(19)中华人民共和国国家知识产权局

(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 103732792 B
(45)授权公告日 2016.06.29

(21)申请号 201280038700.9
(22)申请日 2012.08.01
(30)优先权数据
61/515,399 2011.08.05 US
(85)PCT国际申请进入国家阶段日
2014.02.07
(86)PCT国际申请的申请数据
PCT/US2012/049146 2012.08.01
(87)PCT国际申请的公布数据
WO2013/022669 EN 2013.02.14
(73)专利权人 3M创新有限公司
地址 美国明尼苏达州
(72)发明人 克里斯多佛·S·莱恩斯
肯特·T·恩格尔
史蒂文·R·范胡斯
特伦斯·D·斯帕 约瑟夫·M·皮珀
爱德华·J·安德森
瓦尔特·司托斯
(74)专利代理机构 中原信达知识产权代理有限责任公司 11219
代理人 沈同全 车文
(51)Int.Cl.
C23C 16/44(2006.01)
C23C 16/448(2006.01)
(56)对比文件
CN 101092690 A,2007.12.26,
CN 2119428 U,1992.10.21,
审查员 张杰

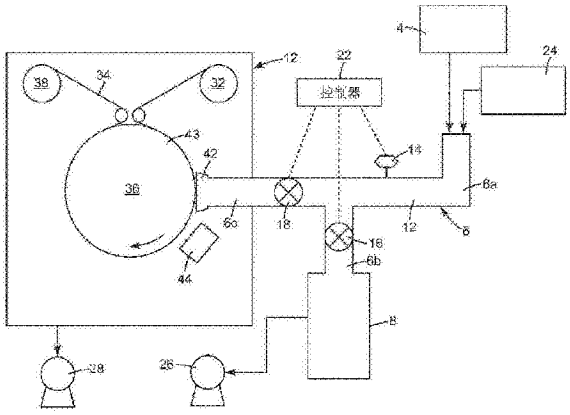
权利要求书2页 说明书9页 附图2页

(54)发明名称

用于处理蒸气的系统和方法

(57)摘要

本发明公开了一种用于处理蒸气的系统。所述系统包括用于产生蒸气的蒸气源和联接到所述蒸气源以运送来自所述蒸气源的蒸气的出口导管。在所述蒸气源的下游，所述出口导管分成蒸气旁路导管和蒸气进料导管。所述系统还包括设置在所述旁路导管中的第一蒸气控制阀、设置在所述进料导管中的第二蒸气控制阀、流体地联接到所述旁路导管的第一真空室、和流体地联接到所述进料导管的第二真空室。



CN 103732792 B

1.一种蒸气处理系统,包括:

用于产生蒸气的蒸气源;

出口导管,所述出口导管连接到所述蒸气源以运送来自所述蒸气源的蒸气,其中在所述蒸气源的下游,所述出口导管分成蒸气旁路导管和蒸气进料导管;

第一蒸气控制阀,所述第一蒸气控制阀设置在所述旁路导管中;

第一真空室,所述第一真空室连接到所述旁路导管并且设置在所述第一蒸气控制阀的下游;

第二真空室,所述第二真空室连接到所述进料导管;和

控制器,所述控制器操作地联接到所述第一蒸气控制阀使得其控制进入所述第一真空室的蒸气流,以保持通过所述蒸气进料导管的蒸气的压力和流速。

2.根据权利要求1所述的系统,还包括第二蒸气控制阀,所述第二蒸气控制阀在所述第二真空室的上游位于所述进料导管中并且操作地联接到所述控制器,并且其中所述控制器能够控制通过所述第一蒸气控制阀和第二蒸气控制阀中的任一者或两者的蒸气流。

3.根据权利要求1所述的系统,还包括在所述第二真空室的上游位于所述进料导管中的第二阀,所述第二阀通常是完全打开的或完全关闭的。

4.根据权利要求1-3中任一项所述的系统,其中所述系统还包括压力传感器,所述压力传感器操作地联接到所述控制器并且被配置成感测所述出口导管中的压力,并且其中所述控制器还被配置成能够至少部分基于所述压力传感器所感测到的压力来选择性地使一个蒸气控制阀或两个蒸气控制阀的位置发生变化。

5.根据权利要求4所述的系统,其中所述第二真空室包括用于将所述蒸气的至少一部分沉积在基材上的蒸气涂布机。

6.根据权利要求5所述的系统,其中所述基材是幅材材料并且所述蒸气涂布机包括:

旋转筒,所述旋转筒在所述第二真空室内且具有温度受控表面,基材幅材绕着所述旋转筒移动;

蒸气分配喷嘴,所述蒸气分配喷嘴连接到所述蒸气进料导管并且邻近所述旋转筒的所述温度受控表面设置;和

多个辊,所述辊被配置成展开所述基材幅材,在所述筒的所述温度受控表面上方传递所述基材幅材,和重新卷绕所述幅材。

7.根据权利要求6所述的系统,其中所述蒸气涂布机还包括固化源,所述固化源被配置成使得所述基材幅材暴露于从所述固化源递送的处理用于引发从所述蒸气沉积到所述基材的表面上的液态单体或低聚物的聚合反应,并且其中所述处理包括由下列组成的组中的一个或多个:紫外线辐射、电子束辐射、等离子体辐射和热。

8.根据权利要求6所述的系统,其中所述第二真空室还包括用于冷凝所述蒸气的至少一部分的冷凝室,真空的所述冷凝室包括用于收集冷凝蒸气的收集器。

9.根据权利要求5所述的系统,其中所述第一真空室包括冷凝器,所述冷凝器包括用于收集冷凝蒸气的收集器。

10.根据权利要求5所述的系统,其中所述第一真空室在与所述第二真空室的操作温度和/或压力不同的温度和/或压力下操作。

11.根据权利要求5所述的系统,其中所述蒸气包括一种或多种物质,所述物质选自由

下列组成的组：环氧树脂、乙烯基醚、(甲基)丙烯酸酯、含氟聚合物、含苯乙烯聚合物、乙炔、聚酰胺、丙烯酰胺、聚对二甲苯、蜡、氟聚醚、聚胺、二烯丙基二苯基硅烷、金属醇盐、烷基金属、硅氧烷、油、染料、蛋白质、肽、多肽、脂质、碳水化合物、酶、核酸、多核苷酸、药物、药物代谢物、以及它们的组合。

