

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE  
—  
**INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE**  
—  
COURBEVOIE  
—

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

**3 028 777**

②1 N° d'enregistrement national : **14 61529**

⑤1 Int Cl<sup>8</sup> : **B 05 D 7/22 (2015.01)**

⑫

## BREVET D'INVENTION

**B1**

⑤4 PROCÉDE ET DISPOSITIF DE REVETEMENT DE LA SURFACE INTERNE D'UN RECIPIENT ET RECIPIENT OBTENU AVEC UN TEL PROCÉDE.

②2 Date de dépôt : 26.11.14.

③0 Priorité :

④3 Date de mise à la disposition du public de la demande : 27.05.16 Bulletin 16/21.

④5 Date de la mise à disposition du public du brevet d'invention : 15.01.21 Bulletin 21/02.

⑤6 Liste des documents cités dans le rapport de recherche :

*Se reporter à la fin du présent fascicule*

⑥0 Références à d'autres documents nationaux apparentés :

○ Demande(s) d'extension :

⑦1 Demandeur(s) : GLASS SURFACE TECHNOLOGY — FR.

⑦2 Inventeur(s) : WAGNER CHRISTOPHE et BAUVIN ANTOINE.

⑦3 Titulaire(s) : GLASS SURFACE TECHNOLOGY.

⑦4 Mandataire(s) : CABINET BENECH.

**FR 3 028 777 - B1**



**PROCEDE ET DISPOSITIF DE REVETEMENT DE LA SURFACE INTERNE D'UN RECIPIENT ET RECIPIENT OBTENU AVEC UN TEL PROCEDE.**

5 La présente invention concerne un procédé de revêtement par un matériau liquide durcissable d'au moins une portion de la surface interne d'un récipient allongé autour d'un axe, propre à contenir des produits biocompatibles avec l'homme et/ou  
10 l'animal.

Elle concerne également un dispositif mettant en œuvre un tel procédé et un récipient obtenu avec celui-ci.

Par procédé de revêtement, on entend le  
15 recouvrement ou l'apposition superficielle d'une couche de matériau sur la surface d'un objet formé d'un autre matériau, de façon solidaire et durable (c'est à dire supérieure à plusieurs années). Un tel revêtement modifie alors les propriétés de surface,  
20 physiques et/ou chimiques de cet autre matériau.

L'invention trouve une application particulièrement importante bien que non exclusive dans le domaine de la fabrication de flacons destinés à recevoir et conserver des produits  
25 agroalimentaires, pharmaceutiques ou cosmétiques.

Elle permet notamment de minimiser les interactions contenant-contenu, et/ou environnement-contenu, et ce plus particulièrement pour le stockage en flacons de verre, nécessitant la conservation de  
30 produits de façon neutre pendant un temps assez long (par exemple plusieurs mois).

Classiquement on entend par verre neutre un verre qui effectue dans le temps, un relargage d'ions, par

exemple d'ions sodium ou autres ions alcalins et/ou alcalino-terreux en très faible quantité dans le liquide ou produit qui est à l'intérieur du récipient.

5 Par très faible quantité on entend un rapport entre masse du liquide contenu et masse totale des éléments extractibles inférieure à 6 ppm.

Le verre sodo-calcique n'est par exemple pas neutre au sens de la pharmacopée.

10 On sait ainsi que lorsqu'un flacon en verre est fabriqué il est nécessairement porté à des températures importantes.

Celles-ci engendrent notamment une migration des alcali (dans le cas d'un verre au silicate) qui remontent à la surface du verre et/ou à sa proximité immédiate, et ce de façon suffisante pour être exposés ultérieurement au contenu du récipient.

Or, les quantités d'alcali, bien qu'en général très petites, sont gênantes dans le cas de flacons destinés à contenir des vaccins ou des principes actifs, qui doivent rester purs.

25 En effet l'alcalinité peut causer des effets dangereux sur un produit pharmaceutique, du fait de réactions inacceptables qui pourraient se produire entre la paroi du verre et le produit.

On connaît déjà des moyens d'éviter ce genre d'inconvénients par l'utilisation de dioxyde de soufre et/ou de difluoroéthane ou par traitement à chaud sur la ligne de production des flacons en verre soit au soufre, soit au fluor.

30 Le sulfate de sodium généré par de tels traitements (voile blanc en surface interne des

flacons) est ensuite lavé à l'eau avant remplissage des récipients.

Ces procédés sont complexes, onéreux et difficiles à mettre en œuvre notamment du fait de la manipulation de produits toxiques et/ou polluants.

Il est également connu (EP 2 414 300) de recouvrir la paroi interne du flacon par une pellicule fine protectrice, obtenue par aspersion du liquide de recouvrement avec une buse introduite verticalement dans le récipient maintenu vertical et en rotation de l'un par rapport à l'autre.

Tous ces procédés présentent des inconvénients.

En particulier ils ne permettent pas une grande précision, notamment sur la forme des contours de la zone de la surface à revêtir ou sur l'épaisseur de la couche de revêtement.

Ainsi, dans le cas d'un axe de rotation vertical, des bavures dirigées vers le bas apparaissent. On observe de plus un gradient d'épaisseur dans la couche de revêtement croissant vers le bas dans le sens vertical ce qui rend la protection inégale.

Ces bavures et surépaisseurs sont notamment plus importantes à la jonction entre parois verticale et horizontale et sont par exemple dues à la formation de gouttes sous l'effet de la gravitation lors du séchage.

Cela entraîne un aspect esthétique dégradé des produits finaux, ce qui est gênant voir rédhibitoire dans le domaine de la cosmétique de luxe.

Les solutions connues génèrent également des coûts car, pour garantir le bon recouvrement, on augmente nécessairement les quantités de matériau et les temps corrélatifs de séchage.

De plus, pour des récipients de petite dimension, les surfaces sont difficiles à atteindre avec une grande précision.

La présente invention vise à fournir un procédé, un dispositif et un flacon obtenu par un tel procédé, 5 répondant mieux que ceux antérieurement connus aux exigences de la pratique, notamment en ce qu'elle n'utilise pas de produits nocifs pour passiver ou protéger la paroi interne du flacon, en ce qu'elle ne 10 nécessite pas de traitement agressif ni de rinçage obligatoire avant et/ou après utilisation et en ce qu'elle autorise le traitement de tous types de récipients, en engendrant moins de casse ou d'endommagement que dans l'art antérieur et en ce que 15 la géométrie de la couche de revêtement est obtenue avec une grande précision et une excellente régularité aussi bien en épaisseur qu'en définition et/ou résolution du motif résultant.

Par plus grande précision on entend des valeurs 20 déterminées à  $\pm 100$  nm en épaisseur pour une couche et/ou en longueur pour un motif par exemple en couche fine.

Pour ce faire l'invention se propose de réduire et/ou de mieux maîtriser la vitesse de ruissellement et/ou d'écoulement du liquide de revêtement sur la 25 paroi interne qu'avec les procédés de l'art antérieur.

Elle propose ainsi notamment, une acquisition et un traitement des paramètres du revêtement (épaisseur 30 et largeur) de manière mieux régulée.

Un des objets de la présente invention est donc de mettre en œuvre ces paramètres avec les avantages ci-

dessus mentionnés et en palliant les inconvénients de l'art antérieur.

Dans ce but, elle propose notamment un procédé de revêtement d'au moins une portion de la surface interne d'un récipient allongé autour d'un axe Oz, propre à contenir des produits biocompatibles avec l'homme et/ou l'animal, par un matériau liquide durcissable de revêtement dans lequel on positionne le récipient sur un support avec lequel il est rendu solidaire, on introduit dans le récipient un outil d'application du revêtement et on applique le liquide de revêtement par l'outil sur au moins une portion de la surface interne du récipient, caractérisé en ce que,

- on incline le récipient d'un premier angle  $\alpha$  déterminé par rapport à la verticale,

- on met en rotation relative le récipient par rapport à l'outil autour de l'axe Oz à une première vitesse  $V$  déterminée, en le chauffant à une température déterminée,

- et on applique le matériau liquide de revêtement régulièrement sur la surface interne du récipient de façon à obtenir un dépôt d'une épaisseur régulière, sensiblement identique, en fonction des paramètres de viscosité  $\eta$  du liquide à la température déterminée, de rugosité  $R$  de la partie de la surface du récipient, de l'angle  $\alpha$  d'inclinaison, de la vitesse  $V$  de rotation, et du débit  $D$  d'alimentation en matériau liquide.

La rotation relative peut provenir soit de la rotation du récipient, l'outil restant fixe soit de la rotation de l'outil, le récipient restant fixe ou un mixte des deux.

Par matériau liquide durcissable on entend ici un matériau liquide contenant un solvant dont il reste après évaporation une fraction résiduelle solide et résistante, de comportement mécanique proche de celui  
5 du plastique ou du verre.

Le procédé selon le mode de réalisation de l'invention plus particulièrement décrit ici permet ainsi d'obtenir une couche de forme régulière et d'épaisseur homogène, de sorte que la résistance  
10 hydrolytique résultante du récipient soit suffisante pour satisfaire les normes à la date du dépôt de la présente demande et correspondant aux applications notamment pharmaceutiques envisagées.

Classiquement la résistance hydrolytique est  
15 mesurée avant traitement, et après traitement, en déterminant la quantité d'oxyde de sodium et d'autres oxydes alcalins ou alcalino-terreux relargués lors d'un traitement en autoclave à 121°C pendant 60 minutes, les mesures étant par exemple ensuite  
20 effectuées de façon connue en elle-même par spectrométrie de flamme.

