

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号

特許第7085481号

(P7085481)

(45)発行日 令和4年6月16日(2022.6.16)

(24)登録日 令和4年6月8日(2022.6.8)

(51)国際特許分類

F I

C 0 3 C 17/34 (2006.01)

C 0 3 C 17/34

Z

C 0 3 B 35/12 (2006.01)

C 0 3 B 35/12

B 6 5 D 23/08 (2006.01)

B 6 5 D 23/08

A

請求項の数 13 (全14頁)

(21)出願番号	特願2018-534642(P2018-534642)	(73)特許権者	591229107
(86)(22)出願日	平成28年12月29日(2016.12.29)		ビルキントン グループ リミテッド
(65)公表番号	特表2019-505469(P2019-505469 A)		イギリス国 ランカシャー エル4 0 5
(43)公表日	平成31年2月28日(2019.2.28)		ユーエフ ニアー オームスカーク レイ
(86)国際出願番号	PCT/GB2016/054085		ソム ホールレーン ヨーロピアン テク
(87)国際公開番号	WO2017/115086	(74)代理人	ニカル センター
(87)国際公開日	平成29年7月6日(2017.7.6)		100147485
審査請求日	令和1年12月25日(2019.12.25)	(74)代理人	弁理士 杉村 憲司
(31)優先権主張番号	1523156.6		230118913
(32)優先日	平成27年12月31日(2015.12.31)	(74)代理人	弁護士 杉村 光嗣
(33)優先権主張国・地域又は機関	英国(GB)	(74)代理人	100195556
			弁理士 柿沼 公二
		(72)発明者	ケビン デイビッド サンダーソン
			イギリス国 ダブリューエヌ8 0 ビーキ
			ュー ランカシャー スケルマーズデール
			最終頁に続く

(54)【発明の名称】 高強度ガラス容器

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】

ガラス容器の内圧耐性を増加させる方法であって、
 酸化ケイ素の前駆体と、第1のキャリアガスとを含む第1の混合物を前記容器の表面に方向付け、それにより前記ガラス上に酸化ケイ素を含む層を堆積させるステップと、
 酸化スズ(IV)の1つ以上の前駆体と、前記第1のキャリアガスと同じかまたは異なってもよい第2のキャリアガスとを含む第2の混合物を前記容器の前記表面に方向付け、それにより前記酸化ケイ素上に酸化スズ(IV)を含む層を堆積させるステップと、を含み、
 酸化ケイ素の前駆体と第1のキャリアガスとを含む前記第1の混合物が、
 物品がトンネルに進入する上流端から物品が前記トンネルを退出する下流端へコンベヤベルトが前記ガラス容器を輸送するように、前記コンベヤベルト上に前記トンネルを配置することであって、
 前記トンネルが、上部ならびに第1及び第2の側壁と、
 ガスのジェットを送達するための、少なくとも1つの側壁上に配置されたノズルの直線アレイであって、ジェットが、物品が前記トンネルを通して運搬される経路を横断する、ノズルの直線アレイと、
 側壁上に配置された少なくとも一対の排気孔であって、前記排気孔のそれぞれが前記ノズルのそれぞれよりも前記下流端の近くに位置する、排気孔と、
 負圧を前記排気孔に加える手段と、を有する、前記トンネルを配置することと、
 加熱可能な管を含む蒸発器をさらに設けることと、

前記蒸発器を通してキャリアガス流を前記ノズルのうちの1つ以上へ方向付けることと、
前記二酸化ケイ素の前駆体を前記蒸発器内の前記キャリアガス流に導入することと、
前記キャリアガス流が前記蒸発器を通過した後、かつ前記キャリアガス流が前記1つ以上のノズルに到達する前に、前記キャリアガス流に希釈ガスを導入することと、
によって前記容器の前記表面に方向付けられる、方法。

【請求項2】

前記容器に、450 ~ 650 の温度が与えられる、請求項1に記載の方法。

【請求項3】

ガラス容器の連続製造プロセスに組み込まれ、450 ~ 650 の前記温度が、前記ガラス容器の鑄造からの余熱によって与えられる、請求項1または2に記載の方法。

10

【請求項4】

前記二酸化ケイ素の前駆体が、ジ - t e r t - ブトキシ - ジ - アセトキシシランを含む、請求項1、2または3に記載の方法。

【請求項5】

酸化スズ (I V) の前記1つ以上の前駆体が、モノブチル三塩化スズを含む、請求項1 ~ 4 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項6】

前記第1及び第2のキャリアガスのうちの少なくとも1つが、窒素を含む、請求項1 ~ 5 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項7】

前記酸化ケイ素及び酸化スズ (i i) が、30 ~ 60 コーティング厚さ単位 (C T U) の総厚に堆積される、請求項1 ~ 6 のいずれか一項に記載の方法。

20

【請求項8】

前記ジ - t e r t - ブトキシ - ジ - アセトキシシランが、5 ~ 30 c c / 分、好ましくは20 ~ 30 c c / 分の速度で前記蒸発器に導入される、請求項4に記載の方法。

