un sustrato, comprendiendo el método:

combinar el material de frit con una solución aglutinante para formar un material combinado;
disponer el material combinado sobre un sustrato;

calentar el material combinado a una primera temperatura inferior a aproximadamente 300 grados C;

mantener la temperatura del material combinado dentro del intervalo de la primera temperatura durante un primer período de tiempo para quemar la solución aglutinante del material de frit; y después de mantener la temperatura del material combinado, aumentar la energía aplicada al material combinado para elevar la temperatura del material combinado a una segunda temperatura, por encima de la primera temperatura y por debajo de aproximadamente 400 grados C, durante un primer período de tiempo,

en el que el material de frit incluye una composición que comprende:

Ingrediente	% en moles normalizado
óxido de vanadio	~45-50 %,
óxido de bario	~20-23 % y
óxido de zinc	~19-22 %;

25. El método de la realización 24, en el que la solución aglutinante incluye carbonato de polipropileno o carbonato de polietileno.

26. El método de cualquiera de las realizaciones 24-25, en el que la primera temperatura es aproximadamente 275 grados C.

27. El método de cualquiera de las realizaciones 24-26, en el que el primer periodo de tiempo es entre aproximadamente 5 y 10 minutos.

28. El método de cualquiera de las realizaciones 24-27, en el que el segundo período de tiempo es inferior al primer periodo de tiempo.

29. El método de cualquiera de las realizaciones 24-28, en el que el segundo período de tiempo es inferior a aproximadamente 5 minutos.

30. El método de cualquiera de las realizaciones 24-29, en el que el segundo período de tiempo es inferior a aproximadamente 3 minutos.

31. El método de cualquiera de las realizaciones 24-30, en el que la relación entre el material de frit y la solución aglutinante es aproximadamente 5 a 1.

REIVINDICACIONES

1. Un método de fabricación de una unidad de vidrio aislante al vacío (VIG), comprendiendo dicho método:

- 5 proporcionar un material de sellado sobre un primer sustrato de vidrio y/o un segundo sustrato de vidrio, comprendiendo dicho material al menos un material de fritas y una solución aglutinante, proporcionar el primer y el segundo sustratos de vidrio sustancialmente paralelos, separados por un espacio, en relación uno con otro, proporcionándose el material de sellado sobre al menos uno de los sustratos de vidrio, y definiéndose un hueco entre los sustratos primero y segundo y en donde al menos una porción del material de sellado está localizada entre el primer y el segundo sustratos de vidrio;
- 10 aplicar energía al material de fritas para fundir el material de fritas a al menos una temperatura de fusión, siendo la temperatura de fusión inferior a 400 grados C, en donde la aplicación de energía quema sustancialmente la solución aglutinante del material de sellado y en donde una vez aplicada la energía, se sellan los sustratos primero y segundo entre sí y
- 15 en donde se forma el material de fritas a partir de una composición base que incluye:

	Ingrediente	% en moles normalizado
	óxido de vanadio	~45-50 %,
	óxido de bario	~20-23 % y
20	óxido de zinc	~19-22 %;

2. El método de la reivindicación 1, en el que la aplicación de la energía en el material de fritas incluye:

- 25 mantener la temperatura del material de fritas a una primera temperatura durante un primer período de tiempo y aumentar la temperatura del material de fritas a la temperatura de fusión durante un segundo período de tiempo.

3. El método de la reivindicación 2, en el que el primer período de tiempo es mayor que el segundo período de tiempo.

- 30 4. El método de cualquiera de las reivindicaciones 2-3, en el que el primer período de tiempo está comprendido entre 2 y 15 minutos, preferentemente, entre 5 y 10 minutos.

5. El método de una cualquiera de las reivindicaciones anteriores en el que, antes de aplicar la energía, una relación entre el material de fritas y la solución aglutinante es de 5 a 1.

35

6. Un material de sellado que comprende:

una solución aglutinante; y
un material de fritas que tiene una composición que incluye:

	Ingrediente	% en moles normalizado
	óxido de vanadio	~45-50 %,
	óxido de bario	~20-23 % y
40	óxido de zinc	~19-22 %;

45

en donde la solución aglutinante tiene una temperatura de quemado menor que la temperatura de fusión del material de fritas y en donde la temperatura de fusión del material de fritas es menor de 400 grados C.

7. El material de la reivindicación 6, en el que la solución aglutinante se quema sustancialmente del material cuando se eleva la temperatura del material a entre 250 grados C y 400 grados C durante no más de 15 minutos.

50

8. El material de cualquiera de las reivindicaciones 6-7, en el que la composición incluye además al menos seis aditivos seleccionados del grupo que consiste en: Ta₂O₅, Ti₂O₃, SrCl₂, GeO₂, CuO, AgO, Nb₂O₅, B₂O₃, MgO, SiO₂, TeO₂, Ti₂O₃, Y₂O₃, SnF₂, SnO₂, SnCl₂, CeO₂, AgCl, In₂O₃, SnO, SrO, MoO₃, CsCO₃ y Al₂O₃.

55

9. Una unidad de vidrio aislante al vacío (VIG) que comprende:

un primer y un segundo sustratos de vidrio sustancialmente paralelos, separados por un espacio; y
un sello de borde proporcionado alrededor de la periferia de los sustratos primero y/o segundo para formar un sello hermético entre ellos y definiendo al menos parcialmente un hueco entre los sustratos primero y segundo, en donde el hueco se proporciona a una presión por debajo de la atmosférica, en donde el sello del borde se forma a través de un material de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 6-8.

60

65

10. Un método de fabricación de un material, comprendiendo el método:

proporcionar una composición a un soporte, comprendiendo la composición:

5	Ingrediente	% en moles normalizado
	óxido de vanadio	~45-50 %,
	óxido de bario	~20-23 % y
	óxido de zinc	~19-22 %;

10 y
fundir la composición; y
enfriar la composición fundida y/o permitir que la composición fundida se enfríe para formar un artículo intermedio;
15 crear un material de frita base a partir del artículo intermedio; y
combinar el material de frita base con una solución aglutinante,
en donde la temperatura de quemado para la solución aglutinante es inferior a la temperatura de fusión del material de frita base y
20 en donde la temperatura de fusión es menor de 400 grados C.

11. El método de la reivindicación 10, en el que la composición incluye al menos cuatro aditivos seleccionados del grupo que consiste en: Ta₂O₅, Ti₂O₃, SrCl₂, GeO₂, CuO, AgO, Nb₂O₅, B₂O₃, MgO, SiO₂, TeO₂, Ti₂O₃, Y₂O₃, SnF₂, SnO₂, SnCl₂, CeO₂, AgCl, In₂O₃, SnO, SrO, MoO₃, CsCO₃ y Al₂O₃.

25 12. Un método de unión de un material de frita a un sustrato, comprendiendo el método:

combinar el material de frita con una solución aglutinante para formar un material combinado;
disponer el material combinado sobre el sustrato;
30 calentar el material combinado a una primera temperatura de menos de 300 grados C;
mantener la temperatura del material combinado dentro del intervalo de la primera temperatura durante un primer período de tiempo para quemar la solución aglutinante del material de frita; y
después de mantener la temperatura del material combinado, aumentar la energía aplicada al material combinado para elevar la temperatura del material combinado a una segunda temperatura, por encima de la primera temperatura y por debajo de 400 grados C, durante un segundo período de tiempo,
35 en donde el material de frita incluye una composición que comprende:

40	Ingrediente	% en moles normalizado
	óxido de vanadio	~45-50 %,
	óxido de bario	~20-23 % y
	óxido de zinc	~19-22 %.

13. El método o el material de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde la solución aglutinante incluye carbonato de polipropileno o carbonato de polietileno.

45 14. El método de cualquiera de las reivindicaciones 12-13, en el que el primer periodo de tiempo está comprendido entre 5 y 10 minutos.

15. El método de cualquiera de las reivindicaciones 12-14, en el que el segundo período de tiempo es inferior al primer periodo de tiempo.

50

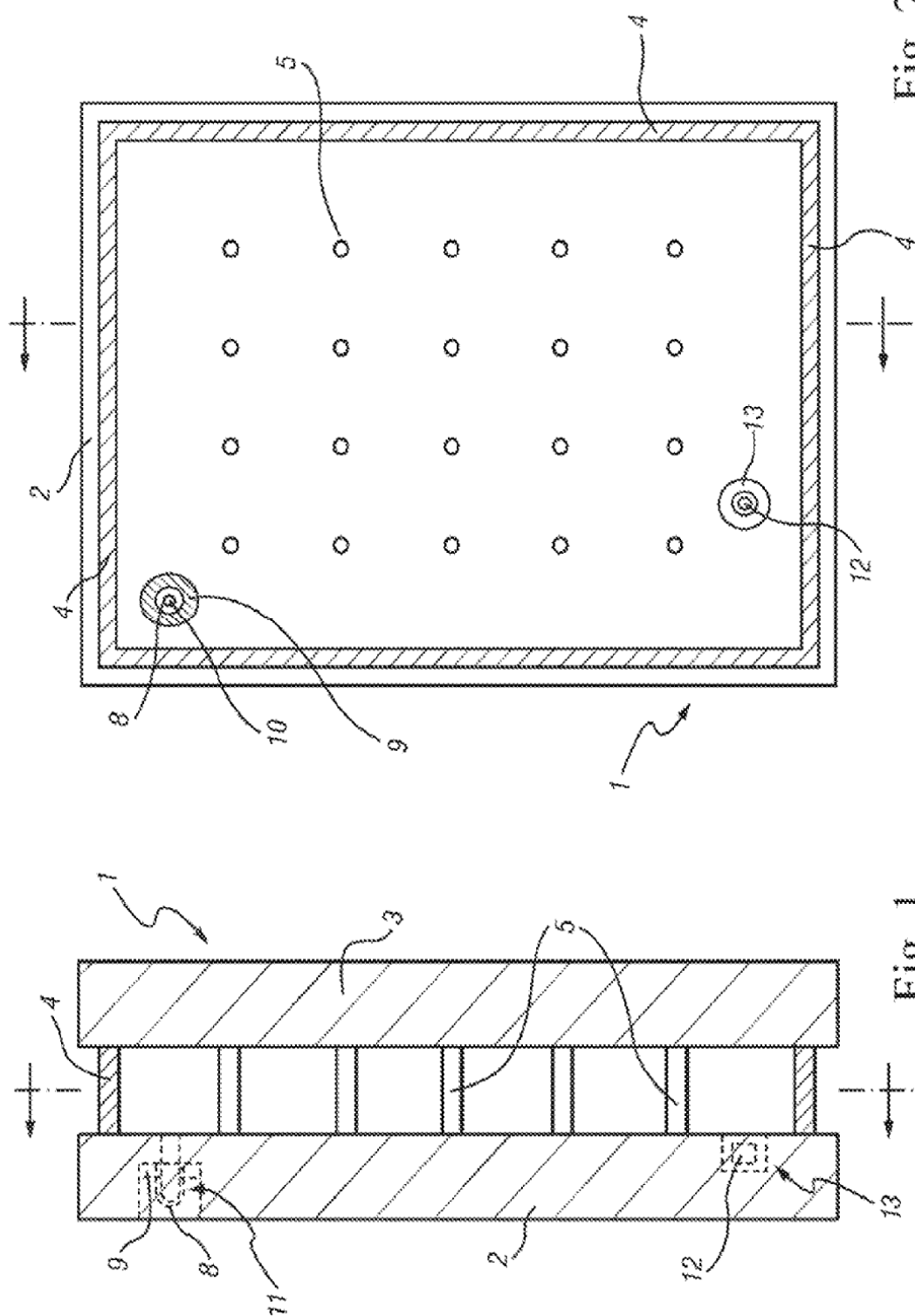


Fig. 2
(Técnica anterior)

Fig. 1
(Técnica anterior)

