

(19)



(11)

**EP 2 762 612 A1**

(12)

## EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(43) Veröffentlichungstag:  
**06.08.2014 Patentblatt 2014/32**

(51) Int Cl.:  
**C23G 5/00 (2006.01) F01D 25/00 (2006.01)**

(21) Anmeldenummer: **13153686.4**

(22) Anmeldetag: **01.02.2013**

(84) Benannte Vertragsstaaten:  
**AL AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB  
GR HR HU IE IS IT LI LT LU LV MC MK MT NL NO  
PL PT RO RS SE SI SK SM TR**  
Benannte Erstreckungsstaaten:  
**BA ME**

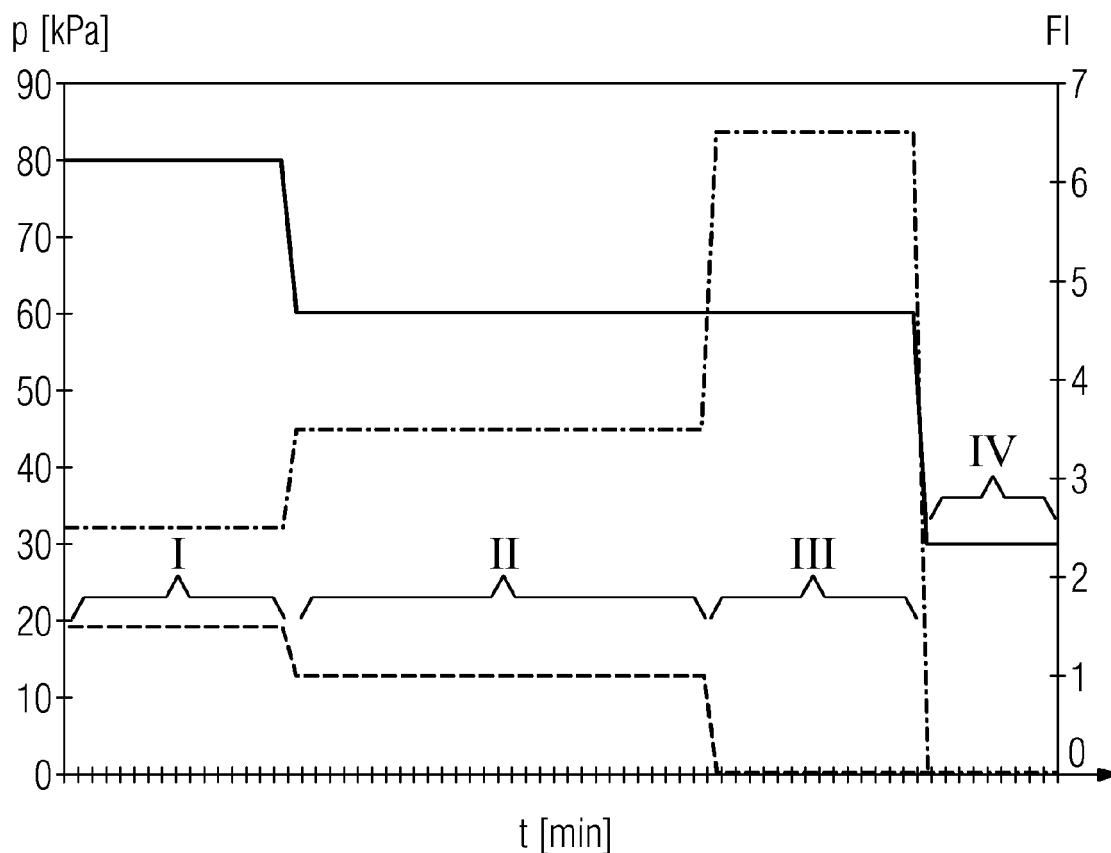
(71) Anmelder: **Siemens Aktiengesellschaft  
80333 München (DE)**

(72) Erfinder: **Degel, Christopher  
13507 Berlin (DE)**

(54) **FIC-Reinigung im Unterdruck**

(57) Durch die ständige Verringerung des Drucks in einer FIC-Kammer wird der Reinigungsprozess bei der

FIC-Reinigung verbessert.