【請求項9】

前記キャリアガスが、5 ~ 30 s l m、好ましくは20 ~ 30 s l mの速度で前記蒸発器を介して方向付けられる、請求項1 ~ 8 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項10】

蒸発器が、190 ~ 225 、好ましくは195 ~ 220 の温度に加熱される、請求項1 ~ 9 のいずれか一項に記載の方法。

30

【請求項11】

前記希釈ガスが、30 ~ 60 s l m、好ましくは35 ~ 55 s l mの速度で添加される、請求項1 ~ 10 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項12】

80 ~ 120 P a、より好ましくは90 ~ 120 P aの抽出圧力が、前記少なくとも一対の排気孔に加えられる、請求項1 ~ 11 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項13】

前記キャリアガス及び前記希釈ガスのうちの1つまたは両方が、窒素を含む、請求項1 ~ 12 のいずれか一項に記載の方法。

40

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、ガラス容器の強度及び耐久性、特に、内圧に耐える能力を増加させるための方法に関する。本発明はまた、本方法によって製造されるガラス容器にも関する。

【背景技術】

【0002】

多数の用途で、ガラス容器は、加圧された内容物を保持することが必要とされる。例えば、ガラス瓶は、ビールまたは炭化飲料用の好ましい貯蔵及び移動容器であり、外側に比べ内部にかかる、顕著に高い圧力に耐えることができない。このより高い内圧

50

に耐える瓶の能力は、その「破裂強度」と称される。

【 0 0 0 3 】

一方、ガラスは、かなり重い材料であり、そのため、より高価になり、かつ取扱い及び輸送により不便になる。ガラス容器の破裂強度は、その厚さに伴い増加するため、厚さを低減して重量を任意の低減する試みは、破裂強度の低下を招くであろう。厚さを増加させることによって破裂強度を改善するための任意の試みは、重量増加をもたらすであろう。

【 0 0 0 4 】

したがって、その厚さを増加させることなく、所与の厚さのガラス容器の破裂強度を増加させる任意の手段が特に有益であろう。

【 0 0 0 5 】

US 4 9 6 1 7 9 6 A は、好適なエネルギー放射線を施されるときに硬化するコーティング材料を適用することによって、ガラス容器の強度を改善する方法について記載している。

【 0 0 0 6 】

US 7 0 2 9 7 6 8 B 1 は、結合、焼結補助剤の使用の両方によって、表面に酸化チタン粒子が固定されている食品容器について記載している。容器がガラスで形成される場合、機械的強度の増加が観察される。

【 0 0 0 7 】

US 2 0 1 2 2 1 7 1 8 1 A 1 は、その外側の少なくとも一部分にわたってハイブリッドソル - ゲルコーティングを有するガラス容器について記載している。

【 0 0 0 8 】

US 9 0 9 0 5 0 3 B 2 は、アミノ官能性シランコーティング組成物をガラス容器の外面に適用することによってガラス容器を製造及びコーティングし、次に、シランコーティング組成物を硬化して、ガラス容器の外面に架橋されたシロキサンコーティングを形成する方法を開示している。

【 0 0 0 9 】

US 8 9 4 0 3 9 6 B 1 は、ガラス容器、及びガラス容器の外面上にグラフェン含有コーティングを形成し、ガラス容器の強度を増加させるためのプロセスを開示している。

【 0 0 1 0 】

現代の方法によるガラス瓶またはジャーの製造は周知である（例えば、“Glass Making Today” ; edited by P. J. Doyle ; Portcullis Press , ISBN 0 8 6 1 0 8 0 4 7 5 参照）。典型的には、ブランク成型は、ブランク鑄型の壁に対して、熔融ガラスのスラグまたは「ゴブ」を吹き付けるまたはプレスすることによって、まず形成される。そのように形成された「ブランク」は、「吹き付け」鑄型に移され、物品の最終形状は鑄型内部に吹き付けることによってここで形成される。このプロセスの変形は生じ得るが、現代の製造方法では、典型的には、成形されたガラス容器が、成形プロセスからの高い余熱を容器が保持したまま鑄型から出てくることになる。

【 0 0 1 1 】

化学蒸着（CVD）によって、製造中のガラス瓶に酸化スズ（IV）を堆積させる技法もまた、知られている。モノブチル三塩化スズは、熱い瓶の表面を対象とする好ましい前駆体であり、ここではそれが分解され、所望のコーティングが形成される。酸化スズ（IV）コーティングは、後続の保護ポリマー層の改善された接着を含む多数の利点をもたらす。

