



(19)  
Bundesrepublik Deutschland  
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 60 2005 003 359 T2 2008.09.04**

(12) **Übersetzung der europäischen Patentschrift**

(97) **EP 1 756 831 B1**

(51) Int Cl.<sup>8</sup>: **G11B 33/14 (2006.01)**

(21) Deutsches Aktenzeichen: **60 2005 003 359.9**

(86) PCT-Aktenzeichen: **PCT/US2005/016153**

(96) Europäisches Aktenzeichen: **05 752 082.7**

(87) PCT-Veröffentlichungs-Nr.: **WO 2005/117018**

(86) PCT-Anmeldetag: **10.05.2005**

(87) Veröffentlichungstag

der PCT-Anmeldung: **08.12.2005**

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **28.02.2007**

(97) Veröffentlichungstag

der Patenterteilung beim EPA: **14.11.2007**

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **04.09.2008**

(30) Unionspriorität:

**574370 P 25.05.2004 US**

(84) Benannte Vertragsstaaten:

**AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LI, LT, LU, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR**

(73) Patentinhaber:

**3M Innovative Properties Co., Saint Paul, Minn., US**

(72) Erfinder:

**BURTS-COOPER, Ellen, Saint Paul, Minnesota 55133-3427, US; FITZER, Robert C., Saint Paul, Minnesota 55133-3427, US; PENDERGRASS, Daniel B. Jr., Saint Paul, Minnesota 55133-3427, US**

(74) Vertreter:

**derzeit kein Vertreter bestellt**

(54) Bezeichnung: **INTERN AUFGEFÜLLTES GEHÄUSE**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99 (1) Europäisches Patentübereinkommen).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

**Beschreibung**

## Gebiet

**[0001]** Die Erfindung gehört zu intern aufgefüllten Gehäusen und Verfahren zum internen Auffüllen eines Gehäuses. Die Erfindung ist besonders für Rechnerfestplattenspeichergeräte nützlich.

## Allgemeiner Stand der Technik

**[0002]** Gashaltige Gehäuse können in vielerlei Anwendungen vorteilhaft sein. Im Allgemeinen ist ein Gehäuse durch Verbinden von zwei oder mehreren Abschnitten unter Benutzung von beispielsweise mechanischen Befestigungselementen, Schweißungen oder Klebstoffen ausgebildet. Eine oder mehrere Komponenten sind in dem Gehäuse angeordnet, und das Gehäuse ist mit einem Gas oder Gasen, beispielsweise einem Inertgas, gefüllt. Das fertig gestellte Gehäuse enthält die Gasumgebung und eine oder mehrere Komponenten, die durch das Gehäuse geschützt sind.

**[0003]** Beispielsweise sind einige Festplattenlaufwerke in einem Gehäuse geschützt. Das Gehäuse selbst befindet sich im Allgemeinen in einer Luftumgebung, während das Innere des Gehäuses mit einem Inertgas (beispielsweise Helium) gefüllt ist. Im Allgemeinen setzt die Heliumumgebung in dem Festplattenlaufwerk sowohl die Energie herab, die zum Drehen der Platten erforderlich ist, als auch die Empfindlichkeit des Kopfs für Umgebungsdruckflughöhe. Die Heliumumgebung kann es den Herstellern auch ermöglichen, Laufwerke mit einer niedrigeren Flughöhe zu bauen, was zu höheren Datenzugriffs- und -abrufgeschwindigkeiten führt.

**[0004]** Die Stoßstellen, an denen die Abschnitte eines Gehäuses verbunden sind, sind anfällig für Undichtigkeiten, die es den Gasen in dem Gehäuse ermöglichen, aus dem Gehäuse auszutreten, und/oder Umgebungsgasen ermöglichen, in das Gehäuse einzudringen. Bei einigen Anwendungen kann das Gehäuse beispielsweise unter Benutzung von Klebstoffen, Dichtungen und/oder Verschlüssen abgedichtet sein, um den Strom von Gasen zwischen der Umgebung und dem Inneren des Gehäuses zu minimieren oder im Wesentlichen auszuschließen. Gase könnten jedoch durch die zum Abdichten des Gehäuses benutzten Materialien (z. B. die Klebstoffe und Dichtungen) diffundieren. Ob durch Lecken, Diffusion oder einen anderen Mechanismus nimmt die relative Menge von gewünschtem Gas in dem Gehäuse im Laufe der Zeit im Allgemeinen ab.

**[0005]** Im Allgemeinen, um wirksam zu sein, sollte die gewünschte Gasumgebung in dem Gehäuse für die Lebenszeit der Komponenten erhalten sein, die Jahre (beispielsweise zwei, drei oder fünf Jahre oder noch länger) betragen kann. Daher ist es häufig erwünscht, das Gas in dem Gehäuse aufzufüllen, um seine Nutzungsdauer zu verlängern. Ein Auffüllverfahren erfordert das Aufbrechen einer Verbindung zwischen Abschnitten des Gehäuses, das Nachfüllen des Gehäuses mit Gas und das erneute Abdichten desselben. Zu einem anderen Verfahren gehört das Ausstatten des Gehäuses mit einer Füllöffnung und das Benutzen einer externen Gasversorgung zum Auffüllen der Umgebung in dem Gehäuse. Beide Verfahren können das Entfernen des Gehäuses aus seiner Nutzungsumgebung zum Füllen oder das Vorsehen von zusätzlichem Raum um das Gehäuse zur Zugriffsermöglichung erfordern. Das Vorhandensein der Füllöffnung stellt außerdem eine größere Gelegenheit für Undichtigkeiten dar und kann zusätzliche Dichtungen oder Verschlüsse mit ihrem Potential zur Ermöglichung einer Diffusion von dem gewünschten Gas aus dem Gehäuse und/oder Diffusion von Umgebungsgasen in das Gehäuse erfordern.

**[0006]** Eine andere Auffüllquelle weist einen undurchlässigen Speichertank zum Enthalten des Gases, ein oder mehrere Ventile, um zu ermöglichen, dass Gas aus dem Tank austritt, und eine Reihe von Steuerungen zum Betreiben des/der Ventils/e auf. Während der Gebrauch einer derartigen Vorrichtung das Öffnen des Gehäuses oder das Vorhandensein einer Füllöffnung nicht erforderlich machen könnte, könnte die Größe, das Gewicht und die Komplexität derartiger Vorrichtungen bei zahlreichen Anwendungen unerwünscht sein.

