



(12) Wirtschaftspatent

Teilweise bestätigt gemäß § 18 Absatz 1
Patentgesetz

(19) **DD** (11) **215 302 B1**

4(51) C 03 C 17/30

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

(21) WP C 03 C / 251 623 7

(22) 01.06.83

(45) 14.06.89

(44) 07.11.84

(71) VEB Chemieanlagenbaukombinat Leipzig – Grimma, Bahnhofstraße 3–5, Grimma, 7240, DD

(72) Kampfrath, Gerit, Dr. rer. nat. Dipl.-Chem.; Poll, Hans-Ullrich, Dipl.-Phys.; Gentzsch, Lutz, Dipl.-Ing.; Schönfeld, Rainer, Dipl.-Ing.; Voigtland, Johannes, DD

(54) Verfahren zur Herstellung von schwerbenetzbaren Glasoberflächen

Erfindungsanspruch:

1. Verfahren zur Herstellung schwerbenetzbarer Glasoberflächen für Flüssigkeitsstandanzeiger der Erdölindustrie, bei dem auf die Glasoberfläche als Abhäsvschicht ein Silikonölfilm aufgebracht wird, **dadurch gekennzeichnet**, daß der Silikonölfilm mittels Plasmabehandlung nachvernetzt wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß der Silikonölfilm in einem Luft-Niederdruck-Plasma bei einer Einwirkungszeit von 0,5–3 min nachvernetzt wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1 und 2, **dadurch gekennzeichnet**, daß zwischen Glasoberfläche und Abhäsvschicht eine Haftmittlerschicht durch eine Plasmapolymersation eines Siloxans erzeugt wird.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung ist auf dem Gebiet des Chemieanlagenbaus, insbesondere der erdölverarbeitenden Industrie anwendbar.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Zur Bestimmung des Standes von Flüssigkeiten in Behältern und Apparaten bzw. zur Kontrolle der Fernstandsmeßeinrichtungen in diesen Behältern und Apparaten werden häufig örtliche Flüssigkeitsstandanzeiger in Form von Standgläsern angebracht. Die Glaskörper dieser Geräte können Rohre oder flache Gläser sein. Zur einwandfreien Arbeitsweise der Geräte ist es erforderlich, daß auch bei stark verschmutzten Flüssigkeiten die Glasoberfläche der Standgläser sauber bleibt und der Stand einwandfrei abgelesen werden kann. In der Erdölindustrie ist es nachteilig, daß die Glasoberfläche der Standgläser schnell verschmutzt und undurchsichtig wird, so daß ein häufiges Auswechseln erforderlich ist. Besonders die exponierte Lage von Förderfeldaufbereitungsanlagen fordert eine weitestgehend wartungsfreie Ausrüstung. Ein Auswechseln eines verschmutzten Standglases ist besonders unter solchen Bedingungen mit großem Aufwand und Produktionsausfall verbunden. Normale, unbehandelte Oberflächen von Standgläsern genügen diesen Forderungen nicht. Bei ihnen treten schon nach kurzer Zeit so starke Verschmutzungen auf, daß ein Ablesen des Füllstandes nicht mehr möglich ist. Das bekannte Anordnen von Plastfolien zwischen Glaskörper und Flüssigkeit führt zu keinem befriedigenden Erfolg. Bekannte Verfahren zur hydrophoben Ausrüstung von Glas durch Behandlung der Glasoberfläche mit einem Gemisch aus Lösungsmitteln und Äthylsilikon (DD-WP 917113) oder mit gelösten Polysiloxanen (DE-OS 2658115) sind ungeeignet, da diese Filme nur beständig gegen Wasser sind, aber von Ölen bzw. von den Kohlenwasserstoffen des Erdöls in kurzer Zeit abgelöst werden und die abweisende Ausrüstung verlorengeht.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung schwer benetzbarer Glasoberflächen, insbesondere von Flüssigkeitsstandanzeigern in der erdölverarbeitenden Industrie, wodurch die Gebrauchszeiten der Standanzeiger erhöht und Produktionsausfälle verringert werden.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Herstellung schwerbenetzbarer Glasoberflächen, die sich abweisend gegen Öl und Öl-Wasser-Gemische verhalten und die im Temperaturbereich von -60°C bis 150°C beständig sind, zu schaffen.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß die auszurüstende Glasoberfläche mit einer gegen Öle und Kohlenwasserstoffgemische beständige Abhäsvschicht versehen wird. Die erfindungsgemäße Abhäsvschicht erhält man aus einem Silikonölfilm, der durch Spülen der Glasoberfläche mit einer 1- bis 10%igen Silikonöllösung aufgebracht wird. Dieser Silikonölfilm wird durch Vernetzung festhaftend und beständig gegen Öle und Kohlenwasserstoffe gemacht. Die Vernetzung wird vorteilhaft durch Behandlung in einem Luft-Niederdruck-Plasma bei etwa 10–100 Pa erreicht. Sie bewirkt eine feste Haftung des Silikonölfilmes und macht den Film beispielsweise auch beständig gegen die im Erdöl enthaltenen Kohlenwasserstoffe. Gleichzeitig bleibt aber die bekannte haftmindernde Wirkung der Silikone erhalten, so daß z. B. verschmutztes Öl nicht an der Glasoberfläche haften bleibt, sondern als Film abläuft. Ist die auszurüstende Glasoberfläche das Innere eines Rohres, ist die kapazitive Einkopplung der Energie für das Niederdruck-Plasma in Form einer HF-Spannung, vorzugsweise von 27 MHz, vorteilhaft. In diesem Fall ist die Vernetzung des Ölfilmes nach einer Zeitdauer von 0,5 bis 3 min abgeschlossen. Die gebildete Abhäsvschicht behält ihre abweisende Wirkung und Haftfestigkeit in einem Temperaturbereich von -60°C bis 150°C .

