



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101297065 B

(45) 授权公告日 2010. 12. 08

(21) 申请号 200680039750. 3

C23C 4/00 (2006. 01)

(22) 申请日 2006. 10. 23

B65D 23/02 (2006. 01)

B05D 7/22 (2006. 01)

(30) 优先权数据

0510827 2005. 10. 24 FR

(56) 对比文件

CN 1349567 A, 2002. 05. 15, 全文.

(85) PCT申请进入国家阶段日

2008. 04. 24

WO 2004/052060 A1, 2004. 06. 17, 全文.

CN 1382303 A, 2002. 11. 27, 全文.

(86) PCT申请的申请数据

PCT/FR2006/002374 2006. 10. 23

审查员 王敏

(87) PCT申请的公布数据

W02007/048912 FR 2007. 05. 03

(73) 专利权人 赛德尔参与公司

地址 法国奥克特维尔

(72) 发明人 让 - 米歇尔 · 里于

(74) 专利代理机构 北京市金杜律师事务所

11256

代理人 楼仙英 邵桂礼

(51) Int. Cl.

C23C 16/513 (2006. 01)

C23C 16/04 (2006. 01)

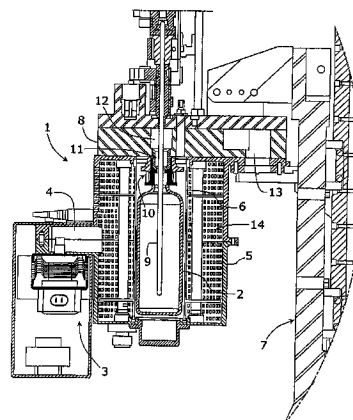
权利要求书 1 页 说明书 4 页 附图 5 页

(54) 发明名称

用于在容器上等离子体沉积阻挡层的冷却装置

(57) 摘要

本发明涉及一种用于在容器 (2) 的内壁上等
离子体沉积薄层阻挡材料的装置 (1), 该装置 (1)
包括: 电磁波发生器 (3); 腔 (5), 其与所述发生器
(3) 连接且由导电材料制成; 以及室 (6), 其定位
在所述腔 (5) 内且由能够被来自所述发生器 (3)
的电磁波透过的材料制成。该装置 (1) 的特征在
于, 其包括用于冷却所述室 (6) 的机构 (14, 15;
16)。



1. 一种用于在容器(2)的内壁上等离子体沉积薄层阻挡材料的装置(1),所述装置(1)包括:

电磁波发生器(3);

腔(5),其与所述发生器(3)连接且由导电材料制成;以及

室(6),其定位在所述腔(5)内且由能够被来自所述发生器(3)的电磁波透过的材料制成;

所述装置(1)的特征在于,其包括用于冷却所述室(6)的机构(14,15;16)。

2. 根据权利要求1所述的装置(1),其特征在于,所述冷却机构包括在腔(5)内制成的多个开口(14)。

3. 根据权利要求2所述的装置(1),其特征在于,所述开口(14)被定向成彼此平行。

4. 根据权利要求3所述的装置(1),其特征在于,所述开口(14)被定向成沿着与所述装置(1)的路径形成一角度的方向。

5. 根据权利要求4所述的装置(1),其特征在于,所述角度在 5° 到 45° 之间。

6. 根据权利要求2至5中任一项所述的装置(1),其特征在于,所述装置(1)包括定位在所述腔(5)的上游且面向所述腔(5)的风扇(15)。

7. 根据权利要求2至5中任一项所述的装置(1),其特征在于,所述开口(14)基本上分布在所述腔(5)的整个周边上。

8. 根据权利要求2至5中任一项所述的装置(1),其特征在于,所述开口(14)基本上分布在所述腔(5)的整个高度上。

9. 根据权利要求2至5中任一项所述的装置(1),其特征在于,所述开口(14)在所述腔(5)上的密度在 $1/\text{cm}^2$ 到 $10/\text{cm}^2$ 之间。