【発明の概要】

【 0 0 1 2 】

本発明によると、内圧に対するガラス容器の耐性を増加させる方法は、本明細書に添付の請求項 1 に記載のステップを含む。

【 0 0 1 3 】

好ましい実施形態では、容器に、450 ~ 650 の温度が与えられる。より好ましくは、この温度は、ガラス容器の鑄造からの余熱によって提供される。

【 0 0 1 4 】

10

20

30

40

50

好ましくは、二酸化ケイ素の前駆体は、ジ - t e r t - ブトキシ - ジ - アセトキシシランを含む。

【 0 0 1 5 】

好ましくは、酸化スズ (I V) の 1 つ以上の前駆体は、モノブチルスズ三塩化物を含む。

【 0 0 1 6 】

好ましくは、第 1 及び第 2 のキャリアガスのうちの少なくとも 1 つは、窒素を含む。

【 0 0 1 7 】

好ましくは、酸化ケイ素及び酸化スズ (i i) は、30 ~ 60 コーティング厚さ単位 (C T U) の総厚に堆積される。

【 0 0 1 8 】

好ましくは、酸化ケイ素の前駆体と第 1 のキャリアガスとを含む第 1 の混合物は、物品がトンネルに進入する上流端から物品がトンネルを退出する下流端へコンベヤベルトがガラス容器を輸送するようにコンベヤベルト上にトンネルを配置することであって、トンネルが、上部ならびに第 1 及び第 2 の側壁と、

ガスのジェットを送達するための、少なくとも 1 つの側壁上に配置されたノズルの直線アレイであって、ジェットが、物品がトンネルを通して運搬される経路を横断する、ノズルの直線アレイと、

側壁上に配置された少なくとも 1 つの排気孔であって、排気孔がノズルの直線アレイよりも下流端の近くに位置する、排気孔と、

負圧を排気孔に加える手段と、を有する、配置することと、

加熱可能な管を含む蒸発器をさらに設けることと、

蒸発器を通してキャリアガス流をノズルのうちの 1 つ以上へ方向付けることと、

二酸化ケイ素の前駆体を蒸発器内のキャリアガス流に導入することと、キャリアガスが蒸発器を通過した後、かつキャリアガスが 1 つ以上のノズルに到達する前に、キャリアガス流に希釈ガスを導入することと、によって、容器表面に方向付けられる。

【 0 0 1 9 】

好ましくは、二酸化ケイ素の前駆体は、ジ - t e r t - ブトキシ - ジ - アセトキシシランを含む。

【 0 0 2 0 】

好ましくは、ジ - t e r t - ブトキシ - ジ - アセトキシシランは、5 ~ 30 c c / 分、より好ましくは 20 ~ 30 c c / 分の速度で蒸発器に導入される。

【 0 0 2 1 】

好ましくは、キャリアガスは、5 ~ 30 s l m、より好ましくは 20 ~ 30 s l m の速度で蒸発器を介して方向付けられる。

【 0 0 2 2 】

好ましくは、蒸発器は、190 ~ 225 、より好ましくは 195 ~ 220 の温度に加熱される。

【 0 0 2 3 】

好ましくは、希釈ガスは、30 ~ 60 s l m、より好ましくは 35 ~ 55 s l m の速度で添加される。

【 0 0 2 4 】

好ましくは、80 ~ 120 P a、より好ましくは 90 ~ 120 P a の抽出圧力が、少なくとも 1 つの排気孔に加えられる。

【 0 0 2 5 】

好ましくは、キャリアガス及び希釈ガスの一方または両方は窒素を含む。

【図面の簡単な説明】

【 0 0 2 6 】

本発明は、ここで、添付の図面を参照して、非限定的な例によって説明されるであろう。

【 0 0 2 7 】

【図 1】図 1 a ~ 1 d は、本発明の方法を実施するために使用され得る孔を示す。

10

20

30

40

50

【図 2】図 2 は、本発明の方法を実施するために使用され得る孔を示す。

【図 3】本発明に従ってコートされた瓶の位置であって、コーティング厚さを測定した位置を示す。

【0028】

本発明者らは、酸化スズ（IV）コーティングの堆積前に、容器表面上にシリカ層を含有することによって、コートされていない容器または酸化スズ（IV）コーティングのみでコートされた容器に対して、容器の破裂強度が顕著に改善することを示している。コーティングの耐性も改善され、「吹き出し」に対する SnO_2 コーティングの感受性、すなわちコーティングの小さな領域が基板から離脱することが低減される。

【実施例】

【0029】

実施例 1

酸化スズ（IV）層下のシリカ層のこれらの利点を示唆した初期実験データに続き、一連の作業を行って、ガラス瓶を製造するための連続プロセス中に CVD によってガラス瓶上にこれらのコーティングを堆積させるための、及びそのように製造された瓶を評価するための方法を開発した。

【0030】

シリカ層の堆積

瓶がブランクから出てきた直後であり、瓶が鑄造ステップからの余熱を保持したままのサイクルのある時点である、連続製造サイクルの「ホットエンド」で、シリカコーティングをガラス瓶上に直接堆積した。

【0031】

図 1 a ~ 1 d を参照すると、第 1 のシリカ層を瓶上に堆積させるために使用される本発明に従った装置は、コートされる物品がコンベヤベルト（図示せず）によって運搬されるトンネル 14 を画定する上部 12 及び側壁 13 を有するフード 11 を含む。

