

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 707 589**

51 Int. Cl.:

**E06B 3/66** (2006.01)

**E06B 3/677** (2006.01)

**C03C 23/00** (2006.01)

**E06B 3/663** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **26.04.2013 PCT/US2013/038333**

87 Fecha y número de publicación internacional: **07.11.2013 WO13165827**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **26.04.2013 E 13720209 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **07.11.2018 EP 2844816**

54 Título: **Método y aparato para la fabricación de una unidad de ventana de vidrio aislado al vacío (VIG), incluyendo la cavidad de limpieza de la misma**

30 Prioridad:

**03.05.2012 US 201213463262**

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

**04.04.2019**

73 Titular/es:

**GUARDIAN GLASS, LLC (100.0%)  
2300 Harmon Road  
Auburn Hills MI 48326, US**

72 Inventor/es:

**DENNIS, TIMOTHY, A.;  
PANTKE, ANDREW, W. y  
JONES, JEFFREY, A.**

74 Agente/Representante:

**VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro**

ES 2 707 589 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

Método y aparato para la fabricación de una unidad de ventana de vidrio aislado al vacío (VIG), incluyendo la cavidad de limpieza de la misma

5 **Campo técnico**

Esta divulgación se refiere, por lo general, a métodos y a un aparato para la fabricación de una unidad de ventana de vidrio aislado al vacío (VIG), incluyendo el método la limpieza de una cavidad formada entre el primer y segundo sustratos de vidrio de la unidad de VIG. La divulgación se refiere, más particularmente, a métodos para la limpieza de una cavidad de una unidad de VIG para eliminar las impurezas residuales, tales como, por ejemplo, hidrocarburo residual y/o aglutinantes y/o disolventes restantes como resultado del proceso de fabricación de polímeros, a partir de la cavidad. La divulgación se refiere además a la utilización de al menos ozono en un gas de proceso de limpieza para oxidar y/o reducir los compuestos a base de carbono residual para hacerlos más adecuados para (o más fácil de) su eliminación durante los procesos subsiguientes utilizados para fabricar la unidad de VIG haciendo, por ejemplo, que estos compuestos residuales sean más volátiles.

**Antecedentes y sumario de las realizaciones a modo de ejemplo**

20 Las unidades de vidrio aislante al vacío (VIG) incluyen normalmente al menos dos sustratos de vidrio separados entre sí que encierran entre los mismos un espacio/cavidad evacuado o de baja presión. Los sustratos se interconectan por una junta de borde periférico e incluyen, normalmente, separadores entre los sustratos de vidrio para mantener la separación entre los sustratos de vidrio y evitar el plegado de los sustratos de vidrio que puede producirse debido al ambiente de baja presión que existe entre los sustratos. Algunas configuraciones de VIG a modo de ejemplo se divulgan, por ejemplo, en las Patentes de Estados Unidos n.º 5.664.395, 5.657.607 y 5.902.652.

El documento JP 2005 231930 A divulga un método de fabricación de una unidad de ventana aislada al vacío, comprendiendo el método: proporcionar un primer y segundo sustratos de vidrio para la unidad de ventana aislada al vacío, con una junta y una cavidad situada entre los sustratos de vidrio; bombear una mezcla de limpieza que comprende ozono en la cavidad; y eliminar los compuestos creados por la reacción con la mezcla de gas de limpieza, y el gas de limpieza residual, de la cavidad.

35 Las Figuras 1 y 2 ilustran una unidad de VIG convencional 1 y los elementos que forman la unidad de VIG 1. Por ejemplo, la unidad de VIG 1 puede incluir dos sustratos de vidrio 2, 3 separados entre sí, que encierran un espacio/cavidad evacuado de baja presión 6 entre los mismos. Las láminas o sustratos de vidrio 2, 3 se interconectan por una junta de borde periférico 4 que puede fabricarse de vidrio de soldar fundido, por ejemplo. Un conjunto de pilares/separadores de soporte 5 puede incluirse entre los sustratos de vidrio 2, 3 para mantener la separación de los sustratos 2, 3 de la unidad de VIG 1 en vista del espacio/hueco de baja presión presente entre los sustratos 2, 3.

40 Un tubo de bombeo 8 puede estar herméticamente sellado mediante, por ejemplo, vidrio de soldadura 9 a una abertura/orificio 10 que pasa de una superficie interior de uno de los sustratos de vidrio 2 a la parte inferior de un rebaje 11 en la superficie exterior del sustrato de vidrio 2. Un vacío se conecta al tubo de bombeo 8 para evacuar la cavidad interior 6 a una presión baja, por ejemplo, utilizando una operación de reducción de la bomba secuencial. Después de la evacuación de la cavidad 6, el tubo 8 se derrite para sellar el vacío. El rebaje 11 mantiene el tubo de bombeo sellado 8. Opcionalmente, un captador químico 12 se puede incluir dentro de un rebaje 13 que se dispone en una cara interior de uno de los sustratos de vidrio, por ejemplo, sustrato de vidrio 2. El captador químico 12 se puede utilizar para absorber o unirse con ciertas impurezas residuales que pueden permanecer después de que la cavidad 6 se evacúa y sella.

50 Las unidades de VIG con juntas de borde periféricas de vidrio de soldadura fundido 4 se fabrican normalmente depositando la frita de vidrio, en una solución (por ejemplo, pasta de frita), alrededor de la periferia del sustrato 2. Esta pasta de frita de vidrio forma, en última instancia, la junta de borde de vidrio de soldadura 4. Un segundo sustrato 3 se baja sobre el sustrato 2 con el fin de intercalar los separadores/pilares 5 y la solución frita de vidrio entre los dos sustratos 2, 3. El conjunto completo que incluye los sustratos de vidrio 2, 3, los separadores o pilares 5 y la material de juntado (por ejemplo, frita de vidrio en solución o pasta), se calienta después a una temperatura de al menos aproximadamente 500 °C, en cuyo punto la frita de vidrio se derrite, moja las superficies de los sustratos de vidrio 2, 3, y en última instancia forma una junta de borde o periférica hermética 4.

60 Después de la formación de la junta de borde 4, se aplica un vacío a través del tubo de bombeo 8 para formar el espacio/cavidad de baja presión 6 entre los sustratos 2, 3. La presión en el espacio 6 se puede producir por medio de un proceso de evacuación a un nivel por debajo de la presión atmosférica, por ejemplo, por debajo de aproximadamente  $10^{-2}$  Torr. Para mantener la baja presión en el espacio/cavidad 6, los sustratos 2, 3 se sellan herméticamente. Pequeños separadores/pilares de alta resistencia 5 se proporcionan entre los sustratos para mantener la separación de los sustratos aproximadamente paralelos contra la presión atmosférica. Como se ha señalado anteriormente, una vez que el espacio 6 entre los sustratos 2, 3 se evacua, el tubo de bombeo 8 se puede

sellar, por ejemplo, fundiéndolo con un láser o similar.

Como resultado del proceso utilizado para fabricar el VIG, incluido el utilizado para formar la junta 4 descrito anteriormente, los hidrocarburos y/o polímeros residuales, tales como, por ejemplo, disolventes y aglutinantes utilizados para la fabricación de la pasta de frita que, en última instancia, forma la junta entre los sustratos de vidrio transparentes de la unidad de VIG, pueden permanecer en la cavidad de vacío. Es deseable eliminar estos residuos, puesto que tienen un efecto potencialmente perjudicial sobre la unidad de VIG en el tiempo. Por ejemplo, los hidrocarburos y/o polímeros residuales pueden contaminar la cavidad de vacío después de que el VIG se sella (por ejemplo, mediante la producción de gases de CO<sub>x</sub> volátiles que degradan los niveles de vacío), y de ese modo degradan continuamente el valor de aislamiento (por ejemplo, valor de R) de la unidad de VIG. Los hidrocarburos residuales pueden reaccionar también con revestimientos, tales como, por ejemplo, un revestimiento de E bajo que puede estar presente en una superficie interior de uno de los sustratos de vidrio que forman la cavidad de vacío, perjudicando además el rendimiento de la unidad de VIG.