Avec l'invention, on constate ainsi que des relargages ultérieurs notamment tels que testés de façon standardisée en autoclave comme décrit ci-  
25 dessus, ne permettent plus de mesurer des taux de relargages significatifs.

Dans des modes de réalisation avantageux, on a par ailleurs et/ou de plus recours à l'une et/ou à l'autre des dispositions suivantes :

- 30 - l'angle  $\alpha$  d'inclinaison du récipient est compris entre 25° et 75° ;  
- l'angle  $\alpha$  d'inclinaison du récipient est de 45°;

- on chauffe la portion de la surface interne à revêtir par un moyen de chauffe focalisé sur ladite portion ;

5 - on chauffe la portion de la surface interne par un dispositif émetteur d'un faisceau focalisé réfléchi sur un miroir orientable inséré dans le récipient ;

- l'outil est adapté pour être inclinable par rapport à l'axe de rotation du récipient d'un second  
10 angle  $\alpha$  compris entre  $0^\circ$  et  $30^\circ$ ;

- l'outil est une buse d'aspersion du liquide de revêtement ;

- la buse est flexible ou comprend une portion d'extrémité recourbée ;

15 - l'outil est un moyen d'application du liquide par tamponnage ;

- le moyen d'application par tamponnage est un ballon agencé pour s'expandre entre un premier état d'introduction dans le récipient et un second état  
20 d'application du liquide de revêtement ;

- le moyen d'application par tamponnage comprend un réservoir d'alimentation en liquide de revêtement agencé pour diffuser le liquide sur la surface externe dudit moyen d'application ;

25 - le procédé comprend une étape préliminaire de remplissage du récipient par du liquide de revêtement et une étape d'expulsion du liquide par l'outil comprenant un injecteur de gaz sous pression dans le récipient.

30 L'invention propose également un dispositif mettant en œuvre le procédé tel que décrit ci-dessus.

L'invention propose aussi un dispositif de revêtement d'au moins une portion de la surface

interne d'un récipient allongé autour d'un axe Oz, propre à contenir des produits biocompatibles avec l'homme et/ou l'animal, par un matériau liquide durcissable de revêtement comprenant un support d'accueil du récipient solidaire du récipient, et un outil d'application dudit liquide de revêtement sur au moins une portion de la surface interne du récipient et des moyens d'alimentation du matériau liquide à un débit D déterminé, caractérisé en ce que le support étant agencé pour incliner le récipient d'un premier angle  $\alpha$  déterminé, le dispositif comprend des moyens de mise en rotation du récipient et/ou de l'outil autour de l'axe Oz à une vitesse V déterminée, des moyens de chauffe à une température déterminée du récipient, des moyens d'insertion de l'outil dans le récipient, et en ce qu'il comprend des moyens de calcul agencés pour commander la vitesse V des moyens de mise en rotation, le débit D d'alimentation du liquide, la température déterminée et l'angle  $\alpha$  d'inclinaison du support, en fonction des paramètres de viscosité  $\eta$  du liquide à ladite température déterminée et de la rugosité  $R$  de la partie de la surface du récipient, de façon à déposer régulièrement une couche d'une épaisseur identique ou sensiblement identique de matériau liquide de revêtement sur la surface interne du récipient.

Avantageusement l'outil est une buse flexible et/ou recourbée.

Egalement avantageusement l'outil est un ballon extensible.

L'invention propose également un récipient obtenu par le procédé décrit ci-dessus.

Elle concerne aussi un récipient allongé autour d'un axe Oz comprenant une couche de revêtement sur au moins une partie de sa surface interne, ladite couche étant en un matériau durcissable, caractérisé en ce que la différence d'épaisseur de la couche de revêtement en deux points quelconque de ladite couche de revêtement est inférieure à 200 nm.

On notera qu'avec le procédé selon l'invention les récipients obtenus présentent des propriétés améliorées de leur surface interne, en particulier de leurs propriétés thermiquement isolantes, ainsi qu'une meilleure esthétique et de plus grandes capacités de protection de leur contenu par rapport aux rayonnements Ultraviolet, du fait d'une meilleure capacité de filtrage de leur paroi.

Il est ainsi possible de réaliser via la couche de revêtement, une fonction barrière thermique et/ou aux rayonnements UV en plus de sa résistance au relargage.

L'invention sera mieux comprise à la lecture de la description qui suit de modes de réalisation donnés ci-après à titre d'exemples non limitatifs.

Elle est effectuée en référence aux figures qui l'accompagnent dans lesquelles :

La figure 1 montre schématiquement un dispositif de revêtement selon un premier mode de réalisation de l'invention.

La figure 2 donne un organigramme des étapes du procédé selon le mode de réalisation de l'invention plus particulièrement décrit ici.

La figure 3 est une vue latérale en coupe montrant l'introduction d'une buse d'aspersion en spray dans

un récipient, selon un mode de réalisation de l'invention.

Les figures 4A et 4B montrent deux modes de réalisation de buses d'aspersion utilisables avec l'invention.

Les figures 5A et 5B illustrent schématiquement en vue de dessus, un récipient et une buse d'aspersion insérée dans ledit récipient, à deux instants de la rotation du récipient selon un mode de réalisation de l'invention.

Les figures 6A et 6B sont quant-à-elles des vues schématiques en coupe latérale d'un récipient équipé de moyens de tamponnage selon un autre mode de réalisation de l'invention, respectivement dans un état contracté d'introduction et dans un état expansé.

Les figures 7A à 7D sont des vues latérales en coupe montrant les différentes étapes d'application d'une couche de liquide de revêtement par tampon gonflable selon un autre mode de réalisation de l'invention.

Les figures 8A et 8B sont des vues latérales en coupe d'un récipient respectivement à l'état rempli de liquide de revêtement, puis recouvert d'une couche de liquide de revêtement, après expulsion du liquide par injection de gaz, selon un autre mode de réalisation de l'invention.

Les figures 9A à 9C montrent en coupe latérale des récipients équipés de moyens de cuisson de la couche de revêtement, selon trois modes de réalisation de l'invention.

La figure 10 montre schématiquement une portion de paroi de récipient recouvert par une couche de

protection selon l'invention, permettant d'illustrer la précision obtenue sur l'épaisseur de la couche de liquide de revêtement selon l'invention.

La figure 11 montre un ensemble de courbes correspondant chacune à un mode de réalisation de loi de commande selon l'invention.

La figure 1 montre un dispositif 1 de revêtement d'au moins une portion de la surface 2 interne d'un récipient 3, selon le mode de réalisation de l'invention plus particulièrement décrit ici.

Le récipient 3 est par exemple un flacon cylindrique en verre allongé autour d'un axe Oz. Il comporte à l'une de ses extrémités 4 (extrémité haute dans le cas de la figure 1), une ouverture 5 en goulot. L'ouverture 5 du goulot comprend un col 6 de diamètre plus petit que celui du récipient au flacon.

Le récipient 3 est propre à contenir des produits biocompatibles avec l'homme et/ou l'animal c'est à dire compatibles avec une ingestion et/ou une application sur le corps humain ou animal.

Le dispositif 1 comprend un support 8 du récipient 3 (en trait mixte sur la figure), comprenant par exemple une mâchoire 9 de rétention en forme de coupelle ou de U dont les branches 9', 9'' enserrant le culot du récipient 3 fixés par des vis 10 latérales.

Des moyens 11 de mise en rotation du récipient 3 autour de son axe Oz à une vitesse V déterminée sont prévus. La vitesse V peut être constante ou variable et régulée. Plus précisément les moyens 11 comprennent par exemple une barre 12 rotative d'entraînement du support 8 s'étendant suivant l'axe

Oz et un moteur 13 d'entraînement de façon connue en elle-même.

L'ensemble barre 12, support 8 et récipient 3 est monté sur un bâti B (également symbolisé en trait mixte sur la figure 1) et est inclinable par rapport à l'horizontale d'un premier angle  $\alpha$  par exemple via une rotule à cliquet mobile en rotation autour d'un axe perpendiculaire à l'axe Oz.

L'inclinaison  $\alpha$  est réglable entre  $20^\circ$  et  $80^\circ$ , par exemple fixée ici à  $45^\circ$ .

Elle est commandable manuellement ou asservie à un système de mise en rotation à un angle calculé et ce par des moyens connus en eux-mêmes.

Du côté du goulot du récipient 3 sont montés sur bâti B des moyens 14 d'insertion d'un outil 15 à l'intérieur du récipient 3.

Les moyens 14 comprennent une tige ou tube 16 longitudinal relié à son extrémité à des moyens D de déplacement longitudinal tel qu'un vérin.

L'action du vérin, solidaire de l'outil 15 translate celui-ci d'une position initiale extérieure au récipient 3 à une position de fonctionnement interne au récipient 3 selon l'axe Oz.

Il permet ainsi une descente progressive continue ou par palier de l'outil 15 d'application du liquide de revêtement sur la surface 2 interne du récipient 3.

Dans le mode de réalisation de la figure 1 l'outil 15 est donc formé du tube 16 muni d'une buse d'aspersion 17 à son extrémité distale 18.

La buse engendre une vaporisation selon un angle solide de dispersion déterminé dépendant de la

pression et de la vitesse d'éjection commandée de façon connue en elle-même.