12.一种用于控制蒸气流的方法，包括：

将来自蒸气源的蒸气排放到导管中，所述导管连接到所述蒸气源，其中在所述蒸气源的下游，所述导管分成两个导管：蒸气旁路导管和蒸气进料导管；

提供设置在所述旁路导管中的第一蒸气控制阀、操作地连接到所述第一蒸气控制阀的控制器、连接到所述旁路导管并且设置在所述第一蒸气控制阀下游的第一真空室、和连接到所述进料导管的第二真空室；以及

通过操纵所述第一蒸气控制阀来控制通过所述旁路导管的蒸气流，以保持通过所述蒸气进料导管的蒸气的压力和流速。

13.根据权利要求12所述的方法，其中在所述第二真空室的上游在所述进料导管中还提供第二阀，并且在执行所述方法的部分期间，通过关闭所述第二阀来阻止所述进料导管中的蒸气流。

14.根据权利要求12或13所述的方法，其中

所述第二真空室包括蒸气涂布机，所述蒸气涂布机包括温度受控表面、连接到所述蒸气进料导管并且邻近所述温度受控表面设置的蒸气分配喷嘴、和被配置成绕着所述温度受控表面传递基材幅材的多个辊；并且

所述方法还包括以下步骤：

从所述分配喷嘴排放所述蒸气；以及

将所述蒸气沉积在所述基材幅材的表面上以形成涂层。

15.根据权利要求14所述的方法，其中通过选自由冷凝、化学气相沉积和等离子体沉积组成的组中的一种或多种方法将所述蒸气沉积在所述基材幅材的表面上。

16.根据权利要求14所述的方法，还包括固化所述涂层。

17.根据权利要求14所述的方法，其中所述涂层以介于0.01和1.0μm之间的平均厚度沉积。

18.根据权利要求12或13所述的方法，其中所述第一真空室和第二真空室的操作温度和/或压力条件不同，并且所述第一真空室中的条件导致所述蒸气的一种或多种组分冷凝并收集在所述第一真空室中。

19.根据权利要求12或13所述的方法，其中所述第二真空室还包括用于冷凝所述蒸气的至少一部分的真空蒸馏室，所述方法还包括将冷凝蒸气收集在所述真空蒸馏室内的收集器中。

20.根据权利要求12或13所述的方法，还包括向所述导管中的蒸气添加选自下列的气体：氮气、氩气、氦气、氖气、氧气、臭氧、一氧化二氮、氢气、硫化氢、四氟化碳、甲烷、氨气、以及它们的组合。

用于处理蒸气的系统和方法

技术领域

[0001] 本发明涉及用于处理蒸气的系统和方法，并且特别地涉及用于监测和控制由蒸气源产生的蒸气流的系统和方法。

背景技术

[0002] 诸如等离子体沉积和化学气相沉积的气相涂布技术用于在不使用溶剂的情况下沉积各种物质的薄涂层。通过将含有有机物质的蒸气冷凝到基材(如聚合物膜)上并对冷凝的物质进行聚合和/或固化而将此类有机物质涂布到基材(如可聚合或固化物质)上的方法是已知的，例如美国专利4,842,893。这些方法可涉及蒸发有机或有机金属前体以形成转移至待涂布基材的蒸气。涉及蒸发方法和设备的一些专利为美国专利6,309,508和7,113,351。

发明内容

[0003] 在第一方面，提供一种用于处理蒸气的系统。该系统可包括用于产生蒸气的蒸气源和联接到蒸气源以运送来自蒸气源的蒸气的出口导管。在蒸气源的下游，出口导管可分成蒸气旁路导管和蒸气进料导管。该系统还可包括设置在旁路导管中的第一蒸气控制阀、设置在进料导管中的第二蒸气控制阀、流体地联接到旁路导管的第一真空室、和流体地联接到进料导管的第二真空室。

[0004] 在另一方面，提供一种用于处理蒸气的方法。该方法可包括将来自蒸气源的蒸气排放到流体通道中。该流体通道可包括流体地联接到蒸气源的出口导管。在蒸气源的下游，出口导管可分成蒸气旁路导管和蒸气进料导管。该流体通道还可包括设置在旁路导管中的第一蒸气控制阀和设置在进料导管中的第二蒸气控制阀、流体地联接到旁路导管的第一真空室，和流体地联接到进料导管的第二真空室。该方法还可包括通过操纵第一蒸气控制阀和第二蒸气控制阀中的任一者或两者来控制通过进料导管和旁路导管的蒸气量。

[0005] 本发明的上述发明内容并不旨在描述本发明的每一个实施例。在以下具体实施方式中还示出了本发明的一个或多个实施例的细节。本发明的其他特征、目标和优点根据描述和权利要求将显而易见。

附图说明

[0006] 结合附图来考虑本发明以下各个实施例的详细描述可以更完全地理解本发明，其中：

[0007] 图1示出根据本发明的一些实施例的用于处理蒸气的系统的示意图。

[0008] 图2为作为平均蒸气压函数的平均涂布厚度的图线，该图线使用根据本发明的一些实施例的系统和方法生成。

[0009] 图3为作为基材幅材位置函数的蒸气压和测量的涂布厚度的图线，该图线使用根据本发明的一些实施例的系统和方法生成。

具体实施方式

[0010] 诸如化学气相沉积(CVD)、等离子体沉积和聚合物多层沉积的气相涂布技术用于在不使用溶剂的情况下将各种物质的薄涂层沉积到基材上。很多时候，这些技术需要蒸发物质(如有机物质、有机金属或金属)以对邻近待涂布基材设置的沉积器具(如喷嘴)形成蒸气流。

[0011] 已知此类气相涂布技术中利用的现有蒸发工艺随时间推移会产生不稳定和变化的蒸发速率。此外，在现有气相涂布系统中，沉积到基材上的速率取决于蒸发速率。因此，蒸发速率的不稳定性导致沉积速率随着时间的推移而变化，进而导致涂层厚度发生变化。

