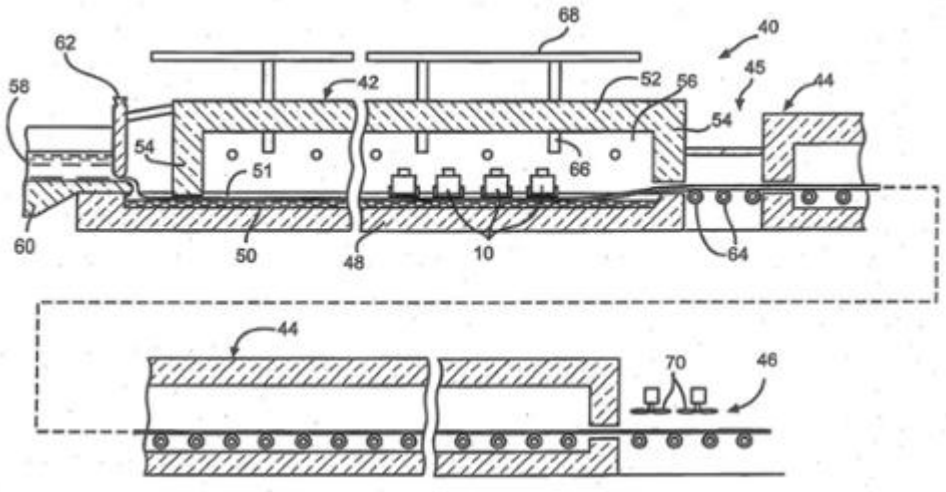
(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ
(19) **Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)**
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ
(11) **1-0029779**
(51)[7] **C03C 17/245**
(13) **B**

(21) 1-2013-03113
(22) 22/03/2012
(86) PCT/US2012/030036 22/03/2012
(87) WO/2013/019285 A2 07/02/2013
(30) 61/466,501 23/03/2011 US
(45) 25/10/2021 403
(43) 25/12/2013 309A
(73) Pilkington Group Limited (GB)
Prescot Road, ST. HELENS, Merseyside, WA10 3TT, the United Kingdom
(72) NELSON, Douglas, M. (US); WILLIAMS, Ian, R. (GB); SOUBEYRAND, Michel, J. (US); STRICKLER, David, A. (US); SANDERSON, Kevin, D. (GB); SETO, Yasunori (JP); TSURI, Keiko (JP).
(74) Công ty Cổ phần Sở hữu công nghiệp INVESTIP (INVESTIP)

(54) THIẾT BỊ LÀM LẮNG ĐỌNG MÀNG MỎNG LÊN NỀN ĐƯỢC GIA NHIỆT LƯU ĐỘNG VÀ PHƯƠNG PHÁP LÀM LẮNG ĐỌNG HÓA HỌC SỬ DỤNG THIẾT BỊ NÀY

(57) Sáng chế liên quan đến thiết bị để làm lắng đọng các lớp phủ màng mỏng trên nền. Thiết bị làm lắng đọng được thiết kế để giữ cho các vật liệu chất phản ứng dạng khí cần làm lắng đọng tách riêng ra khỏi nhau trong thiết bị làm lắng đọng, bằng một hoặc nhiều thiết bị tách và/hoặc các phương pháp, mà tuy nhiên, cho phép các chất phản ứng hóa học hòa trộn và phản ứng tại hoặc gần bề mặt nền, đủ nhanh để tạo ra màng đồng đều với tốc độ làm lắng đọng có thể thương mại hóa.



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến thiết bị dùng để làm lắng đọng các lớp phủ màng mỏng trên nền một cách hiệu quả. Cụ thể hơn, sáng chế liên quan đến thiết bị cho phép làm lắng đọng các màng mỏng nhất định với tốc độ làm lắng đọng có thể thương mại hóa và có các đặc tính như mong muốn, mà từ trước đến giờ chưa thể có được ở thiết bị làm lắng đọng thông thường.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Đã biết hai loại màng mỏng được vài năm nay. Chúng có thể phân biệt theo nhiều cách, nhưng vì các mục đích của ứng dụng này, các lĩnh vực phân biệt chính là: (1) phương pháp làm lắng đọng, đó là trực tuyến so với ngoại tuyến, và (2) các loại màng thông thường được sản xuất tương ứng bằng các phương pháp như thế, phủ cứng (hoặc nhiệt phân) so với phủ mềm.

Các lớp phủ trực tuyến tốt hơn là được sản xuất bằng cách làm lắng đọng một hoặc nhiều lớp màng mỏng trên, chẳng hạn như, nền thủy tinh trong suốt quy trình sản xuất kính, thông thường là một quy trình sản xuất kính nổi liên tục. Do các đặc điểm của quy trình sản xuất kính nổi, quy trình làm lắng đọng màng mỏng phải diễn ra ở nhiệt độ tương đối cao, với thời gian phản ứng hóa học rất ngắn, nhưng tốc độ lắng đọng cao, để có thể thương mại hóa.

Trong lúc vận hành phủ trực tuyến thành công, các màng mỏng được sản xuất tương đối bền về cơ học và hóa học so với phần lớn các màng phủ mềm.

Việc làm lắng đọng màng ngoại tuyến thông thường liên quan đến một trong số các loại quy trình phủ phún xạ, trong đó các tấm thủy tinh được đặt trong một hoặc nhiều khoang phủ, là nơi mà tấm thủy tinh được phơi ra không khí được tạo bởi phản ứng vật lý hoặc hóa học của nguyên liệu "đích" sao cho nó được lắng đọng trên một bề mặt của tấm thủy tinh. Do quy trình phún xạ không được kiểm soát bằng tốc độ của quy trình sản xuất kính nên có thể làm lắng đọng các bó màng phức tạp hơn bằng các quy trình phún xạ, mà

trong một số trường hợp các bó màng có thể có các đặc tính ưu việt hơn so với các màng nhiệt phân, nhưng các màng được phún xạ như thế cũng có thể tốn chi phí sản xuất hơn đáng kể.

Thiết bị phủ trực tuyến đã được biết đến trong các tài liệu sáng chế, chẳng hạn như:

Patent Mỹ số 4,446,815 mô tả một vòi phun có ba lỗ gió hội tụ để phun các chất phản ứng vào trong pha khí lên trên nền. Các bộ phận làm lệch được làm thích ứng để chuyển các khí giữa chúng và nền, kéo dài ở mỗi bên của vòi phun. Bề mặt của bộ phận làm lệch thứ nhất kéo dài theo hướng đối diện đến hướng di chuyển của nền so với vòi phun, song song với nền, và tạo ra một góc nhọn với thành ngoài kéo dài của lỗ gió thứ ba, để dịch chuyển theo phương ngang theo hướng di chuyển của nền so với mặt phẳng giữa dọc trục của lỗ gió thứ nhất. Ngược lại, bề mặt của bộ phận làm lệch thứ hai tạo thành một mép cùn với thành dọc tương ứng của lỗ gió thứ hai. Do đó, lỗ hở của vòi phun giữa các mép của bộ phận làm lệch thứ nhất và thứ hai được làm cong một cách hiệu quả, và các khí thoát ra từ đó được làm lệch đều nhau theo hướng di chuyển của nền.

Patent Mỹ số 4,834,020 mô tả thiết bị làm lắng đọng hóa học từ hơi không khí có băng tải có một lò múp được gia nhiệt và một băng tải để vận chuyển các vật cần phủ lớp qua lò. Ít nhất một vùng làm lắng đọng hóa học từ hơi được bố trí trong lò múp. Một cơ cấu phun cũng được bố trí để phun đều các chất khí phản ứng thứ nhất và thứ hai trong vùng làm lắng đọng qua bề rộng của băng tải và tỳ lên các bề mặt của các vật cần phủ lớp. Các khí thoát ra từ các khe được nối với các khoảng chứa phân phối. Các bề mặt được làm nguội và được đánh bóng được sử dụng trên cơ cấu phun để giảm thiểu việc lắng đọng các hóa chất trên đó.

Patent Mỹ số 5,041,150 mô tả quy trình phủ dải thủy tinh nóng lưu động nhờ làm lắng đọng hóa học từ hơi bằng cách thiết lập một dòng khí thứ nhất của chất khí phản ứng thứ nhất dọc theo bề mặt thủy tinh nóng mà về cơ bản song song với hướng chuyển động của thủy tinh, và thiết lập một dòng khí thứ hai của chất khí phản ứng thứ hai dưới dạng một dòng chảy rối tại một góc so với bề mặt thủy tinh, nhờ đó mà đưa dòng khí thứ hai này vào dòng khí thứ nhất tại góc đó, trong khi tránh được dòng khí ngược dòng của chất khí phản ứng thứ hai trong dòng khí thứ nhất, và dẫn hướng các dòng khí thứ nhất và thứ hai liên hợp dọc theo bề mặt của thủy tinh nóng dưới dạng một dòng chảy rối.

Patent Mỹ số 5,122,391 mô tả hệ thống làm lắng đọng hóa học từ hơi áp suất không khí dùng để pha tạp các màng indi ôxit với cả thiếc và flo được cho là để tạo ra các chất cho điện tử đối ngẫu trong một quy trình không đồng loạt. Hệ thống làm lắng đọng có một hệ thống băng tải và truyền động để xử lý liên tục qua một hoặc nhiều khoang phản ứng được tách biệt bởi các màng che xả nitơ. Nền đi qua hệ thống đi vào một lò múp được gia nhiệt bởi một số bộ gia nhiệt và các khoang phản ứng được cung cấp bởi một hệ thống chuyển hóa chất nguồn bao gồm một nguồn chất ôxi hóa, một nguồn hóa chất flo, một nguồn nitơ, các công tơ quay cho các nguồn này, một bộ điều chỉnh dòng khí khối, một máy sục khí hóa chất thiếc, các dây chuyền được gia nhiệt, một máy sục khí hóa chất indi, một cặp bể nước có các bộ gia nhiệt, và van có liên quan.

Patent Mỹ số 5,136,975 mô tả loại máy phun được cho là để sử dụng trong thiết bị làm lắng đọng hóa học từ hơi áp suất không khí. Máy phun này bao gồm một số tấm với một số giàn lỗ cộng tuyến. Các tấm này được sắp từng lớp để tạo ra một số bộ phận được gọi là các giàn lỗ nhiều tầng. Các tấm được sắp từng lớp cùng nhau được cho là xác định một ma trận lỗ. Một máng được bố trí bên dưới ma trận lỗ. Ở hai bên của máng là một tấm làm nguội. Máng gồm một đường dẫn và các vùng giữa các tấm làm nguội và máng tạo thành các ống dẫn. Phần đỉnh của ma trận lỗ tiếp nhận một số hóa chất dạng khí và vận chuyển chúng riêng rẽ lên phía đỉnh của các giàn lỗ nhiều tầng riêng. Các hóa chất dạng khí sau đó được đẩy qua các giàn lỗ nhiều tầng, làm cho các khí chảy một cách ngày càng đồng đều. Sau đó, các hóa chất dạng khí được nạp riêng rẽ tới đường dẫn và các ống dẫn vận chuyển chúng đến khu vực phía trên bề mặt mà các hóa chất được lộ ra với nhau, phản ứng, và tạo ra một lớp trên một bề mặt nền.

Patent Mỹ số 5,704,982 mô tả vòi phun để phân phối ít nhất một dòng các tiền chất khí lên trên một bề mặt của nền thủy tinh lưu động bằng phản ứng nhiệt phân/phân ly, bao gồm một thân vòi phun, một hệ thống nạp khí chính để nạp ít nhất một dòng tiền chất khí vào trong vòi phun của thân, và một hệ thống nạp khí phụ độc lập với hệ thống nạp khí chính, để nạp ít nhất một trong số các tiền chất khí vào thân vòi phun ở gần khí chính của thân vòi phun để điều chỉnh cục bộ thành phần hóa học của khí chính. Dòng khí phụ chảy vào trong thân vòi phun được điều chỉnh với tốc độ có thể thay đổi đúng lúc.