**[0007]** WO 03/041081 A1 beschreibt ein System zum Erhöhen einer Konzentration eines Gases, das nicht Luft ist, in einer eingeschlossenen Plattenlaufwerkumgebung, die eine Platte enthält. Das Gas, das nicht Luft ist, strömt aus dem Behälter durch einen Auslass und in die Plattenlaufwerkumgebung.

**[0008]** US 5,636,081 betrifft eine Magnetplattenvorrichtung, die unter anderem ein Gehäuse, das einen abgedichteten Raum definiert, eine Magnetplatte, die in dem Raum angeordnet ist, eine Spindel, einen Motor, ein fliegendes Magnetkopfgleitstück, einen Positionierer und eine organische Gasquelle, die in dem Raum angeordnet ist, aufweist.

[0009] US 2003/0026033 A1 richtet sich an einen Plattenlaufwerksservospurschreiber-Gasleckdetektor.

[0010] US 2003/0223148 A1 betrifft ein Plattenlaufwerkgehäuse, das eine Basiskomponente und eine Abdeckkomponente, welche einen eingeschlossenen Raum definieren, und eine Plattenlaufwerkbaugruppe eingliedert, die in dem eingeschlossenen Raum angeordnet ist und Mittel zum Zusetzen von Gas in das Gehäuse nach dem Abdichten des Gehäuses aufweist.

#### Kurzdarstellung

[0011] Die Erfinder der vorliegenden Erfindung haben eine Gasquelle mit einer durchlässigen Membran entwickelt, die die Gasumgebung in einem Gehäuse intern auffüllt.

[0012] Kurz gefasst sieht die vorliegende Erfindung in einem Aspekt ein intern aufgefülltes Gehäuse vor, das eine Gasquelle intern in dem Gehäuse aufweist, wobei die Gasquelle ein Gas aufweist, das in einer durchlässigen Membran enthalten ist.

[0013] In einigen Ausführungsformen weist die Gasquelle mehrere Blasen auf.

[0014] In einigen Ausführungsformen weist die durchlässige Membran ein Glas oder Glas/Keramik auf.

[0015] In einigen Ausführungsformen weist die durchlässige Membran ein mit Metall und/oder Metalloxid beschichtetes Glas oder Glas/Keramik auf.

[0016] In einigen Ausführungsformen sind die Blasen in ein Harz gemischt.

[0017] In einigen Ausführungsformen gehört zu der Gasquelle ein Beutel, der eine Polymerfolie und optional eine Metall- und/oder Metalloxidbeschichtung aufweist.

[0018] Der obigen Kurzdarstellung der vorliegenden Erfindung liegt nicht die Absicht zugrunde, jede Ausführungsform der vorliegenden Erfindung zu beschreiben. Die Einzelheiten von einer oder mehreren Ausführungsformen der Erfindung sind außerdem in der nachstehenden Beschreibung dargelegt. Andere Merkmale, Aufgaben und Vorteile der Erfindung gehen aus der Beschreibung und aus den Ansprüchen hervor.

#### Kurze Beschreibung der Zeichnungen

[0019] [Fig. 1](#) stellt eine beispielhafte Inertgasumgebung dar.

[0020] [Fig. 2A](#) stellt eine Gasquelle gemäß einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung dar.

[0021] [Fig. 2B](#) stellt eine Querschnittsansicht der Gasquelle von [Fig. 2A](#) dar.

#### Detaillierte Beschreibung

[0022] Gehäuse, die eine Gasumgebung enthalten, sind in vielerlei Anwendungen in Gebrauch. Die Größe und Form des Gehäuses und die Beschaffenheit der zum Ausbilden des Gehäuses benutzten Materialien können abhängig von den Endbenutzungsanforderungen, zu denen beispielsweise die Größe und Form der in dem Gehäuse enthaltenen Komponenten, der für das Gehäuse verfügbare Raum und die gewünschte Umgebung in dem Gehäuse gehören, variieren. Unter Bezugnahme auf [Fig. 1](#) weist das beispielhafte Gehäuse **100** zwei Abschnitte auf, die Einfassung **110** und die Abdeckung **120**. Das Gehäuse **100** enthält die Komponente **140** und eine Gasumgebung.

[0023] Im Allgemeinen kann ein Gehäuse jegliche Anzahl von Abschnitten aufweisen, die durch jegliche bekannte Mittel verbunden sind, zu welchen beispielsweise mechanische Befestigungselemente (beispielsweise Schrauben, Bolzen, Nieten), Schweißungen und/oder Klebstoffe gehören. In einigen Ausführungsformen kann eine Dichtung zum Reduzieren von Undichtigkeiten an den Fugen angeordnet sein. In einigen Ausführungsformen kann die Dichtung eine Klebedichtung sein, die imstande ist, Abschnitte des Gehäuses zu verbinden und die entstehende Fuge abzudichten. Unter Bezugnahme auf [Fig. 1](#) verbindet die Klebedichtung **130** die Abdeckung **120** mit der Einfassung **110**.

[0024] In einigen Ausführungsformen ist das Gehäuse mit einem oder mehreren Inertgasen gefüllt. Wie hierin

gebraucht, ist ein „Inertgas“ ein Gas, das im Wesentlichen keine chemische Reaktion mit den Komponenten in dem Gehäuse und anderen Materialien (beispielsweise Gasen) in dem Gehäuse unter typischen Nutzungsbedingungen (beispielsweise Temperatur und Druck) aufweist. Jegliches Inertgas kann benutzt sein. Zu beispielhaften Inertgasen gehören Helium, Neon, Argon, Krypton und Stickstoff. In einigen Ausführungsformen ist ein Inertgas mit geringer Dichte (beispielsweise Helium) erwünscht.

**[0025]** In einigen Ausführungsformen ist das Gehäuse mit einem oder mehreren reaktionsfähigen Gasen gefüllt. Wie hierin gebraucht, ist ein „reaktionsfähiges“ Gas ein Gas, das mit mindestens einer der Komponenten in dem Gehäuse oder anderen Materialien (beispielsweise Gasen) in dem Gehäuse unter typischen Nutzungsbedingungen (beispielsweise Temperatur und Druck) reagiert. Jegliches bekannte reaktionsfähige Gas kann benutzt sein. Beispielsweise kann ein reduktives Gas zum Reagieren mit Oxidationsgasen in dem Gehäuse benutzt sein. In einigen Ausführungsformen kann die Benutzung eines reduktiven Gases zum Spülen von Oxidationsgasen die Lebensdauer der Komponenten in dem Gehäuse verlängern. Zu beispielhaften reaktionsfähigen Gasen gehören Wasserstoff, Sauerstoff, Kohlenmonoxid, Formaldehyd, Diboran und Ammoniak. In einigen Ausführungsformen ist das reaktionsfähige Gas nicht Wasserstoff.

