

Patentgesuch für die Schweiz und Liechtenstein

Schweizerisch-liechtensteinischer Patentschutzvertrag vom 22. Dezember 1978

(12) AUSLEGESCHRIFT A3

(21) Gesuchsnummer: 1538/80

(71) Patentbewerber:
University of Virginia, Charlottesville/VA (US)

(22) Anmeldungsdatum: 23.06.1978

(72) Erfinder:
Schladitz, Hermann J., München (DE)

(42) Gesuch
bekanntgemacht: 14.03.1986

(86) Internationale Anmeldung: PCT/US 78/00021
(En)

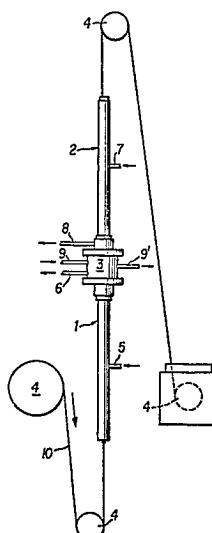
(44) Auslegeschrift
veröffentlicht: 14.03.1986

(87) Internationale Veröffentlichung: WO 80/00157
(En) 07.02.1980

(56) Recherchenbericht siehe Rückseite

(54) Verfahren und Vorrichtung für die Metallisierung von Fasern.

(57) Das Verfahren zur Reinigung und anschliessenden Metallisierung von Faserstoffen umfasst a) die Durchleitung des Faserstoffes durch eine erste Kammer (1) zur Reinigung, wobei eine Anzahl von erwärmten Düsenströmen von inertem, aus einer Reihe von Bohrungen austretendem Gas in einem den Faserstoff umschliessenden Rohr den Faserstoff beaufschlägen und reinigen; und b) die Führung des Faserstoffes dann in eine zweite Kammer (2), in welche in Form einer Anzahl erwärmer Düsenströme eine gasförmige, thermisch zersetzbare Metallverbindung geleitet wird, die aus einer Reihe von feinen Bohrungen in ein den Faserstoff umschliessendes Rohr strömt und den erwärmten und gereinigten Faserstoff beaufschlägt, wobei die Metallverbindung thermisch zersetzt und der Faserstoff metallisiert wird.





Bundesamt für geistiges Eigentum
Office fédéral de la propriété intellectuelle
Ufficio federale della proprietà intellettuale

RAPPORT DE RECHERCHE RECHERCHENBERICHT

Demande de brevet No.:

Patentgesuch Nr.:

1538/80

Catégorie Kategorie Voir au Verso siehe Rückseite	DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes Kennzeichnung des Dokuments, mit Angabe, soweit erforderlich, der massgeblichen Teile	Revendications con- cernées Betrifft Anspruch Nr.
A	<u>US-A-2 884 337</u> (HOMER ET AL.)	1-20
A	<u>US-A-2 887 088</u> (NACK)	1-20
A	<u>US-A-3 865 074</u> (CORNELISSEN ET AL.)	1-20
X, E	<u>US-A-4 096 823</u> (SCHLADITZ)	1-20
X, E	<u>US-A-4 097 624</u> (SCHLADITZ)	1-20
Domaines techniques recherchés Recherchierte Sachgebiete (INT. CL ³) C 23 C 11/02; C 03 C 25/02; F 27 b 9/28		
Date d'achèvement de la recherche/Abschlussdatum der Recherche 11-09-1979		Examinateur OEB/EPA Prüfer

PATENTANSPRÜCHE

1. Verfahren zur Reinigung und anschliessenden Metallisierung eines Faserstoffes, dadurch gekennzeichnet, dass der Faserstoff

a) zur Reinigung durch das innere Rohr einer ersten Kammer geführt wird, die zwei konzentrische Rohre mit einem dazwischenliegenden ringförmigen Zwischenraum umfasst, deren inneres Rohr erwärmt ist und eine Reihe von Bohrungen aufweist und in deren ringförmigen Zwischenraum ein inertes Gas geleitet wird, so dass das Gas durch die Bohrungen des inneren Rohres in Form von erwärmten Düsentrömen fliesst, die den Faserstoff beaufschlagen und diesen dadurch erwärmen und reinigen und dass der erwärmte und gereinigte Faserstoff

b) zur Metallisierung in eine zweite Kammer geführt wird, die auch zwei konzentrische Rohre mit einem dazwischenliegenden ringförmigen Zwischenraum umfasst, deren inneres Rohr erwärmt ist und eine Reihe von Bohrungen aufweist und in deren ringförmigem Zwischenraum eine gasförmige, thermisch zersetzbare Metallverbindung geleitet wird, so dass die gasförmige Metallverbindung durch die Bohrungen des inneren Rohres in Form von erwärmten Düsentrömen fliesst, die den erwärmten und gereinigten Faserstoff beaufschlagen, so dass die genannte Metallverbindung thermisch zersetzt und der Faserstoff metallisiert wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass der Faserstoff durch mehrere Zweikammerstufen a) und b) geleitet wird.

3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass der Faserstoff ein Filamentbündel ist.

4. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Bohrungen einen Durchmesser von 0,1–0,5 mm aufweisen.

5. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass die Bohrungen auf den inneren Rohren in Form einer Schraubenlinie angeordnet sind.

6. Verfahren nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, dass die inneren Rohre mittels isolierten Heizdrähten erwärmt werden, die in Form einer Schraubenlinie auf der äusseren Oberfläche der inneren Rohre solcherart angeordnet sind, dass die schraubenförmig angeordneten feinen Bohrungen nicht abgedeckt werden.

7. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das inerte Gas He, Ar, CO₂, H₂, Co, N₂, inerte organische Dämpfe oder ein Gemisch davon ist.

8. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die zersetzbare Metallverbindung ein Metallcarbonyl, -nitrosyl oder -äthylacetonat ist.

9. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass der Faserstoff aus Graphit, Glas, Quarz, Asbest, Polycarbonat, Polyacrylnitril, Polyester, Polyamid oder Aramid-Fasern besteht.

10. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass nach Durchlauf der Reinigungskammer, jedoch vor Durchlauf der Metallisierungskammer, der erwärmte und gereinigte Faserstoff in eine Zwischenkammer geleitet wird, die durch eine Membran in zwei Bereiche unterteilt ist, wobei die Membran eine Nadellochöffnung aufweist, durch welche der Faserstoff verläuft.

11. Vorrichtung zur Reinigung und anschliessenden Metallisierung eines Faserstoffes, umfassend eine erste Kammer mit zwei konzentrischen Rohren und einem dazwischenliegenden ringförmigen Zwischenraum, wobei das innere Rohr eine Reihe von über seine Länge verteilten Bohrungen aufweist;

Mittel zur Erwärmung der gesamten Länge der inneren Rohrs:

Mittel im äusseren Rohr zur Einleitung eines Gases in den ringförmigen Zwischenraum;

eine zweite Kammer mit zwei konzentrischen Rohren und einem dazwischenliegenden ringförmigen Zwischenraum, wobei das innere Rohr eine Reihe von über seine Länge verteilten Bohrungen aufweist;

Mittel zur Erwärmung der gesamten Länge des inneren Rohrs;

Mittel im äusseren Rohr zur Einleitung eines Gases in den ringförmigen Zwischenraum;

eine Zwischenkammer zwischen der ersten Kammer und der zweiten Kammer, worin die Enden der ringförmigen Zwischenräume der ersten und zweiten Kammer luftdicht verschlossen sind;

15 eine Membran im Inneren der Zwischenkammer, die quer zur axialen Richtung der inneren Rohre angeordnet ist, wobei die Membran die Zwischenkammer in zwei getrennte Bereiche aufteilt und die Membran eine linear in gleicher Richtung wie die Achsen der inneren Rohre verlaufende kleine Nadellochöffnung aufweist;

wobei die Zwischenkammer vollständig geschlossen ist mit der Ausnahme, dass die inneren Rohre der ersten und zweiten Kammer sich mit ihren Enden in die Zwischenkammer erstrecken, und mit der Ausnahme, dass die Zwischenkammer in jedem der Bereiche eine Gas-Auslassöffnung aufweist;

Mittel zur Bewegung des Faserstoffes durch die inneren Rohre der ersten und zweiten Kammer und durch die Öffnung in der Membran, und luftdichte Abschlussmittel zum

30 Verschluss der Enden der ringförmigen Zwischenräume der ersten und zweiten Kammer, die nicht mit der Zwischenkammer verbunden sind.

12. Vorrichtung nach Anspruch 11, worin die Bohrungen in denjenigen Teilen der inneren Rohre, die innerhalb der ersten und zweiten Kammer verlaufen, einen Durchmesser von 0,1–0,5 mm aufweisen.

13. Vorrichtung nach Anspruch 12, worin die Bohrungen in denjenigen Teilen der inneren Rohre der ersten und zweiten Kammer, die sich in die Zwischenkammer hinein erstrecken, einen Durchmesser von 1–3 mm aufweisen.

14. Vorrichtung nach Anspruch 13, worin alle genannten Bohrungen in den inneren Rohren in Form einer Schraubenlinie angeordnet sind.

15. Vorrichtung nach Anspruch 14, worin die Mittel zur Erwärmung der inneren Rohre der ersten und zweiten Kammer isolierte Heizdrähte sind, die in Schraubenform über die gesamte Länge der äusseren Oberfläche der inneren Rohre solcherart angeordnet sind, dass die in Schraubenform angeordneten Bohrungen nicht abgedeckt werden.

50 16. Vorrichtung nach Anspruch 15, die weiterhin an der äusseren Oberfläche der inneren Rohre angebrachte Thermoelemente aufweist.

17. Vorrichtung nach Anspruch 11, die ein Kühlelement

55 zur Kühlung der Zwischenkammer aufweist.

18. Vorrichtung nach Anspruch 17, in welcher das Kühlelement

element ein Mantel der Wandungen der Zwischenkammer

ist, durch welchen eine Kühlflüssigkeit zirkuliert werden

kann.

60 19. Kammer für eine Vorrichtung zur Reinigung und Metallisierung eines Faserstoffes nach Anspruch 11 mit zwei konzentrischen Rohren und einem dazwischenliegenden ringförmigen Zwischenraum, wobei das innere Rohr eine Reihe von über seine Länge verteilten Bohrungen aufweist;

65 mit Heizmitteln zur Beheizung des inneren Rohrs; Mitteln im äusseren Rohr zur Einleitung eines Gases in den ringförmigen Zwischenraum; und luftdichten Verschlussmitteln für den Verschluss des ringförmigen Zwischenraums.

20. Zwei oder mehr in Serie geschaltete Vorrichtungen nach Anspruch 11.

Die Erfindung bezieht sich auf die Metallisierung von Faserstoffen unter Verwendung einer zersetzbaren Metallverbindung.

