



Europäisches
Patentamt
European
Patent Office
Office européen
des brevets



(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

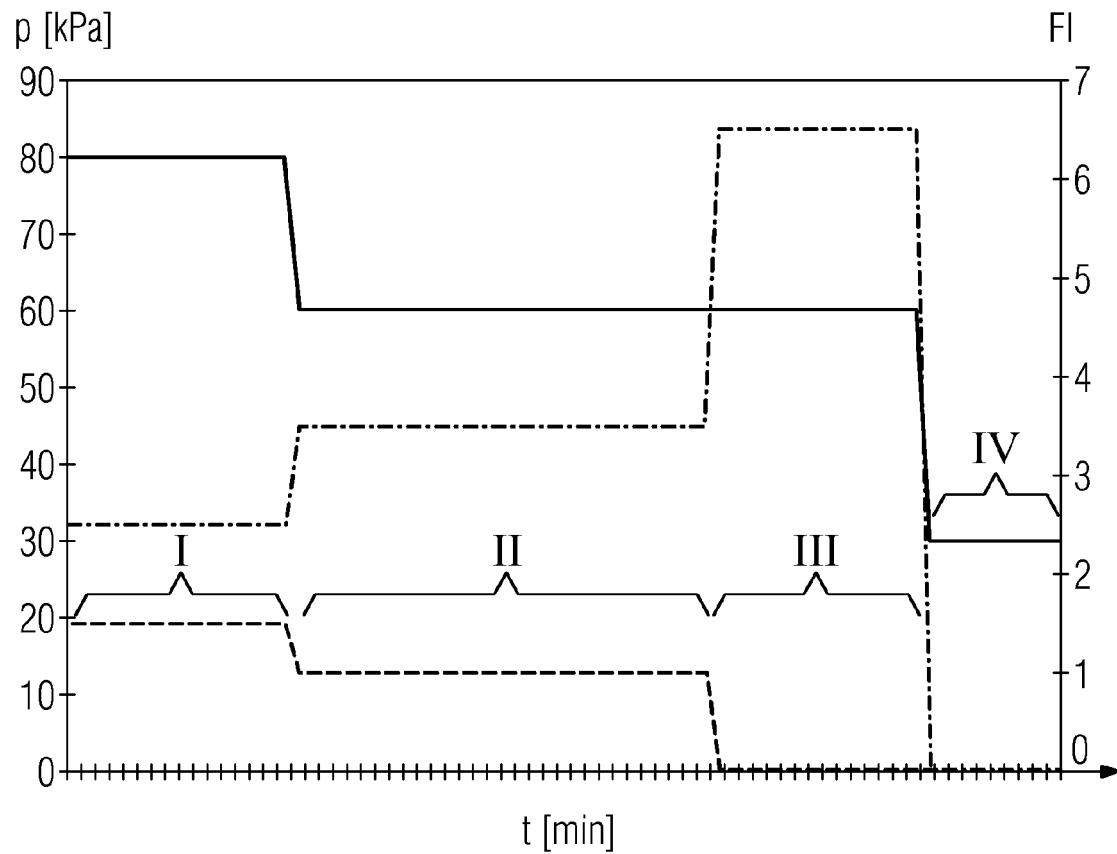
(71) Anmelder: **Siemens Aktiengesellschaft
80333 München (DE)**

(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.



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 Slm, für die Gase, ein Spülgas, insbesondere Wasserstoff H₂ und ein Reaktivgas, hier vorzugsweise ein HF Gas.

[0011] Es ist zu erkennen, dass das gesamte Verfahren in einer FIC-Kammer im Unterdruck p abgefahren wird und ≤ 800 mbar (80kPa) beträgt.

[0012] Außerdem ist zu erkennen, dass die Flussrate des Spülgases, vorzugsweise Wasserstoff H₂, während des Gesamzyklus immer höher ist als die des Reaktivgases, vorzugsweise eines Halogengases, ganz vorzugsweise HF.

[0013] Im Laufe des Verfahrens (II, III) steigt sogar der Unterschied zwischen den Flussraten von Spülgas (Wasserstoff H₂), und Reaktivgas (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 H₂ etwa ein Drittel höher eingestellt als die des Reaktivgases (HF).

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

[0017] Nach einem Viertel der Zeit des Gesamzyklus 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 HF reduziert, vorzugsweise um 25% reduziert und vorzugsweise die Flussrate des Spülgases, hier Wasserstoff H₂ 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 600mbar.

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

[0021] Der zweite Zyklusabschnitt II dauert vorzugsweise etwa 40% der Gesamzyklusdauer T.

[0022] Nach etwa 65% der Gesamzyklusdauer erfolgt als dritter Zyklusabschnitt III ein reiner Spülgang, wobei die Flussrate des Reaktivgases, HF auf null reduziert wird und die des Spülgases/Wasserstoff H₂ vorzugsweise weiterhin erhöht wird. Der Gesamtdruck p bleibt jedoch dabei konstant.

[0023] Nachdem die Flussrate des Spülgases H₂ 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 300mbar.

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

Patentansprüche

30

1. Verfahren

zur FIC-Reinigung in einer FIC-Kammer,
das nur im Unterdruck (p) durchgeführt wird und
wobei die Flussrate eines Spülgases (H₂) immer größer ist als die Flussrate eines Reaktivgases (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 (Slm) der Gase
und/oder Dauer (t) unterscheiden.

3. Verfahren nach einem oder beiden Ansprüche 1 bis 2, bei dem der Gesamtdruck (p) immer kleiner gleich 800mbar beträgt.

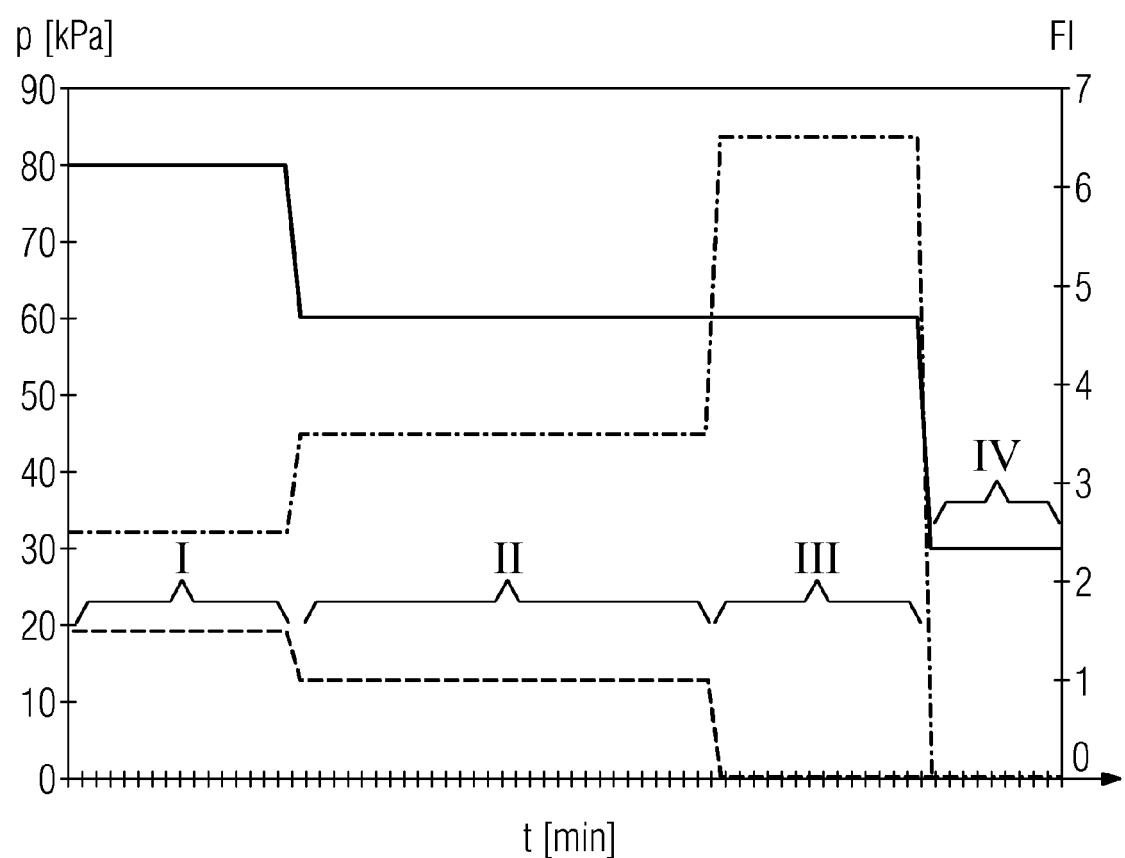
4. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 3,

bei dem im ersten Zyklusabschnitt (I) die Flussrate des Spülgases (H₂) um mindestens 33% höher ist als die des Reaktivgases (HF).

5. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 4,

bei dem der erste Zyklusabschnitt (I) 25% einer Gesamzyklusdauer (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_2) 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_2) am Ende des ersten Zyklusabschnitts (I). 20
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
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_2) 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_2) 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_2) 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

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betreff 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	Abschlußdatum der Recherche		Prüfer
München	2. Juli 2013		Mauger, Jeremy
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE			
X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet	T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze		
Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie	E : älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist		
A : technologischer Hintergrund	D : in der Anmeldung angeführtes Dokument		
O : nichtschriftliche Offenbarung	L : aus anderen Gründen angeführtes Dokument		
P : Zwischenliteratur	& : 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 Patendokumente 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

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

EPO FORM P0461

55

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