**[0026]** Im Allgemeinen kann jegliches bekannte Gas abhängig von beispielsweise der gewünschten Umgebung in dem Gehäuse benutzt sein. In einigen Ausführungsformen kann ein Inertgas (beispielsweise Helium) benutzt sein. In einigen Ausführungsformen kann ein reaktionsfähiges (beispielsweise ein Reduktions-)Gas benutzt sein.

**[0027]** Ein bestimmtes Gas kann aufgrund von zum Beispiel Material-, Temperatur- oder Druckänderungen inert in einer Anwendung, jedoch reaktionsfähig in einer anderen sein. Beispielsweise kann in einigen Ausführungsformen Kohlendioxid ein Inertgas sein, während Kohlendioxid in anderen Ausführungsformen ein reaktionsfähiges Gas sein kann.

**[0028]** Im Allgemeinen kann die relative Menge eines bestimmten Gases in einem Gehäuse durch den Stoffmengenanteil dieses Gases (d. h. die Molzahl des bestimmten Gases im Verhältnis zur Gasgesamtanzahl) in dem Gehäuse definiert werden. In einigen Ausführungsformen kann die relative Menge eines bestimmten Gases in einem Gehäuse als der Partialdruck dieses Gases in dem Gehäuse ausgedrückt sein, wobei der Partialdruck eines Gases gleich dem Stoffmengenanteil dieses Gases multipliziert mit dem Gesamtdruck in dem Gehäuse ist.

**[0029]** Im Allgemeinen nimmt die relative Menge des/der gewünschten Gase/s in einem Gehäuse im Verlauf der Zeit ab, wodurch die Nutzungsdauer der Komponenten in dem Gehäuse begrenzt ist. Beispielsweise werden reaktionsfähige Gase im Verlauf der Zeit verbraucht, können Umgebungsgase in das Gehäuse eindringen oder diffundieren und/oder gewünschte Gase aus dem Gehäuse entweichen oder diffundieren. Der Verringerungsgrad eines bestimmten Gases in einem Gehäuse ist als der Grad definiert, in dem die relative Menge dieses Gases im Verlauf der Zeit abnimmt (beispielsweise der Grad, in dem der Partialdruck dieses Gases im Verlauf der Zeit abnimmt). Im Allgemeinen nimmt der Verringerungsgrad mit beispielsweise einer Zunahme der Grade, in denen das bestimmte Gas aus dem Gehäuse entweicht und/oder diffundiert, einer Zunahme der Grade, in denen andere Gase in das Gehäuse eindringen oder diffundieren, und, für reaktionsfähige Gase, einer Zunahme des Grads, in dem das bestimmte Gas reagiert, zu.

**[0030]** Der Verringerungsgrad eines bestimmten Gases in einem Gehäuse ist außerdem durch seinen Auffüllungsgrad beeinflusst, d. h. den Grad, in dem das bestimmte Gas aufgefüllt wird. In einigen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung wird das gewünschte Gas in dem Gehäuse durch Anordnen einer Gasquelle in dem Gehäuse intern aufgefüllt. In einigen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung wird das gewünschte Gas in dem Gehäuse durch Anordnen einer Gasquelle zwischen Abschnitten des Gehäuses intern aufgefüllt. Diese Gasquelle weist ein oder mehrere Gase auf, die in einer durchlässigen Membran enthalten sind.

**[0031]** Unter Bezugnahme auf [Fig. 2A](#) und [Fig. 2B](#) ist eine Ausführungsform einer Gasquelle der vorliegenden Erfindung dargestellt. Die Blase **200** enthält eine Membran **210** mit einer mittleren Stärke  $T$  und einem mittleren Durchmesser  $D$ . Ein oder mehrere Gase sind in dem Hohlraum **220** gespeichert.

**[0032]** Zum Maximieren der zum Auffüllen verfügbaren Gasmenge bei einem gegebenen Blasenvolumen kann das Gas in den Blasen mit erhöhtem Druck gespeichert sein. In einigen Ausführungsformen beträgt der Speicherdruck mindestens ungefähr 200 kPa (29 psi) (in einigen Ausführungsformen mindestens ungefähr 1000 kPa (145 psi), mindestens ungefähr 1725 kPa (250 psi) oder sogar mindestens ungefähr 2750 kPa (400 psi)).

**[0033]** Im Allgemeinen können die Blasen jegliche Form, Größe (beispielsweise mittleren Durchmesser), Größenverteilung, jegliches Volumen, jegliche Membranstärke, Dichte und jegliches Längenverhältnis (Verhältnis des mittleren Durchmessers zur mittleren Wandstärke für eine kugelförmige Blase) aufweisen.

**[0034]** Die Blasen können beliebige Formen aufweisen. In einigen Ausführungsformen sind die Blasen im Wesentlichen kugelförmig, um maximalen Innendruck standzuhalten. Zu anderen Formen gehört jegliches geometrische dreidimensionale Vieleck mit beliebiger Anzahl von Seiten, wozu beispielsweise Würfel, Zylinder, Halbkugeln, Halbzylinder, Pyramiden und dergleichen gehören.

**[0035]** In einigen Ausführungsformen können die Blasen eine Größenverteilung (beispielsweise Durchmesser oder Volumen) aufweisen. In einigen Ausführungsformen kann die Verteilung durch eine Partikelgrößenkennzeichnungsfunktion, beispielsweise Gauss-Funktion, Lorentzfunktion oder Lognormal, beschrieben sein. Die Verteilung kann eingipflig (wozu beispielsweise nur eine Partikelgröße gehört) oder mehrgipflig (beispielsweise zweigipflig, dreigipflig usw.) sein. Im Allgemeinen sehen mehrgipflige Verteilungen eine erhöhte Packungsdichte vor.