【0032】

入口ノズル 15 の少なくとも 1 対の直線アレイが設けられ、対のうちの 1 つのアレイ 15 は、それぞれ側壁 13 上に位置する。好ましくは、それぞれの対は、物品の経路に沿って実質的に同じ距離に位置する（すなわち、それらは互いに実質的に対向して位置する）。（注：一対のノズルアレイがこの実施形態で例示されているが、単一のアレイが、いくつかの化学品には適切である）。

【0033】

物品の経路にさらに沿って、再度それぞれの側壁 13 の対からの 1 つ、好ましくは互いに実質的に対向している少なくとも一対の排気孔 16 が設けられる。

【0034】

動作中、堆積されるコーティングの化学前駆体は、入口ノズル 15 を介してトンネルの内部に方向付けられ、ガラス物品と実質的に同じ方向にトンネルに沿って移動する（図 2 及び 4 の 23）。入口ノズル 15 及び排気孔 16 のこの配置によって、フードを通る移動中に物品が CVD 反応物質へより効果的な曝露がもたらされる。ガス状 CVD 反応物質及び瓶がトンネルを通して同じ方向に移動するため、曝露が向上する。入口ノズル 15 と排気孔 16 との間の最小推奨距離は、実践されている特定の化学的性質に従って変動し、500 mm ~ 1000 mm の範囲である。

【0035】

排気孔 16 の有効長さは、ダンパー 19 の高さを調整することによって変動し得る。ダンパー 19 は、排気孔を形成するスロットの一部を遮断するように配置されたプレートを備える

【0036】

フードに進入する前の蒸気の凝結を防止するために、CVD 反応物質は、加熱送達ライン（図示せず）を介してノズル 15 に送達され得る。いくつかの状況では、液体の形成は、ノズルで生じ得、本明細書に記載されるフードは、物品からの熱放射をノズルに方向付け

10

20

30

40

50

熱を提供するために配置された反射プレート 20 を含む。

【0037】

図2を参照すると、排気の構造が平面図に示されている。壁21a~21dは、壁21dを有するスロットタイプの孔16を画定するバッフルプレート22を有する実質的に箱区画の導管を画定する。壁21aは、トンネルの内部と符号し、壁21dは、ガスの一般的な方向23及びトンネルを通過する物品を考慮して最も上流である。したがって、バッフルプレート22は、トンネルの内部から延伸するように配置されて、バッフルプレート22と最も上流の壁21dとの間のスロット16を画定する。抽出ファン(図示せず)によって、導管の上部に負圧が加えられる。

【0038】

本発明者らは、この配置が、フードからの排気ガスの引き込みに特に有効であることを見出した。この配置は、排気ガス及び任意の過剰反応物質を引き込むだけでなく、矢印24によって示されるように周辺空気もトンネルの出口から引き込まれる。矢印24の方向でトンネルに進入するこの空気は、装置から周囲に漏出し得る排気ガスまたは過剰反応物質に障壁を与える。

【0039】

スロット16の総面積は、均一なフローを確実にするために、壁21a~21d及び22によって画定される導管の断面積と比較して小さくしなければならない。しかしながら、面積が小さくなるほど、有効な抽出のために導管に加えられるなければならない吸引力が大きくなるため、最終的な設計の選択は、これらの2つの矛盾する要因の間の妥協点となる。1.5~2.5の、トンネル断面積のスロット領域に対する比が、良好に機能することが見出される(1.6の領域比は、スロットの上部及び底部のフロー速度を比較すると、フロー速度において約10%の変動を表す)。

【0040】

ノズル15を退出するCVD反応物質の直線速度は、効果的なコーティングの達成において重要な要因である。

【0041】

物品は、既知の速度(典型的には0.3m/秒~1.5m/秒、または1分当たり約90~700個の物品)で、コーティングフードに進入する。物品の動きは、トンネルを通過して移動する一連の移動と同様の様式でコーターを通るガスフローを牽引する。このガスフローはまた、2つの排気孔16からの吸引によって駆動される。一実施形態では、物品上の均一なコーティングを得るために、コーティング前駆体のジェットが、物品23がフードを通過して移動する間、その移動方向に対して垂直に、フロー経路内へ吹き込まれることが好ましい。ジェットは、コーティングガスの濃縮された煙柱が物品の移動の中心線上に方向付けられるように十分な運動量を有するべきである。このプロセスは、コーティングガスの高濃度の煙柱がコーティングフード11のいずれか一方の壁13に方向付けられる場合、非効率的になる。

【0042】

ジェット速度の選択は、流体フローモデリングによって最適に特定されるが、流体の「運動エネルギー比」を考慮することによって、おおよその測定値を見出してもよい。コーティングフードに沿って移動するガスフローは、おおよその $K_{air} = \text{空気密度} \times \text{コーターの幅} \times \text{瓶の速度}^2$ [単位 J/m²] によって得られる運動エネルギー密度を有する。注入されるコーティング前駆体のジェットは、おおよその $K_{jet} = \text{コーティング前駆体の密度} \times \text{ノズルの幅} \times \text{ジェット速度}^2$ [単位 J/m²] の運動エネルギーを有する。