Eine der in konventionellen Faser-Metallisierungsmethoden auftretenden Hauptschwierigkeiten ist die befriedigende Reinigung des Substrates vor der Metallisierungsstufe. Dies ist ein besonders kritisches Problem bei chemischen Metallisierungsmethoden durch Ablagerung aus der Dampfphase. Falls nicht alle Verunreinigungen, wie Schmutz, Fett, Öl, Wasser und dergleichen, entfernt sind, ist die anschliessende Metallbeschichtung schlecht. Beispielsweise ist die Beschichtung oft ungleichmässig, nicht glatt, diskontinuierlich, ohne Zusammenhalt und/oder porös, etc. Ausserdem sind die Kristallite oft zu gross, so dass eine grobe Oberflächenmusterung anfällt, und die Oberflächenverschmutzung wird durch die Beschichtung oft gebunden. Nicht nur müssen diese Verunreinigungen von der Oberfläche des zu metallisierenden Substrats entfernt werden, sondern im Fall eines strukturierten Substrates, beispielsweise eines fasrigen Filamentes oder Filamentbündels, müssen die Verunreinigungen auch von allen untenliegenden Oberflächen der individuellen, das Gesamtsubstrat ausmachenden Fasern entfernt werden, da die Metallbeschichtung auch diese Flächenbereiche erreicht.

Ein anderes kritisches Problem in der Metallisierung von Substraten, wie Fasern, ist die Erzielung einer lochfreien, kontinuierlichen Beschichtung, selbst bei befriedigend gereinigten Substraten. Aufgrund der Wechselwirkung zwischen dem komplizierten Gefüge eines Faserbündels und der Metallquelle, beispielsweise eines Metalldampfs für die Beschichtung durch Ablagerung aus der Dampfphase, werden viele kleine Flächenbereiche im Bündel überhaupt nicht oder mit einer bedeutsam dünneren Schicht von Metall beschichtet als der nominellen Beschichtungsdicke entspricht. Diese Erscheinung beruht beispielsweise auf der Überdeckung von untenliegenden Flächenbereichen durch Oberflächenfasern und/oder auf der Unfähigkeit, einen genügenden Mengenanteil des Metalldampfs in engen Kontakt mit den untenliegenden Fasern zu bringen. Diese Wirkung kann natürlich auch auf Verunreinigung der Oberfläche beruhen.

Bisher wurden Fasern für die Metallisierung gereinigt durch Hitzebehandlung bei Temperaturen in der Umgebung von 350 °C während langer Zeitdauer, beispielsweise etwa 24 h, vor der Verarbeitung. Alternativ gelangten auch chemische Behandlungen zum Einsatz.

Zum Verschliessen jeglicher Öffnungen in konventionellen Metallschichten sind viele Wiederholungen der Behandlungen notwendig. Beispielsweise sind bei galvanischer Platterierung Dicken der Beschichtung von etwa 40 µm notwendig, um eine lochfreie Beschichtung zu erzielen. Für konventionelle Beschichtung durch Metallablagerung aus der Dampfphase ist eine Beschichtungsdicke von etwa 17 µm notwendig.

Nicht nur sind diese Lösungen nicht vollständig wirksam, sondern sie sind auch nicht leistungsfähig, zeitraubend und teuer. Es besteht immer noch Bedarf für eine Methode zur leistungsfähigen und wirksamen Reinigung von Substraten, insbesondere Fasern, in der Metallisierungsbehandlung. Ausserdem wird auch eine Methode zur Eliminierung der Bildung von Diskontinuitäten in der anschliessend aufgebrachten Metallbeschichtung benötigt.

Demzufolge ist es eine Aufgabe der vorliegenden Erfindung, ein Verfahren und eine Vorrichtung zur wirksamen

Reinigung von Substraten, insbesondere fasrigen Substraten, vor der Metallisierung zu schaffen.

Es ist eine andere Aufgabe der Erfindung, ein derartiges Verfahren und eine Vorrichtung zu schaffen, das gleichzeitige Metallisierung des gereinigten Substrates ermöglicht, so dass eine glatte, kontinuierliche, gleichmässige und nichtporöse Beschichtung erhalten wird.

Es ist eine weitere Aufgabe der Erfindung, ein derartiges Verfahren und eine Vorrichtung zu schaffen, das es ermöglicht, die Reinigung und Metallisierung kontinuierlich innerhalb kurzer Zeitdauer bei minimalem Energie- und Materialverbrauch auszuführen.

Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist demzufolge das im Anspruch 1 definierte Verfahren zur Reinigung und anschliessenden Metallisierung eines Faserstoffes, sowie die im Anspruch 11 definierte Vorrichtung zur Ausführung des Verfahrens nach der Erfindung.

Eine vollständigere Übersicht über die Erfindung und viele der dazugehörigen Vorteile wird leicht erzielt und besser verstanden mit Hilfe der nachfolgenden detaillierten Beschreibung und unter Bezugnahme auf die Zeichnungen. In den Zeichnungen zeigen:

Fig. 1 eine Ausführungsform der gesamten Vorrichtung nach der Erfindung;

Fig. 2 einen Längsschnitt durch die Kammer (1) oder (2) gemäss Fig. 1; und

Fig. 3 einen Längsschnitt durch die Kammer (3) gemäss Fig. 1.

Wie aus dem Anspruchsteil hervorgeht, umfasst der erfundungsgemäss Verfahren den Durchgang eines Faserstoffes durch zwei aufeinanderfolgende Rohre. Ein wichtiges Merkmal der Erfindung ist das Vorhandensein der feinen Öffnungen in den inneren Rohren der Kammern. Theoretisch wird angenommen, dass die Kombination des geringen Durchmessers der Bohrungen und die Erhöhung der kinetischen Energie des durch die heisse Oberfläche des inneren Rohrs erwärmt Gases zu einer düsenartigen Wirkung führt. Mit anderen Worten erzeugt das um die Öffnungen herum liegende Gas einen lokalen Druckanstieg, und als Resultat davon wird das erwärmte Gas in einem Düsenstrom durch die Öffnungen gezwungen. Dieser Düsenstrom ist im allgemeinen radial in das Innere des Rohrs gerichtet und beaufschlägt den durch das Rohr laufenden Faserstoff in Form eines Wirbelstroms von heissem, trockenem Gas. In der ersten Kammer ergibt sich daraus, dass die gesamte Oberfläche des Faserbündels über dessen ganzes Volumen gründlich gereinigt wird.

