

(19)



Europäisches Patentamt  
European Patent Office  
Office européen des brevets



(11) Veröffentlichungsnummer: **0 502 303 A1**

(12)

## EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(21) Anmeldenummer: **92101160.7**

(51) Int. Cl.<sup>5</sup>: **B05D 3/04, B05C 9/10**

(22) Anmeldetag: **24.01.92**

(30) Priorität: **20.02.91 DE 4105179**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:  
**09.09.92 Patentblatt 92/37**

(84) Benannte Vertragsstaaten:  
**DE ES FR GB IT SE**

(71) Anmelder: **Ahlbrandt, Andreas, Dipl.-Ing.**  
**Vogelsbergstrasse 45-47**  
**W-6420 Lauterbach(DE)**

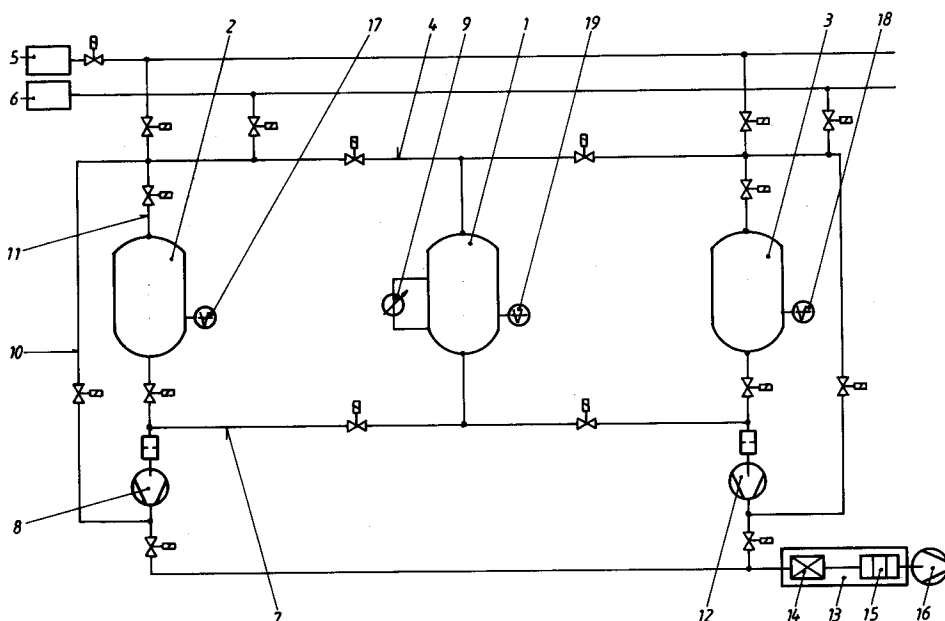
(72) Erfinder: **Möller, Bernd**  
**Vogelsbergstrasse 47**  
**W-6420 Lauterbach(DE)**  
Erfinder: **Koch, Arthur**  
**Jahnstrasse 5**  
**W-6323 Schwalmthal-Brauerschwend(DE)**

(74) Vertreter: **Schlagwein, Udo, Dipl.-Ing.**  
**Patentanwalt Frankfurter Strasse 34**  
**W-6350 Bad Nauheim(DE)**

(54) **Verfahren zur Behandlung von Gegenständen mit einem Fluor enthaltenden Gas sowie Vorrichtung zu seiner Durchführung.**

(57) Zur Fluorvorbehandlung von Gegenständen ist ein Speicherbehälter (1) vorgesehen, in welchem das zur Behandlung dienende Gas aufbereitet und unter einem Unterdruck von etwa 0,2 bar bereitgehalten wird. Die zu behandelnden Gegenstände werden in eine Reaktionskammer (2, 3) eingebracht, die nach dem Verschließen ebenfalls evakuiert wird. Da-

nach pumpt man das Gas aus dem Speicherbehälter (1) in die jeweilige Reaktionskammer (2, 3). Nach der Fluorvorbehandlung wird das Gas zurück in den Speicherbehälter (1) und von dort nach erneutem Einstellen der Fluorkonzentration durch Fluorzuführung erneut einer Reaktionskammer (2 oder 3) zugeführt.



