

## 第三章 實驗方法

### 3.1 實驗流程

PET 粒子乾燥實驗流程 Fig. (3.1),

PET 基板電漿清洗實驗流程 Fig. (3.2)

### 3.2 實驗設備與儀器

使用設備：

a. 滾桶式微波乾燥機，規格如 Fig. (3.3)所示，微波乾燥系統單元介紹及操作。主要進行 PET 粒子乾燥實驗，並探討開發時之相關設計問題。

b. 微波電漿清洗機，規格如 Fig. (3.4)所示，本文設計之電漿清洗系統之外觀照片。主要進行 PET 基板表面清洗，並探討系統調整最佳化之方法。

使用儀器：

a. 微波測漏機

Fig. (3.5)所示，MD-2000 微波洩漏量測儀

規格：MD-2000 DIGITAL READOUT

偵測範圍：0 mW/cm<sup>2</sup> TO 9.99 mW/cm<sup>2</sup>

b. 含水率量測機

Fig. (3.6)所示，規格：KETT-FD720 日製高精度紅外線水分計。

大型 LCD 螢幕表示 (137 x 43 mm)。

採用 625W 高功率中波長紅外線石英加熱器。

測量器皿尺寸：SUS 製 直徑 130 mm, 深 13 mm。

測定系統：採用加熱乾燥. 重量測定方式。

測定物體：重量在 0.5 ~ 120 g 之間的粉末或液體。

最小單位：0.001g, 0.1 % / 0.01 % 兩種模式可供切換。

測定範圍：0 ~ 100 % 水分及固形分, 0 ~ 500 % 乾基量。

精確度：5 g 以上 0.05 %, 10 g 以上 0.02 % 。

c. 網路分析儀(Network Analyzer)

如 Fig. (3.7)所示，規格：HEWLETT PACKARD,

RF PLUG-IN HP-83592A POWER,

SWEEP OSCILLATOR HP-8350B FREQUENCY,

SCALAR NETWORK ANALYZER HP-8757D

d. 達因試劑

Fig. (3.8)所示，

規格：Arcotest Test ink

(Test ink between 18.4 mN/m and 105 mN/m)

現購買為 Test ink between 28 mN/m and 56 mN/m

#### e. 水滴角量測儀

Fig. (3.9)所示，

規格：First Ten Angstroms FTA125 (標準型)。

樣品最大尺寸：W：35 mm, H：25 mm

樣品定位：Z 軸可手動上昇下降(25 mm)

Y 軸採手動式移動定位(行程 100 mm)

定量滴定：-容量：2.0ml, -Teflon 材質，耐酸鹼溶液。

可進行接觸角(Contact Angle), Sessile Drop Mode 液體表面

張力(Surface Tension), Pendant Drop Mode 及固體表面能

(Surface Energy), 接觸角量測範圍：0-180°。

### 3.3 實驗原料

#### 3.3.1 PET 粒子材料

材料名稱：PET (Poly Terephthalate，聚對苯二甲酸乙二酯)

原料來源：Far Eastern Textile

粒徑：橢圓狀，直徑為 2.5 mm 白色粒子 Fig.(3.10)

商標名：Celanar，Crastin，Dacron，Hylar，Melinex，Mylar

應用：飲料保特瓶、汽車塑膠材料、衣服纖維及輪胎線上。

物性：PET 分子結構, 材料特性如(Table 3.1)。射出成型前若

水分未乾燥，瓶上會產生銀條、氣泡等現象，如

Fig. (3.11)。PET 是吸濕性材料，若含水率太高，在高

溫加工下會產生水解，使 PET 分子鏈斷裂及熱分解產生

乙醛，物性及機械性質降低，結晶速率加快，在瓶胚射

出時會使瓶胚部分結晶白化，影響產品的品質。在瓶胚

射出成型之前，PET 粒必須先乾燥至含水率在 0.05 %

以下，如此才能製造出良好的非結晶透明瓶胚。

### 3.3.2 PET 基板材料

材料名稱：PET (Poly Terephthalate，聚對苯二甲酸乙二酯)

薄片

原料來源：Exploit Technology CO., itd.