10. 根据权利要求2至5中任一项所述的装置(1),其特征在于,所述冷却机构包括用于在所述室(6)内产生空气循环的特定装置。

11. 根据权利要求10所述的装置(1),其特征在于,所述装置包括定位在所述室(6)下面的风扇(16)。

12. 根据权利要求10所述的装置(1),其特征在于,所述装置包括与所述室(6)连接的供气管线和真空泵。

用于在容器上等离子体沉积阻挡层的冷却装置

技术领域

[0001] 本发明涉及容器的制造,在制造容器的过程中容器的内壁被涂覆有包括阻挡材料的层。

背景技术

[0002] 已知通过等离子体来沉积阻挡材料。在申请人名下的欧洲专利 EP 1068032 或者其他美国专利 US 5522351 中描述了这种技术。

[0003] 上述文献 EP 1068032 也描述了用于这种沉积的装置。该装置包括电磁波发生器;腔,其与发生器连接且由导电材料(通常为金属)制成;以及室,其定位在腔内且由能够被来自发生器的电磁波透过的材料(通常为石英)制成。

[0004] 在将容器引入室内之后,室内形成适度的真空(大约 30mbar 至 100mbar),同时容器内具有较高的真空度(几 μ bar)。将前体气体(诸如乙炔)引入到容器内,通过电磁轰击(通常利用 2.45GHz 的小功率 UHF 微波)来激活该前体以将其转换成低温等离子体状态并由此产生包括以薄膜(大约 60nm 至 200nm)形式沉积在容器内壁上的碳氢化合物(包括 CH、CH₂、CH₃)在内的物质。

[0005] 待处理的容器通常由在 20°C 时能够被电磁微波透过的诸如 PET(聚对苯二甲酸乙二醇酯)等热塑性聚合物制成。石英也具有相同的性质,石英的介电特性(在大约 20°C 的温度)有利于微波传输,使得石英尤其适于制造包围容器的室。

[0006] 在实验室条件下,对容器的处理,包括施加材料及随后进行准备(具体来说涉及温度和压力),可能需要几分钟或甚至几小时。

[0007] 对于工业生产,上述类型的一系列装置(例如,大约 20 个)被安装在转盘上并且连续地对几千个容器按照规定处理进行操作。单位循环时间(即,针对每个装置)为几秒钟。

[0008] 这样,实验室工作人员通常不会遇到的问题在这里出现了。发明人注意到在工业生产过程中阻挡层的厚度不均匀并且 PET 容器发生了变形。

发明内容

[0009] 本发明的目的尤其是要通过提出一种确保在等离子体处理过程中使阻挡层较好地分布并且能够减少容器变形的方案来解决上述问题。

[0010] 为了这个目的,本发明提出了一种用于在容器的内壁上等离子体沉积一薄层阻挡材料的装置,所述装置包括:

[0011] 电磁波发生器;

[0012] 腔,其与所述发生器连接且由导电材料制成;

[0013] 室,其定位在所述腔内且由能够被来自所述发生器的电磁波透过的材料制成;以及

[0014] 用于冷却所述室的机构。

[0015] 在深入研究之后,发明人作了一种假设,即,阻挡层不均匀可能是因为两种具有相同结果和相同原因的现象造成的。

[0016] 第一种现象:在处理过程中对容器进行不适时的加热。微波透过 PET 的传输实际上随着材料温度的升高而降低。尽管 PET 在大约 20°C 时被认为能够被微波完全透过,但在大约 50°C 时该透射度将不够充分,因此导致等离子体在某种程度上不均匀。随着来自石油化工的原材料 (PET) 价格上涨,所谓的薄壁容器 (小于或等于大约 200 μm) 趋于增多,在这种情况下,对容器加热可以具有另一种结果:对薄壁容器进行拉吹塑实际上会在形成的容器内产生残余应力。在不进行随后的处理的情况下,这些应力不会产生问题。相反,如果在等离子体处理的过程中对容器进行加热,则由于加热而释放的残余应力会导致容器发生局部变形 (如果接近玻璃化转变温度则容器的变形更为明显)。因此,有必要对容器进行处理。