EP 0 502 303 A1

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Behandlung der Oberfläche von Gegenständen mit einem Fluor enthaltenden Gas in einer Reaktionskammer. Weiterhin betrifft die Erfindung eine Vorrichtung zur Durchführung dieses Verfahrens.

Zur Behandlung von Gegenständen vor dem Kleben, Beschichten, Laminieren, Lackieren oder Drucken ist es bekannt, diese in einer Reaktionskammer der Wirkung eines Fluor enthaltenden Gases auszusetzen. Dadurch kommt es zu einer Erhöhung der Oberflächenspannung, was zu einer guten Substrathaftung führt. Die Vorbehandlung mittels eines Fluor enthaltenden Gases hat gegenüber der Corona-Vorbehandlung, der Flammenvorbehandlung oder der Vorbehandlung durch Beizen den Vorteil, daß der gewünschte Effekt verstärkt eintritt und besonders lang anhält oder sogar irreversibel ist.

Nachteilig bei der Oberflächenvorbehandlung mit Fluor ist es, daß wegen der außerordentlichen Aggressivität von Fluor ein relativ großer Aufwand getrieben werden muß, um zu verhindern, daß Fluor in die Umgebung gelangen kann. Bei dem bekannten Verfahren gibt man in den Reaktionsbehälter zunächst ein Inertgas ein und pumpt dann das Fluorgas so lange hinzu, bis die erforderliche Fluorkonzentration erreicht ist. Aus Sicherheitsgründen führt man die Reaktionskammer doppelwandig aus und überwacht den Raum zwischen ihren Wandungen sorgfältig auf das Vorhandensein von Fluor. Der aus Sicherheitsgründen erforderliche apparative Aufwand ist bei dem bekannten Verfahren relativ groß.

Der Erfindung liegt das Problem zugrunde, ein Verfahren der eingangs genannten Art so auszubilden, daß mit möglichst geringem Aufwand ein Austreten von Fluor ausgeschlossen werden kann. Weiterhin soll eine Vorrichtung zur Durchführung dieses Verfahrens entwickelt werden.

Das erstgenannte Problem wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß zunächst ein Speicherbehälter evakuiert und dann in ihm unter Beibehaltung von Unterdruck durch Zugabe von Fluorgemisch die zweckmäßige Konzentration von Fluor in dem Gas hergestellt wird und daß anschließend dieses aufbereitete Gas in die zuvor ebenfalls evakuierte Reaktionskammer und nach der Behandlung wieder zurück in den Speicherbehälter gepumpt wird und daß bei zu geringem Abstand des Unterdruckes in der Reaktionskammer oder dem Speicherbehälter vom Atmosphärendruck das Gas abgesaugt und entsorgt wird.

Bei einem solchen Verfahren steht die gesamte zu seiner Durchführung erforderliche Vorrichtung unter Unterdruck, solange in ihr Fluor enthalten ist. Deshalb können Undichtigkeiten nur zu einem Einströmen von Umgebungsluft und nicht zu einem Austritt von Fluor führen. Ein solches Einströmen

von Luft ist meist schon durch eine Geräuschbildung festzustellen und kann sehr einfach durch Drucksensoren überwacht werden, so daß in einem solchen Fall unverzüglich die Entsorgung des Fluors eingeleitet werden kann. Das erfindungsgemäße Verfahren ist deshalb in einer sehr einfach aufgebauten Vorrichtung durchführbar. Eine doppelwandige Ausführung der Reaktionskammer ist nicht erforderlich. Da das Gas im Speicherbehälter aufbereitet wird, kann man dort jeweils das zurückgepumpte Gas wieder im erforderlichen Maße mit Fluor anreichern, bis der Unterdruck so weit vermindert wurde, daß aus Sicherheitsgründen eine Entsorgung des Gases und eine erneute Aufbereitung mit Gas höheren Unterdruckes erforderlich wird.