Como se ha mencionado anteriormente, las unidades de VIG con juntas de borde de vidrio de soldadura fundidas 4 se fabrican normalmente depositando una frita de vidrio, en una solución (por ejemplo, pasta de frita), alrededor de la periferia de sustrato 2. Esta frita de vidrio forma finalmente a junta de vidrio de soldadura 4. Un segundo sustrato 3 se baja sobre el sustrato 2 para intercalar los separadores/pilares 5 y la solución frita de vidrio entre los dos sustratos 2, 3. El conjunto completo que incluye los sustratos de vidrio 2, 3, los separadores/pilares 5 y el material de junta (por ejemplo, frita de vidrio en solución), se calienta después a una temperatura de al menos aproximadamente 500 °C, en cuyo punto la frita de vidrio se derrite, moja las superficies de los sustratos de vidrio 2, 3, y en última instancia, forma una junta hermética 4. Una ventaja de proporcionar este procesamiento a alta temperatura es que gran parte de los compuestos hidrocarbonados y/o polímeros residuales, tales como, por ejemplo, los aglutinantes y disolventes utilizados para hacer la pasta de frita para la junta de vidrio de soldadura 4, se oxidan o queman durante este proceso y se eliminan después de la cavidad de vacío antes del sellado.

Sin embargo, se está desarrollando una nueva clase de materiales para su uso en la formación de juntas de borde herméticas para unidades de VIG. Por ejemplo, una composición de junta que incluye vanadio se divulga en el documento US 2012 21 39 54 A1, titulado, "Coeficiente de Carga de Dilatación Térmica para Materiales de Fritas Basados en Vanadio y/o Métodos para Fabricar y/o Utilizar el Mismo", presentado el 20 de enero de 2012. Estas nuevas composiciones de junta pueden, a veces, referirse como composiciones basadas en VBZ (por ejemplo, vanadio, bario, zinc). Estas composiciones de junta del tipo que incluye vanadio y/o VBZ proporcionan ciertas ventajas sobre otras composiciones de junta conocidas. Sin embargo, cuando se utilizan composiciones de junta de tipo VBZ, un perfil térmico de sellado de temperatura más baja se utiliza para mantener el temple deseado del vidrio de la unidad de VIG porque las composiciones VBZ tienen una temperatura de cocción más baja (por ejemplo, <250 °C) que ciertas otras composiciones de frita de vidrio convencionales utilizadas para formar juntas en unidades de VIG. Una razón a modo de ejemplo para utilizar temperaturas de cocción más bajas para hacer unidades de VIG utilizando, por ejemplo, una junta de VBZ, es que las composiciones de junta de VBZ pueden empezar a ablandarse a temperaturas más altas (por ejemplo, 300 °C-350 °C). Como resultado de este reblandecimiento, los gases que se desarrollaron durante la combustión de los compuestos de carbono residuales quedan atrapados en el material de VBZ. Esto causa la expansión del material de VBZ ablandado y da como resultado un vidrio poroso que tiene una resistencia insuficiente y que no puede mantener el vacío. El perfil térmico inferior utilizado para formar una junta tipo VBZ es tal que el procedimiento de combustión a alta temperatura normal descrito anteriormente con respecto a las juntas de vidrio de soldadura fundidas 4 para oxidar y quemar hidrocarburos y polímeros residuales no se puede utilizar. La una o más temperaturas de curado inferiores de la junta que se utilizan para curar/formar la junta de borde, cuando la junta se fabrica de un material que incluye vanadio y/o VBZ, son insuficientes para proporcionar la combustión aceptable de los hidrocarburos y polímeros residuales.

Por lo tanto, lo que se necesita es un método de temperatura inferior para descomponer rápidamente los hidrocarburos y/o polímeros residuales en la cavidad de la unidad de VIG al menos en situaciones que utilizan composiciones de junta de borde de perfil de temperatura inferior, tales como, por ejemplo, y sin limitación, composiciones de junta basadas en vanadio y/o de tipo VBZ. Como se ha descrito anteriormente, con el desarrollo de las composiciones de junta más recientes, como, por ejemplo, y sin limitación, composiciones de junta basadas en vanadio y/o de tipo VBZ, un nuevo perfil térmico de sellado de temperatura inferior se utiliza, por lo general, para mantener la intensidad de templado deseada de los sustratos de vidrio de la unidad de VIG y/o para mantener la estabilidad estructural y las propiedades de mantenimiento de vacío de la junta resultante. Como se ha señalado anteriormente, el ciclo de temperatura inferior no es normalmente suficiente para eliminar y/o quemar suficientemente una cantidad suficiente de hidrocarburos y polímeros residuales, tales como, por ejemplo, y sin limitación, de los materiales disolventes y aglutinantes utilizados para la fabricación de la pasta de junta de borde. El residuo de hidrocarburo y/o polímero en el interior de la cavidad de vacío VIG puede contaminar el vacío una vez que se sella la unidad de VIG, y puede degradar aún más diversos revestimientos que pueden estar presentes en las superficies interiores de los sustratos de vidrio utilizados en las unidades de VIG. Por ejemplo, en ciertos casos, el carbono residual que reviste la superficie interna del uno o más sustratos de vidrio puede permanecer, tal como, por ejemplo, con una monocapa fina de hidrocarburos y el polímero aglutinante. Con el tiempo, este residuo de carbono puede desprenderse de la superficie interior del vidrio y descomponerse bajo la radiación ultravioleta de la luz solar y producir gases volátiles, por ejemplo, CO<sub>x</sub> que degradan los niveles de vacío y disminuyen adversamente

el valor de aislamiento (por ejemplo, valor de R) de la unidad de VIG. Además, los carbonos residuales pueden, con el tiempo, reaccionar con los revestimientos en la superficie de vidrio interior, como, por ejemplo, revestimientos de E baja, que degradan aún más el rendimiento de la unidad VIG.

5 Para resolver estos y/u otros inconvenientes, un nuevo proceso de limpieza para eliminar los compuestos de hidrocarburos residuales se divulga y describe en la presente memoria con referencia a ciertas realizaciones a modo de ejemplo. De acuerdo con la invención incluir la capa de ozono ( $O_3$ ) como un componente de un gas de purga usado durante el bombeo de vacío inicial se ha encontrado para oxidar los compuestos de carbono y convertirlos en  $CO$  y/o  $CO_2$  más volátil, que después pueden eliminarse fácilmente a través de las operaciones de bombeo  
10 secuenciales y se pueden diluir aún más mediante una purga de  $N_2$  secuencial y una introducción de vacío profunda final. La eliminación de estos compuestos de carbono residuales mejora el rendimiento global de las unidades de VIG mediante, por ejemplo, y sin limitación, la mejora del valor total de aislamiento (por ejemplo, valor de R), la mejora de la vida útil de la unidad de VIG y/o la reducción de la degradación de los revestimientos opcionales que pueden utilizarse en una superficie interior de los sustratos de vidrio de la unidad de VIG.

15 De acuerdo con ciertas realizaciones a modo de ejemplo, se proporciona un método a modo de ejemplo de descomponer el carbono residual para su eliminación de la cavidad de vacío de una unidad de ventana de VIG, donde al menos una mezcla de gas de ozono ( $O_3$ ) y oxígeno ( $O_2$ ) se introduce en la cavidad de vacío de VIG durante y/o antes de una etapa inicial de un proceso de bombeo de vacío. De acuerdo con ciertas realizaciones a modo de ejemplo, un pequeño porcentaje de  $O_3$ , tal como, por ejemplo, y sin limitación, en un intervalo de aproximadamente el 5-10 % en peso de ozono, se genera utilizando, por ejemplo, un generador de ozono que utiliza  
20 aire y/u oxígeno puro. La mezcla de  $O_3/O_2$  resultante se introduce a continuación en la cavidad de vacío del VIG bajo presión reducida, se deja reaccionar con los hidrocarburos y/o polímeros residuales, y después se retira de la cavidad utilizando, por ejemplo, una bomba de vacío. Un ciclo de purgas de  $O_3/O_2$  se puede repetir según sea necesario para reducir los contaminantes a niveles adecuados o aceptables. Los niveles de contaminantes aceptables a modo de ejemplo pueden, por ejemplo, ser y sin limitación, de aproximadamente  $10E-12$  o menos. Se entenderá que los niveles de contaminantes aceptables pueden determinarse o seleccionarse por el fabricante.