【0043】

運動エネルギー密度比は、 $R = 0.5$ である、 $R = K_{air} / K_{jet}$ が好ましいが、良好なコーティングは $0.1 < R < 3$ で見られる。入口ジェットがこの比によって得られるよりも速い、すなわち、比Rが小さすぎる場合、そのときジェットは、容器の経路を通過し、対向するコーティングフードの壁に無駄に消耗される傾向がある。入口ジェットがこの比によって得られるよりも遅い場合、ジェットが十分遠方に投下されず、前駆体は、入

10

20

30

40

50

口ノズルに隣接する壁に無駄に消耗される。同様に、コーターフードがより広く作製されなければならない場合、そのときジェットを十分遠方に投下するためにジェット速度を増加させる必要があり、そのため、ジェット速度は、目標の運動エネルギー比を維持するように増加されるであろう。

【 0 0 4 4 】

この出発点から、入口ジェットの速度はコーティング試験中に調整されて、所与の化学的性質及び瓶の速度のために最も可能な限り厚く均一な分布コーティングが得られる。特定のコーターの寸法及び瓶の速度は、8 m / 秒の入口ジェットが、0 . 5 m / 秒のコンベヤスピードで十分であることが見出された。

【 0 0 4 5 】

下記のデータを生成するために使用される用途では、コーティングチャンバは、幅 1 6 5 mm、高さ 2 8 5 mm、長さ 1 0 0 0 mmであった。コーティングチャンバの寸法は、ガラス物品のために十分なだけの空間を与えるように選択されて、入口での衝突を引き起こすことなく移動する。チャンバが小さすぎる場合、そのときコンベヤ上のガラス容器のずれにより、容器がコーティングフードへの入口と衝突することを引き起こし得る。

【 0 0 4 6 】

マスク（図示せず）は、ガラス物品の輪郭とほぼ同じ形状のコーティングフードへの入口に合わせられる。このマスクは、瓶によってコーティングフードに引き込まれる空気を制限し、反応チャンバ内のより高濃度のコーティング前駆体をもたらす。マスクは、コンベヤ上のガラス容器の衝突を引き起こすことなく、フードの始動点に進入する空気を可能な限り多く遮断するように設計される。

【 0 0 4 7 】

入口ノズルは、少なくとも 1 0 0 mm、好ましくは 3 0 0 mm 入口から下流に位置する。ノズルが入口に近接している場合、そのときコーティング煙柱の場合によって逆行する渦によって、コーティングガスがフードの入口から漏れる。コーティングフードの長さは、化学反応を完了するために十分な時間及び距離を有するように選択される。

【 0 0 4 8 】

一実施形態では、一对の対向する垂直入口ノズルが、コーティングフードの中心線にコーティング煙柱を位置するために役立つように使用される。フードの片側にのみノズルを使用することによって、いくつかの用途にとって十分に良好なコーティング均一性をもたらし得る。

【 0 0 4 9 】

コーティングフードの端部にある 2 つの排気ポートは、コーターの端部からの漏出を防止するためだけに特定される。排気スロット上の負圧は、流体シミュレーションによって決定される。本事例では、排気ポートは、排気ポートの全高（2 8 5 mm）にわたる 1 2 mm 幅のフロー制限部を有する。フードの端部からのガス漏出を防止するために、1 2 mm のフロー制限部の後方に少なくとも 1 0 0 Pa の吸引が必要であることが見出された。

【 0 0 5 0 】

コンベヤベルトの下からコーティングフードに空気を引き込む可能性がないことを確実にするために、配慮しなければならない。コンベヤベルトの縁部とコーティングフードとの間に適切な封止が作製される必要がある。

【 0 0 5 1 】

ジ - t - ブトキシジアセトキシシラン（D B D A S）は、シリカコーティング用の前駆体として機能する。これは、当該技術分野で既知の種類の蒸発器を介してコーティングフードに送達された。基本的に、その内部で反応物質がキャリアガス流に滴加される、加熱された金属管を含む。シリカコーティングを、次のパラメータ範囲を使用して堆積した。

D B D A S 送達速度： 5 ~ 3 0 c c / 分

蒸発器温度： 2 0 0 ° C

蒸発器キャリアガス：窒素、2 5 s l m

（キャリアガス流に添加された）希釈ガス：窒素、4 0 s l m。

10

20

30

40

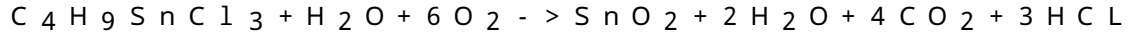
50

(排気孔 16 に加えられる) 抽出圧力 - 100 Pa
($s \ 1 \ m = 1$ 分当たりの標準リットル、温度及び圧力の標準化条件に対して補正された体積ガスフローを指す、当該技術分野で周知の結束)。

【0052】

酸化スズ (IV) 層の堆積。

瓶の連続製造中に CVD によって、酸化スズもまたシリカ層の上部に堆積した。これは、モノブチル三塩化スズ (MBTC) を前駆体として使用して、当該技術分野で周知の方法によって行われた。MBTC は、熱いガラス表面の近くで容易に分解されて、酸化スズ (IV) をもたらす。さらに、瓶鑄造ステップからの余熱は、堆積反応を促進する。