Der Verfahrensablauf ist besonders vorteilhaft, wenn zwei Reaktionskammern und ein Speicherbehälter verwendet werden. Man kann bei einer solchen Verfahrensweise eine Reaktionskammer ausladen und mit neuen Gegenständen beschicken, während in der anderen Reaktionskammer die Vorbehandlung stattfindet. Auch eine Wartung jeweils einer Reaktionskammer ist möglich, während die andere noch in Betrieb ist. Natürlich kann man auch mehr als zwei Reaktionskammern vorsehen. Auch können diese unterschiedliche Größe haben. Wichtig für den Verfahrensablauf ist lediglich, daß der Speicherbehälter so groß ist wie die größte Reaktionskammer.

Das gesamte System einschließlich der Gasentsorgungsanlage stehen unter Unterdruck, sofern in ihm Fluor vorhanden ist, wenn zur Gasentsorgung das Gas aus dem Behandlungsraum oder den Behandlungsräumen und dem Speicherbehälter mittels einer hinter einer Gasentsorgungsanlage angeordneten Vakuumpumpe gesaugt wird.

Das zweitgenannte Problem, nämlich die Schaffung einer Vorrichtung zur Behandlung von Gegenständen mit einem Fluor enthaltenden Gas in einer gasdichten Reaktionskammer, wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß ein ständig unter Unterdruck stehender Speicherbehälter zur Einstellung der erforderlichen Fluorkonzentration in dem Gas vorgesehen und daß die Reaktionskammer ebenfalls zum Arbeiten unter Unterdruck ausgelegt ist.

Eine solche Vorrichtung bietet mit geringem Aufwand eine sehr große Sicherheit gegen das Austreten von Fluor. Undichtigkeiten führen zu einem Einströmen von Umgebungsluft in die Vorrichtung und daher zu einer sehr leicht feststellbaren Verminderung des Unterdruckes. Die erfindungsgemäße Vorrichtung benötigt deshalb keine doppelwandige Reaktionskammer.

Auch bei der Entsorgung der Vorrichtung stehen alle Apparateile und Leitungen unter Unterdruck, wenn hinter einer Gasentsorgungsanlage

eine Vakuumpumpe zum Absaugen des Gases aus der Reaktionskammer und/oder dem Speicherbehälter bei zu geringem Unterdruck in der Reaktionskammer und/oder dem Speicherbehälter vorgesehen ist.

Die Leistung der Vorrichtung ist besonders hoch, wenn parallel zum Speicherbehälter zwei Reaktionskammern vorgesehen sind. Eine solche Vorrichtung ermöglicht es, eine Reaktionskammer zu entladen und zu beschicken oder zu warten, während in der anderen Reaktionskammer die Vorbehandlung mit Fluor stattfindet.

Die Erfindung läßt zahlreiche Ausführungsformen zu. Zur weiteren Verdeutlichung ihres Grundprinzips ist in der Zeichnung eine erfindungsgemäß gestaltete Vorrichtung als Schaltplan dargestellt und wird nachfolgend beschrieben.

Im Schaltplan sind zu beiden Seiten eines Speicherbehälters 1 zwei Reaktionskammern 2, 3 angeordnet. Die Eingänge der Reaktionskammern 2, 3 und der Eingang des Speicherbehälters 1 sind an eine Leitung 4 angeschlossen, über die von einem Fluor-Vorratsbehälter 5 Fluor oder von einer Quelle 6 Inertgas zugeführt werden kann.