30 También se observa que la ozonización de la cavidad de vacío de la unidad de VIG descrita anteriormente se realiza, de acuerdo con la invención, a temperaturas sustancialmente ambientales, evitando de este modo las desventajas y problemas asociados con el procesamiento a alta temperatura, especialmente, por ejemplo, utilizando las composiciones de junta más recientes, tales como, por ejemplo, composiciones de junta que incluyen vanadio y/o de tipo VBZ. A veces puede ser el caso de que se pueda utilizar energía adicional para facilitar y/o mejorar la eliminación de carbono alcanzado por el proceso de ozonización descrito anteriormente. Por lo tanto, se contempla que la energía adicional en forma de, por ejemplo, y sin limitación, plasma de radio frecuencia (RF), descarga de corona (campos eléctricos), lámpara UV, y/o similares, pueda utilizarse para aumentar las velocidades de reacción de los hidrocarburos y/o polímeros residuales y el ozono.

40 De acuerdo con ciertas realizaciones a modo de ejemplo adicionales, las cantidades de traza resultantes de carbonos volátiles que pueden permanecer, incluso después de un proceso de ozonización tal como, por ejemplo, pueden diluirse adicionalmente mediante la purga de  $N_2$  secuencial y/o una introducción de vacío profunda final. El uso de un proceso de ozonización a lo largo de las líneas descritas a modo de ejemplo anteriormente, facilita la retirada de compuestos de carbono residuales, mejora el tiempo de vida global de una unidad de ventana de VIG, proporciona un valor de R más estable y predecible y ayuda a mantener los revestimientos que pueden estar  
45 presentes en la superficie del sustrato de vidrio en la cavidad de vacío.

Estas y otras ventajas se proporcionan mediante un método para la limpieza de una cavidad de vacío de una ventana VIG de acuerdo con la reivindicación independiente 1 y las reivindicaciones dependientes.

50 De acuerdo con algunos ejemplos que no forman parte de la materia reivindicada, se proporciona un aparato que comprende: un generador de ozono; una bomba bidireccional acoplada operativamente a dicho generador de ozono y acoplada operativamente a un tubo de bombeo, proporcionando dicho tubo de bombeo acceso a una cavidad entre dicho primer y segundo sustratos; y una fuente de gas que proporciona un gas que incluye oxígeno al generador de ozono, en el que dicha bomba bidireccional bombea la mezcla de gas de limpieza que comprende el ozono  
55 generado por el generador de ozono en la cavidad, mantienen la mezcla de gas de limpieza que comprende ozono en la cavidad durante un tiempo de residencia predeterminado, y elimina los compuestos creados por la reacción de la mezcla de gas de limpieza y el gas de limpieza residual de la cavidad

60 Estas y otras realizaciones y ventajas se describen en la presente memoria con respecto a ciertas realizaciones a modo de ejemplo y con referencia a los siguientes dibujos en los que los mismos números de referencia se refieren a elementos similares, y en los que:

#### Breve divulgación de los dibujos

65 la Figura 1 es un diagrama esquemático en sección transversal de una unidad de VIG convencional;  
la Figura 2 es una vista en planta superior de una unidad de VIG convencional;

la Figura 3 es un diagrama en sección transversal parcial esquemática que ilustra los componentes utilizados al proporcionar un método de limpieza de acuerdo con una realización a modo de ejemplo;

la Figura 4 es un diagrama de flujo que ilustra un método de limpieza de una cavidad de vacío de una unidad de VIG de acuerdo con una realización a modo de ejemplo.

5 La Figura 5 es un diagrama esquemático en sección transversal de una unidad de VIG incluyendo una junta de borde basada en vanadio o de tipo VBZ; y

La Figura 6 es una vista en planta superior de una unidad de VIG incluyendo una junta de borde basada en vanadio o de tipo VBZ.

## 10 **Divulgación detallada de las realizaciones a modo de ejemplo**

Ciertas realizaciones a modo de ejemplo se describirán en detalle en la presente memoria con referencia a los dibujos anteriores en los que números de referencia iguales se refieren a elementos similares. Se entenderá que las realizaciones descritas en la presente memoria pretenden ser ilustrativas, no limitantes, y que los expertos en la materia entenderán que pueden hacerse diversas modificaciones sin apartarse del alcance de las reivindicaciones adjuntas a la misma.

De acuerdo con ciertas realizaciones a modo de ejemplo divulgadas y descritas en detalle en la presente memoria, se proporciona un proceso de limpieza a temperatura sustancialmente ambiente para eliminar los compuestos de hidrocarburos residuales que pueden estar presentes en una cavidad de vacío de una unidad de ventana de VIG, en la fabricación de unidades de ventana de IG al vacío. Por ejemplo, de acuerdo con ciertas realizaciones a modo de ejemplo, proporcionar ozono ( $O_3$ ) como un componente de un gas de purga utilizado durante el bombeo inicial se puede utilizar para oxidar los compuestos de carbono y convertirlos en compuestos más volátiles, tales como, por ejemplo, y sin limitación, CO o  $CO_2$ , que pueden eliminarse después fácilmente a través del bombeo secuencial y se pueden diluir aún más mediante la purga de  $N_2$  secuencial y una introducción de vacío profunda final. La eliminación de estos compuestos de carbono residuales mejora el rendimiento global de las unidades de ventana de VIG mediante, por ejemplo, y sin limitación, el mantenimiento del valor total de aislamiento (por ejemplo, valor de R), la mejora de la vida útil de la unidad de ventana de VIG y la reducción de la degradación de los revestimientos que pueden utilizarse en una superficie interior de los sustratos de vidrio de la unidad de VIG. Las unidades de ventana de VIG pueden utilizarse como ventanas en viviendas residenciales, edificios de oficinas, edificios de apartamentos, puertas y/o similares.