[0012] 本发明涉及用于监测和控制由蒸气源(如蒸发器)产生的蒸气流的特性的系统和方法。在一些实施例中，该系统和方法可涉及监测和控制由蒸气源产生的蒸气流，该蒸气流将在气相涂布室中以涂层形式沉积到基材上，使得蒸气源中的蒸气产生速率(如蒸发速率)与气相涂布室中的蒸气沉积速率不相关。这样，本发明的系统和方法可解决变化的蒸气生成速率所导致的蒸气流扰动，从而使得能够对蒸气沉积速率和涂层厚度进行精确控制。

[0013] 如本说明书和所附实施例中所用，单数形式“一(a、an)”和“所述”包括多个指代物，除非该内容明确地另外指明。

[0014] 如本说明书和所附实施例中所用，术语“或”的含义一般来讲包括“和/或”的含义，除非该内容明确地另外指明。

[0015] 如本说明书所用，由端点表述的数值范围包括归入该范围内的所有数值(例如1至5包括1、1.5、2、2.75、3、3.8、4和5)。

[0016] 除非另外指明，否则在所有情况下，本说明书和实施例中所使用的所有表达数量或成分、性质测量等的数值均应理解成由术语“约”所修饰。因此，除非有相反的指示，否则上述说明书和所附实施例列表中所述的数值参数可以根据本领域技术人员利用本发明的教导内容寻求获得的所需性质而有所变化。在最低程度上，每一个数值参数并不旨在限制等同原则在受权利要求书保护的实施例的保护范围上的应用，至少应该根据所报告的数值的有效数位和通过惯常的四舍五入法来解释每一个数值参数。

[0017] 现在将具体参照附图描述本发明的各种示例性实施例。本发明的示例性实施例可以在不脱离本发明的实质和范围的情况下进行多种修改和更改。因此，应当理解，本发明的实施例不应限于以下所述的示例性实施例，但应受权利要求书及其任何等同物中示出的限制的控制。

[0018] 图1示出根据本发明的一些实施例的用于处理蒸气的系统2的示意图。该系统可包括经由流体通道6流体地联接到第一真空室8和第二真空室12的蒸气源4。流体通道6可包括出口导管6a、蒸气旁路导管6b、和蒸气进料导管6c。压力传感器14可操作地联接到流体通道6。蒸气旁路控制阀16和蒸气进料控制阀18可分别设置在蒸气旁路导管6b和蒸气进料导管6c中。该系统还可包括控制器22，其操作地联接到压力传感器14以及旁路蒸气控制阀16和进料蒸气控制阀18中的任一者或两者。

[0019] 在一些实施例中，蒸气源4可被配置成能够蒸发液体的任何装置。合适的蒸气源可包括例如热浴槽、起泡器、喷雾器、旋风蒸发器、超声蒸发器、刮膜蒸发器、轧膜蒸发器、旋转盘式蒸发器、旋转蒸发器、多孔烧结蒸发器、管式蒸发器等。在多个实施例中，蒸气源4可包

括全文以引用方式并入本文中的以下专利和公开中所描述的蒸气源中的一种或多种:美国公开No.2008/0108180(Charles等人);美国公开No.2008/0292810(Anderson等人);美国专利No.7,300,538(Lemme等人);美国专利No.6,245,150(Lyons等人);美国专利No.4,954,371(Yializis等人);美国专利No.5,653,813(Benzing等人);美国专利No.5,595,603(Klinedinst等人);美国专利No.5,536,323(Kirlin等人);美国专利No.5,431,736(Boer等人);美国专利No.5,356,451(Cain等人);美国专利No.5,558,687(Cain等人);美国专利No.5,951,923(Horie等人);美国公开No.2008/0017110(Kim等人);美国公开No.2007/0120275(Liu等人);美国专利No.6,089,548(Plitzner等人);美国专利No.6,157,774(Komino等人);美国专利No.6,958,107(Clarke等人);美国专利No.6,409,839(Sun等人);和美国专利No.6,488,985(Honda等人)。虽然关于单一蒸气源4本发明进行了描述,但应理解可利用任何数量的附加蒸气源。例如,多个蒸气源4可用于其中需要蒸气混合物并且单一蒸气源中蒸气混合物的两种或更多种组分的蒸发较为困难或不能实行(例如由于变化的蒸气压曲线、液态组分的不可混容性或液态组分的不良反应)的实施例中。

[0020] 在示例性实施例中,由蒸气源4供给的蒸气可包括单体、低聚物、树脂、蜡、溶剂、有机化合物、有机金属化合物、金属化合物、生物活性物质、以及它们的组合。用于蒸发的其它合适物质包括但不限于环氧树脂、乙烯基醚、(甲基)丙烯酸酯、含氟聚合物、含苯乙烯聚合物、乙炔、聚酰胺、丙烯酰胺、聚对二甲苯、蜡、氟聚醚、聚胺、二烯丙基二苯基硅烷、金属醇盐、烷基金属、硅氧烷、油、染料、蛋白质、肽、多肽、脂质、碳水化合物、酶、核酸、多核苷酸、药物、药物代谢物、以及它们的组合。

[0021] 在多个实施例中,由蒸气源4供给的蒸气(和/或作为输入物供给至蒸气源4的液体或固体)可包括一种或多种添加剂以影响蒸气的处理和/或由蒸气形成的冷凝或沉积物质的性质和性能,如本领域中所知。例如,可并入一种或多种添加剂以降低表面张力、降低粘度、抑制热诱导反应(诸如聚合反应)、抑制氧化反应、或它们的组合。为了在由蒸气源4供给的蒸气形成的冷凝或沉积物质中赋予所需性质,可并入一种或多种添加剂以吸收辐射(如UV、可见波长、IR和微波能)和/或引发反应(如光引发剂、热引发剂等)。其它添加剂可包括着色剂、交联剂或本领域中已知的其它物质。

[0022] 在一些实施例中,一种或多种反应性的和/或非反应性气体与由蒸气源4生成的蒸气的组合可适用。就这一点而言,系统2可包括被配置成向蒸气源4和/或流动通道6提供气体流的气体源24。合适的惰性气体可包括氮气、氩气、氦气、氖气、以及它们的组合。合适的反应性气体可包括氧气、臭氧、一氧化二氮、氢气、硫化氢、四氟化碳、甲烷、氨气、以及它们的组合。