Gleichzeitig wird der Faserstoff auf eine zweckentsprechend hohe Temperatur erwärmt, so dass in der zweiten Kammer die gasförmige Metallverbindung bei Berührungs-kontakt mit dem erwärmten Faserstoff zersetzt wird. In der zweiten Kammer bringt es der Wirbelstrom mit sich, dass alle exponierten Fasern im Faserstoff gleichmässig und ohne Unterbrechungen in der Metallschicht metallisiert werden.

In beiden Kammern ermöglicht die Wirbelwirkung der Düsenströme den Berührungs-kontakt mit allen exponierten Oberflächen, wobei alle diese Oberflächenbereiche in der ersten Kammer gereinigt und in der zweiten Kammer metallisiert werden, einschliesslich derjenigen Flächenbereiche, die konventionell in der erhaltenen Beschichtung potentielle Löcher aufweisen. Als Resultat werden lochfreie Beschichtungen einer Dicke von nur einigen µm, im allgemeinen 0,05 bis 5 µm, typisch 1–5 µm, vorzugsweise 1–2 µm, anstelle der konventionellen, vorstehend abgehobelten Beschichtungen einer Dicke von 17–40 µm, erhalten. Ausserdem ermöglichen die Wirbelströme hochwirksame und schnelle Wärmeübertragung über den gesamten Oberflächenbereich des Faserstoffes.

Demzufolge können sowohl die Reinigungs- wie auch die Metallisierungsstufe sehr schnell ausgeführt werden.

In der vorliegenden Erfindung bezieht sich der Begriff «Faserstoff» auf jede beliebige Art von endlosen faserigen Gebilden, wie ein Filament, Strang, Faden, Monofil, Faserbündel und dergleichen. Es ist speziell anwendbar auf faserige Filamente oder Stränge, da die Einwirkung der Düsenströme überlegene Metallisierung dieser Substrate ermöglicht, die bisher nach konventioneller Technologie, wie vorstehend erläutert, nicht erzielbar war. Für die Metallisierung nach der Erfindung geeignete Fasern sind alle natürlichen und Kunstfasern, wie solche aus Kohlenstoff, Graphit, Glas, Quarz, Asbest, Polycarbonaten, Polyacrylnitrilen, Polyester, Polyamiden und «Kevlar» (Aramid-Fasern z. B. Poly-Cp-benzamid). Die letztgenannte Faser zeigt höhere Festigkeit als Stahl, jedoch schlechte Bindefähigkeit; im metallisierten Zustand könnte sie mit Harzen bindefähig sein.

Geeignete, nach der Erfindung verwendbare, thermisch zersetzbare Metallverbindungen sind bekannt und umfassen beispielsweise Carbonyle, Nitrosoyle, Äthylacetone und dergleichen des erwünschten Metalls. Typische Metalle sind Nickel, Nickel/Eisen-Legierungen, Molybdän, Wolfram, Chrom, Platin und alle Legierungen davon. Die zersetzbare Metallverbindung kann allein oder verdünnt mit einem der für die Verwendung in der Reinigungskammer nach der Erfindung geeigneten inerten Gase zum Einsatz gelangen. Geeignete derartige inerte Gase sind beispielsweise He, Ar, CO₂, H₂, CO, N₂ und inerte organische Dämpfe, wie Äthylalkohol, «Freon», etc. oder ein Gemisch davon.

Der Druck des Gases im Bereich des ringförmigen Zwischenraums der Reinigungskammer sollte 3,333–19,998 kPa (25–150 mm Hg), vorzugsweise 6,666–13,332 kPa (50–100 mm Hg), betragen. Der Druck in der Kammer wird einfach durch den Durchflusswiderstand der kleinen Bohrungen aufrechterhalten. Das inerte Gas muss nicht vorwärm werden, da es in der Kammer erwärmt wird. Die Temperatur des inneren Rohrs wird so gewählt, dass die Temperatur der Düsenströme des Gases so hoch als möglich ist, jedoch unterhalb der Zersetzungstemperatur des behandelten Filaments liegt. Dies hängt natürlich auch von der Durchlaufgeschwindigkeit des Faserstoffs durch das Rohr ab. Die Auswahl der Temperatur unter Beachtung dieser Bedingungen kann durch einfache Vorversuche auf bekannte Art erfolgen. Faserstoffe aus Kohlenstoff oder Quarz können beispielsweise auf mehrere Hundert Grad, solche aus Polycarbonat dagegen nur auf etwa 150 °C erwärmt werden. Das Gas sollte somit diese genannte Temperatur erreichen, während das innere Rohr eine genügend hohe Temperatur aufweisen sollte, um das Gas auf diese Temperatur zu erwärmen, d.h. die Temperatur des Rohrs liegt etwas höher. Diese Temperatur wird selbstverständlich auch nach den Gesichtspunkten gewählt, um das inerte Gas für die Erzielung eines turbulenten Düsenstromflusses genügend hoch zu erwärmen, das Substrat auf die zur Reinigung benötigte Temperatur und auf eine genügend hohe Temperatur zu erwärmen, dass bei Berührungs kontakt des Substrats in der zweiten Kammer mit der gasförmigen Metallverbindung, diese Verbindung mit langsamerer Rate thermisch zersetzt wird.