Le tube 16 est relié, à son extrémité opposée à un système 19 de distribution de liquide de revêtement à asperger comprenant des moyens 20 d'alimentation par pompe doseuse en matériau liquide à un débit D déterminé.

Le système 19 comprend de plus un réservoir 21 de liquide et des moyens 22 de circulation du liquide (pompe doseuse) agencés pour réguler le débit D du liquide via un calculateur 23 qui comme on va le voir ci-après, commande également les autres actionneurs mis en œuvre dans le dispositif.

Le liquide de revêtement est un matériau liquide durcissable de revêtement par exemple celui obtenu par un procédé connu sous la dénomination SOL-GEL.

Le procédé SOL-GEL comprend une étape de synthèse effectuée à partir d'alcoolates de formule  $M(OR)_n$ , où M est un métal ou le silicium, et R un groupement organique alkyle  $C_nH_{2n+1}$  dissoud dans un solvant usuel.

Le dispositif 1 comprend également des moyens 24 de chauffe du récipient connus en eux-mêmes permettant l'élévation de la température d'une partie de la surface 2 interne du récipient 3 jusqu'à un seuil de température déterminé. Plus précisément l'échauffement de la surface 2 interne s'effectue par radiation directe à partir de résistance chauffante 25 disposées à l'extérieur du récipient ou par diffusion autour de la paroi du récipient disposée en contact par exemple avec une moufle de chauffage (non représentée).

Dans un mode de réalisation le récipient 3 et la résistance 25 sont sensiblement confinés dans une même enceinte 27 de sorte à former un four pour un échauffement homogène du récipient.

5 Le dispositif 1 comprend également un ordinateur 28 de commande numérique comprenant le calculateur 23.

Ceux-ci sont connectés via un bus de données 29 et de façon connue en elle-même, aux actionneurs du  
10 dispositif 1, à savoir à ceux de la mâchoire 9 de rétention du récipient 3, c'est à dire du moteur 13 d'actionnement en rotation et de positionnement de l'inclinaison du récipient 3, à ceux des moyens 14 d'insertion de l'outil 15 dans le récipient 3  
15 (vérin), ainsi qu'à ceux des moyens 19, 20, de circulation/alimentation en liquide (pompe, vanne, buse) et des moyens 24 de chauffe (résistances électriques 25).

Le calculateur 23 est agencé pour calculer à  
20 partir des différentes consignes imposées, une loi de commande de chacun des actionneurs et les commander en conséquence.

La loi de commande sera détaillée par la suite, notamment en référence à la figure 11.

25 Le calculateur 23 est ainsi agencé pour commander la vitesse  $V$  du moteur 13, le débit  $D$  d'alimentation du liquide, et la température de chauffe déterminée en fonction de l'angle  $\alpha$  d'inclinaison du support, des paramètres de viscosité  $\eta$  du liquide à ladite  
30 température déterminée et de la rugosité  $R$  de la partie de la surface 2 du récipient 3, de sorte à déposer régulièrement une couche d'une épaisseur identique ou sensiblement identique de matériau

liquide de revêtement sur la surface 2 interne du récipient 3.

Pour ce faire, le calculateur 23 comprend une mémoire non volatile réinscriptible (non représentée) et est agencé pour traiter numériquement les données introduites par l'opérateur au moment du traitement et/ou pour tenir compte de données préinscrites (dans ladite mémoire).

Par exemple la mémoire comprend des données préinscrites organisées en table à savoir :

- une table de modélisation numérique de la géométrie des récipients à traiter,
- une table des données de modélisation géométrique d'un motif de revêtement de la face interne du récipient 3 (épaisseur de la couche, épaisseur du trait, motif,...),
- une table associant une valeur de viscosités  $\eta$  à une solution de matériaux de revêtement déterminée à différentes températures éventuellement selon le fournisseur,
- une table de vitesse d'écoulement le long de la paroi interne du récipient 3 du liquide de revêtement pour une rugosité de la paroi déterminée, à différentes viscosités  $\eta$ , à différentes vitesses de rotation et pour différents angles d'inclinaison.
- une table de temps de traitement en fonction de la température, du liquide de revêtement, et de l'épaisseur de la couche de revêtement souhaitée.

Alternativement, certaines ou toutes les données préinscrites peuvent être mesurées plutôt que mémorisées, par exemple par l'utilisation de moyens capteur (température, pression etc ...), de moyens de capture d'images, tels qu'une caméra CCD associée

au traitement informatique adapté de façon connue en soi de l'homme du métier.

Dans la suite de la description les mêmes numéros de références seront utilisés pour décrire des  
5 éléments identiques ou similaires.

La figure 2 montre les étapes du procédé de revêtement selon un autre mode de réalisation de l'invention.

Le procédé comprend une étape préliminaire et  
10 facultative (non représenté) de passivation de la face interne du récipient 3.

Dans un mode de réalisation la passivation s'opère par remplissage en liquide aqueux d'extraction, par exemple en eau de qualité R1 puis vidage après un  
15 temps déterminé.

Dans un autre mode de réalisation le récipient 3 est placé en étuve pendant un temps d'au moins trois heures à une température déterminée de plus de 120°. Cette opération est par exemple réitérée deux fois.

Cette étape, réduit la quantité d'ions relargués  
20 dans le contenu du récipient, notamment lorsque la couche de revêtement ne recouvre pas l'intégralité ou la plus grande part de la surface 2 interne. Elle prépare également la face 2 interne pour l'adhésion  
25 de la couche de revêtement.

Après cette étape facultative, le procédé comprend une première étape 31 d'approvisionnement et de fixation d'au moins un récipient 3 sur le support 8.

Lors de cette étape des paramètres sont également  
30 introduits par l'opérateur dans le calculateur 23.

Ces paramètres sont notamment, la typologie géométrique du récipient 3, la rugosité de sa paroi interne, la viscosité  $\eta$  du matériau liquide de

recouvrement, le motif de la surface 2 à revêtir et l'épaisseur de la couche de revêtement souhaitée.

On passe ensuite à l'étape 32, où le récipient 3 est incliné d'un angle  $\alpha$ , en commandant  
5 automatiquement cette inclinaison par introduction dans l'ordinateur de la valeur  $\alpha$  recherchée et/ou calculée.

Dans l'étape suivante 33 le vérin 17 est commandé pour déplacer l'outil 15 d'une position initiale  
10 générale (position complètement relevée en dehors du récipient 3) à une position initiale de revêtement, c'est-à-dire une position introduite dans le récipient 3. Le début du parcours de la buse 15 pour le revêtement est alors initié.

15 Dans l'étape 34, le support 8 et/ou le récipient 3 sont mis en rotation autour de l'axe Oz à une vitesse V. La vitesse V de rotation est variable et comprise par exemple entre 1,5 rad/s et 20 rad/s par exemple comprise entre 8 rad/s et 12 rad/s.

20 Alternativement l'introduction de l'outil 15 peut être réalisée avant l'inclinaison ou après l'étape suivante de mise en rotation du récipient.

Au cours de l'étape 35 on approche les résistances en regard de la surface externe du récipient 3 et on  
25 la chauffe à une température T contrôlable et comprise entre 125°C et 250°C, par exemple comprise entre 160°C et 200°C.

Alternativement, le support 8 et le récipient 3 ont été placés dans l'enceinte 27 ou four.

30 Le calculateur 23 détermine alors en fonction des paramètres introduits le débit D de gel initial ainsi que la position relative de l'outil 15 par rapport au

récipient avec contrôle par la caméra 30, par exemple.

Le matériau liquide de revêtement est alors (étape 36) régulièrement apposé sur la surface 2 interne du récipient 3 de façon à obtenir un dépôt d'une épaisseur régulière, sensiblement identique à l'endroit choisi.

On notera que le débit D du produit est compris entre 1 ml/mn et 20 ml/mn, par exemple compris entre 1 ml/mn et 3 ml/mn.

Un test (test 37) est alors effectué sur l'achèvement ou non du revêtement, et/ou du dessin et/ou du motif recherché sur la surface interne.

Pendant le recouvrement les paramètres sont régulés (étape 38) en fonction de la loi de commande et recalculés en continu.

L'étape d'apposition de la couche de revêtement peut être réitérée un nombre  $n$  déterminé de fois, par exemple trois fois notamment pour revêtir des motifs disjoints et/ou pour changer de matériau de recouvrement.

L'ensemble des étapes 31 à 37 peut également être réitéré un nombre  $n$  de fois (test 39), notamment pour l'apposition d'une couche d'un second matériau.

Le nombre  $n$  est par exemple supérieur ou égal à deux, par exemple supérieur ou égal à trois.

La figure 3 montre l'introduction d'un outil 40 selon un autre mode de réalisation de l'invention.

L'outil, sensiblement longitudinal, est ici introduit verticalement dans le récipient 3 par l'ouverture 5 du goulot, l'axe 41 du tube 16 de l'outil 15 formant alors un angle  $\alpha$  de  $30^\circ$  avec l'axe Oz d'inclinaison du récipient 3.

L'angle  $\alpha$  est un angle inférieur à  $45^\circ$ , l'inclinaison permettant par exemple de rendre la jonction entre les parois verticale 42 et horizontale 43 du récipient 3 et/ou les coins 44 de celui-ci, plus accessibles à l'outil 15.