[0023] 在多个实施例中,蒸气源4(和任选的气体源24)可流体地联接到流体通道6。流体通道6可包括出口导管6a,该出口导管6a在第一端上流体地联接到蒸气源4,并且在第二端上分枝以将来自出口导管6a的料流分到蒸气旁路导管6b和蒸气进料导管6c中。蒸气旁路导管6b可端接在第一真空室8的流体耦接头中。蒸气进料导管6c可端接在第二真空室12的流体耦接头中。

[0024] 在一些实施例中,一个或多个压力传感器可与流体通道6可操作地相关联。压力传感器可设置和被配置成感测通过流体通道6运送的流体的压力。例如,系统2可包括设置为感测通过出口导管6a运送的流体的压力的压力传感器14。另外,作为另外一种选择,系统可

包括压力传感器，该压力传感器设置在蒸气旁路导管6b和进料导管6c中的任一者或两者中，例如，分别在蒸气旁路控制阀16和蒸气进料控制阀18的下游。

[0025] 在一些实施例中，蒸气旁路控制阀16和蒸气进料控制阀18可分别设置在蒸气旁路导管6b和蒸气进料导管6c中。通常，阀16、18可被配置成能够完全或部分打开或关闭使得从其中通过的流体流的多个性质(如速率、压力)之一可进行调节的任何装置。阀打开/关闭的程度(在本文中称为阀的“位置”)可手动或自动调节，例如响应于从控制器22接收的信号。可使用机械系统、电气系统、液压式系统或气动式系统或它们的组合来进行阀16、18的位置的调节。在一个实施例中，阀16、18可基本上类似。例如，阀16、18中的每个可被配置成使得它们各自的阀位置可在完全打开和完全关闭位置之间连续可调(在下文中，“连续可调控制阀”)。在另一个实施例中，阀16、18可具有不同的构造。例如，旁路控制阀16可为连续可调控制阀，进料控制阀18可被配置成基本打开/关闭的阀。在另一个实施例中，系统2可仅包括旁路控制阀16(即，可省略进料控制阀18)。

[0026] 在多个实施例中，一个或多个加热元件(未示出)可与流动通道6的任何或全部部件(包括旁路和进料控制阀16、18)可操作地相关联。可利用加热元件来(例如)将导管6a、6b和6c和/或阀16、18的温度保持在高于从其中运输的蒸气的冷凝点的温度，从而防止导管6a、6b和6c和/或阀16、18的壁上的蒸气冷凝。

[0027] 在一些实施例中，系统2可包括控制器22，控制器22操作地联接到系统2的一个或多个部件使得可监测和/或控制流体通道6内的流体流的一种或多种特性。通常，控制器22可被配置成一个或多个处理装置(如通用计算机、可编逻辑控制器、它们的组合)，这些装置上存储有用于监测系统变量和致使系统2的部件执行指定功能的指令。例如，为响应从系统2的一个或多个部件(如传感器)接收的信号，控制器22可设置有指令以选择性地启动系统2的一个或多个部件(如阀)以实现/保持流体通道6内的所需工艺条件(如流速、压力设定值)。

[0028] 在多个实施例中，如图1所示，控制器22可操作地联接到压力传感器14、旁路控制阀16和进料控制阀18的任何或全部。在此实施例中，控制器22可设置有指令以(例如)接收来自压力传感器14的关于流体通道6内的流体压力的信号，将测得的压力与预定压力设定值进行比较，并选择性地启动旁路控制阀16和进料控制阀18中的任一者或两者(如设置/更改阀位置)，使得实现/保持压力设定值。这样，系统2可被配置成精确控制系统压力和流速，例如进入第一真空室8和/或第二真空室12的蒸气的压力和流速。因此，如下文将进一步地详述，系统2还可被配置成补偿由蒸气源4供给的蒸气的速率中的任何间断或扰动。

[0029] 在多个实施例中，第一真空室8可包括被配置成在真空条件下冷凝和收集蒸气流的任何装置。就这一点而言，第一真空室8可在足以冷凝从蒸气源4运输至第一真空室8的蒸气流的任何或全部组分的温度和压力下操作。为了实现真空压力，第一真空室8可操作地联接到一个或多个真空源，例如真空泵26。在一个实施例中，第一真空室8可包括冷凝器，该冷凝器具有设置在其中以用于收集冷凝蒸气的收集器。

[0030] 在示例性实施例中，第二真空室12可包括被配置成在真空条件下冷凝通过进料导管6c引入室12中的蒸气流的至少一部分的任何装置。为了实现真空压力，第二真空室12可操作地联接到一个或多个真空源，例如真空泵28。

[0031] 在一个实施例中，第二真空室12可包括冷凝室(如真空蒸馏室)，该冷凝室包括用

于收集冷凝蒸气的收集器和任选的用于释放未冷凝蒸气的出口。在此类实施例中，第二真空室12可在使得真空室12内的压力等于或高于从进料蒸气导管6c运输至真空室12的蒸气混合物的一种或多种组分的蒸气压的条件(例如温度和压力)下操作。这样，可从蒸气混合物中冷凝出蒸气混合物的一种或多种组分并收集在收集器中。在另外的实施例中，第二真空室12的条件(如温度和压力)可不同于第一真空室8的条件。这样，经由流体通道6运输至真空室12的蒸气混合物的一种或多种第一组分可冷凝并收集在真空室12中，并且与第一组分不同的一种或多种第二组分可冷凝并收集在第一真空室8中。

[0032] 在另一个实施例中，并且如图1中所示，第二真空室12可包括用于将蒸气流的至少一部分沉积到基材上的蒸气涂布机。通常，可用于本发明的系统2的蒸气涂布机可包括旋转工艺筒和多个辊，这些辊被配置成展开基材(如物质的滚压幅材)，使展开的基材在工艺筒的表面上通过，然后重新卷绕基材。可用的蒸气涂布机还可包括蒸气喷嘴，该蒸气喷嘴与蒸气源流体连通，被配置成当基材在工艺筒的表面上通过时将蒸气沉积(如通过冷凝、CVD反应、等离子体沉积)到基材的表面上。

[0033] 如图1中所示，在一个实施例中，用于系统2中的蒸气涂布机可包括被配置成绕着可旋转工艺筒36导向基材34的第一辊32和被配置成重新卷绕基材的第二辊38。蒸气涂布机还可包括邻近可旋转工艺筒36的表面43设置的一个或多个蒸气喷嘴42。蒸气喷嘴42可被配置成当基材34从工艺筒36的上方通过时将蒸气沉积/冷凝到基材34的表面上。就这一点而言，蒸气喷嘴42可流体地联接到流体通道6，具体地联接到蒸气进料导管6c。可旋转工艺筒36可设置有热传递流体循环，使得至少表面43的温度受到控制，从而促进冷凝、反应和/或蒸气到基材34上的其它沉积形式。