**EP 2 762 612 A1**

## Beschreibung

**[0001]** Die Erfindung betrifft eine Fluoridionen-Reinigung (FIC) zur Entfernung von Oxiden aus metallischen Bauteilen.

**[0002]** Die Verwendung von Halogenidionen zur Entfernung von Oxiden aus Rissen von Nickel-basierten Werkstoffen, wie sie bei Turbinenschaufeln verwendet werden ist Stand der Technik.

**[0003]** Jedoch werden manchmal tiefe Risse oder stärker oxidierte oder durch Oxide blockierte Risse nicht gereinigt.

**[0004]** Es ist daher Aufgabe der Erfindung oben genanntes Problem zu lösen.

**[0005]** Die Aufgabe wird gelöst durch ein Verfahren gemäß Anspruch 1.

**[0006]** In den Unteransprüchen sind weitere vorteilhafte Maßnahmen aufgelistet, die beliebig miteinander kombiniert werden können, um weitere Vorteile zu erzielen.

**[0007]** Risse werden deutlich besser oder vollständig von Oxidations- und Korrosionsprodukten gereinigt.

**[0008]** Die Figur zeigt ein erfindungsgemäßes Verfahren.

**[0009]** Die Figur und die Beschreibung stellen nur Ausführungsbeispiele der Erfindung dar.

**[0010]** Die Figur zeigt den zeitlichen Ablauf des Gesamtdrucks  $P$  und die Flussraten, angegeben in  $\text{Slm}$ , für die Gase, ein Spülgas, insbesondere Wasserstoff  $\text{H}_2$  und ein Reaktivgas, hier vorzugsweise ein  $\text{HF}$  Gas.

**[0011]** Es ist zu erkennen, dass das gesamte Verfahren in einer FIC-Kammer im Unterdruck  $p$  abgefahren wird und  $\leq 800\text{mbar}$  ( $80\text{kPa}$ ) beträgt.

**[0012]** Außerdem ist zu erkennen, dass die Flussrate des Spülgases, vorzugsweise Wasserstoff  $\text{H}_2$ , während des Gesamtzyklus immer höher ist als die des Reaktivgases, vorzugsweise eines Halogengases, ganz vorzugsweise  $\text{HF}$ .

**[0013]** Im Laufe des Verfahrens (II, III) steigt sogar der Unterschied zwischen den Flussraten von Spülgas (Wasserstoff  $\text{H}_2$ ), und Reaktivgas ( $\text{HF}$ ) an. Dies erfolgt insbesondere zweimal.

**[0014]** In dem ersten der drei Zyklusabschnitten (I, II, III) ist die Flussrate des Spülgases nie Null.

**[0015]** Im ersten Zyklusabschnitt I wird die Flussrate des Spülgases Wasserstoff  $\text{H}_2$  etwa ein Drittel höher eingestellt als die des Reaktivgases ( $\text{HF}$ ).

**[0016]** Es wird ein Unterdruck  $p$  eingestellt, insbesondere der höchste, ganz insbesondere von  $800\text{mbar}$ , der ganz insbesondere konstant bleibt während des ersten Zyklusabschnittes I.

**[0017]** Nach einem Viertel der Zeit des Gesamtzyklus  $T$  der Zyklusabschnitte (I, II, III, IV) ist der erste Zyklusabschnitt I beendet.

**[0018]** Im zweiten Zyklusabschnitt II wird die Flussrate von dem Reaktivgas, hier  $\text{HF}$  reduziert, vorzugsweise um 25% reduziert und vorzugsweise die Flussrate des Spülgases, hier Wasserstoff  $\text{H}_2$  erhöht, insbesondere um 40% erhöht, so dass als Folge der Unterschied zwischen

den Flussraten dieser zwei Gase ansteigt.