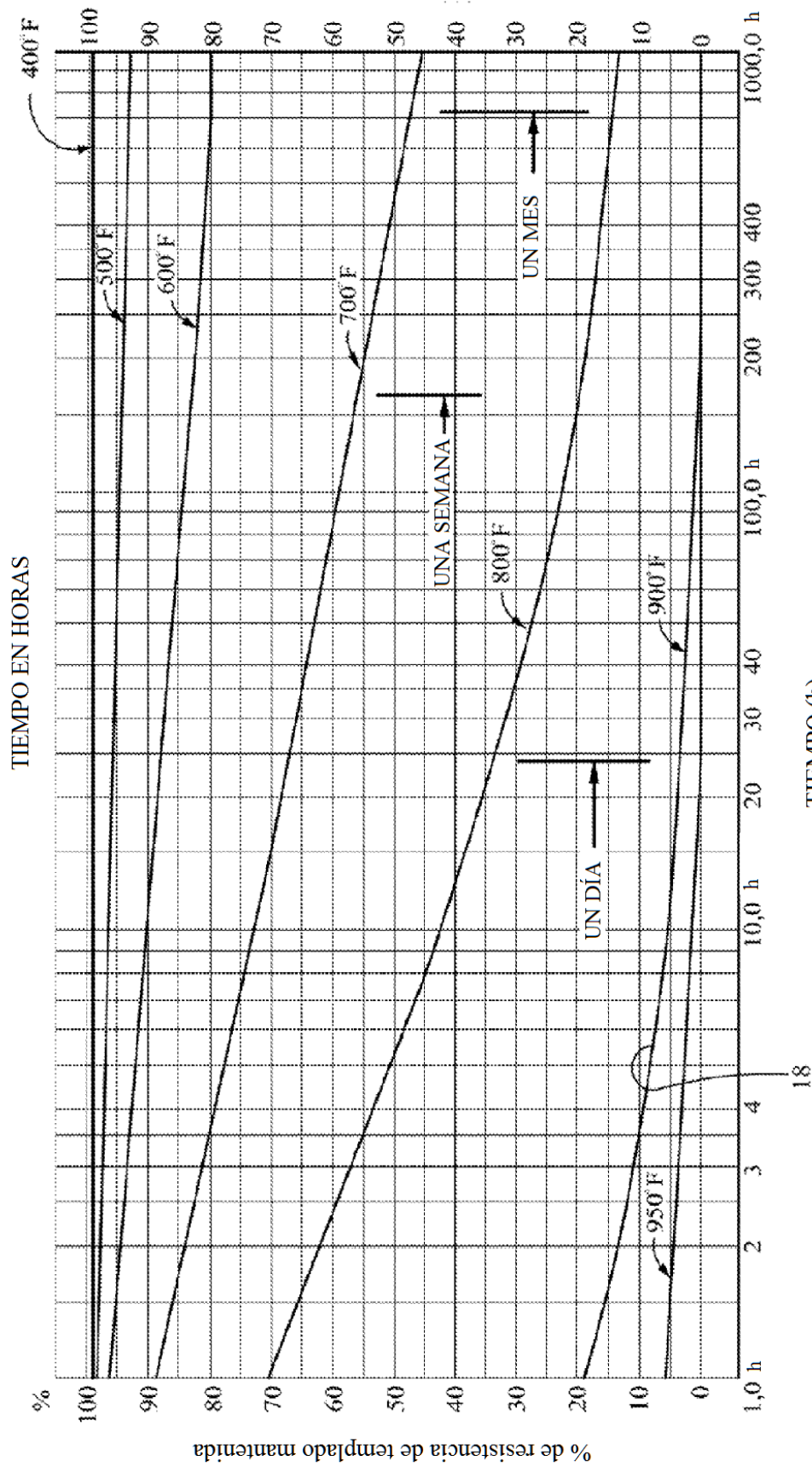


Fig. 3

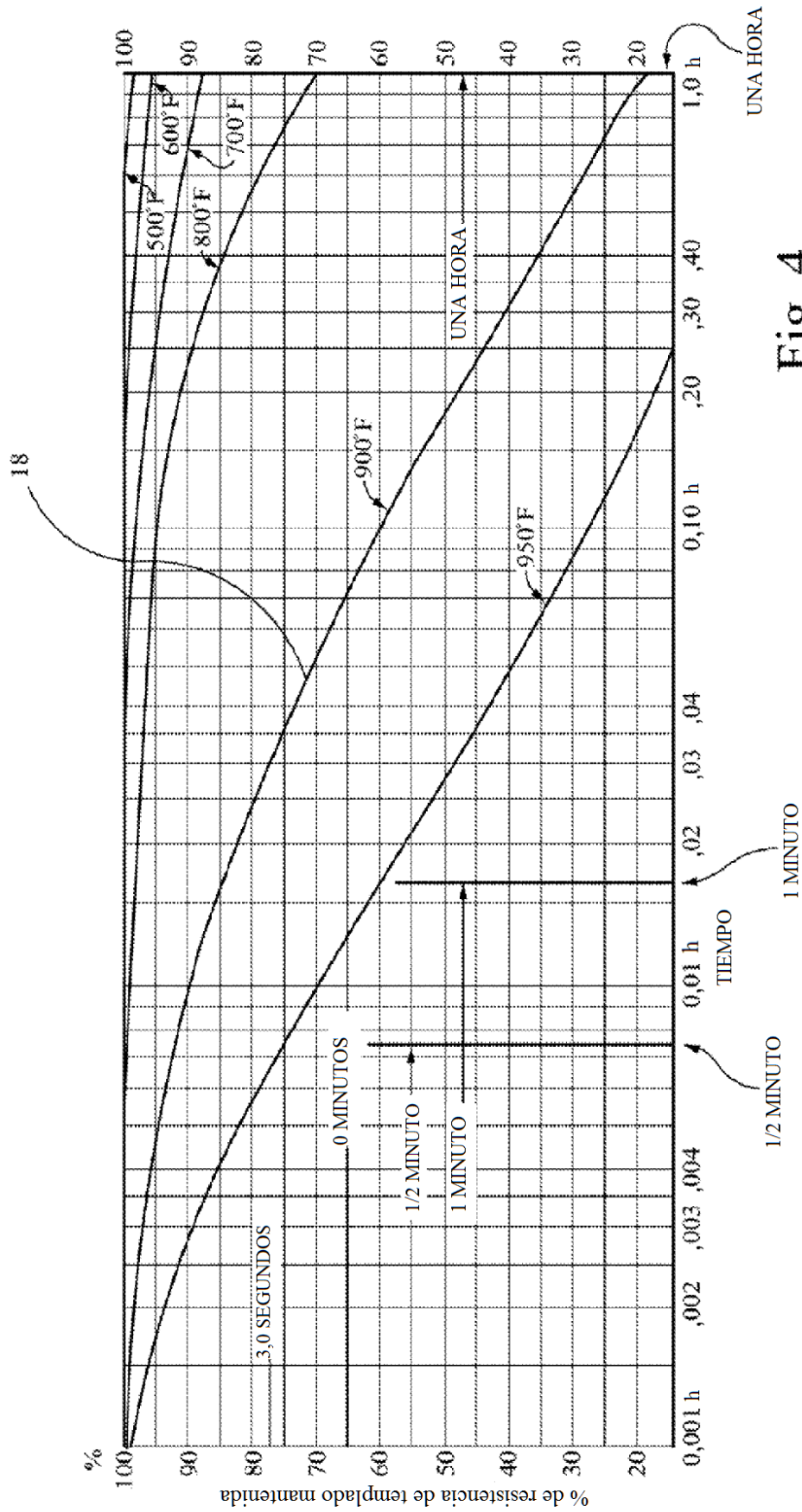
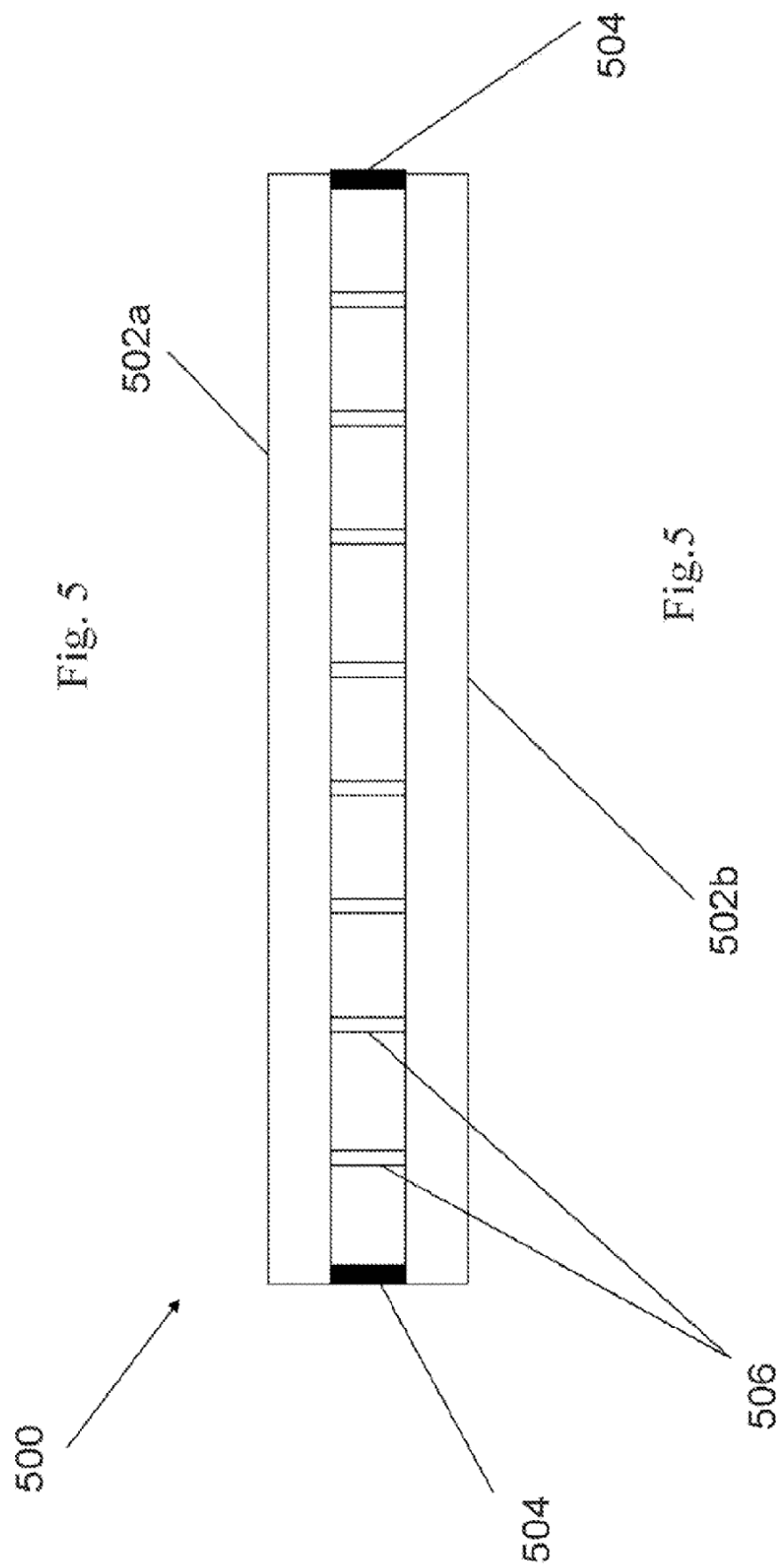