[0034] 在一些实施例中，蒸气涂布机还可包括一个或多个固化源44。固化源44可设置在蒸气涂布机内，使得在蒸气沉积/冷凝后，基材34可暴露于从固化源44递送的处理。可用于本发明的系统的固化源44包括例如以下的一种或多种：热源、紫外线辐射源、电子束辐射源和等离子体辐射源。

[0035] 在多个实施例中，除了所述一种或多种气相涂布工艺之外，蒸气涂布机还可包括其他沉积工艺。例如，可在一个或多个蒸气沉积步骤之前或之后进行溅射，以沉积诸如(例如)金属、金属氧化物、金属氮化物和陶瓷的层。适于通过溅射沉积的金属包括例如铝、镍、银、铬、铜、以及它们的组合。适于通过溅射沉积的金属氧化物包括例如氧化铝、氧化镁、二氧化硅、氧化锆、和二氧化钛。

[0036] 用于本文所述的蒸气涂布机的合适的基材34包括能够滚筒式处理的柔性物质，例如纸张、聚合物物质、金属箔、以及它们的组合。合适的聚合物型基材包括各种聚烯烃例如聚丙烯、各种聚酯(例如聚对苯二甲酸乙二醇酯、芴聚酯)、聚甲基丙烯酸甲酯和其他聚合物如聚萘二甲酸乙二醇酯、聚醚砜、聚酯碳酸酯、聚醚酰亚胺、聚芳酯、聚酰亚胺、乙烯基、醋酸纤维素和含氟聚合物。

[0037] 在可供选择的实施例中，基材34为离散部件而非连续的膜卷。在涂布过程中，离散部件可移动通过蒸气喷嘴42，或离散部件可为静止的。合适的离散基材包括硅片、电子器件或光学器件、玻璃、金属和塑性部件。

[0038] 本发明还涉及用于处理蒸气，诸如(例如)监测和控制由蒸气源产生的蒸气流的方法。用于处理蒸气的方法可使用图1的系统进行。

[0039] 在一些实施例中，本发明的方法可包括在正常操作期间将蒸气以初始蒸气流速从蒸气源4排放到出口导管6a中。蒸气的初始流速可基本上等于蒸气源4的当前蒸气产生速率（如由蒸气源4产生的蒸气可排至出口导管6a）。然后可通过出口导管6a将蒸气流以初始速率朝向蒸气旁路控制阀16和进料控制阀18运送。控制器22通过其与一个或多个压力传感器（如压力传感器14）的联接可监测位于流体通道6内某个位置处的蒸气压力。旁路控制阀16和进料控制阀18的位置可为使得流体通道6内的初始蒸气流速、压力处于预定压力设定值。假设旁路控制阀16和进料控制阀18的位置保持（并且恒温）处于初始蒸气流速，则压力设定值可保持在流体通道6内。此外，通过流体通道6（包括蒸气旁路导管6b和蒸气进料导管6c）的蒸气流速可基本上保持在初始值。

[0040] 蒸气源4的蒸气产生速率可波动，从而导致出口导管6a，并且进而导致旁路导管6b和进料导管6c内的蒸气流速和压力瞬时升高/降低。控制器22可通过例如从压力传感器14接收的信号而检测到蒸气流动状态中的这种变化。在检测到流动状态的变化时，控制器22可向旁路控制阀16和进料控制阀18中的任一者或两者传递指令以改变它们各自位置。具体地讲，控制器22可对旁路控制阀16和进料控制阀18中的任一者或两者的位置进行调节，使得尽管由蒸气源4供给的蒸气流在变化，但通过进料导管6c的蒸气的压力和流速得以保持（因此通过旁路导管6b的蒸气的压力和流速发生变化）。这可由控制器22例如通过以下方式来实现：调节旁路控制阀16和进料控制阀18中的任一者或两者的位置，使得流动系统6内某个位置处的蒸气压力保持在预定压力设置点。这样，本发明的系统和方法可允许对通过旁路导管6b和进料导管6c的蒸气的压力和流速进行精确控制。

[0041] 在一些实施例中，控制器22可仅通过调节旁路控制阀16的位置（并因此将进料控制阀18保持在固定位置）来控制通过流体通道6，特别是通过旁路蒸气和进料蒸气导管6b、6c的蒸气的量和压力。在此类实施例中，当控制器22检测到蒸气流动状态的变化时，控制器22可调节旁路控制阀16的位置，使得通过进料蒸气导管6c的蒸气的流速和压力得以保持。这可由控制器22例如通过以下方式来实现：调节旁路控制阀16的位置，使得流动系统6内某个位置处的蒸气流的压力（如出口导管6a中的压力）保持在预定压力设置点。在其中仅通过调节旁路控制阀16来控制蒸气流的实施例中，进料控制阀18可被配置成通/断阀或可省略。

[0042] 在其中第二真空室12为蒸气涂布机的实施例中，本发明的方法还包括将从进料导管6c运送到真空室12中的蒸气的至少一部分沉积到基材上。再次参考图1，该方法可包括将基材34从第一辊32展开并到达工艺筒36的表面43上，使得基材34与筒表面43紧密接触。当工艺筒36旋转时，基材32可移动通过蒸气喷嘴42。蒸气喷嘴42可将通过进料导管6c以精确控制的压力和流速供给的蒸气投射到基材34上，基材可在这里通过例如冷凝、CVD反应或等离子体沉积进行沉积。当工艺筒36进一步旋转时，沉积在基材34上的冷凝流体可移动通过固化源44，该固化源可施加固化处理以在基材上形成固化涂层。涂布基材然后可重新卷绕在第二辊38上。

[0043] 利用以上概述的本发明的蒸气监测和控制方法，在进料导管6c中运送的蒸气的流速和压力，和从而到基材34上的沉积速率可得以精确控制，而与由蒸气源4供给的蒸气的波动或扰动无关。因此，蒸气可沉积到基材34上，其在基材34的整个长度上具有极小的厚度变化。此外，通过将旁路导管6b组装到流体通道6中，可在蒸气源4的启动期和停止期过程中省略朝向蒸气涂布机的蒸气流，从而减少启动期和停止期过程中基材的浪费量。