Auch die Auslässe der Reaktionskammern 2, 3 und der Auslaß des Speicherbehälters 1 sind an eine gemeinsame Leitung 7 angeschlossen. Zu Beginn des Verfahrens wird mit einer Vakuumpumpe 8 der Speicherbehälter 1 auf beispielsweise 0,1 bar evakuiert. Dann läßt man in den Speicherbehälter 1 so lange Fluor strömen, bis ein Fluorsensor 9 am Speicherbehälter 1 die erforderliche Fluorkonzentration anzeigt und sperrt dann die Fluorzufuhr ab. Der Druck im Speicherbehälter 1 ist dann durch die Fluorzufuhr auf beispielsweise 0,2 bar angestiegen.

Gleichzeitig zu diesen Arbeiten oder auch zuvor oder danach werden beispielsweise in die Reaktionskammer 2 die zu behandelnden Gegenstände eingeräumt und die Reaktionskammer 2 dann gasdicht verschlossen. Anschließend evakuiert man mit der Vakuumpumpe 8 die Reaktionskammer 2 und pumpt das Gas aus dem Speicherbehälter 1 mit der Vakuumpumpe 8 über Leitungen 10, 11 in die Reaktionskammer 2, so daß in ihr die Fluorvorbehandlung beginnen kann.

Während der Fluorvorbehandlung kann man schon die Reaktionskammer 3 mit zu behandelnden Gegenständen füllen und mittels einer Vakuumpumpe 12 evakuieren.

Ist die Fluorvorbehandlung in der Reaktionskammer 2 abgeschlossen, dann pumpt man mit der Vakuumpumpe 8 das Gas zurück in den Speicherbehälter 1. Danach erfolgt ein Spülvorgang mit Inertgas von der Quelle 6. Das Spülgas mit Fluorresten wird von der Vakuumpumpe 8 einer Entsorgungsanlage 13 zugeführt, die einen Katalysator 14 und einen Gaswäscher 15 aufweist. Hinter der Ent-

sorgungsanlage 13 ist eine weitere Vakuumpumpe 16 geschaltet, die dafür sorgt, daß auch bei der Entsorgung im gesamten System Unterdruck herrscht. Die gespülte und deshalb fluorfreie Reaktionskammer 2 kann nach dem Abtrennen von der Quelle 6 und der Vakuumpumpe 8 belüftet und geöffnet werden.

Durch erneute Zufuhr von Fluor in den Speicherbehälter 1 kann man die durch Reaktionen mit den zu behandelnden Gegenständen und Luftresten in den Reaktionskammern 2, 3 herabgesetzte Fluorkonzentration wieder auf den erforderlichen Wert anheben und das Gas dann nach dem Verschließen und Evakuieren der Reaktionskammer 3 mittels der Vakuumpumpe 12 in die Reaktionskammer 3 pumpen.

Durch die erforderliche Fluorzufuhr in den Speicherbehälter 1 vermindert sich notwendigerweise der Unterdruck im Speicherbehälter 1. Drucksensoren 17, 18, 19 an den Reaktionskammern 2, 3 und dem Speicherbehälter 1 sprechen an, sobald der Unterdruck sich bis zu einem Wert von beispielsweise 0,9 bar vermindert hat. Dann wird das gesamte, Fluor enthaltende Gas aus der Anlage über die Entsorgungsanlage 13 entsorgt und erneut in dem Speicherbehälter 1 fluorhaltiges Gas mit der richtigen Fluorkonzentration und einem Unterdruck von 0,2 bar gemischt.