10

【0053】

酸化スズを、第 E P 0 5 1 9 5 9 7 B 1 号に記載されているものと同様のコーティング装置を使用して堆積したが、そこに言及される「仕上げ」のページは、図 1 と同様の配置の水平保護流によって達成した。

【0054】

比較目的のために、本業界で一般的であるように、 SnO_2 のみでコーティングされた一連の瓶もまた、上記の化学的性質を使用して製造した。

【0055】

図 3 を参照すると、コーティング厚さは、瓶の裾 25、本体 26、及び肩 27 で測定した。表 1 は、3 つの位置 25、26、及び 27 のそれぞれにおける瓶の周囲周辺で測定した簡易統計を示す。

20

【0056】

コーティング厚さを、コーティング厚さ単位 (CTU) で示す。これは、ガラス業界で周知の光学的な厚さの単位である。本明細書に記載の酸化物コーティングに関して、1 コーティング厚さ単位は、約 3 オングストロームに相当すると推定され得る。

【表 1】

コーティング	SnO_2			SiO_2/SnO_2		
位置	裾	本体	肩	裾	本体	肩
最小値	36	37	37	36	35	30
最大値	58	63	59	55	60	52
平均値	45	47	45	44	47	43
中央値	44	47	44	44	47	43
標準偏差値	4	4	3	5	5	4
全体の最小値	36			30		
全体の最大値	63			60		
全体の平均値	45			45		
全体の中央値	45			45		
全体の標準偏差値	4			5		

表 1：簡易記述統計—コーティング厚さ。

30

【0057】

標準的な SnO_2 及び SiO_2/SnO_2 コーティングは、肩部、中側壁、及び裾領域における許容可能な均一性及び厚さの両方であった。

【0058】

次に、AGR International Inc., 615 Whitestown Road, Butler, PA 16001, USA. によって提供された Ramp Pressure Tester 2 (RPT2) を使用して、コートされた瓶の内圧耐性について試験した。1、5、10、及び 20 ラインのサイクルシミュレーション後の破損圧力を測定した。

【0059】

40

50

ラインサイクルは、それぞれの瓶がその寿命中に施される、充填、排出、洗浄（苛性洗浄を含む）の繰り返されるサイクルである。これらを、実験環境における容器設計の評価のために、酷使された取扱いを加速しかつ再現するラインシミュレータを使用してシミュレーションした。ラインシミュレータもまた、A G R I n t e r n a t i o n a l I n c によって提供される。

【 0 0 6 0 】

これらの測定の結果を表 2 に示し、圧力を p s i で示す。

【表 2】

	内圧耐性							
	1 サイクル		5 サイクル		1 0 サイクル		2 0 サイクル	
	S n O ₂	S i O ₂ / S n O ₂	S n O ₂	S i O ₂ / S n O ₂	S n O ₂	S i O ₂ / S n O ₂	S n O ₂	S i O ₂ / S n O ₂
最小値	238	383	245	284	187	210	181	214
最大値	624	556	586	543	369	414	327	335
平均値	452	453	375	385	251	294	231	281
中間値	472	435	356	382	237	288	223	287
標準偏差値	167	60	102	67	39	45	33	29

表 2：簡易統計—コートされた瓶の内圧耐性

【 0 0 6 1 】

表 2 の結果は、S i O₂ / S n O₂ コートされた瓶は、標準的な S n O₂ コーティングのみを有する瓶よりも高い内圧に対して一貫した耐性（約 1 5 ~ 2 0 % の改善）を示す。

【 0 0 6 2 】

瓶のガラス厚もまた測定され、これらの測定値は、表 3 に要約されている。（厚さはインチで示される）。

【表 3】

	ガラス厚さ							
	1 サイクル		5 サイクル		1 0 サイクル		2 0 サイクル	
	S n O ₂	S i O ₂ / S n O ₂	S n O ₂	S i O ₂ / S n O ₂	S n O ₂	S i O ₂ / S n O ₂	S n O ₂	S i O ₂ / S n O ₂
最小値	0.065	0.067	0.058	0.059	0.055	0.059	0.053	0.055
最大値	0.173	0.116	0.115	0.134	0.095	0.101	0.139	0.095
平均値	0.102	0.083	0.076	0.084	0.072	0.078	0.076	0.077
中間値	0.086	0.077	0.072	0.085	0.072	0.075	0.074	0.075
標準偏差値	0.048	0.017	0.015	0.014	0.010	0.011	0.016	0.011

表 3：簡易統計—洗浄サイクル後のコートされた瓶のガラス厚

【 0 0 6 3 】

コートされた瓶の引張破断強度は、内圧耐性データの分析、壁厚データ及び亀裂の分析から判定された。この点検は、A G R I n t e r n a t i o n a l I n c . により提供される。この測定結果は、表 4 に要約されている（単位は P S I ）。