De acuerdo con ciertas realizaciones a modo de ejemplo, se divulga un método a modo de ejemplo de descomponer el carbono residual para su eliminación de la cavidad de una unidad de ventana de VIG, en el que una mezcla de ozono ( $O_3$ ) y oxígeno ( $O_2$ ) se introduce, por ejemplo, en la cavidad de la unidad de ventana VIG antes o durante una etapa inicial de un proceso de bombeo de vacío para su evacuación de la cavidad. La mezcla  $O_3/O_2$  a modo de ejemplo sustituye al menos parte de las purgas de ( $N_2$ ) previamente utilizadas realizadas para diluir los gases traza en la cavidad de vacío de VIG. De acuerdo con ciertas realizaciones a modo de ejemplo, un pequeño porcentaje de  $O_3$ , tal como, por ejemplo, y sin limitación, puede estar preferentemente en un intervalo de aproximadamente 1-15 % en peso de ozono, puede estar más preferentemente en un intervalo de aproximadamente 5-10 % en peso de ozono, y puede estar incluso más preferentemente en un intervalo de 7,5-8,0 % en peso de ozono, siendo el resto principalmente oxígeno, se genera utilizando, por ejemplo, un generador de ozono que utiliza aire u oxígeno puro. Pequeñas cantidades de otros elementos pueden estar presentes en la mezcla de ozono utilizada para la ozonización de acuerdo con ciertas realizaciones a modo de ejemplo sin afectar a las propiedades deseables de la mezcla de ozono. El uso de un mayor porcentaje de ozono puede resultar en reacciones desventajosas entre el ozono y los revestimientos, tales como, por ejemplo, revestimientos de E baja, que pueden proporcionarse en una superficie interior de al menos uno de los sustratos de vidrio transparentes de la unidad de VIG. La mezcla de  $O_3/O_2$  resultante se introduce después en la cavidad de la VIG bajo presión reducida, se deja reaccionar con los hidrocarburos y/o polímeros residuales, y después se elimina de la cavidad, por ejemplo, con una bomba de vacío. Un ciclo purgas de  $O_3/O_2$  se puede repetir según sea necesario para reducir los contaminantes a niveles adecuados o aceptables. Por ejemplo, y sin limitación, de acuerdo con ciertas realizaciones a modo de ejemplo, un número preferido de ciclos de purga de  $O_3/O_2$  puede estar en un intervalo de aproximadamente 1-15 ciclos, o más preferentemente de aproximadamente 2-10 ciclos, e incluso más preferentemente de aproximadamente 2-6 ciclos. Por otra parte, los tiempos de permanencia para los ciclos de purga de  $O_3/O_2$  pueden estar limitados para reducir la posibilidad de una reacción indeseable del ozono con, por ejemplo, revestimientos que pueden proporcionarse en una superficie interior de al menos un sustrato de vidrio de la unidad de ventana de VIG. Por ejemplo, y sin limitación, de acuerdo con ciertas realizaciones a modo de ejemplo, tiempos de permanencia preferidos pueden estar en un intervalo de aproximadamente 5-25 s, o más preferentemente en un intervalo de aproximadamente 10-20 s, y más preferentemente en un intervalo de 10-15 s, y, en cualquier caso, preferentemente de menos de 30-45 s. El tiempo de permanencia es el período de tiempo que la mezcla de gas de limpieza que comprende el ozono se mantiene en la cavidad. Ejemplo niveles de contaminantes aceptables pueden ser, por ejemplo, y sin limitación, aproximadamente  $10E-12$  o menos. Se entenderá que los niveles de contaminantes aceptables pueden determinarse o seleccionarse por el fabricante.

65 Cabe señalar también que la ozonización de la cavidad de la unidad de ventana de VIG descrita anteriormente puede realizarse a temperaturas sustancialmente ambientales, evitando de este modo las desventajas y problemas

asociados con el procesamiento a alta temperatura, especialmente cuando se utilizan las composiciones de junta de borde más recientes, tales como, por ejemplo, composiciones de junta de borde basadas en vanadio o de tipo VBZ. En cualquier caso, de acuerdo con la invención, la ozonización se lleva a cabo a una temperatura baja a temperaturas aproximadamente iguales a la temperatura ambiente. De acuerdo con otras realizaciones a modo de ejemplo, puede ser el caso de que se pueda requerir energía adicional para facilitar o mejorar la eliminación del carbono alcanzado por el proceso de ozonización descrito anteriormente. Por lo tanto, se contempla que la energía adicional en forma de, por ejemplo, y sin limitación, plasma radio frecuencia (RF), descarga de corona (campos eléctricos), lámpara UV, o similares, se pueda utilizar para aumentar las velocidades de reacción de los hidrocarburos y/o polímeros residuales y el ozono.

De acuerdo con ciertas realizaciones a modo de ejemplo adicionales, las cantidades de traza de carbonos volátiles resultantes que pueden permanecer, incluso después de un proceso de ozonización tal como, por ejemplo, los descritos anteriormente, se pueden diluir además por una purga de N<sub>2</sub> secuencial y/o una introducción de vacío profunda final. El uso de un proceso de ozonización a lo largo de las líneas descritas a modo de ejemplo anteriormente, facilita la retirada de compuestos de carbono residuales, mejora el tiempo de vida útil de una unidad de VIG, proporciona un valor de R más estable y ayuda a mantener los revestimientos que pueden estar presentes en la una o más superficies de los sustratos de vidrio en la cavidad de vacío.

Con referencia a las Figuras 5 y 6, una vista en sección transversal esquemática de una unidad de ventana de VIG a modo de ejemplo 1 se ilustra. La unidad de ventana de VIG 1 incluye primer y segundo sustratos de vidrio transparentes 2, 3 separados entre sí que se pueden interconectar por una junta de borde 15, que puede, por ejemplo, ser de o incluir una junta basada en vanadio o de tipo VBZ 15. Las composiciones de junta basada en vanadio o de tipo VBZ a modo de ejemplo se divulgan en el documento US 2012 21 39 54 A1, presentado el 20 de enero de 2012. Se entenderá que las realizaciones divulgadas en la presente memoria son igualmente aplicables a configuraciones de VIG que utilizan cualquier material de junta adecuado. En ciertas realizaciones, los sustratos de vidrio transparentes 2, 3 pueden ser aproximadamente del mismo tamaño. Sin embargo, en ciertas otras realizaciones a modo de ejemplo, un sustrato de vidrio puede ser más grande que el otro para proporcionar, por ejemplo, un paso aproximadamente en forma de L próximo a un borde de la unidad de VIG. Uno o ambos de los sustratos de vidrio 2, 3 pueden también incluir opcionalmente al menos un material de revestimiento (no mostrado), tal como, por ejemplo, y sin limitación, un revestimiento de E baja. Se entenderá que diversos revestimientos pueden estar presentes en una superficie interior de al menos uno de los sustratos de vidrio 2, 3, y que tales revestimientos proporcionan diversas características de rendimiento beneficiosas para la unidad de VIG 1. En ciertas realizaciones a modo de ejemplo, la unidad de ventana de VIG 1 tiene una transmisión visible de al menos aproximadamente el 30 %, más preferentemente de al menos aproximadamente el 40 %, incluso más preferentemente de al menos aproximadamente el 50 %, e incluso más preferentemente de al menos aproximadamente el 60 % o el 70 %.

Un conjunto de pilares/separadores de soporte 5 puede incluirse también entre los sustratos de vidrio 2, 3 para mantener la separación de los sustratos en vista de la presión más baja que la atmosférica que finalmente se proporciona en la cavidad 6 entre los sustratos 2, 3. En ciertas realizaciones a modo de ejemplo, los separadores pueden tener una altura de, por ejemplo, aproximadamente 0,1 a 1,0 mm, más preferentemente de aproximadamente 0,2 a 0,4 mm. La altura de los separadores puede definir la altura de la cavidad de vacío 6. Como se ha señalado anteriormente, los separadores 5 tienen preferentemente un tamaño que es suficientemente pequeño de modo que son visiblemente discretos. De acuerdo con ciertas realizaciones a modo de ejemplo, los separadores se pueden fabricar de o incluir vidrio de soldadura, vidrio, cerámica, metal, polímero, o cualquier otro material adecuado. Además, los separadores 5 pueden ser, por ejemplo, generalmente cilíndricos, redondos, esféricos, en forma de moneda de diez céntimos, en forma de C, en forma de almohada, o cualquier otra forma adecuada.

Un tubo de bombeo 8, que se puede sellar herméticamente, por ejemplo, utilizando vidrio de soldadura 9 se proporciona a través de un orificio 10 que pasa desde una superficie interior de uno de los sustratos de vidrio, por ejemplo, el sustrato 3 y a través del sustrato de vidrio 3 y que se extiende más allá de la superficie exterior del mismo. El tubo de bombeo 8 se utiliza en un proceso para evacuar la cavidad 6 entre los sustratos 2, 3, tal como, por ejemplo, fijando una bomba de vacío al tubo de bombeo 8 y evacuando la cavidad a una presión baja, por ejemplo, una presión inferior a la presión atmosférica. En un ejemplo preferido, una presión en la cavidad 6 es, por ejemplo, preferentemente por debajo de aproximadamente 10<sup>-2</sup> Torr, y más preferentemente por debajo de aproximadamente 10<sup>-3</sup> Torr, y aún más preferentemente por debajo de aproximadamente 5x10<sup>-4</sup>Torr. En ciertas realizaciones a modo de ejemplo, el tubo de bombeo 8, puede, por ejemplo, tener un diámetro o distancia de aproximadamente 0,1 a 1,0 mm, más preferentemente de aproximadamente 0,3 a 0,7 mm, e incluso más preferentemente de aproximadamente 0,5 mm. Después de evacuar la cavidad 6, el tubo de bombeo 8 se puede sellar, por ejemplo, derritiendo la punta del tubo 8 por cualquier medio adecuado, tal como, por ejemplo, con láser.