Fig. 4



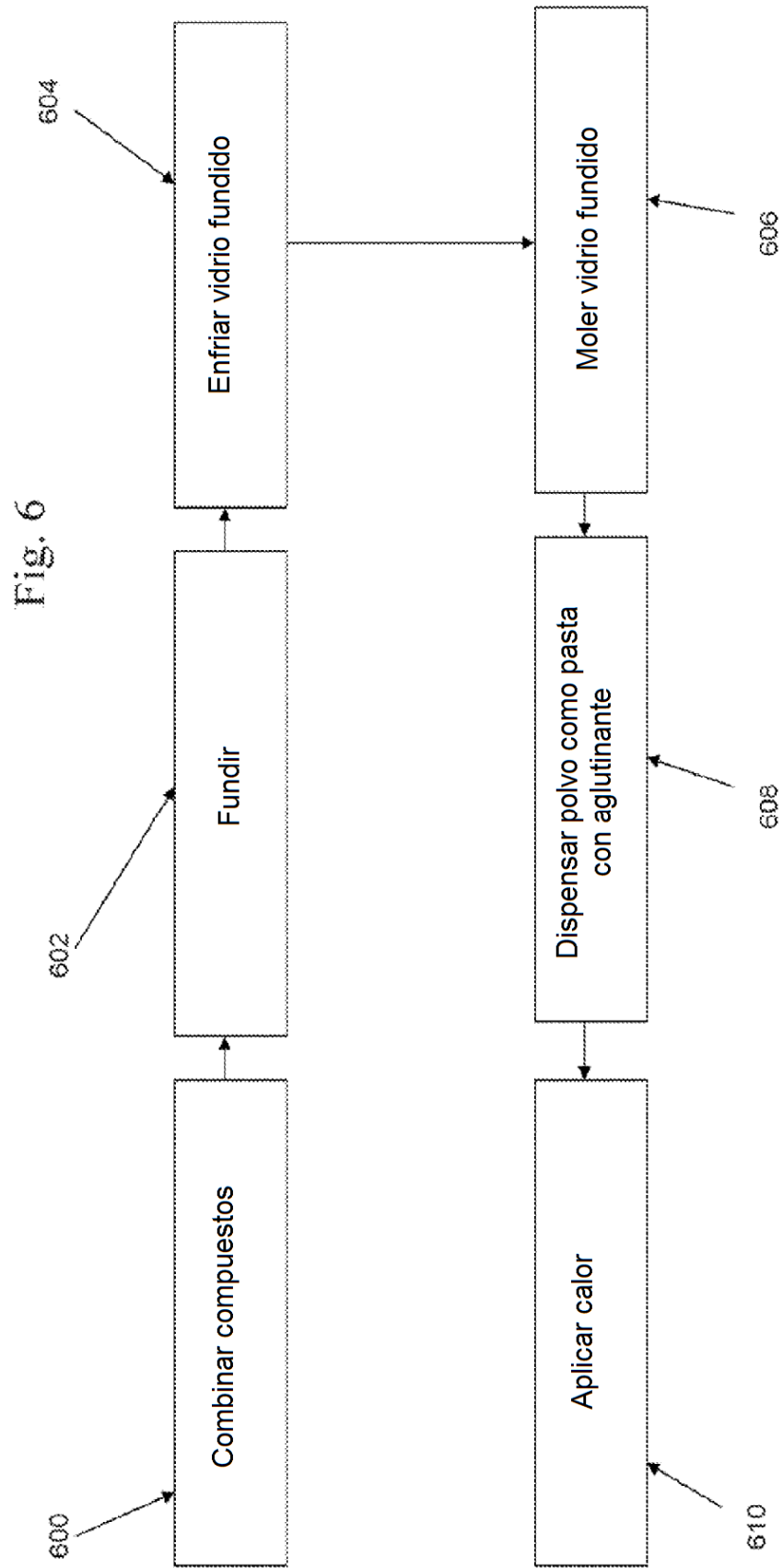


Fig. 7A

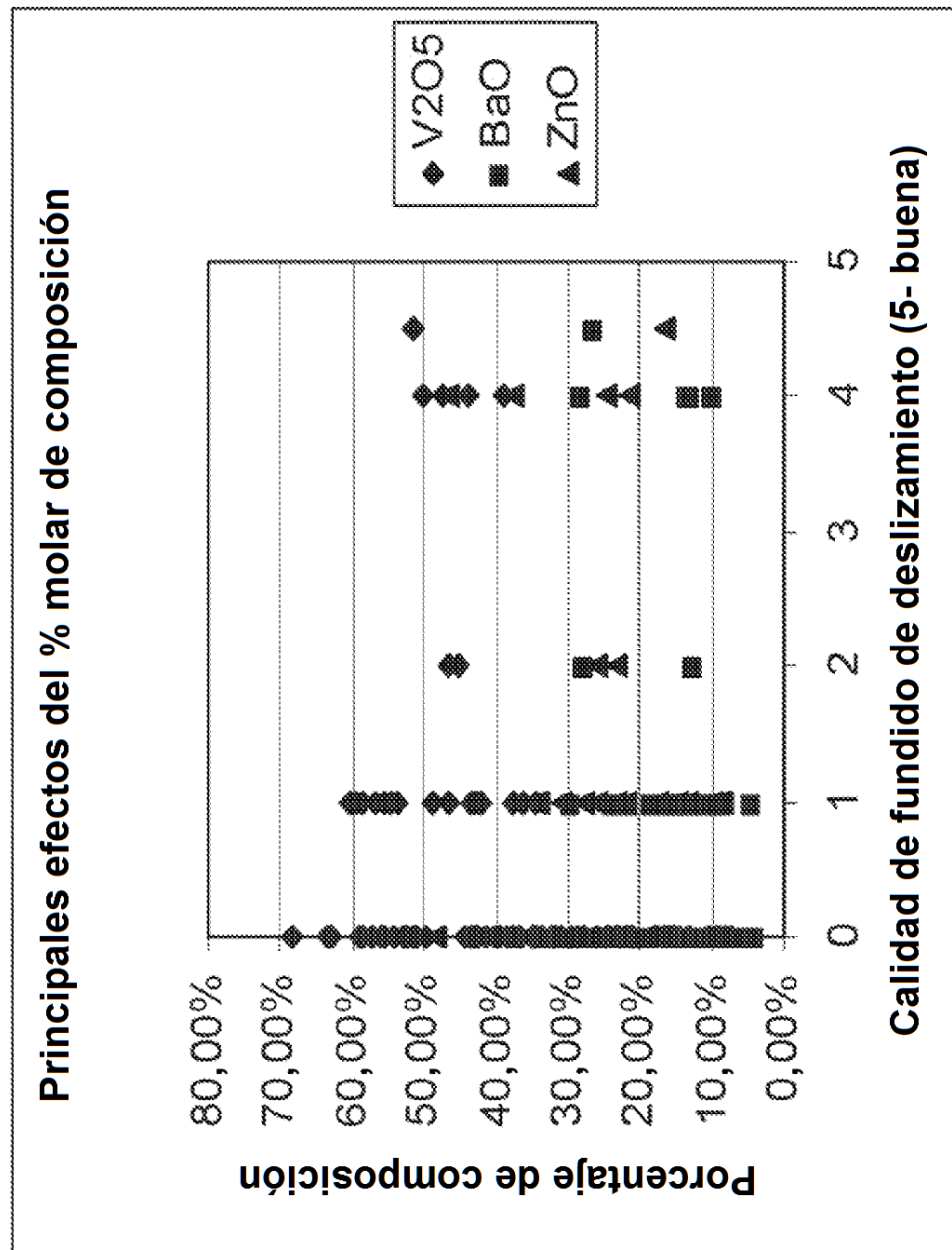


Fig. 7B

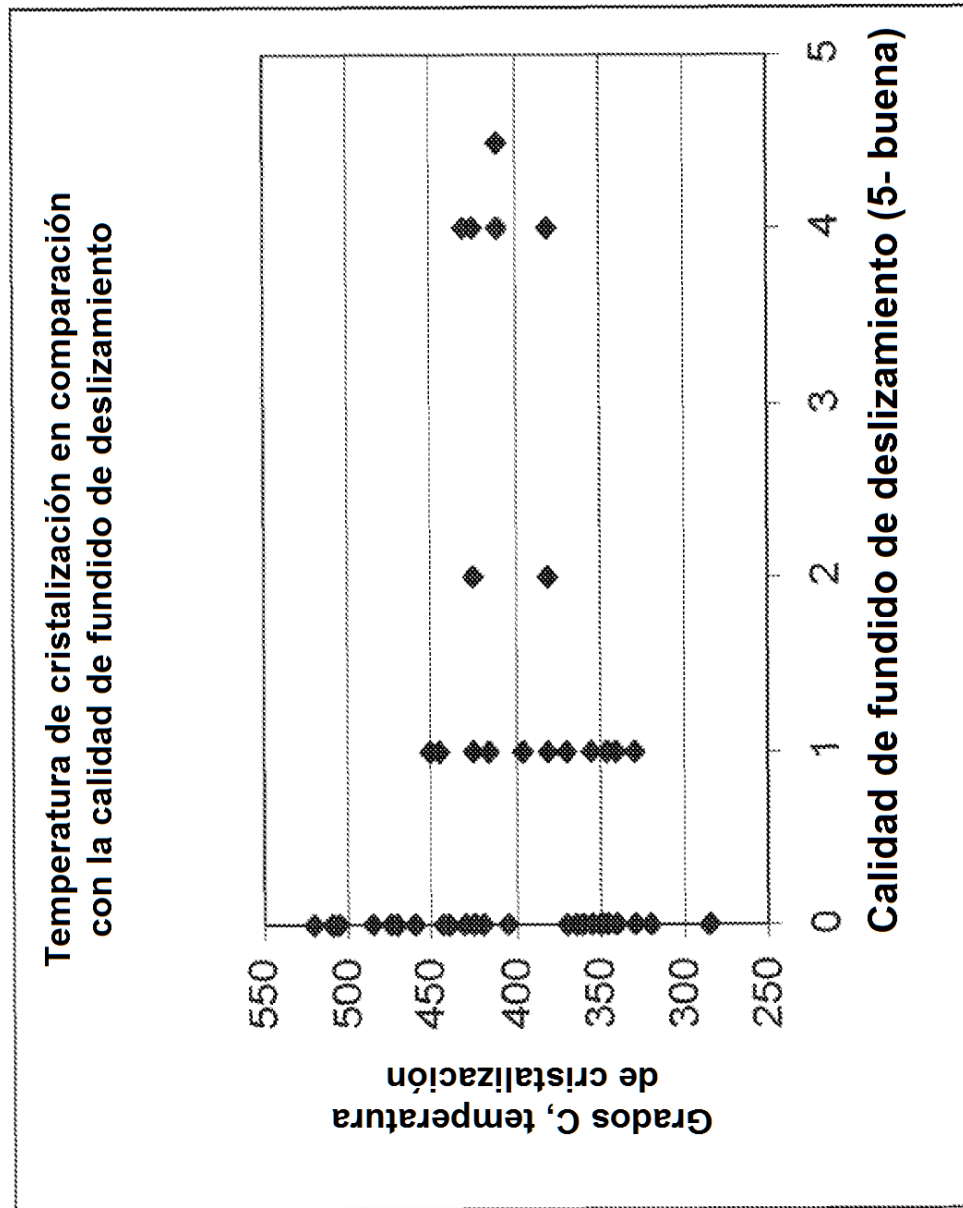


Fig. 7C

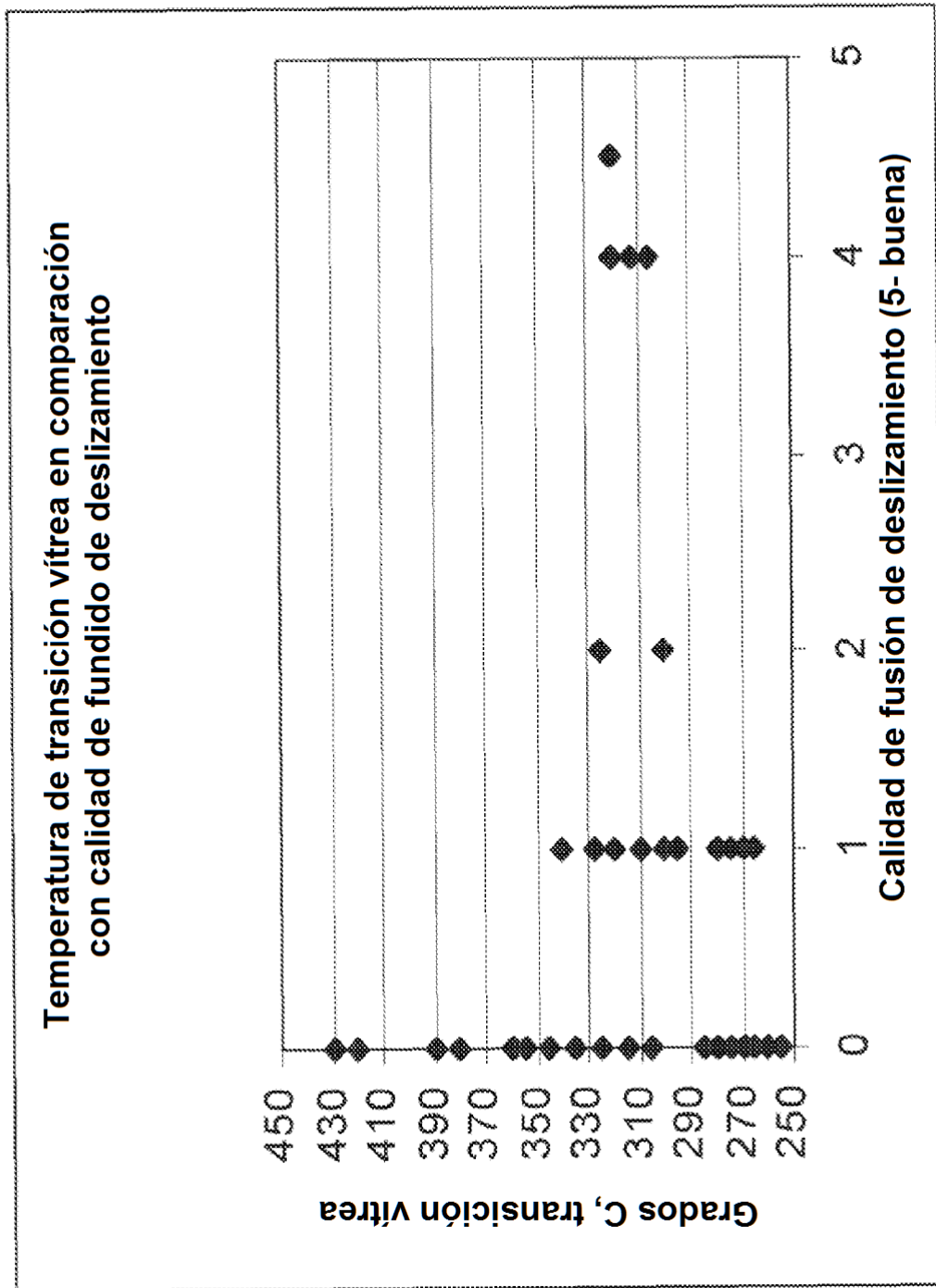


Fig. 7D

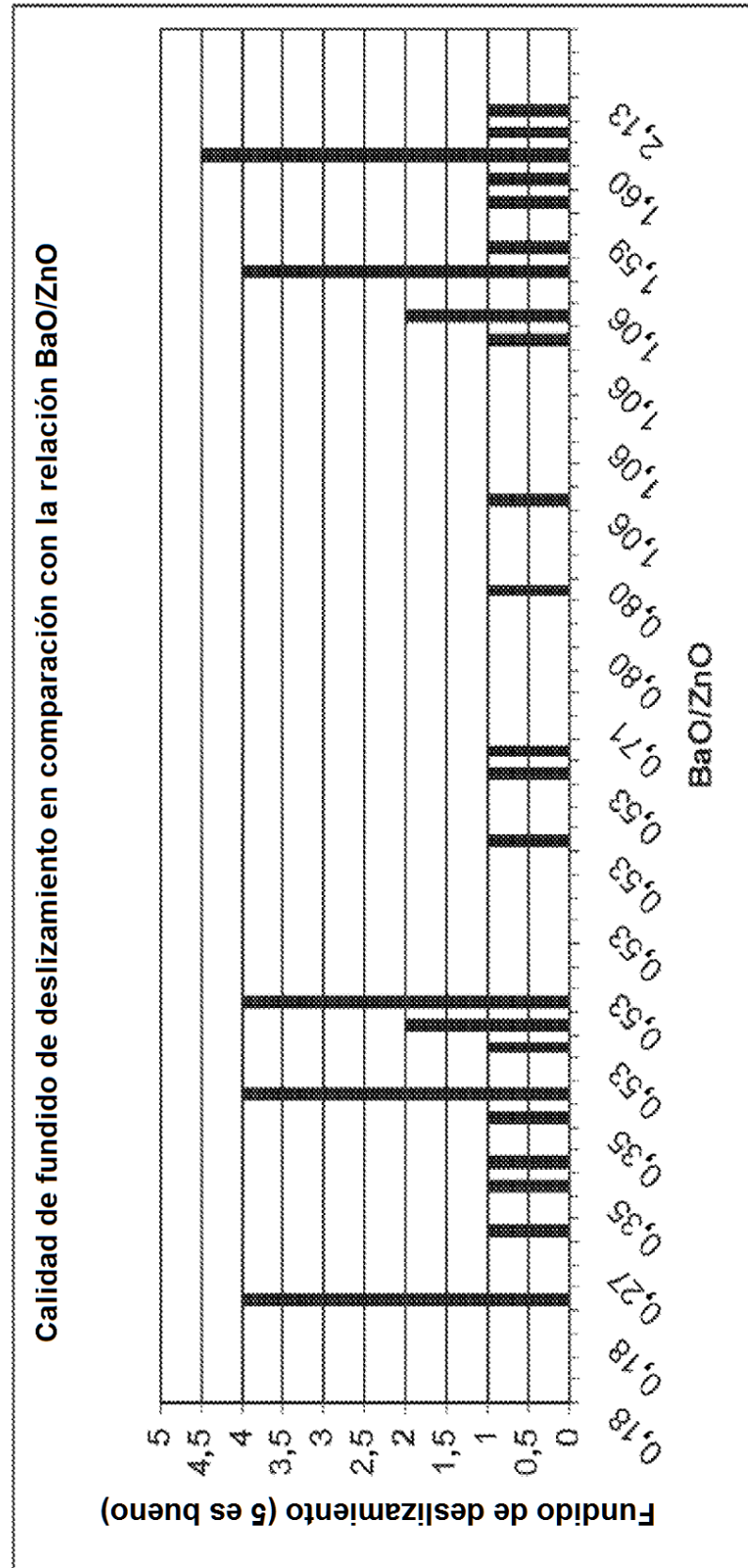