#### Auflistung der verwendeten Bezugszeichen

1	Speicherbehälter
2	Reaktionskammer
3	Reaktionskammer
4	Leitung
5	Fluorvorratsbehälter
6	Quelle
7	Leitung
8	Vakuumpumpe
9	Fluorsensor
10	Leitung
11	Leitung
12	Vakuumpumpe
13	Entsorgungsanlage
14	Katalysator
15	Gaswäscher
16	Vakuumpumpe
17	Drucksensor
18	Drucksensor
19	Drucksensor

#### Patentansprüche

1. Verfahren zur Behandlung der Oberfläche von Gegenständen mit einem Fluor enthaltenden Gas in einer Reaktionskammer, dadurch gekennzeichnet, daß zunächst ein Speicherbehälter evakuiert und dann in ihm unter Beibehal-

tung von Unterdruck durch Zugabe von Fluor die zweckmäßige Konzentration von Fluor in dem Gas hergestellt wird und daß anschließend dieses aufbereitete Gas in der zuvor ebenfalls evakuierten Reaktionskammer und nach der Behandlung wieder zurück in den Speicherbehälter gepumpt wird und daß bei zu geringem Abstand des Unterdruckes in der Reaktionskammer oder dem Speicherbehälter vom Atmosphärendruck das Gas abgesaugt und entsorgt wird.