Volviendo a la Figura 3, una ilustración esquemática de una disposición a modo de ejemplo para proporcionar la ozonización de una unidad de ventana de VIG 1 a modo de ejemplo, tal como, por ejemplo, se ilustra en las Figuras 5 y 6, de acuerdo con ciertas realizaciones a modo de ejemplo, se muestra. De acuerdo con ciertas realizaciones a modo de ejemplo, una mezcla de ozono (O<sub>3</sub>) y oxígeno (O<sub>2</sub>) se introduce, por ejemplo, en la cavidad de vacío 6 de una unidad de VIG 1 durante una etapa inicial de un proceso de bombeo de vacío. De acuerdo con este ejemplo

ilustrativo, no limitante, ejemplo, la junta de borde periférico 15 es preferentemente de, o incluye, un compuesto basado en vanadio o VBZ, tal como, por ejemplo, y sin limitación, los compuestos de junta de borde divulgados en el documento US 2012 21 39 54 A1. Se entenderá, sin embargo, que de acuerdo con las realizaciones a modo de ejemplo divulgadas en la presente memoria, la unidad de ventana de VIG puede utilizar cualquier material de junta.

5 La mezcla de  $O_3/O_2$  a modo de ejemplo sustituye al menos parte de las purgas de nitrógeno ( $N_2$ ) previamente utilizadas realizadas para diluir los gases de traza en la cavidad de vacío de VIG. De acuerdo con ciertas realizaciones a modo de ejemplo, un pequeño porcentaje de  $O_3$ , tal como, por ejemplo, y sin limitación, puede estar preferentemente en un intervalo de aproximadamente el 1-15 % en peso de ozono, puede estar más preferentemente en un intervalo de aproximadamente el 5-10 % en peso de ozono, y puede estar incluso más preferentemente en un intervalo de aproximadamente el 7,5-8,0 % en peso de ozono, siendo el resto principalmente oxígeno, se genera utilizando, por ejemplo, un generador de ozono 25 que utiliza oxígeno puro a partir de una fuente de oxígeno 20, tal como, por ejemplo, y sin limitación, un depósito de oxígeno comprimido. Se comprenderá que el generador de ozono 25 puede generar también la mezcla de  $O_3/O_2$  mediante el procesamiento de aire y que pequeñas cantidades de otros elementos pueden estar presente en la mezcla sin afectar negativamente a las propiedades beneficiosas de la mezcla. El uso de porcentajes más altos de ozono puede resultar en reacciones desventajosas entre el ozono y los revestimientos, tales como, por ejemplo, revestimientos de E baja (no mostrados), que pueden proporcionarse en una superficie interior de al menos uno de los sustratos de vidrio 2, 3 de la unidad de VIG 1. La mezcla de  $O_3/O_2$  resultante se introduce después a través de la bomba 30 en la cavidad de vacío 6 de la VIG 1 a presión reducida. La bomba de vacío 30 puede preferentemente conectarse a la cavidad de vacío 6 de la unidad de VIG 1 a través del tubo de bombeo 8. La mezcla de  $O_3/O_2$  se deja después reaccionar con los hidrocarburos y/o polímeros residuales para oxidar los compuestos de carbono residuales, tales como, por ejemplo, y sin limitación, hidrocarburos y/o polímeros, y los convierte en CO o  $CO_2$  más volátil, que pueden eliminarse después fácilmente a través de un bombeo secuencial posterior. Como se ha señalado anteriormente, los tiempos de permanencia preferidos para la mezcla de  $O_3/O_2$  en la cavidad 6 de acuerdo con ciertas realizaciones a modo de ejemplo, pueden estar en un intervalo de aproximadamente 5-25 s, o más preferentemente en un intervalo de aproximadamente 10-20 s, e incluso más preferentemente en un intervalo de aproximadamente 10-15 s, y, en cualquier caso, preferentemente menos de 30-45 s. La mezcla de  $O_3/O_2$  residual, junto con los hidrocarburos y/o polímeros residuales reaccionados, se retira después de la cavidad 6 mediante, por ejemplo, la bomba de vacío 30. Un ciclo de purgas de  $O_3/O_2$  se puede repetir según sea necesario para reducir los contaminantes a niveles adecuados o aceptables. Por ejemplo, y sin limitación, de acuerdo con ciertas realizaciones a modo de ejemplo, un número preferido de ciclos de purga de  $O_3/O_2$  puede estar en un intervalo de aproximadamente 1-15 ciclos, o más preferentemente en un intervalo de aproximadamente 2-10 ciclos, e incluso más preferentemente en un intervalo de aproximadamente 2-6 ciclos.

35 Volviendo a continuación a la Figura 4, se proporciona un diagrama de flujo que ilustra un método para limpiar una cavidad de vacío de una unidad de ventana de VIG utilizando un ciclo de ozonización a lo largo de las líneas descritas anteriormente. Una unidad de ventana de VIG que tiene una cavidad de vacío sellada con una junta completada de o que incluye, por ejemplo, y sin limitación, un compuesto basado en vanadio base o VBZ, y un tubo de bombeo sin sellar S1, se proporciona. El tubo de bombeo se conecta a una bomba, preferentemente una bomba bidireccional, que tanto fuerza el uno o más gases y/o mezclas de gases en la cavidad de vacío, así como la evacuación del uno o más gases y/o mezclas de gases y otro compuesto volátil de la cavidad de vacío. La bomba se puede conectar a la cavidad de vacío de la unidad de VIG para proporcionar una mezcla de ozono ( $O_3$ ) y oxígeno ( $O_2$ ), por ejemplo, en la cavidad de vacío de una unidad de ventana de VIG durante una etapa inicial de un proceso de bombeo de vacío. En este ejemplo, como se ha señalado anteriormente, la junta es preferentemente de, o incluye, un compuesto basado en vanadio o VBZ. De acuerdo con ciertas realizaciones a modo de ejemplo, un pequeño porcentaje de  $O_3$ , tal como, por ejemplo, y sin limitación, puede estar preferentemente en un intervalo de aproximadamente 1-15 % en peso de ozono, puede estar más preferentemente en un intervalo de aproximadamente 5-10 % en peso de ozono, y puede estar incluso más preferentemente en un intervalo de aproximadamente 7,5-8,0 % en peso de ozono, siendo el resto principalmente oxígeno, se genera S3 como se ha descrito anteriormente utilizando, por ejemplo, un generador de ozono que utiliza oxígeno puro a partir de una fuente de oxígeno, tal como, por ejemplo, y sin limitación, un depósito de oxígeno comprimido. Se comprenderá que el generador de ozono puede generar también la mezcla de  $O_3/O_2$  mediante el procesamiento de aire y que pequeñas cantidades de otros elementos pueden estar presente en la mezcla sin afectar negativamente a las propiedades beneficiosas de la mezcla. El uso de porcentajes más altos de ozono puede resultar en reacciones desventajosas entre el ozono y los revestimientos, tales como, por ejemplo, revestimientos de E baja (no mostrados), que pueden proporcionarse en una superficie interior de al menos uno de los sustratos de vidrio de la unidad de ventana de VIG. La mezcla de  $O_3/O_2$  resultante se introduce a continuación a través de la bomba en la cavidad de vacío del VIG, por ejemplo, bajo presión reducida S5. La bomba de vacío se puede conectar preferentemente a la cavidad de vacío de la unidad de VIG a través de un tubo de bombeo. La mezcla de  $O_3/O_2$  se deja reaccionar después con los hidrocarburos residuales y/o polímeros S7 para oxidar los compuestos de carbono residuales, tales como, por ejemplo, y sin limitación, hidrocarburos y/o polímeros, y los convierte en CO o  $CO_2$  más volátil que puede después eliminarse fácilmente a través de un bombeo secuencial posterior. Como se ha señalado anteriormente, los tiempos de permanencia preferidos para la mezcla de  $O_3/O_2$  en la cavidad S7 de acuerdo con ciertas realizaciones a modo de ejemplo, puede estar en un intervalo de aproximadamente 5-25 s, o más preferentemente en un intervalo de aproximadamente 10-20 s, e incluso más preferentemente en un intervalo de aproximadamente 10-15 s, y en cualquier caso, preferentemente de menos de 30-45 s La mezcla de  $O_3/O_2$  residual, junto con los hidrocarburos y/o