[0044] 在其中第二真空室12为冷凝室的实施例中，本发明的方法还包括冷凝从进料导管6c运送到真空室12中的蒸气的至少一部分。例如，该方法可包括在高于从蒸气进料导管6c运送的蒸气的任何或全部组分的蒸气压的压力下操作冷凝室，冷凝蒸气的至少一部分以及将冷凝蒸气收集在收集器中。

[0045] 在一些实施例中，本发明的蒸气处理系统和方法可在流体通道6内的压力低达1000毫托、100毫托、1毫托、0.1毫托或甚至低达0.001毫托的压力下进行。流体通道6内的压力可高达1托、10托、100托、500托或甚至高达760托。

[0046] 在多个实施例中，本发明的蒸气处理系统和方法在低达1g/min、0.1g/min或甚至低达0.001g/min的蒸气流速下进行。蒸气流速可高达100g/min、1kg/min或甚至高达50kg/min。在一个实施例中，蒸气流速的范围为1-50g/min。

[0047] 在其中第二真空室12包括蒸气涂布机的实施例中，本发明的系统和方法可在低达10、1或甚至低达0.1英尺/分钟(3.0、0.3或0.03m/min.)的基材线速度下运行。基材线速度可高达10、100或甚至高达2000英尺/分钟(3.0、30.5或609.6m/min.)。在一个实施例中，基材线速度的范围为10-300英尺/分钟(3.0-304.8m/min.)。

[0048] 在其中第二真空室12包括蒸气涂布机的实施例中，本发明的系统和方法可实现低达100、10或甚至低达0.1nm的涂层厚度。涂层厚度可高达1、25或甚至高达50μm。在一个实施例中，涂层厚度的范围可为0.1-10,000nm、1-5000nm或10-1000nm。

[0049] 如此前所讨论，本发明的系统和方法允许精确控制进入第二真空室12的蒸气的压力和流速，并因此在其中第二真空室12包括蒸气涂布机的实施例中，允许精确控制蒸气到基材上的沉积速率。对沉积速率的此类精确控制又允许在基材的整个长度(即，基材的纵向维度)上具有极小厚度变化的涂层的沉积。在一些实施例中，本发明的系统和方法可在长度高达10、1000或甚至高达10,000英尺的整个基材长度上产生涂层厚度变化小于20%、5%或甚至小于1%的基材。

[0050] 本发明的系统和方法可用于制备针对以下应用的单层或多层膜，例如光学膜(反射器、防反射、吸收器、滤色器、光变过滤器、光学滤光器、光干涉滤波器、红外反射器)、EMI(电磁干扰)滤波器、脱模涂层、透明导电膜、电容器、传感器、热密封包装和显示膜。此类膜的至少一些的例子描述于以下全文以引用方式并入本文中的专利和公开中：美国专利No.5,018,048(Shaw等人)；美国专利No.5,811,183(Shaw等人)；美国专利No.5,877,895(Shaw等人)；美国专利No.6,172,810(Fleming等人)；美国专利No.6,815,043(Fleming等人)；美国专利No.6,818,291(Funkenbusch等人)；美国专利No.6,929,864(Fleming等人)；美国专利No.6,357,880(Epstein等人)；2005/0037218(Lottes等人)；美国专利No.7,449,146(Rakow等人)；美国公开No.2006/0078700(Blestos等人)和2003/0124392(Bright)。

[0051] 本发明的系统和方法还可用于制备涂布基材，该基材在与附加的(例如)金属或金属氧化物的层结合时限制诸如氧蒸气和水蒸气的气体的渗透。此类阻挡膜和用于制备这些阻挡膜的方法可参见例如以下全文以引用方式并入本文中的专利和公开中：美国专利No.5,440,446(Shaw等人)；美国专利No.5,725,909(Shaw等人)；美国专利No.6,231,939(Shaw等人)；美国专利No.6,420,003(Shaw等人)；美国专利No.4,647,818(Ham)；美国专利No.4,696,719(Bischoff)；美国专利No.4,842,893(Yializis等人)；美国专利No.4,954,371(Yializis)；美国专利No.5,032,461(Shaw等人)；美国公开2002/0022156(Bright)、美

国专利No.7,018,713(Padiyath等人)、美国公开2004/0202708(Roehrig等人)和美国公开2005/0037218(Lottes等人)。此类耐湿和耐氧的阻挡膜可用于制备多种产品,例如用作食品和药物的包装,以及用来保护对环境敏感的电子器件。暴露在环境的水分和氧气中会退化的电子器件通常采用玻璃罩住器件的方法防止外露。尤其是可用于阻挡膜,所述阻挡膜用本文所公开的工艺制造,包括保护电子显示器和标志器件,例如液晶显示器(LCD)、发光二极管(LED)、有机发光二极管(OLED)、发光聚合物(LEP)、电致变色的、电泳的墨水、无机的电致发光器件、磷光器件等。至少部分通过本发明的系统和方法制备的阻挡膜的其他可用的应用包括太阳能电池、光伏、微电子、有机微电子器件(OMED)、纳米装置和纳米结构的保护。此类阻挡膜的其他可用的应用还包括生物活性器件,例如在生物活性物质的分析测量中使用的器件、用于分析或分离的生物活性微电子器件。除了提供对环境中水分和氧气的阻挡外,阻挡膜还可是柔性的,使得可用于生产柔性显示器、电子器件和生物活性器件。

[0052] 实例

[0053] 将参照下面的详细实例进一步描述本发明的操作。这些实例提供成进一步说明各种具体的和优选的实施例和技术。然而,应当理解,可以在不脱离本发明范围的前提下进行多种变型和修改。

[0054] 实例1-5

[0055] 将双官能丙烯酸酯单体的涂层前体溶液(得自沙多玛(Sartomer)的SR833S)和250ppm的聚合抑制剂(如美国公开2010/0168434中概述,该公开的全文以引用方式并入本文中)汽化并以12.5英寸(318mm)的涂布宽度涂布到基材(2密耳(51μm)PET、14英寸(356mm)宽)上,如下。