Fig. 8A

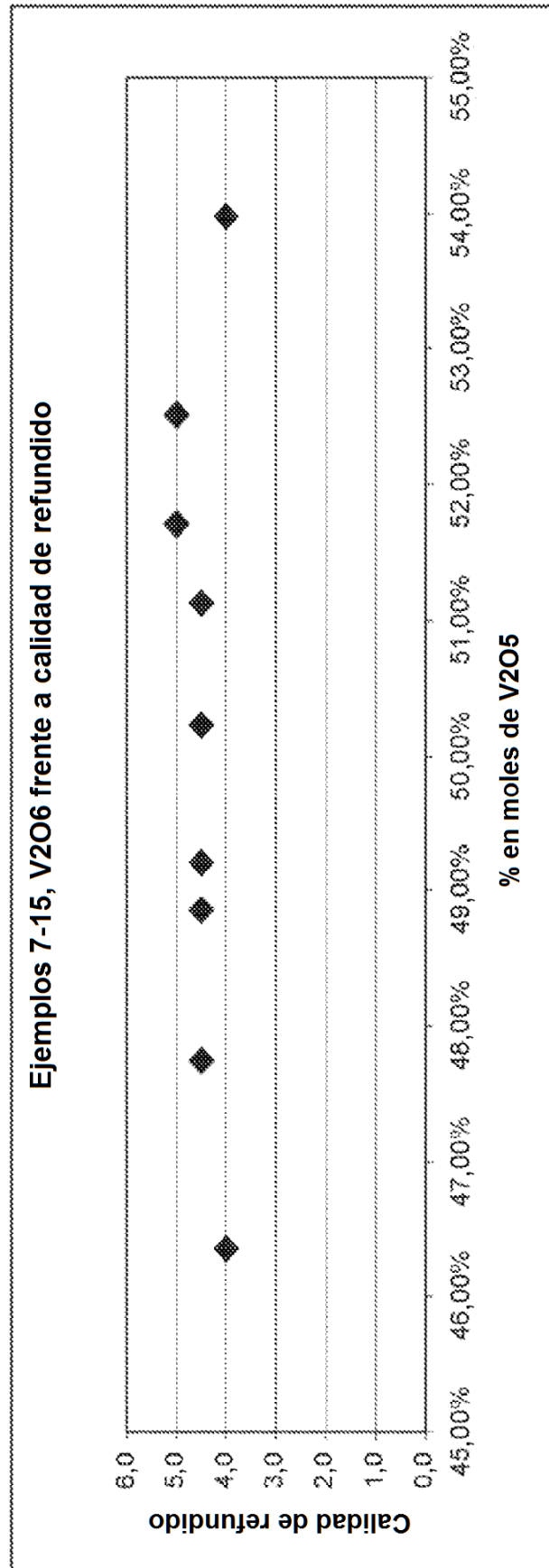


Fig. 8B

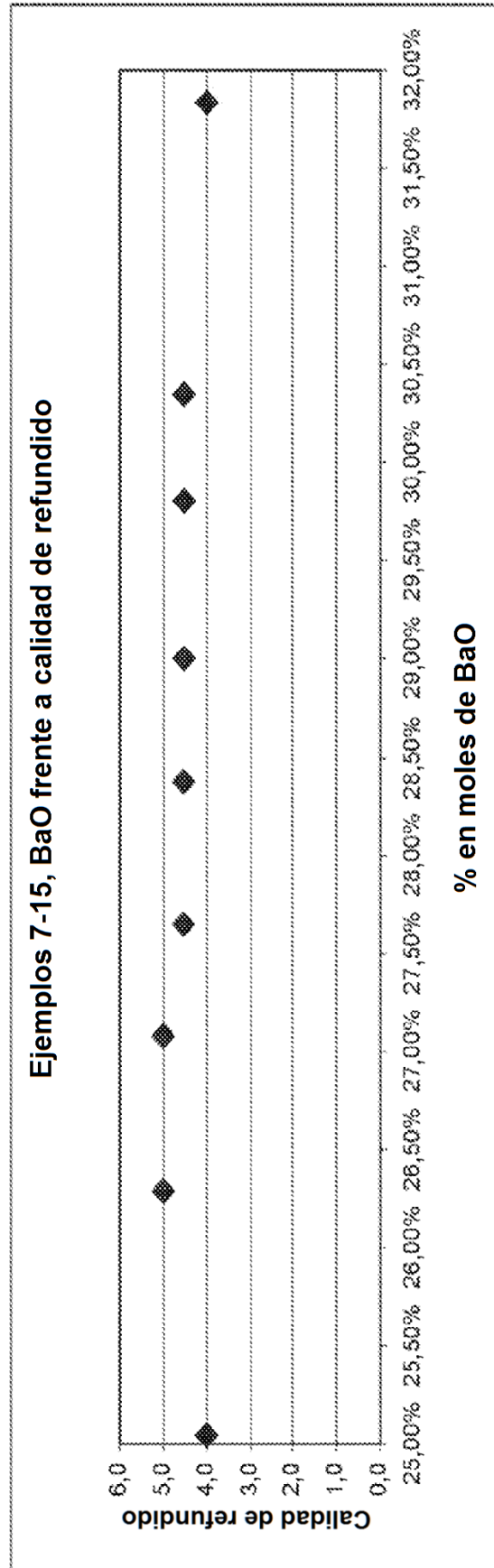


Fig. 8C

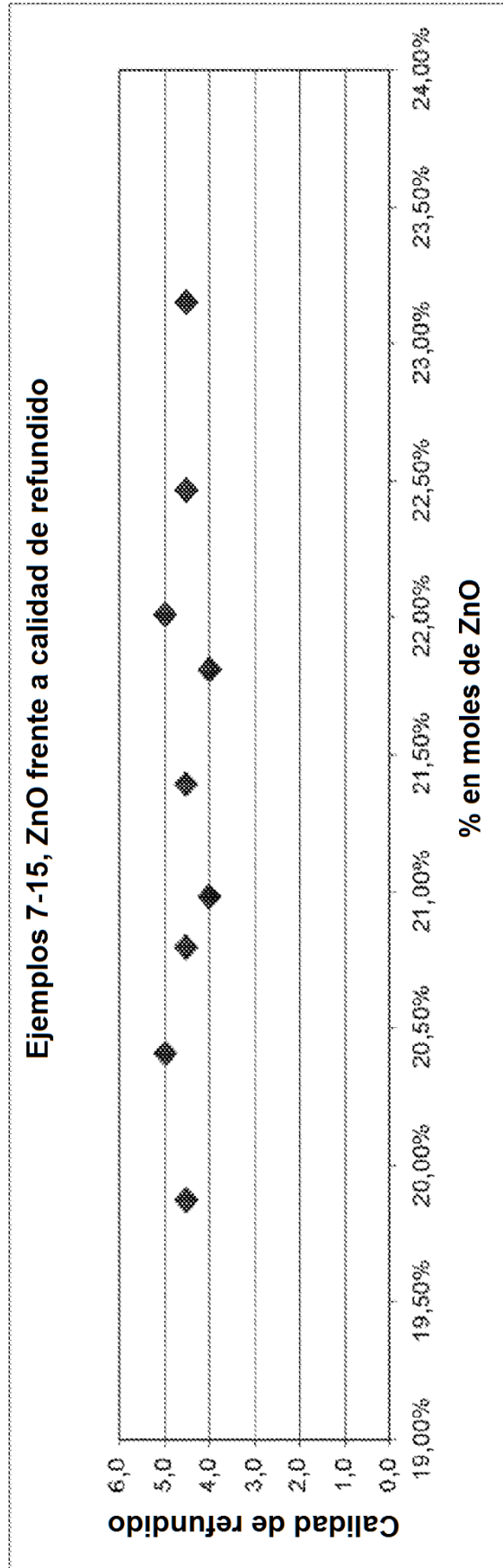


Fig. 9

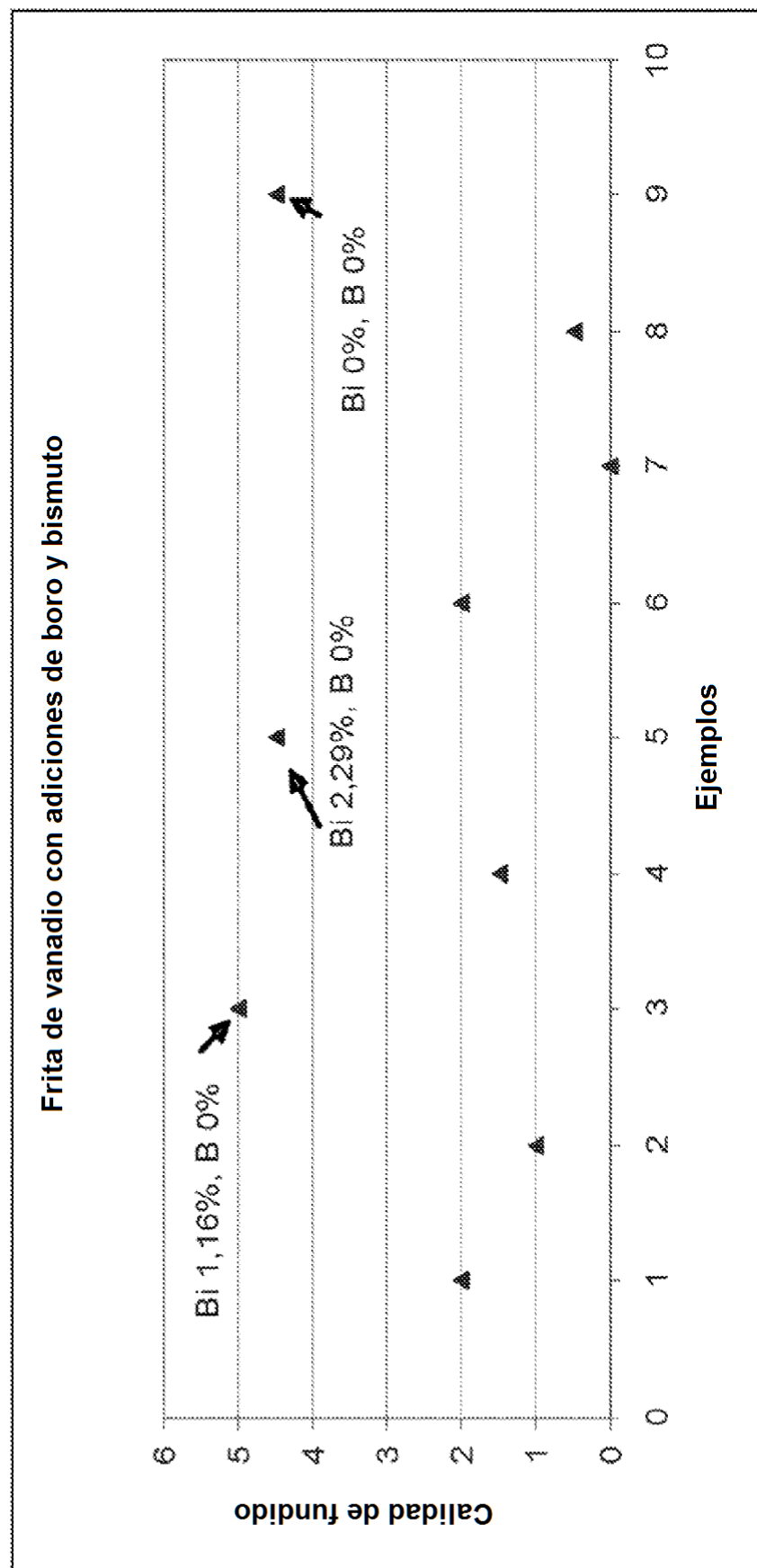


Fig. 10A

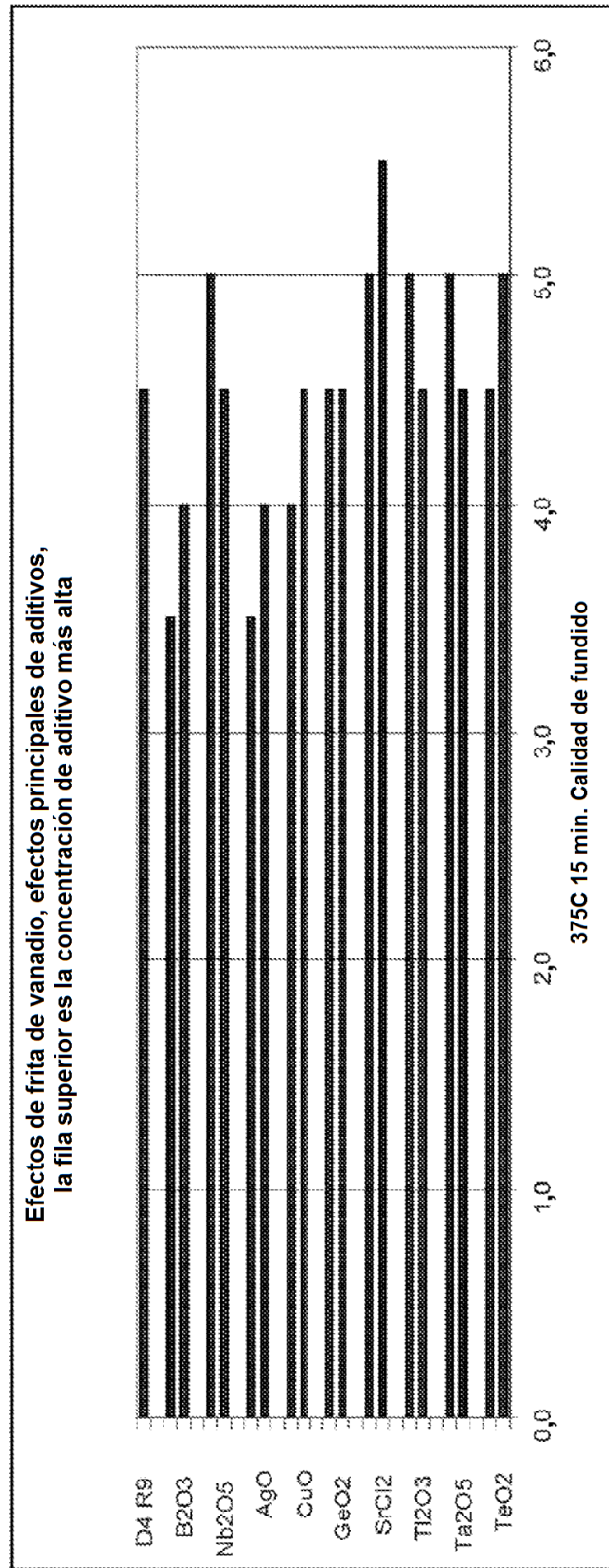