**[0036]** In einigen Ausführungsformen können die Blasen einen Mediandurchmesser (d. h. 50. Perzentil) von mindestens ungefähr 1 Mikrometer ( $\mu\text{m}$ ) aufweisen (in einigen Ausführungsformen mindestens ungefähr 5  $\mu\text{m}$ , mindestens ungefähr 10  $\mu\text{m}$  oder sogar mindestens ungefähr 20  $\mu\text{m}$ ). In einigen Ausführungsformen können die Blasen eine Durchschnittsgröße von weniger als ungefähr 5000  $\mu\text{m}$  aufweisen (in einigen Ausführungsformen weniger als ungefähr 1000  $\mu\text{m}$ , weniger als ungefähr 500  $\mu\text{m}$ , weniger als ungefähr 100  $\mu\text{m}$  oder sogar weniger als ungefähr 50  $\mu\text{m}$ ). In einigen Ausführungsformen weisen die Blasen ein durchschnittliches Innenvolumen pro Blase von mindestens ungefähr 50 Kubikmikrometer auf (in einigen Ausführungsformen mindestens ungefähr 250 Kubikmikrometer oder sogar mindestens ungefähr 500 Kubikmikrometer). In einigen Ausführungsformen weisen die Blasen ein Durchschnittsvolumen von weniger als ungefähr einer Milliarde Kubikmikrometer auf (in einigen Ausführungsformen weniger als ungefähr 250 Millionen Kubikmikrometer oder weniger als 50 Millionen Kubikmikrometer oder sogar weniger als 5 Millionen Kubikmikrometer).

**[0037]** Im Allgemeinen kann die Membran **210** jegliche/s Materialien aufweisen, solange es/sie für das in der Blase gespeicherte Gas bei Nutzbedingungen (beispielsweise Temperatur) durchlässig ist/sind. Zu beispielhaften Membranen gehören Glas, Glas/Keramik, Metall (beispielsweise Ti und Pd), Metalloxid, mehrfache Metall- und Metalloxidschichten, andere Metallverbindungen wie etwa Nitride, Carbide und Silicide, Legierungen und Polymermaterialien. In einigen Ausführungsformen weist die Membran mehrfache Schichten aus denselben oder verschiedenen Materialien auf. Die Auswahl des/der für die Membran benutzten Materials/Materialien kann beispielsweise von der Durchlässigkeit (d. h. Beförderungsgrad des gespeicherten Gases durch die Membran), Dichte und mechanischen Eigenschaften (beispielsweise Zugfestigkeit, Druckfestigkeit) abhängen.

**[0038]** Im Allgemeinen kann die Durchlässigkeit eines Gases durch ein bestimmtes Membranmaterial durch Routineexperimentieren bestimmt werden (siehe beispielsweise ASTM-Testverfahren D737-96 und D3985). Durchlässigkeitsgrade sind außerdem in der Literatur ausgewiesen (siehe beispielsweise Vacuum Technology, Roth, A., North Holland Publishing Co., Seite 164 und 166 (1976)). Im Allgemeinen kann die Durchlässigkeit beispielsweise von der Zusammensetzung der Membran, der Stärke jeder Schicht und dem Vorhandensein von feinen Löchern, Fehlstellen oder Mustern in einer oder mehreren der Schichten abhängen.

**[0039]** In einigen Ausführungsformen beträgt die durchschnittliche Stärke der Membran mindestens 0,01  $\mu\text{m}$  (in einigen Ausführungsformen mindestens 0,1  $\mu\text{m}$  oder sogar mindestens 0,5  $\mu\text{m}$ ). In einigen Ausführungsformen beträgt die durchschnittliche Stärke der Membran weniger als 20  $\mu\text{m}$  (in einigen Ausführungsformen weniger als 5,0  $\mu\text{m}$  oder sogar weniger als 2,0  $\mu\text{m}$ ). In einigen Ausführungsformen können die Blasen eine Membranstärkenverteilung aufweisen. In einigen Ausführungsformen kann der durchschnittliche Durchlässigkeitsgrad von mehreren Blasen durch Anpassen der Membranstärkenverteilung gesteuert sein.

**[0040]** Glasblasen können durch jegliches bekannte Verfahren hergestellt sein (siehe beispielsweise US-Patentschrift Nr. 3,365,315 und 4,767,726). Zudem sind in der vorliegenden Erfindung nützliche Glasblasen handelsüblich; dazu gehören beispielsweise jene, die unter der Handelsbezeichnung Scotchlite Glass Bubbles von 3M Company, St. Paul, Minnesota, USA erhältlich sind. Keramikblasen sind ebenfalls handelsüblich; dazu gehören beispielsweise jene, die von 3M Company unter den Handelsbezeichnungen Z-Light Spheres und Zee-spheres erhältlich sind.

**[0041]** In einigen Ausführungsformen kann die Durchlässigkeit einer Membran durch Ändern von Eigenschaften der Membran angepasst sein. Im Allgemeinen verringert eine Erhöhung der Membranstärke oder -dichte

die Durchlässigkeit. Außerdem können eine oder mehrere Schichten auf eine Fläche der Membran aufgebracht sein, um die Durchlässigkeit zu verringern. Beispielsweise können anorganische Materialien (beispielsweise Metalle und/oder Metalloxide) auf eine Glas- oder Glaskeramikmembran aufgebracht sein. In einigen Ausführungsformen können Metalle wie etwa Gold, Silber, Kupfer, Zinn, Zink, Aluminium, Wolfram, Chrom, Zirkon, Titan, Nickel, Palladium und/oder Platin benutzt sein. Zu anderen nützlichen Materialien gehören Kohlenstoff und Silizium und Legierungen, die Metalle und/oder Halbmetalle enthalten. In einigen Ausführungsformen kann Titanitrid, Zinnoxid oder Aluminiumoxid benutzt sein.

**[0042]** In einigen Ausführungsformen beträgt die Stärke der Schicht(en) mindestens ungefähr 0,2 Nanometer (nm) (in einigen Ausführungsformen mindestens ungefähr 0,3 nm, mindestens ungefähr 0,5 nm oder sogar mindestens ungefähr 1 nm). In einigen Ausführungsformen beträgt die Stärke der Schicht(en) weniger als ungefähr 20 nm (in einigen Ausführungsformen weniger als ungefähr 10 nm oder weniger als ungefähr 5 nm oder sogar weniger als ungefähr 2 nm).

**[0043]** In einigen Ausführungsformen können Fehlstellen oder feine Löcher in einer oder mehreren Schichten vorhanden sein. In einigen Ausführungsformen können eine oder mehrere der Schichten auf nur ein Abschnitt der Membran aufgebracht sein. In einigen Ausführungsformen weist nur ein Abschnitt der Blasen zusätzliche, auf die Membran aufgebrachte Schichten auf. Im Allgemeinen kann jede dieser Eigenschaften zum Steuern des durchschnittlichen Durchlässigkeitsgrads von mehreren Blasen angepasst sein.