**[0019]** Darüber hinaus wird vorzugsweise zu diesem Zeitpunkt (Beginn Zyklusabschnitt II), um die Reinigung zu verbessern, vorzugsweise der Gesamtdruck  $p$  in der FIC-Kammer weiterhin reduziert, vorzugsweise um etwa 25% auf  $600\text{mbar}$ .

**[0020]** Im zweiten Zyklusabschnitt II ist der Gesamtdruck ( $p$ ) vorzugsweise ebenfalls konstant.

**[0021]** Der zweite Zyklusabschnitt II dauert vorzugsweise etwa 40% der Gesamtzyklusdauer  $T$ .

**[0022]** Nach etwa 65% der Gesamtzyklusdauer erfolgt als dritter Zyklusabschnitt III ein reiner Spülgang, wobei die Flussrate des Reaktivgases,  $\text{HF}$  auf null reduziert wird und die des Spülgases/Wasserstoff  $\text{H}_2$  vorzugsweise weiterhin erhöht wird. Der Gesamtdruck  $p$  bleibt jedoch dabei konstant.

**[0023]** Nachdem die Flussrate des Spülgases  $\text{H}_2$  für etwa 25 % der Zeit ein Maximum erreicht hatte, wird sie auf null reduziert und die FIC-Kammer wird evakuiert, so dass der Gesamtdruck  $p$  in der FIC-Kammer im vierten Zyklusabschnitt IV nochmals sinkt.

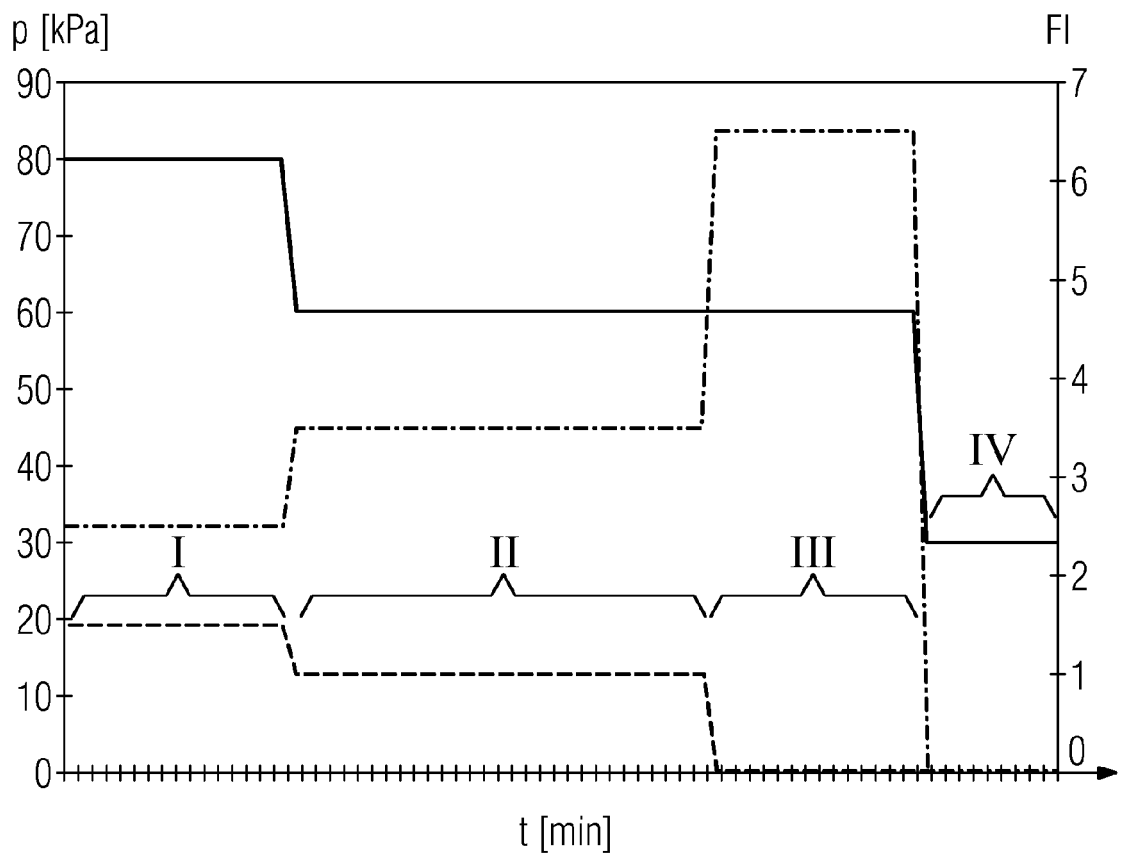
**[0024]** Der Gesamtdruck  $p$  im vierten Zyklusabschnitt IV beträgt vorzugsweise  $300\text{mbar}$ .