Die Temperatur des Filaments in der Reinigungskammer variiert, wie vorstehend erläutert in Abhängigkeit vom jeweiligen Faserstoff. Für Nickelcarbonyl beträgt die Temperatur in der 2. Kammer (Metallisierungskammer) beispielsweise 100–170 °C, vorzugsweise 140–170 °C. Im allgemeinen sollten die Betriebsbedingungen in der Reinigungskammer wie auch in der zwischen der Reinigungskammer und der Metallisierungskammer, wie nachstehend beschrieben, liegenden Zwischenkammer so gewählt werden, dass der Faserstoff eine genügend hohe Temperatur beibehält, so dass durch die

Kühlwirkung beim Durchlauf der Zwischenkammer die Temperatur nicht unterhalb die in der Metallisierungskammer benötigte Minimaltemperatur abfällt. Natürlich variiert der bevorzugte Temperaturbereich in Abhängigkeit von der Zersetzungstemperatur der jeweiligen Metallverbindung etwas. Die Temperatur in jeder Kammer kann zweckmäßig aufrechterhalten werden, beispielsweise durch Umwickeln des Rohrs an der Aussenseite mit einem konventionellen, isolierten Heizdraht oder Heizband, beispielsweise in Schraubenform. Jede beliebige Wickelform ist unter der Voraussetzung anwendbar, dass eine annehmbar gleichmäßige Erwärmung des Rohrs und Zutritt des Gases zu den Bohrungen in der Rohrwandung, wie nachstehend beschrieben, ermöglicht wird.

Der Durchmesser der Bohrungen in beiden Kammern ist nicht kritisch, jedoch wichtig, da die kleinstmöglichen Bohrungen die beste Wärmeübertragung auf das hindurchfließende Gas ergeben. Zur Sicherstellung einer zweckentsprechenden Bildung von Düsenströmen und Wirbelung innerhalb des inneren Rohres sollten die Bohrungen in jeder der Kammern 0,1–0,5 mm, vorzugsweise 0,1–0,3 mm, Durchmesser aufweisen. Die Anordnung der Bohrungen in beiden Kammern ist nicht besonders kritisch, jedoch sollten die Bohrungen über die Länge des Rohrs solcherart angeordnet sein, dass die gesamte Oberfläche des Substrats gereinigt bzw. gleichmäßig metallisiert wird. Eine bevorzugte Form ist schraubenförmige Anordnung der Bohrungen mit einer maximalen Steigung des halben Rohrdurchmessers. Eine solche Anordnung ist besonders zweckmäßig, wenn der erwähnte Heizdraht oder das Heizband an der Aussenseite des Rohrs in schraubenförmiger Anordnung gewickelt wird. Natürlich wird dann die Anordnung der beiden schraubenförmigen Formen so gewählt, dass die Bohrungen nicht durch den Heizdraht abgedeckt werden.

Der Faserstoff kann kontinuierlich oder schrittweise durch die Kammern hindurchgeleitet werden. Im ersten Fall variiert die Durchlaufgeschwindigkeit in Abhängigkeit vom jeweiligen Filament. Im allgemeinen ist es jedoch erwünscht, für kommerzielle Anwendung Durchlaufgeschwindigkeiten von bis zu 5 m/s einzuhalten. Bei schrittweiser Fortbewegung ist die Verweilzeit in jeder Kammer natürlich gleich wie bei kontinuierlichem Durchlauf. In beiden Fällen werden die Verweilzeiten so ausgewählt, dass sowohl wirksame Reinigung wie auch gleichmäßige Metallisierung erzielt wird, so dass das Filament in der ersten Kammer die zweckentsprechende Temperatur erreicht und diese beim Verlauf von der ersten in die zweite Kammer in genügender Höhe beibehält, um die gasförmige Metallverbindung in der zweiten Kammer zu zersetzen. Bei schrittweiser Fortbewegung wird die Länge der Schritte so gewählt, dass nur die in der ersten Kammer gereinigte Filamentlänge in die zweite Kammer eintritt. Außerdem wird die Schrittdauer solcherart auf einem Minimum gehalten, dass die Temperatur des gereinigten Filaments hoch genug bleibt, um die Metallverbindung in der zweiten Kammer zu zersetzen.

Der geeignete Druckbereich für die gasförmige, im Bereich des ringförmigen Zwischenraums der zweiten Kammer enthaltene Metallverbindung ist gleich wie der Druck im entsprechenden Teil der ersten Kammer. Ein Verdünnungsgas kann zusammen mit der zersetzbaren Metallverbindung verwendet werden. Dessen Teildruck ist nicht kritisch, sollte jedoch so gewählt werden, dass der Mengenanteil des zersetzbaren Gases für eine zweckentsprechende Metallisierung genügt.

Wie für die Reinigungskammer wird die Minimaltemperatur des inneren Rohrs der Metallisierungskammer so gewählt, dass die gasförmige Metallverbindung eine genügend hohe Temperatur erreicht, um einen Düsen-Wirbelstrom zu

erzielen. Der bestgeeignete Temperaturbereich variiert jedoch in Abhängigkeit von der Zersetzungstemperatur der jeweils verwendeten Metallverbindung. Im allgemeinen sollte die Temperatur des Rohrs so gewählt werden, dass die Metallverbindung eine unterhalb ihres Zersetzungspunktes liegende Temperatur erreicht, wobei die Metallisierung nur auf dem Faserstoff selbst in genügend niedriger Rate eintritt, um eine glatte und kontinuierliche Beschichtung sicherzustellen. Die Metallverbindung kann auch vor der Einleitung in den ringförmigen Zwischenraum vorerwärmmt werden. Dies ist natürlich am zweckmäßigsten, wenn die Verbindung bei Zimmertemperatur nicht gasförmig ist. Alternativ kann ein solches Gas in Form eines Aerosols in die Kammer eingeleitet werden unter Anwendung von konventionellen, den vorstehenden Anforderungen entsprechenden Massnahmen.