**[0044]** Jegliches bekannte Verfahren kann zum Aufbringen von dünnen Filmschichten von anorganischen Materialien auf Glasblasen angewendet sein (siehe beispielsweise US-Patentschrift Nr. 4,618,525), wozu beispielsweise physikalische Gasphasenabscheidung (Zerstäubungsbeschichtung, Verdampfungsbeschichtung und Kathodenabscheidung), chemische Gasphasenabscheidung, chemische Tauchabscheidung und nass-chemische Mittel wie etwa Sol-Gel-Beschichtung gehören. Zu handelsüblichen beschichteten Glasblasen gehören beispielsweise jene, die unter der Handelsbezeichnung Conduct-O-Fill von Potters Industries, Inc., Valley Forge, Pennsylvania, USA erhältlich sind.

**[0045]** In einigen Ausführungsformen kann die Oberfläche einer Blase beispielsweise mit organischen Materialien, z. B. Epoxysilan und Methachrylatchromchlorid, behandelt sein. Zu beispielhaften oberflächenbehandelten Blasen gehören jene, die von 3M Company unter der Handelsbezeichnung Scotchlite Glass Bubbles (z. B. D32/4500, H20/1000 und A20/1000) erhältlich sind.

**[0046]** Die Gasquelle kann durch jegliche bekannten Mittel in dem Gehäuse eingegliedert sein. In einigen Ausführungsformen können Blasen lose in dem Gehäuse angeordnet sein. In einigen Ausführungsformen können die Blasen in einem durchlässigen Behälter angeordnet sein, beispielsweise einer Polymertasche oder einem Polymerbeutel, und der Beutel in dem Gehäuse angeordnet sein. In einigen Ausführungsformen kann der Polymerbeutel zum Steuern des Durchlässigkeitsgrads des Inertgases durch die Wände des Beutels mit beispielsweise einem Metall oder Metalloxid beschichtet sein.

**[0047]** In einigen Ausführungsformen können die Blasen in einem Harz eingegliedert sein. In einigen Ausführungsformen können die Blasen an die Oberfläche eines Harzes geklebt und/oder teilweise in dem Harz eingekapselt sein. In einigen Ausführungsformen kann ein Abschnitt der Blasen völlig in dem Harz eingekapselt sein. In einigen Ausführungsformen können im Wesentlichen alle (beispielsweise über 90 Gew.-%, in einigen Ausführungsformen über 95% oder sogar über 99%) der Blasen völlig in dem Harz eingekapselt sein.

**[0048]** Im Allgemeinen kann jegliches bekannte Harz benutzt sein. In einigen Ausführungsformen kann das Harz zum Steuern des Durchlässigkeitsgrads von Gas vom Inneren der Blasen durch das Harz zum Inneren des Gehäuses ausgewählt sein. Zu beispielhaften Harzen gehören Acrylate, Methacrylate, Epoxide, Silikone, Olefine und Polyester. Das Harz kann thermoplastisch, aushärtend, elastomer oder ein thermoplastisches Elastomer sein. In einigen Ausführungsformen kann ein hochgradig vernetztes Harz (beispielsweise ein Epoxy) benutzt sein. In einigen Ausführungsformen können hochgradig kristalline Harze (beispielsweise Polyethylen und Ethylenvinylalkohol) benutzt sein. Das Harz kann durch beispielsweise Feuchtigkeit, Hitze, chemisch wirksame Strahlung (beispielsweise sichtbares Licht, UV) oder Elektronenstrahl härtbar sein.

**[0049]** Die Blasen können durch jegliche bekannte Mittel in das Harz eingegliedert sein, zu denen beispielsweise das Mischen der Blasen in ein geschmolzenes Harz oder eine Lösung (beispielsweise eine wässrige Lösung oder ein Lösungsmittel in Lösung) des Harzes gehört. In einigen Ausführungsformen können die Blasen mit einem Harz unter Benutzung von beispielsweise einer Zweiwalzenmühle vermahlen sein. In einigen Ausführungsformen können die Blasen einem Extruder zugesetzt und mit dem Harz vermischt sein. In einigen Aus-

führungsformen können die Blasen einer Vorpolymermischung zugesetzt sein, die anschließend zum Ausbilden des Harzes polymerisiert wird.

**[0050]** In einigen Ausführungsformen kann das Harz ein Klebstoff sein. In einigen Ausführungsformen kann der mit Blasen gefüllte Klebstoff zum Verbinden von Teilen in dem Gehäuse und/oder zum Verbinden von Abschnitten des Gehäuses benutzt sein. In einigen Ausführungsformen kann das Harz zum Ausbilden einer Dichtung benutzt sein, die mit dem Gehäuse gebraucht ist (beispielsweise zwischen Abschnitten des Gehäuses angeordnet ist). In einigen Ausführungsformen kann das blasenhaltige Harz auf die eine oder mehrere Innenflächen des Gehäuses aufgetragen (beispielsweise beschichtet) sein. In einigen Ausführungsformen kann das Harz auf eine oder mehrere Oberflächen einer Komponente in dem Gehäuse aufgetragen sein.

**[0051]** Neben den Blasen kann das Harz andere Materialien beinhalten, zu denen beispielsweise Siliciumdioxid, Talk, Ruß, elektrisch und/oder wärmeleitfähige Partikel, Rheologiemodifizierer (beispielsweise Thixotropiermittel), Klebrigmacher, Weichmacher, Schaummittel, Fasern, massive und/oder hohle Kügelchen, Farbstoffe und/oder Pigmente.

**[0052]** In einigen Ausführungsformen kann Gas in einem durchlässigen Behälter, beispielsweise einem Beutel, gespeichert sein, und der Beutel in dem Gehäuse angeordnet sein. Der Beutel kann einen beschichteten oder unbeschichteten Polymerfilm aufweisen. Zu Beschichtungen gehören organische und anorganische (beispielsweise Metall- und/oder Metalloxid-)Materialien.

**[0053]** Der Auffüllgrad, der von einer Gasquelle vorgesehen ist, die das gewünschte Gas in einer durchlässigen Membran enthalten aufweist, ist eine Funktion von verschiedenen Parametern, zu denen beispielsweise die durchschnittliche Durchlässigkeit der Membran, das Gesamtvolumen des gewünschten, in der durchlässigen Membran enthaltenen Gases, der Partialdruck des gewünschten Gases in dem Gehäuse, gegebenenfalls das Harz, in dem die gasenthaltende durchlässige Membran eingekapselt ist, und die Temperatur und der Druck in dem Gehäuse gehören. Im Allgemeinen variiert der Auffüllgrad im Verlauf der Zeit mit der Diffusion des gewünschten Gases durch die durchlässige Membran.