Von besonderem Vorteil für die Standzeit dieser Abhäsvschicht ist es, die auszurüstende Glasoberfläche vor ihrer Spülung mit der Silikonöllösung mit einer Haftmittlerschicht zu versehen. Vorteilhaft wird eine solche dünne Schicht durch Glimmpolymerisation im Niederdruck-Plasma bei etwa 10 bis 100 Pa erzeugt. Ein leicht verdampfbare Siloxan, beispielsweise Hexamethyldisiloxan, erweist sich dabei als ein geeignetes Monomer, da die haftvermittelnde Wirkung durch die chemische Verwandtschaft zwischen Glasoberfläche, Abhäsvschicht und Haftmittlerschicht gefördert wird. Das Niederdruck-Plasma kann in der gleichen Art und Weise erzeugt werden wie für die Vernetzung des Silikonölfilmes. Die Abhäsvschicht läßt sich beispielsweise auf der inneren Oberfläche von beliebig geformten Glaskörpern von Flüssigkeitsstandanzeigern aufbringen. Sie kann sowohl bei Durchblick- als auch bei Reflexionsstandanzeigern angewandt werden. Durch die fast völlige Nichtbenetzbarkeit der Glaskörper ist ihre Verschmutzung stark vermindert, so daß auch nach längerer Betriebszeit ein einwandfreies Ablesen des Standes möglich ist. Das bisher häufige Auswechseln der Gläser kann wesentlich eingeschränkt werden.

Anwendungsbeispiel

Nachstehend soll die Erfindung an einem Beispiel näher erläutert werden. Das Glasrohr eines Flüssigkeitsstandanzeigers wird auf einen Druck von etwa 10 Pa evakuiert. Anschließend wird bis zu einem Druck von rund 100 Pa Hexamethyldisiloxandampf eingeleitet und dynamisch bei einem Durchstrom von etwa $10^{-3} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ aufrecht erhalten. Über die an äußeren Enden angebrachten Elektroden wird kapazitiv eine 27-MHz-HF-Spannung eingekoppelt und ein Niederdruck-Plasma im Inneren des Glasrohres gezündet. Nach 2 Minuten hat sich eine 0,1–0,5 μm dicke Schicht zur Haftvermittlung an der Glasoberfläche des Innenrohres abgeschieden. Dann wird das Glasrohr mit einer 5%igen Lösung eines Silikonöles in Benzol durchspült und getrocknet. Das Glasrohr wird wiederum auf etwa 10 Pa evakuiert und ein Niederdruck-Luft-Plasma in der bereits geschilderten Art und Weise gezündet. Nach etwa 2 Minuten Behandlung ist der Silikonölfilm vernetzt, wodurch er festhaftend und beständig gegen Öle und verschiedenste Kohlenwasserstoffe wird. Die so erzeugte Schicht verhält sich abweisend gegen Flüssigkeitsfilme von Erdöl und Erdöl-Wasser-Gemischen.