- 5 polímeros residuales reaccionados, se elimina después de la cavidad, por ejemplo, con la bomba de vacío de S9. Un ciclo de purgas de O<sub>3</sub>/O<sub>2</sub> (s10 y S5, S7, S9) se puede repetir según sea necesario para reducir los contaminantes a niveles adecuados o aceptables. Por ejemplo, y sin limitación, de acuerdo con ciertas realizaciones a modo de ejemplo, un número preferido de ciclos de purga de O<sub>3</sub>/O<sub>2</sub> puede estar en un intervalo de aproximadamente 1-15 ciclos, o más preferentemente en un intervalo de aproximadamente 2-10 ciclos, y aún más preferentemente en un intervalo de aproximadamente 2-6 ciclos.
- 10 De acuerdo con ciertas realizaciones a modo de ejemplo, que puede ser el caso de que se requiera energía adicional para facilitar o mejorar la eliminación del carbono alcanzado por el proceso de ozonización descrito anteriormente. Por lo tanto, se contempla que la energía adicional en forma de, por ejemplo, y sin limitación, temperaturas elevadas (que permanecen bajo niveles que podrían afectar adversamente a la composición de junta de borde), plasma de radiofrecuencia (RF), descarga de corona (campos eléctricos), lámpara de UV, o similares, S11 se pueda utilizar para aumentar las velocidades de reacción de los hidrocarburos y/o polímeros residuales y el ozono.
- 15 De acuerdo con ciertas realizaciones a modo de ejemplo adicionales, cantidades de traza de carbonos volátiles resultantes que pueden permanecer, incluso después de un proceso de ozonización tal como, por ejemplo, los descritos anteriormente, se pueden diluir adicionalmente mediante la purga de N<sub>2</sub> secuencial S13 y una introducción de vacío profunda final. El uso de un proceso de ozonización descrito a modo de ejemplo anterior, facilita la eliminación de compuestos de carbono residuales, mejora el tiempo de vida útil de una unidad de VIG, proporciona un valor de R más estable y ayuda a mantener los revestimientos que pueden estar presentes en la una o más superficies de los sustratos de vidrio en la cavidad de vacío.
- 20 De acuerdo con la presente invención, se proporciona un método de hacer una unidad de ventana de vidrio aislado al vacío, comprendiendo el método: proporcionar un primer y segundo sustratos de vidrio para la unidad de ventana aislado al vacío, con una junta y una cavidad situada entre los sustratos de vidrio; bombear una mezcla de gas de limpieza que comprende ozono en la cavidad; y eliminar los compuestos creados por la reacción con la mezcla de gas de limpieza, y el gas de limpieza residual de la cavidad.
- 25 El método de acuerdo con la invención además comprende mantener al menos parte de la mezcla de gas de limpieza que comprende ozono en la cavidad durante un período de tiempo. El período de tiempo puede ser de aproximadamente 10-15 segundos. Además, el método puede comprender proporcionar energía adicional durante la etapa de mantenimiento mediante al menos uno de: (i) generación de un plasma de radiofrecuencia (RF) próximo a la cavidad, (ii) generación de una descarga de corona próxima a la cavidad, y/o (iii) irradiación de los sustratos y la cavidad con al menos radiación UV. De acuerdo con la invención, dicho bombeo, mantenimiento y eliminación se realizan a temperatura sustancialmente ambiente.
- 30 El método de cualquiera de los dos párrafos anteriores puede comprender además la evacuación de la cavidad entre los sustratos a una presión inferior a la presión atmosférica. Dicho bombeo puede realizarse antes de, y/o durante, dicha evacuación. Después de la evacuación, el método puede incluir el sellado de un tubo de bombeo.
- 35 El método de cualquiera de los tres párrafos anteriores puede comprender la repetición de al menos las etapas de bombeo y eliminación al menos dos veces, más preferentemente de dos a seis veces.
- 40 El método de cualquiera de los cuatro párrafos anteriores puede comprender además la purga de dicha cavidad con gas que comprende nitrógeno. La purga se puede producir después de que al menos una parte sustancial de dicha mezcla de gas de limpieza que comprende ozono se ha eliminado de la cavidad.
- 45 El método de cualquiera de los cinco párrafos anteriores puede comprender además realizar una purga de vacío profunda de dicha cavidad.
- 50 En el método de cualquiera de los seis párrafos anteriores, dicha limpieza mezcla de gas comprende de aproximadamente el 1-15 % en peso de ozono, más preferentemente de aproximadamente el 5-10 % en peso de ozono.
- 55 En el método de cualquiera de los siete párrafos anteriores, dicha mezcla de gas de limpieza puede comprender además oxígeno.
- 60 En el método de cualquiera de los ocho párrafos anteriores, el ozono de la mezcla de gas de limpieza puede reaccionar con los hidrocarburos y/o polímeros residuales presentes en la cavidad; y dicha eliminación puede incluir la eliminación de compuestos creados por una reacción del ozono de la mezcla de gas de limpieza y los hidrocarburos y/o polímeros residuales.
- 65 El método de cualquiera de los nueve párrafos anteriores puede comprender además la formación de la junta de manera que la junta comprende vanadio.



En el método de cualquiera de los diez párrafos anteriores, dicha junta puede ser una junta de borde.

En el método de cualquiera de los once párrafos anteriores, la junta puede comprender vanadio, bario y zinc.

- 5 Si bien ciertas realizaciones a modo de ejemplo se han descrito y divulgado en la presente memoria, se entenderá que las realizaciones descritas en la presente memoria pretenden ser ilustrativos, no limitativos, y que los expertos en la materia entenderán que pueden hacerse diversas modificaciones sin apartarse del alcance de las reivindicaciones adjuntas a la misma.