**[0054]** In einigen Ausführungsformen kann es erwünscht sein, eine Gasquelle mit einem Auffüllgrad bereitzustellen, der im Wesentlichen zur Verhinderung der Verringerung des gewünschten Gases in dem Gehäuse ausreicht, das heißt, der Auffüllgrad sollte größer/gleich der Summe der Grade, in denen das gewünschte Gas durch beispielsweise Umsetzung, Lecken und/oder Diffusion von dem Gehäuse entnommen ist.

**[0055]** In einigen Ausführungsformen kann es erwünscht sein, eine Gasquelle mit einem Auffüllgrad bereitzustellen, der zum Erhalten der relativen Menge (beispielsweise des Partialdrucks) des gewünschten Gases in dem Gehäuse auf einem bestimmten Pegel bezüglich seiner anfänglichen relativen Menge genügt. In einigen Ausführungsformen sollte der Auffüllgrad zum Erhalten des Partialdrucks des gewünschten Gases in dem Gehäuse auf mindestens 20% seines anfänglichen Partialdrucks genügen, in einigen Ausführungsformen auf mindestens 50% und in einigen Ausführungsformen auf mindestens 75% oder sogar auf mindestens 90% seines anfänglichen Partialdrucks.

**[0056]** In einigen Ausführungsformen sollte der Partialdruck des gewünschten Gases in dem Gehäuse für die Betriebslebensdauer der Komponenten in dem Gehäuse erhalten sein. In einigen Ausführungsformen sollte der Partialdruck des gewünschten Gases in dem Gehäuse für mindestens ein Jahr erhalten sein, in einigen Ausführungsformen mindestens zwei Jahre, in einigen Ausführungsformen mindestens drei Jahre und sogar mindestens fünf Jahre oder sogar länger.

#### Beispiele

**[0057]** Die folgenden spezifischen, nicht einschränkenden Beispiele dienen zur Veranschaulichung der Erfindung. Alle Prozentanteile sind, wenn nicht anders angegeben, Gewichtsprozent.

#### Unbeschichtete Blasen

**[0058]** Es wurden unter der Handelsbezeichnung Scotchlite Glass Bubbles S60/10,000 von 3M Company erhältliche Blasen benutzt. Das Glas ist mit 70 bis 80% SiO<sub>2</sub>, 8 bis 15% CaO, 3 bis 8% Na<sub>2</sub>O und 2 bis 6% B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ausgewiesen. Die durchschnittliche Blasendichte ist mit 0,60 +/- 0,02 g/cc ausgewiesen, mit einem Median-durchmesser (d. h. 50. Perzentil) von 30 Mikrometer, einer durchschnittlichen Wandstärke von 1,3 Mikrometer und einem Innendurchmesser von 28 Mikrometer.

## Aluminiumbeschichtete Blasen

**[0059]** Eine Probe von unbeschichteten Blasen wurde mit einer dünnen (ungefähr 1000 Ångström) Aluminiumschicht beschichtet. Die Blasen wurden geschüttelt, während sie mit einem Strom von Metallatomen aus einer Zerstäubungsquelle beschichtet wurden. Anschließend wurde ein Aluminiumoxidfilm über reaktive Zerstäubungsabscheidung in Verbindung mit der gleichzeitigen Zugabe von Sauerstoff während der Aluminiumzerstäubung auf der Aluminiumschicht abgelagert. Die Dichte der beschichteten Blasen betrug 0,65 g/cm<sup>3</sup>.

## Füllung mit Gas

**[0060]** Sowohl die unbeschichteten als auch die aluminiumbeschichteten Blasen wurden gefüllt. In den folgenden Beispielen wurden die beschichteten Blasen nach dem Auftragen der Beschichtungen gefüllt. Im Allgemeinen können Blasen entweder vor oder nach dem Auftragen von einer oder mehreren Beschichtungen mit Gas gefüllt werden.

**[0061]** Ungefähr siebzig Gramm Blasen wurden in einen Autoklav eingebracht, der dann versiegelt und luftleer gemacht wurde. Der Autoklav wurde mit Heliumgas auf 6,9 Megapascal (MPa) (1000 Pfund pro Quadratzoll (psi)) unter Druck gesetzt und auf 300°C erhitzt. Sobald die Temperatur 300°C erreichte, wurde der Druck des Heliums in Stufen von 6,9 MPa (1000 psi) belastet und auf jeder Stufe für eine Stunde gehalten. Als ein Druck von 48 MPa (7000 psi) erreicht war, wurde das System drei Stunden lang konstant gehalten. Der Autoklav wurde dann abgekühlt und gelüftet, und die Blasen wurden aus dem Autoklav entnommen.

**[0062]** Eine Schätzung des Drucks des Gases in den Blasen kann unter Anwendung der Zustandsgleichung der idealen Gase berechnet werden (d. h.,  $P_1/T_1 = P_2/T_2$ ). Daher wird der Druck in den Blasen bei Umgebungstemperatur,  $P_2$ , wenn  $P_1 = 48$  MPa,  $T_1 = 573$  K (300°C) und  $T_2 = 298$  K (25°C) ist, mit 25 MPa (3640 psi) berechnet.

## Blasendurchlässigkeit

**[0063]** Die Gasmenge, die aus den Glasblasen durch Permeation durch die Blasenmembran freigegeben wurde, wurde unter Anwendung der Gaschromatographie berechnet. Sowohl beschichtete als auch unbeschichtete Blasen wurden auf Umgebungs- und erhöhten Temperaturen getestet. Zum Minimieren des Heliumverlusts vor dem Testen wurden alle Blasen nach der Entnahme aus dem Autoklav auf -20°C gelagert, bis sie zum Testen ausgewählt wurden. Eine Zusammenfassung der Proben ist in Tabelle 1 dargestellt.

Tabelle 1

Beispiel	Beschichtung	Temperatur	Masse (g)
1	keine	21°C	50,1
2	keine	70°C	50,6
3	Aluminium	21°C	60,6
4	Aluminium	70°C	60,6

**[0064]** Für jedes Beispiel wurden die Blasen in ein 2,54 cm × 2,54 cm (1 Zoll × 1 Zoll) großes Kunststoffwägeschiffchen gewogen, das dann in eine Einschlussröhre angeordnet wurde, die Umgebungsluft enthielt. Das Volumen der Einschlussröhre betrug ungefähr 600 ml. Die Fugen der Röhre wurden dann mit Hochvakuumfett abgedichtet.