[0056] 将涂层前体溶液置于温度受控的供给槽中并预热至100℃的温度。使用液流控制器将涂层前体溶液以8.0mL/min的速率从供给槽进料至蒸气源,如本发明中所概述(据信,蒸气源的类型对涂布性能无显著的影响)。将蒸气源排至流体导管,该流体导管将蒸气流分入2个通道中:连接到冷凝器的旁路导管(在-10℃下操作)和连接到蒸气涂布机的蒸气喷嘴的进料导管(被配置成类似于关于本发明的图1所述的蒸气涂布机)。蒸气控制阀(带有FieldVUE DCV2000数值控制器的Baumann81000Mikroseal控制阀,得自艾默生过程管理公司(Emerson Process Management))设置在旁路导管中,并且截流阀设置在进料导管中。将流体导管(包括旁路和进料导管)、截流阀和蒸气控制阀加热至181℃。使用MKS Baratron电容式压力计测量流体导管(旁路和进料导管的上游)中的蒸气流的压力。压力计向蒸气控制阀中提供反馈以用于过程控制。

[0057] 将涂层前体从喷嘴排放到以恒定线速度(16英尺/分钟(4.9m/min.))移动的基材上。工艺筒温度保持在0℃。随后使基材在以9.0kV和4.0mA操作的电子束下通过以实现固化。使用蒸气控制阀控制涂层厚度以调节流体导管中的蒸气压力。对蒸气控制阀进行编程以保持流体导管中的压力设定值,并按照表1中所列选择不同的压力设定值。使用在线光学分光光度计在下游位置处测量涂层和基材的透射和反射。根据使用分光光度计测量的在横跨400至850nm的光谱范围内的干扰峰最大值和最小值的位置来确定厚度。

[0058] 表1:蒸气压和涂层厚度

[0059]

实例	压力设置点(毫托)	平均涂层厚度(nm)

1	80	592
2	90	722
3	100	842
4	110	967
5	93	735

[0060] 图2示出在实例1-5中观察到的平均涂层厚度相对于压力设置点的图线。观察蒸气压与涂层厚度之间的线性关系：

[0061] 厚度(微米)=0.0125*(蒸气压)-0.4118(R2=0.9959)

[0062] 实例6

[0063] 如实例1-5，将双官能丙烯酸酯单体的涂层前体溶液(SR833S)和250ppm的聚合抑制剂汽化并且以12.5英寸(318mm)的涂布宽度涂布到基材(2密耳(51μm)PET、14-英寸(356mm)宽)上，不同的是：将4重量%的N-正丁基-氮杂-2,2-二甲氧基硅代环戊烷(Gelest)添加到前体制剂中；电子束在7.0kV和3.0mA下操作；并且操作蒸气控制阀以将压力保持在95毫托。

[0064] 图3为在实例6中观察到的作为纵向或幅材纵向方向上的基材幅材位置的函数的蒸气压和所测涂布厚度两者的图线。平均厚度为771nm，标准偏差为14.8nm。变化系数(COV)为0.019，显著小于进入蒸气源的液体流速的COV(液体流速平均值为7.90mL/min、标准偏差为0.334mL/min、COV为0.042)。这表明相对于流体的输入流速的变化，蒸气控制阀显著减小了涂层厚度的变化。