Patent Mỹ số 6,022,414 mô tả máy phun đơn thân dùng để phân phối các khí đến

một bề mặt. Máy phun này bao gồm một bộ phận kéo dài có các bề mặt đầu và ít nhất một bề mặt phân phối khí kéo dài dọc theo độ dài của bộ phận kéo dài nêu trên và bao gồm một số đường dẫn kéo dài được tạo ra ở đó. Cũng được tạo ra bên trong bộ phận kéo dài nêu trên là một số các đường dẫn phân phối mỏng mà kéo dài giữa các đường dẫn kéo dài và bề mặt phân phối khí. Các khí được chuyển đến các đường dẫn kéo dài, qua các đường dẫn phân phối đến bề mặt phân phối khí, là nơi mà chúng được dẫn hướng tới khu vực như mong muốn mà ở đó chúng hòa trộn, phản ứng và tạo thành màng mỏng trên nền được bố trí phía dưới máy phun. Bề mặt phân phối khí bao gồm các khu vực có mặt bên tròn và một khu vực được làm chìm ở giữa của bề mặt phân phối khí.

Patent Mỹ số 6,206,973 mô tả hệ thống làm lắng đọng hóa học từ hơi gồm một lò múp được gia nhiệt, một khoang có một cơ cấu phun để đưa vào các chất phản ứng hóa học bị bay hơi, và một băng tải để dịch chuyển nền qua lò múp và khoang. Băng tải có một lớp phủ chống ôxi hóa để giảm sự tạo thành các chất lắng đọng ở trên đó, cụ thể là các chất lắng đọng của crôm ôxit.

Patent Mỹ số 6,521,048 mô tả thiết bị làm lắng đọng hóa học từ hơi gồm một khoang làm lắng đọng và một khoang chính. Khoang làm lắng đọng bao gồm ít nhất một bộ phun riêng lẻ và một hoặc nhiều đường dẫn xả. Khoang chính đỡ khoang làm lắng đọng và bao gồm ít nhất một cửa nạp khí vào để phun ít nhất một loại khí vào trong khoang chính. Các khí được lấy ra qua các đường dẫn xả nhờ đó mà tạo ra một cơ chế xả khí chảy vào trong tách biệt với khoang làm lắng đọng. Ít nhất một bộ phận được gọi là phần nửa kín được tạo thành giữa khoang làm lắng đọng và nền để giới hạn các hóa chất phản ứng trong mỗi vùng làm lắng đọng.

Patent Mỹ số 6,890,386 mô tả cơ cấu phun và xả để đưa khí đến nền gồm ít nhất hai bộ phun được đặt liền kề nhau và nằm cách nhau một khoảng để tạo thành ít nhất một đường dẫn xả giữa chúng, và một tấm lắp ráp để cố định ít nhất hai bộ phun, trong đó mỗi trong số ít nhất hai bộ phun này được lắp riêng rẽ với tấm lắp ráp hoặc được tháo khỏi tấm lắp ráp, tấm lắp ráp được bố trí ít nhất một khe xả thông lưu chất với ít nhất một đường dẫn xả. Một cơ cấu xả được ghép với tấm lắp ráp để loại bỏ các khí thải ra khỏi các bộ phun. Hơn nữa, các thiết bị lắng đọng hơi hoá chất được mô tả trong US 4,446,815, US 4,361,284 và US 4,294,868.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Sáng chế đề cập đến thiết bị để làm lắng đọng màng mỏng trên nền được gia nhiệt lưu động bao gồm:

thân thiết bị phủ chính có độ dài, độ rộng và độ cao xác định trước tương ứng được ký hiệu là x, y, và z, và một bề mặt trên z1 và một bề mặt dưới z2;

nhiều lỗ nạp vào được tạo thành trên bề mặt z1 của thân thiết bị phủ chính để cho phép dòng khí các chất phản ứng hóa học dạng khí qua đó, mỗi trong số các lỗ nạp vào thông lưu chất với một nguồn vật liệu chất phản ứng dạng khí và/hoặc khí trơ;

nhiều lỗ xả được tạo thành trên bề mặt z2 của thân thiết bị phủ chính để cho phép dòng khí các chất phản ứng dạng khí đi ra qua đó trong nhiều đường dẫn dòng khí xác định trước;

nhiều đường dẫn dòng khí được tạo ra trong thân thiết bị phủ chính, một đường dẫn dòng khí như thế được tạo ra giữa mỗi trong số các lỗ nạp vào và một trong số các lỗ xả tương ứng;

khác biệt ở chỗ thiết bị điều hòa dòng khí được bố trí trong một hoặc nhiều đường dẫn dòng khí nhằm làm tăng mức độ thành tầng của một hoặc nhiều dòng xả khí từ một hoặc nhiều lỗ đầu ra chất phản ứng dạng khí.

Phương pháp sử dụng thiết bị để làm lắng đọng các lớp phủ màng mỏng được mô tả trên đây cũng là một phần của sáng chế.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Các ưu điểm nêu trên cũng như các ưu điểm khác của sáng chế này sẽ dễ trở nên rõ ràng đối với các chuyên gia trong lĩnh vực kỹ thuật khi xem phần mô tả chi tiết dưới đây kết hợp với các hình vẽ kèm theo, trong đó:

Fig. 1 là hình vẽ giản lược của một quá trình sản xuất kính nổi với thiết bị phủ màng mỏng theo sáng chế;

Fig. 2 là hình chiếu bằng nhìn từ phía trước của một thiết bị phủ theo một phương án của sáng chế;

Fig. 3 là hình chiếu bằng nhìn từ một đầu của một thiết bị phủ theo một phương án

của sáng chế;

Fig. 4 là hình vẽ mặt cắt ngang của một thiết bị phủ theo một phương án của sáng chế;

Fig. 5 là hình vẽ mặt cắt ngang của một thiết bị phủ theo một phương án của sáng chế;

Fig. 6 là hình vẽ mặt cắt ngang của một thiết bị phủ theo một phương án của sáng chế;

Fig. 7 là hình vẽ mặt cắt ngang của một thiết bị phủ theo một phương án của sáng chế;

Fig. 8 là hình vẽ phối cảnh của một phần thiết bị phủ theo một phương án của sáng chế;

Fig. 9 là hình vẽ phóng to của một phần thiết bị phủ được thể hiện trên Fig. 8 theo một phương án của sáng chế; và

Fig. 10 là hình vẽ mặt cắt ngang của phần thiết bị phủ được thể hiện trên Fig. 9 theo một phương án của sáng chế.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sáng chế này liên quan đến thiết bị để làm lắng đọng các lớp phủ màng mỏng trên nền, chẳng hạn như, nền thủy tinh trong suốt. Tốt hơn là, các lớp phủ màng mỏng, chẳng hạn như: các kim loại, các ôxit kim loại và các lớp phủ tương tự, được làm lắng đọng trên nền thủy tinh được gia nhiệt, lưu động trong suốt quá trình sản xuất nền thủy tinh, tốt hơn là bằng phương pháp kính nổi. Tốt hơn là, các màng mỏng được làm lắng đọng bằng cách lắng đọng hóa học từ hơi, tốt nhất là bằng cách lắng đọng hóa học không khí từ hơi. Một ví dụ là làm lắng đọng hóa học từ hơi của các lớp phủ kẽm ôxit như được mô tả trong đơn sáng chế Mỹ số 2012/0240634.

Tất nhiên, bất kỳ lĩnh vực hóa học làm lắng đọng hóa học từ hơi (CVD) và/hoặc làm lắng đọng hóa học từ hơi áp suất không khí (APCVD) thích hợp nào cũng có thể được thực hiện, trong đó sử dụng thiết bị phủ để làm lắng đọng một lớp phủ màng mỏng được lựa chọn. Tuy nhiên, thiết bị phủ đặc biệt hữu ích trong việc đưa vào các tiền hợp chất dạng khí mà về cơ bản phản ứng khi hòa trộn và/hoặc trước khi được xả từ các thiết

bị phủ đã biết. Các tiền hợp chất dạng khí đã biết để về cơ bản phản ứng khi hòa trộn và/hoặc trước khi được xả từ các thiết bị phủ đã biết khác bao gồm, chẳng hạn như, $Zn(CH_3)_2$ và H_2O, $Zn(C_2H_5)_2$ và H_2O, $TiCl_4$ và NH_3, và $TiCl_4$ với các hợp chất amin nhất định. Như có thể nhận thấy, danh sách các tiền hợp chất dạng khí nêu trên mà thích hợp để sử dụng với thiết bị phủ được mô tả ở đây là không bao hàm toàn bộ. Cần hiểu rằng thiết bị phủ không giới hạn ở việc sử dụng với các tiền hợp chất dạng khí mà "phản ứng trước" với nhau. Như thế, các tiền hợp chất dạng khí mà về cơ bản không phản ứng khi hòa trộn với nhau có thể được sử dụng với thiết bị phủ. Chẳng hạn như, các tiền hợp chất dạng khí thích hợp để sử dụng với thiết bị phủ mà về cơ bản không phản ứng khi hòa trộn bao gồm, chẳng hạn như, $Sn(CH_3)_2Cl_2$ và H_2O.

Thiết bị theo sáng chế khác với thiết bị làm lắng đọng hóa học từ hơi đã biết mà được thiết kế để giúp cho việc hòa trộn trước có kiểm soát các thành phần hóa học khác nhau tạo ra một hỗn hợp trộn trước đồng đều ở nhiệt độ dưới nhiệt độ phản ứng của hỗn hợp, để sau đó phản ứng tại hoặc gần bề mặt của nền thủy tinh mà trên đó màng mỏng sẽ được làm lắng đọng, khi nền thủy tinh được gia nhiệt ở nhiệt độ trên nhiệt độ phản ứng của các chất phản ứng hóa học được hòa trộn trước.

Ngược lại, thiết bị làm lắng đọng theo sáng chế được thiết kế để giữ cho các chất phản ứng khác nhau tách riêng khỏi nhau trong thiết bị làm lắng đọng nhưng, bằng nhiều phương pháp sẽ được trao đổi, cho phép các chất phản ứng hóa học hòa trộn và phản ứng tại hoặc gần bề mặt thủy tinh, đủ nhanh để tạo ra màng đồng đều với tốc độ có thể thương mại hóa, và có các đặc tính nằm trong phạm vi như mong muốn, để thích hợp cho, chẳng hạn như, các lớp phủ kiểm soát mặt trời. Các màng được làm lắng đọng sử thiết bị làm lắng đọng cũng thể hiện độ đồng đều tuyệt hảo về màu sắc và khả năng dẫn điện, nếu muốn.

Cụ thể hơn, phần thân chính của thiết bị làm lắng đọng theo sáng chế có thể được tạo ra từ ít nhất một khối vật liệu thích hợp, tốt hơn là một vật liệu kim loại, có các lỗ nạp vào chất phản ứng dạng khí được tạo ra ở đó và được nối với các lỗ xả chất phản ứng dạng khí qua nhiều đường dẫn dòng khí, mà được thiết kế để giữ cho các dòng khác nhau tách riêng ra khỏi nhau trong thiết bị phủ. Tốt hơn là, các lỗ xả chất phản ứng dạng khí có dạng giống như khe, tức là có độ dài lớn hơn độ rộng của mỗi lỗ xả. Tốt hơn là, các khe

được bố trí sao cho khe này song song với khe kia và cách khe kia một khoảng. Các lỗ xả chất phản ứng dạng khí có thể có kích thước giống hoặc khác nhau, giữa lỗ này với lỗ kia.

Trong một phương án, ít nhất một trong số các đường dẫn dòng khí có thể về cơ bản là thẳng. Trong các phương án khác, ít nhất một trong số các đường dẫn dòng khí có một phần hoặc nhiều phần mà về cơ bản là thẳng. Trong các phương án khác nữa, ít nhất một trong số các đường dẫn dòng khí có thể có một phần cong được nối với hoặc nối với các phần về cơ bản là thẳng của đường dẫn dòng khí. Trong các phương án này, đường dẫn dòng khí có thể có nhiều phần cong. Trong các phương án khác nữa, các đường dẫn dòng khí được định dạng để chúng gần giống nhau về hình dạng, độ dài, và độ rộng. Tuy nhiên, như được thể hiện trên Fig. 8, độ rộng của các đường dẫn dòng khí nhất định có thể là giống hoặc khác nhau so với một đường dẫn dòng khí liền kề.

Một hoặc nhiều thiết bị điều hòa dòng khí được đặt trong một hoặc nhiều đường dẫn dòng khí giữa các lỗ nạp vào chất phản ứng dạng khí và các lỗ xả chất phản ứng dạng khí. (Các) thiết bị điều hòa dòng khí làm tăng mức độ thành tầng của dòng khí từ một hoặc nhiều lỗ xả chất phản ứng dạng khí.

Khoảng cách tách biệt giữa các lỗ xả chất phản ứng dạng khí có thể là đồng đều, hoặc có thể khác nhau giữa một lỗ xả và các lỗ xả liền kề.

Để đảm bảo thêm việc các dòng chất phản ứng dạng khí vẫn tách biệt nhau cho đến khi muốn chúng phản ứng, tại hoặc gần bề mặt nền thủy tinh, ít nhất một bộ dẫn hướng xả khí có thể hỗ trợ việc hướng dòng khí chất phản ứng dạng khí theo mẫu xác định về phía bề mặt của nền thủy tinh. Các dòng khí trơ cũng có thể được sử dụng để giữ cho các dòng khí chất phản ứng hóa học tách biệt nhau cho đến khi muốn thực hiện phản ứng.

Vận tốc của dòng khí chất phản ứng dạng khí từ mỗi lỗ xả chất phản ứng dạng khí có thể được sử dụng làm phương tiện điều chỉnh mức độ nhiễu loạn của các phế thải liên hợp từ các lỗ xả chất phản ứng dạng khí, do đó có ảnh hưởng đáng kể đến tốc độ làm lắng đọng màng và độ đồng đều của độ dày màng. Do đó, vận tốc dòng khí có thể là giống hoặc khác nhau giữa một lỗ xả chất phản ứng dạng khí với lỗ xả liền kề tiếp theo, tùy thuộc vào mục tiêu mong muốn.

Ưu tiên là nhiệt độ của thiết bị được điều chỉnh trong các khoảng được xác định trước, bằng các phương pháp đã biết, cụ thể là ở khu vực của lỗ xả chất phản ứng dạng

khí. Các khoảng nhiệt độ mong muốn như vậy có thể phụ thuộc vào một hoặc nhiều yếu tố, chẳng hạn như, các chất phản ứng hóa học cụ thể được xử lý bởi thiết bị.

Như được thể hiện trên các hình vẽ, thiết bị làm lắng đọng 10 được thiết kế để duy trì một hoặc nhiều chất phản ứng hóa học dạng khí hoạt động trong đường dẫn dòng khí riêng rẽ trong thiết bị làm lắng đọng 10 và, trong các phương án cụ thể, thậm chí để điều chỉnh hình dạng đường dẫn dòng khí trong một khoảng thời gian/khoảng cách một khi ít nhất một chất phản ứng dạng khí đã được xả từ phần thân chính 12 của thiết bị làm lắng đọng 10. Tuy nhiên, bằng các phương pháp được trao đổi, thiết bị theo sáng chế cho phép các chất phản ứng hóa học hòa trộn và phản ứng, tại hoặc gần bề mặt nền thủy tinh làm lắng đọng 14, đủ nhanh để tạo ra màng đồng đều trên nền bề mặt làm lắng đọng 14 với tốc độ có thể thương mại hóa, chẳng hạn như, với tốc độ là hoặc trên 5 nm/giây, tốt hơn là với tốc độ là hoặc trên 50 nm/giây, và có lẽ thậm chí với tốc độ là hoặc trên 350 nm/giây, và có các đặc tính như mong muốn để thích hợp cho các lớp phủ màng mỏng dẫn điện, trong suốt hoặc kiểm soát mặt trời, có độ phát xạ thấp, như các ví dụ.

Phần thân chính 12 của thiết bị làm lắng đọng 10 theo sáng chế có thể được tạo ra từ ít nhất một khối vật liệu thích hợp, chẳng hạn như, kim loại chẳng hạn như thép cao cấp hoặc các hợp kim thép, mặc dù có thể sử dụng các vật liệu khác và các phương pháp tạo ra phần thân chính 12 của thiết bị 10 có thể chịu được môi trường của bể nổi thủy tinh. Như được thể hiện trên Fig. 4, các bề mặt khác nhau của phần thân chính được quy ước ký hiệu là x 16, y 18, và z 20, 22 (z1 và z2). Một hoặc nhiều lỗ nạp vào chất phản ứng dạng khí 24 được tạo ra bằng bất kỳ phương pháp thích hợp nào ở bề mặt trên z1 20. Một hoặc nhiều lỗ nạp vào chất phản ứng dạng khí có thể có bất kỳ hình dạng hình học nào như mong muốn. Tốt hơn là, nhiều lỗ nạp vào chất phản ứng dạng khí 24 như thế được tạo ra trên bề mặt z1 20 của thiết bị 10. Trong các phương án cụ thể, bộ phận được gọi là "các khối phủ" 72 có thể được bố trí trong một hoặc nhiều đường dẫn dòng khí 28, như được thể hiện, chẳng hạn như, trên Fig. 5. Các khối phủ 72 như thế có thể được dùng để hạn chế dòng khí theo cách mong muốn trong đường dẫn dòng khí riêng rẽ 28. Theo đó, có thể tốt hơn là các khối phủ 72 như thế được bố trí tại một phần của một hoặc nhiều đường dẫn dòng khí 28 gần với một hoặc nhiều lỗ nạp vào chất phản ứng dạng khí 24.

Như sẽ được trao đổi chi tiết, ít nhất một lỗ xả chất phản ứng dạng khí 26 được tạo

thành trong, hoặc gần, bề mặt phía dưới hoặc z2 22 của phần thân chính 12 của thiết bị làm lắng đọng 10. Ít nhất một đường dẫn dòng khí riêng rẽ 28 kéo dài qua phần thân chính 12, nối trôi chảy ít nhất một lỗ nạp vào chất phản ứng dạng khí 24 với ít nhất một lỗ xả chất phản ứng dạng khí 26. Tốt hơn là, nhiều đường dẫn dòng khí riêng rẽ 28, chẳng hạn như, 3, 5, 7, hoặc 9 đường dẫn dòng khí 28, kéo dài qua phần thân chính 12 của thiết bị 10 nối nhiều lỗ nạp vào chất phản ứng dạng khí 24 với nhiều lỗ xả chất phản ứng dạng khí 26. Các đường dẫn dòng khí 28 như thế có thể có bất kỳ hình dạng hình học nào như mong muốn.

Trong các phương án cụ thể của thiết bị làm lắng đọng 10, một "khối vách ngăn" 74 có thể được bố trí trong một hoặc nhiều đường dẫn dòng khí 28, như được thể hiện, chẳng hạn như, trên Fig. 5. Tốt hơn là, khối vách ngăn, nếu có, được bố trí trong đường dẫn dòng khí 28 giữa khối phủ 72 và thiết bị điều hòa dòng khí 30. Tốt hơn là, một khối vách ngăn được bố trí trong mỗi đường dẫn dòng khí. Khối vách ngăn 74 nhằm tăng độ đồng đều của chất phản ứng dạng khí dòng trong đường dẫn dòng khí 28.

Trong khi các lỗ xả chất phản ứng dạng khí 26 có thể có bất kỳ hình dạng nào như mong muốn, chúng tốt hơn là có dạng khe; tức là, chúng tốt hơn là lớn hơn ở kích thước "x" của phần thân chính 12 của thiết bị làm lắng đọng 10 so với ở kích thước "y" của phần thân chính 12 của thiết bị làm lắng đọng 10. Tốt hơn là, các lỗ xả chất phản ứng dạng khí có dạng khe 26 được bố trí sao cho khe này song song với khe kia và cách khe kia một khoảng. Có thể sử dụng bất kỳ số lượng lỗ xả chất phản ứng dạng khí 26 như mong muốn nào, tuy nhiên, 3, 5, 7 hoặc 9 lỗ xả 26 được ưu tiên. Các khoảng cách tách biệt giữa các lỗ xả 26 như thế thông thường có thể là khoảng 0,5 mm - 3 mm. Các khoảng cách tách biệt ưu tiên giữa các lỗ xả chất phản ứng dạng khí 26 là không lớn hơn khoảng 1 mm, và tốt hơn là, các khoảng cách tách biệt đó là khoảng 0,5 mm.

Các lỗ xả chất phản ứng dạng khí 26 có thể được tạo ra trên bề mặt z2 22 của phần thân chính 12 của thiết bị làm lắng đọng 10, theo lựa chọn, có thể được làm lõm một khoảng cách xác định trước, chẳng hạn như, lên đến khoảng 5,5 mm vào trong phần thân chính 12 của thiết bị làm lắng đọng 10. Đã nhận thấy sẽ là thuận lợi nếu làm lõm các lỗ xả chất phản ứng dạng khí 26 để có thể bảo vệ ở tốc độ nào đó phần xả khí của thiết bị làm lắng đọng 10 chống lại sự tỏa nhiệt từ bể thiếc nóng chảy và bề mặt nền thủy tinh làm

lắng đọng nóng 14. Nhiệt độ như thế có thể là xấp xỉ 1050°F (566°C) - 1400°F (750°C). Tốt hơn là nhiệt độ bề mặt thủy tinh là giữa 1100°F (600°C) và 1200°F (650°C).

Các lỗ xả chất phản ứng dạng khí 26 có thể khác nhau về kích cỡ, cụ thể là về kích thước "y" của phần thân chính 12 của thiết bị làm lắng đọng 10. Đã thấy sẽ là thuận lợi nếu, trong một số trường hợp, các lỗ xả chất phản ứng dạng khí 26 xả khí trơ lớn hơn ở kích thước "y", tức là độ rộng của lỗ xả, so với các lỗ xả chất phản ứng dạng khí 26 mà xả các chất phản ứng hóa học dạng khí hoạt động.

Một hoặc nhiều thiết bị điều hòa dòng khí 30 được lắp trong một hoặc nhiều đường dẫn dòng khí 28 kéo dài giữa ít nhất một lỗ nạp vào chất phản ứng dạng khí 24 và ít nhất một lỗ xả chất phản ứng dạng khí 26. Các thiết bị điều hòa dòng khí 30 được bố trí nhằm tăng mức độ thành tầng của một hoặc nhiều dòng xả khí từ một hoặc nhiều lỗ xả chất phản ứng dạng khí 26. Một hình dạng "tổ ong" như được thể hiện trên Fig. 9 được ưu tiên cho một hoặc nhiều thiết bị điều hòa dòng khí 30. Trong khi tất nhiên có thể có các diện tích khác, diện tích ưu tiên của các ô tổ ong là khoảng 1 mm^2. Kích thước ưu tiên theo phương thẳng đứng (độ dày) của tổ ong có thể tốt hơn là khoảng 5 mm đến khoảng 25 mm.

Để đảm bảo thêm việc các dòng dòng khí chất phản ứng dạng khí và các dòng dòng khí trơ vẫn tách biệt nhau cho đến khi muốn chúng phản ứng, tại hoặc gần bề mặt nền thủy tinh làm lắng đọng 14, ít nhất một bộ dẫn hướng xả khí 32 có thể xác định một phần của một hoặc nhiều đường dẫn dòng khí và trong các phương án cụ thể, như được thể hiện trên Fig. 6, có thể kéo dài ở mỗi bên của lỗ xả chất phản ứng dạng khí 26 một khoảng cách ở xa lỗ xả 26, để hướng dòng khí chất phản ứng dạng khí theo mẫu xác định về phía bề mặt làm lắng đọng 14 của nền thủy tinh. Kích cỡ và vị trí của vùng mà trong đó các chất phản ứng dạng khí hòa trộn và cơ chế mà nhờ đó sự hòa trộn này diễn ra có thể khác nhau ở một số phương án của sáng chế. Chẳng hạn như, sự hòa trộn các chất phản ứng dạng khí bằng cách khuếch tán có thể diễn ra tại hoặc gần các thiết bị điều hòa dòng khí, tại hoặc gần bề mặt z2 của thiết bị làm lắng đọng 10, và tại hoặc gần bề mặt làm lắng đọng nền 14. Trong các phương án mà ở đó ít nhất một bộ dẫn hướng xả khí kéo dài về phía xa lỗ xả chất phản ứng dạng khí 26, ít nhất một bộ dẫn hướng xả khí 32 là một phần nhô mỏng, tốt hơn là bằng một vật liệu kim loại mỏng, kéo dài từ phần thân chính

12 của thiết bị làm lắng đọng 10 nằm gần một hoặc nhiều lỗ xả chất phản ứng dạng khí 26 về phía, và tốt hơn là trong phạm vi khoảng 5,5 mm, bề mặt làm lắng đọng 14 của nền thủy tinh lưu động được gia nhiệt. Các dòng khí trơ từ một hoặc nhiều lỗ xả chất phản ứng dạng khí trơ 26 nằm gần một hoặc các lỗ xả chất phản ứng hóa học dạng khí 26 cũng có thể được sử dụng để giữ cho các dòng dòng khí chất phản ứng hóa học dạng khí tách biệt nhau cho đến khi muốn thực hiện phản ứng.