**[0065]** Beispiele 1 und 3 wurden auf Umgebungstemperatur (21°C) gehalten, während Beispiele 2 und 4 in einem 70°C heißen Ofen angeordnet wurden.

**[0066]** Es wurde Gaschromatographie (GC) zum Überwachen der Änderung der Zusammensetzung der Atmosphäre in der Einschlussröhre angewendet. Periodisch wurden kleine Anteile der Atmosphäre in der Einschlussröhre entnommen und in einem Probengefäß gelagert. Vor der Probenentnahme wurden die Röhren, die auf erhöhten Temperaturen gehalten wurden, aus dem Ofen genommen und für ungefähr 30 Minuten auf Raumtemperatur abkühlen gelassen. Jedes Probengefäß wurde über einen Steckanschluss an die Probenöffnung des Gaschromatographen angeschlossen. Die Betriebsparameter für die GC-Analyse sind in Tabelle 2 aufgeführt. Das Gasvolumen, das pro Gramm Blasen aus den Blasen permeierte, ist in Tabelle 3 und 4 aufgeführt.

führt.

Tabelle 2

Instrument	HP 5890 GC, bezogen von Agilent Technologies
Trägergas	Argon (ungefähr 3 ml/min)
Säule	Molekularsieb, 5 Åström, 25 m × 0,32
	mm, bezogen von Chrompack Inc., Raritan, New Jersey, USA
Kopfdruck	0,083 MPa (12 psi)
Injektionsbuchse	Innendurchmesser 2 mm (auf 180°C gehalten)
Geteilter Fluss	50 ml/min
Ofenprogramm	40°C für zwei Minuten, dann mit 10°C/min auf 100°C erhöht
Erkennung	Wärmeleitfähigkeit (gemessen auf 220°C)

Tabelle 3: Permeation für unbeschichtete Blasen

	Milliliter Helium pro Gramm Blasen	
Zeit (h)	Beispiel 1	Beispiel 2
0	0	-
3	6	33
21	29	98
46	46	124
119	73	159
171	84	172
216	90	-
218	-	179
293	-	190
294	99	-
389	107	192
485	114	199
696	124	202

Tabelle 4: Permeation für beschichtete Blasen

	Milliliter Helium	pro Gramm Blasen
Zeit (h)	Beispiel 3	Beispiel 4
0	0	0
14	2	12
45	5	28
61	6	35
88	8	-
91	-	44
166	13	-
167	-	60
261	17	-
262	-	74
357	21	-
358	-	83
569	27	-
570	-	102

## Tatsächliches Gasvolumen in den Blasen

## Verfahren 1: Gaschromatographie

**[0067]** Eine Probe heliumgefüllter unbeschichteter Blasen wurde wie oben beschrieben in einer Einschlussröhre angeordnet. Die Einschlussröhre und Blasen wurden für eine Woche in einem 150°C heißen Ofen angeordnet. Die Röhre wurde dann aus dem Ofen entnommen, auf Raumtemperatur abkühlen gelassen und die Atmosphäre in der Röhre unter Anwendung von GC analysiert, wie oben beschrieben. Es wurde herausgefunden, dass die Blasen 250 ml Helium pro Gramm Blasen enthielten.

**[0068]** Gleicherweise wurde eine Probe heliumgefüllter unbeschichteter Blasen in einer Einschlussröhre angeordnet und für 10 Minuten in einem 600°C heißen Ofen angeordnet. Die Röhre wurde dann aus dem Ofen entnommen, auf Raumtemperatur abkühlen gelassen und die Atmosphäre in der Röhre unter Anwendung von GC analysiert, wie oben beschrieben. Die Blasen enthielten 191 ml Helium pro Gramm Blasen.

## Verfahren 2: Isostatischer Stauchtest

**[0069]** Zum Bestimmen der in den Blasen enthaltenen Heliummenge wurden 0,364 Gramm (g) Blasen in einem Ballon (Latexballon Nr. 1032, bezogen von National Latex Products) angeordnet, der 3,5 g Glycerol (analytischreines Glycerol, bezogen von EM Science Corp.) enthält. Das Anfangsvolumen des mit den Blasen und Glycerol gefüllten Ballons wurde durch Eintauchen in 10W-30 Motorenöl gemessen, das in einem Messzylinder enthalten war. Danach wurde der Ballon und sein Inhalt ausreichendem isostatischen Druck (138 MPa (20.000 psi)) zum Zerschneiden der Blasen ausgesetzt, wodurch das innen gespeicherte Helium freigesetzt wurde. Die Volumenzunahme des Ballons wurde durch Messen der Verdrängung des Öls in dem Messzylinder bestimmt.

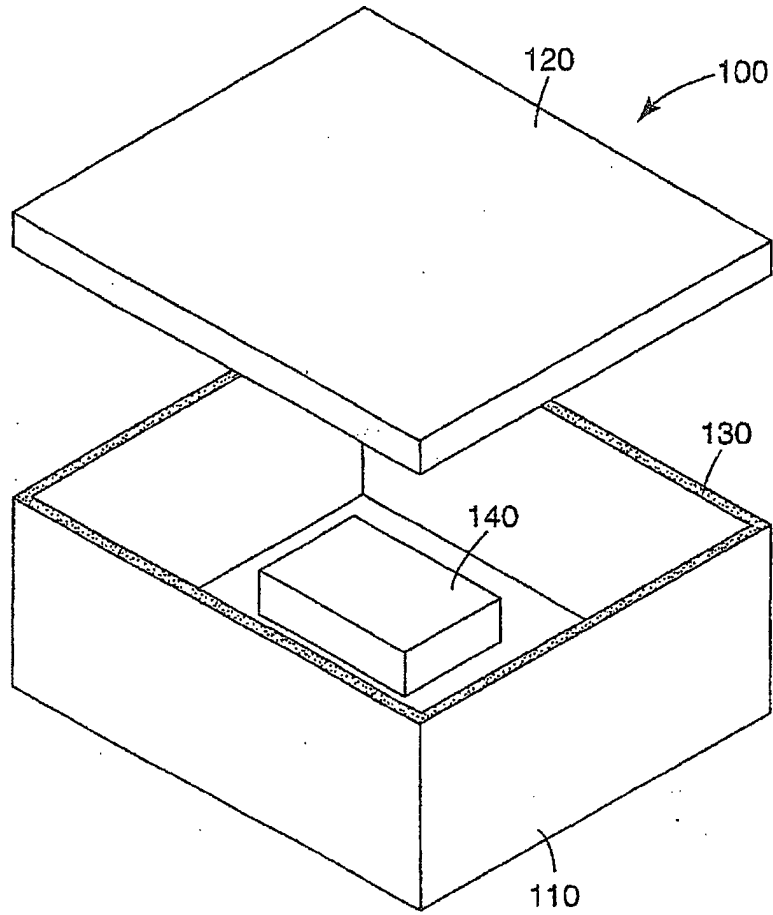
**[0070]** Zwei Proben heliumgefüllter Glasblasen wurden getestet. Die erste Probe, die innerhalb einer Stunde nach der Entnahme aus dem Autoklav getestet wurde, enthielt 18 ml Helium in einer 0,417-Gramm-Probe (43,2 ml/g). Auf Basis dieses Volumens wurde der Druck innerhalb der gefüllten Blasen mit 2,74 MPa (397 psi) berechnet. Die zweite Probe, die 24 Stunden nach der Entnahme aus dem Autoklav getestet wurde, enthielt 8 ml Helium in einer 0,364-Gramm-Probe (22,0 ml/g). Der Druck in den gefüllten Blasen wurde mit 1,76 MPa (255 psi) berechnet.