[0017] 发明人假定所述加热实际上来自于对石英室进行的加热,通过热对流在室与容器之间进行热传递。这种假定是大胆的,因为与大气压力相比,室壁与容器之间的压力非常小 (如我们所得知的,大约 30 至 100mbar)。

[0018] 第二种现象是电磁微波对室的透射度下降,这导致对前体的轰击不均一。发明人假定室的相对不透射性是由于其温度的升高,所选材料 (在该情况下为石英) 中存在的杂质足以导致室由于电磁微波的作用而被加热。这也是一种大胆的假定,因为根据发明人的理解,被认为能够使微波完全透过的材料的温度的略微增加 (在该种情况下,在工业生产条件下测量到的室的温度为 60°C,而在实验室条件下,该温度为 20°C) 在之前不曾被认为是问题的。

[0019] 发明人阐述的假设的关联性通过所提出的方案的实施来证明:通过对室进行冷却 (将室的温度维持在小于大约 30°C),可以有效地获得分布更加均匀的阻挡层并且消除了瓶的变形。

[0020] 根据一种实施方式,冷却机构包括在腔内制成的大量开口,所述开口优选被定向成彼此平行,例如沿着与所述装置的路径形成一角度的方向。当所述装置运动时,这些开口能够产生用于冷却所述室的气流。

[0021] 开口的轴线与装置的路径形成的夹角例如在 5° 到 45° 之间。另外,可以将风扇定位在腔的上游且面向腔,以辅助空气在腔内围绕室的循环。

[0022] 优选地,开口基本上分布在腔的整个周边和 / 或整个高度上。此外,开口在腔上的密度例如在 1/cm² 到 10/cm² 之间。

[0023] 除了开口之外或作为开口的一种替代,冷却机构可以包括用于在室内产生空气循环的特定装置。该装置例如包括定位在室的下面或上面的风扇,或者与室连接的供气管线和真空泵。

附图说明

[0024] 阅读下面的描述并参附图可以了解本发明的其它目的和优点,其中:

[0025] 图 1 为用于在容器内壁上等离子体沉积阻挡层的装置的正面剖视图;

[0026] 图 2 为安装在同一转盘上的两个相邻的装置的示意图;

[0027] 图 3 为根据一种变型的与图 2 相似的示意图;

- [0028] 图 4 为有气流通过的装置的局部剖视图；
[0029] 图 5 为根据一种变型的装置的正面局部剖视图；
[0030] 图 6 和 7 为根据两种想到的构造在腔的上方分布开口的详细视图。

具体实施方式

[0031] 图 1 示出了用于在容器 2 的内壁上等离子体沉积阻挡层的装置 1, 该容器 2 是通过由诸如 PET 等热塑性材料制成的预制件进行吹塑或拉吹塑而预先形成的。

[0032] 为了与使用的工业技术术语一致, 以下将该装置 1 称作反应器, 该反应器包括频率为 2.45GHz 的小功率电磁微波发生器 3, 该发生器 3 通过波导管 4 与由例如钢或 (优选) 铝或铝合金等导电材料制成的腔 5 连接。腔 5 内定位有室 6, 该室 6 由诸如石英等适于电磁微波传输的材料制成。应当注意的是, 腔 5 的壁厚大约为 5mm, 而室 6 的壁厚在 2mm 到 3mm 之间。

[0033] 反应器 1 和一系列类似的反应器被安装于在一个或多个装载位置和一个或多个卸载位置之间旋转的转盘 7 上, 用于同时处理几个容器 2。在图 2 和 3 中, 该转盘 7 由其通过腔 5 的轴线 X 的圆形轨迹来表示。