[0065] 本发明的其他实施例在所附权利要求书的范围之内。

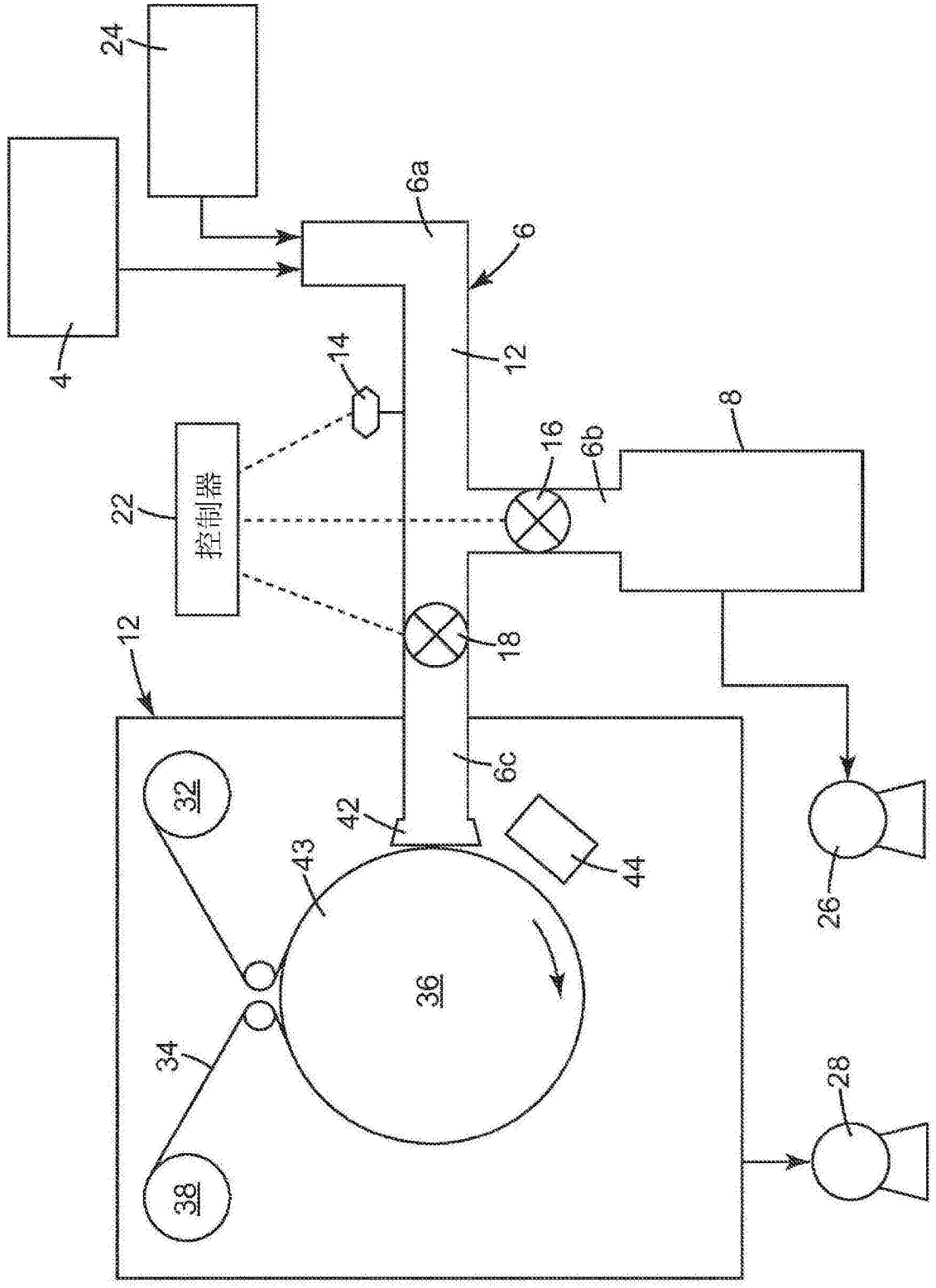


图1

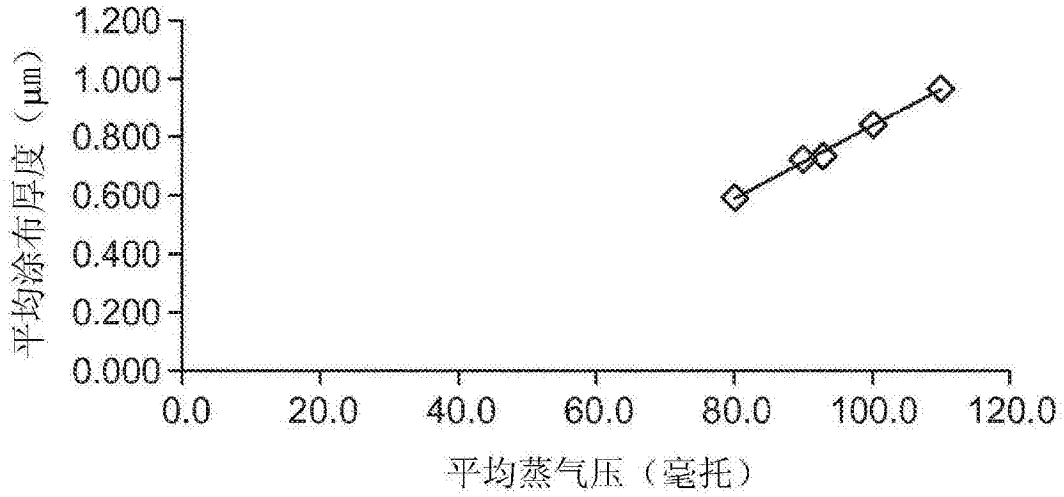

1.200
1.000
0.800
0.600
0.400
0.200
0.000
平均涂布厚度（μm）
0.0
20.0
40.0
60.0
80.0
100.0
120.0
平均蒸气压（毫托）

图2

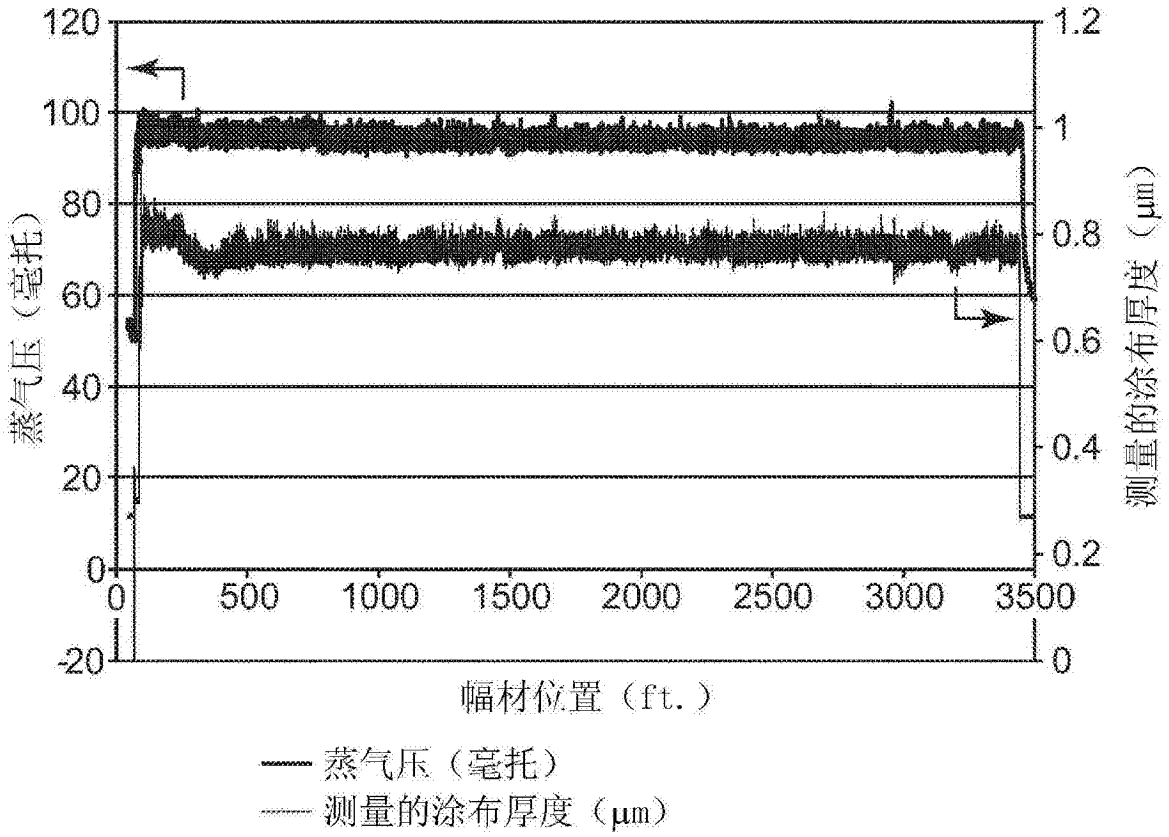

120
100
80
60
40
20
0
-20
蒸气压（毫托）
1.2
1
0.8
0.6
0.4
0.2
0
测量的涂布厚度（μm）
0
500
1000
1500
2000
2500
3000
3500
幅材位置（ft.）
蒸气压（毫托）
测量的涂布厚度（μm）

图3