Fig. 10B

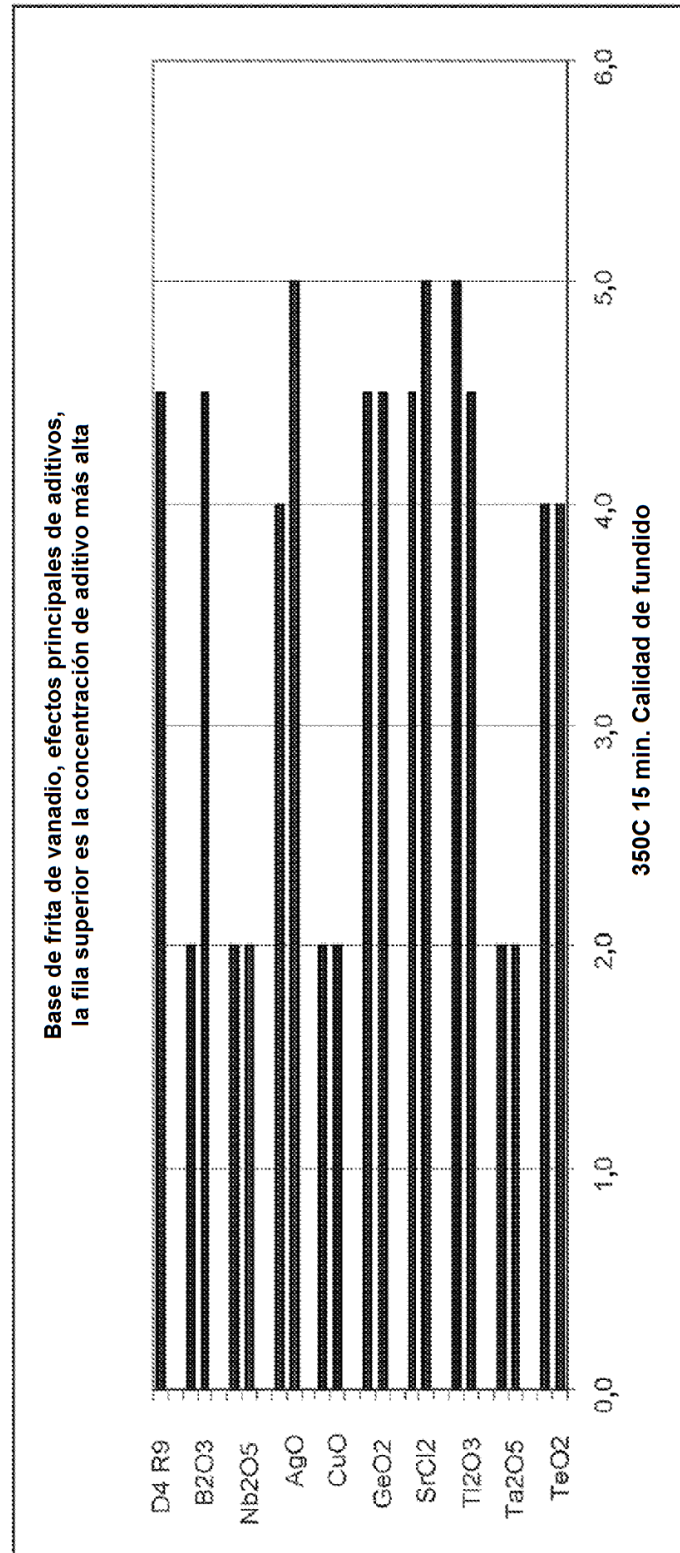


Fig. 10C

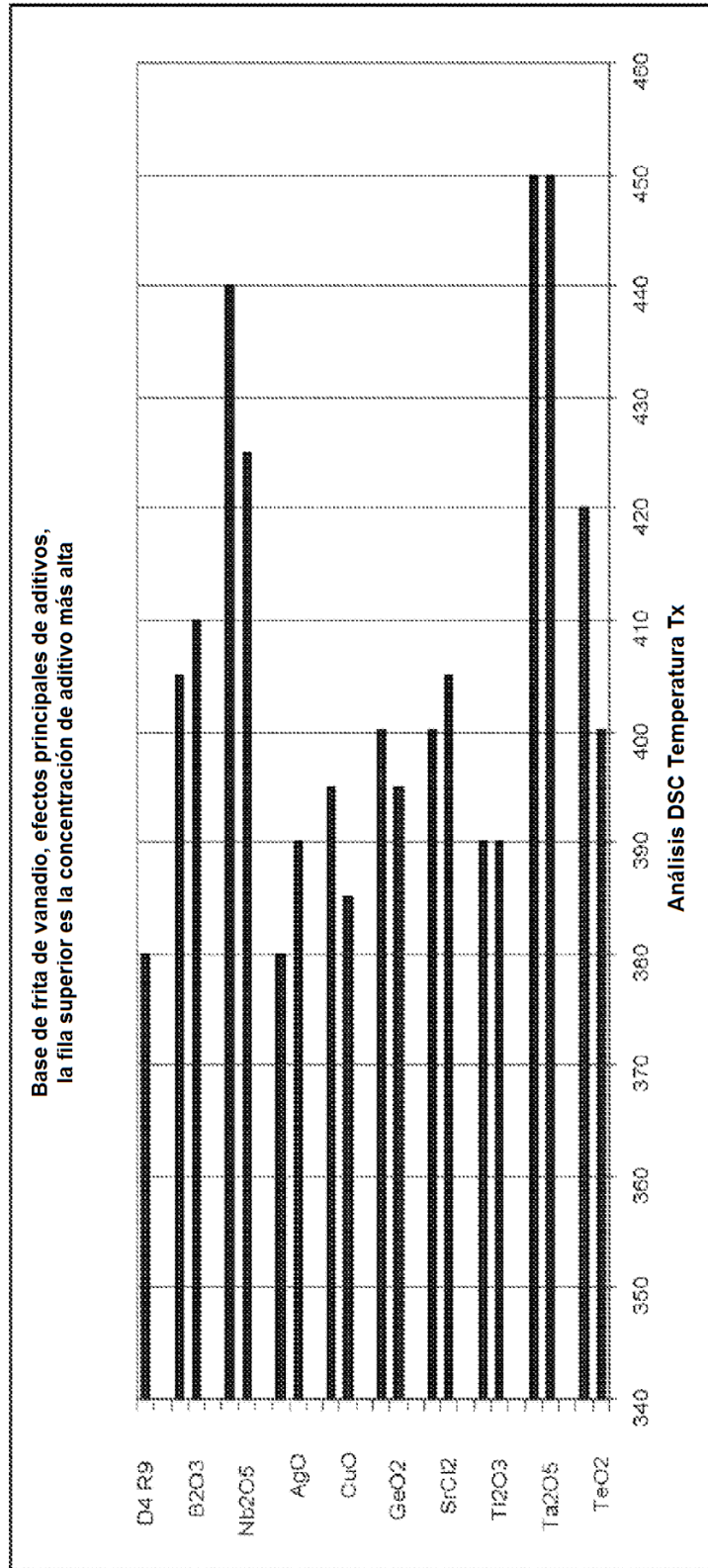


Fig. 11A

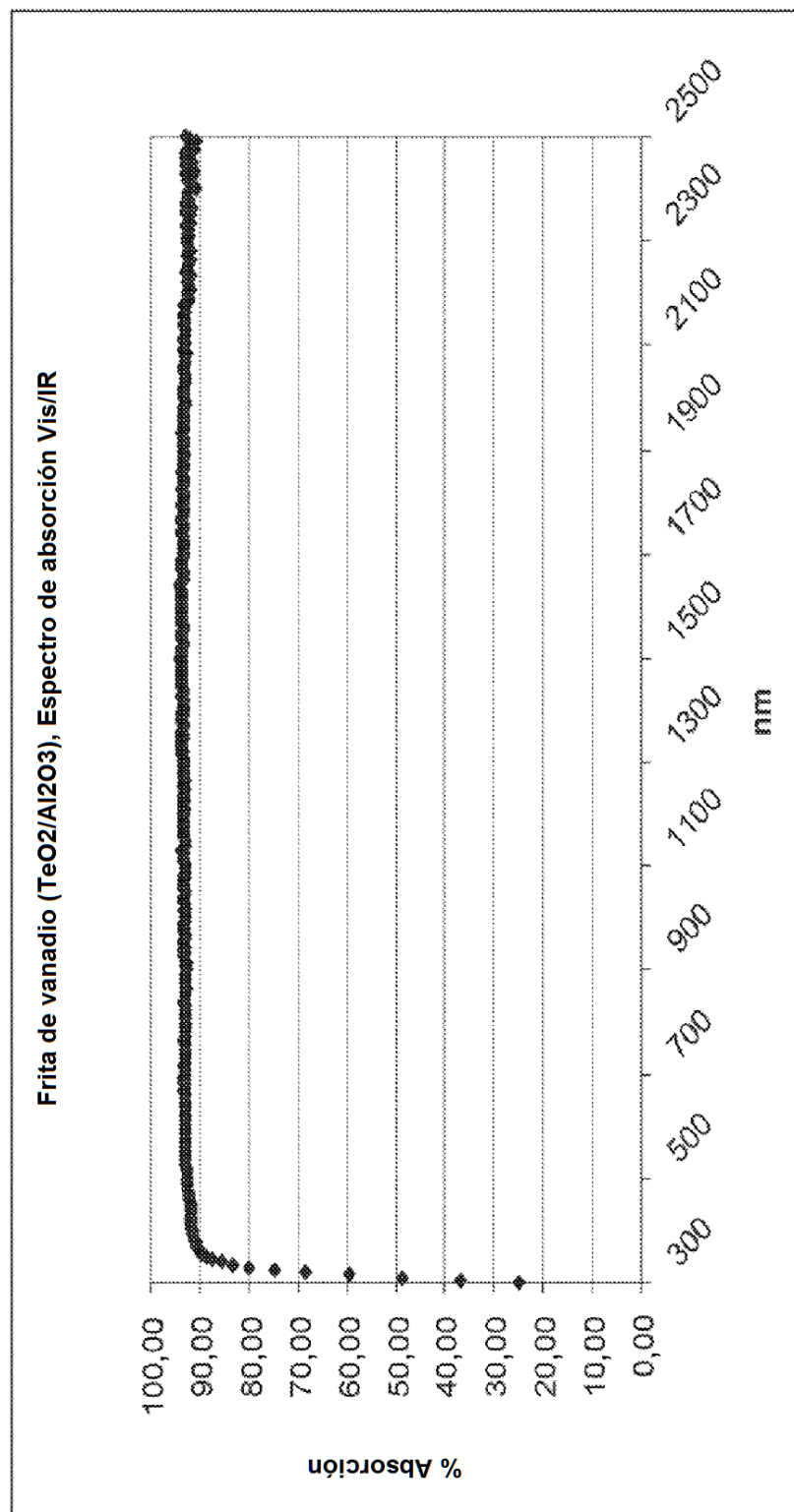


Fig. 11B

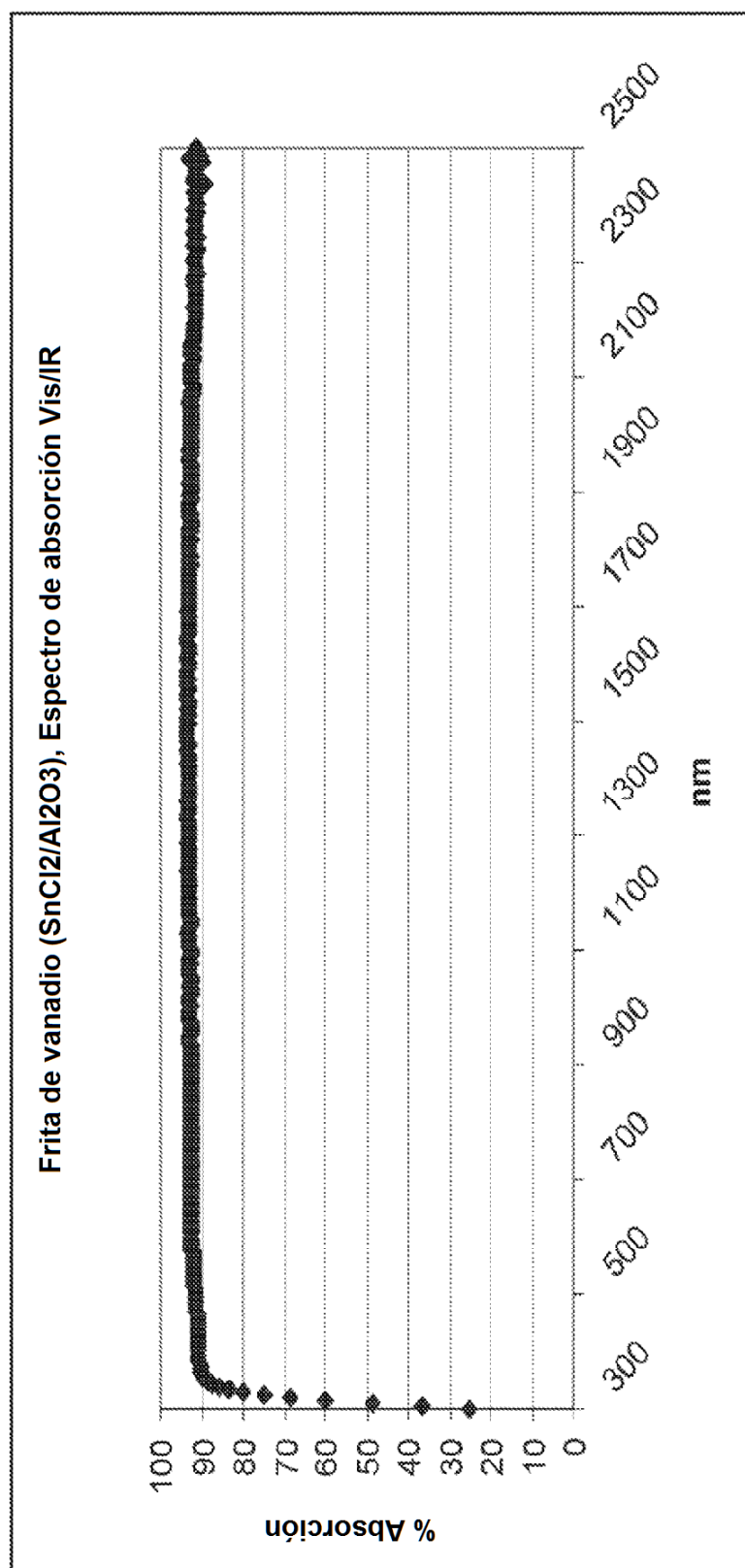


Fig. 11C

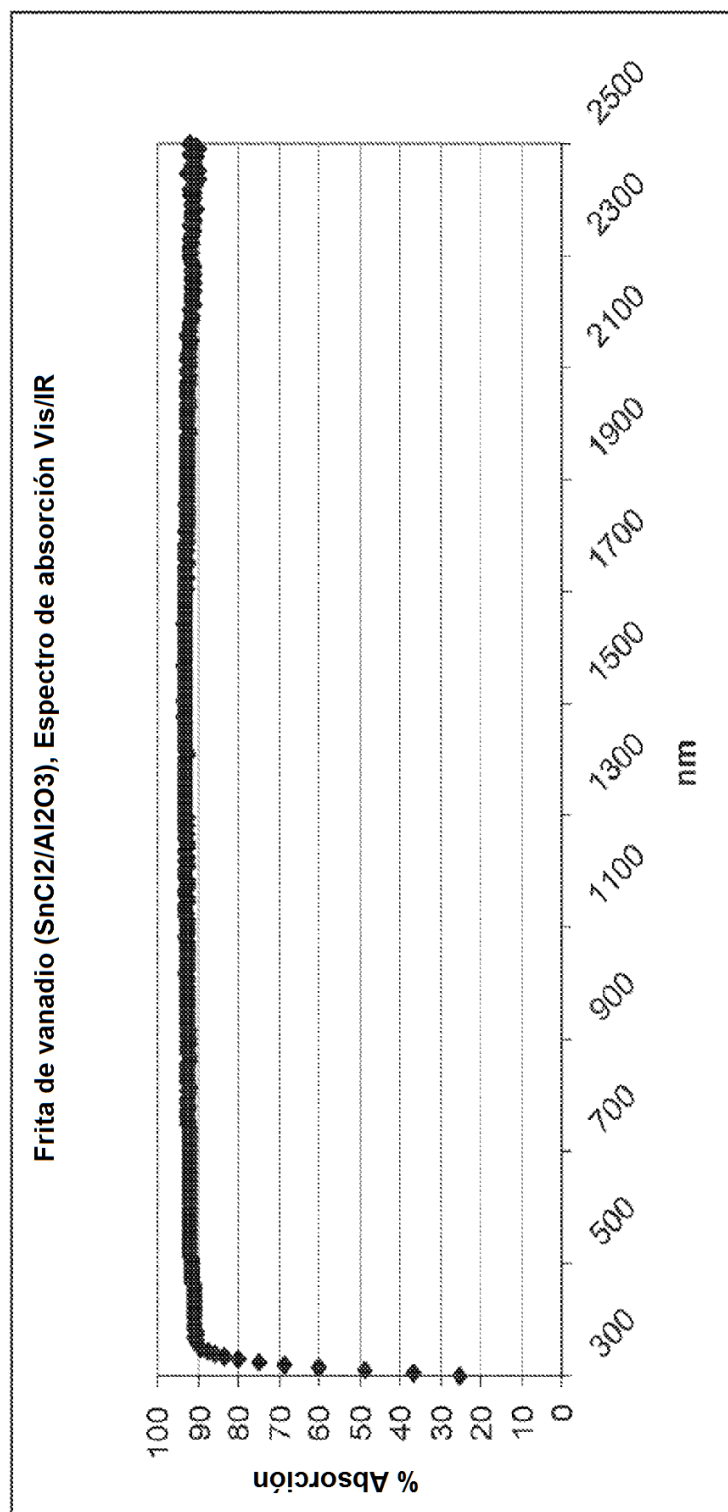