10

**REIVINDICACIONES**

1. Un método de fabricación de una unidad de ventana aislada al vacío (1), comprendiendo el método:
- 5 proporcionar un primer y un segundo sustratos de vidrio (2, 3) para la unidad de ventana aislada al vacío (1), con una junta (15) y una cavidad (6) situadas entre los sustratos de vidrio (2, 3); bombear en la cavidad una mezcla de gas de limpieza que comprende ozono; mantener en la cavidad (6) durante un período de tiempo al menos parte de la mezcla de gas de limpieza que comprende ozono, y
- 10 eliminar de la cavidad (6) los compuestos creados por la reacción con la mezcla de gas de limpieza y el gas de limpieza residual, en donde al menos dichos bombeo, mantenimiento y eliminación se realizan a temperatura sustancialmente ambiente.
2. El método según la reivindicación 1, en el que el período de tiempo es de aproximadamente 10-15 segundos.
3. El método según cualquiera de las reivindicaciones 1 o 2, que además comprende proporcionar energía adicional durante la etapa de mantenimiento mediante al menos uno de:
- 20 (i) calentar los sustratos (2, 3) y la cavidad (6) entre los mismos,  
(ii) generar un plasma de radiofrecuencia (RF) próximo a la cavidad (6),  
(iii) generar una descarga de corona próxima a la cavidad (6), y/o  
(iv) irradiar los sustratos y la cavidad (6) con al menos radiación UV.
4. El método según cualquier reivindicación anterior, que además comprende evacuar la cavidad (6) entre los sustratos (2, 3) a una presión inferior a la presión atmosférica, en donde dicho bombeo se realiza preferentemente antes de o durante dicha evacuación.
5. El método según la reivindicación 4, que además comprende, después de dicha evacuación, sellar un tubo de bombeo (8).
- 30 6. El método según cualquier reivindicación anterior, que además comprende repetir las etapas de bombeo y eliminación al menos dos veces y, preferentemente, de dos a seis veces.
7. El método según cualquier reivindicación anterior, que además comprende purgar dicha cavidad (6) con gas que comprende nitrógeno, en donde dicha purga se produce preferentemente después de que al menos una parte sustancial de dicha mezcla de gas de limpieza que comprende ozono haya sido eliminada de la cavidad (6).
8. El método según cualquiera de las reivindicaciones 1-7, que además comprende realizar una profunda purga de vacío de dicha cavidad (6).
- 40 9. El método según cualquier reivindicación anterior, en el que dicha mezcla de gas de limpieza comprende desde aproximadamente un 1-15 % en peso de ozono y, preferentemente, desde aproximadamente un 5-10 % en peso de ozono.
- 45 10. El método según cualquier reivindicación anterior, en el que dicha mezcla de gas de limpieza además comprende oxígeno.
11. El método según cualquier reivindicación anterior, en el que la capa de ozono de la mezcla de gas de limpieza reacciona con hidrocarburos y/o polímeros residuales presentes en la cavidad (6); y dicha eliminación incluye la eliminación de los compuestos creados por una reacción del ozono de la mezcla de gas de limpieza y los hidrocarburos y/o polímeros residuales.
- 50 12. El método según cualquier reivindicación anterior, que además comprende la formación de la junta (15) de manera que la junta (15) comprende vanadio y, preferentemente, vanadio, bario y zinc.
- 55

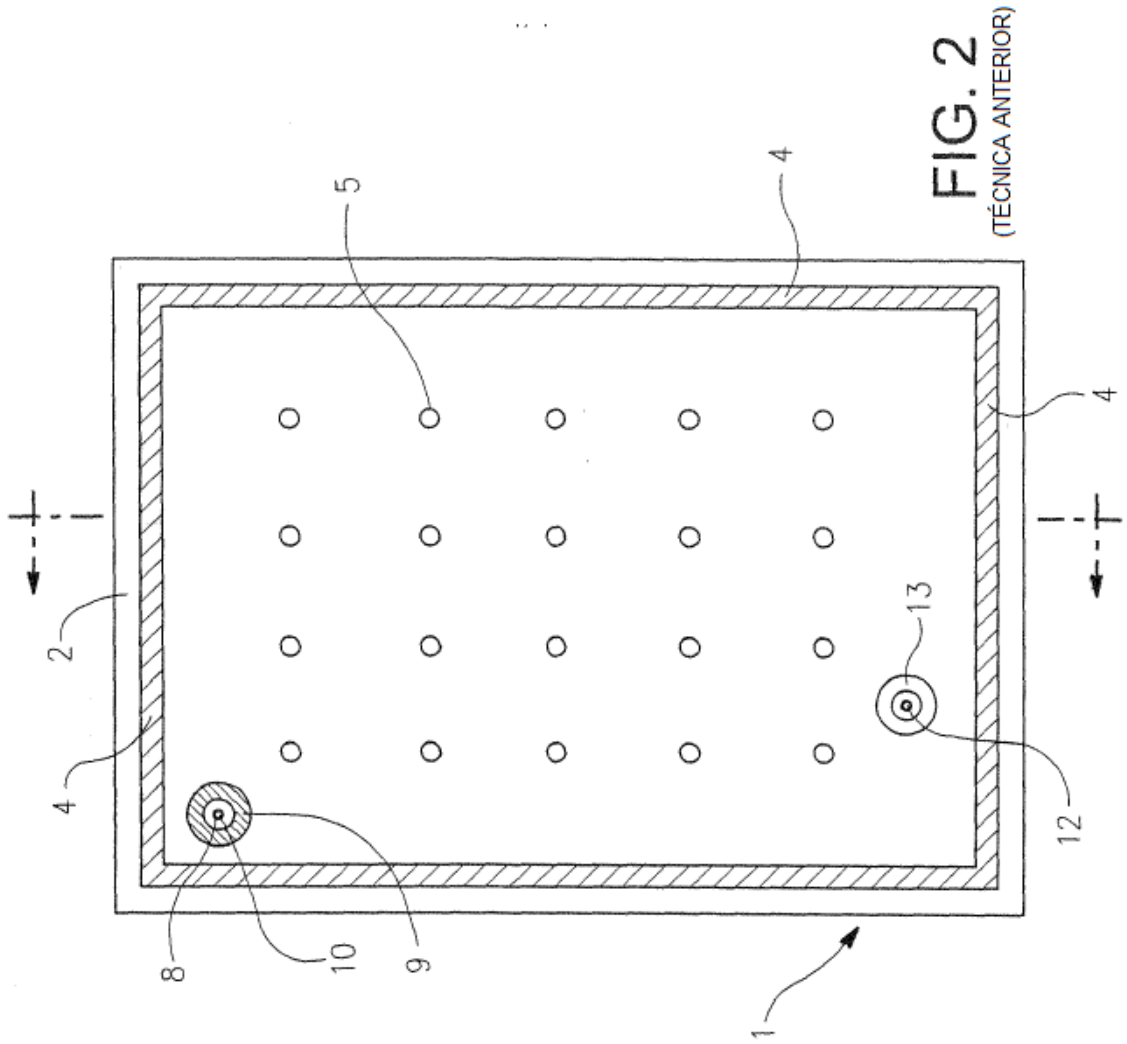


FIG. 1  
(TÉCNICA ANTERIOR)

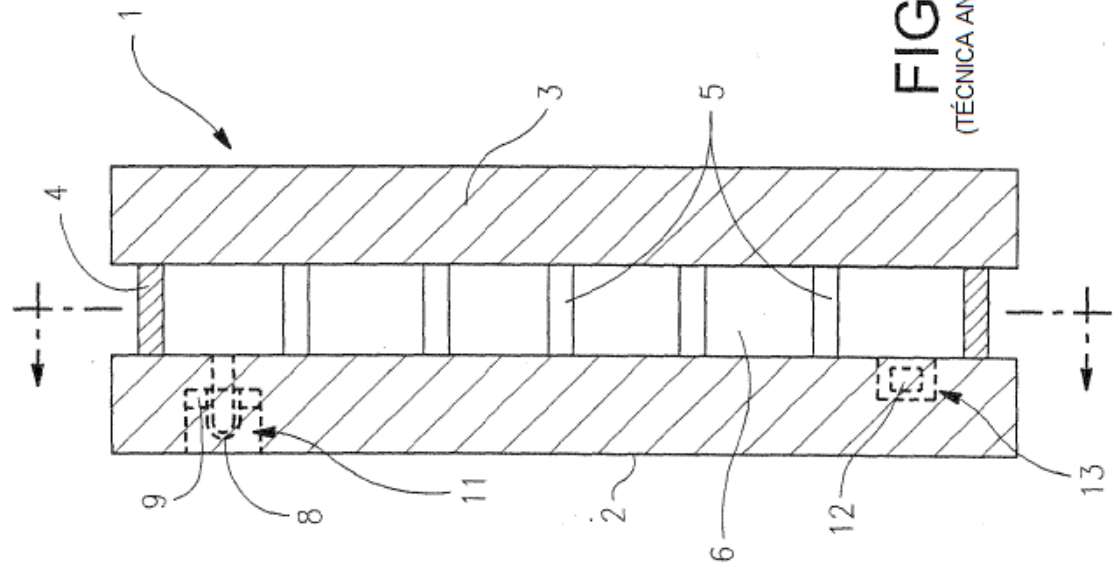


FIG. 2  
(TÉCNICA ANTERIOR)