尺寸：A4 透明薄片，300 mm\*210 mm\*0.1 mm Fig. (3.12)

另與 PET 粒子同樣有水解現象。

材料特性、物性如上所述, 現應用為投影片及 LCD 背光模組。

### 3.3.3 操作系統表面處理

#### 一般性陽極處理

一般性陽極處理其處理之膜厚約在  $5\ \mu$  至  $15\ \mu$  左右，其特性是可在鋁材表面形成一層亮麗而耐腐蝕的表面，並可依客戶的喜愛而選擇亮面處理或者霧面處理（梨面處理），因為所形成之表面為多孔性質，具有優秀的滲透性，可以將表面以有機或無機的染料浸泡，使之滲入毛細孔內，形成有顏色之成品，顏色有多樣的變化，是一般性陽極處理的特點，用於以鋁材為原料的製品是最佳的外觀性保護處理。

### 硬膜性陽極處理

硬膜性陽極處理其硬度可達 Hv500 以上，膜厚為  $30\ \mu$  至  $50\ \mu$ ，具有極為優良的耐摩擦性及耐腐蝕性，而其毛細孔孔徑極小，在某些用途上具有一定的不沾程度，所以在工業上的用途極為廣泛，從滾筒、模具、軌道、汽缸到鍋具等民生用品都可利用其耐摩擦及不沾的特性，來使工件發揮特性。這一層硬膜陽極處理層的硬度足以媲美金鋼鑽之表面硬度，由其是其微小的毛細孔使用於機械零件時，當零件運作時加入的潤滑油脂會緩慢滲入毛細孔內，更增加其潤滑度。

### 3.4 PET 粒子微波乾燥系統

#### 3.4.1 微波源

微波源 Fig. (3.13) 外殼為不銹鋼結構，作為高壓安全保護，另加裝風扇及導流罩對磁控管做散熱，內裝置為 600 W 氣冷式磁控管、導波管及溫度保護感測器。此系統在腔體上方共架設四組微波源，由此饋入微波至腔體內對粒子加熱。

#### 3.4.2 微波乾燥系統

a. 微波源及其數量：4 組 600 W 氣冷式磁控管在圓筒上前、後架設，

以利微波對筒內粒子均勻加熱。

b. 腔體：以粒子成型所需用量 6 kg 為主，2.45 GHz 微波可穿透深度為 12cm。圓筒狀，腔長 400 mm(內腔為 370 mm)，直徑 400 mm(內徑為 360 mm)，其設計考慮空腔 Q 值及波長空腔 Q 值，

由 Table 2.1(b) 知  $r/l=0.5$ (最大 Q 之條件)， $180/370=0.486$

波長之設計，由 Table 2.1(c) 知

$$\begin{aligned}\lambda &= 2 / (1/l^2 + 1.49/r^2)^{1/2} = 2 / (1/37^2 + 1.49/18^2)^{1/2} \\ &= 2 / (0.005329)^{1/2} = 2 / 0.073 = 27.39 \text{ cm}, f = 2.45 \text{ GHz},\end{aligned}$$

$$\lambda = 12.2 \text{ cm} \text{ 故 } 27.39 \text{ cm} \text{ 約 } 2\lambda + 1/4\lambda$$

c. 人因考量：筒側粒子入料高度有利操作人員送料，另筒底設有下料出口，可由收集槽收集乾燥完成之粒子。

- d. 電源電路：由變壓器、大型電容、二極體組成。使用的是 220V 電源，由變壓器的一次側輸入，經變壓器轉換，在二次側供給磁控管加熱燈絲，及一個倍壓電路。

### 3.4.3 微波乾燥系統結構及操作程序


微波乾燥系統如 Fig. (3.3)，紅外線溫度量測，範圍 200 °C 內。

(Fig. 3.14) 紅外線溫度偵測器與量測範圍。

(Fig. 3.15) 紅外線溫度量測。

此系統最大 PET 處理量為 6 kg，是射出成型一次所需用量。

機台操作程序：

- 
- 乾燥粒子由上方進料口進料至加熱腔體內。
  - 啟動機台開關，腔體外接抽風機及磁控管風扇開啟。
  - 按葉片攪拌鈕，啟動葉片轉動帶動粒子滾動。
  - 設定加熱時間及加熱溫度，啟動微波加熱鈕，微波開始對內滾動粒子加熱。
  - 由前方視窗可看腔內粒子狀況。
  - 由紅外線溫度偵測器偵測內部粒子加熱溫度。  
當達到設定加熱溫度即停止微波輸出，但當降溫在 5 °C 左右則又自動啟動微波輸出。
  - 粒子加熱時產生之熱氣及粉塵由腔體外接抽風機抽離。

- h. 待加熱時間完成，微波加熱停止及葉片停止轉動。
- i. 由前方打開洩料門，並利用剷具清出已處理粒子。
- j. 已處理粒子由收料槽送至儲貯桶收集。

#### 3.4.4 PET 粒子材料之分析

粒子乾燥處理步驟：

- a. 袋裝 PET 粒子打開封口，靜置室溫儲存環境 7-10 天，使其含水率飽合，之後以試瓶取樣並量測初期含水率。
- b. 袋裝 PET 粒子取出適當量後秤重，並置入微波乾燥系統內。
- c. 微波乾燥系統設定處理之參數。
- d. 微波加熱系統啟動，靜待完成時間。
- e. 完成後 10 分鐘內打開腔門，以試瓶均勻取樣再蓋緊瓶蓋。
- f. 室溫環境下一小時內完成分析，如未完成需置入氮氣櫃內，並在八小時內完成含水率分析，避免粒子因受潮影響數據。
- g. 數據紀錄及圖表繪製。

含水率量測儀器 Fig. (3.6)

- h. Table(3.2)為 PET 粒子測試相關條件之試片編號。



## 3.5 PET 薄膜微波電漿系統

### 3.5.1 共振腔

本文之電漿系統電漿源為共振腔(Microwave cavity)設計，並利用網路分析儀就腔體及負載大小進行量測，以調整共振腔達最佳匹配點。利用 2.45 GHz 的微波功率源，以一圓柱狀之共振腔來增加耦合(Couple)效果，實驗中利用網路分析儀來輔助量測。因共振腔的大小結構，會改變各模態之共振頻率，而將欲激發模態之共振頻率調整在 2.45 GHz，讓功率在送入腔體時反射值達最小，實驗以調整軸方向的高度來幫助達到共振，如 Fig. (3.16)共振腔結構設計及磁控管組。

Fig. (4.20)共振腔內可調整活塞式之圓形鼓狀板。

### 3.5.2 微波電漿系統

Fig. (3.4)為本文設計之電漿清洗系統之外觀照片。

相關規格如 Table(3.3)微波電漿清洗系統規格表。

### 3.5.3 微波電漿系統性能量測

系統量測使用儀器組，如 Fig. (3.7)所示，

先行就假負載進行量測及校正。操作步驟：

- a. 打開 Scalar Network Analyzer 電源。
- b. 打開 Rf Plug-In Power 電源，在 Sweep Oscillator

Frequency 上設定偵測頻率範圍，一般為 2 ~ 3 GHz。

- c. Plug-In Power 上直接按 RF 鈕，即可看見 2 ~ 3 GHz 所偵測到的負載 dB 值。
- d. 調到頻率 2.45 GHz 即可知量測到目前負載 dB 值大小。

電漿清洗系統量測如上所述，只是假負載換成系統共振腔上可調整活塞式之圓形鼓狀板。

#### 3.5.4 PET 基板材料親水性測試

本文使用氧電漿產生之氧離子會與聚酯表面之官能基產生反應，使聚酯表面活性增加，可利用處理後表面活性增加之現象，進行相關之應用，如吸附力、接合應用等。氧在穩定狀態為雙原子分子 ( $O_2$ )，當被電子或游離化單原子氣體分子衝撞後，將解離成各種狀態的氧，包含氧原子 ( $O$ )、氧離子 ( $O^-$ ) 及介穩定狀態的氧，由於各種狀態之氧原子或離子因為其化學性質不穩定，具有高化學活性，所以當這些離子與其他物質碰撞後，會快速進行表面之化學反應。而高分子聚合物之構成要素，是由許多的碳、氧基所組成。電漿所產生之高活性氧離子會與聚酯表面形成許多的富氧自由官能基，如-OH基等。此富氧自由官能基會將聚酯表面形成親水性質，而達到表面改質之效果<sup>[溫-03-168][溫-05-98]</sup>。Table(3.4)為PET基板在電漿環境下，不同時間

之清洗。經由水滴角量測及達因試劑量測可知清洗前、後表面之親、疏水性。達因試劑Fig. (3.8)及水滴量測儀Fig. (3.9)

電漿清洗步驟：

- a. 打開真空腔體。
- b. 置入樣品。
- c. 關閉真空腔體。
- d. 設定參數：壓力、氣體、流量、  
功率大小、時間。
- e. 啟動設定參數。
- f. 時間完成。
- g. 破真空及取出樣品。
- h. 樣品取出後在 30 分鐘內進行  
水滴及達因量測及紀錄。

另 Fig. 4.21 為 PET 基板電漿清洗腔內結構照，Fig. 4.22 為 PET 基板電漿清洗微波源結構及 Fig. 4.23 為 PET 基板電漿清洗時，腔體內部電漿產生之輝光現象。

Table 3.1 PET 分子結構, 材料特性及應用

| 飽和聚酯對苯二甲酸乙酯(PET) |   |
|------------------|---|
| 結構式              | $\left[ -\text{CO}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{C}(=\text{O})-\text{O}-(\text{CH}_2)_2-\text{O}- \right]_n$ |
| 性質               | 為結晶性熱可塑性塑膠，具明顯熔點 245~260°C，在室溫下有優良之機械性能及耐摩擦、磨耗性能。但因 Tg 低所以其熱機械性能差，一般都添加玻纖以提高耐熱及機械性能，此類稱 FR-PET。           |
| 優點               | 1、尺寸安定性佳 2、機械性能優異 3、潛變性小<br>4、電氣特性佳 5、耐候性優 6、耐有機溶劑、油及弱酸<br>7、耐氣性耐水性好 8、具自熄性                               |
| 缺點               | 1、機械性質具有方向性、流動性較高<br>2、結晶速度較慢<br>3、乾燥及加工條件要求嚴格  |
| 用途               | 電子電器：斷電器、整流器、線軸、吹風機風口、線軸燈罩<br>汽 車：電裝組件、擋泥板、煞車器把手<br>工業零件：冷卻風扇把手   |