Dans l'illustration de la figure 3, l'outil 15 comprend une buse d'aspersion 17 du liquide de revêtement, le coin 44 étant au droit de l'outil 15 et dès lors propre à être aspergé par un jet 45 vertical. Le revêtement du coin 44 du récipient 3 peut donc être mieux maîtrisé.

Les figures 4A et 4B représentent respectivement une buse 46 à l'extrémité recourbée 47 du tube 16, à aspersion inclinée par rapport à l'axe 41 du tube, et une buse 48 à aspersion radiale perpendiculairement à l'axe du tube.

L'extrémité 47 du tube 16 peut être flexible ou rigide, le recourbement rendant par ailleurs plus atteignables au jet d'aspersion les zones peu accessibles.

Dans un autre mode de réalisation selon l'invention représenté en vue de dessus sur les figures 5A et 5B, le support 8 d'accueil du récipient 3 et le récipient 3 et/ou l'outil 15 peuvent être mis en mouvement relatif dans le plan horizontal.

Ce mouvement peut être réalisé par mouvement du bâti B de support 8 et/ou par mouvement du vérin d'insertion de l'outil 15.

Le mouvement dans le plan horizontal est commandable et contrôlable par le calculateur 23.

Plus précisément sur la figure 5A, le tube 16 d'aspersion du type décrit en référence à la figure 4B est descendu dans le récipient suivant l'axe Oz,

puis subi une rotation relative (flèche 50) avec le flacon (i.e. le flacon ou le tube tourne).

Le débit D de la buse est ici contrôlé de sorte que la variation du débit D compense, pour un angle solide 51 d'aspersion de la buse déterminé, la distance variable de la paroi à la buse.

En d'autres termes la quantité de liquide aspergée par unité de surface est adaptée pour simuler une distance sensiblement constante.

Pour ce faire, et par exemple, les moyens 30 d'imagerie (cf. figure 1) acquièrent en permanence la distance buse/paroi et la transmettent au calculateur pour régulation du débit D.

Sur la figure 5B, la compensation de la distance entre tube 16 et buse correspondante et paroi 42 est réalisée par le mouvement relatif (flèche 52) dans le plan horizontal de la buse par rapport au récipient. Plus précisément le tube 16 n'est plus coaxiale mais décalée et en mouvement parallèlement à l'axe Oz. Dans ce mode de réalisation la distance entre buse et paroi est alors le paramètre qui s'adapte et le débit D peut alors rester sensiblement constant.

Par sensiblement on entend ici une variation inférieure à 10% du débit nominal d'aspersion.

Les modes de réalisation selon l'invention décrits en correspondance des figures 5A et 5B sont combinables.

Les figures 6A et 6B montrent deux étapes successives d'utilisation d'un outil 15' selon un autre mode de réalisation de l'invention utilisant des moyens d'application en forme de tampon 53.

Le tampon peut par exemple être formé par une pièce parallélépipédique expansible (flèche 54) entre

un volume rétracté (figure 6A) permettant son introduction dans le récipient et un volume expansé (figure 6B) d'application. Il est recouvert d'une couche 55 de liquide et de transfert de celui-ci par  
5 mise en pression sur la paroi 42 en vis à vis.

L'application peut se faire par rotation autour d'un axe parallèle décentré par rapport à l'axe Oz du récipient 3, ou encore avec un angle par rapport à l'axe OZ.

10 De cette manière la couche 55 de la pièce 53 entre en contact sur la paroi 2 interne du récipient 3 et y dépose le matériau de revêtement.

Dans un mode de réalisation le tampon est cylindrique et lui-même également mobile en rotation,  
15 ce qui lui permet de mieux froter sur la surface interne du récipient lors de la rotation relative de l'outil et du récipient pour déposer le liquide sur la surface interne de celui-ci.

La couche 55 des moyens 53 d'absorption de liquide  
20 fonctionne soit par imprégnation préalable au transfert soit via le réservoir 21 d'alimentation en continu, en liquide de revêtement, agencé pour diffuser le liquide sur la surface 45 externe de la couche 55 de façon connue en elle-même.

25 Les figures 7A à 7D montrent les étapes de mise en œuvre d'un autre mode de réalisation du système d'imprégnation.

Dans ces modes de réalisation le moyen d'application par tamponnage 56 est un ballon oblong  
30 57, extensible, agencé pour s'expandre entre un premier état d'introduction dans le récipient 3 (figure 7A) et un second état d'application du liquide de revêtement (figure 7D).

Dans le mode de réalisation de la figure 7B, le ballon 58 est introduit dégonflé après qu'une quantité 59 de matériau de revêtement ait été introduite dans le fond du récipient 3.

5 Le ballon 58 est ensuite gonflé à l'intérieur et la pression du ballon sur la paroi 2 interne du récipient 3, qui épouse alors la forme intérieure du récipient, fait remonter par pression et capillarité le matériau 59 le long de la face interne des parois  
10 2.

Dans un autre mode de réalisation représenté sur la figure 7C, le ballon 59 comprend une membrane poreuse pour les liquides et/ou comporte des canaux capillaires 60 superficiels d'amenée du liquide sur sa surface externe agencé pour y diffuser le liquide.  
15

Le ballon 59 est donc partiellement recouvert de matériau préalablement au moment de le gonfler pour appliquer le liquide sur la paroi 2 interne.

Sur les figures 8A et 8B on a montré un autre mode  
20 de réalisation d'imprégnation.

Le récipient 61 est avantageusement cylindrique, de forme allongée (tubulaire ou de petit diamètre d par rapport à sa hauteur h, i.e. avantageusement  $d < h/10$  et par exemple de diamètre maximal inférieur à  
25 20 mm, par exemple 10 mm).

Une première étape de remplissage (cf. figure 8A) du récipient en biais 61 avec le liquide 62 jusqu'à un niveau seuil est prévue. Une deuxième étape d'expulsion du liquide du récipient (cf. figure 8B)  
30 après imprégnation est réalisée à la fin par l'outil.

L'outil 62 est un injecteur de gaz 63 par exemple à air sous pression. Il est placé au droit de

l'ouverture du récipient 61 et à une distance de quelques millimètres de celle-ci (par exemple 5mm).

Le gaz est violemment injecté en 64 sous haute pression, par exemple compris entre 1,5 et 10 bar.

5        Sous l'effet du jet de gaz, le liquide 62 en excédant (c'est-à-dire non utile à la formation de la couche 63 de matériau) est expulsé hors du récipient qui tourne.

10        Dans ce mode de réalisation les données de pression et de durée de l'injection sont préinscrites dans la mémoire de l'ordinateur, de sorte que le calculateur 23 détermine les paramètres nécessaires à l'adhésion de la couche 63.

15        La viscosité  $\eta$ , la vitesse  $V$  de rotation et la rugosité de la paroi déterminent les temps d'application pour autoriser une bonne adhésion de la couche 63 ainsi que les conditions de séchage suffisantes (temps et température).

20        Ce mode de réalisation est notamment intéressant lorsque l'on recherche le revêtement complet de la surface 2 interne du récipient 61.

Sur les figures 9A à 9C on a représenté schématiquement trois modes de chauffe de la partie de la paroi.

25        La figure 9A montre des moyens 24 de chauffe de la paroi 2 interne, via un émetteur 66 d'un faisceau focalisé 67. Un tel émetteur est par exemple une source infrarouge projetée ou un laser au CO<sub>2</sub>.

30        L'émetteur 66 est en regard de la surface 68 externe de la paroi du récipient. La chaleur est alors soit diffusée par le milieu constitutif de la paroi du récipient 3 et augmente alors la température de la surface 2 interne de ladite paroi, soit selon

la longueur d'onde choisie traverse le matériau constitutif de la paroi et vient directement exciter la couche 68 de liquide durcissable apposée.

Un autre mode de réalisation de l'invention est présenté sur la figure 9B. Ici un émetteur 69, par exemple semblable à celui de la figure 9A, est directement introduit dans le récipient 3. Le faisceau infrarouge (IR) ou le faisceau laser 70 vient alors directement exciter et échauffer la zone de la surface 2 interne revêtue de la couche 68 de liquide.

La figure 9C est similaire à la figure 9B mais montre un faisceau 71 réfléchi par un miroir 72 orientable inséré dans le récipient 3 et fixé par exemple sur le tube 16 de l'outil.

Dans un mode particulier de réalisation, il est possible, en même temps que l'application de la couche 68 par un moyen d'aspersion 15 du type décrit ci-avant, de figer le liquide par cuisson/chauffage au laser comme décrit ci-dessus) et donc de réduire ainsi les coulures et/ou bavures en solidifiant le matériau aspergé très rapidement après son éjection de l'outil 15 et son application sur la paroi.

Sur la figure 10 est représentée une portion 73 de paroi et de la couche de revêtement correspondante obtenue par le dispositif 1 selon l'invention.

La couche 74 comprend des différences d'épaisseurs ( $e_1 \dots e_{11}$ ).

Ces différences d'épaisseurs sont par exemple dues au défaut de surface de la paroi.

Avec l'utilisation d'un procédé et/ou d'un dispositif 1 selon l'invention, la différence ( $e_1 - e_{11}$ ) d'épaisseur de la couche 74 de revêtement en

deux points ( $e_1 \dots e_{11}$ ) quelconques de ladite couche de revêtement est inférieure à  $1\mu\text{m}$ , par exemple inférieure à  $0.5\mu\text{m}$ .