Fig. 12A

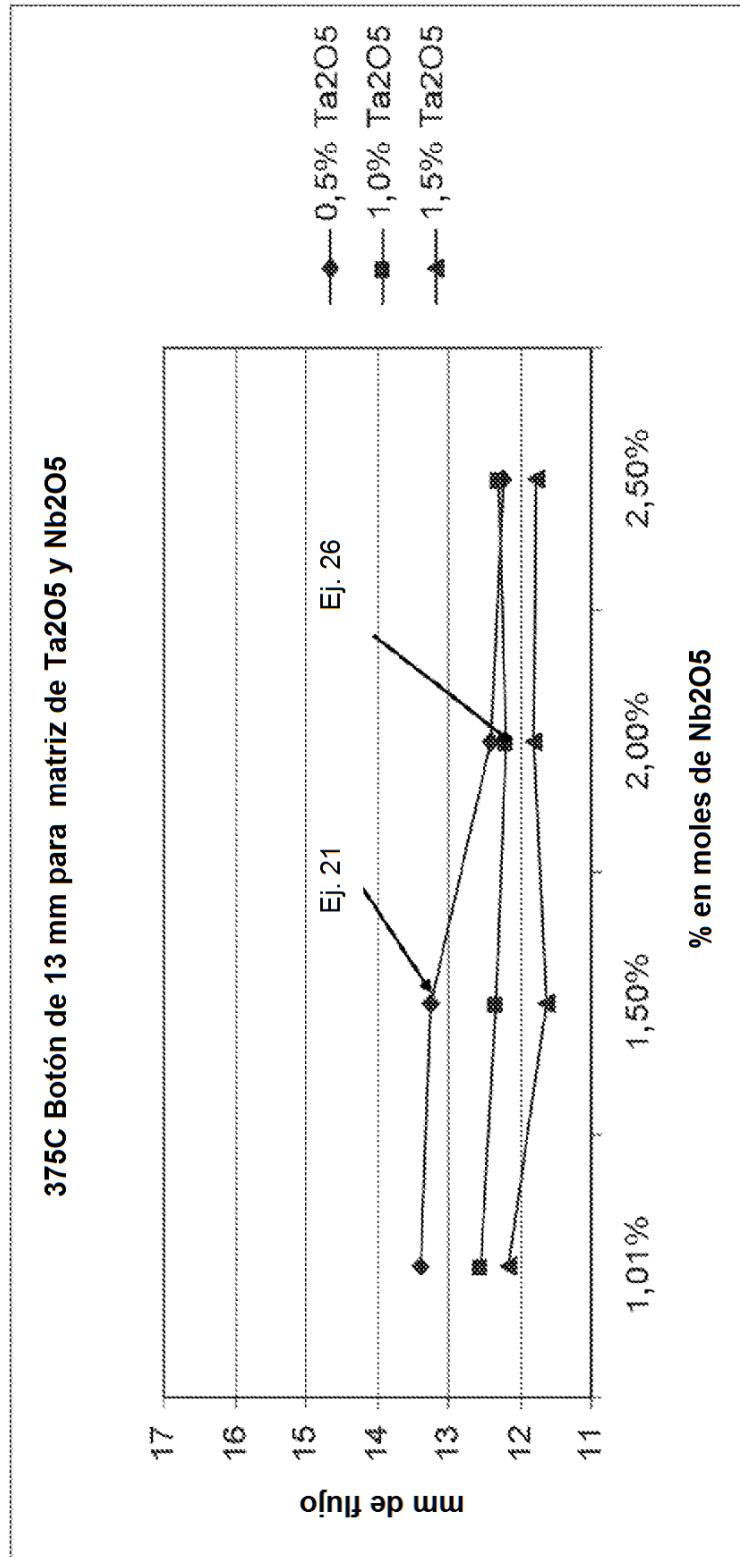


Fig. I2B

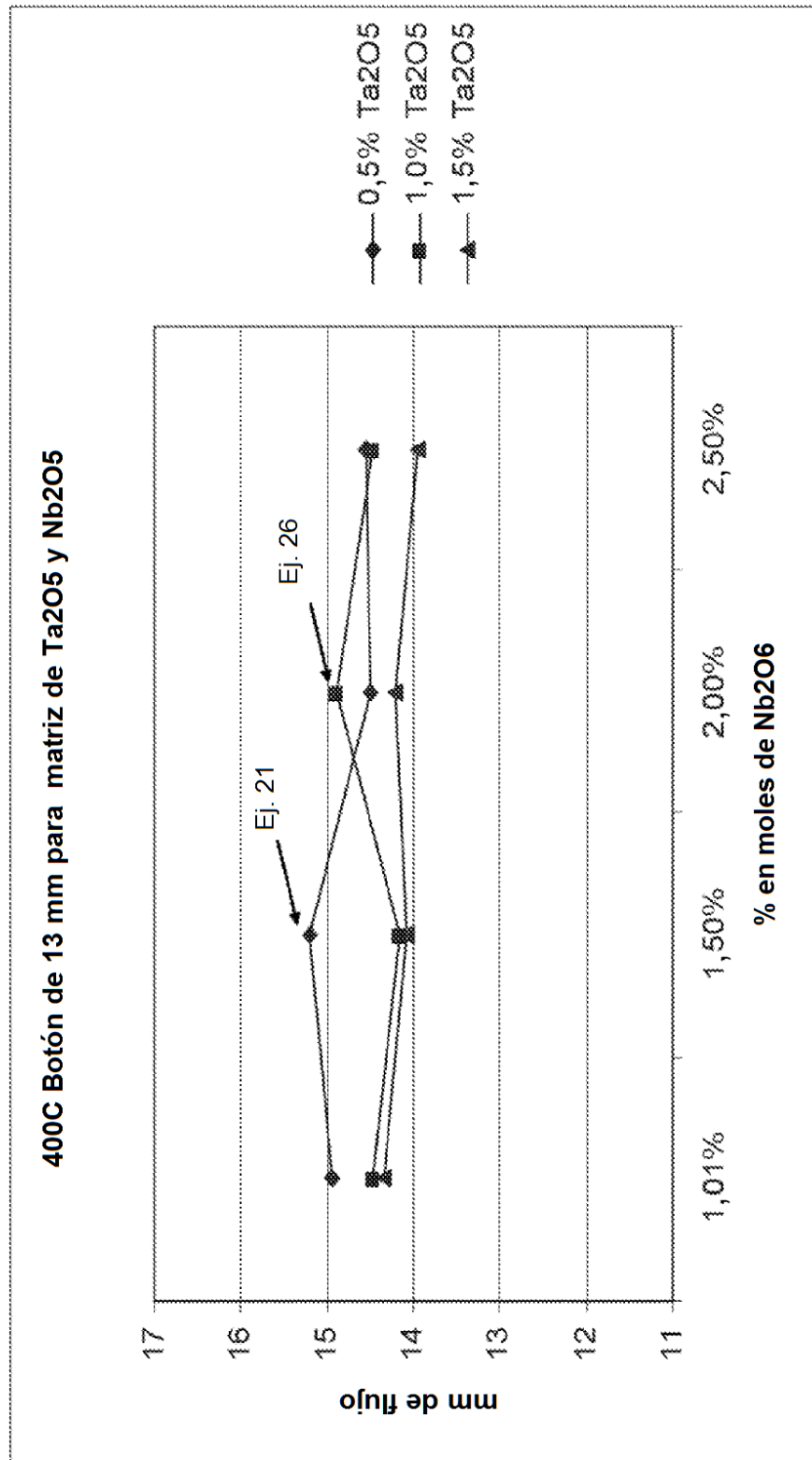


Fig. 12C

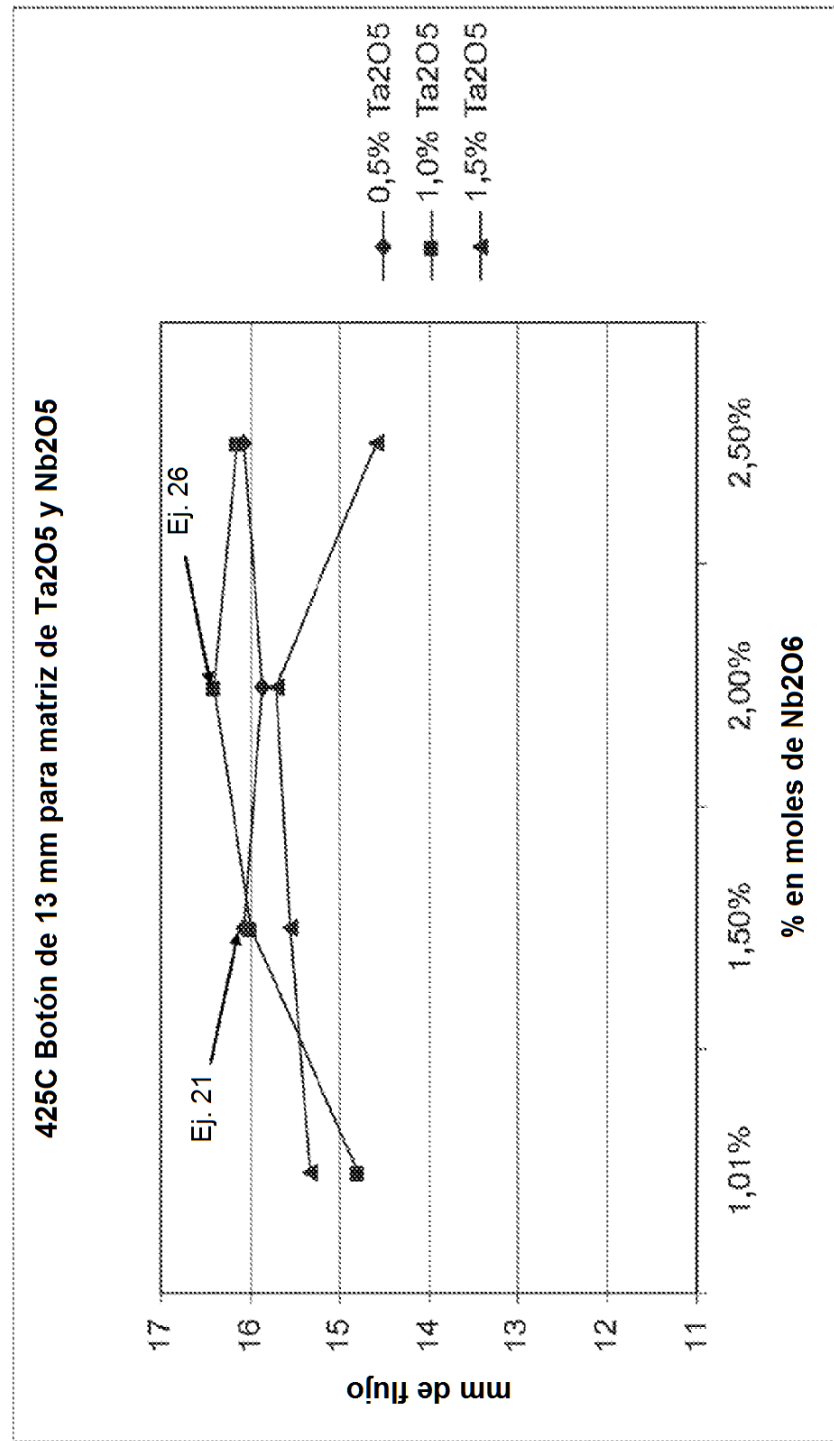


Fig. 13

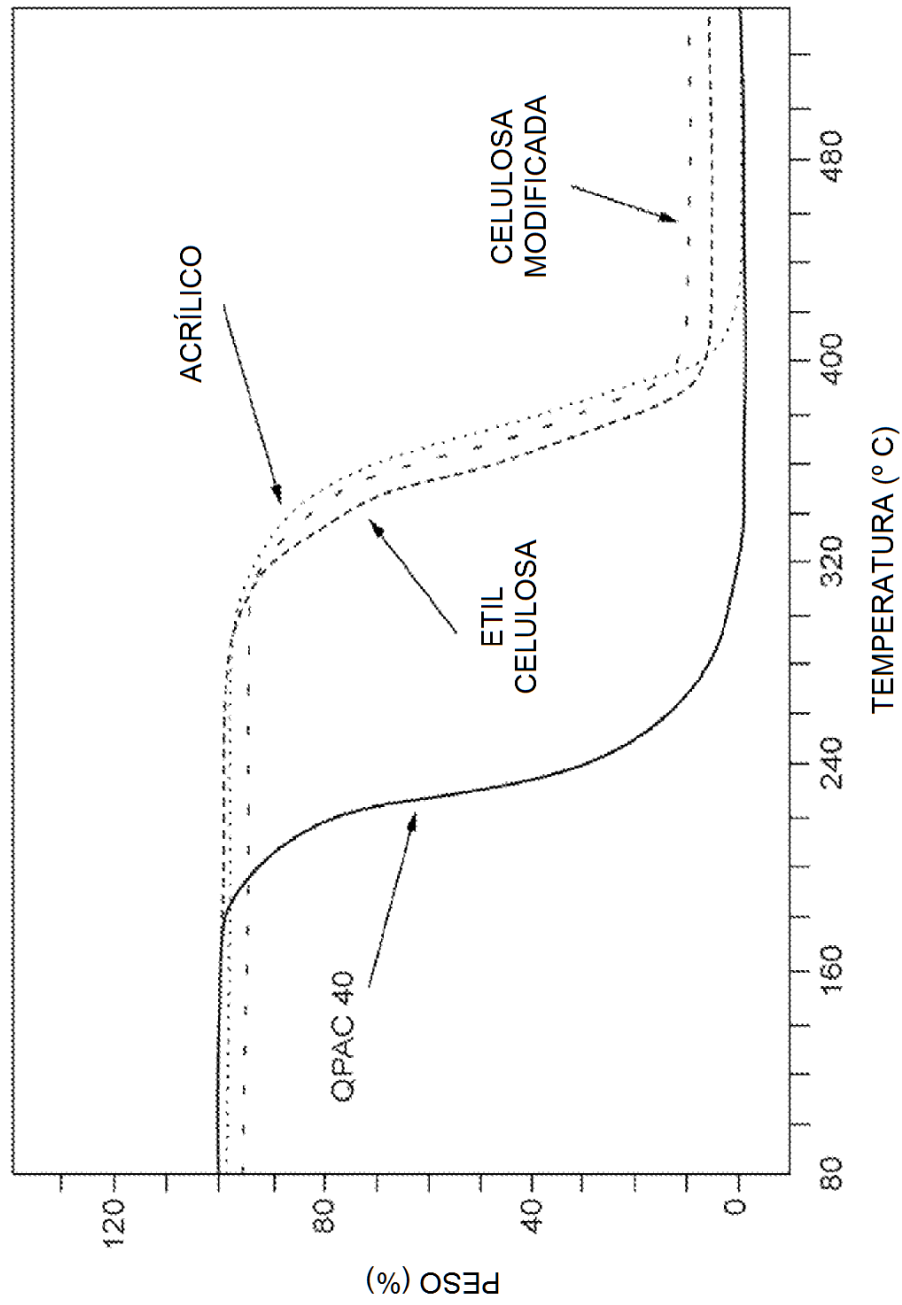
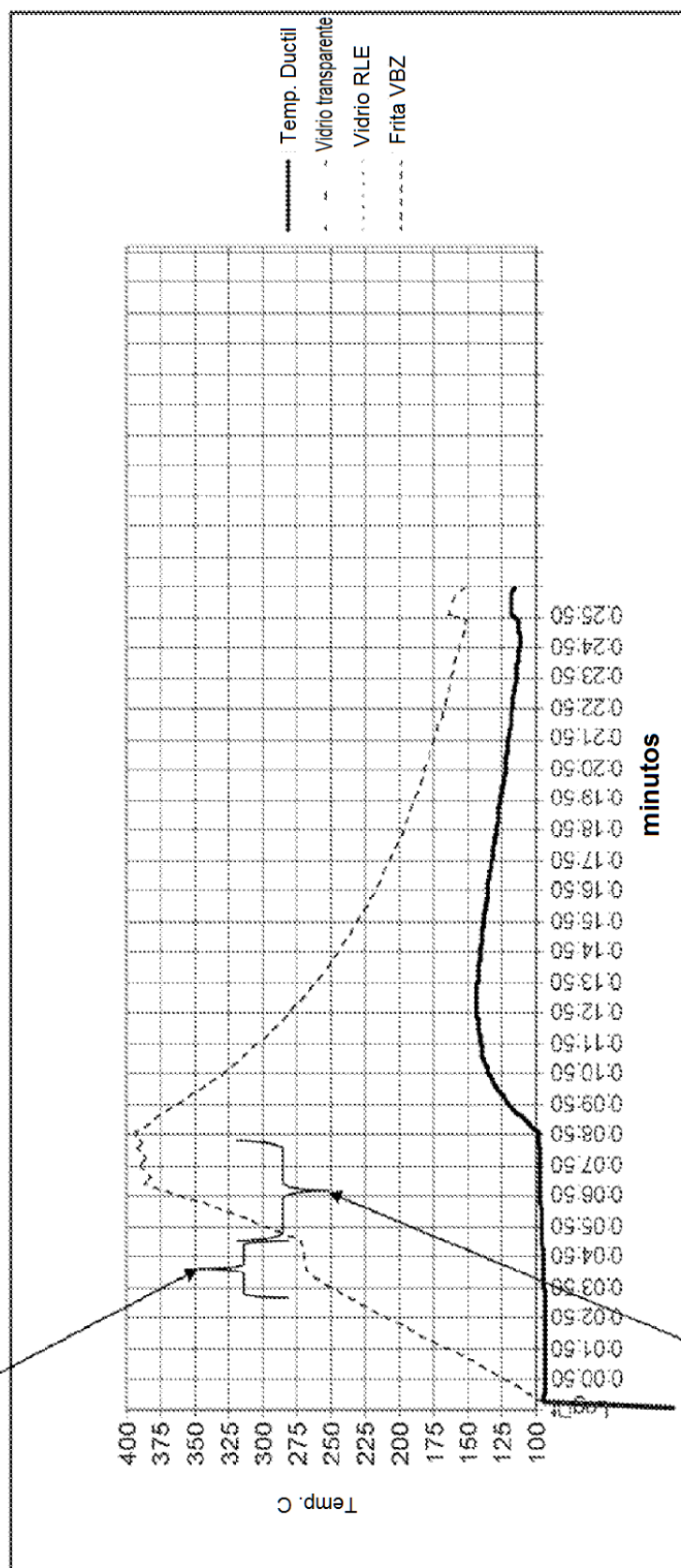