Table 3.2 PET 粒子乾燥試片編號及其操作條件

| 試片編號 <sup>1</sup> | M.W Power (kW) | 時間(MIN.) | 熱風溫度(°C)  | 粒子重量(kg) |
|-------------------|----------------|----------|-----------|----------|
| S1                | 2              | 30       | N/A       | 2        |
| S2                | 4              | 30       | N/A       | 4        |
| S3                | 4              | 30       | N/A       | 6        |
| T1                | 4              | 60       | 熱風 30MIN. | 4        |
| T2                | 4              | 60       | N/A       | 4        |
| T3                | 4              | 60       | 熱風 60MIN. | 4        |

1. Other conditions: 轉數 11 rpm, 加熱溫度 160°C

Table 3.3 微波電漿清洗系統規格表

| System           |                         | Plasma System   |
|------------------|-------------------------|---|
| Item             |                         |   |
|                  | Power Source            | 800W MW Power Generator   |
| 機<br>台<br>規<br>格 | Process chamber         | MW Plasma Source  |
|                  | Gas System              | MFC模組 ( O <sub>2</sub> :500sccm、Ar:200sccm )<br>- 2 ea  |
|                  | Pumping rate            | EDWARD ( rotary+root pump ) <b>type</b><br><b>E2M80+EH250</b>   |
|                  | Vacuum Control          | Throttle ,Angle Valve; Pressure Gauge   |
|                  | 人機介面                    | Touch Panel GP-2501S  |
|                  | 程式控制                    | PLC 控制模組，多段製程控制(Auto / Manual)  |
|                  | Chamber design          | 1. Chamber:450(L)X450(W)X450(H)<br>mm <sup>3</sup> (Material: SUS 304)<br>Chamber door(Material : AL 6061)<br>2. Rotary Plate: 置物圓盤 200mm |
|                  | Main Power              | 220V, 3Φ4WIRE, 30A  |
|                  | Operator pressure       | 100mtorr~ 800mtorr  |
|                  | Base pressure           | 30mtorr   |
| Cooling type     | Water cooling : 18L/MIN |   |

Table 3.4 PET 基板在特定電漿參數下，不同時間之清洗

| PET 基板在特定電漿參數下，<br>不同時間清洗 |             |
|---------------------------|-------------|
| 測試編號 <sup>4</sup>         | TIME (SEC.) |
| W1                        | 15          |
| W2                        | 30          |
| W3                        | 60          |
| W4                        | 90          |
| W5                        | 120         |
| W6                        | 150         |

<sup>4</sup>Other conditions :