**Patentansprüche**

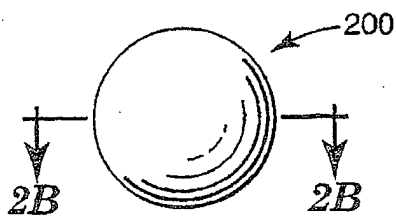
1. Intern aufgefülltes Gehäuse (**100**), aufweisend ein erstes Gas mit einem anfänglichen Partialdruck und eine Auffüllgasquelle intern in dem Gehäuse (**100**), wobei die Gasquelle das erste Gas in einer durchlässigen Membran enthalten aufweist.
2. Gehäuse nach Anspruch 1, wobei die durchlässige Membran mindestens eines aus Glas, Keramik, einem Metall, einem Metalloxid, einem Polymerfilm oder einer Kombination davon aufweist.
3. Gehäuse nach einem der Ansprüche 1 oder 2, wobei das Gas ein Inertgas ist.
4. Gehäuse nach einem der Ansprüche 1 oder 2, wobei das Gas ein reaktionsfähiges Gas ist.
5. Gehäuse nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei die Gasquelle mehrere Blasen (**200**) aufweist.
6. Gehäuse nach Anspruch 5, wobei die mehreren Blasen (**200**)
  - a) eine Verteilung von Membranstärken,
  - b) eine Verteilung von Durchmessern oder
  - c) eine Kombination davonaufweisen.
7. Gehäuse nach Anspruch 6, wobei die mehreren Blasen (**200**) einen Mediandurchmesser von weniger als 500 µm aufweisen.
8. Gehäuse nach einem der Ansprüche 5 bis 7, wobei mindestens ein Abschnitt der mehreren Blasen (**200**) in einem Harz eingekapselt ist.
9. Gehäuse nach Anspruch 8, wobei das Harz auf mindestens eines von einem Abschnitt von mindestens einer Innenfläche des Gehäuses und eine Komponente in dem Gehäuse aufgebracht ist.
10. Gehäuse nach einem der Ansprüche 8 oder 9, wobei das Gehäuse (**100**) mehrere Abschnitte aufweist und wobei die Gasquelle a) in dem Harz, das zwei Abschnitte des Gehäuses (**100**) miteinander verbindet, angeordnet ist oder b) in einer Dichtung angeordnet ist, die das Harz aufweist und sich zwischen zwei Abschnitten des Gehäuses (**100**) befindet.
11. Gehäuse nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei die Gasquelle einen Auffüllgrad aufweist, der zum Erhalten des Partialdrucks des ersten Gases auf einem Prozentanteil des anfänglichen Partialdrucks des ersten Gases, der aus 20%, 50%, 75% und 90% ausgewählt ist, für eine Dauer, die aus mindestens einem Jahr, mindestens zwei Jahren, mindestens drei Jahren und mindestens fünf Jahren ausgewählt ist, genügt.
12. Verfahren zum internen Auffüllen eines Gehäuses (**100**), aufweisend das Bereitstellen eines Gehäuses (**100**), das ein erstes Gas mit einem anfänglichen Partialdruck enthält, und das Anordnen einer Gasquelle, die das erste Gas aufweist, welches in einer durchlässigen Membran enthalten ist, im Inneren des Gehäuses (**100**).
13. Verfahren nach Anspruch 12, wobei die Gasquelle in einem Hohlraum angeordnet wird, der von dem Gehäuse (**100**) umgeben ist.
14. Verfahren nach einem der Ansprüche 12 oder 13, wobei das Gehäuse (**100**) mehrere Abschnitte aufweist, und wobei die Gasquelle a) in einem Klebstoff, der zwei Abschnitte des Gehäuses (**100**) miteinander verbindet, angeordnet wird oder b) in einer Dichtung, die sich zwischen zwei Abschnitten des Gehäuses (**100**) befindet, angeordnet wird.
15. Verfahren nach einem der Ansprüche 12 bis 14, wobei die Gasquelle einen Auffüllgrad aufweist, der zum Erhalten des Partialdrucks des ersten Gases auf einem Prozentanteil des anfänglichen Partialdrucks des ersten Gases, der aus 20%, 50%, 75% und 90% ausgewählt ist, für eine Dauer, die aus mindestens einem Jahr, mindestens zwei Jahren, mindestens drei Jahren und mindestens fünf Jahren ausgewählt ist, genügt.

Es folgt ein Blatt Zeichnungen

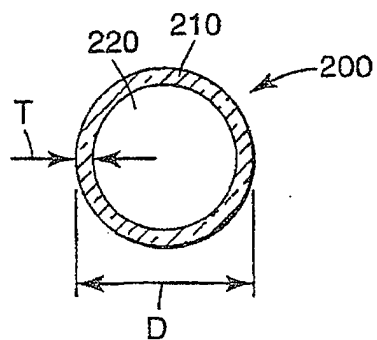
Anhängende Zeichnungen



*Fig. 1*



*Fig. 2A*



*Fig. 2B*