[0034] 腔 5 和室 6 被可拆卸的盖 8 共同覆盖, 使得容器 2 被密封在室 6 内。注入器 9 透过盖 8 向容器 2 内引入诸如乙炔等前体气体。容器 2 悬挂于支撑部 10 上, 支撑部 10 安装在盖 8 上。该支撑部 10 具有通向后排放室 12 的孔 11, 残余物在反应结束时通过该后排放室 12。后排放室 12 与通道 13 连接用于抽空残余物, 该通道 13 与泵 (未示出) 连接, 该泵既用于使容器 2 内在引入前体气体之前具有较高的真空度 (几 μ bar) 又用于在反应结束时抽空残余物。

[0035] 室 6 经由阀与通道 13 连接, 该阀允许室 6 与容器 2 的内部隔离, 在容器 2 被引入之后, 在室 6 内形成适度的真空 (在 30 到 100mbar 之间)。室 6 内的压力取决于容器 2 的厚度: 大约 100mbar 的真空适于普通厚度 (大约 0.35mm) 的容器, 但不适于厚度较小 (大约 0.2mm) 的容器, 容器内部和外部的压差足以导致其破损。对于这些厚度较小的容器, 应使室内具有大约 30mbar 的真空。

[0036] 为了避免室 6 受热以及由此产生的以上介绍的所有缺点, 每个反应器 1 设有用于冷却其室 6 的机构。

[0037] 这些冷却机构可以具有多种形式。

[0038] 根据第一实施方式, 从外部对室 6 进行冷却, 腔 5 具有大量开口 14, 所述开口 14 优选分布在腔 5 的整个周边 (或仅其一部分) 和整个高度 (或仅其一部分) 上。如图 4 所示, 转盘 7 的旋转导致在腔 5 内产生气流 (在图 4 中以场线 L 表示), 所述气流从一侧向另一侧通过腔来冷却室 6, 保持该室 6 在足够低 (低于或等于 30°C) 的温度, 以使微波传输不受影响并且使室 6 和容器 2 之间的热传递足够小以不会明显对容器 2 加热。

[0039] 开口 14 的截面可以呈圆形或矩形。开口 14 的直径 (或它们的侧边) 优选在 1mm 到 10mm 之间, 而它们的密度可以在 $1/\text{cm}^2$ 到 $10/\text{cm}^2$ 之间, 这取决于转盘 7 的旋转速度和期望的冷却效果。

[0040] 在图 6 和 7 中给出了开口 14 的分布方案的两个例子。

[0041] 根据第一个例子 (图 6), 直径为 3mm 的开口 14 以五点梅花状的形式多行叠加排

列,同一行两个开口 14 之间的间距 E 大约为 5mm,两个相邻行之间的距离 H 大约为 4.3mm(换句话说,连接同一行的开口 14 的中心的直线与连接相邻行中两个相邻开口的中心的直线之间的夹角大约为 60°)。

[0042] 根据第二个例子(图 7),直径大约为 4mm 的开口 14 以方格形式排列,同一行两个相邻开口 14 之间的距离 E' 大约为 9mm,两个相邻行之间的距离大约为 8mm。

[0043] 可以沿径向定向开口 14。然而,为了使气流最优化,优选将开口 14 定向为彼此平行。因此,开口 14 可以被定向成与转盘 7 的路径的局部切线 T 平行(如图 2 所示,用虚线表示开口 14 的轴线),或者与转盘 7 的路径的局部切线 T 成一角度,在这种情况下开口 14 朝向转盘 7 的外部转动并且考虑旋转方向(如图 3 所示),以基本上将新鲜空气吸入到腔 5 内,同时避免将来自相邻腔 5' 的热空气吸入。

[0044] 在不进行空气强制循环的情况下,开口 14 的轴线的倾角优选在 5° 到 45° 之间。

[0045] 然而,可以给每个反应器 1 设有风扇 15,风扇 15 定位在开口 14 的轴线上且面向腔 5 并位于其前方(即,考虑转盘的旋转方向,风扇 15 定位在腔 5 的上游)。在这种情况下,开口 14 的轴线的倾角就不重要了(例如,可以将开口 14 的轴线定向成与路径的局部切线 T 垂直),尽管该倾角优选大于 5° 以避免将来自前一个腔 5 的热空气流引入。