Fig. 14A

1402



1404

Fig. 14B

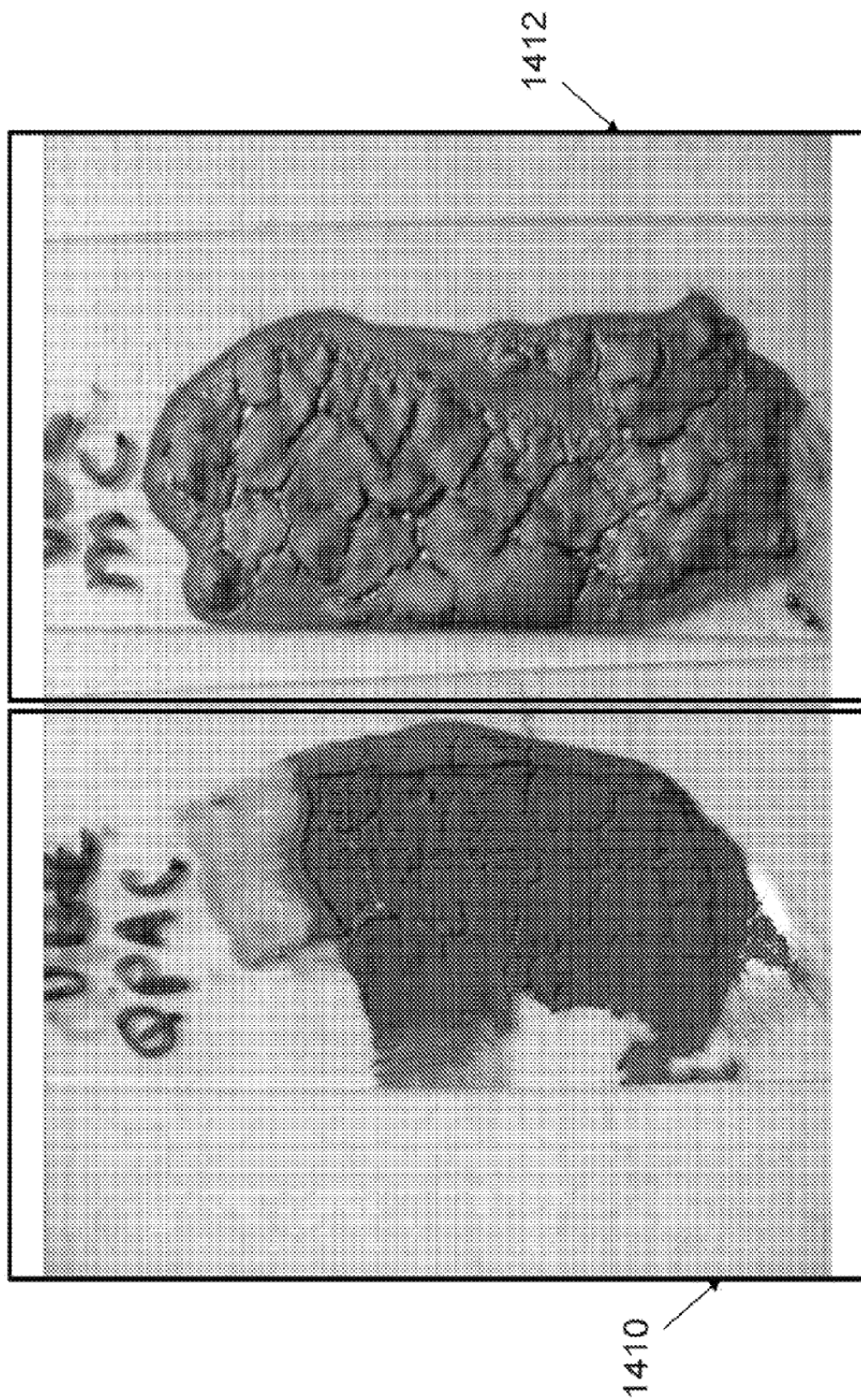
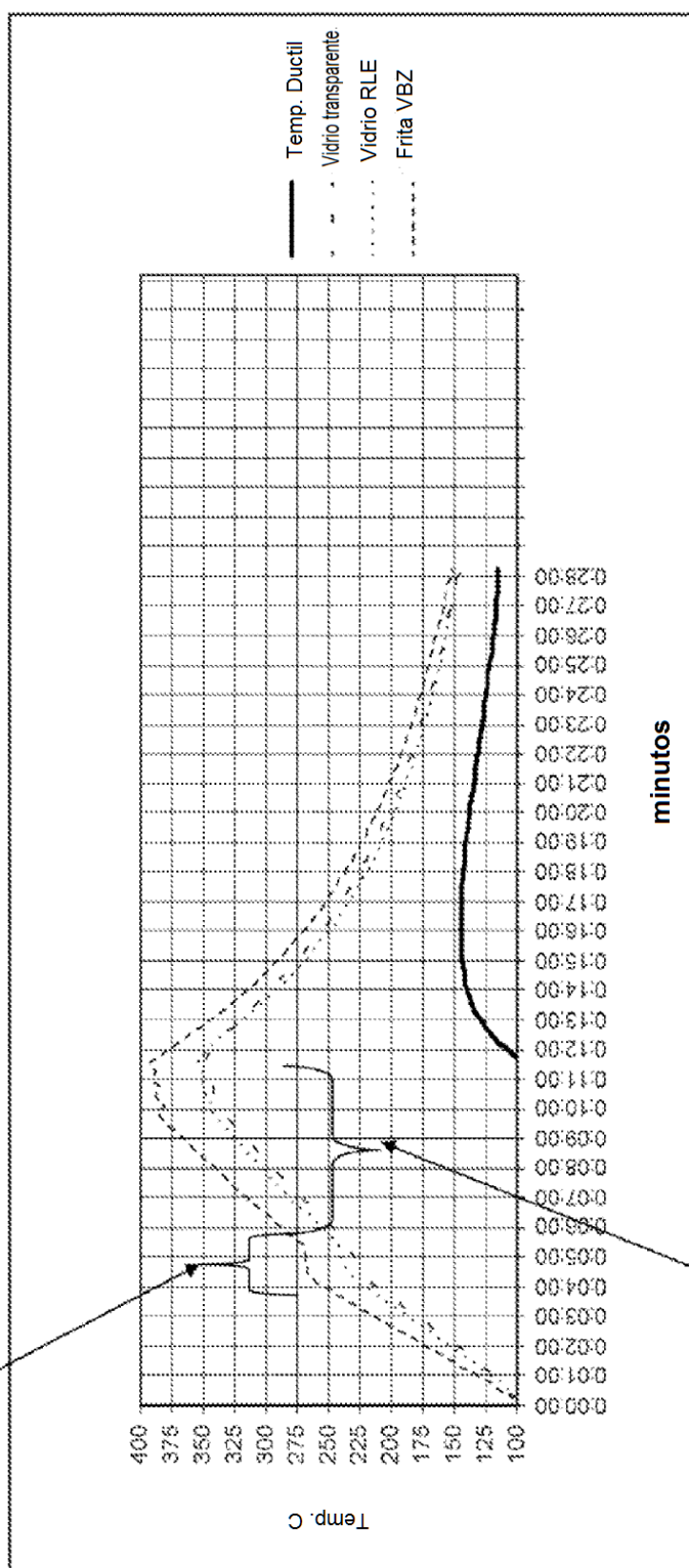


Fig. 15A

1502



1504

Fig. 15B

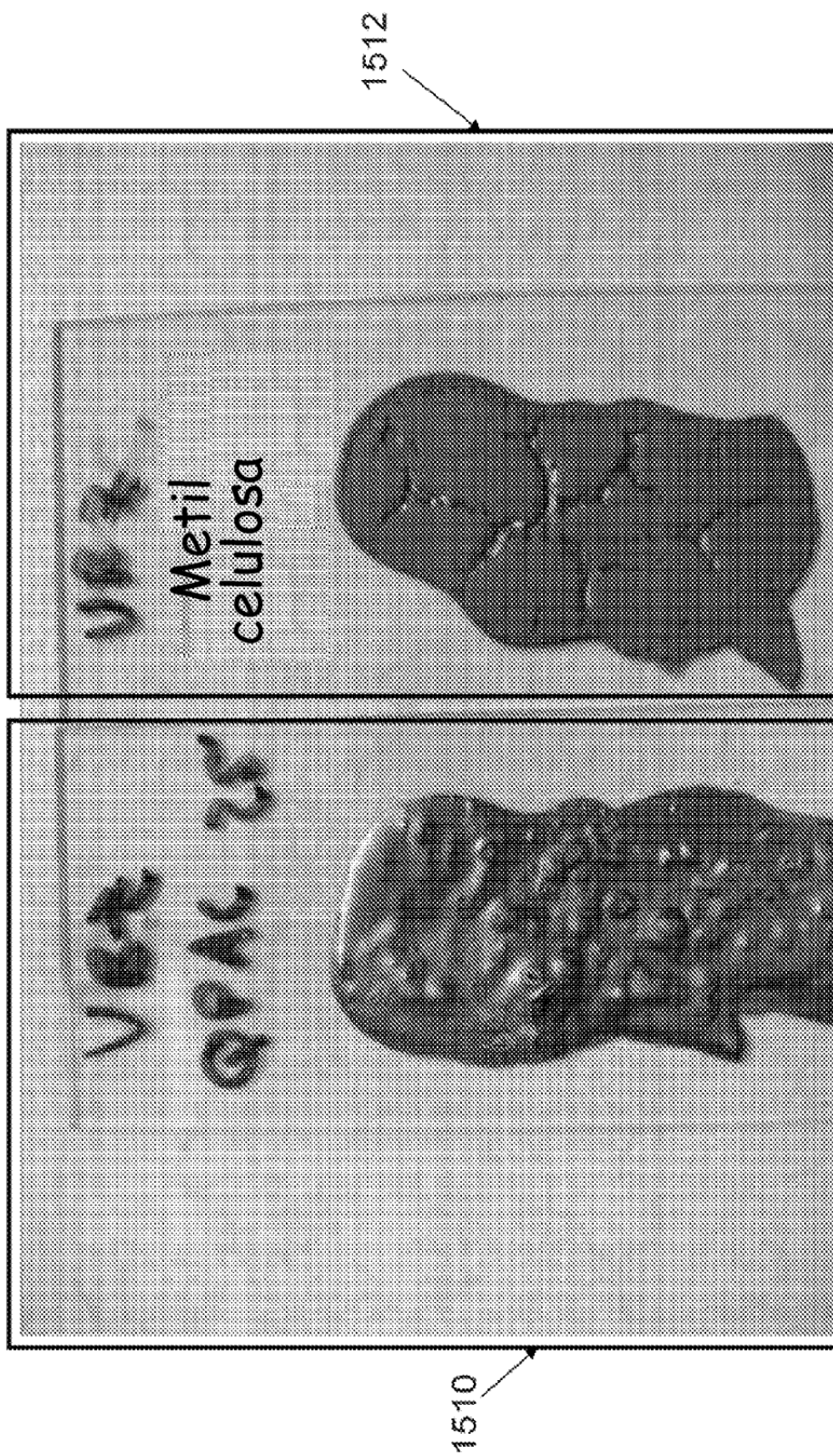
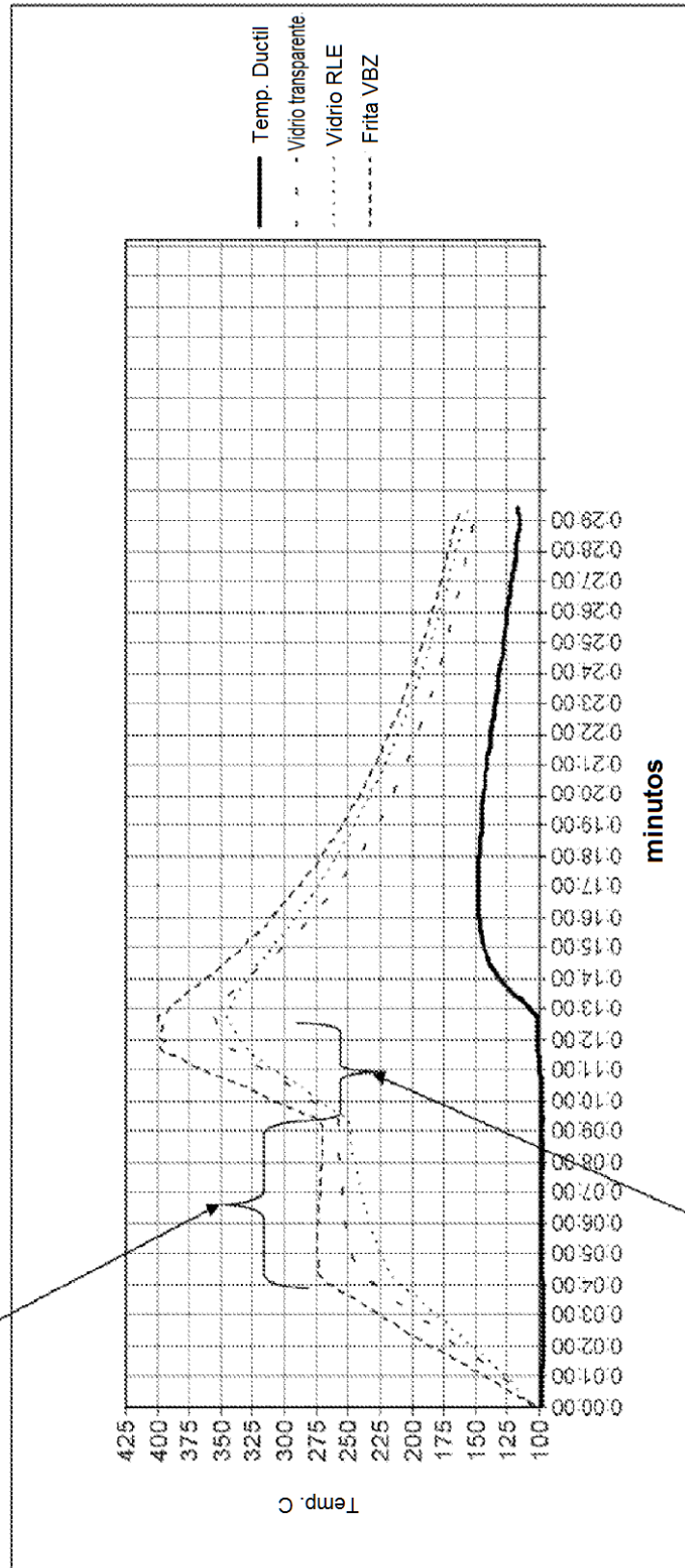