10

20

30

40

50

【表 4】

	引張破断強度							
	1 サイクル		5 サイクル		10 サイクル		20 サイクル	
	SnO ₂	SiO ₂ /SnO ₂	SnO ₂	SiO ₂ /SnO ₂	SnO ₂	SiO ₂ /SnO ₂	SnO ₂	SiO ₂ /SnO ₂
最小値	6855	4321	5734	5469	4269	4749	4781	5689
最大値	17040	12534	10963	10930	8625	8713	8936	13501
平均値	11173	9932	7765	7507	5973	6541	5978	7209
中間値	10399	10708	7508	7350	5944	6643	5962	6870
標準偏差値	4253	2541	1505	1165	798	922	830	1556

表 4：簡易統計—洗浄サイクル後のコートされた瓶の引張強度

10

【0064】

表 4 に要約された引張強度測定値は、SnO₂ のみでコートされた瓶よりも SiO₂/SnO₂ でコートされた瓶に約 20 % の改善を示唆する。

【0065】

実施例 2

連続製造プロセスの一部として、ガラス容器上のシリカ CVD 堆積のための条件を最適化するために、さらなる試行を行った。表 5 は、次の反応パラメータを使用して得られた試料上の、飛行時間型二次イオン質量分析法 (TOF-SIMS) によって実施された深さプロファイル分析の結果を示す。

20

DBDA 送達速度：25 cc / 分

蒸発器温度：215 °C

蒸発器キャリアガス：窒素、25 slm

(キャリアガス流に添加された) 希釈ガス：窒素、50 slm。

(排気孔 16 に加えられる) 抽出圧力 - 100 Pa

送達ライン及びノズルマニホールドは、耐性加熱テープを使用して 180 ~ 200 °C に加熱された。

【0066】

数字番号 # 1、# 3、# 5、及び # 7 は、場合に応じて瓶の肩または裾の、瓶の周囲の 4 つの等間隔の点に相当する。

30

40

50

【表 5】

層厚さ (nm)			
試料 I D	S n O x	S i O x	合計
2 ノズル「肩」 瓶 3 # 1	1 0	9	1 9
2 ノズル「肩」 瓶 3 # 3	1 0	5	1 5
2 ノズル「肩」 瓶 3 # 5	1 1	6	1 7
2 ノズル「肩」 瓶 3 # 7	8	9	1 7
平均値	9. 8	7. 3	1 7. 0
標準偏差値	1. 3	2. 1	1. 6
標準偏差値%	1 2. 9	2 8. 4	9. 6
試料 I D	S n O x	S i O x	合計
2 ノズル「裾」 瓶 3 # 1	1 3	1 2	2 5
2 ノズル「裾」 瓶 3 # 3	1 1	1 2	2 3
2 ノズル「裾」 瓶 3 # 5	1 6	1 4	3 0
2 ノズル「裾」 瓶 3 # 7	1 3	1 4	2 7
平均値	1 3. 3	1 3. 0	2 6. 3
標準偏差値	2. 1	1. 2	3. 0
標準偏差値%	1 5. 6	8. 9	1 1. 4

表 5 : S i O₂/S n O₂試料のコーティング厚さ。

【 0 0 6 7 】

コーティング厚さが異なりすぎる場合、これは、最終製品に望ましくない光学効果をもたらし得るため、コーティングの均一性は重要な特徴である。表 5 に基づくコートされた瓶は、そのような効果を示さなかった。これらのデータは、およそ 5 nm の厚さ変動を有するおよそその範囲 1 9 ~ 2 5 nm の総コーティング厚さを表す。

【 0 0 6 8 】

したがって、本発明者らは、ガラス容器をコーティングするための反応条件を伴う方法を提供し、改善された引張強度（したがって、改善された内圧への耐性）を提供する。本方法は、特に、瓶鑄造ステップからの余熱を利用することによって、連続製造プロセスの一部として、実施されることに十分に寄与する。