Vận tốc của dòng khí chất phản ứng dạng khí từ mỗi lỗ xả chất phản ứng dạng khí 26 có thể được sử dụng làm phương tiện điều chỉnh mức độ nhiễu loạn của các phế thải liên hợp từ các lỗ xả chất phản ứng dạng khí 26, do đó có ảnh hưởng đáng kể đến tốc độ làm lắng đọng màng và độ đồng đều của độ dày màng. Do đó, vận tốc dòng khí có thể là giống hoặc khác nhau giữa một lỗ xả chất phản ứng dạng khí 26 với các lỗ xả 26 liền kề tùy thuộc vào mục tiêu mong muốn. Tuy nhiên, tốt hơn là, vận tốc dòng khí về cơ bản là bằng nhau giữa lỗ xả khí 26 này với lỗ xả khí kế tiếp.

Thiết bị theo sáng chế cũng có ưu điểm là bao gồm một hoặc nhiều lỗ xả khí 36 kéo dài qua phần thân chính 12 của thiết bị làm lắng đọng 10 để cho phép loại bỏ liên tục các chất phản ứng dạng khí đã sử dụng hoặc chưa sử dụng mà nếu không có thể tạo ra các tạp chất ngoài mong muốn trên bề mặt làm lắng đọng của nền 14. Việc tách khí xả như thế cũng có thể được thực hiện để tác động lên lượng hòa trộn dòng khí nhiễu loạn và chất phản ứng mà diễn ra tại hoặc gần bề mặt làm lắng đọng của nền thủy tinh được gia nhiệt, do đó có khả năng nâng cao tốc độ làm lắng đọng màng mỏng.

Ưu tiên là nhiệt độ của thiết bị làm lắng đọng 10 được điều chỉnh trong các khoảng được xác định trước bằng bất kỳ phương pháp đã biết nào, cụ thể là đối với khu vực gần và bao gồm ít nhất một lỗ xả chất phản ứng dạng khí 26. Chẳng hạn như, các phương pháp điều chỉnh nhiệt độ tốt hơn là bao gồm bước làm mát dầu và nước, mặc dù cũng có thể làm mát không khí.

Các đường dẫn vật liệu làm mát đại diện 76 được thể hiện, chẳng hạn như, trên các hình vẽ Fig. 4-7. Chuyên gia trong lĩnh vực kỹ thuật sẽ nhận thấy rằng các thiết bị điện tử và nhiệt khác nhau thông thường là cần thiết cho việc thực hiện các hệ thống điều chỉnh nhiệt độ như thế. Các khoảng mong muốn để điều chỉnh nhiệt độ của thiết bị 10 có thể phụ thuộc vào một hoặc nhiều yếu tố, chẳng hạn như, các chất phản ứng hóa học cụ thể

được xử lý bằng thiết bị làm lắng đọng 10, nhưng thông thường cần ưu tiên điều chỉnh nhiệt độ của thiết bị trong khoảng ±50°F (±10°C). Trong số các ưu điểm khác, hệ thống điều chỉnh nhiệt độ như thế đã được nhận thấy là để duy trì độ ổn định nhiệt và sự nguyên vẹn về kết cấu của các thành phần liên quan đến phần xả khí của thiết bị làm lắng đọng 10, chẳng hạn như, các bộ dẫn hướng xả khí 32. Ngăn phản ứng hóa học trước cũng là một mục tiêu của hệ thống điều chỉnh nhiệt độ.

Như đã được mô tả ở đây, phần thân chính 12 của thiết bị 10 theo sáng chế có thể được tạo thành từ ít nhất một khối, tốt hơn là, vật liệu kim loại. Có thể thuận lợi nếu lắp ráp phần thân chính của thiết bị từ nhiều khối kim loại. Các ưu điểm của việc sử dụng nhiều khối kim loại bao gồm, chẳng hạn như, dễ xây dựng và bảo dưỡng hơn, điều chỉnh nhiệt độ tốt hơn cho các khu vực riêng lẻ của thiết bị làm lắng đọng 10, cũng như nâng cao độ ổn định về kết cấu và nhiệt của thiết bị làm lắng đọng 10.

Thiết bị 10 theo sáng chế đã được mô tả. Bây giờ phương pháp sử dụng thiết bị làm lắng đọng 10 để làm lắng đọng một lớp phủ màng mỏng sẽ được mô tả. Trong một quy trình sản xuất kính nổi, như được mô tả ở phần khác trong tài liệu này, và cụ thể hơn là trong phần bể nổi của quy trình sản xuất kính nổi, ít nhất một thiết bị làm lắng đọng màng mỏng 10, theo sáng chế, được bố trí với một khoảng cách xác định trước phía trên bề mặt làm lắng đọng 14 của nền thủy tinh lưu động liên tục được đỡ trên bể thiếc nóng chảy.

Các dây chuyền cung cấp riêng biệt kéo dài từ ít nhất một nguồn chất phản ứng hóa học dạng khí và, tương tự, từ ít nhất một nguồn khí trơ, tốt hơn là được bố trí bên ngoài bể nổi, để tách biệt các lỗ nạp khí vào 24 trong phần thân chính 12 của thiết bị làm lắng đọng 10. Dòng khí của ít nhất một chất phản ứng hóa học dạng khí và ít nhất một khí trơ, với các dòng khí được xác định trước, được khởi động và được vận chuyển qua các dây chuyền cung cấp đến ít nhất một lỗ nạp khí vào 24, trong đó chúng chảy với vận tốc được xác định trước qua các đường dẫn dòng khí riêng rẽ 28 kéo dài qua phần thân chính 12 của thiết bị làm lắng đọng 10.

Tốt hơn là, ở một vị trí xác định trước trong mỗi đường dẫn dòng khí 28, ít nhất một chất phản ứng dạng khí và ít nhất một khí trơ tiếp xúc với một thiết bị điều hòa dòng khí 30 được bố trí để tăng mức độ thành tầng của mỗi đường dẫn dòng khí riêng biệt 28. Tốt hơn là, ít nhất một thiết bị điều hòa dòng khí 30 có hình dạng "tổ ong" như được thể

hiện trên Fig. 9, mặc dù là có thể có các hình dạng khác. Kích thước của các ô tổ ong cũng có thể khác nhau về kích cỡ và hình dạng. Kích thước theo phương thẳng đứng hay "độ dày" của thiết bị điều hòa dòng khí 30 như được thể hiện trên Fig. 10 cũng có thể thay đổi tùy thuộc vào mức độ thay đổi tầng dòng khí dòng khí cụ thể như mong muốn.

Tốt hơn là, sau khi được cho qua ít nhất một thiết bị điều hòa dòng khí 30, các khí mà chảy qua các đường dẫn dòng khí riêng biệt 28 tiến gần đến các lỗ xả khí tách biệt 26 tương ứng của chúng, mỗi lỗ xả tốt hơn là có dạng hình khe. Trong các phương án cụ thể, ít nhất một thiết bị điều hòa dòng khí nằm gần lỗ xả khí 26. Theo lựa chọn, khi xả từ các lỗ xả khí tách biệt 26, trong các phương án cụ thể về thiết bị làm lắng đọng, các dòng khí chất phản ứng hóa học dạng khí và khí trơ riêng biệt được dẫn hướng thêm trong các đường dẫn dòng khí vẫn tách biệt nhau về phía bề mặt làm lắng đọng của nền 14 bởi ít nhất một bộ dẫn hướng xả khí 32, như đã được mô tả ở đây. Đã thấy sẽ là thuận lợi khi điều chỉnh nhiệt độ của thiết bị làm lắng đọng 10, cụ thể là, ở khu vực gần các lỗ xả chất phản ứng dạng khí 26 tốt hơn là trong khoảng ±50°F (±10°C), vì những lý đã được trao đổi trên đây.

Tại hoặc gần bề mặt làm lắng đọng 14 của nền thuỷ tinh được gia nhiệt, lưu động, các dòng dòng khí riêng biệt được hòa trộn trong một vùng hòa trộn như mong muốn và phản ứng hóa học theo cách xác định trước, phản ứng đó dẫn đến việc làm lắng đọng màng mỏng trên bề mặt làm lắng đọng của nền thuỷ tinh được gia nhiệt, lưu động 14 với tốc độ làm lắng đọng có thể thương mại hóa.

Như đã lưu ý trên đây, phương pháp theo sáng chế này thông thường được thực hiện để tạo ra nền dải thủy tinh liên tục. Theo dự tính, các chất phản ứng dạng khí hoạt động sẽ được hóa hợp tại, hoặc rất gần, bề mặt 14 của thủy tinh. Một khí mang hoặc chất pha loãng, chẳng hạn như, nitơ, không khí hoặc heli, thông thường cũng sẽ được đưa vào hỗn hợp khí. Hỗn hợp khí được chuyển đến vùng hòa trộn ở nhiệt độ dưới nhiệt độ mà tại đó nó phản ứng để tạo ra lớp phủ màng mỏng, bề mặt nền 14 ở nhiệt độ trên nhiệt độ phản ứng. Sáng chế này cho phép tạo ra các lớp phủ màng mỏng với tốc độ làm lắng đọng có thể thương mại hóa ở tốc độ hoặc trên 5 nm/giây, tốt hơn nữa là ở tốc độ hoặc trên 50 nm/giây, và có lẽ thậm chí ở tốc độ hoặc trên 350 nm/giây. Tốc độ làm lắng đọng cao là quan trọng khi làm lắng đọng các màng mỏng trên nền thủy tinh trong một quy trình sản

xuất kính, khi dải thủy tinh di chuyển với tốc độ tuyến tính trong khoảng vài trăm insơ/phút và màng mỏng có độ dày cụ thể phải được làm lắng đọng trong các phần nhỏ của một giây. Đối với bất kỳ tổ hợp cụ thể nào của các chất phản ứng, nồng độ tối ưu và dòng khí để đạt được tốc độ làm lắng đọng cao có thể được xác định bằng phép thử, hoặc bằng mô hình hóa trên máy tính. Có thể nhận thấy rằng việc sử dụng nồng độ cao hơn của các chất phản ứng và dòng khí cao có thể dẫn đến sự chuyển hóa tổng thể kém hiệu quả hơn các chất phản ứng thành màng mỏng, sao cho điều kiện tối ưu cho hoạt động thương mại có thể khác biệt so với các điều kiện mà mang lại tốc độ làm lắng đọng cao nhất.

Một hệ thống sản xuất kính nổi có thể được sử dụng làm phương tiện để thực hiện phương pháp theo sáng chế này. Hệ thống kính nổi được mô tả ở đây minh họa cho các hệ thống như thế, và không giới hạn phạm vi của sáng chế.

Cụ thể hơn, hệ thống kính nổi như được minh họa trên Fig. 1 bao gồm một phần đường dẫn mà dọc theo đó thủy tinh lỏng được chuyển từ một lò nấu chảy, đến một phần bể nổi 42 trong đó một dải thủy tinh liên tục 51 được tạo thành theo quy trình nổi đã biết rõ. Nhiệt độ trong bể nổi thông thường là giữa 1050°F (566°C) và 1400°F (750°C). Tốt hơn là, nhiệt độ là giữa 1100°F (600°C) và 1200°F (650°C). Dải thủy tinh 51 tiến từ phần bể 42 qua một lò ủ 44 liền kề và một bộ phận làm nguội 46. Dải thủy tinh liên tục 51 tốt hơn là nền mà trên đó các màng mỏng được làm lắng đọng bởi thiết bị 10 theo sáng chế này. Phần bể nổi 42 bao gồm: một phần đáy 48 mà một dung dịch thiếc nóng chảy 50 được chứa trong đó, một vòm 52, các thành bên đối diện nhau (không được thể hiện trên hình vẽ) và các thành đầu 54. Vòm 52, các thành bên và các thành đầu 54 cùng nhau tạo ra một khoang kín 56 mà trong đó một môi trường không khí không làm ôxi hóa được duy trì để ngăn sự ôxi hóa thiếc nóng chảy 50.

Khi hoạt động, thủy tinh lỏng chảy dọc theo đường dẫn phía dưới một cữ chặn điều chỉnh và hướng xuống dưới lên trên bề mặt của dung dịch thiếc 50 với số lượng có kiểm soát. Trên bề mặt thiếc nóng chảy 50, thủy tinh lỏng trải ra theo hướng bên dưới tác động của trọng lực và sức căng mặt ngoài, cũng như các tác động cơ học nhất định, và nó tiến qua phần bể thiếc 42 để tạo ra dải thủy tinh 51. Dải thủy tinh 51 được lấy ra khỏi phần bể thiếc 42 qua các trục lăn rút 64 rồi sau đó được chuyển qua lò ủ 44 và bộ phận làm nguội 46 trên các trục lăn được sắp thẳng hàng. Quy trình làm lắng đọng màng mỏng theo sáng

chế tốt hơn là diễn ra trong phần bể nổi 42, mặc dù quy trình làm lắng đọng có thể diễn ra thêm dọc theo dây truyền sản xuất thủy tinh, chẳng hạn như, trong khoảng hở 45 giữa bể nổi 42 và lò ủ 44, hoặc trong lò ủ 44.