[0046] 在一种变型中,气流在室 6 内产生。该气流可以通过定位在室 6 底部的风扇 16 来产生(需要注意的是,室内压力在 30mbar 到 100mbar 之间),该风扇 16 通过绝缘栅 17(例如金属)与室 6 分隔开,以便保护该风扇 16 不受电磁波的影响。如图 5 所示,风扇 16 优选朝向室 6 的周边偏移,以形成围绕容器 2 的空气环流。在另一种实施方式中,未在附图中示出,可以将风扇 16 定位在室 6 的上部。即使在上述压力下,这种空气环流也足以限制室 6 与容器 2 之间的热对流并保持室 6 和容器 2 处于能够确保微波良好传输的温度下,但在该温度下容器 2 内的残余应力并没有被消除。

[0047] 在一种变型中,在保持室 6 内适度的真空稳定的同时,可以通过经由室 6 的一端注入新鲜空气(或任何其它惰性气体)并同时在其另一端泵吸空气以提供冷却来在室 6 内产生强制循环。在实践中,例如能够想到将室 6 的一部分(例如其底部)与供气管线连接,将室 6 的另一部分(例如其上部)与真空泵连接,对供气速率和泵吸速率的调节例如可以依据室 6 内的压力进行反馈控制,其中,室 6 内的压力可以由压力传感器来测量。

[0048] 可以将上述各种布置进行组合:因此可以同时从外部和内部对室 6 进行冷却,从外部冷却时借助于腔 5 内的与风扇相连或不相连的开口,从内部冷却时借助于通过风扇或连接注入/泵吸装置产生的空气环流。

[0049] 无论采用哪种布置,可以观察到从外部和/或内部对室 6 进行冷却解决了上述关于阻挡层在容器 2 的内壁上分布不均匀的问题。这时的分布至少比以前的均匀,并且可以观察到轻质容器具有了更好的力学性能。