Der Faserstoff kann durch mehrere der vorstehend beschriebenen Zweikammerstufen geleitet werden, um jede gewünschte Dicke der Beschichtung zu erzielen. Bei derartigen zusätzlichen Behandlungen dient die erste Kammer lediglich dazu, den partiell beschichteten Faserstoff auf die für die Metallisierung geeignete Temperatur zu erwärmen, da keine weitere Reinigung mehr notwendig ist. Außerdem können die Kammern vertikal oder horizontal angeordnet werden. Der Faserstoff kann natürlich jeder beliebigen konventionellen Vor- oder Nachbehandlung unterzogen werden, wie kurze Flammerwärmung, IR-Behandlung, elektrische Entladung, Ultraschallreinigung, Waschlösungen und dergleichen. Insbesondere bei Einsatz von hoch hitzebeständigem Material, wie Quarz, kann zur Verbesserung der Bindefähigkeit eine Nacherwärmung auf etwa 300 °C zum Einsatz gelangen.

Die Vorrichtung nach der Erfindung besteht aus zwei Kammern (1 und 2), wovon jede zwei konzentrische Rohre aufweist, wie vorstehend beschrieben, die durch eine Zwischenkammer (3) verbunden sind, wie in Fig. 1 dargestellt. Der zu metallisierende Faserstoff (10) oder dergleichen wird mit Hilfe jedes beliebigen konventionellen Mittels, beispielsweise über eine Reihe von Rollen (4), durch die Vorrichtung gezogen. Der Faserstoff wird zuerst durch die Kammer (1) hindurchgeleitet, um dessen Oberfläche zu reinigen. Danach verläuft er durch die Zwischenkammer (3), die mittels eines Diaphragmas oder einer Membran, wie nachstehend beschrieben, in zwei getrennte Bereiche aufgeteilt ist. Der an die Reinigungskammer (1) anstossende Bereich hat eine Auslassöffnung (6) für in die Kammer (1) durch die Einlassöffnung (5) eingeleitetes inertes Gas. Gleichermaßen hat der an die Metallisierungskammer (2) anstossende Bereich eine Auslassöffnung (8) für in die Kammer (2) durch Einlassöffnung (7) eingeleitete zersetzbare Metallverbindung und inerte Gase.

In Fig. 2 ist ein Längsschnitt durch die Reinigungskammer (1) dargestellt. Die Metallisierungskammer (2) ist in allen wesentlichen Elementen identisch. Wie vorstehend erläutert, bestehen diese Kammern aus zwei konzentrischen Rohren (11 und 12) unterschiedlichen Durchmessers, so dass zwischen den Rohren ein ringförmiger Bereich (13) gebildet wird. Das äussere Rohr (11) kann aus jedem zweckentsprechenden Material gebildet sein, das gegen die hohe Temperatur der Umgebung und, im Falle der Metallisierungskammer (2), gegen Angriff durch die gasförmige Metallverbindung beständig ist. Geeignete derartige Materialien sind beispielsweise Messing, rostfreier Stahl, Quarzglas und dergleichen.

Das innere Rohr (12) muss diesen Anforderungen auch entsprechen und zusätzlich gut thermisch leitfähig sein, so dass eine wirksame Erwärmung des Rohrs erzielt werden kann. Geeignete Materialien für das Rohr (12) sind beispielsweise rostfreier Stahl, Messing und dergleichen.

Die Grösse der Rohre ist nicht kritisch. Im allgemeinen hat das äussere Rohr einen Durchmesser von 1–3 cm und das innere Rohr von 0,2–0,6 cm. Gleichermaßen sind die Rohrlängen nicht kritisch. Sie liegen im allgemeinen im Bereich von 10–50 cm, vorzugsweise 20–40 cm.

In der Vorrichtung gemäss Fig. 2 erfolgt die Erwärmung des inneren Rohrs (12) mittels eines schraubenförmig gewickelten, konventionellen, isolierten, Miniaturheizdrahtes (14). Der Heizdraht erstreckt sich über die Länge der Rohre in den Kammern (1 und 2) und der Zwischenkammer (3). Dies ermöglicht wirksame Beibehaltung der Wärme im Faserstoff (10) auf einem Durchlauf von der Kammer (1) in die Kammer (2). Zur Kontrolle der Temperatur auf konventionelle Art gelangt eine Reihe von Thermoelementen (15) zum Einsatz. Das wichtigste Thermoelement ist auf dem Innenrohr (12) der Reinigungskammer (1) nächst der Membran angeordnet. Dies erlaubt die Überwachung der Temperatur des Rohrs (12) unmittelbar vor dem Eintritt des Faserstoffs (10) in die Membran (20). Aus diesem Wert können die Temperatur des aus dem Rohr (12) an dieser Stelle austretenden Gases und die Temperatur des in die Membran (20) eintretenden Faserstoffs abgeleitet oder geschätzt werden. In der Metallisierungskammer (2) sollte ein Thermoelement im Mittelpunkt des inneren Rohrs, wo die heisste Stelle dieses Rohrs liegt, zum Einsatz gelangen.