Fig. 16

1602



1604

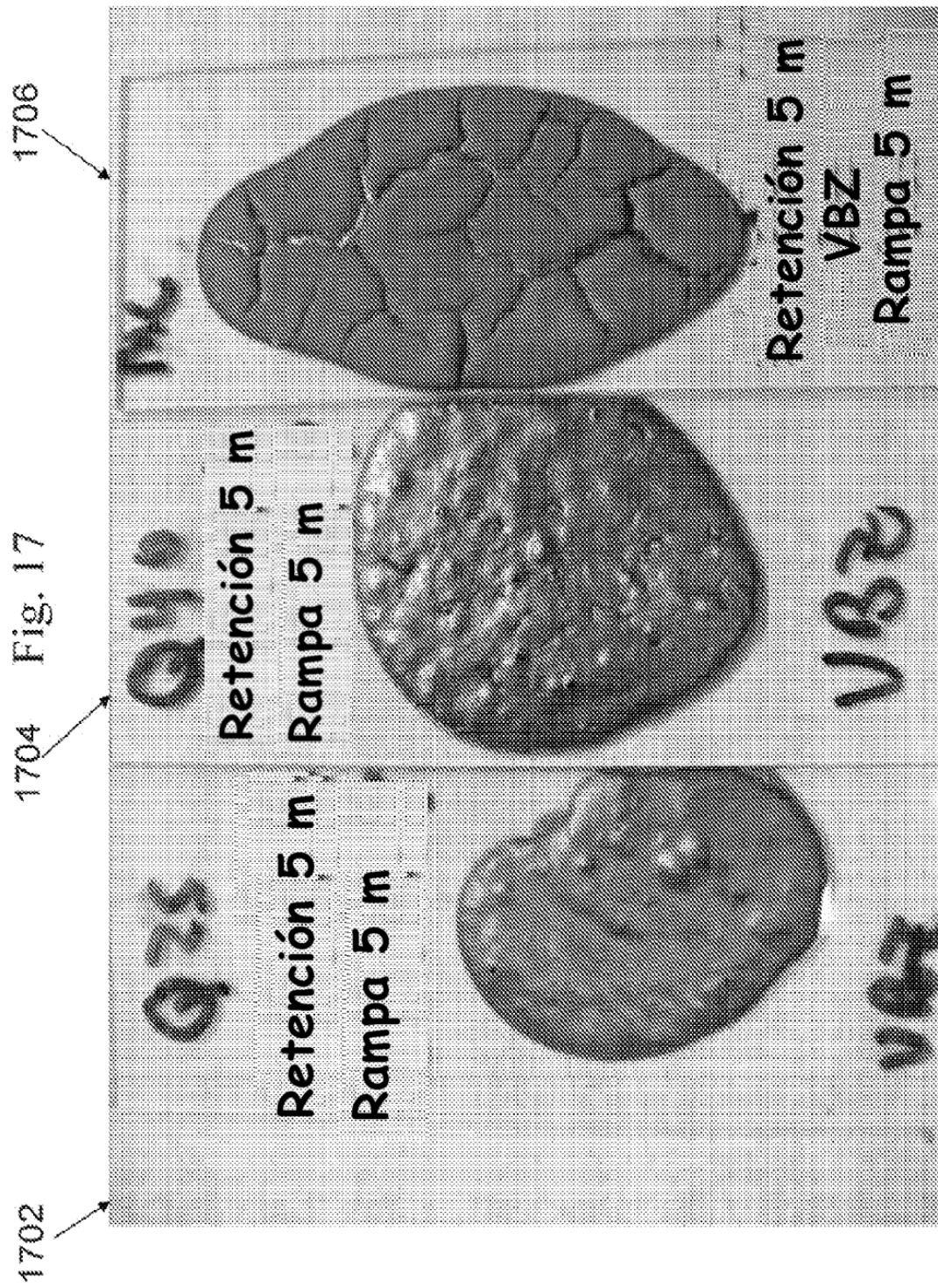
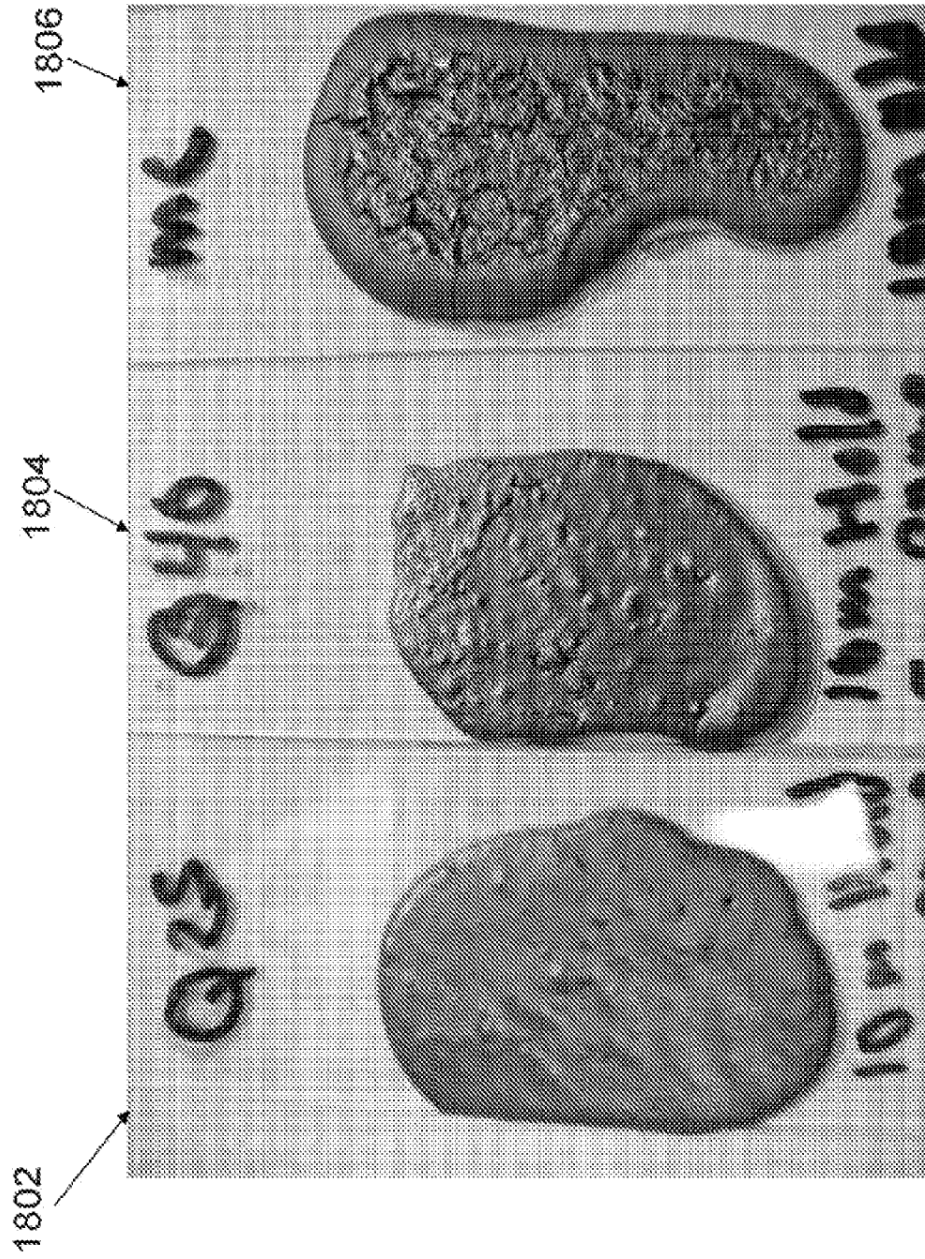
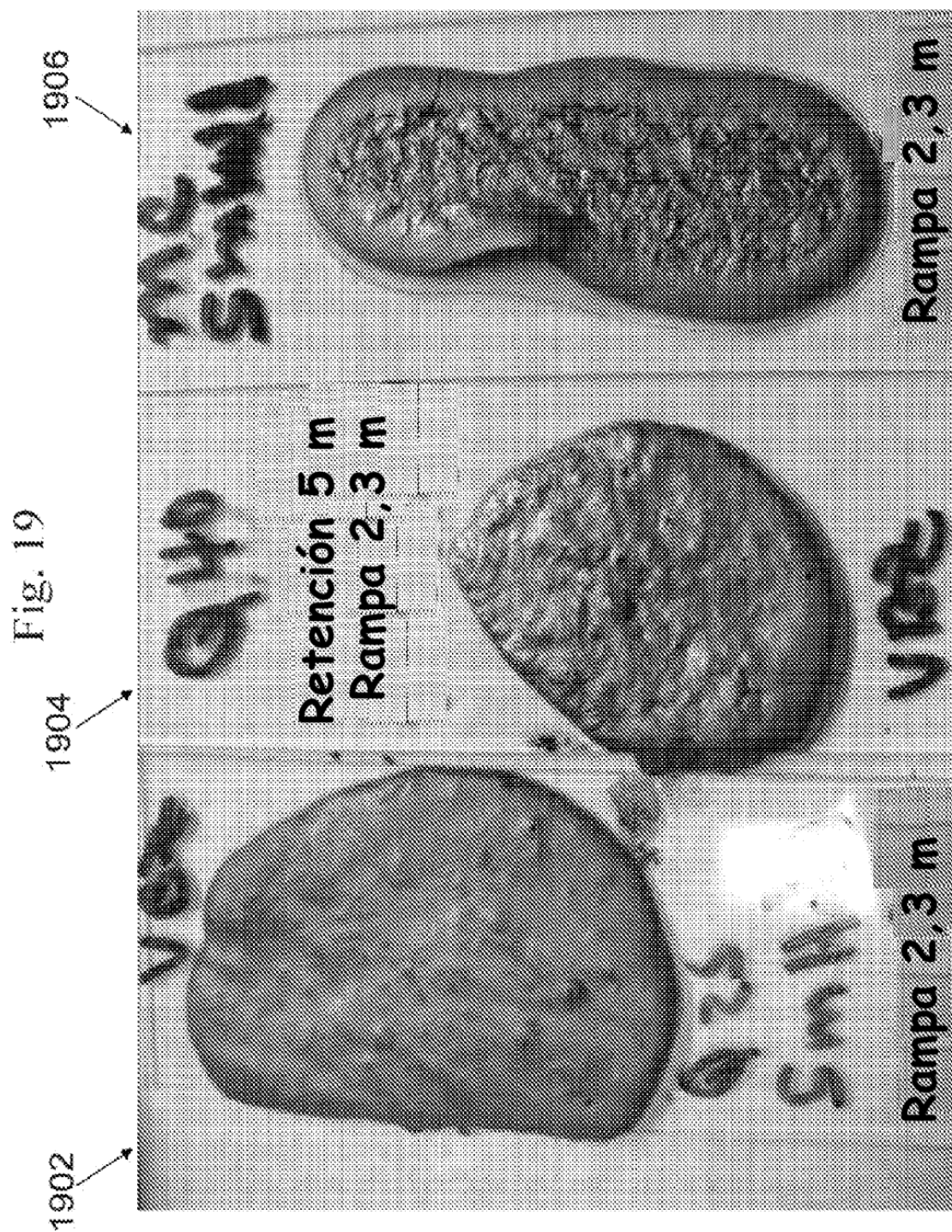


Fig. 18





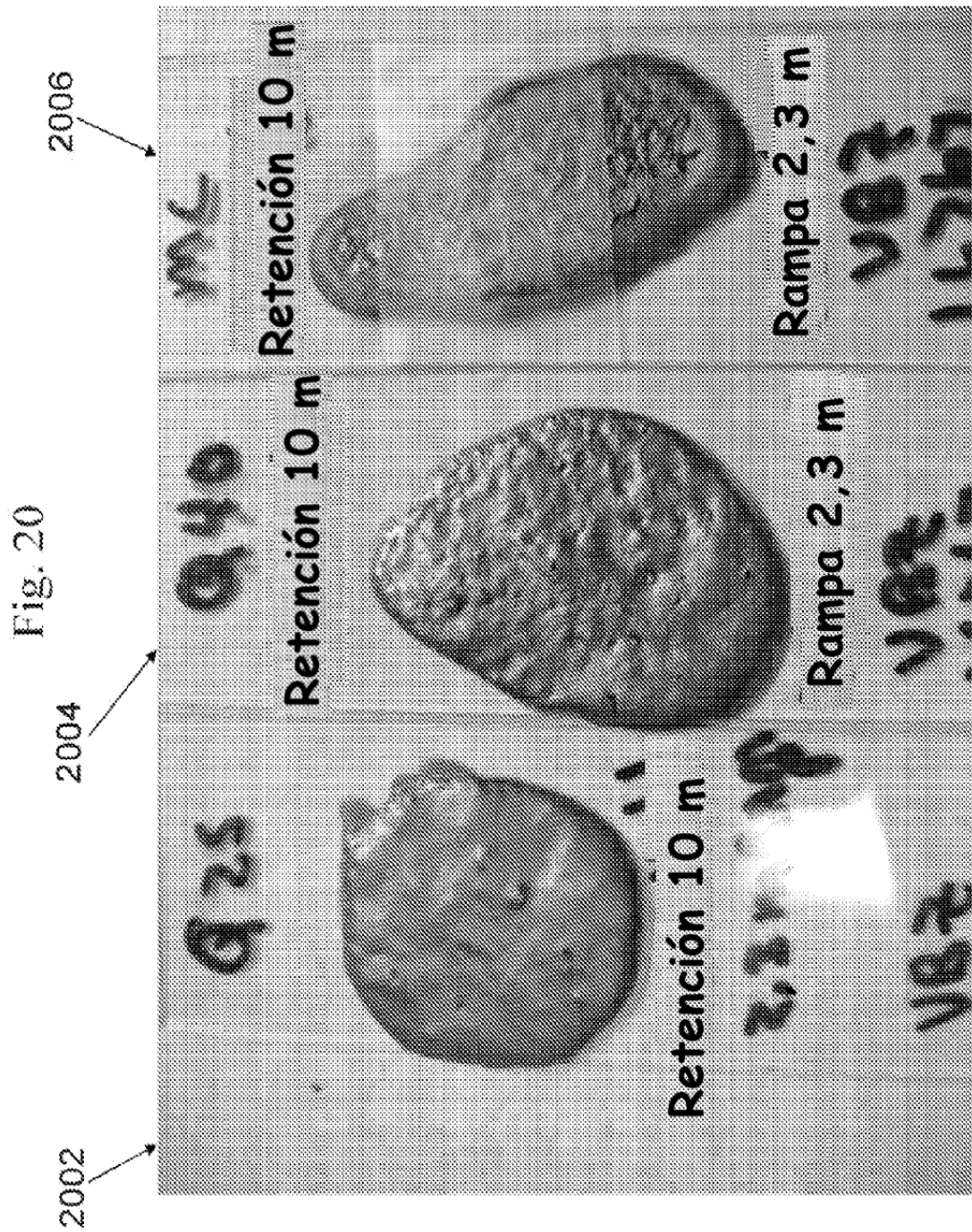


Fig. 21