【 0 0 6 9 】

既存のプロセスからの余熱の使用は、大きな環境利益をもたらす。

10

20

30

40

50

【図面】

【図 1 a】

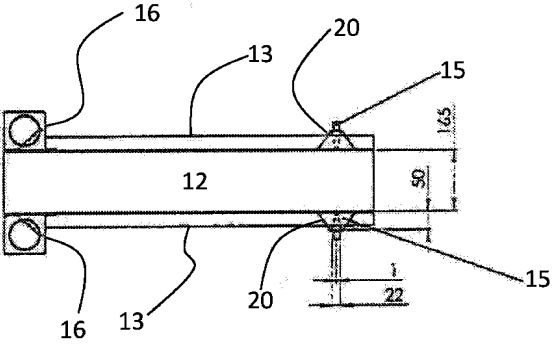


Fig 1a

【図 1 b】

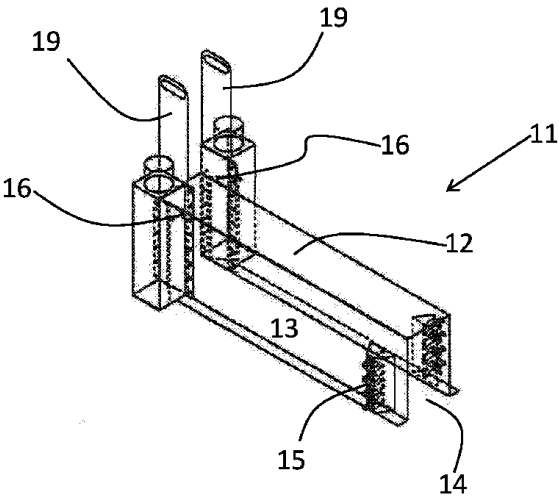


Fig 1b

【図 1 c】

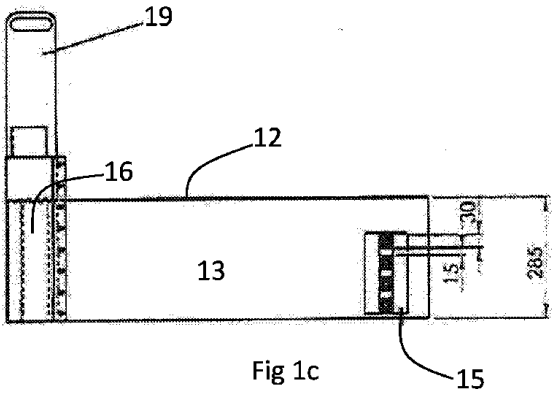


Fig 1c

【図 1 d】

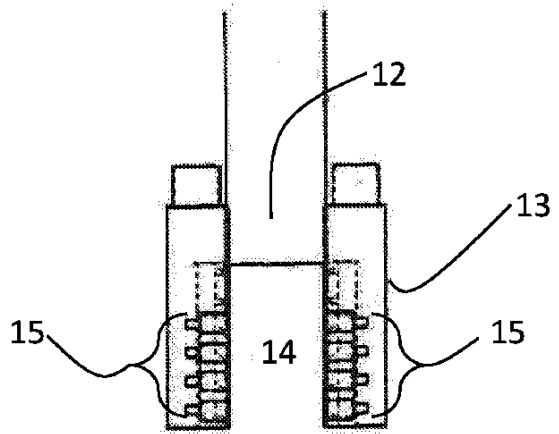


Fig 1d

10

20

30

40

50

【図 2】

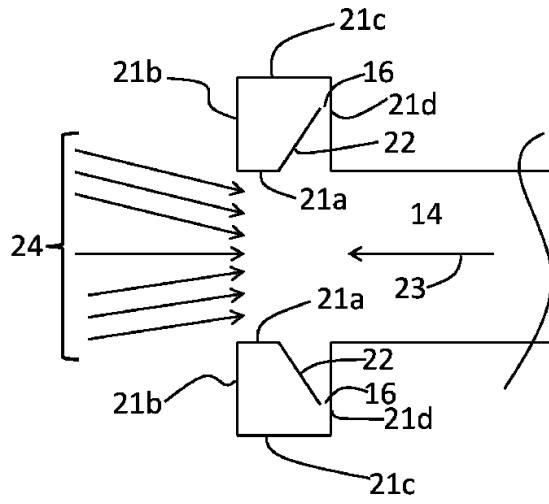


Fig 2

【図 3】

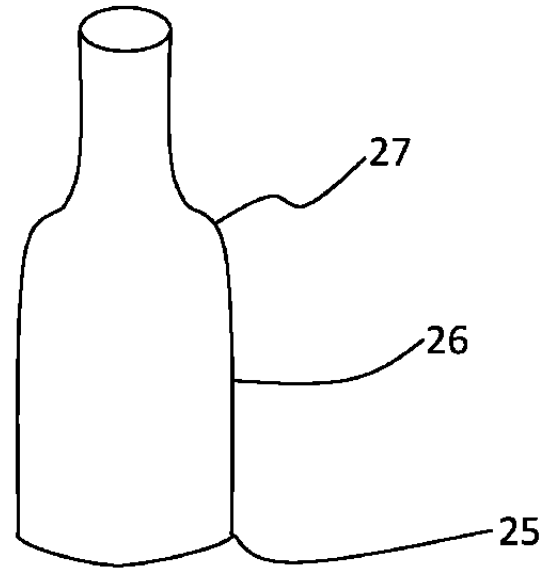


Fig 3

10

20

30

40

50

フロントページの続き

アップホランド デューベリー フィールズ 5

(72)発明者 デボラ ライスベック

イギリス国 エル40 5 エスエフ ランカシャー バースカフ ラングデール ドライブ 48

審査官 須藤 英輝

(56)参考文献 国際公開第2015/075434(WO, A1)

特開2013-249511(JP, A)

特開平08-231244(JP, A)

特表平11-504610(JP, A)

特表平06-505696(JP, A)

特表2004-527651(JP, A)

特開2010-065320(JP, A)

(58)調査した分野 (Int.Cl., DB名)

C03C 15/00 - 23/00

C03B 7/00 - 7/22

C03B 9/00 - 17/06

C03B 19/00 - 19/10

C03B 21/00 - 21/06

C03B 23/00 - 35/26

C03B 40/00 - 40/04

C23C 16/00 - 16/56

B65D 23/08