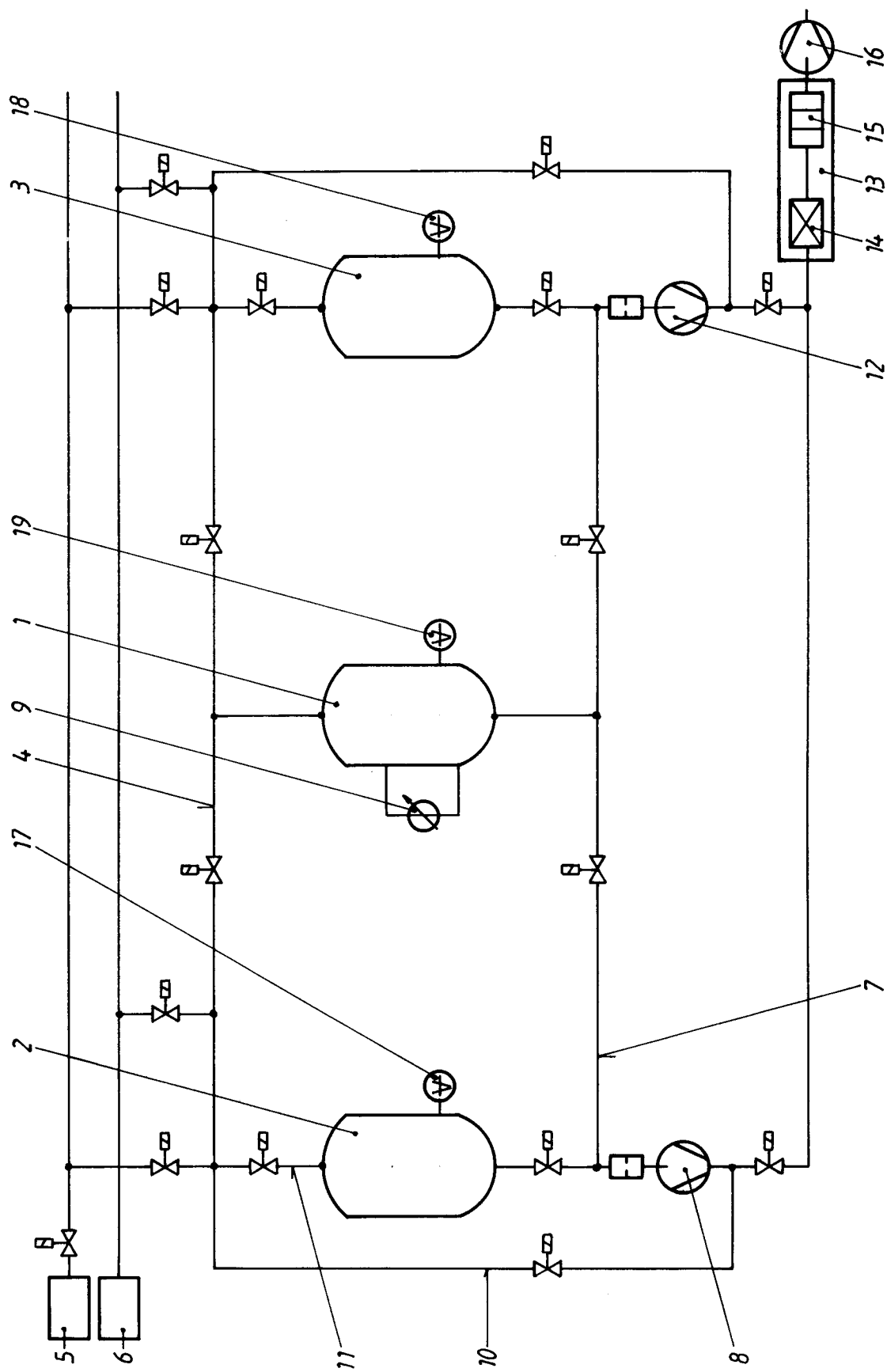
5

10

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß zwei Reaktionskammern und ein Speicherbehälter verwendet werden. 15
  
3. Verfahren nach den Ansprüchen 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß zur Gasentsorgung das Gas aus der Reaktionskammer oder den Reaktionskammern und dem Speicherbehälter mittels einer hinter einer Gasentsorgungsanlage angeordneten Vakuumpumpe gesaugt wird. 20
  
4. Vorrichtung zur Behandlung von Gegenständen mit einem Fluor enthaltenden Gas in einer gasdichten Reaktionskammer, dadurch gekennzeichnet, daß ein ständig unter Unterdruck stehender Speicherbehälter (1) zur Einstellung der erforderlichen Fluorkonzentration in dem Gas vorgesehen und daß die Reaktionskammer (2, 3) ebenfalls zum Arbeiten unter Unterdruck ausgelegt ist. 25  
30
  
5. Vorrichtung nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß hinter einer Gasentsorgungsanlage (13) eine Vakuumpumpe (16) zum Absaugen des Gases aus der Reaktionskammer (2, 3) und/oder dem Speicherbehälter (1) bei zu geringem Unterdruck in der Reaktionskammer (2, 3) und/oder dem Speicherbehälter (1) vorgesehen ist. 35  
40
  
6. Vorrichtung nach den Ansprüchen 4 oder 5, dadurch gekennzeichnet, daß parallel zum Speicherbehälter (1) zwei Reaktionskammern (2, 3) vorgesehen sind. 45

50

55





Europäisches  
Patentamt

## EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung

EP 92 10 1160

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl.5)
X	US-A-3 998 180 (A.W. HAWKINS ET AL.)	1, 3-5	B05D3/04
Y	* das ganze Dokument *	2, 6	B05C9/10
	---		
Y	US-A-4 994 308 (G. TARANCON)	2, 6	
	* das ganze Dokument *		
	---		
X	US-A-4 576 837 (G. TARANCON)	1, 4	
	* das ganze Dokument *		
	---		
X	US-A-4 467 075 (G. TARANCON)	1	
	* das ganze Dokument *		
	---		
A	FR-A-2 154 694 (AIR PRODUCTS AND CHEMICALS INC.)	1	
	* Beispiele *		
	---		
A	FR-A-2 294 206 (AIR PRODUCTS AND CHEMICALS INC.)	1	
	* Beispiele *		
	---		
A	US-A-4 296 151 (H.D. BOULTINGHOUSE)	1	
	* Ansprüche; Beispiele *		
	-----		
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchenort DEN HAAG		Abschlußdatum der Recherche 17 JUNI 1992	Prüfer BROTHIER J-A, L.
<b>KATEGORIE DER GENANNTE DOKUMENTE</b>			
X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A : technologischer Hintergrund O : mündliche Offenbarung P : Zwischenliteratur		T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E : älteres Patentedokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D : in der Anmeldung angeführtes Dokument L : aus andern Gründen angeführtes Dokument ----- & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument	