(19) Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 10 2012 204 902 A1** 2013.10.02

(12) # Offenlegungsschrift

(21) Aktenzeichen: **10 2012 204 902.9**
(22) Anmeldetag: **27.03.2012**
(43) Offenlegungstag: **02.10.2013**

(51) Int Cl.: ***B65D 90/00*** (2012.01)
B65D 88/02 (2012.01)
B65D 85/84 (2012.01)
B65D 85/82 (2012.01)

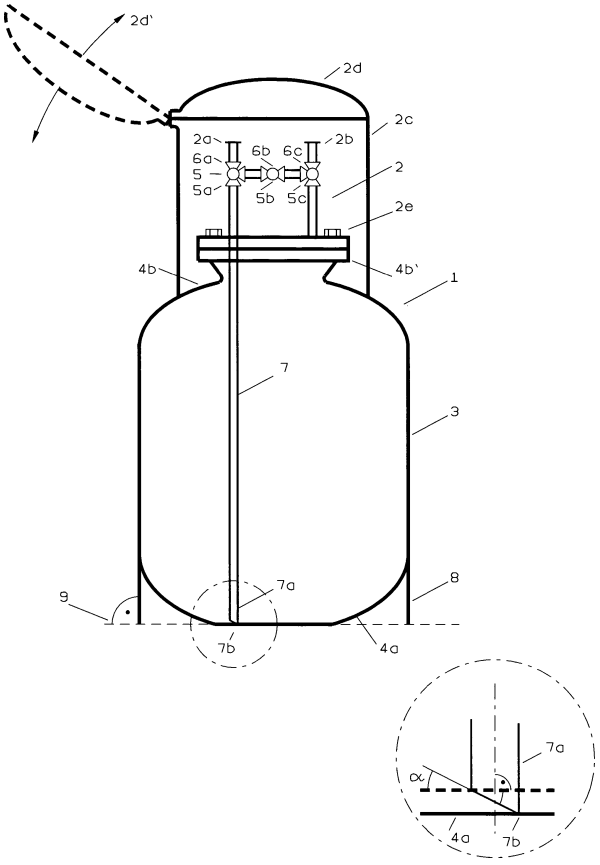
(71) Anmelder:
Evonik Degussa GmbH, 45128, Essen, DE

(72) Erfinder:
Müh, Ekkehard, Dr., 79618, Rheinfelden, DE;
Rauleder, Hartwig, Dr., 79618, Rheinfelden, DE;
Nowitzki, Bernd, Dr., 45770, Marl, DE; Klein, Harald, Dr., Shanghai, CN

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

(54) Bezeichnung: **Gebinde zur Handhabung und für den Transport von hochreinen und ultra hochreinen Chemikalien**

(57) Zusammenfassung: Die Erfindung betrifft Leergebinde (1) zur Aufnahme von hochreinen und ultra hochreinen, luft- und/oder feuchtigkeitsempfindlichen liquiden oder kondensierbaren Verbindungen, mit zylindrischen Mantel (3) und beidseitig des zylindrischen Mantels einen Boden (4a) und einen oberen Abschluss (4b, 4b'), einer zugeordneten Anschlusseinheit (2) einschließlich Absperr-/Mehrweg- und Spülsystem (5) und zugeordnetem Tauchrohr (7), das dadurch gekennzeichnet ist, dass das untere Ende des Tauchrohrs (7a) in eine Vertiefung (4c) (Mulde), die im Boden (4a) eingebracht ist und die tiefste Stelle des Bodens darstellt, hineinragt und/oder das untere Ende des Tauchrohrs (7a) angeschrägt ist und mit der Spitze des angeschrägten Tauchrohres (7b) dem tiefsten Punkt des Bodens (4a) bis auf weniger als 2 mm angenähert ist oder diesen mit der Spitze des angeschrägten Tauchrohres (7b) berührt, vgl. u. a. Fig. 4. Ferner betrifft die vorliegende Erfindung die Verwendung erfindungsgemäßer Leergebinde für die Lagerung, Handhabung und/oder den Transport solcher hochreinen und ultrahochreinen Verbindungen.



Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft speziell ausgeführte Leergebinde zur Aufnahme von hochreinen und ultra hochreinen, luft- und/oder feuchtigkeitsempfindlichen Chemikalien, mit einer Einheit zum Anschließen, Befüllen, Entleeren sowie Spülen dieses Leergebindes als auch dessen Verwendung.

[0002] Zum Beispiel müssen Siliciumverbindungen, die in der Mikroelektronik zum Einsatz kommen, besonders hohe Anforderungen an Ihre Reinheit erfüllen. Die entsprechenden Siliciumverbindungen werden unter anderem zur Herstellung von hochreinen, dünnen Schichten aus Silicium mittels Epitaxie oder Siliciumnitrid (SiN), Siliciumoxid (SiO), Siliciumoxynitrid (SiON), Siliciumoxycarbid (SiOC) oder Siliciumcarbid (SiC) benötigt. In diesen Anwendungsgebieten stören schon Verunreinigungen der Ausgangsverbindungen im ppb- bis ppt-Bereich, die zu unerwünschten Veränderungen der Eigenschaften der daraus hergestellten Schichten führen können. Die genannten Verbindungen sind in der geforderten Reinheit, im Bereich der Elektronik, der Halbleiterindustrie, der Solarzellenherstellung als auch in der pharmazeutischen Industrie begehrte Ausgangsverbindungen.

[0003] Zur Anwendung kommen die hochreinen oder ultrahochreinen Chemikalien insbesondere in der Halbleiterindustrie, wo ultra hochreine oder „electronic grade" Silicium- und Germanium-Verbindungen aktuell bereits im Maßstab von hunderten von Tonnen verbraucht werden. Dies sind insbesondere Trichlorsilan, Siliciumtetrachlorid oder Tetraethoxysilan, die zur Herstellung epitaktischer Silicium-Schichten auf einem Si-Wafer oder auch zur Erzeugung von Siliciumdioxid-Isolierschichten auf elektronischen Chips verwendet werden.

[0004] Oft wird mit vergleichsweise kleinen Gebindegrößen gearbeitet, um die Risiken einer möglichen Verunreinigung, beispielsweise beim Verbrauch, zu minimieren. Die Gebindegröße war in der Vergangenheit im Wesentlichen an den nachfolgenden Verfahrensschritt angepasst, so dass ein Gebinde nach Möglichkeit in diesem entleert wurde. Durch diese Vorgehensweise konnte darüber hinaus leider nicht immer eine Kontamination, beispielsweise durch Hydrolyseprodukte, die sich durch mehrmaliges Öffnen und Verschließen eines Gebindes bilden können, vermieden werden.

[0005] So ist nicht zuletzt auch durch die heute realisierten, erhöhten Durchsatzmengen in den jeweiligen Produktionsschritten, das Risiko einer Produktkontamination der hochreinen und ultra hochreinen Verbindungen beim Wechsel der Gebinde innerhalb eines laufenden Prozesses und deren Neubefüllung erheblich angestiegen.

[0006] Allerdings sind bislang für die Handhabung und den Transport von hochreinen oder ultra hochreinen Chemikalien Gebinde bekannt, wie sie beispielsweise aus US 5,465,766, US 5,878,793, US 2002/0020449 A1, WO 00/79170 A1 oder WO 2009/053134 A1 hervorgehen, vgl. Fig. 1, die bestenfalls zwar über ein Spülsystem mit zwei Ventilen sowie ein Ventil zur Kreuzspülung („cross-purge") und normiertem Anschlüssen verfügen, dabei jedoch nicht gewährleistet ist, dass auch nach einem Spülvorgang hinsichtlich einer Neubefüllung noch Reste (nachfolgend auch Neige genannt) des vorangehenden Produkts im Gebinde verbleiben und so zu erheblichen Verunreinigungen neu zu handhabender hochreiner und ultra hochreiner Produkte führen kann, obwohl dem Fachmann die Durchführung eines Spülvorgangs in der Regel bekannt bzw. durch Betriebsanweisung vorgegeben ist.

[0007] Aufgabe der vorliegenden Erfindung war es, eine weiteres System bereitzustellen, das es ermöglicht, in einfacher und wirtschaftlicher Weise das Kontaminationsrisikos hinsichtlich der Handhabung und dem Transport von hochreinen und ultra hochreinen Chemikalien weiter zu minimieren.

[0008] Gelöst wird die Aufgabe erfindungemäß entsprechend den Merkmalen der unabhängigen Ansprüche. Darüber hinaus sind den Unteransprüchen die Merkmale von bevorzugten Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung zu entnehmen.

[0009] So wurde in überraschender Weise gefunden, dass durch die Nutzung eines Leergebindes (**1**) – nachfolgend auch kurz als Gebinde bezeichnet – zur Aufnahme von hochreinen und ultra hochreinen, luft- und/oder feuchtigkeitsempfindlichen liquiden oder kondensierbaren Verbindungen, das im Wesentlichen einen Behälter mit zylindrischen Mantel (**3**) und beidseitig des zylindrischen Mantels einen Boden (**4a**) und einen oberen Abschluss (**4b**, **4b'**), einer zugeordneten Anschlusseinheit (**2**) einschließlich Absperr-/Mehrweg- und Spülsystem (**5**) und zugeordnetem Tauchrohr (**7**) umfasst, wobei das untere Ende des Tauchrohres (**7a**) in eine Vertiefung (**4c**) (Mulde), die im Boden (**4a**) eingebracht bzw. eingelassen ist und die tiefste Stelle des Bodens darstellt, hineinragt und/oder das untere Ende des Tauchrohres (**7a**) angeschrägt ist und mit der Spitze des angeschrägten Tauchrohres (**7b**) dem tiefsten Punkt des Bodens (**4a**) bis auf weniger als 2 mm, vorzugsweise kleiner gleich 1 mm, angenähert ist oder diesen mit der Spitze des angeschrägten Tauchrohres (**7b**) berührt, zu einer deutlichen Minimierung von Verunreinigungsvorfällen bei einer Wiederbefüllung des Leergebindes führt.

[0010] Erfindungsgemäße Gebinde ermöglichen somit vorteilhaft, die Menge an bei Spülvorgängen verbleibender Neige nochmals deutlich zu verringen

bzw. die Anzahl an Spülvorgängen bis zur restlosen Entfernung von Verunreinigungen zu reduzieren und so auch das Kontaminationsrisiko hinsichtlich einer Neubefüllung weiter zu minimieren.

[0011] Zusätzlich zeichnen sich erfindungsgemäße Gebinde aufgrund ihrer mechanischen und chemischen Eigenschaften, wie die Druckfestigkeit, Oberflächenrauigkeit der Innenseite des Behälters sowie Flächen, die mit Produkt in Kontakt kommen, das verwendete Material sowie auch die Dichtigkeit des Leergebindes einschließlich Anschlusseinheit, vorteilhaft aus, hochreine oder ultra hochreine luft- und/oder feuchtigkeitsempfindliche liquide oder kondensierbare Verbindungen aufnehmen zu können.

[0012] So kann in einfacher und wirtschaftlicher Weise durch die Verwendung eines erfindungsgemäßen Leergebindes der wirtschaftliche Schaden durch eine Verunreinigung bei der Handhabung von hochreinen und ultra hochreinen Verbindungen, der beispielsweise im Rahmen einer Qualitätssicherung festgestellt oder durch Kundenbeanstandung offenkundig wird, nochmals deutlich verringert werden.

[0013] Derartige hochreine oder ultra hochreine Verbindungen können, ohne darauf beschränkt zu sein, beispielsweise Silicium- oder Germanium-Verbindungen darstellen. Ein Beispiel stellt das bei Raumtemperatur gasförmige Monosilan (SiH_4) dar, das unter Druck in ein Leergebinde einkondensiert werden kann. Diese Verbindung ist selbstentzündlich und reagiert bei Kontakt mit Luftsauerstoff sofort zu Siliciumdioxid und Wasser. Siliciumtetrachlorid ist hingegen eine bei Raumtemperatur als Flüssigkeit vorliegende Verbindung, die in Gegenwart feuchter Luft zu rauchen beginnt und hydrolysiert. Weitere hochreine oder ultrahochreine Verbindungen können Trichlorsilan, Dichlorsilan, Monochlorsilan, Hexachlordisilan, Hexamethyldisilazan, Tetraethoxysilan, Methyltriethoxysilan, Dimethyldimethoxysilan, Germaniumtetrachlorid oder Monogerman sein – um nur einige zu nennen –, die alle unter Ausschluss von Feuchtigkeit und/oder unter Schutzgasatmosphäre gehandhabt werden müssen.

[0014] Als hochreine oder ultra hochreine Verbindungen sollen Verbindungen verstanden werden, deren Grad an Verunreinigung im ppb-Bereich liegt; bei ultra hochreiner Reinheit liegen Verunreinigungen nur im ppt-Bereich und darunter vor. Die Verunreinigung von Silicium- oder Germaniumverbindungen mit anderen Metallverbindungen liegt im ppb-Bereich bis in den ppt-Bereich, vorzugsweise im ppt-Bereich. Die geforderte Reinheit kann mittels GC, IR, NMR, ICP-MS oder durch Widerstandsmessung bzw. GD-MS nach Abscheidung des Siliciums oder Germaniums überprüft werden.

[0015] Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind daher Leergebinde (**1**) zur Aufnahme von hochreinen und ultra hochreinen, luft- und/oder feuchtigkeitsempfindlichen liquiden oder kondensierbaren Verbindungen, mit zylindrischen Mantel (**3**) und beidseitig des zylindrischen Mantels einen Boden (**4a**) und einen oberen Abschluss (**4b**, **4b'**), einer zugeordneten Anschlusseinheit (**2**) einschließlich Absperr-/Mehrweg- und Spülsystem (**5**) und zugeordnetem Tauchrohr (**7**), die dadurch gekennzeichnet sind,
dass das untere Ende des Tauchrohrs (**7a**) angeschrägt ist und mit der Spitze des angeschrägten Tauchrohres (**7b**) dem tiefsten Punkt des Bodens (**4a**) bis auf weniger als 2 mm, vorzugsweise kleiner gleich 1 mm, angenähert ist oder diesen mit der Spitze des angeschrägten Tauchrohres (**7b**) berührt
oder
das untere Ende des Tauchrohrs (**7a**) in eine Vertiefung (**4c**) (Mulde), die im Boden (**4a**) eingebracht ist und die tiefste Stelle des Bodens darstellt, hineinragt und das untere Ende des Tauchrohrs (**7a**) dem tiefsten Punkt des Bodens (**4a**), d. h. in der Mulde, bis auf weniger als 2 mm, vorzugsweise kleiner gleich 1 mm, angenähert ist
oder
das untere Ende des Tauchrohrs (**7a**) in eine Vertiefung (**4c**) (Mulde), die im Boden (**4a**) eingebracht ist und die tiefste Stelle des Bodens darstellt, hineinragt und das untere Ende des Tauchrohrs (**7a**) angeschrägt ist und mit der Spitze des angeschrägten Tauchrohres (**7b**) dem tiefsten Punkt des Bodens (**4a**), d. h. in der Mulde, bis auf weniger als 2 mm, vorzugsweise kleiner gleich 1 mm, angenähert ist oder diesen mit der Spitze des angeschrägten Tauchrohres (**7b**) berührt.

[0016] Hinsichtlich des Abstands zwischen dem unteren Ende des Tauchrohres, d. h. der Spitze des Tauchrohres und dem besagten tiefsten Punkt des Bodens (**4a**), seien noch folgende Zahlenwerte in mm genannt: 2,0, 1,9, 1,8, 1,7, 1,6, 1,5, 1,4, 1,3, 1,2, 1,1, 1,0, 0,9, 0,8, 0,7, 0,6, 0,5, 0,4, 0,3, 0,2, 0,1, 0,09, 0, 08, 0,07, 0,06, 0,05, 0,04, 0,03, 0,02 und 0,01.

[0017] So umfasst das Gebinde (**1**) einen so genannten Behälter bzw. Innenraum (Innenvolumen) zur Aufnahme von hochreinen und ultrahochreinen, luft- und/oder feuchtigkeitsempfindlichen liquiden oder kondensierbaren Verbindungen, der im Wesentlichen durch den zylindrischen Mantel (**3**) und beidseitig des zylindrischen Mantels einen Boden (**4a**) und einen oberen Abschluss (**4b**, **4b'**) gebildet wird und mittels Anschlusseinheit (**2**) dicht verschlossen werden kann.

[0018] Die Anschlusseinheit (**2**) umfasst ihrerseits neben den Anschlussverbindungen (**2a**, **2b**) und einem Tauchrohr (**7**) vorteilhaft auch ein Absperr-/Mehrweg- und Spülsystem (**5**) mit zwei oder mehr Absperr- bzw. Spülorganen (**5a**, **5b** oder **5c**), wobei die-

se Ventile, vorzugsweise Membranventile, und/oder Wegehähne, vorzugsweise Zwei- (**6b**), bzw. Dreiwegehähne (**6a**, **5c**), sind, und ferner über ein Flanschsystem (**2e**), das mit dem oberen Abschluss (**4b**, **4b'**) verbunden bzw. verschraubt werden kann.

[0019] Die Anschlusseinheit (**2**) weist somit zum Befüllen, Entleeren sowie zum Spülen des Leergebindes (**1**) neben den Anschlussverbindungen (**2a**, **2b**) ein Absperr-/Mehrweg- und Spülsystem (**5**) mit Absperrorganen (**5a**, **5b**, **5c**) auf, insbesondere weist die Anschlusseinheit (**2**) ein Mehrwegesystem (**6a**, **6b**, **6c**) auf, das bevorzugt drei Absperrorgane in Form von zwei Dreiwegehähnen (**6a**, **6c**) und einem Zweiwegehahn (**6b**) aufweist, wobei die Anschlussverbindung (**2a**) über ein Rohr mit Absperrorgan (**5a**) und dieses mit dem Tauchrohr (**7**) verbunden ist, das seinerseits durch den Flanschdeckel (**2e**) in den Behälter reicht und die Außenseite des Tauchrohrs (**7**) gegenüber dem Durchlass im Flanschdeckel (**2e**) abgedichtet ist, zum Beispiel durch Verschweißen. Zusätzlich ist das Absperrorgan (**5a**) vorteilhaft über ein Rohr mit dem Absperrorgan (**5b**) verbunden, das seinerseits über ein Rohr mit Absperrorgan (**5c**) verbunden ist. Weiter ist das Absperrorgan (**5c**) über ein Rohr mit einem Durchlass im Flanschdeckel (**2e**) verbunden, wobei der besagte Durchlass im Flanschdeckel, ebenso wie das Tauchrohr (**7**), den Zugang zum Innenraum des Leergebindebehälters gewährleistet. Weiter ist das Absperrorgan (**5c**) mit der Anschlussverbindung (**2b**) über ein Rohr verbunden. Als Absperrorgan kann man aber auch ein Ventil oder ein Hahn oder ein Verschluss verwenden, wobei die Verwendung eines Ventils oder Mehrwegehahns bevorzugt ist. Insbesondere sind Drei- bzw. Zweiwegehähne sowie als Ventil ein Membranventil, ein Kugelventil oder ein Faltenbalgventil geeignet.

[0020] In einer bevorzugten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung ist das untere Ende des Tauchrohrs (**7a**) gegenüber der auf den Durchmesser (d) des Tauchrohres bezogenen Querschnittsfläche um einen Winkel (α) von 1 bis 60°, vorzugsweise 2° bis 45°, besonders vorzugsweise 3° bis 30°, ganz besonders vorzugsweise 4° bis 25, insbesondere 5° bis 20° – um einige der vorgenannten Werte für Winkel [°] nochmals als solche zu nennen: 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 16, 17, 18, 19, 20, 21, 22, 23, 24, 25, 26, 27, 28, 29, 30, 31, 32, 33, 34, 35, 36, 37, 38, 39, 40, 41, 42, 43, 44, 45, 46, 47, 48, 49, 50, 51, 52, 53, 54, 55, 56, 57, 58, 59, 60 –, angeschrägt ist, vgl. dazu **Fig. 3**. Dabei kann der Innendurchmesser (d_i) des Tauchrohres vorteilhaft 1 bis 50 mm, vorzugsweise 2 bis 40 mm, besonders vorzugsweise 3 bis 30 mm, besonders vorzugsweise 4 bis 25 mm, insbesondere 5 bis 15 mm – um einige der vorgenannten Werte für die Innendurchmesser [mm] nochmals als solche zu nennen: 1, 1,5, 2, 2,5, 3, 3,5, 4, 4,5, 5, 5,5, 6, 6,5, 7, 7,5, 8, 8,5, 9, 9,5, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 16, 17, 18, 19, 20, 21, 22, 23, 24, 25, 26, 27, 28, 29, 30, 31, 32, 33, 34, 35, 36, 37, 38, 39, 40, 41, 42, 43, 44, 45, 46, 47, 48, 49, 50 – betragen.

[0021] Zum Schutz vor Verschmutzung sowie Beschädigung, beispielsweise während des Transportes der Gebinde, ist die Anschlusseinheit (**2**) vorteilhaft in einer Schutzvorrichtung (**2c**) angeordnet. Üblicherweise umfasst die Schutzvorrichtung (**2c**) einen zylindrischen Mantel und einen schwenkbaren oder klappbaren Deckel (**2d**, **2d'**) und ist auf dem gewölbten Abschluss (**4b**, **4b'**) um die Anschlusseinheit (**2**) angeordnet. Die Anschlusseinheit wird bevorzugt vollständig von der Schutzvorrichtung umschlossen.

[0022] Ein Leergebinde kann in der Regel ein Innenvolumen von 0,001 bis 20.000 Liter [l] aufweisen. Erfindungsgemäße Leergebinde bzw. Gebinde (**1**) weisen vorteilhaft ein Innenvolumen von 0,1 bis 1.000 l, vorzugsweise 0,5 bis 500 l, besonders vorzugsweise 1 bis 300 l, ganz besonders vorzugsweise 5 bis 250 l, insbesondere 10 bis 100 l – um einige der vorgenannten Werte für das Innenvolumen [l] nochmals als solche zu nennen: 0,1, 0,2, 0,25, 0,3, 0,4, 0,5, 0,6, 0, 7, 0,75, 0,8, 0,9, 1, 1,25, 1,5, 1,75, 2, 2,5, 3, 3,5, 4, 5, 6, 7, 7,5, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 16, 17, 18, 19, 20, 21, 22, 23, 24, 25, 26, 27, 28, 29, 30, 31, 32, 33, 34, 35, 36, 37, 38, 39, 40, 41, 42, 43, 44, 45, 46, 47, 48, 49, 50, 55, 60, 65, 70, 75, 80, 85, 90, 95, 100, 110, 120, 125, 130, 140, 150, 160, 170, 175, 180, 190, 200, 210, 220, 230, 240, 250, 275, 300, 325, 350, 375, 400, 425, 450, 475, 500, 550, 600, 650, 700, 750, 800, 850, 900, 950, 1.000 – auf.

[0023] Die Form des Leergebindes entspricht in der Regel etwa dem eines zylindrischen Mantels mit gewölbtem Boden und gewölbtem oberen Abschluss, wobei die Anschlusseinheit dem oberen Abschluss zugeordnet ist. Diese Bauweise ermöglicht die Realisierung druckfester Leergebinde, bei denen eine große Druckdifferenz zwischen Innen- und Außendruck herrschen kann, beispielsweise bei unter Druck kondensierten Verbindungen.

[0024] So werden erfindungsgemäße Leergebinde geeigneterweise für einen Innendruck bis 50 bar, vorzugsweise von 0,1 mbar bis 25 bar, besonders vorzugsweise von 0,1 bar bis 25 bar, ganz besonders vorzugsweise von 0,5 bar bis 12 bar, insbesondere von 1 bar bis 8 bar – um einige der vorgenannten Werte für den Innendruck [bar] nochmals als solche zu nennen: 0,0001, 0,0005, 0,001, 0,005, 0,01, 0,05, 0,1, 0,2, 0,3, 0,4, 0,5, 0,6, 0,7, 0,7, 0,8, 0,9, 1,0, 1,1, 1,2, 1,3, 1,4, 1,5, 1,75, 2, 2,5, 3, 3,5, 4, 4,5, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 16, 17, 18, 19, 20, 21, 22, 23, 24, 25, 26, 27, 28, 29, 30, 31, 32, 33, 34, 35, 36, 37, 38, 39, 40, 41, 42, 43, 44, 45, 46, 47, 48, 49, 50 – ausgelegt.

[0025] Zur Vermeidung von Korrosion oder einer Reaktion einer eingebrachten Verbindung mit dem Ma-

terial des Leergebindes und/oder der Anschlusseinheit werden diese aus inertem Material gefertigt, mit dem ferner die gewünschte Druckfestigkeit erreichbar ist.

[0026] Vorteilhaft wird das erfindungsgemäße Leergebinde, die Anschlusseinheit und/oder alle Teile, die mit den eingefüllten hochreinen bzw. ultra hochreinen Chemikalien in Kontakt treten, aus Edelstahl gefertigt, wobei der Edelstahl bevorzugt elektropoliert ist.

[0027] Als Edelstahl werden erfindungsgemäß korrosionsbeständige Edelstähle bevorzugt, beispielsweise 1.4301. Ferner bevorzugt man Mo-haltige Edelstähle, wie Stähle, die mit den Werkstoffnummern 1.41, 1.44, 1.45 sowie 1.46 beginnen. So kann man vorteilhaft z. B. – aber nicht ausschließlich – Edelstähle aus der Reihe 1.4401, 1.4404, 1.4406, 1.4429, 1.4432, 1.4435, 1.4436, 1.4438, 1.4439, 1.4462, 1.4526, 1.4539, 1.4547, 1.4571 sowie Sonderstähle aus der Reihe Inconel, Incoloy, Hastelloy, Cronifer sowie Nicrofer, wie Nicrofer 3127 hMo, 5923 hMo, H-C4 oder H-C22, verwenden. Insbesondere werden bei der vor liegenden Erfindung die Edelstähle 1.4301, 1.4401, 316 L, wie 1.4404, 1.4432 sowie 1.4435, und 1.4571 bevorzugt.

[0028] Dabei weist die Edelstahloberfläche bevorzugt eine Rauigkeit (Ra) von kleiner gleich 1,0 µm auf. Besonders bevorzugt liegt die Rauigkeit der Edelstahloberflächen bei einem Wert (Ra) von ≤ 0,5 µm, ganz besonders bevorzugt bei ≤ 0,2 µm, insbesondere bei ≤ 0,1 µm. So kann man beispielsweise kaltgewalzte Edelstähle verwenden oder den verwendeten Edelstahl vorteilhaft elektropolieren. Die Bestimmung der Oberflächenrauigkeit kann beispielsweise – aber nicht ausschließlich – mittels profilbasierter Methoden, wie Tastschrittverfahren, sowie insbesondere optisch flächenhaft messender Verfahren (berührungsfrei), wie Konfokalmikroskopie oder Weißlichtinterferometrie, um nur einige Methoden zu nennen, bestimmt werden. So kann die Bestimmung der Oberflächenrauigkeit gemäß EN ISO 25178 durchgeführt werden.

[0029] Für einen sicheren Stand bei der Befüllung, Lagerung, Handhabung, beim Spülen oder beim Transport kann das Leergebinde bzw. Gebinde (**1**) eine Stütze (**8**) am Mantel (**3**) und/oder am gegebenenfalls gewölbten Boden (**4a**) aufweisen, die aus kreisförmig angeordneten Stützen oder einem zylindrischen Mantel gebildet sein kann. Alternativ kann das Leergebinde auf einem entsprechend geformten Sockel oder in einem Rahmen, vorzugsweise aus Metall, gelagert werden.

[0030] Zudem kann das Leergebinde Aussparungen oder Festlegmittel vorsehen, die ein Umladen mittels eines Kranes erlauben. Dies ist insbesondere bevorzugt, wenn die Leergebindegröße ab 850 Liter beträgt. Die Aussparungen oder Festlegmittel sind bevorzugt dem zylindrischen Mantel des Leergebindes zugeordnet.

[0031] Hinsichtlich der sachgemäßen Verwendung erfindungsgemäßer Gebinde kann die jeweilige Anschlusseinheit (**2**) über mindestens zwei Anschlussverbindungen (**2a**, **2b**) mit einer Destillationskolonne, Umfüll- bzw. Messstation, zum Beispiel eine so genannte Inprozesskontrollapparatur, und/oder einer Reaktionsapparatur verbindbar ausgeführt sein, wobei zwischen Anschlusseinheit und Destillationskolonne, Umfüllstation oder einer Reaktionsapparatur bevorzugt eine Standmessung mit Schaltfunktion sowie Alarmfunktion für Minimal- und/oder Maximalstand sowie Probenahmeeinheit angeordnet ist.

[0032] Auch kann zusätzlich ein Adapter zum Verbinden des Leergebindes mit einer Vorrichtung zur Produktion von hochreinen oder ultra hochreinen Verbindungen, insbesondere zur Verbindung des Leergebindes mit einer Destillationskolonne, auf Seiten des Befüllers verwendet werden. Dabei können auch ein solches Adapter über das Absperr-/Mehrweg- und Spülsystem vorteilhaft gespült, evakuiert und/oder mit Inertgas geflutet werden.

[0033] Ebenso kann ein zusätzlicher Adapter zum Verbinden des Gebindes mit einer Vorrichtung zur Entnahme und/oder zum Verbrauch von hochreinen oder ultra hochreinen Verbindungen dienen, insbesondere zur Verbindung des Gebindes mit einer Produktionsanlage zur Umsetzung der hochreinen oder ultra hochreinen Verbindungen. Ein auf Seiten des Verbrauchers vorgesehener Adapter und damit verbundener Bauteile können ebenfalls über das Absperr-/Mehrweg- und Spülsystem mit Inertgas gespült als auch evakuiert werden.

[0034] Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist ebenfalls die Verwendung erfindungsgemäßer Leergebinde zur Lagerung, Handhabung und/oder den Transport von hochreinen und ultra hochreinen, luft- und/oder feuchtigkeitsempfindlichen liquiden oder kondensierbaren Verbindungen, insbesondere ausgewählt aus der Reihe von hochreinen und ultrahochreinen Silicium- und/oder Germaniumverbindungen sowie metallorganische Verbindungen, vorzugsweise aus der Reihe Siliciumtetrachlorid, Trichlorsilan, Dichlorsilan, Monochlorsilan, Hexachlordisilan, Octachlortrisilan, Monosilan, Disilan, Trisilan, Hexamethyldisilazan, Trisilylamin, Tetraethoxysilan, Ethylsilikat, Methyltriethoxysilan, Dimethyldimethoxysilan, Germaniumtetrachlorid, Monogerman, Triethylborate, Trimethylborat, Trimethylphosphat, Triethylphosphat, Tetramethylsilan, Dimethyldimethoxysilan, Octamethylcyclotetrasiloxan, Tetramethylcyclotetrasiloxan, Methylpyrrolidinealan, Tetrakis[dimethylamino]titan, tert.-butylamido[tris(diethylamino)]tantal, tert.-butylamido[tris(diethylamino)]niob, Tantaltetrae-

thoxid, Tetrakis[ethyl-methylamino]hafnium, Trimethylaluminium, Tetrakis(ethylmethylamino)zirkonium, Cyclopentdienyltris[dimethylamino]zirkonium, Penta (dimethyl-amino)tantal, Ethylamido[tris(diethylamino)]tantal, Tetrakis(diethylamino)zirkonium, Dimethylaminoethoxytriethoxyzirkonium.

[0035] Die erfindungsgemäßen Leergebinde bzw. Gebinde und deren Verwendung erlauben somit eine deutliche Reduzierung des Risikos, dass beim Spülvorgang eine deutliche Menge an Neige im Leergebinde verbleibt, was ansonsten bei Neubefüllung zu Produktverunreinigungen und somit zu nicht unerheblichen wirtschaftlichen Schäden führen kann.

[0036] Fig. 1 zeigt ein Leergebinde nach dem Stande der Technik. Hier können noch verhältnismäßig große Mengen an Neige bzw. an Produkt beim Entleeren und Spülen des Gebindes an der tiefsten Stelle des Bodenbereichs (**4a**) hinsichtlich des Endes des vertikal in den Innenraum hinragenden Tauchrohres verbleiben.

[0037] Fig. 2 zeigt eine bevorzugte Ausführungsform der vorliegenden Erfindung. Dabei reicht das Tauchrohr (**7**) mit seinem Ende (**7a**) in eine gegenüber den Ausmaßen des Bodens (**4a**) vergleichsweise kleinen Mulde bzw. Vertiefung (**4c**), die die tiefste Stelle im Boden (**4a**) darstellt, wobei die Spitze des Tauchrohrendes (**7a**) dem tiefsten Punkt der Mulde (**4c**) im Boden (**4a**) bis auf weniger als 2 mm, vorzugsweise kleiner gleich 1 mm, angenähert ist und somit vorteilhaft eine Minimierung der Neigenbildung gewährleiste werden kann.

[0038] Fig. 3 zeigt eine schematische Darstellung eines angeschrägten Tauchrohres (**7b**).

[0039] Fig. 4 bis Fig. 6 zeigen weitere bevorzugte erfindungsgemäße Ausführungsformen.

[0040] So ist der Fig. 4 ein bevorzugte Ausführungsform zu entnehmen, bei der der Boden (**4a**) plan ist und das vertikal in den Innenraum des Leergebindes ragenden Tauchrohr (**7a**) an seinem Ende angeschrägt ist (**7b**) und die Spitze des angeschrägten Tauchrohres (**7b**) dem tiefsten Punkt des Bodens (**4a**) bis auf weniger als 2 mm, vorzugsweise kleiner gleich 1 mm, angenähert ist bzw. diesen mit der Spitze des angeschrägten Tauchrohres (**7b**) berührt.

[0041] Der Fig. 5 ist eine bevorzugte Ausführungsvariante zu entnehmen, wobei der Boden (**4a**) gewölbt ist und die Spitze des angeschrägten Tauchrohres (**7b**) dem tiefsten Punkt des Bodens (**4a**) bis auf weniger als 2 mm, vorzugsweise kleiner gleich 1 mm, angenähert ist oder diesen mit der Spitze des angeschrägten Tauchrohres (**7b**) berührt.

[0042] In Fig. 6 ist ein weitere bevorzugte Ausführungsform dargestellt, bei der der Boden (**4a**) leicht gewölbt ist, das Tauchrohr (**7**) mit seinem angeschrägten Ende (**7a**) in eine gegenüber den Ausmaßen des Bodens (**4a**) vergleichsweise kleine Mulde bzw. Vertiefung (**4c**) hineinreicht, die die tiefste Stelle im Boden (**4a**) darstellt, wobei die Spitze des angeschrägten Tauchrohrendes (**7b**) dem tiefsten Punkt der Mulde (**4c**) im Boden (**4a**) bis auf weniger als 2 mm, vorzugsweise kleiner gleich 1 mm, angenähert ist bzw. diesen mit der Spitze des angeschrägten Tauchrohres (**7b**) berührt und somit erfindungsgemäß eine Minimierung der Neigenbildung in einfacher und wirtschaftlicher Weise gewährleistet werden kann.

[0043] Das folgende Ausführungsbeispiel gemäß der Fig. 4 erläutert das erfindungsgemäße Leergebinde bzw. Gebinde näher, ohne die Erfindung auf dieses Beispiel zu beschränken:
Das in Fig. 4 dargestellte Leergebinde (**1**), zur Aufnahme von luft- und/oder feuchtigkeitsempfindlichen liquiden oder kondensierbaren Verbindungen, weist eine Anschlusseinheit (**2**) mit einem Absperr-/Mehrweg- und Spülsystem (**5**) mit Absperrorganen (**5a**, **5b**, **5c**) auf, wobei die Anschlusseinheit beispielsweise mittels einer Flanschverbindung (**2e**) mit dem oberen Abschluss (**4a**, **4b'**) des Leergebindes verbindbar ist. Der Flanschverbindung können zudem noch ein Dichtungsring und Verschlussmittel zugeordnet sein, um einen hermetischen Verschluss des Leergebindes bzw. Gebindes zu gewährleisten. Die Anschlusseinheit weist ein Mehrwege-Ventilsystem oder allgemeiner Absperr-/Mehrweg- und Spülsystem (**5**) mit drei Absperrorganen (**6a**, **6b**, **6c**) auf, die in einer Ausführungsvariante jeweils einem Drei- (**6a**, **6c**) bzw. Zweiwegehahn (**6b**) – nachfolgend auch kurz Ventile genannt- entsprechen. Eine Verbindung des Ventils (**6c**) mit dem Leergebinde reicht in Nähe der Anschlusseinheit gerade in das Leergebinde bzw. Gebinde hinein, Ventil (**6b**) ist zwischen den beiden Ventilen (**6a** und **6c**) angeordnet. Zudem ist dem Absperr-/Mehrweg- und Spülsystem (**5**) ein Tauchrohr (**7**) zugeordnet, das dem Ventil (**6a**) zugeordnet ist. Das Leergebinde bzw. Gebinde weist einen zylindrischen Mantel (**3**) und beidseitig des zylindrischen Mantels einen im Wesentlichen planen Boden (**4a**), der zu den Seiten im Übergang zum Mantel hin gewölbt ist, und einen gewölbten oberen Abschluss (**4b**) mit Flansch (**4b'**) auf. Alle Teile, die mit den hochreinen oder ultrahochreinen Verbindungen in Kontakt kommen, sind aus elektropoliertem Edelstahl 316 L hergestellt. Die Anschlusseinheit (**2**) ist in einer Schutzvorrichtung (**2c**, **2d**) angeordnet. Die Stütze (**8**) ermöglicht ein Abstellen auf ebenen Flächen (**9**).

[0044] Zum Spülen der Anschlusseinheit (**2**) ist beispielsweise Ventil (**6c**) mit einer Gasversorgung, der trockenes, gegebenenfalls erwärmtes Inertgas zu entnehmen ist, beispielsweise mit einer Heliumquel-

le, verbunden und befindet sich in einer Stellung, in der die Gasversorgung mit Ventil (**6b**) kommuniziert. Das Ventil (**6a**) wird mit einer Gasaufnahmeeinrichtung verbunden und ebenfalls in eine Stellung gebracht, in der eine Kommunikation zwischen der Gasaufnahmevorrichtung und dem Ventil (**6b**) gegeben ist. Auf diese Weise kann durch Zufuhr von Gas über das Ventil (**6c**) die Anschlusseinheit (**2**), insbesondere das Absperr-/Mehrweg- und Spülsystem (**5**), mit Spülgas, bevorzugt Inertgas, gespült werden. Wird statt der Gasaufnahmevorrichtung eine Vakuumpumpe an das Ventil (**6a**) angeschlossen, kann abwechselnd ein Spülen und Evakuieren der Anschlusseinheit durchgeführt werden.

[0045] Um das Leergebinde bzw. Gebinde mit Inertgas zu spülen, damit eine Hydrolyse oder Zersetzungen von hochreinen oder ultrahochreinen Verbindungen vermieden wird, befindet sich Ventil (**6a**) in einer Stellung, so dass es mit einer Gasaufnahmeeinrichtung und gleichzeitig mit dem Innenraum bzw. -volumen des Leergebindes (**1**) kommuniziert. Ventil (**6b**) steht in einer Stellung, so dass die Verbindung der Ventile (**6a**) und (**6c**) geschlossen ist. Das Ventil (**6c**) ist in das Leergebinde hinein offen und mit einer Gasversorgung, beispielsweise einer Heliumquelle, offen verbunden. Auf diese Weise durchströmt das Gas, insbesondere Helium das Innenvolumen des Leergebindes (**1**), das Tauchrohr (**7**) und die Anschlusseinheit. Durch abwechselndes Öffnen und Schließen des Ventils (**6c**) kann abwechselnd ein Spülen und Evakuieren des Leergebindes erfolgen, wenn der Gasaufnahmeeinrichtung eine Vakuumpumpe zugeschaltet wird. Entsprechend kann auch der Gasraum über liquiden Verbindungen in Gebinden gespült werden, wenn das Ventil (**6c**) mit einer Gasaufnahmeeinrichtung und das Ventil (**6a**) mit einer Gasversorgung verbunden werden.

[0046] Zur Befüllung des Leergebindes mit einer liquiden Verbindung befindet sich das Ventil (**6b**) in einer Stellung, die eine Kommunikation der Ventile (**6a** und **6c**) unterbindet. Über das Ventil (**6a**) wird mittels Pumpen, Drücken oder Einfließen über geodätische Höhe durch das Tauchrohr Flüssigkeit in das Leergebinde eingebracht. Das zu verdrängende Gas/Inertgas entweicht durch das Ventil (**6c**), das mit einer Gasaufnahmeeinrichtung verbunden ist.

[0047] Zur Entleerung des Gebindes bleibt das Ventil (**6b**) in der vorbeschriebenen Stellung, durch das geöffnete Ventil (**6c**), das mit einem Gasvorratsbehälter verbunden ist, wird Inertgas in das Gebinde gedrückt. Das Ventil (**6a**) kann über einen Adapter oder direkt mit einem Verbraucher verbunden sein. Die flüssige Verbindung verlässt durch das Tauchrohr und durch das geöffnete Ventil (**6a**) das Gebinde, welches auf diese Weise entleert wird.

Bezugszeichenliste

1	Leergebinde mit Anschlusseinheit (**2**)
2	Anschlusseinheit
2a, 2b	Anschlussverbindungen der Anschlusseinheit (**2**)
2c	Schutzvorrichtung zur Anschlusseinheit (**2**)
2d, 2d'	Deckel der Schutzvorrichtung, klappbar ausgeführt
2e	Flanschdeckel der Anschlusseinheit (**2**)
3	zylindrischer Mantel
4a	Boden
4b	oberen Abschluss mit Flansch (**4b'**)
4c	Vertiefung bzw. Mulde im Boden (**4a**)
5	Absperr-/Mehrweg- und Spülsystem der Anschlusseinheit (**2**)
5a, 5b, 5c	Absperrorgane des Absperr-/Mehrweg- und Spülsystems (**5**)
6a, 6c	Dreiwegehähne
6b	Zweiwegehahn
7	Tauchrohr
7a	unteres Ende des Tauchrohrs
7b	Spitze des angeschrägten Tauchrohres, mit Anschrägwinkel (α) gegenüber der auf den Durchmesser (d) des Tauchrohres bezogenen Querschnittsfläche des Tauchrohres (**7a**)
8	Stütze
9	Standfläche senkrecht zur Erdanziehung

ZITATE ENTHALTEN IN DER BESCHREIBUNG

Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde automatisiert erzeugt und ist ausschließlich zur besseren Information des Lesers aufgenommen. Die Liste ist nicht Bestandteil der deutschen Patent- bzw. Gebrauchsmusteranmeldung. Das DPMA übernimmt keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.

Zitierte Patentliteratur

- US 5465766 [**0006**]
- US 5878793 [**0006**]
- US 2002/0020449 A1 [**0006**]
- WO 00/79170 A1 [**0006**]
- WO 2009/053134 A1 [**0006**]

Zitierte Nicht-Patentliteratur

- EN ISO 25178 [**0028**]

Patentansprüche

1. Leergebinde (**1**) zur Aufnahme von hochreinen und ultra hochreinen, luft- und/oder feuchtigkeitsempfindlichen liquiden oder kondensierbaren Verbindungen, mit zylindrischen Mantel (**3**) und beidseitig des zylindrischen Mantels einen Boden (**4a**) und einen oberen Abschluss (**4b**, **4b'**), einer zugeordneten Anschlusseinheit (**2**) einschließlich Absperr-/Mehrweg- und Spülsystem (**5**) und zugeordnetem Tauchrohr (**7**),
dadurch gekennzeichnet,
dass das untere Ende des Tauchrohrs (**7a**) angeschrägt ist und mit der Spitze des angeschrägten Tauchrohres (**7b**) dem tiefsten Punkt des Bodens (**4a**) bis auf weniger als 2 mm angenähert ist oder diesen mit der Spitze des angeschrägten Tauchrohres (**7b**) berührt
oder
das untere Ende des Tauchrohrs (**7a**) in eine Vertiefung (**4c**) (Mulde), die im Boden (**4a**) eingebracht ist und die tiefste Stelle des Bodens darstellt, hineinragt und das untere Ende des Tauchrohrs (**7a**) dem tiefsten Punkt des Bodens (**4a**) bis auf weniger als 2 mm angenähert ist
oder
das untere Ende des Tauchrohrs (**7a**) in eine Vertiefung (**4c**) (Mulde), die im Boden (**4a**) eingebracht ist und die tiefste Stelle des Bodens darstellt, hineinragt und das untere Ende des Tauchrohrs (**7a**) angeschrägt ist und mit der Spitze des angeschrägten Tauchrohres (**7b**) dem tiefsten Punkt des Bodens (**4a**) bis auf weniger als 2 mm angenähert ist oder diesen mit der Spitze des angeschrägten Tauchrohres (**7b**) berührt.

2. Leergebinde nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das untere Ende des Tauchrohres (**7a**) gegenüber der auf den Durchmesser (d) des Tauchrohres bezogenen Querschnittsfläche um einen Winkel (α) von 1 bis 60°, vorzugsweise 2° bis 45°, besonders vorzugsweise 3° bis 30°, ganz besonders vorzugsweise 4° bis 25, insbesondere 5° bis 20° angeschrägt ist, wobei der Innendurchmesser (d_i) des Tauchrohres optional 1 bis 50 mm, vorzugsweise 2 bis 40 mm, besonders vorzugsweise 3 bis 30 mm, besonders vorzugsweise 4 bis 25 mm, insbesondere 5 bis 15 mm beträgt.

3. Leergebinde nach einem der Ansprüche 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass die Anschlusseinheit (**2**) ein Absperr-/Mehrweg- und Spülsystem (**5**) mit zwei oder mehr Absperr- bzw. Spülorganen (**5** bzw. **6**) aufweist, wobei diese Ventile, vorzugsweise Membranventile, (**6a**, **6b** oder **6c**) und/oder Wegehähne (**5a**, **5b** oder **5c**), vorzugsweise Zwei- (**5b**), bzw. Dreiwegehähne (**5a**, **5c**), sind.

4. Leergebinde nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass die Anschlusseinheit (**2**) über ein Flanschsystem (**2e**, **4b'**) mit dem oberen Abschluss (**4b**) verbunden ist.

5. Leergebinde nach Anspruch 3 oder 4, dadurch gekennzeichnet, dass die Anschlusseinheit (**2**) in einer Schutzvorrichtung (**2c**, **2d**) angeordnet ist.

6. Leergebinde nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass das Leergebinde eine Stütze (**8**) aufweist.

7. Leergebinde nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass das Material, aus dem Leergebinde und/oder die Anschlusseinheit gefertigt sind, Edelstahl umfasst.

8. Leergebinde nach einem der Ansprüche, 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass der Edelstahl ausgewählt ist aus der Reihe 316 L, 1.4404, 1.4432, 1.4435, 1.4301, 1.4401 und 1.4571.

9. Leergebinde nach einem der Ansprüche, 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass der Edelstahl elektropoliert ist und die Edelstahloberfläche eine Rauigkeit (Ra) von kleiner gleich 1,0 µm aufweist.

10. Leergebinde nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, dass das Leergebinde ein Innenvolumen von 0,1 bis 1.000 l, vorzugsweise 0,5 bis 500 l, besonders vorzugsweise 1 bis 300 l, ganz besonders vorzugsweise 5 bis 250 l, insbesondere 10 bis 100 l, aufweist.

11. Leergebinde nach einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, dass das Leergebinde für einen Innendruck bis 50 bar, vorzugsweise von 0, 1 mbar bis 25 bar, besonders vorzugsweise von 0,1 bar bis 25 bar, ganz besonders vorzugsweise von 0, 5 bar bis 12 bar, insbesondere von 1 bar bis 8 bar, ausgelegt ist.

12. Leergebinde nach einem der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, dass die Anschlusseinheit (**2**) über mindestens zwei Anschlussverbindungen (**2a**, **2b**) mit einer Destillationskolonne, Umfüll- bzw. Messstation und/oder einer Reaktionsapparatur verbindbar ist, wobei zwischen Anschlusseinheit und Destillationskolonne, Umfüllstation oder einer Reaktionsapparatur bevorzugt eine Standmessung mit Schaltfunktion sowie Alarmfunktion für Minimal- und/oder Maximalstand sowie Probenahmeeinheit angeordnet ist.

13. Verwendung von Leergebinden nach einem der Ansprüche 1 bis 12 zur Lagerung, Handhabung und/oder den Transport von hochreinen und ultra hochreinen, luft- und/oder feuchtigkeitsempfindlichen liquiden oder kondensierbaren Verbindungen, insbesondere ausgewählt aus der Reihe von hochreinen und ultrahochreinen

Silicium- und/oder Germaniumverbindungen sowie metallorganische Verbindungen, vorzugsweise aus der Reihe Siliciumtetrachlorid, Trichlorsilan, Dichlorsilan, Monochlorsilan, Hexachlordisilan, Octachlortrisilan, Monosilan, Disilan, Trisilan, Hexamethyldisilazan, Trisilylamin, Tetraethoxysilan, Ethylsilikat, Methyltriethoxysilan, Dimethyldimethoxysilan, Germaniumtetrachlorid, Monogerman, Triethylborate, Trimethylborat, Trimethylphosphat, Triethylphosphat, Tetramethylsilan, Dimethyldimethoxysilan, Octamethylcyclotetrasiloxan, Tetramethylcyclotetrasiloxan, Methylpyrrolidinealan, Tetrakis[dimethylamino]titan; tert.-butylamido[tris(diethylamino)]tantal, tert.-butylamido[tris(diethylamino)]niob, Tantaltetraethoxid, Tetrakis[ethyl-methylamino]hafnium, Trimethylaluminium, Tetrakis(ethylmethylamino)-zirkonium, Cyclopentdienyltris[dimethylamino]zirkonium, Penta(dimethyl-amino)tantal, Ethylamido[tris(diethylamino)]tantal, Tetrakis(diethylamino)-zirkonium, Dimethylaminoethoxytriethoxyzirkonium.

Es folgen 6 Blatt Zeichnungen

Anhängende Zeichnungen

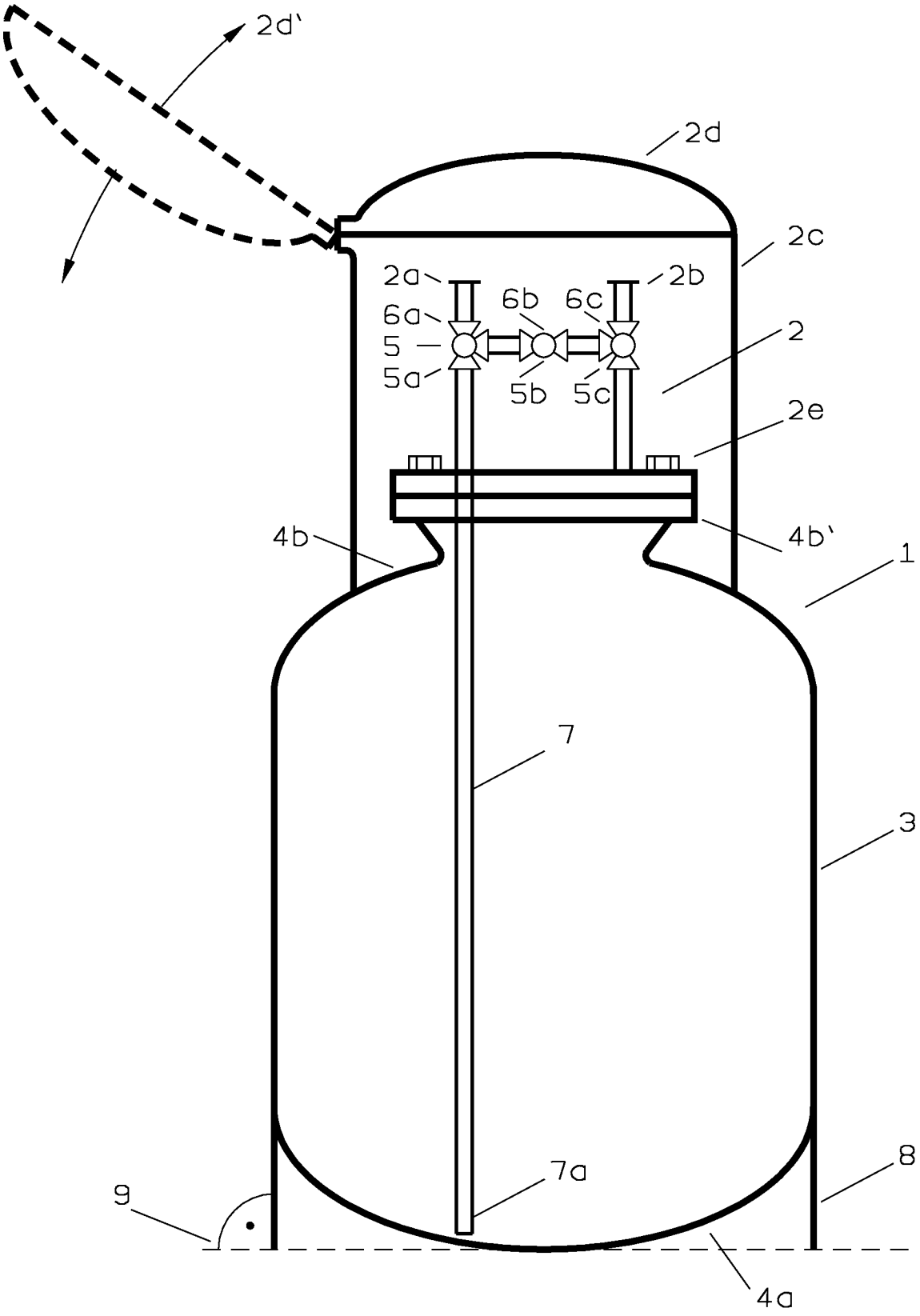


Fig. 1

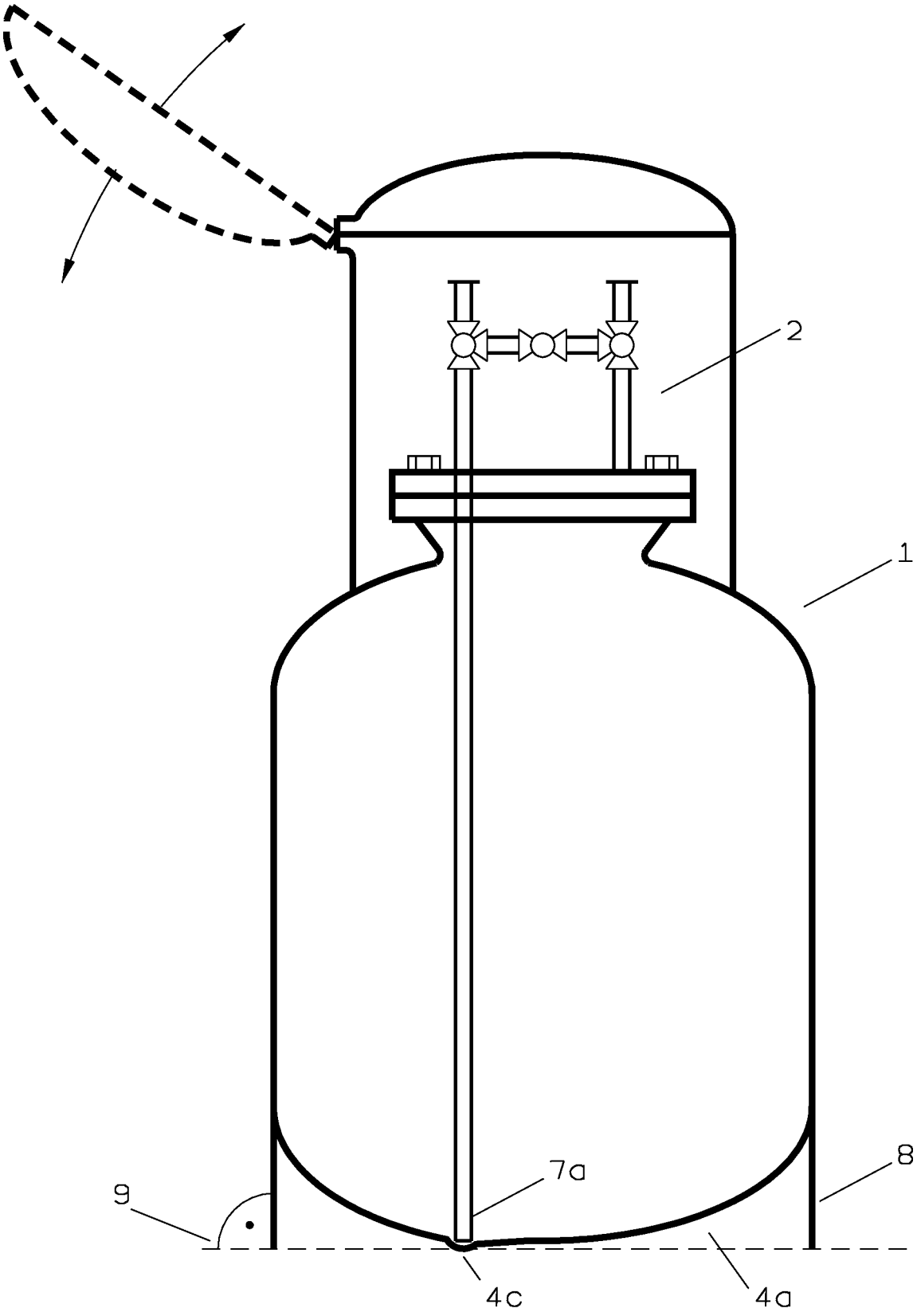


Fig. 2

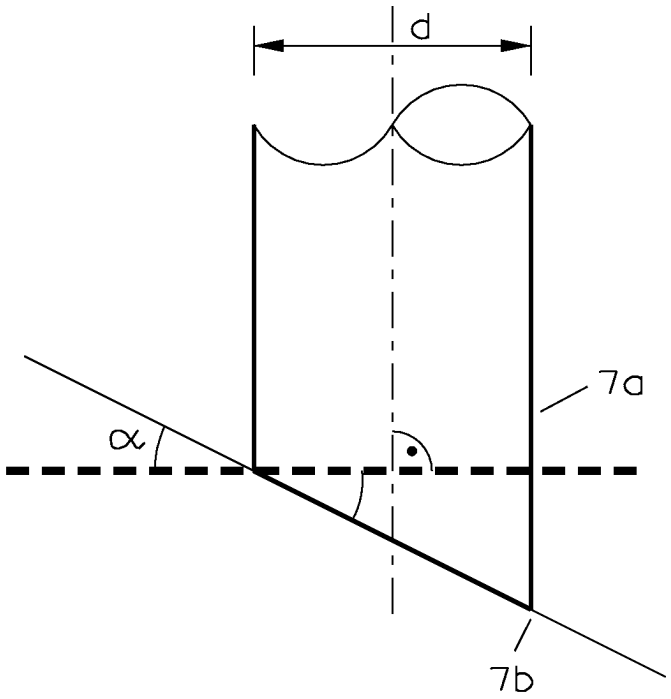


Fig. 3

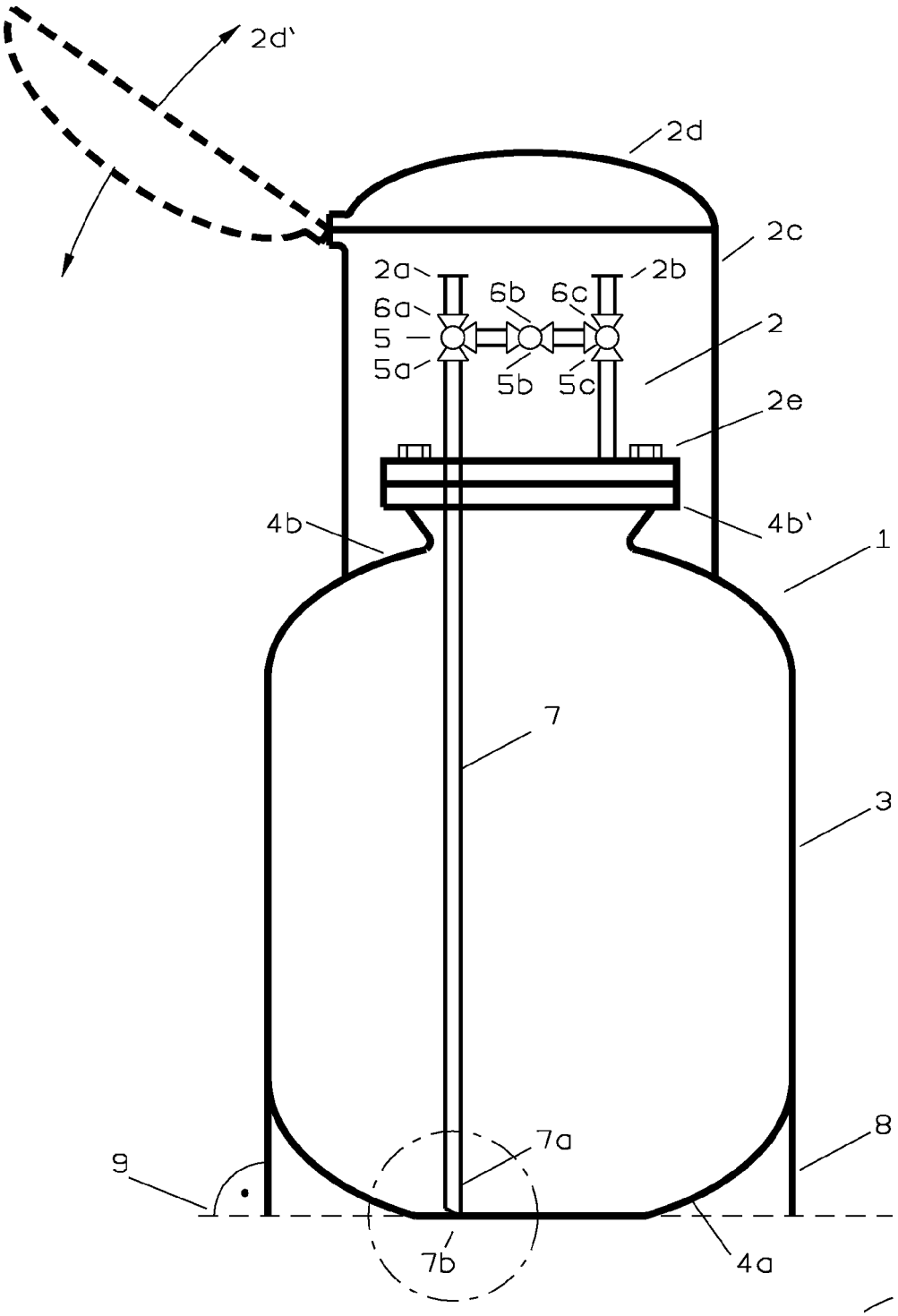
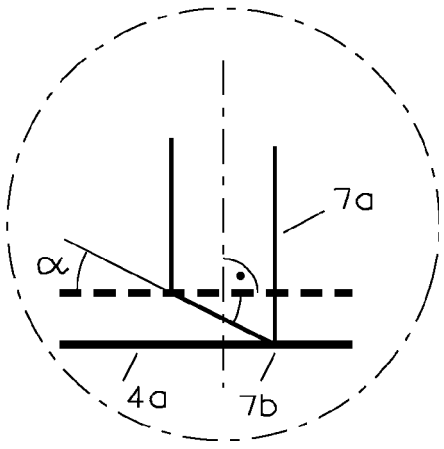


Fig. 4



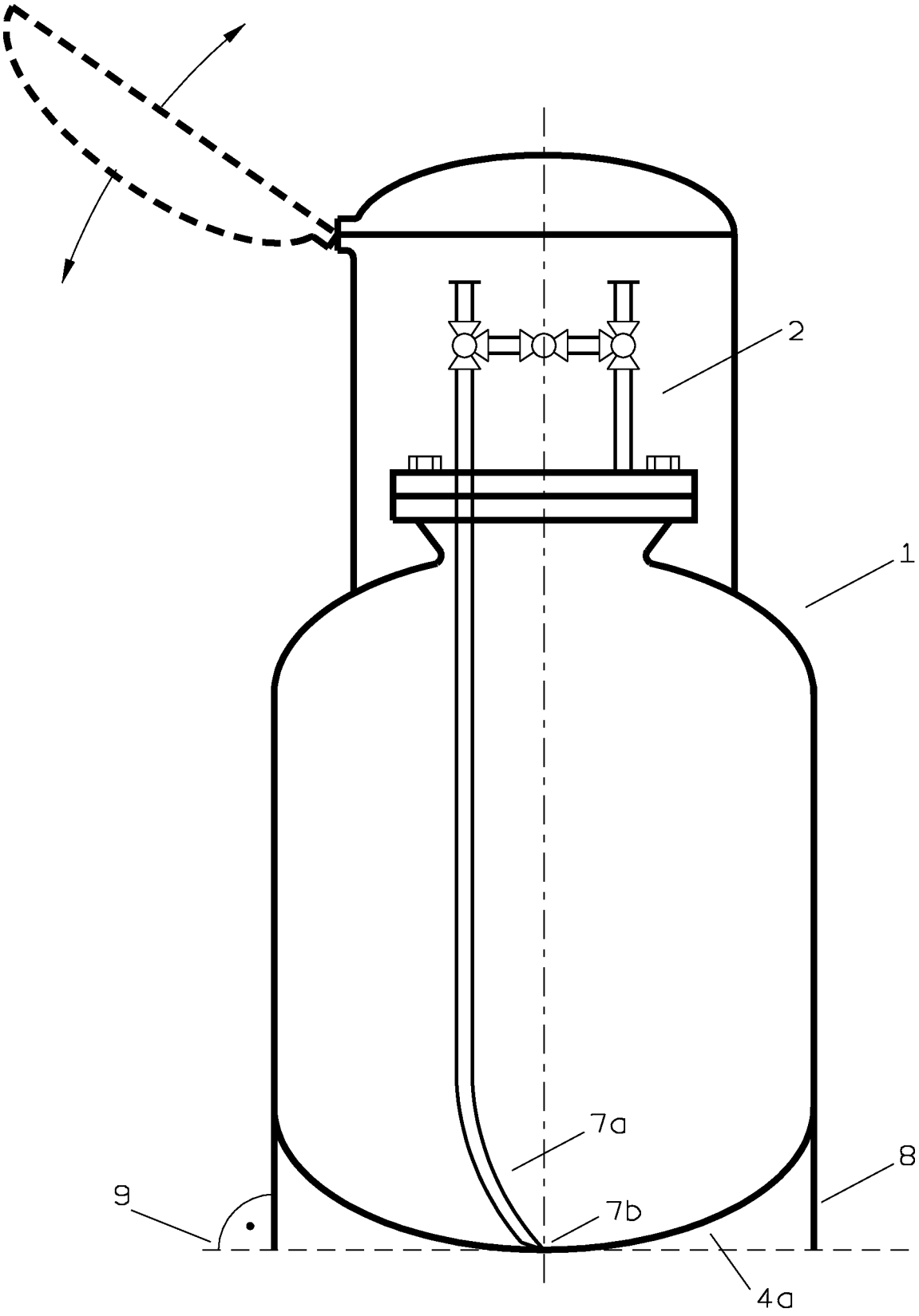


Fig. 5

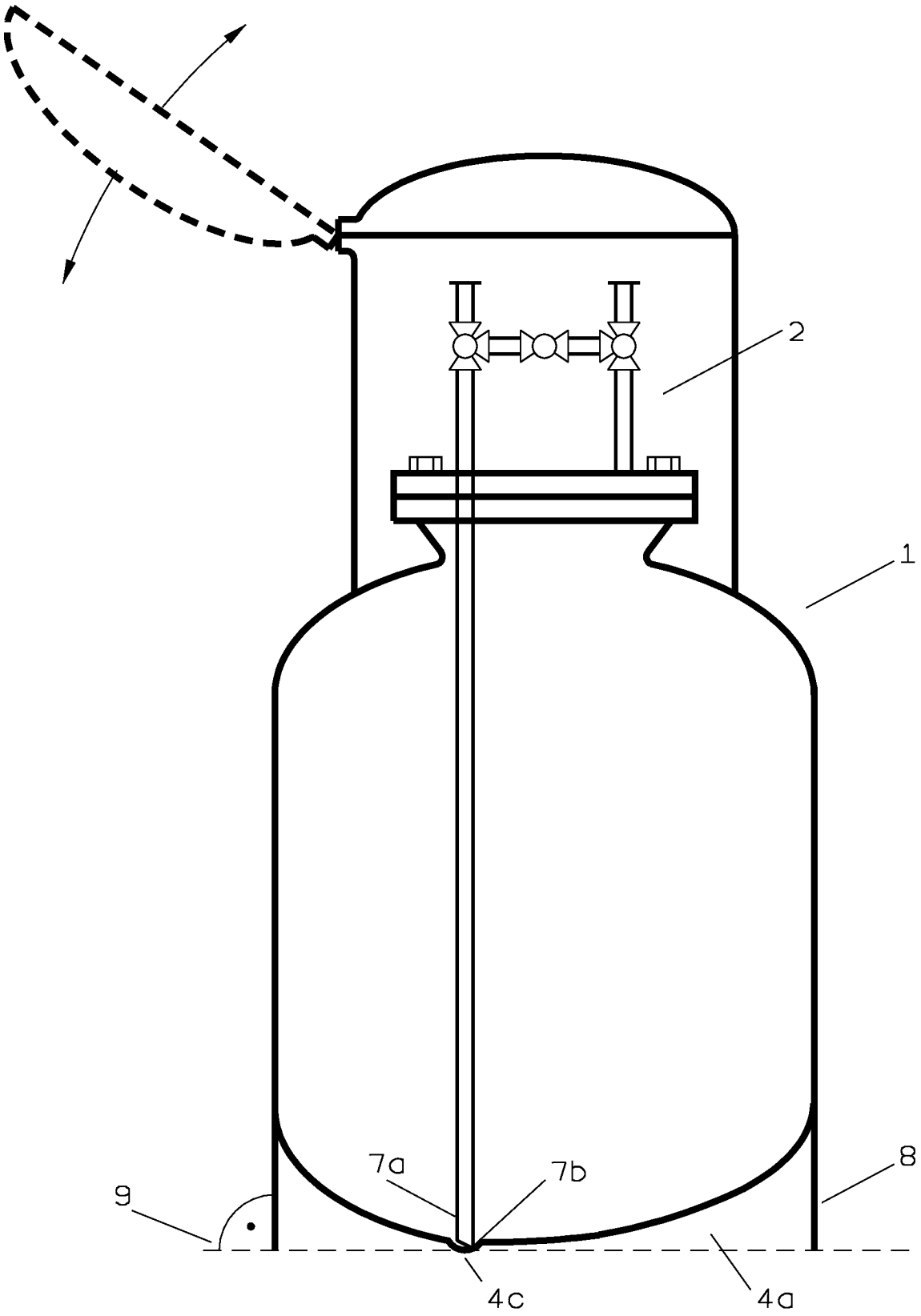


Fig. 6