**[0025]** Der in der Figur gezeigte Zyklus mit seinen vier Zyklusabschnitten I, II, III, IV kann auch zumindest einmal wiederholt werden.

## Patentansprüche

1. Verfahren zur FIC-Reinigung in einer FIC-Kammer, das nur im Unterdruck ( $p$ ) durchgeführt wird und wobei die Flussrate eines Spülgases ( $\text{H}_2$ ) immer größer ist als die Flussrate eines Reaktivgases ( $\text{HF}$ ).
2. Verfahren nach Anspruch 1, das vier verschiedene Zyklusabschnitte (I, II, III, IV) aufweist, wobei sich die Zyklusabschnitte (I, II, III, IV) durch Gesamtdruck ( $p$ ), Flussraten ( $\text{Slm}$ ) der Gase und/oder Dauer ( $t$ ) unterscheiden.
3. Verfahren nach einem oder beiden Ansprüchen 1 bis 2, bei dem der Gesamtdruck ( $p$ ) immer kleiner gleich  $800\text{mbar}$  beträgt.
4. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 3, bei dem im ersten Zyklusabschnitt (I) die Flussrate des Spülgases ( $\text{H}_2$ ) um mindestens 33% höher ist als die des Reaktivgases ( $\text{HF}$ ).
5. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 4, bei dem der erste Zyklusabschnitt (I) 25% einer Gesamtzyklusdauer ( $T$ ) der vier Zyklusabschnitte (I, II, III, IV) beträgt.

6. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 5,  
bei dem der Gesamtdruck (p) im ersten Zyklusabschnitt (I) konstant bleibt,  
insbesondere am höchsten ist,  
ganz insbesondere 800mbar beträgt. 5
7. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 6,  
bei dem im zweiten Zyklusabschnitt (II) die Flussrate des Spülgases (H<sub>2</sub>) erhöht wird,  
insbesondere um mindestens 40% erhöht wird. 10
8. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 7,  
bei dem im zweiten Zyklusabschnitt (II),  
die Flussrate des Reaktivgases (HF) erniedrigt wird,  
insbesondere um mindestens 25% erniedrigt wird. 15
9. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 8,  
bei dem der Gesamtdruck (p),  
insbesondere im zweiten Zyklusabschnitt (II) in der FIC-Kammer reduziert wird,  
insbesondere um mindestens 25%,  
ganz insbesondere zusammen mit der ersten Erhöhung der Flussrate des Spülgases (H<sub>2</sub>) am Ende des ersten Zyklusabschnitts (I). 20 25
10. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 9,  
bei dem der Gesamtdruck (p) im zweiten Zyklusabschnitt (II) 600mbar beträgt. 30
11. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 10,  
bei dem der zweite Zyklusabschnitt (II) 40% einer Gesamtzyklusdauer (T) der vier Zyklusabschnitte (I, II, III, IV) beträgt. 35 40
12. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 11,  
bei dem in einem dritten Zyklusabschnitt (III) die Flussrate des Reaktivgases (HF) null beträgt und  
insbesondere die Flussrate des Spülgases (H<sub>2</sub>) erhöht wird. 45
13. Verfahren nach Anspruch 12,  
bei dem der Gesamtdruck (p) der FIC-Kammer im zweiten (II) und dritten (III) Zyklusabschnitt nicht verändert wird. 50
14. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 13,  
bei dem der Gesamtdruck (p) im dritten Zyklusabschnitt (III) 600mbar beträgt. 55
15. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 14,  
bei dem der dritte Zyklusabschnitt (III) 25% einer Gesamtzyklusdauer (T) der vier Zyklusabschnitte (I, II, III, IV) beträgt.
16. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 15,  
bei dem in einem vierten Zyklusabschnitt (IV) die Flussrate des Spülgases (H<sub>2</sub>) auf null gesetzt wird und  
die FIC-Kammer evakuiert wird.
17. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 16,  
bei dem der Gesamtdruck (p),  
insbesondere im vierten Zyklusabschnitt (IV) in der FIC-Kammer reduziert wird,  
insbesondere um mindestens 50%,  
ganz insbesondere zusammen mit der Erniedrigung der Flussrate des Spülgases (H<sub>2</sub>) am Ende des dritten (III) Zyklusabschnitts.
18. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 17,  
bei dem im vierten Zyklusabschnitt (IV) der Gesamtdruck (p) am niedrigsten ist,  
insbesondere 300mbar beträgt.
19. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 17,  
bei dem der vierte Zyklusabschnitt (IV) 10% einer Gesamtzyklusdauer (T) der vier Zyklusabschnitte (I, II, III, IV) beträgt.
20. Verfahren nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche,  
bei dem die vier Zyklusabschnitte (I, II, III, IV) nochmals wiederholt werden.





## EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

 Nummer der Anmeldung  
 EP 13 15 3686

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (IPC)
X	EP 0 209 307 A1 (SECR DEFENCE BRIT [GB]) 21. Januar 1987 (1987-01-21) * Seite 5, Zeile 6 - Seite 8, Zeile 7; Ansprüche *	1-20	INV. C23G5/00 F01D25/00
X	DE 10 2008 011747 A1 (MTU AERO ENGINES GMBH [DE]) 3. September 2009 (2009-09-03) * Absatz [0006] - Absatz [0010]; Ansprüche * * Absatz [0025] - Absatz [0029] *	1-20	
X	MIGLIETTI W ET AL: "Advantages of fluoride ion cleaning at sub-atmospheric pressure", ENGINEERING FAILURE ANALYSIS, PERGAMON, GB, Bd. 5, Nr. 2, 1. Juni 1998 (1998-06-01), Seiten 149-169, XP002402336, ISSN: 1350-6307, DOI: 10.1016/S1350-6307(98)00013-2 * 1. Introduction *	1-20	
			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (IPC)
			C23G F01D
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchenort <b>München</b>		Abschlußdatum der Recherche <b>2. Juli 2013</b>	
		Prüfer <b>Mauger, Jeremy</b>	
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE 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 anderen Gründen angeführtes Dokument & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument	

**ANHANG ZUM EUROPÄISCHEN RECHERCHENBERICHT  
 ÜBER DIE EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG NR.**

EP 13 15 3686

5

In diesem Anhang sind die Mitglieder der Patentfamilien der im obengenannten europäischen Recherchenbericht angeführten Patentedokumente angegeben.

Die Angaben über die Familienmitglieder entsprechen dem Stand der Datei des Europäischen Patentamts am  
 Diese Angaben dienen nur zur Unterrichtung und erfolgen ohne Gewähr.

02-07-2013

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

Im Recherchenbericht angeführtes Patentedokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
EP 0209307 A1	21-01-1987	CA 1295215 C	04-02-1992
		EP 0209307 A1	21-01-1987
		JP H0791662 B2	04-10-1995
		JP S6277484 A	09-04-1987
		US 4698130 A	06-10-1987
-----			
DE 102008011747 A1	03-09-2009	CA 2714778 A1	03-09-2009
		DE 102008011747 A1	03-09-2009
		EP 2250300 A1	17-11-2010
		US 2011005549 A1	13-01-2011
		WO 2009106044 A1	03-09-2009
-----			

EPO FORM P0481

Für nähere Einzelheiten zu diesem Anhang : siehe Amtsblatt des Europäischen Patentamts, Nr.12/82