Một môi trường không khí không làm ôxi hóa thích hợp, thông thường là nitơ hoặc một hỗn hợp của nitơ và hyđrô trong đó nitơ trội hơn, được duy trì trong khoang kín bể nổi 56 để ngăn sự ôxi hóa thiếc nóng chảy bao gồm dung dịch thiếc 50. Không khí được nạp qua các ống dẫn 66 được ghép có thể hoạt động với một đường ống phân phối 68. Khí không làm ôxi hóa được đưa vào với tốc độ đủ để bù đắp cho những tổn thất thông thường và duy trì một áp suất dương nhỏ, xấp xỉ khoảng 0,001 đến khoảng 0,01 atmotfe trên mức áp suất không khí xung quanh, để ngăn sự thẩm thấu của không khí bên ngoài. Để đạt được mục đích của sáng chế này, khoảng áp suất được lưu ý trên đây được cho là tạo thành áp suất không khí bình thường. Nhiệt độ để duy trì trạng thái nhiệt độ như mong muốn trong phần bể thiếc 42 và khoang kín 56 được cung cấp bởi các lò sưởi bức xạ trong khoang kín 56. Không khí trong lò ủ 44 thông thường là không khí quyển, do bộ phận làm nguội 46 không được đóng kín và dải thủy tinh 51 trong đó lộ ra không khí xung quanh. Không khí xung quanh có thể bị đẩy ngược hướng với dải thủy tinh bởi các quạt 70 trong bộ phận làm nguội. Các bộ gia nhiệt cũng có thể được bố trí trong lò ủ 44 để làm cho nhiệt độ của dải thủy tinh 51 giảm dần theo trạng thái xác định trước khi nó được chuyển qua đó.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Thiết bị làm lắng đọng đã được sử dụng để làm lắng đọng các lớp phủ trên nền thủy tinh được vận chuyển qua một lò có băng tải, cụ thể hơn, một lò gồm ba vùng là một vùng gia nhiệt nền, một vùng phủ, và một vùng làm nguội. Các tấm thủy tinh natri cacbonat-vôi-silic điôxit và thủy tinh natri cacbonat-vôi-silic điôxit có một lớp chắn silic điôxit được làm lắng đọng trước ở trên đó được tải lên băng tải đi qua lò, cho phép nhiệt độ thủy tinh đạt đến 650°C trước khi đi vào vùng phủ. Nền thủy tinh được gia nhiệt sau đó được đưa qua bên dưới thiết bị làm lắng đọng mà được đặt ở vị trí cách khoảng 4 mm phía trên bề mặt của nền thủy tinh. Quy trình làm lắng đọng được thực hiện với tốc độ tuyến tính là giữa 0,5 và 3 m/phút trên các tấm thủy tinh có kích thước là 100 x 300 mm

và độ dày là 3 mm. Thiết bị làm lắng đọng được duy trì ở nhiệt độ là 150°C. Về cơ bản, tất cả các khí nạp vào được sử dụng/chưa được sử dụng được xả từ vùng phủ để không gây trở ngại cho quy trình làm lắng đọng. Như được sử dụng trong các ví dụ dưới đây, "khe" có thể được coi là tương đương với thuật ngữ đường dẫn dòng khí 28, đi ra khỏi thiết bị làm lắng đọng qua lỗ xả chất phản ứng dạng khí 26 tương ứng.

Ví dụ 1- Làm lắng đọng Kẽm ôxit bằng Hợp chất Phụ gia Sử dụng một Thiết bị phủ khe 5

Với Khe 1 ở bên trái của thiết bị phủ và Khe 5 ở bên phải của thiết bị phủ, các tiền chất nạp vào cho mỗi khe là như sau:

Khe 1 và Khe 5 - Hai khe này chuyển một hỗn hợp của N_2 và H_2O (ở dạng hơi). Để đơn giản hóa, một giàn bay hơi riêng lẻ được sử dụng để tạo ra một hỗn hợp hơi và N_2 mà được chia đều và chuyển đến các Khe 1 và 5. Để tránh sự ngưng tụ, tất cả các dây chuyền chuyển chất phản ứng được duy trì ở nhiệt độ trên điểm sương. Hỗn hợp hơi và N_2 được tạo ra bằng cách phun nước vào trong một giàn bay hơi được gia nhiệt. Khí mang N_2 được thêm vào giàn bay hơi để vận chuyển hỗn hợp hơi và N_2 tới các Khe 1 và 5. 10 mL/phút nước được phun vào giàn bay hơi và lượng N_2 được thêm vào giàn bay hơi với mức sao cho tổng dòng khí N_2 + hơi bằng 20 slm, với 10 slm đi đến mỗi trong số các Khe 1 và 5.

Khe 2 và Khe 4 - Một dòng khí được điều chỉnh là 10 slm khí mang N_2 được nạp xuống mỗi trong số các Khe 2 và 4.

Khe 3 - Chất phản ứng dạng khí chảy qua Khe 3 được điều chỉnh để bao gồm một hỗn hợp của kẽm đimetyl (DMZ) và một hợp chất phụ gia, đó là axetyl axetonat. Hai máy sục khí được sử dụng để tạo ra một hỗn hợp của hai hóa chất. Tiền hỗn hợp DMZ được tạo ra bằng cách sử dụng một máy sục khí tiêu chuẩn được duy trì ở nhiệt độ là 36°C. Bằng cách đưa một dòng khí He qua máy sục khí, 0,077 mol/phút DMZ dạng khí được làm bay hơi. Máy sục khí axetyl axetonat thứ hai được duy trì ở nhiệt độ là 60°C. Khí N_2 được đưa qua máy sục khí thứ hai để tạo ra một dòng khí axetyl axetonat. Hai hóa chất được hòa trộn trước trong một ống, và khí N_2 bổ sung được thêm vào để tạo ra tổng dòng

khí qua Khe 3 là 10 slm.

Trong những điều kiện này, các tấm thủy tinh được dịch chuyển phía dưới thiết bị phủ với tốc độ tuyến tính là 1,8 m/phút. Màng kẽm ôxit có độ dày là 450 nm được làm lắng đọng với tốc độ làm lắng đọng là 68 nm/giây, thủy tinh được phủ thể hiện độ mờ là 4,8 % và độ truyền dẫn ánh sáng khả kiến cao là 76 %.

Ví dụ 2 - Làm lắng đọng kẽm ôxit được pha tạp Gali bằng hợp chất phụ gia Sử dụng một thiết bị phủ khe 5

Bằng cách sử dụng các điều kiện thực nghiệm được mô tả trên đây liên quan đến Ví dụ 1, một hỗn hợp khí N_2 + H_2O được nạp qua Khe 1 và Khe 5. 24 mL/phút nước được phun vào giàn bay hơi và 0,5 slm khí N_2 được thêm vào. Chất phản ứng dạng khí chảy qua Khe 3 được điều chỉnh để bao gồm một hỗn hợp của DMZ, axetyl axetonat và một hợp chất pha tạp, đó là trimetyl gali (TMG). Ba máy sục khí được sử dụng để tạo ra một hỗn hợp của ba hóa chất. Máy sục khí DMZ và máy sục khí axetyl axetonat được vận hành như được mô tả trong Ví dụ 1. DMZ được vận chuyển qua máy sục khí thứ nhất bởi khí He để 0,077 mol/phút DMZ được làm bay hơi. Máy sục khí trimetyl gali thứ hai được duy trì ở nhiệt độ là 10°C. Khí N_2 được đưa qua máy sục khí thứ hai để tạo ra một dòng khí gali. Ba tiền chất được hòa trộn trước trong một ống và khí N_2 bổ sung được thêm vào để tạo ra tổng dòng khí qua Khe 3 là 10 slm. Trong những điều kiện này, các tấm thủy tinh được dịch chuyển phía dưới thiết bị phủ với tốc độ tuyến tính là 3,0 m/phút mà ở đó một lớp phủ kẽm ôxit dẫn điện có độ dày là 200-230 nm và thể hiện điện trở suất xấp xỉ 1x10-3 ôm cm được làm lắng đọng với tốc độ làm lắng đọng là 50-60 nm/giây. Có thể nhận thấy rằng bằng cách thay đổi hợp phần của hỗn hợp DMZ/tạp chất, có thể tạo ra các màng có các điện trở suất cao hơn và thấp hơn. Chẳng hạn như, điện trở suất là 1,3x10-2 ôm cm được thể hiện bởi màng được làm lắng đọng sử dụng một pha khí 0,002 mol/phút TMG trong khi điện trở suất là 4,3x10-3 ôm cm được thể hiện bởi thủy tinh được phủ sử dụng một pha khí 0,004 mol/phút TMG. Các thủy tinh được phủ này cũng thể hiện độ truyền dẫn ánh sáng khả kiến cao là 60-70 %, mức độ hấp thụ bức xạ hồng ngoại thấp là 13-20 %, và độ mờ thấp là 0,6-1,1%. Ngược lại, khi không có chất phụ gia axetyl axetonat, có thể thu được các màng có các điện trở suất cao hơn nhiều là 3,9x10-1 ôm cm

và 9,3x10-2 ôm cm với cùng lượng TMG tương ứng như lưu ý trên đây.

Ví dụ 3 - Làm lắng đọng kẽm ôxit được pha tạp Gali với hợp chất phụ gia sử dụng một thiết bị phủ khe 7

Ví dụ (3-1) Một quy ước đặt tên tương tự như với Ví dụ 1, 2, và 3 được sử dụng cho các khe của thiết bị phủ 7 khe, với Khe 1 và 7 tương ứng ở đầu mút bên trái và bên phải của thiết bị phủ.

Khe 1 và Khe 7 - Hai khe này được sử dụng trong Ví dụ này để chuyển một hỗn hợp của N_2 + H_2O (ở dạng hơi). Như trong Ví dụ 1, một giàn bay hơi riêng lẻ được sử dụng để tạo ra một hỗn hợp hơi và N_2, mà được chia đều nhau giữa các Khe 1 và 7. Ngoài ra, tất cả các dây chuyền chuyển tiền chất được duy trì ở nhiệt độ trên điểm sương. 6 mL/phút nước được phun vào giàn bay hơi. N_2 lại được sử dụng làm khí mang cho hỗn hợp hơi và N_2. Tổng dòng khí lại là 20 slm với 10 slm hỗn hợp hơi và N_2 chảy xuống mỗi trong số các Khe 1 và 7.

Các Khe 2, 3 và 5, 6 – Một dòng khí được điều chỉnh là 5 slm khí mang N_2 được nạp xuống mỗi trong số các Khe 2, 3 và 5, 6 để đảm bảo sự tách biệt giữa hỗn hợp hóa học chảy xuống Khe 4 và các hỗn hợp chảy xuống các Khe 1 và 7.

Khe 4 - Khe này lại được sử dụng để chuyển một tiền chất hỗn hợp của kẽm đimetyl (DMZ), axetyl axetonat và trimetyl gali (TMG). Một máy sục khí tiêu chuẩn ở nhiệt độ 36°C lại được sử dụng để tạo ra DMZ dạng khí và được vận chuyển qua máy sục khí bằng khí He để 0,077 mol/phút DMZ được làm bay hơi. Một máy sục khí tiêu chuẩn thứ hai ở nhiệt độ 60°C lại được sử dụng để tạo ra axetyl axetonat dạng khí mà được vận chuyển qua máy sục khí bằng khí N_2. Máy sục khí tiêu chuẩn thứ ba ở nhiệt độ là 10°C lại được sử dụng để tạo ra TMG dạng khí và được vận chuyển qua máy sục khí bằng khí He để 0,005 mol/phút TMG được làm bay hơi. Ba hóa chất được hòa trộn trước trong một ống và khí N_2 bổ sung được thêm vào để tạo ra tổng dòng khí qua Khe 4 là 10 slm. Trong những điều kiện này, các tấm thủy tinh được dịch chuyển phía dưới thiết bị phủ với tốc độ tuyến tính từ 0,5 đến 3,0 m/phút mà ở đó một lớp phủ kẽm ôxit dẫn điện có độ dày là 280-1420 nm được làm lắng đọng với tốc độ làm lắng đọng là 60-70 nm/giây, lớp phủ thể

hiện điện trở suất < 1x10-3 ôm cm. Các đặc tính khác thể hiện bởi thủy tinh được phủ bao gồm độ truyền dẫn ánh sáng khả kiến cao > 71 %, và độ mờ thấp < 2,0 %. Ngoài ra, có thể nhận thấy rằng bằng cách thay đổi hợp phần của hỗn hợp DMZ/tạp chất, có thể tạo ra các màng có các điện trở suất cao hơn và thấp hơn.

Ví dụ (3-2) Khe 1 và Khe 7 – Một dòng khí được điều chỉnh là 10 slm khí mang N_2 được nạp xuống mỗi trong số các khe này để tăng cường khả năng hòa trộn các dòng khí trong Khe 2 và Khe 6.

Khe 2 và Khe 6 – Hai khe này được sử dụng trong Ví dụ này để chuyển một hỗn hợp của N2 + H_2O (ở dạng hơi) trong cùng một cách giống như ở Ví dụ 4-1. Một giàn bay hơi riêng lẻ được sử dụng để tạo ra một hỗn hợp hơi và N_2, mà được chia đều nhau giữa các Khe 2 và 6. Ngoài ra, tất cả các dây chuyền chuyển tiền chất được duy trì ở nhiệt độ trên điểm sương. 6 mL/phút nước được phun vào giàn bay hơi. N_2 lại được sử dụng làm khí mang cho hỗn hợp hơi và N_2. Tổng dòng khí lại là 20 slm với 10 slm hỗn hợp hơi và N_2 chảy xuống mỗi trong số các Khe 2 và 6.

Các Khe 3 và Khe 5 - Một dòng khí được điều chỉnh là 10 slm khí mang N_2 được nạp xuống mỗi trong số các khe này để đảm bảo sự tách biệt giữa hỗn hợp hóa học chảy xuống Khe 4 các hỗn hợp chảy xuống các Khe 2 và 6.

Khe 4 - Khe này lại được sử dụng để chuyển một tiền chất hỗn hợp của kẽm đimetyl (DMZ), axetyl axetonat và trimetyl gali (TMG). Một máy sục khí tiêu chuẩn ở nhiệt độ 36°C lại được sử dụng để tạo ra DMZ dạng khí và được vận chuyển qua máy sục khí bằng khí He để 0,077 mol/phút DMZ được làm bay hơi. Một máy sục khí tiêu chuẩn thứ hai ở nhiệt độ 60°C lại được sử dụng để tạo ra axetyl axetonat dạng khí mà được vận chuyển qua máy sục khí bằng khí N_2. Một máy sục khí ở nhiệt độ là 10°C lại được sử dụng để tạo ra TMG dạng khí và được vận chuyển qua máy sục khí bằng khí He để 0,005 mol/phút TMG được làm bay hơi. Ba hóa chất được hòa trộn trước trong một ống và khí N_2 bổ sung được thêm vào một tổng dòng khí qua Khe 4 là 13,5 slm.

Trong những điều kiện này, các tấm thủy tinh được dịch chuyển phía dưới thiết bị phủ với tốc độ tuyến tính là 3,0 m/phút, mà ở đó lớp phủ kẽm ôxit dẫn điện có độ dày là 570 nm và thể hiện điện trở suất là 8,5x10-4 ôm cm được làm lắng đọng với tốc độ làm lắng đọng là 141 nm/giây. Đồ thủy tinh được phủ thể hiện độ truyền ánh sáng khả kiến

(Tvis) là khoảng 62% và độ mờ là khoảng 7,7%.

Ngoài axetyl axetonat, các hợp chất phụ gia khác được cho là thích hợp với sáng chế bao gồm trifloro axetyl axetonat và hexafloro axetyl axetonat.

Theo các điều khoản quy định của luật sáng chế, sáng chế này đã được mô tả ở các khía cạnh được cho là thể hiện các phương án ưu tiên của nó. Tuy nhiên, cần lưu ý rằng sáng chế có thể được thực hiện khác đi so với những gì đã được minh hoạ và mô tả cụ thể mà không nằm ngoài phạm vi của nó.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Thiết bị (10) làm lắng đọng màng mỏng lên nền được gia nhiệt lưu động (14) bao gồm:

thân thiết bị phủ chính (12) có độ dài, độ rộng và độ cao xác định trước tương ứng được ký hiệu là x, y, và z, và một bề mặt trên z1 và một bề mặt dưới z2;

nhiều lỗ nạp vào (24) được tạo thành trên bề mặt z1 của thân thiết bị phủ chính (12) để cho phép dòng khí các chất phản ứng hóa học dạng khí qua đó, mỗi trong số các lỗ nạp vào (24) thông lưu chất với một nguồn vật liệu chất phản ứng dạng khí và/hoặc khí trơ;

nhiều lỗ xả (26) được tạo thành trên bề mặt z2 của thân thiết bị phủ chính (12) để cho phép dòng khí các chất phản ứng dạng khí đi ra qua đó trong nhiều đường dẫn dòng khí xác định trước;

nhiều đường dẫn dòng khí (28) được tạo ra trong thân thiết bị phủ chính (12), một đường dẫn dòng khí (28) như thế được tạo ra giữa mỗi trong số các lỗ nạp vào (24) và một trong số các lỗ xả (26) tương ứng;

khác biệt ở chỗ thiết bị điều hòa dòng khí (30) được bố trí trong một hoặc nhiều đường dẫn dòng khí (28) nhằm làm tăng mức độ thành tầng của một hoặc nhiều dòng xả khí từ một hoặc nhiều lỗ đầu ra chất phản ứng dạng khí (26).

2. Thiết bị (10) theo điểm 1, trong đó ít nhất một trong số các dây chuyền cung cấp được nối với mỗi trong số các lỗ nạp vào chất phản ứng dạng khí (24).

3. Thiết bị (10) theo điểm 1, trong đó độ rộng của ít nhất một lỗ xả (26) theo hướng y là khác nhau, và trong đó vận tốc dòng khí của khí trong mỗi đường xả dòng khí riêng rẽ là giống nhau.

4. Thiết bị (10) theo điểm 1, trong đó một hoặc nhiều thiết bị điều chỉnh nhiệt có khả năng duy trì ít nhất là các lỗ xả khí (26) của thiết bị (10) trong khoảng + hoặc - 50°F (±10°C) của nhiệt độ điểm được thiết đặt như mong muốn.

5. Thiết bị (10) theo điểm 1, trong đó một hoặc nhiều lỗ xả chất phản ứng dạng khí (36)

được tạo thành trên bề mặt z2 gần các đường dẫn xả dòng khí.

6. Thiết bị (10) theo điểm 1, trong đó một phần của ít nhất một trong số các đường dẫn dòng khí (28) được xác định bởi một hoặc nhiều bộ dẫn hướng xả (32).

7. Thiết bị (10) theo điểm 1, trong đó thiết bị điều hòa dòng khí (30) bao gồm kết cấu có dạng hình tổ ong.

8. Thiết bị (10) theo điểm 1, trong đó các lỗ xả khí (26) được làm lõm ở phần thân chính (12) của thiết bị (10) cho đến khoảng 5,5 mm từ bề mặt bên dưới z2 của thiết bị (10).

9. Thiết bị (10) theo điểm 1, trong đó bộ dẫn hướng xả (32) kéo dài một khoảng cách xác định trước ở xa ít nhất một lỗ xả khí (26).

10. Phương pháp làm lắng đọng hóa học từ hơi để làm lắng đọng màng mỏng trên nền thủy tinh được gia nhiệt, lưu động (14) bao gồm các bước:

bố trí khoang kín (56) là bể kính nổi bao gồm một dải thủy tinh liên tục (51) được đỡ trên bể kim loại nóng chảy (50), khoang kín (56) ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 1100°F (600°C) đến khoảng 1350°F (750°C) và về cơ bản là ở áp suất không khí;

bố trí ít nhất một thiết bị (10) làm lắng đọng màng mỏng được đặt ở một khoảng cách xác định trước phía trên dải thủy tinh liên tục (51), ít nhất một thiết bị (10) làm lắng đọng màng mỏng bao gồm:

ít nhất một nguồn chất phản ứng hóa học dạng khí;

ít nhất một nguồn khí trơ;

các dây chuyền cung cấp riêng biệt để chuyển ít nhất một chất phản ứng hóa học dạng khí và ít nhất một khí trơ đến thiết bị làm lắng đọng màng mỏng (10);

nạp ít nhất một chất phản ứng hóa học dạng khí vào trong một hoặc nhiều lỗ nạp khí vào (24) riêng biệt được tạo thành trên một bề mặt trên z1 của thiết bị làm lắng đọng (10);

vận chuyển ít nhất một chất phản ứng hóa học dạng khí và ít nhất một khí trơ qua

các đường dẫn dòng khí (28) khí riêng biệt kéo dài qua thiết bị làm lắng đọng (10), các đường dẫn dòng khí (28) kéo dài từ các lỗ nạp khí vào (24) đến một hoặc nhiều các lỗ xả khí (26), mỗi lỗ xả khí có dạng khe, được tạo thành trên một bề mặt dưới z2 của thiết bị làm lắng đọng (10);

duy trì khu vực lỗ xả khí (26), và khu vực gần các lỗ xả khí (26) ở nhiệt độ trong khoảng ±50°F (±10°C);

xả các lưu lượng riêng rẽ về cơ bản được xử lý thành tầng của ít nhất một chất phản ứng dạng khí và ít nhất một khí trơ từ các lỗ xả khí (26) tách biệt tương ứng của chúng với một hoặc nhiều vận tốc dòng khí xác định trước;

hòa trộn các dòng khí được xử lý riêng rẽ của ít nhất một chất phản ứng hóa học dạng khí ở một vùng hòa trộn tại hoặc gần bề mặt làm lắng đọng của nền thủy tinh được gia nhiệt, lưu động (14); và

làm lắng đọng một màng mỏng của các sản phẩm phản ứng của ít nhất một chất phản ứng hóa học dạng khí trên bề mặt làm lắng đọng của nền thuỷ tinh được gia nhiệt, lưu động (14) với tốc độ làm lắng đọng ở tốc độ khoảng 5nm/giây,

khác biệt ở chỗ:

điều hòa dòng khí của ít nhất một chất phản ứng hóa học dạng khí và ít nhất một khí trơ bằng ít nhất một thiết bị điều hòa lưu lượng (30) được bố trí trong một hoặc nhiều đường dẫn lưu lượng (28) riêng rẽ;

và nhằm làm tăng nhằm làm tăng mức độ thành tầng của một hoặc nhiều dòng xả khí từ một hoặc nhiều lỗ đầu ra chất phản ứng dạng khí (26).

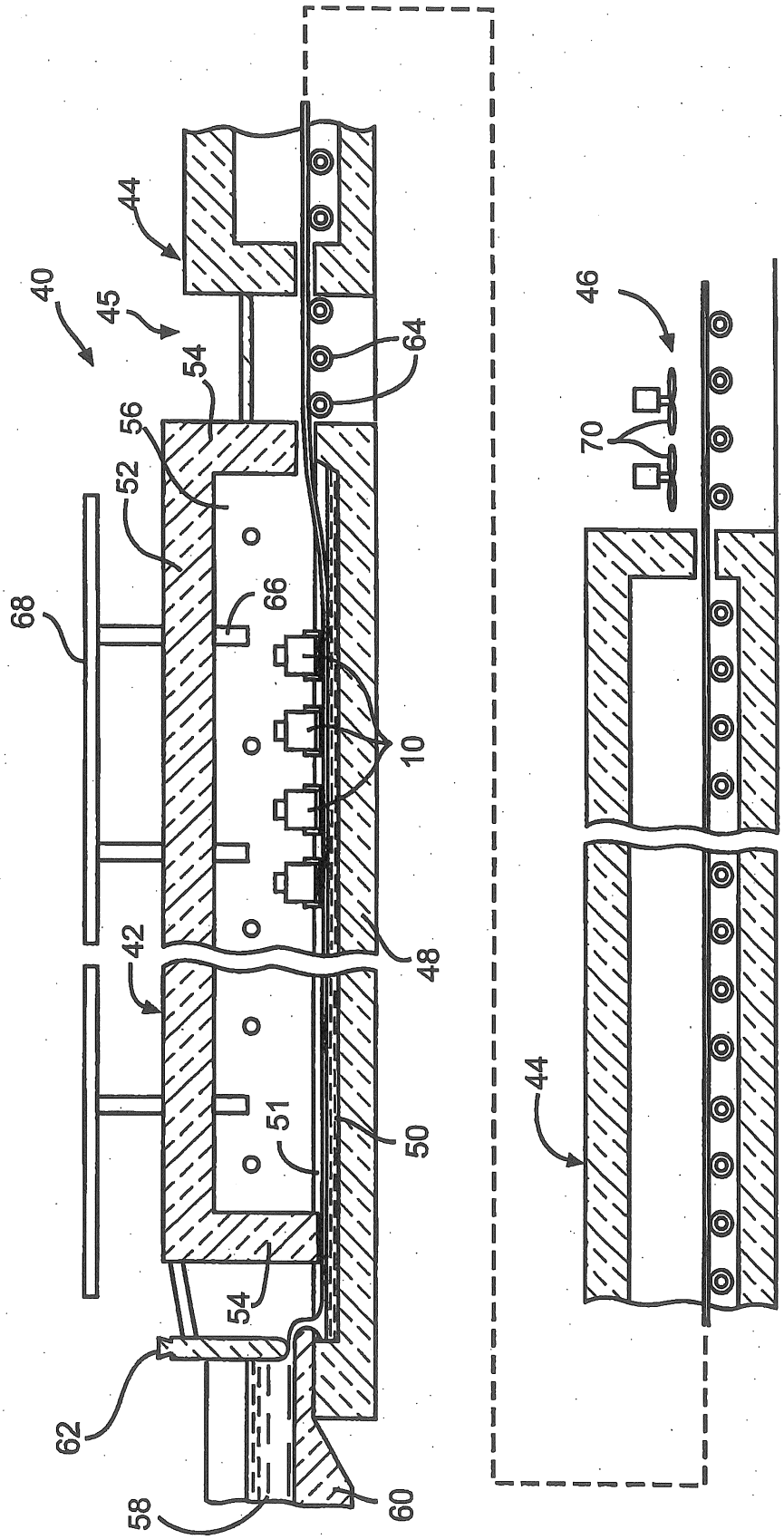


FIG. 1

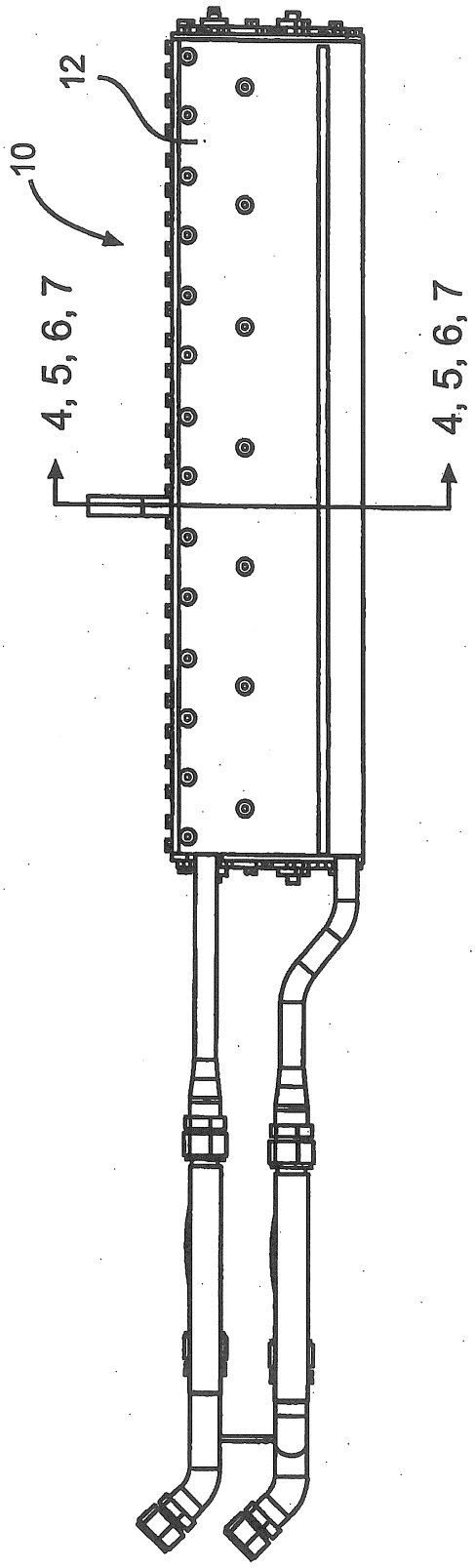


FIG. 2

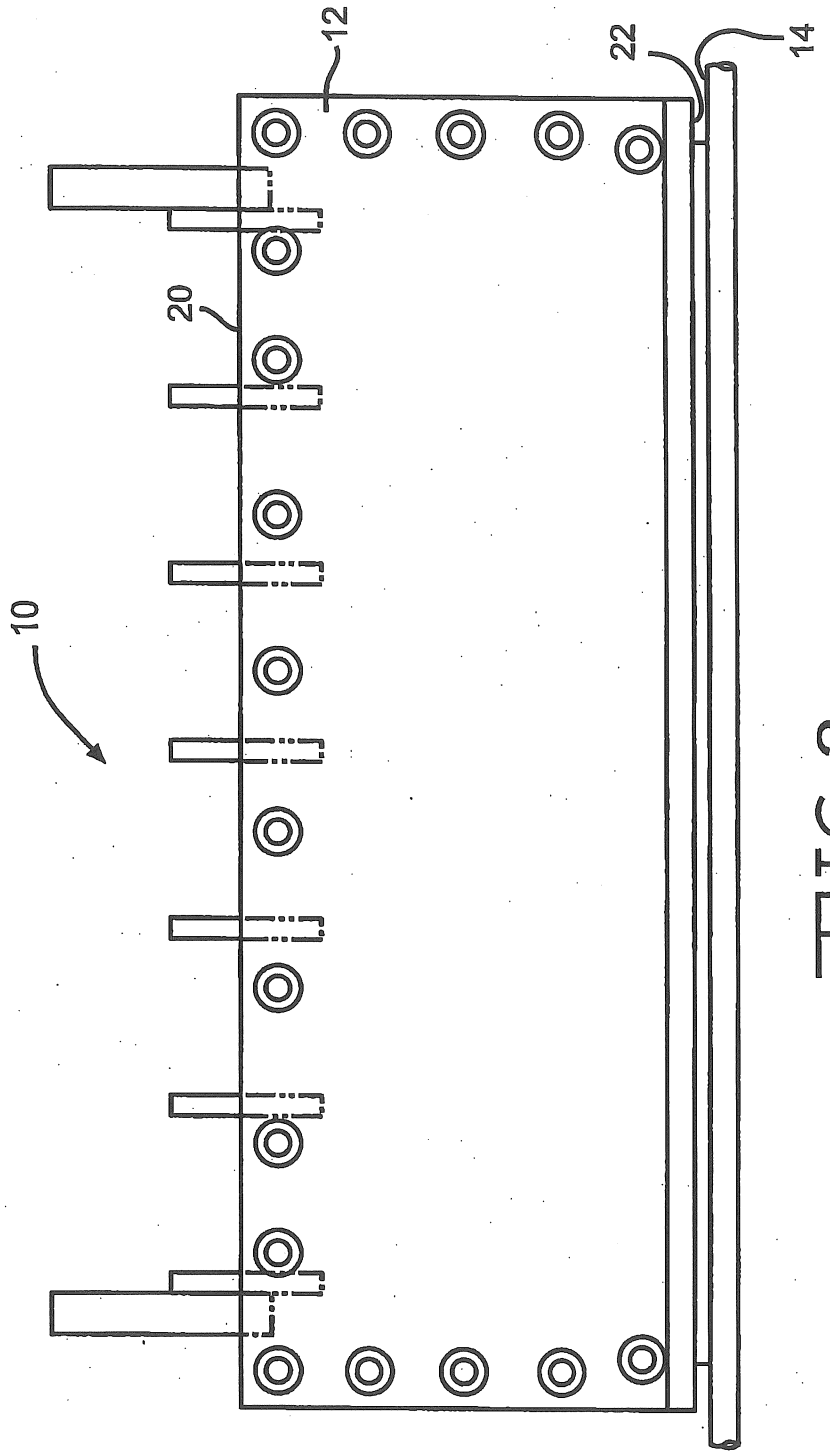


FIG. 3

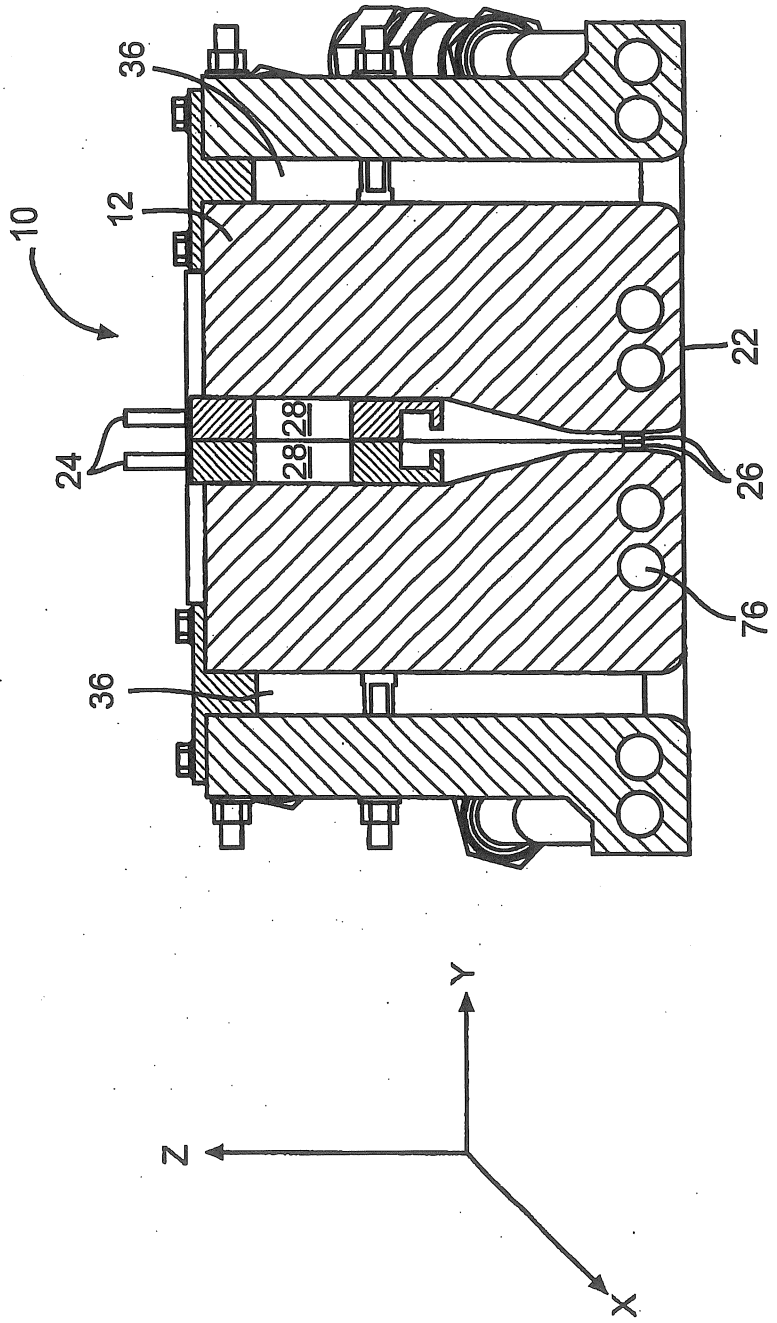


FIG. 4

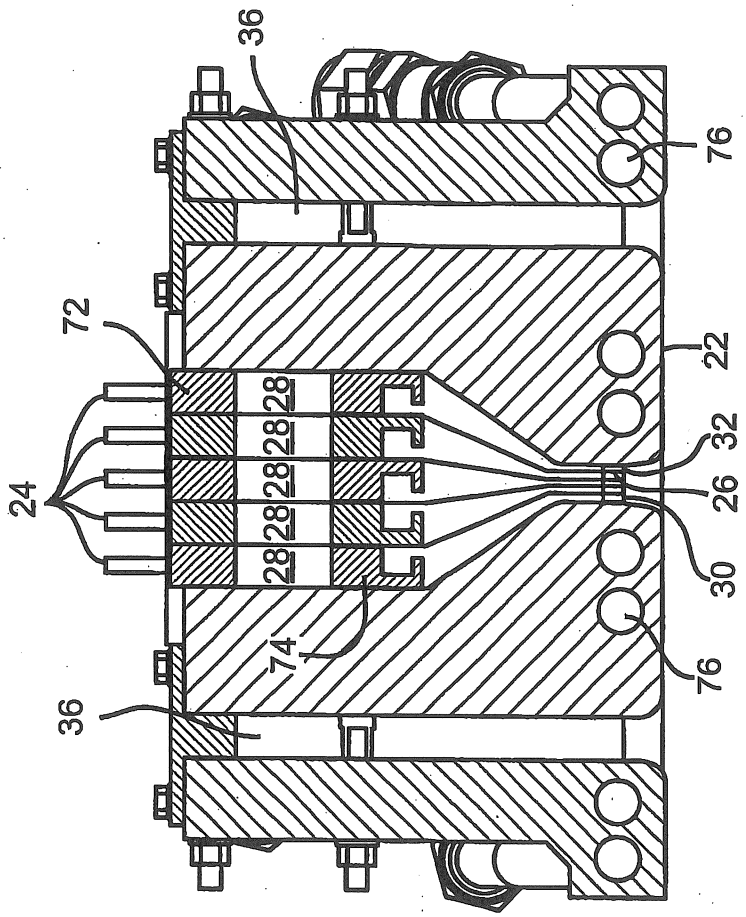


FIG. 5

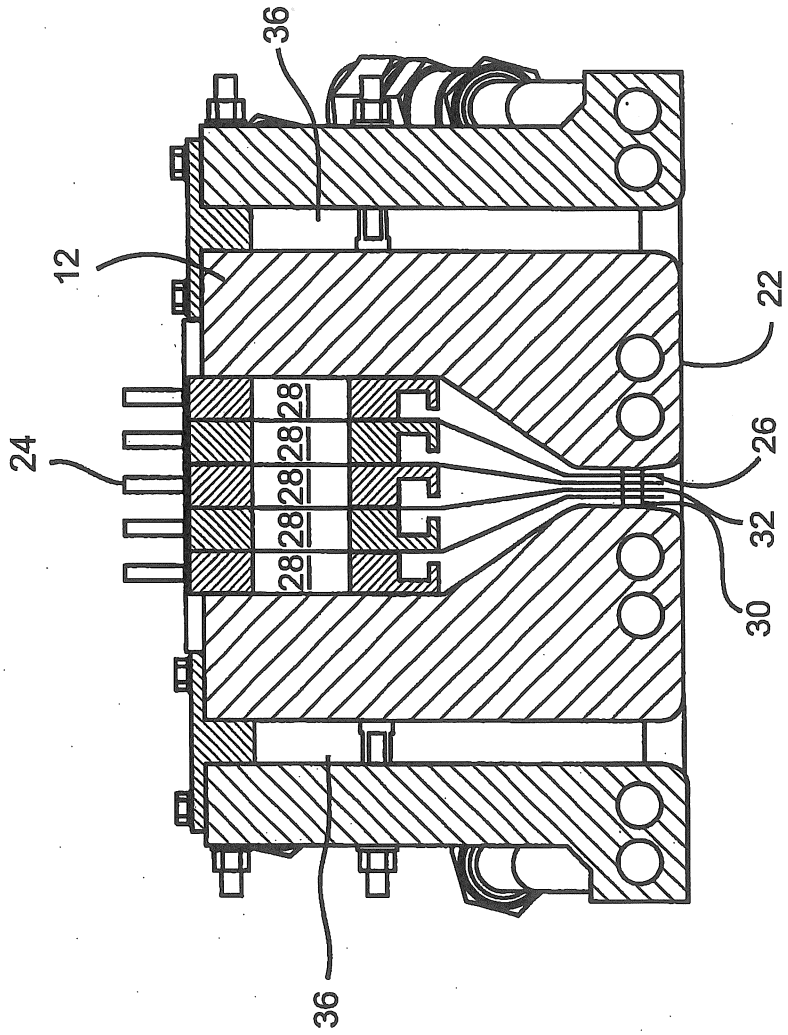


FIG. 6

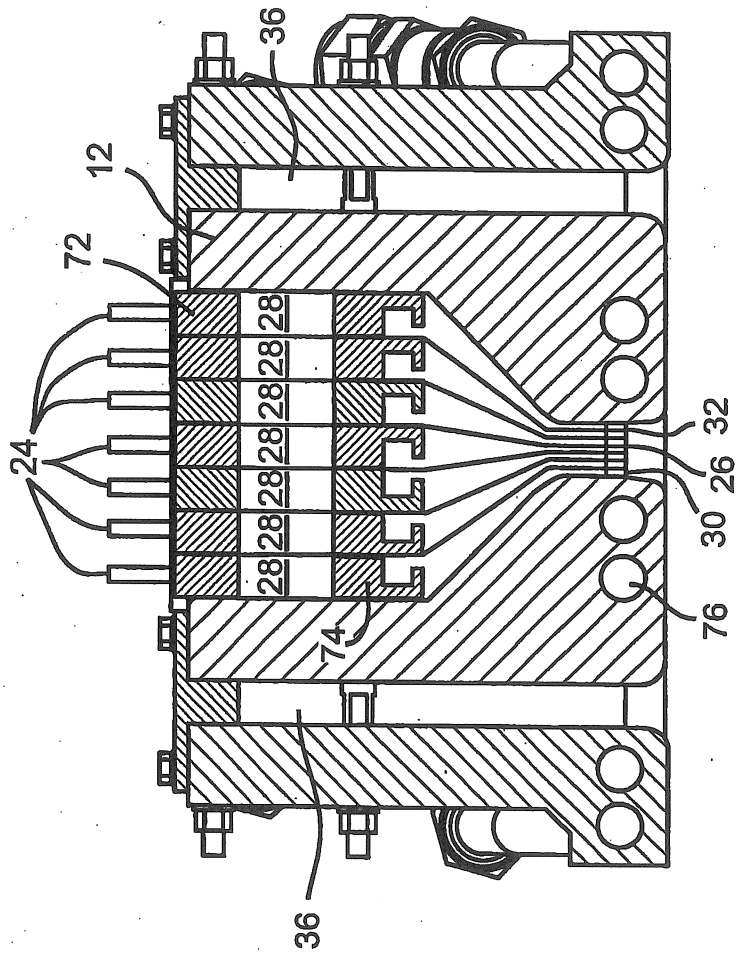


FIG. 7

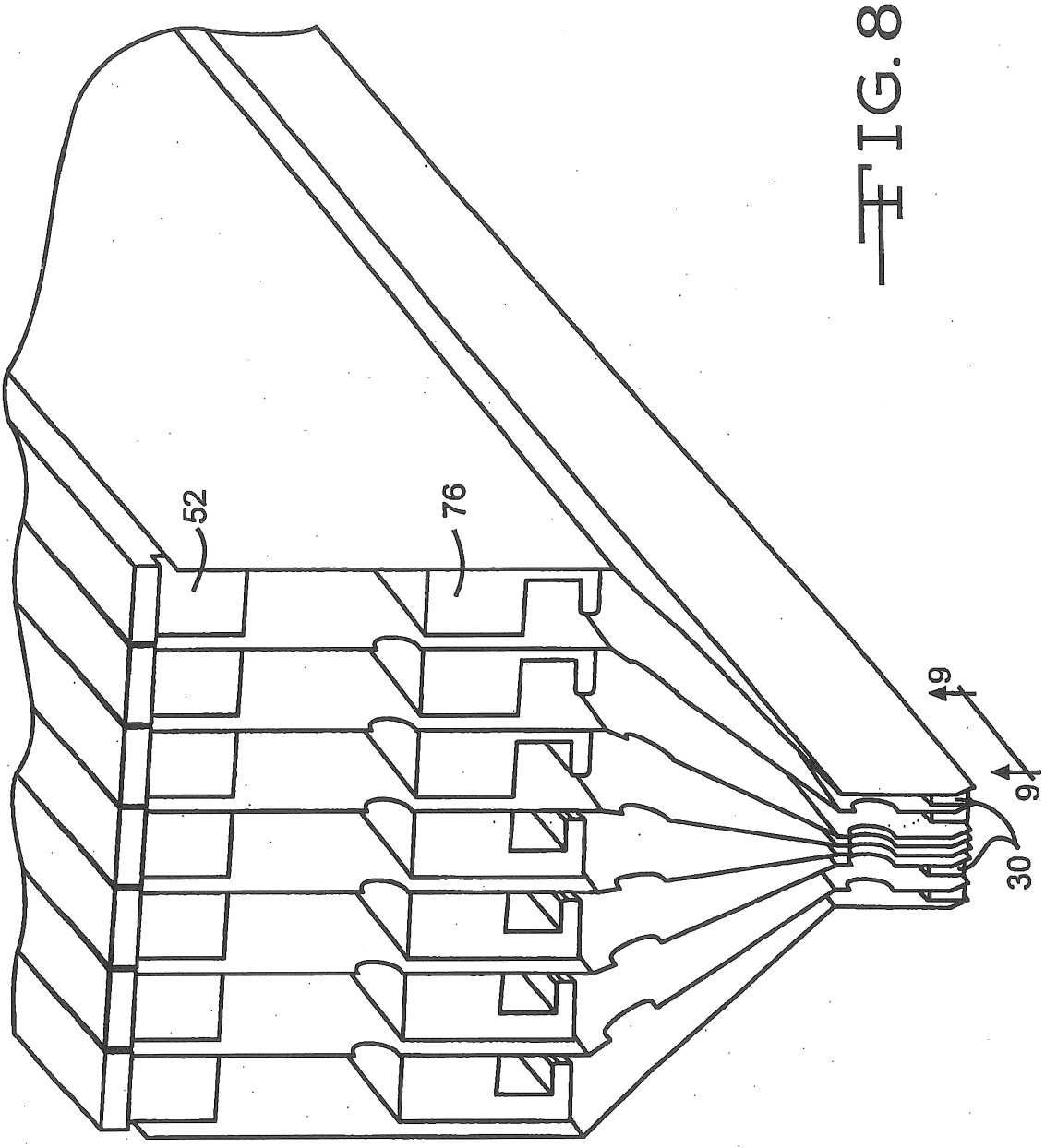


FIG. 8

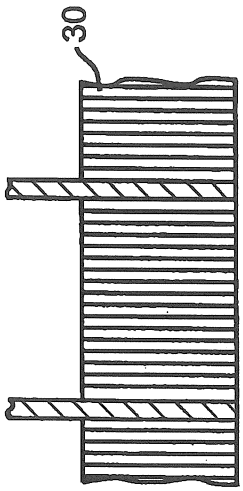


FIG. 10

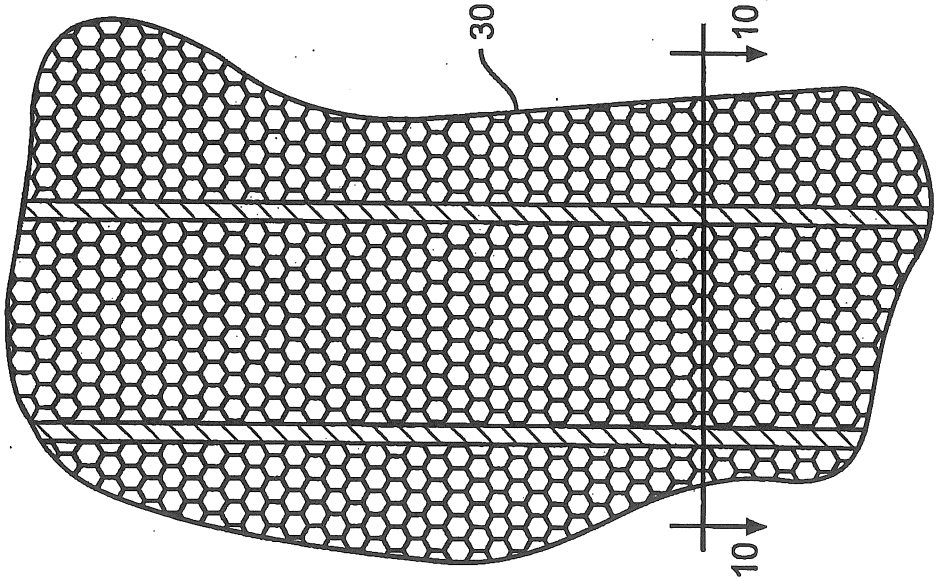


FIG. 9