Das innere Rohr (12) weist eine Reihe von Perforationen (16) über die Länge seiner Oberfläche auf. Diese Perforationen sind in Fig. 2 als eine Reihe von kleinen Nadelöffnungen in schraubenförmiger Anordnung dargestellt, so dass die vom Heizdraht gebildete Schraubenlinie die Schraubenlinie der Nadellocher nicht überdeckt. Die lichte Weite dieser Nadellocher ist vorstehend erwähnt. Die Anzahl derartiger Perforationen ist nicht kritisch, sollte jedoch so gewählt werden, dass in der Kammer (1) vollständige Reinigung und in der Kammer (2) vollständige und gleichmässige Metallisierung des Faserstoffs (10) sichergestellt sind. Das Ende der äusseren Rohre ist mit einem Flansch (17) verbunden, der längs der Umfangslinien des inneren und äusseren Rohrs einen gasdichten Abschluss des ringförmigen Zwischenraums (13) schafft. Das andere Ende der Kammer ist durch eine Platte (18) verschlossen, die einen gleichermaßen gasdichten Verschluss des ringförmigen Zwischenraums schafft und zusätzlich eine Öffnung aufweist, durch welche sich das innere Rohr erstreckt und den Eintritt (oder Austritt) des Filaments (10) in die Kammer 1 (2) ermöglicht. Das innere Rohr steht somit zur Atmosphäre offen. Das Gas tritt durch das Ende (23) des Rohrs aus, um den Eintritt von Luft zu verhindern. Am Austrittsende der Kammer (2) ist der Aufbau im wesentlichen gleich, d.h. das innere Rohr erstreckt sich durch die Endplatte des äusseren Rohrs, jedoch ist in dessen Austrittsende ein Ppropfen mit einer Durchgangsöffnung angeordnet, deren lichte Weite geringfügig grösser ist als der Durchmesser des Faserstoffs, um Verlust des Carbonyls und Eintritt von Luft in die Metallisierungskammer zu verhindern. Das Gas in der Metallisierungskammer leckt somit geringfügig durch den zentralen Durchgang im Ppropfen aus. Dies ist so entworfen, dass nur ein geringer, annehmbarer Anteil Carbonyl verloren geht. Typische Filamentdurchmesser liegen im Bereich von 7 µm (ein Monofil) bis zu 6000 µm (Filamentbündel).

Das innere Rohr (12) von beiden Kammern erstreckt sich in die Zwischenkammer (3). Der Teil des Rohrs (12) in der Kammer (3) zeigt eine Reihe von Bohrungen (19), die die schraubenförmige Anordnung (16) des übrigen Teils des Rohrs fortsetzen. Der Durchmesser dieser Bohrungen kann jedoch grösser sein (beispielsweise von 1–3 mm), um die Wirksamkeit des Gasflusses im Inneren des Rohrs (12) in die Kammer (3) und durch die Auslassöffnung (6) zu verbessern.

Einzelheiten der Zwischenkammer (3) sind in Fig. 3 dargestellt. Eine Membran oder ein Diaphragma (20) ist vorhanden, um die Kammer (3) in zwei Bereiche aufzuteilen, von denen einer mit der Reinigungskammer (1) und der andere mit der Metallisierungskammer (2) in Verbindung steht. Das Diaphragma zeigt eine kleine Nadelöffnung (21), welche den Durchlauf des Faserstoffs (10) ermöglicht, die Trennung zwischen diesen beiden Bereichen jedoch aufrechterhält. Auf diese Art wird der Ausfluss von aus der Reinigungskammer austretendem Gas durch die Auslassöffnung (6) ermöglicht, bevor dieses in den Bereich der Kammer (3) eintreten kann, die in Verbindung mit der Kammer (2) steht. Dadurch wird unnötige Verdünnung der zersetzbaren Metallverbindung verhindert. Gleichermaßen werden die in der Kammer (2) vorhandenen Gase (unzersetzte Metallverbindung, CO, NO, etc.) an der Verunreinigung der Kammer (1) verhindert. Die unzersetzte Metallverbindung kann rückgewonnen und in die Metallisierungskammer rezirkuliert werden.

Geeignete Materialien für die Membran (20) sind beispielsweise «Teflon», Quarzglas und andere hitzebeständige Materialien, wie Polyamide und dergleichen. Eine typische Dicke liegt im Bereich von 0,2–5 mm, vorzugsweise 0,2 bis 0,3 mm. Der Durchmesser des Nadellochs (21) variiert in Abhängigkeit von demjenigen des Faserstoffs. Er wird einfach gewählt, um die Kammern (1) und (2) wirksam voneinander zu trennen, wie vorstehend beschrieben. Eine zweckmäßige lichte Weite des Nadellochs ist etwa das 1½fache des Faserstoffdurchmessers.

Zur Sicherstellung, dass die Temperatur des gereinigten Faserstoffs (10) genügend hoch erhalten bleibt, um die Metallverbindung zu zersetzen, sind die inneren Rohre der Kammern (1) und (2) über ihren ganzen Längsbereich innerhalb der Kammer (3) beheizt. Außerdem kann die Zwischenkammer (3), wie in Fig. 3 dargestellt, mit einem Kühlmantel (22) versehen sein, der, wie in Fig. 1 dargestellt, Ein- und Auslassöffnungen (9) und (9') aufweist, durch welche eine konventionelle Kühlflüssigkeit, wie Wasser, zirkuliert werden kann, um die Wandungen der Kammer (3) auf der Temperatur der Kammer (2) unten zu halten. Durch Verwendung dieser Kombination von kleinen Nadellochern, dünner Membran und engem Beieinanderliegen der beheizten inneren Rohre wird das konventionelle Problem der unerwünschten Abkühlung eines Filamentes bei dessen Verlauf von einer konventionellen Reinigungsbehandlung zu einer konventionellen Metallisierungsbehandlung vermieden.

Zwei oder mehr der in Fig. 1 dargestellten Vorrichtungen können in Serie hintereinander angeordnet werden, um jede beliebige gewünschte Gesamtdicke der Metallisierung zu erreichen.

Nachdem die Erfindung allgemein erläutert wurde, ergibt sich ein noch vollständigeres Verständnis aus bestimmten Beispielen, die nur zur Erläuterung angeführt sind und keinerlei Einschränkung darstellen sollen, wenn nichts Anderes angegeben ist.