Plus précisément en considérant pour la portion de surface considérée un échantillonnage de l'épaisseur de la couche, la différence d'épaisseur considérée entre la valeur la plus faible ( $e_{11}$ ) dudit échantillonnage et la valeur la plus élevée ( $e_1$ ) est inférieure à une valeur seuil  $S$  ( $S \leq 0.2\mu\text{m}$ ).

Par échantillonnage on entend ici une collection ( $e_1 \dots e_{11}$ ) de données représentatives de l'épaisseur mesurée à intervalle géométrique déterminé, par exemple régulier, le long d'au moins un trajet défini à la surface de la couche 74 de revêtement.

On va maintenant décrire des exemples de réalisation de loi de commande pour revêtement avec un dispositif selon la figure 1, en faisant référence à la figure 11.

Celle-ci montre en l'espèce sept exemples de courbes de réalisation de loi de commande applicables à des récipients correspondants 58, 59, 60, 61, 62.

Les premières courbes  $C_1$ , et  $C_{1,2}$ ;  $C_{2,1}$  et  $C_{2,2}$  correspondent à des commandes de vitesse de rotation relatives entre buse et récipient à pression d'injection constante, permettant d'obtenir un dépôt homogène sur les parois internes respectivement des récipients 58 ( $C_{1,1}$  et  $C_{1,2}$ ), 59 ( $C_{2,1}$ ) et 60 ( $C_{2,2}$ ) par le biais d'une buse 64 introduite par les goulots 63 pour générer un jet 65.

Les trois courbes suivantes  $D_{1,1}$  et  $D_{1,2}$ ;  $D_2$  correspondent à des commandes de pression d'injection par la buse, à vitesse constante, pour des débits  $D$

d'aspersion et ce respectivement pour les récipients 60 ( $D_{1,1}$ ), 61 ( $D_{1,2}$ ) et 62 ( $D_2$ ).

Plus précisément les courbes montrent l'évolution de la vitesse  $V$  ou de la pression de débit  $D$  (en ordonnée) en fonction de la position angulaire (en abscisse) du récipient par rapport au jet 65 d'aspersion de la buse 64 sur un tour complet du récipient (Flèche 66).

Dans tous les modes de réalisation auxquels correspondent lesdites courbes, le récipient 58, 59, 60, 61, 62 est parallélépipédique et sensiblement de section 67, 68, 69, 70, 71 intérieure rectangulaire, constante ou non.

La buse 64 est introduite dans le récipient 58, 59, 60, 61, 62 de manière centrée par rapport aux parois internes 72, 73 du récipient.

Par centrée on entend positionnée sur l'isobarycentre de la section 67, 68, 69, 70, 71 intérieure du récipient à la hauteur considérée d'introduction de la buse 64.

La buse 64 comprend une ouverture pour l'expulsion d'un jet 65 d'aspersion en liquide de revêtement, le jet étant de forme sensiblement conique.

Dans la position initiale d'introduction de la buse 64, le jet 65 d'aspersion atteint un coin du récipient 58, 59, 60, 61, 62 et la direction de la hauteur du cône du jet 65 correspond à l'angle  $0^\circ$ .

Le balayage angulaire de la buse 64 et/ou du récipient 58, 59, 60, 61, 62 décrit les plages angulaires de  $0^\circ$  à  $30^\circ$  P1, de  $30^\circ$  à  $180^\circ$  P2, de  $180^\circ$  à  $210^\circ$  P3 et de  $210^\circ$  à  $360^\circ$  P4, qui correspondent au balayage des segments 72 de largeurs de la section 67, 68, 69, 70, 71 intérieure rectangulaire pour P1

et P3, et des segments 73 de longueurs de la section 67, 68, 69, 70, 71 intérieure pour P2 et P4.

Dans le mode de réalisation correspondant aux courbes  $C_{1,1}$  et  $C_{1,2}$ , la section du récipient 58 est strictement rectangulaire et le volume intérieur du récipient présente alors au jet 65 de la buse 64 des parois 72, 73 planes.

Les premières courbes de vitesse  $C_{1,1}$  et  $C_{1,2}$  suivent des courbes formées par palier entre deux valeurs déterminées de vitesse respectivement  $V1$  ;  $V2$  et  $V1'$  ;  $V2'$ , avec  $V1$  et  $V1'$  inférieure respectivement à  $V2$  et  $V2'$  correspondantes à chacune des parois internes.

La vitesse est donc constante sur une plage angulaire donnée.

La vitesse est égale à  $V1$  (respectivement  $V1'$ ) sur la première plage P1 correspondant à un petit côté,  $V2$  (respectivement  $V2'$ ) sur la deuxième P2 correspondant à un grand côté,  $V1$  (respectivement  $V1'$ ) sur la troisième P3 (petit côté) et  $V2$  (respectivement  $V2'$ ) sur la quatrième P4 (grand côté).

Les variations en vitesse de rotation de la buse 64, en suivant les vitesses  $V$  de rotation des courbes  $C_{1,1}$  ou  $C_{1,2}$ , compensent ainsi les variations de distance entre la buse 64 et les parois 72, 73 lors de la rotation de la section 67, 68, 69, 70, 71 intérieure rectangulaire du récipient 58, 59, 60, 61, 62.

Dans le mode de réalisation correspondant aux courbes  $C_{2,1}$  et  $C_{2,2}$ , la section intérieure 68, 69 du récipient 59, 60 est ici sensiblement rectangulaire et présente des côtés 72, 73 bombés, par exemple les

côtés de la section sont convexes vers l'intérieur du récipient de sommet 74, 75, ou les parois internes du récipient présentent des ondulations 76.

Ici, les vitesses  $V$  suivent sur chaque plage angulaire  $P1$  à  $P4$ , une courbe triangulaire ascendante, c'est-à-dire un premier segment de courbe 77, 78, 79, 80 (respectivement 77', 78', 79', 80') de pente croissante jusqu'à un pic 81, 82 (respectivement 81', 82') sensiblement à la moitié de la plage considérée, 83, (environ  $15^\circ$ ), 84 (environ  $105^\circ$ ), 85 (environ  $195^\circ$ ) et 86 (environ  $285^\circ$ ) et un deuxième segment de courbe 87, 88, 89, 90 (respectivement 87', 88', 89', 90') de pente décroissante jusqu'à la fin de la plage considérée.

Les pics 81, 82 (respectivement 81', 82') ont une abscisse qui correspond pour la buse à la position angulaire dans laquelle le jet est en direction d'un sommet 74, 75 des sections 68, 70, 71 convexes.

Le point de départ (angle  $0^\circ$ ) des courbes  $C_{2,1}$  et  $C_{2,2}$  correspond à une vitesse déterminée  $V1$  (ou  $V1'$ ), le sommet 81, 81' de la première plage  $P1$  correspondant à une vitesse déterminée  $V2$  (ou  $V2'$ ), et le sommet 82, 82' de la deuxième plage  $P2$  correspondant à une vitesse déterminée  $V3$  (ou  $V3'$ ).

La première plage angulaire  $P1$  est identique à la troisième  $P3$  et la deuxième  $P2$  est identique à la quatrième  $P4$ , et  $V1 < V2 < V3$  ou  $V1' < V2' < V3'$ .

Dans ce mode de réalisation, l'accélération de la rotation de la buse permet de compenser le caractère bombé de la paroi et/ou la différence de distance buse/parois entre l'aspersion du coin et l'aspersion du milieu de la paroi, en balayant plus vite les surfaces les plus proches de la buse.

Par exemple la vitesse de balayage autour de chaque sommet 81, 82 correspond au maxima de vitesse  $V_2$  ou  $V_3$  sur la plage angulaire considérée.

En référence aux courbes de pression de débit  $D_{1,1}$  et  $D_{1,2}$ , le récipient est ici le même ou sensiblement le même que celui correspondant aux modes de réalisation des courbes de vitesse  $C_{2,1}$  et  $C_{2,2}$ .

Les courbes de débit  $D_{1,1}$  et  $D_{1,2}$  de pression du débit  $D$  sont de forme symétrique par rapport à un axe suivant l'abscisse aux courbes de vitesse respectivement  $C_{2,1}$  et  $C_{2,2}$ .

Plus précisément, sur chaque plage angulaire  $P_1$  à  $P_4$ , la pression du débit  $D$  d'aspersion suit une courbe triangulaire descendante, c'est-à-dire un premier segment 91, 92, 93, 94 (respectivement 91', 92', 93', 94') de courbe en pente décroissante jusqu'à sensiblement la moitié 83, 84 de la plage considérée et un deuxième segment 95, 96, 97, 98 (respectivement 95', 96', 97', 98') de pente croissante jusqu'à la fin de ladite plage.

Le débit initial est  $D_1$  (ou  $D_1'$ ), le débit minimal sur les première  $P_1$  et troisième  $P_3$  plages angulaires est de  $D_2$  (ou  $D_2'$ ) et sur les deuxième  $P_2$  et quatrième  $P_4$  plages est de  $D_3$  (ou  $D_3'$ ) avec  $D_1 > D_2 > D_3$  (ou  $D_1' > D_2' > D_3'$ ).

Dans le mode de réalisation représenté sur la courbe de débit  $D_2$ , la commande du débit  $D$  correspond à une commande tout ou rien, i.e. entre un débit  $D_1$  et un débit nul.

La commande s'effectue donc par échelon ou pulse de rapport cyclique déterminé.

Sur chaque plage angulaire  $P_1$  à  $P_4$ , lorsque l'angle de rotation de la buse 64 est sensiblement

celui de la moitié de la plage 83, 84, et que la buse est donc à la distance minimale entre elle et la paroi aspergée, l'aspersion est coupée (stoppée) par échelon ou pulse.

5 Les coupures et/ou pulses sont sensiblement centrés autour de la moitié de chaque plage 83, 84, et symétriques par rapport à elle.

Deux pulses de coupure sont symétriquement répartis pour les première P1 et troisième P3 plages  
10 angulaires et cinq pour les deuxième P2 et quatrième P4 plages.

De cette manière, le débit moyen est adapté à la géométrie de la paroi du récipient en regard de la buse.

15 Les courbes représentées sur la figure 11 sont définies par segments mais pourraient être définie par section courbées par exemple suivant une portion de forme sinusoïdale ou polynomiale.

Dans les modes de réalisation plus  
20 particulièrement décrit ici, elles sont de plus périodiques de période  $180^\circ$ , ce qui correspond à la symétrie théorique de la section interne rectangulaire du récipient.

Le choix entre les différentes courbes de loi de  
25 commande peut s'effectuer de manière fixe ou a priori et avant l'opération de recouvrement, ou être adapté pendant celle-ci à chaque nouvelle section.

Par exemple dans un mode de réalisation, un capteur, par exemple optique tel qu'une caméra à  
30 haute définition, acquiert une image en deux ou trois dimensions de la surface interne et la transmet aux moyens de calcul.

Une telle mesure peut s'effectuer sur chaque flacon ou par lot homogène de flacons.

Les moyens de calcul choisissent alors pour chaque section le profil de courbe et/ou les valeurs caractéristiques de chaque courbe (les vitesses initiales, la vitesse et le nombre et les positions des pics,...).

Chaque courbe de vitesse ou de pression du débit représente à elle seule une loi de commande mais elle peut également être associée l'une à l'autre pour former un autre mode de réalisation de loi de commande.

Par exemple, il peut être recherché de compenser les difformités de la conformation particulière de la paroi et/ou ses imperfections géométriques entraînant une différence de distance entre la buse et la paroi ou coin à asperger, en faisant évoluer simultanément vitesse et pression du débit.

Par exemple l'évolution des deux courbes peut être réalisée de manière opposée. Cette symétrie de comportement permet d'avoir une aspersion homogène en quantité sur la surface.

Les vitesses  $V_1$ ,  $V_2$  et  $V_3$  (et  $V_1'$ ,  $V_2'$  et  $V_3'$ ), les débits  $D_1$ ,  $D_2$ ,  $D_3$  (et  $D_1'$ ,  $D_2'$ ,  $D_3'$ ) et les rapports cycliques sont constants ou variables et ajustés ou recalculés par exemple à chaque descente de la buse et à chaque nouvelle section horizontale correspondante.

La viscosité  $\eta$ , la température  $T$  de la surface du récipient, la rugosité  $R$ , et les angles inclinaisons  $\alpha$  du flacon et de la buse par rapport au flacon interviennent par exemple dans ce mode de réalisation pour la définition des valeurs de vitesse initiale et

la valeur des pics, des débits  $D$  et des rapports cycliques.

Les valeurs de viscosité  $\eta$ , température  $T$  de la surface du récipient, rugosité  $R$ , et angle d'inclinaison  $\alpha_1$  et  $\alpha_2$ , suivent par exemple des courbes affines d'influence des valeurs de vitesse de rotation et/ou de débit, par exemple :

Pour la viscosité  $\eta$ , plus elle est importante, plus les vitesses  $V_1$  à  $V_3$  sont également importantes et plus les pressions de débit  $D_1$  à  $D_3$  sont grandes et/ou le rapport cyclique faible et la fréquence élevée.

Pour la température  $T$  et la rugosité  $R$ , l'influence sur les vitesses  $V$ , débit  $D$  et rapport cyclique est la même que par rapport à la viscosité  $\eta$ .

Pour les inclinaisons, l'influence est l'inverse de celle de la viscosité  $\eta$ .

Bien évidemment, on ne sort pas de l'invention en définissant un nombre différent de plages angulaires, et/ou de sommets des triangles par exemple pour s'adapter à la géométrie de la section du récipient.

Comme il va de soi et comme il résulte également de ce qui précède, la présente invention n'est pas limitée aux modes de réalisation plus particulièrement décrits. Elle en embrasse au contraire toutes les variantes et notamment celles où l'outil est un pinceau à poil rétractables ou non, avec réservoir de liquide ou non, celles où l'outil comprend une partie d'application et une partie absorbante du type buvard pour l'excédent, celles où le récipient 3 est orienté avec l'ouverture 5 vers le bas, celles où plusieurs récipients sont traités en

même temps, celles où le récipient 3 est dans un autre matériau que le verre tel que le plastique, le métal comme l'aluminium ou la céramique.

REVENDEICATIONS

1. Procédé de revêtement d'au moins une portion de la surface interne d'un récipient allongé autour d'un  
5 axe Oz, propre à contenir et à conserver des produits biocompatibles avec l'homme et/ou l'animal, par un matériau liquide durcissable de revêtement dans lequel on positionne le récipient sur un support avec lequel il est rendu solidaire, on introduit dans le  
10 récipient un outil d'application du revêtement et on applique le liquide de revêtement par l'outil sur au moins une portion de la surface interne du récipient caractérisé en ce que,

- on incline le récipient d'un premier angle  $\alpha$   
15 déterminé par rapport à la verticale,

- on met en rotation relative le récipient par rapport à l'outil autour de l'axe Oz à une première vitesse V déterminée, en chauffant le récipient à une température déterminée,

20 - et on applique le matériau liquide de revêtement régulièrement sur la surface interne du récipient de façon à obtenir un dépôt d'une épaisseur régulière, sensiblement identique en fonction des paramètres de viscosité  $\eta$  du liquide à la température  
25 déterminée, de rugosité  $R$  de la partie de la surface du récipient, de l'angle  $\alpha$  d'inclinaison, de la vitesse V de rotation, et du débit D d'alimentation en matériau liquide, pour améliorer la résistance hydrolytique de la portion de surface interne dudit  
30 récipient en contact avec le produit biocompatible.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'angle  $\alpha$  d'inclinaison du récipient est compris entre 25° et 75°.

3. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 2, caractérisé en ce que l'angle  $\alpha$  d'inclinaison du récipient est de  $45^\circ$ .

5 4. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce qu'on chauffe la portion de la surface interne à revêtir par un moyen de chauffe focalisé sur ladite portion.

10 5. Procédé selon la revendication 4, caractérisé en ce qu'on chauffe la portion de la surface interne par un dispositif 1 émetteur d'un faisceau focalisé réfléchi sur un miroir orientable inséré dans le récipient.

15 6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que l'outil est adapté pour être inclinable par rapport à l'axe de rotation du récipient d'un second angle  $\alpha_2$  compris entre  $0^\circ$  et  $30^\circ$ .

20 7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que l'outil est une buse d'aspersion du liquide de revêtement.

8. Procédé selon la revendication 6, caractérisé en ce que la buse est flexible ou comprend une portion d'extrémité recourbée.

25 9. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que l'outil est un moyen d'application du liquide par tamponnage.

30 10. Procédé selon la revendication 9, caractérisé en ce que le moyen d'application par tamponnage est un ballon agencé pour s'expandre entre un premier état d'introduction dans le récipient et un second état d'application du liquide de revêtement.

11. Procédé selon l'une quelconque des revendications 9 à 10, caractérisé en ce que le moyen

d'application par tamponnage comprend un réservoir d'alimentation en liquide de revêtement agencé pour diffuser le liquide sur la surface externe dudit moyen d'application.

5 12. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, caractérisé en ce que le procédé comprend une étape préliminaire de remplissage du récipient par du liquide de revêtement et une étape d'expulsion du liquide par l'outil  
10 comprenant un injecteur de gaz sous pression dans le récipient.

13. Récipient pour la conservation des produits biocompatibles avec l'homme et/ou l'animal, allongé autour d'un axe Oz et comprenant une couche de  
15 revêtement sur au moins une partie de sa surface interne, ladite couche étant en un matériau durcissable, caractérisé en ce que la différence d'épaisseur de la couche de revêtement en deux points quelconque de ladite couche de revêtement est  
20 inférieur à  $0.2\mu\text{m}$ .

14. Dispositif de revêtement d'au moins une portion de la surface interne d'un récipient allongé autour d'un axe Oz, propre à contenir des produits biocompatibles avec l'homme et/ou l'animal, par un  
25 matériau liquide durcissable de revêtement comprenant un support d'accueil du récipient solidaire du récipient, et un outil d'application dudit liquide de revêtement sur au moins une portion de la surface interne du récipient et des moyens d'alimentation du  
30 matériau liquide à un débit D déterminé, caractérisé en ce que le support étant agencé pour incliner le récipient d'un premier angle  $\alpha$  déterminé, le dispositif comprend des moyens de mise en rotation

du récipient et/ou de l'outil autour de l'axe Oz à une vitesse  $V$  déterminée, des moyens de chauffe à une température déterminée du récipient, des moyens d'insertion de l'outil dans le récipient, et en ce  
5 qu'il comprend des moyens de calcul agencés pour commander la vitesse  $V$  des moyens de mise en rotation, le débit  $D$  d'alimentation du liquide, et de la température déterminée en fonction de, l'angle  $\alpha$  d'inclinaison du support, des paramètres de viscosité  
10  $\eta$  du liquide à ladite température déterminée et de la rugosité  $R$  de la partie de la surface du récipient, de sorte à déposer régulièrement un couche d'une épaisseur identique ou sensiblement identique de matériau liquide de revêtement sur la surface interne  
15 du récipient de façon à obtenir un dépôt sur ladite portion de surface interne, de résistance hydrolytique améliorée.

15. Dispositif selon la revendication 14, caractérisé en ce que l'outil est une buse flexible  
20 et/ou recourbée.

16. Dispositif selon la revendication 14, caractérisé en ce que l'outil est un ballon extensible.

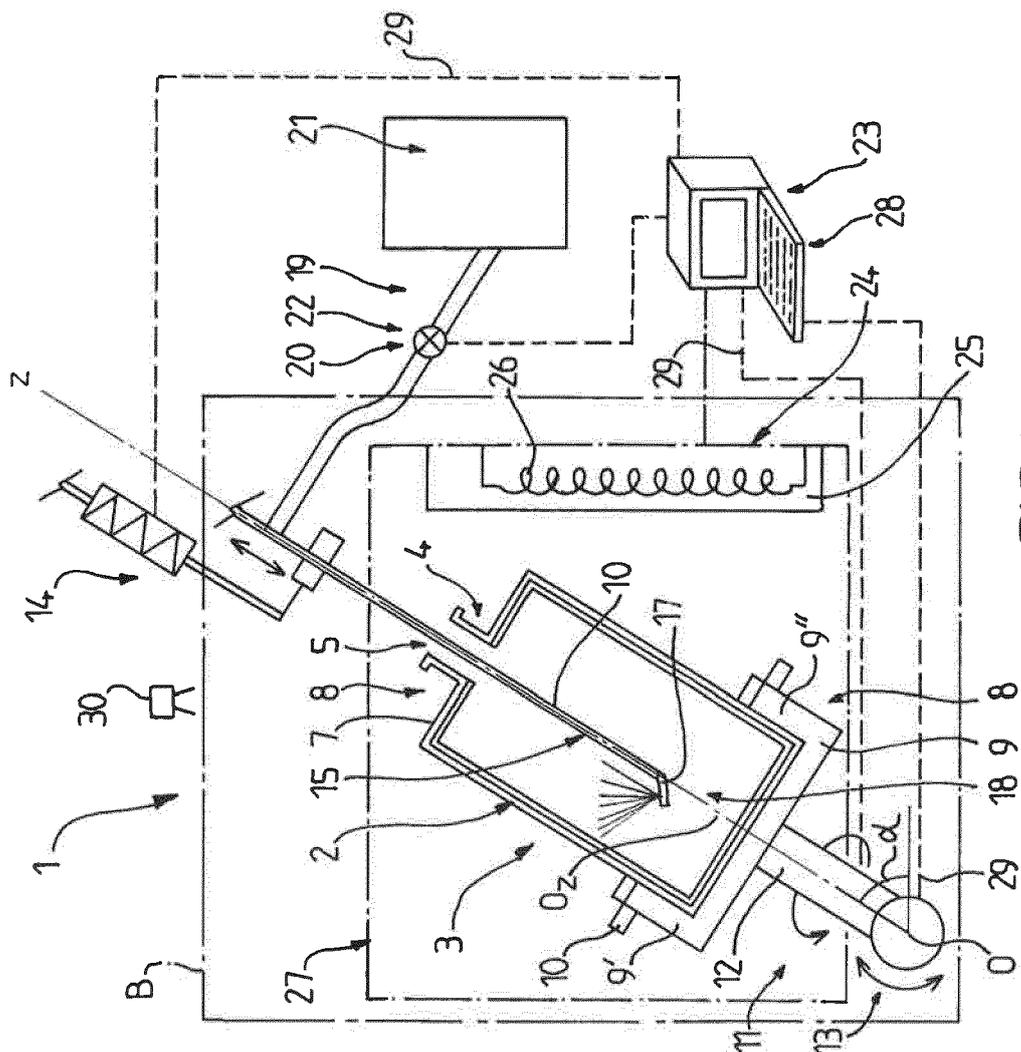


FIG.1

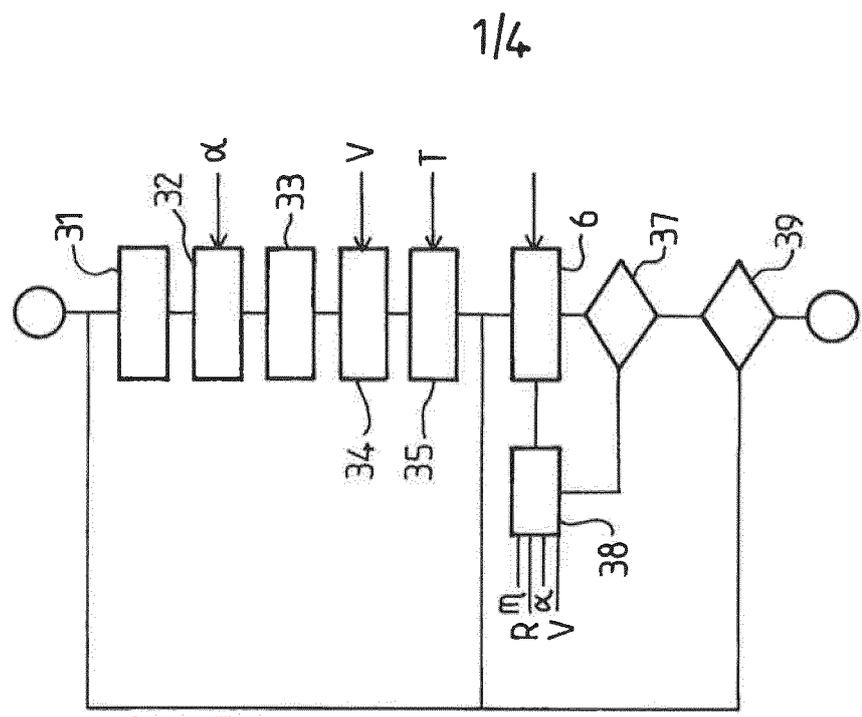


FIG.2

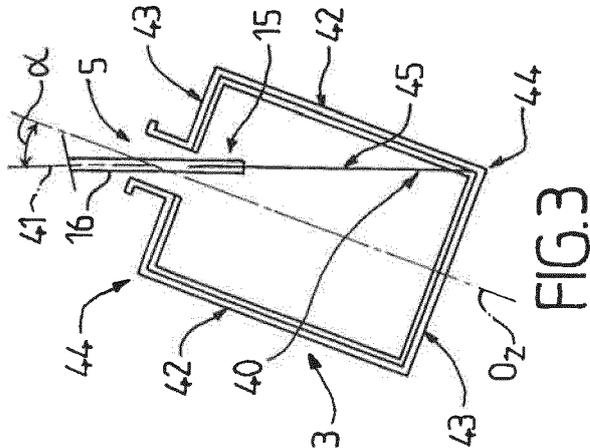


FIG. 3

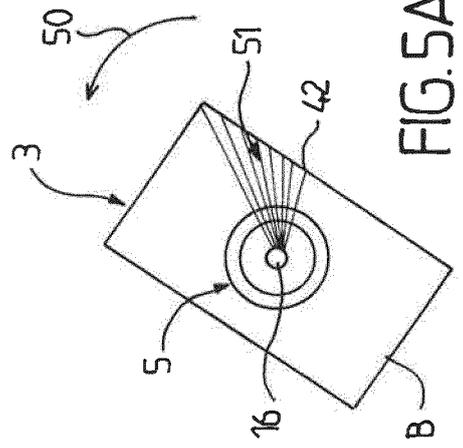


FIG. 5A

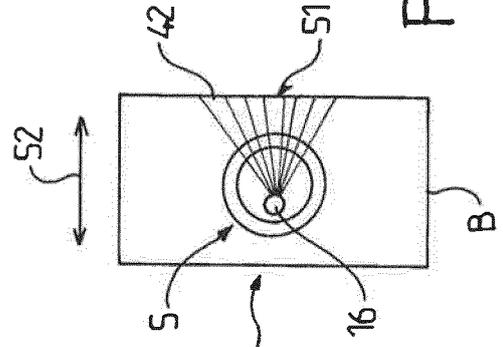


FIG. 5B

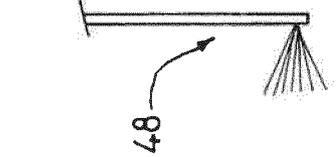


FIG. 4B

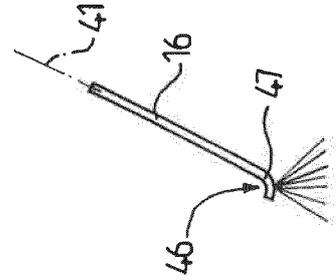


FIG. 4A

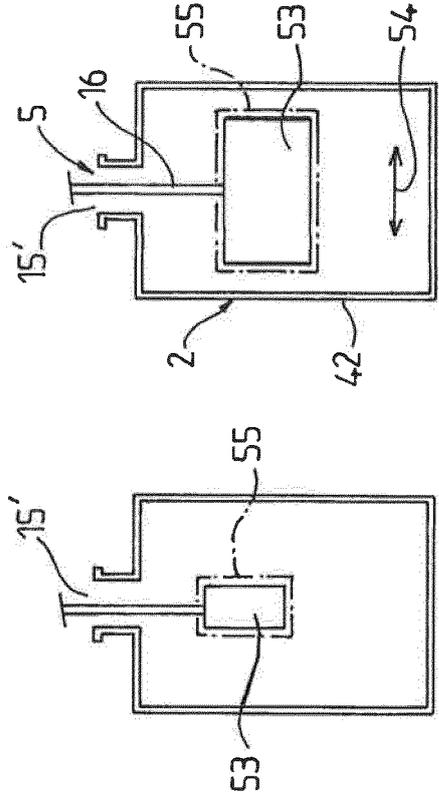


FIG. 6A

FIG. 6B

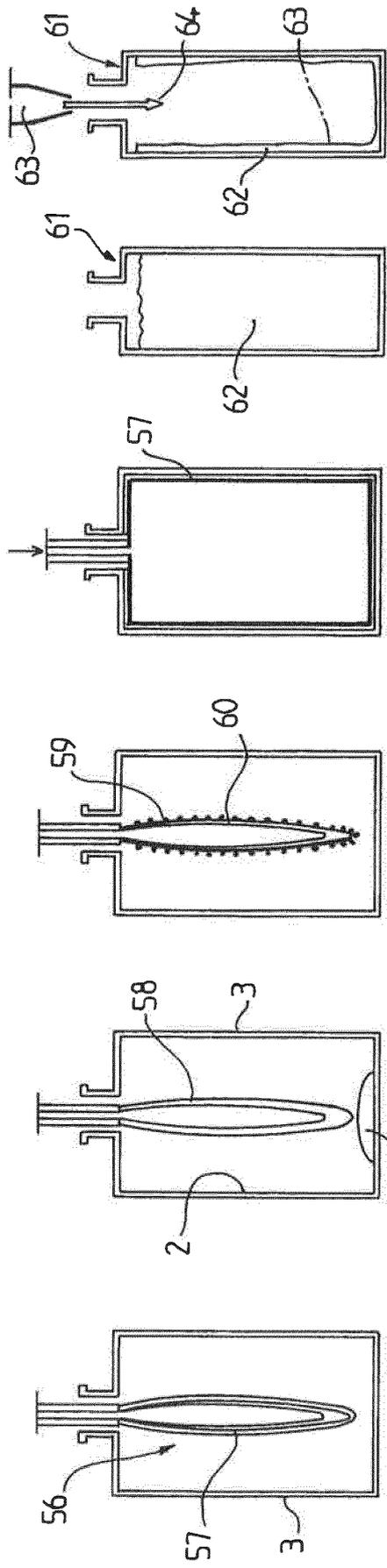


FIG. 7A

FIG. 7B

FIG. 7C

FIG. 7D

FIG. 8A

FIG. 8B

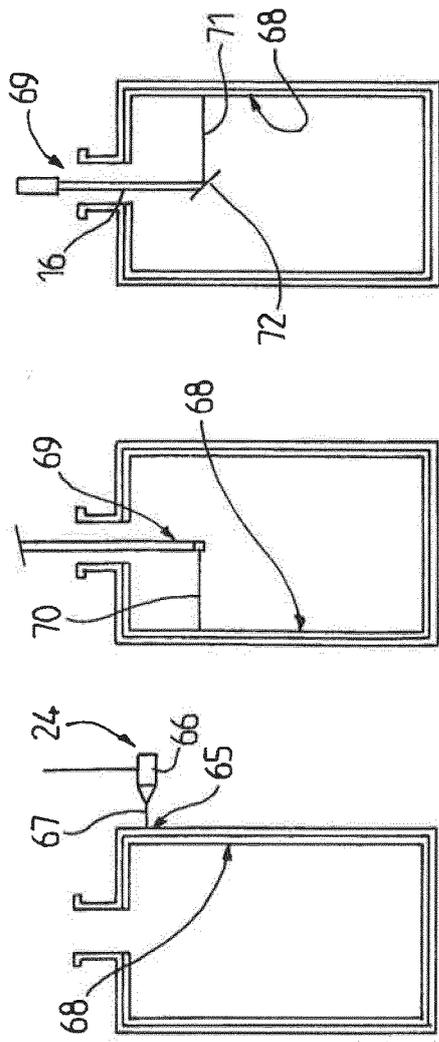


FIG. 9A

FIG. 9B

FIG. 9C

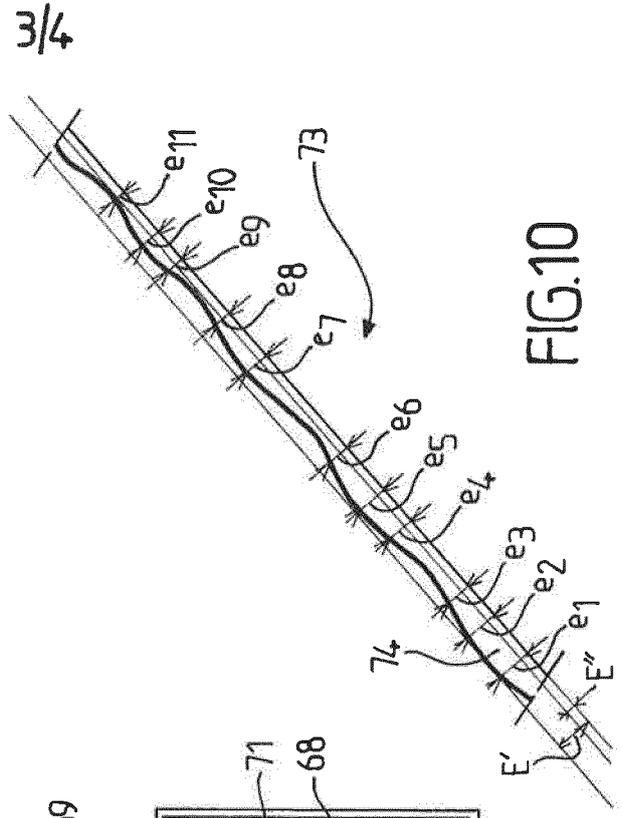


FIG. 10



# RAPPORT DE RECHERCHE

articles L.612-14, L.612-53 à 69 du code de la propriété intellectuelle

## OBJET DU RAPPORT DE RECHERCHE

---

L'I.N.P.I. annexe à chaque brevet un "RAPPORT DE RECHERCHE" citant les éléments de l'état de la technique qui peuvent être pris en considération pour apprécier la brevetabilité de l'invention, au sens des articles L. 611-11 (nouveau) et L. 611-14 (activité inventive) du code de la propriété intellectuelle. Ce rapport porte sur les revendications du brevet qui définissent l'objet de l'invention et délimitent l'étendue de la protection.

Après délivrance, l'I.N.P.I. peut, à la requête de toute personne intéressée, formuler un "AVIS DOCUMENTAIRE" sur la base des documents cités dans ce rapport de recherche et de tout autre document que le requérant souhaite voir prendre en considération.

## CONDITIONS D'ETABLISSEMENT DU PRESENT RAPPORT DE RECHERCHE

---

Le demandeur a présenté des observations en réponse au rapport de recherche préliminaire.

Le demandeur a maintenu les revendications.

Le demandeur a modifié les revendications.

Le demandeur a modifié la description pour en éliminer les éléments qui n'étaient plus en concordance avec les nouvelles revendications.

Les tiers ont présenté des observations après publication du rapport de recherche préliminaire.

Un rapport de recherche préliminaire complémentaire a été établi.

## DOCUMENTS CITES DANS LE PRESENT RAPPORT DE RECHERCHE

---

La répartition des documents entre les rubriques 1, 2 et 3 tient compte, le cas échéant, des revendications déposées en dernier lieu et/ou des observations présentées.

Les documents énumérés à la rubrique 1 ci-après sont susceptibles d'être pris en considération pour apprécier la brevetabilité de l'invention.

Les documents énumérés à la rubrique 2 ci-après illustrent l'arrière-plan technologique général.

Les documents énumérés à la rubrique 3 ci-après ont été cités en cours de procédure, mais leur pertinence dépend de la validité des priorités revendiquées.

Aucun document n'a été cité en cours de procédure.

**1. ELEMENTS DE L'ETAT DE LA TECHNIQUE SUSCEPTIBLES D'ETRE PRIS EN  
CONSIDERATION POUR APPRECIER LA BREVETABILITE DE L'INVENTION**

NEANT

**2. ELEMENTS DE L'ETAT DE LA TECHNIQUE ILLUSTRANT L'ARRIERE-PLAN  
TECHNOLOGIQUE GENERAL**

CA 945 019 A1 (ELAST O COR PROD & ENG) 9 avril 1974 (1974-04-09)

FR 2 110 193 A1 (BOSCH VERPACKUNGSMASCHINEN [DE]) 2 juin 1972 (1972-06-02)

FR 2 817 175 A1 (PECHINEY EMBALLAGE ALIMENTAIRE [FR]) 31 mai 2002 (2002-05-31)

US 2011/244153 A1 (SHIOZAWA KAZUYUKI [JP] ET AL) 6 octobre 2011 (2011-10-06)

US 2 737 461 A (HEISLER JEROME S ET AL) 6 mars 1956 (1956-03-06)

**3. ELEMENTS DE L'ETAT DE LA TECHNIQUE DONT LA PERTINENCE DEPEND  
DE LA VALIDITE DES PRIORITES**

NEANT