壓力 200 mtorr, 氣體種類O<sub>2</sub>, 流量 400 sccm ,POWER 800W



測試樣品

PET  
塑膠  
粒子

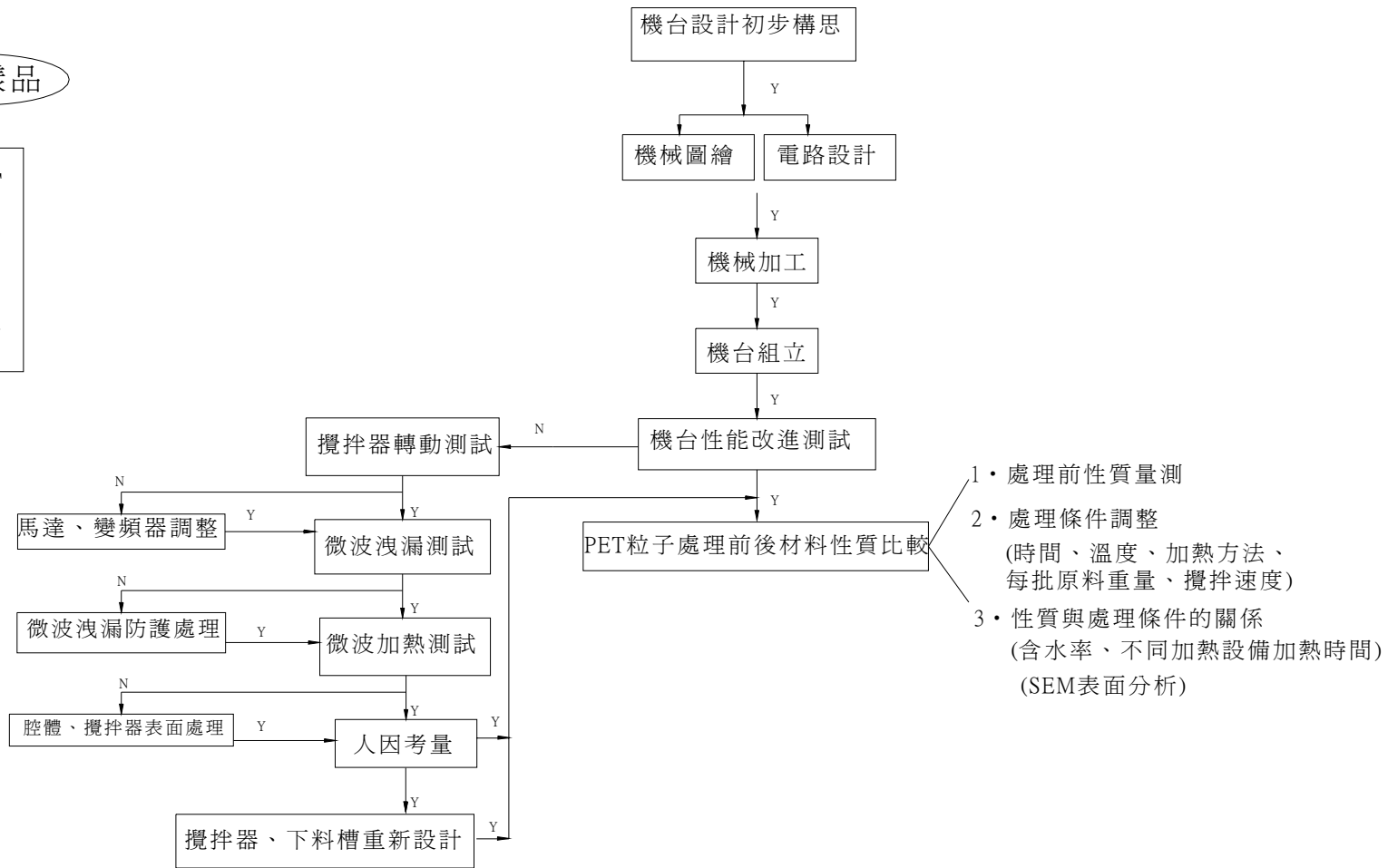


Fig. 3.1 PET 粒子乾燥實驗流程

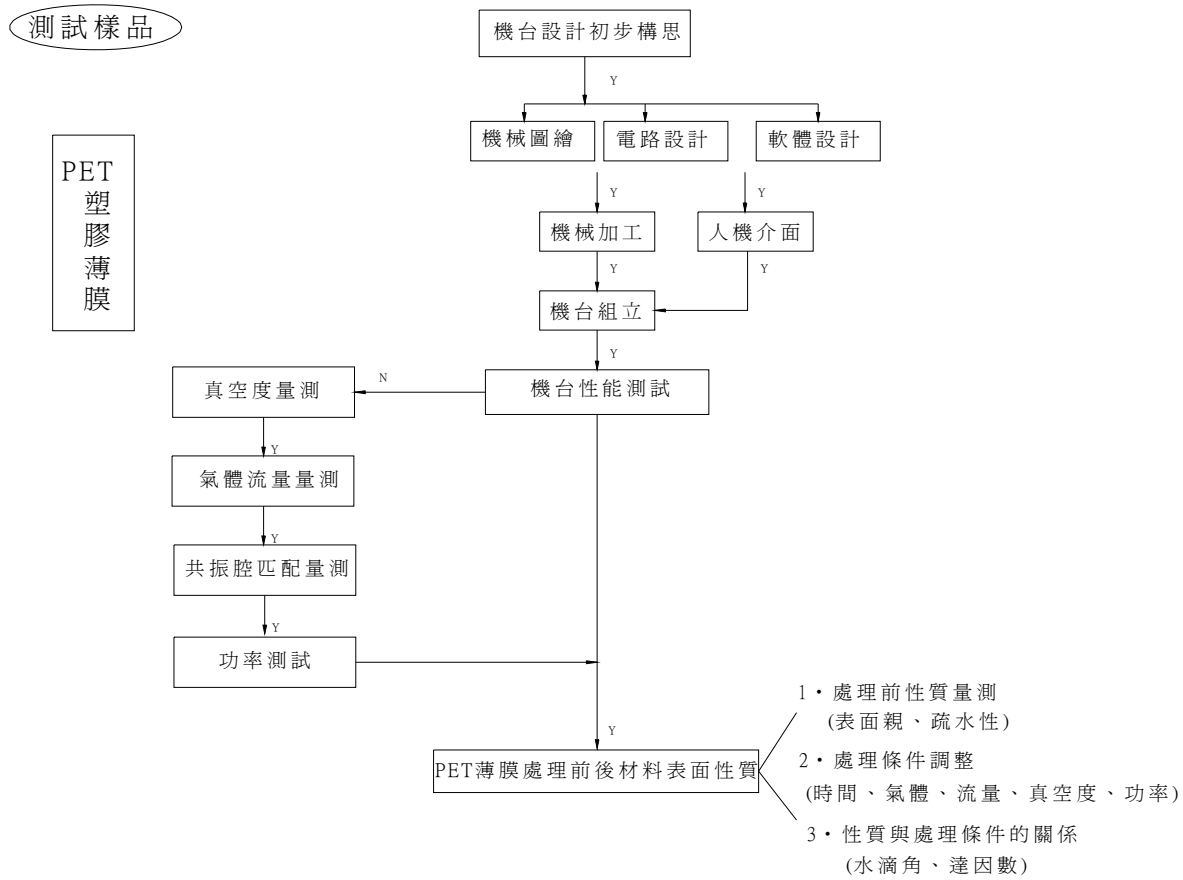
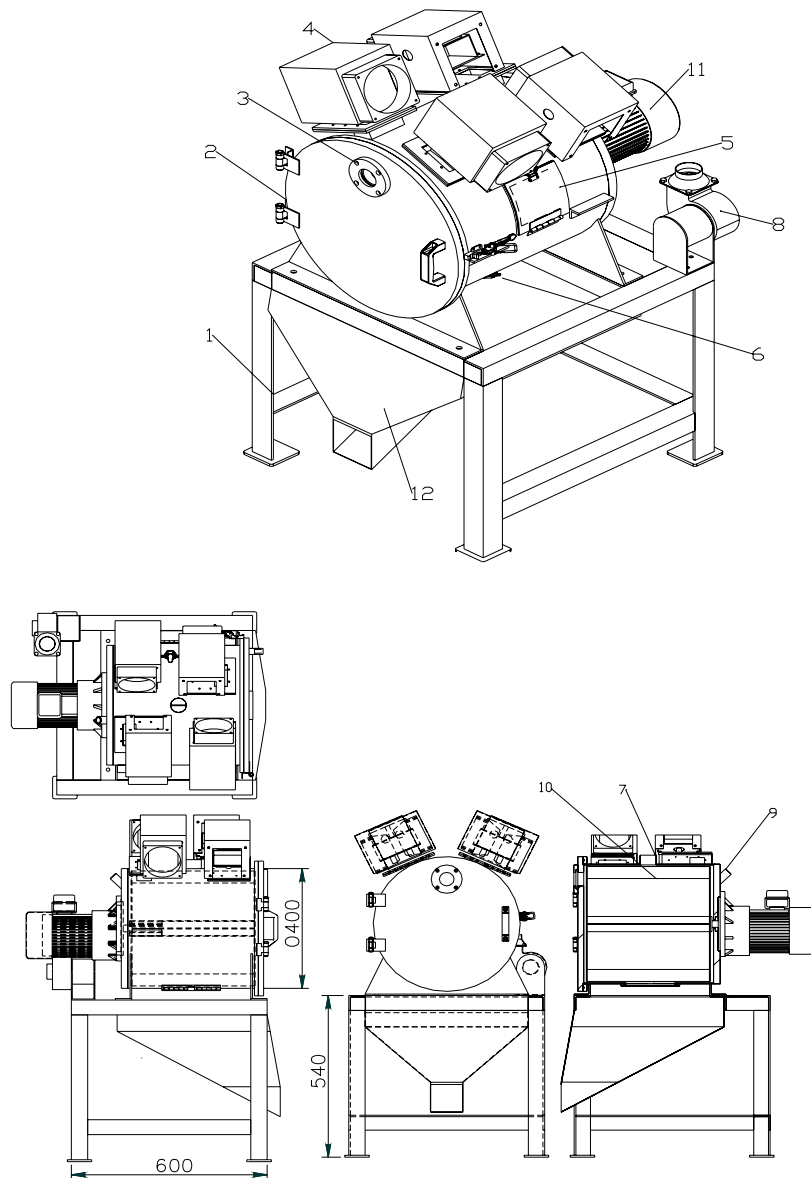


Fig. 3.2 PET 電漿清洗實驗流程





各單元介紹如下所述：

機台尺寸：L：800mm， W：900mm， H：1100mm

- |          |          |           |          |
|----------|----------|-----------|----------|
| 1 · 支架   | 2 · 腔本體  | 3 · 視窗    | 4 · 微波源組 |
| 5 · 側進料口 | 6 · 下料口  | 7 · 抽風口   | 8 · 抽風機  |
| 9 · 感溫器  | 10 · 攪拌器 | 11 · 轉動馬達 | 12 · 收料槽 |

Fig. 3.3 微波乾燥系統單元介紹及操作



Fig. 3.4 本文設計之電漿清洗系統之外觀照片



Fig. 3.5 MD-2000 微波洩漏量測儀



Fig. 3.6 KETT-FD720 含水率量測儀

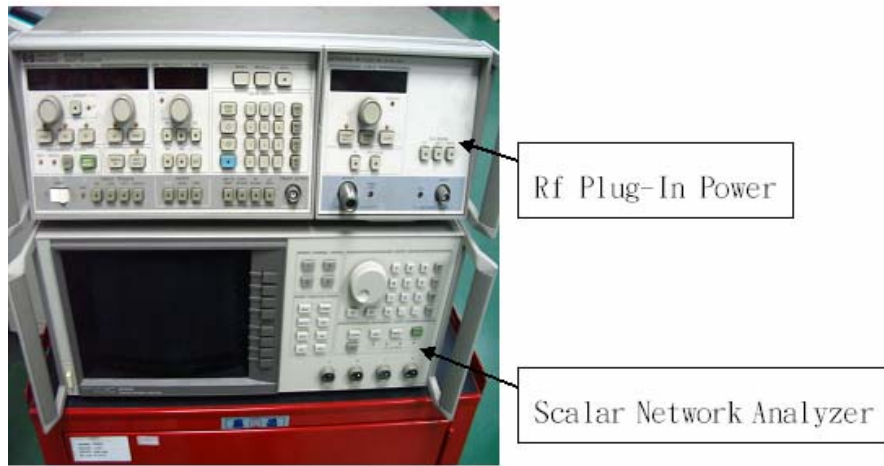


Fig. 3.7 HEWLETT PACKARD 網路分析儀



Fig. 3.8 達因測試法使用之 Arcotest Test ink 達因試劑



Fig. 3.9 FTA125 水滴接觸角量測儀



Fig. 3.10 PET 粒子 OM 照

# HYDROLYSIS

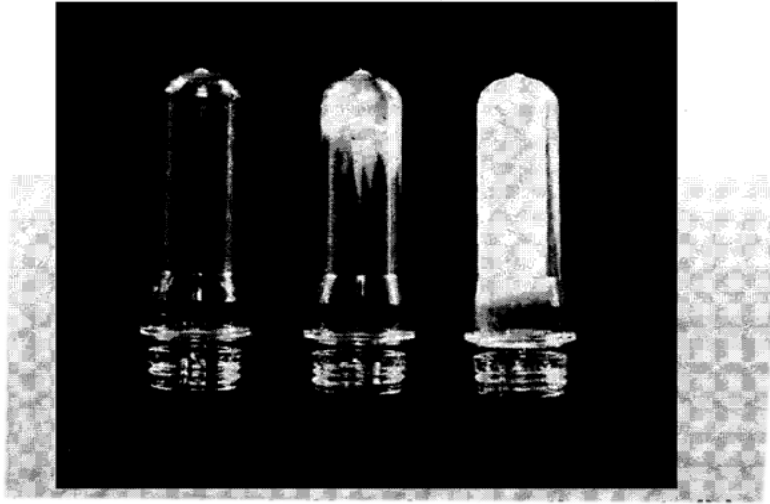


Fig. 3.11 銀條現象

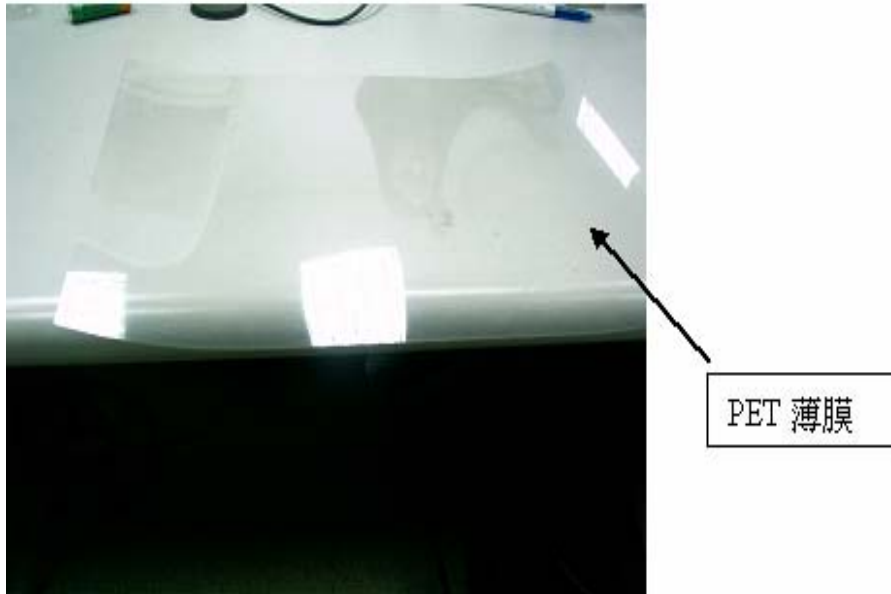
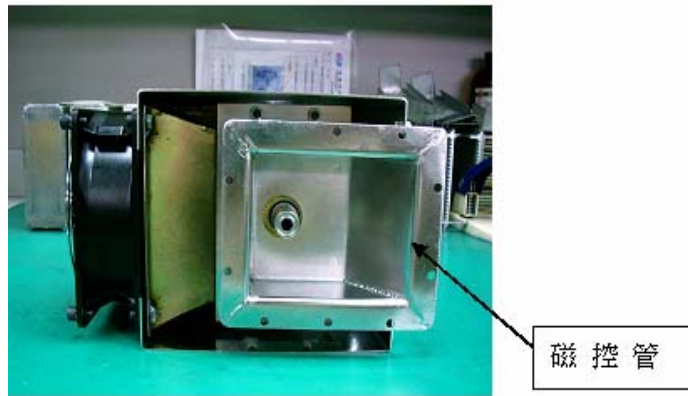


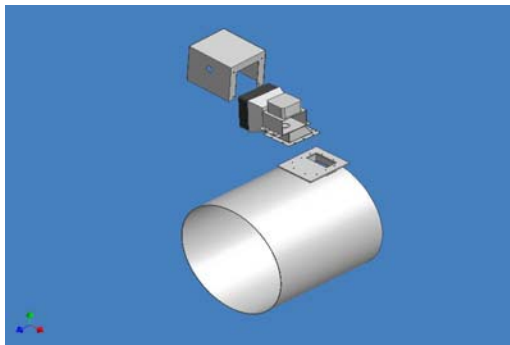
Fig. 3.12 PET 基板 OM 照



(a)



(b)



(c)

Fig. 3.13 微波源之設計(a) 微波源組底部照(b) 微波源組側照(c) 微波源與腔體組合示意

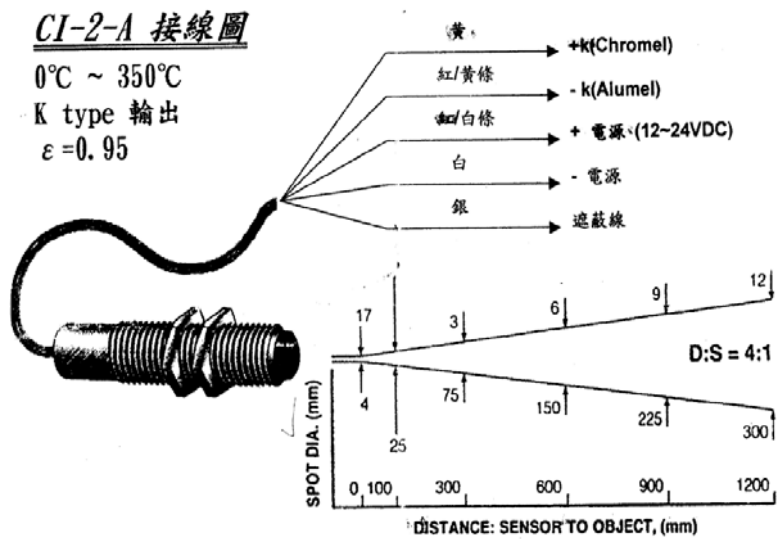
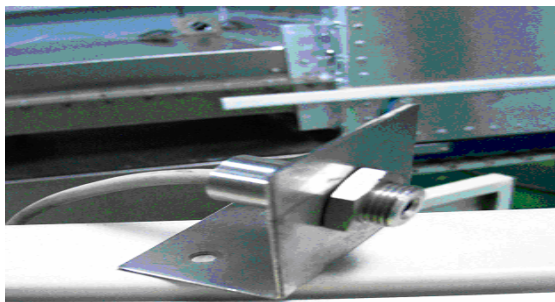
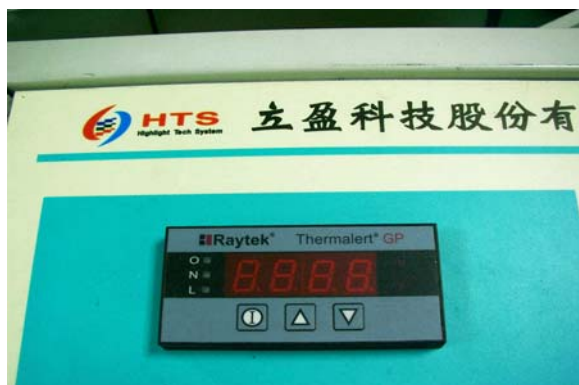


Fig. 3.14 紅外線溫度偵測器與量測範圍



(a)



(b)

Fig. 3.15 紅外線溫度量測(a)溫度偵測器(b)溫度顯示表



Fig. 3.16 共振腔結構設計及磁控管組