Beispiele 1–3

Verschiedene Substrate wurden mit Nickelcarbonyl be- schichtet, wobei die jeweiligen Substrate und Behandlungsbedingungen in der nachstehenden Tabelle zusammengefasst sind:

Fasermaterial	Filamentstärke (µm)	Gasdruck kPa	Temperatur (°C)	Abzugsgeschwindigkeit (cm/s)	Nickelcarbonyl-Konzentration
Glas	9	6,666	170	30	4
Polyester	9	6,666	150	30	5
Kohlenstoff	7	9,332	180	50	5

Der Gasdruck bezieht sich auf den Druck des Carbonyls und des Heizgases in der Reinigungskammer. Beide Kammern wurden bei gleichem Druck betrieben. Die Temperaturangabe bezieht sich auf die Temperatur der Faser. In beiden Kammern wurde Wasserstoffgas verwendet. In der Reinigungskammer verhindert dies die Oxidation und hat auch hohe Leitfähigkeit. Es wurde auch als Trägergas für das Nickelcarbonyl (NiCO_4) verwendet. Die Konzentrationsangabe des Nickelcarbonyls in der Tabelle sind Vol. %. Die Membran in der Zwischenkammer bestand aus «Teflon». Ihre Dicke war 5 mm und die lichte Weite der Durchgangsöffnung 500 µm. Das Filament wurde kontinuierlich durch die Kammer bewegt. Die erhaltene Beschichtungsdicke betrug 3,1 bzw. 5 µm für die Filamente aus Glas, Polyester bzw. Kohlenstoff. Berechnungen unter Verwendung der Resultate der Beobachtung mit einem Elektronenmikroskop ergaben einen Lochgehalt in den Beschichtungen von nur 0,002%.

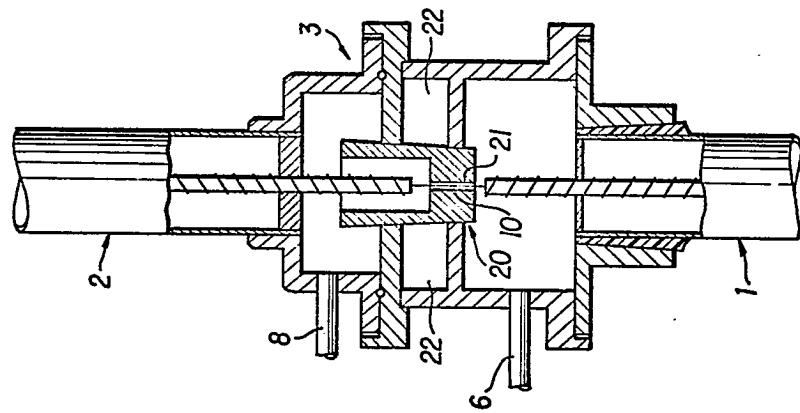


FIG. 3

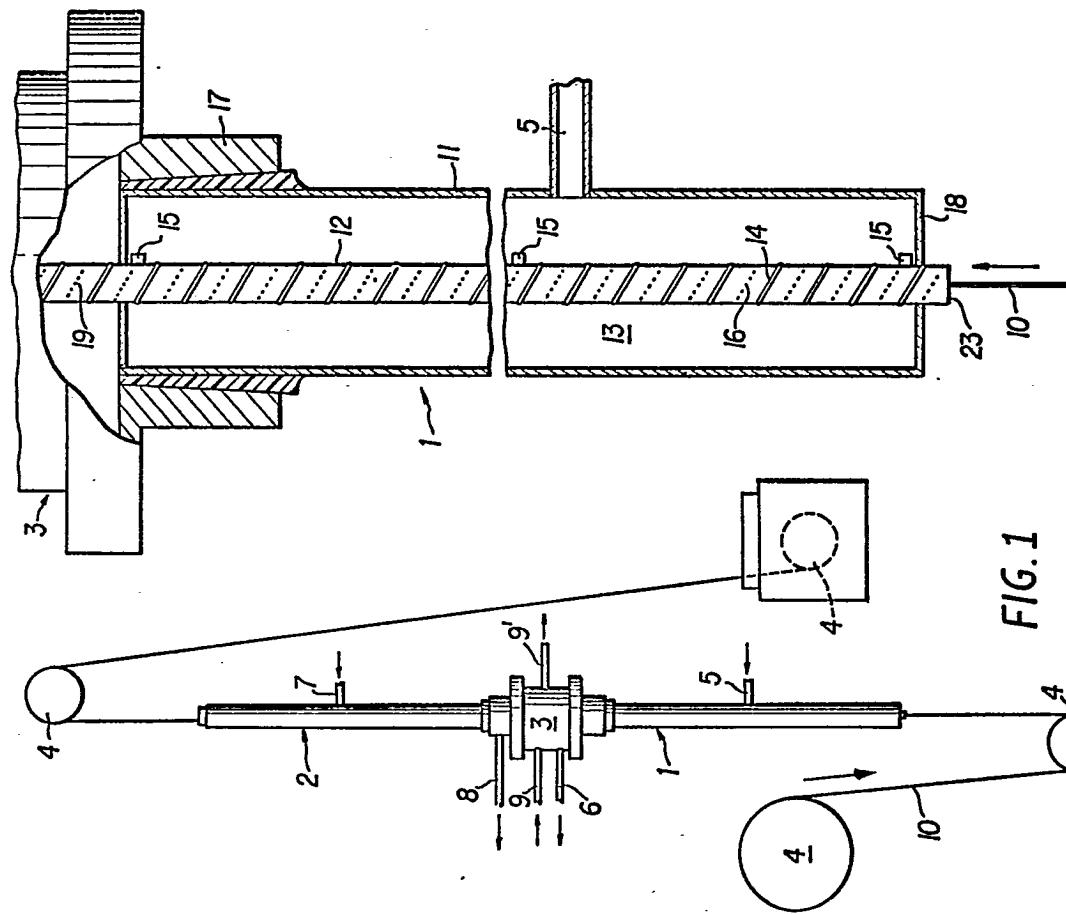


FIG. 1

FIG. 2