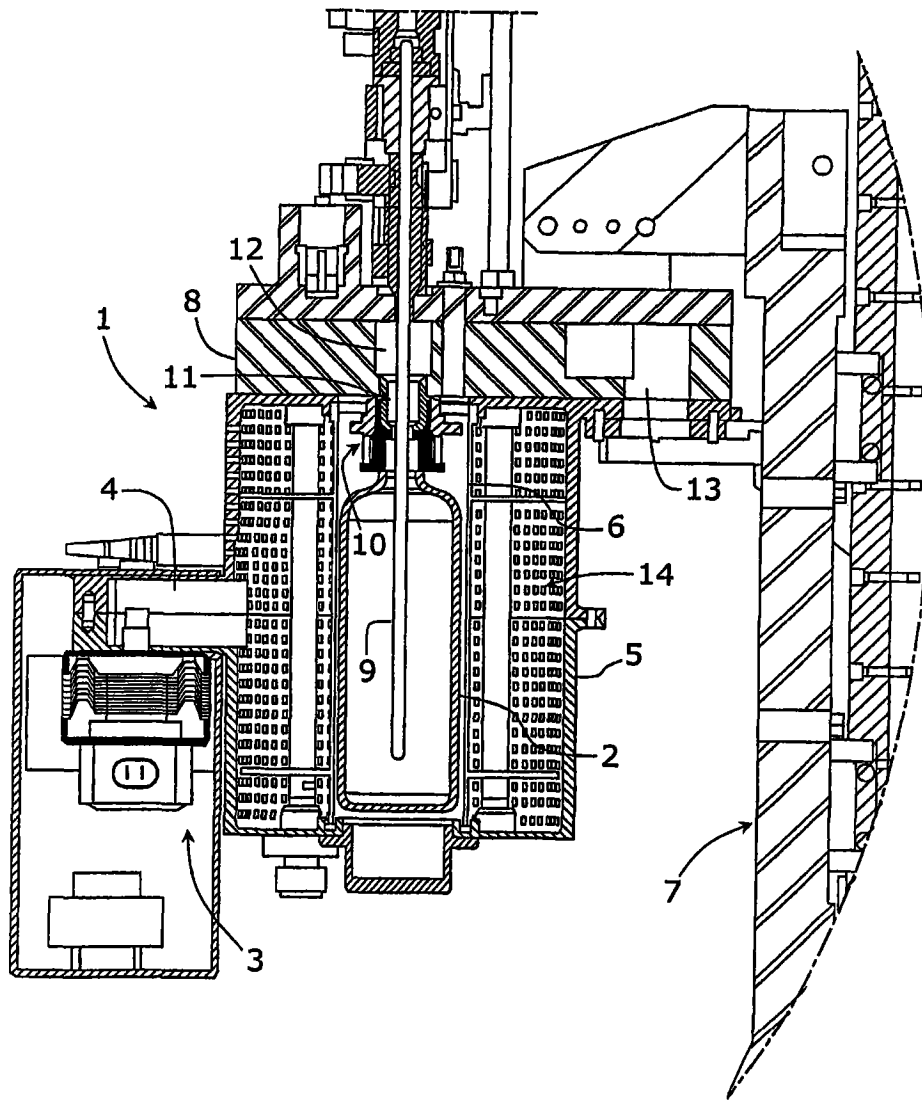


图 1

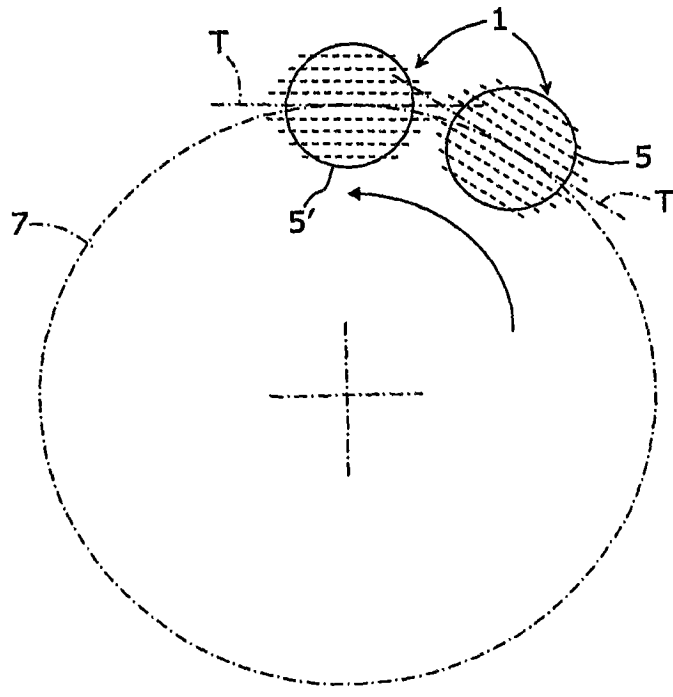


图 2