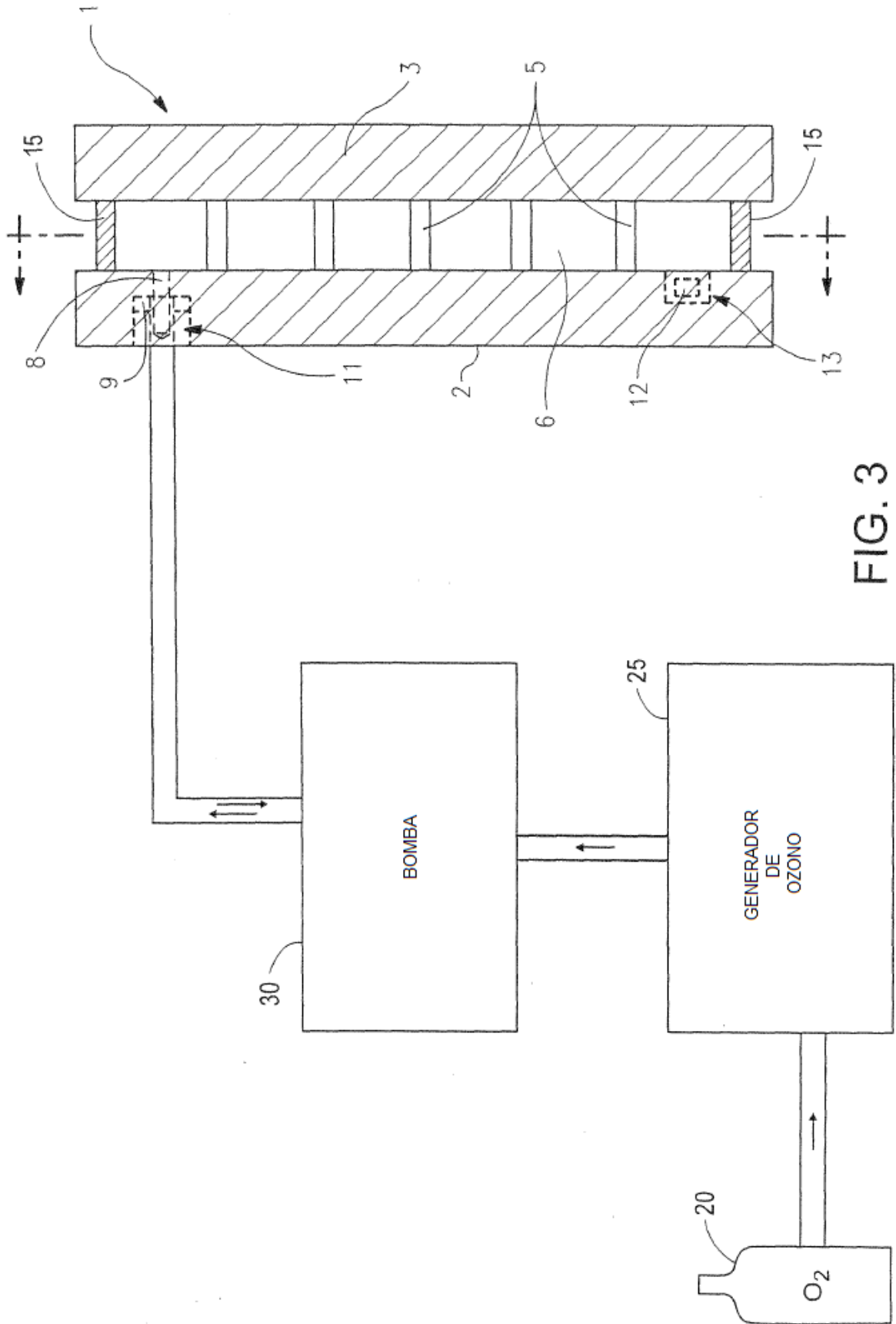


FIG. 3

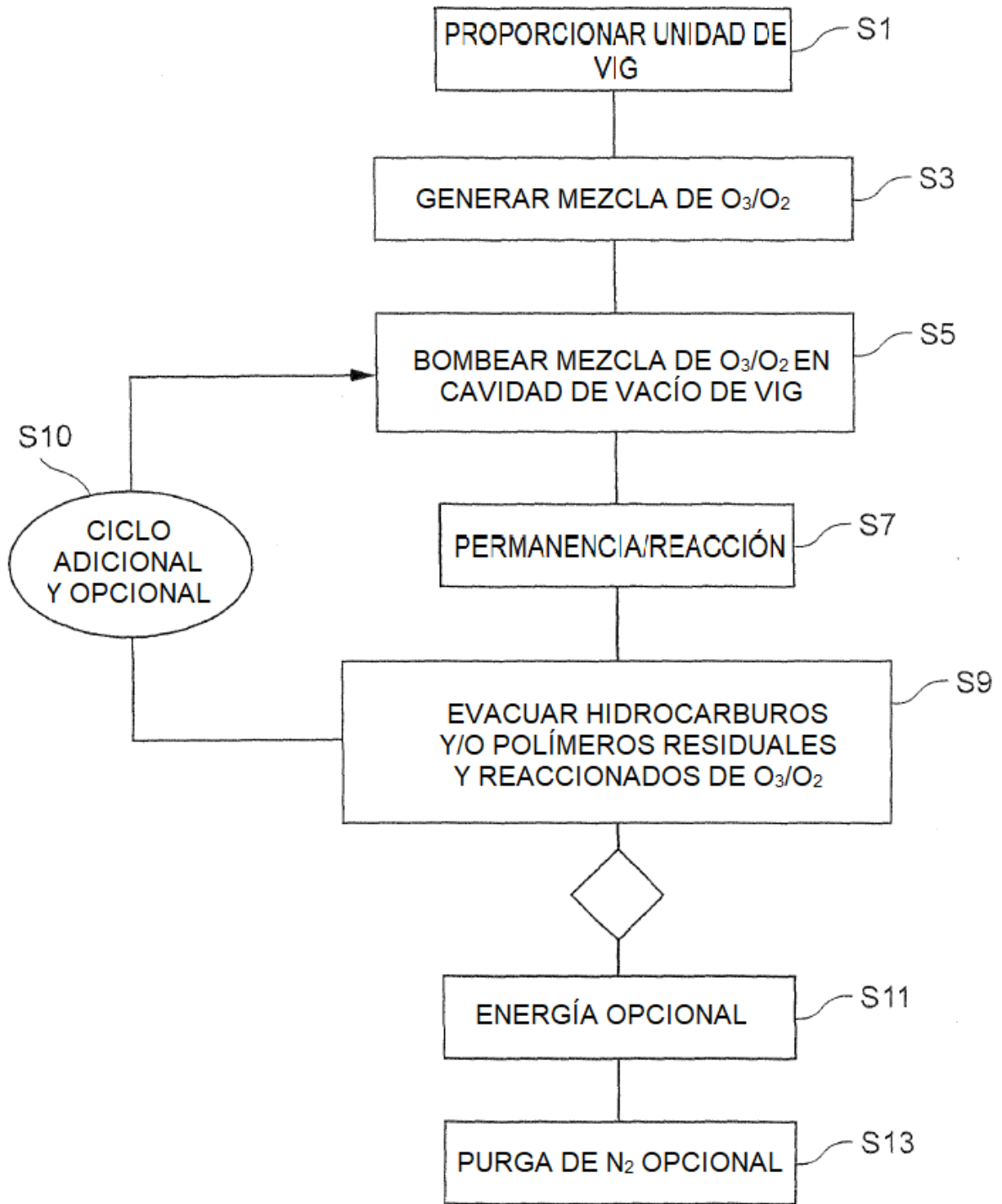


FIG. 4

