



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 199 57 034 B4 2006.04.13**

(12)

Patentschrift

(21) Aktenzeichen: **199 57 034.5**
 (22) Anmeldetag: **26.11.1999**
 (43) Offenlegungstag: **21.06.2001**
 (45) Veröffentlichungstag
 der Patenterteilung: **13.04.2006**

(51) Int Cl.⁸: **B01J 19/12 (2006.01)**
H01L 21/306 (2006.01)
C03C 23/00 (2006.01)

Innerhalb von drei Monaten nach Veröffentlichung der Patenterteilung kann nach § 59 Patentgesetz gegen das Patent Einspruch erhoben werden. Der Einspruch ist schriftlich zu erklären und zu begründen. Innerhalb der Einspruchsfrist ist eine Einspruchsgebühr in Höhe von 200 Euro zu entrichten (§ 6 Patentkostengesetz in Verbindung mit der Anlage zu § 2 Abs. 2 Patentkostengesetz).

(73) Patentinhaber:
Heraeus Noblelight GmbH, 63450 Hanau, DE

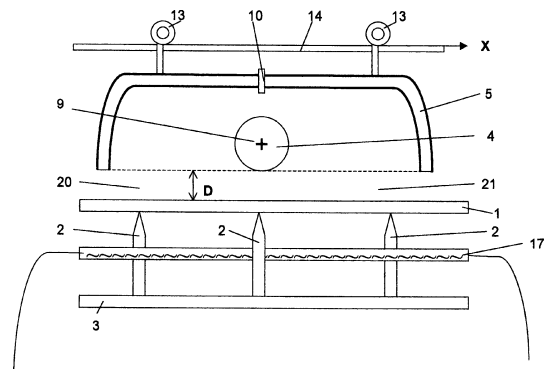
(74) Vertreter:
Kühn, H., Pat.-Ass., 63450 Hanau

(72) Erfinder:
Roth-Fölsch, Angelika, Dr., 63755 Alzenau, DE;
Arnold, Erich, Dr., 55122 Mainz, DE

(56) Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht
 gezogene Druckschriften:
DE 197 41 668 A1
DE 37 82 991 T2

(54) Bezeichnung: **Verfahren zur Behandlung von Oberflächen von Substraten und Vorrichtung**

(57) Hauptanspruch: Verfahren zur Behandlung von Oberflächen von Substraten aus organischen oder anorganischen Werkstoffen, bei welchem durch wenigstens einen im vorgegebenen Abstand angeordneten UV-Strahler mittels UV-Bestrahlung reaktive Fragmente erzeugt werden, wobei der UV-Strahler als Entladungslampe mit einem gasgefüllten, langgestreckten Entladungsraum ausgebildet ist, dessen Wandungen durch ein Dielektrikum gebildet sind, das auf der dem Entladungsraum abgewandten Seite mit wenigstens einer Elektrode versehen ist, dadurch gekennzeichnet, dass während der UV-Bestrahlung der wenigstens eine UV-Strahler bewegt wird, so dass zwischen dem Substrat und dem wenigstens einen UV-Strahler eine translatorische und/oder rotatorische Relativ-Bewegung erfolgt.



Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Behandlung von Oberflächen von Substraten aus organischen oder anorganischen Werkstoffen, bei dem reaktive Fragmente, insbesondere Radikale oder Ionen, erzeugt werden, mittels UV-Bestrahlung durch einen im vorgegebenen Abstand angeordneten UV-Strahler mit einem gasgefüllten, langgestreckten Entladungsraum, dessen Wandungen durch ein Dielektrikum gebildet sind, das auf der dem Entladungsraum abgewandten Seite mit wenigstens einer Elektrode versehen ist sowie eine Vorrichtung.

[0002] Das Verfahren bezieht sich insbesondere auf die Behandlung von Substraten für die Halbleitertechnik wie z.B. von Silizium-Substraten oder von Glas-Substraten für Flüssigkristall-Anzeigen (LCD).

Stand der Technik

[0003] Aus der EP 0 510 503 A2 ist ein Verfahren zur Reinigung oder Modifizierung von Oberflächen von Substraten, die als Fasern, Vliese, Gewebe oder Folien ausgebildet sein können, bekannt. Zur Reinigung bzw. Modifizierung der Oberflächen werden reaktive Radikale durch Bestrahlung von Gasmolekülen mit UV-Licht gebildet, das eine Wellenlänge zwischen 60 und 350 nm aufweist. Die so gebildeten Radikale werden mit der Oberfläche des Substrats zur Reaktion gebracht. Zur Bildung der Radikale werden Moleküle von Sauerstoff, Ammoniak, Chlor, Fluor, Chlorwasserstoff, Fluorwasserstoff und Distickstoffmonoxid mit UV-Strahlung behandelt, wobei zur Erzeugung der UV-Strahlung ein aus der EP 0 254 111 A1 bekannter UV-Hochleistungsstrahler verwendet werden soll. Der Hochleistungsstrahler besteht aus einem durch eine einseitig gekühlte Metallelektrode und ein Dielektrikum begrenzten und mit einem Edelgas oder Gasgemisch gefüllten Entladungsraum, wobei sowohl das Dielektrikum als auch die auf der dem Entladungsraum abgewandte Oberfläche des Dielektrikums liegende andere Elektrode für die durch stille elektrische Entladungen erzeugte Strahlung transparent sind. Auf diese Weise wird ein großflächiger UV-Strahler mit hohem Wirkungsgrad geschaffen, der mit hohen elektrischen Leistungsdichten bis hin zu 50 kW/m² aktiver Elektrodenoberfläche betrieben werden kann.