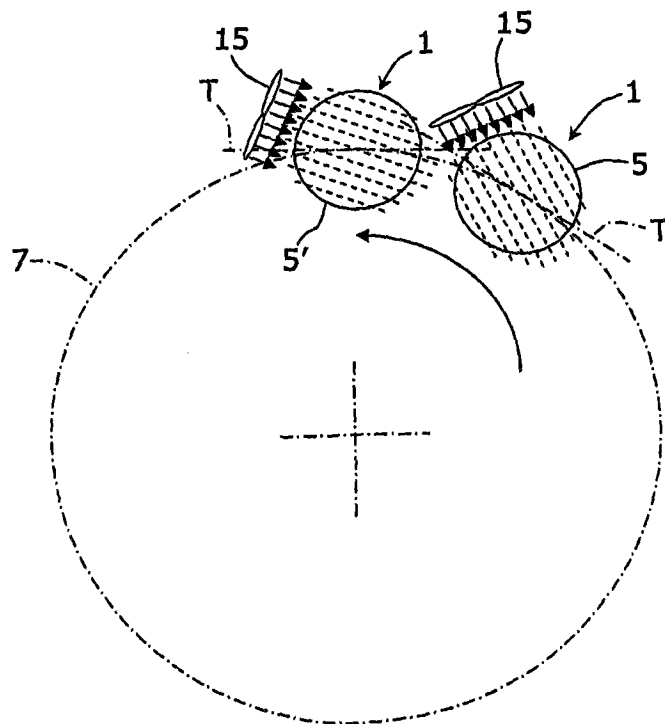


图 3

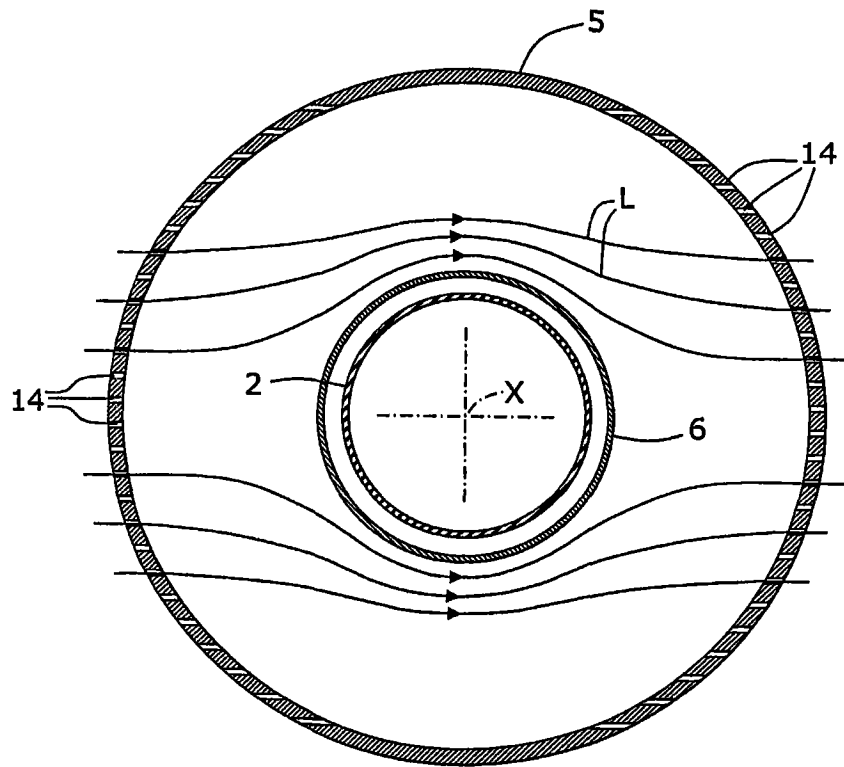


图 4

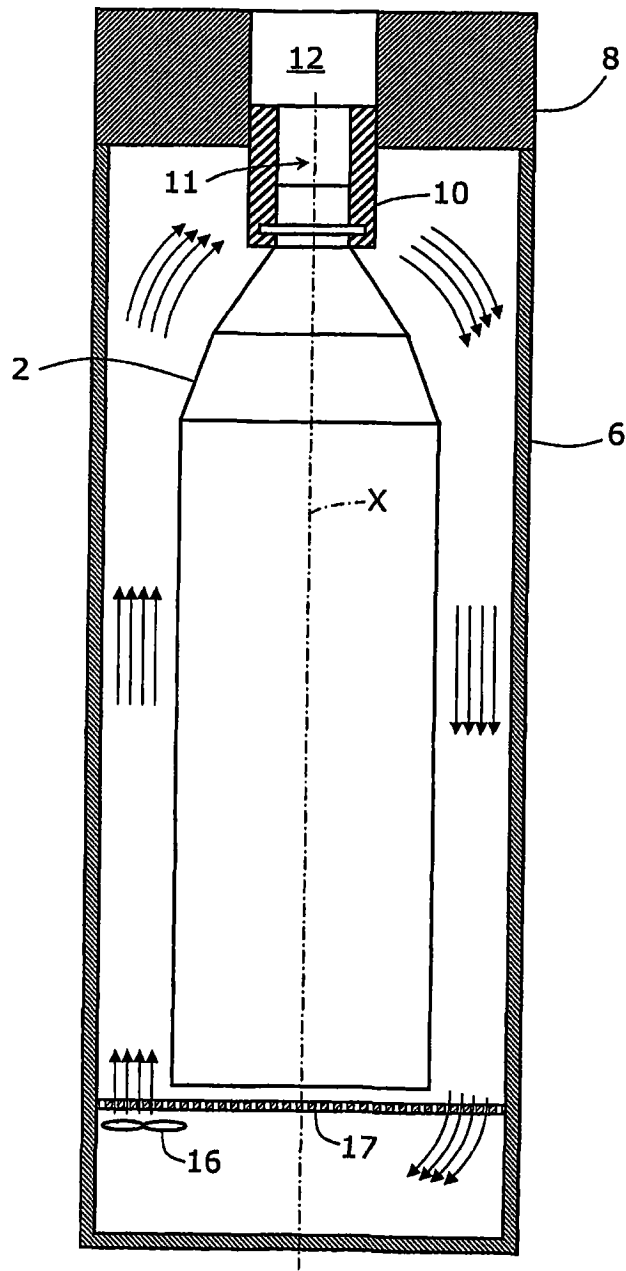


图 5

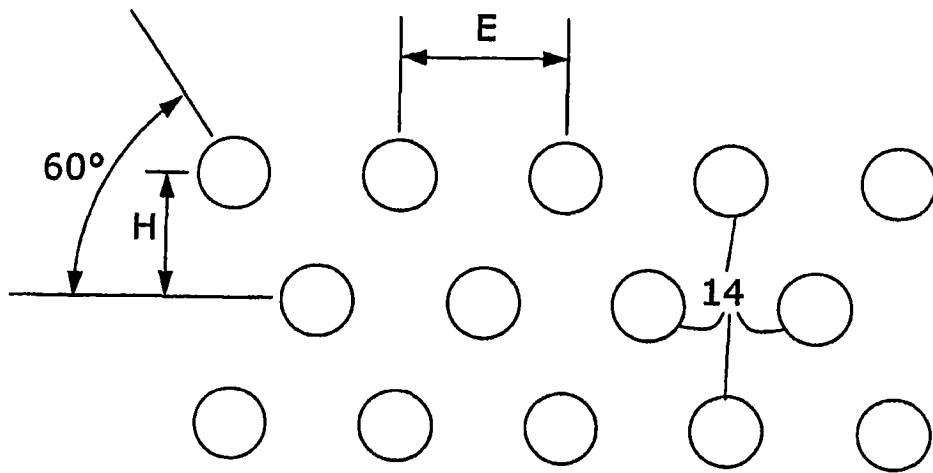


图 6

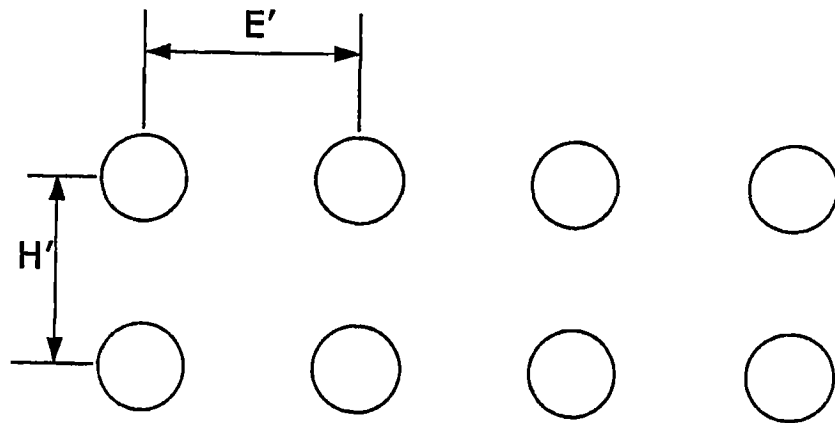


图 7