[0004] Weiterhin ist aus der DE 197 41 668 A1 eine Entladungslampe mit einem an einen Entladungsraum angrenzenden Lampenrohr aus dielektrischem Material bekannt, auf dessen dem Entladungsraum abgewandter Oberfläche mindestens ein flächig anliegendes und durch ein Isolationsmittel elektrisch voneinander isoliertes Elektrodenpaar angeordnet ist. Das Lampenrohr wird unter Bildung eines den Entladungsraum umfassenden Ringspaltes von einem Hüllrohr umschlossen, wobei das Lampenrohr-

innere mittels des Isolationsmittels in elektrisch voneinander isolierte Teilräume unterteilt ist, innerhalb derer die Elektroden angeordnet sind. Vorteilhafterweise ist somit die Positionierung der Elektroden hinsichtlich einer eventuellen Abschattung des Lichtaustritts erheblich verbessert, wobei auch eine übermäßige Erwärmung der äußeren Wandung vermieden wird.

[0005] DE 37 82 991 T2 offenbart eine fotounterstützte DVD-Vorrichtung zum Beschichten von Substraten unter Einwirkung von UV-Licht aus langgestreckten UV-Lichtquellen. Nach **Fig. 1** erfolgt eine Verschiebung des Substrathalters zwischen den statischen Lampen und **Fig. 2 bis 4** zeigen einen rotierenden Substrathalter, der von statischen Lampen umringt ist.

[0006] Aus der EP 0 661 110 B1 ist ein Verfahren zur Oxidation eines Gegenstandes bekannt, wobei durch Bestrahlen eines sauerstoffhaltigen Fluids mittels Vakuum-UV-Strahlung aus einer Barriere-Entladungslampe (dielektrisch behinderte Entladung) mit eingekapseltem Xenon-Gas Ozon und aktivierter Sauerstoff durch eine photochemische Reaktion zwischen der sauerstoffhaltigen Flüssigkeit und der UV-Strahlung erzeugt wird; dabei wird der zu behandelnde Gegenstand mit dem Ozon und aktiviertem Sauerstoff in Kontakt gebracht und durch Zwischenwirkung von Vakuum-UV-Strahlung oxidiert. Nach dem Verfahren soll ein möglichst kurzer Abstand „d“ eines Durchlasses der von der Barriere-Entladungslampe ausgehenden UV-Strahlung zum Gegenstand und ein Sauerstoffteildruck p (in kPa) im Bereich zwischen Entladungslampe und Gegenstand nach einem vorgegebenen Algorithmus eingestellt werden.

[0007] Der angegebene Wert von „d × p“ ist kleiner als 60,8, wobei „d“ in „cm“ und „p“ in „atm“ gemessen wird. Auf diese Weise soll neben einer erhöhten Oxidationsrate auch ein verbesserter Reinigungseffekt bei kurzer Behandlungszeit erzielt werden.

[0008] Als problematisch erweist es sich, dass nach dem Stand der Technik einerseits eine gleichmäßige Ausleuchtung der bestrahlten Oberfläche unter Wahrung eines Mindestabstandes zwischen Strahler und Oberfläche erzielt werden soll, andererseits eine hohe Strahlungsintensität nur bei einem verhältnismäßig geringen Abstand – d.h. auch bei Inkaufnahme von Inhomogenität der Strahlungsdichte – erhalten werden kann.

[0009] Auch wenn es möglich ist, die Homogenität der Bestrahlung durch Einsatz mehrerer Strahler zu verbessern, so treten doch noch gewisse Inhomogenitäten aufgrund des Strahler-Rasters auf. Darüber hinaus muss bei Ausfall nur eines einzigen Strahlers der komplette Strahlersatz ausgetauscht werden um Inhomogenitäten aufgrund unterschiedlicher Alte-

rungsprozesse der Strahler zu vermeiden.

Aufgabenstellung

[0010] Die Erfindung stellt sich die Aufgabe, ausgehend von der eingangs genannten EP 0 510 503 A2 eine über die zu behandelnde Oberfläche gleichmäßig verteilte Bestrahlung hoher Intensität anzuwenden, wobei die eigentlichen Bestrahlungszeiten durch einen möglichst geringen Abstand zwischen Strahler und zu behandelnder Oberfläche kurz gehalten werden sollen, um ggf. eine solche Bestrahlung als Zwischenschritt eines bereits eingeführten Produktionsverfahrens kostengünstig einzusetzen. Darüber hinaus sollen nach Möglichkeit Hochleistungsstrahler gemäß dem eingangs genannten Stand der Technik eingesetzt werden.

[0011] Die Aufgabe wird mit den Merkmalen des Anspruchs 1 gelöst.

[0012] Als besonders vorteilhaft erweist es sich, dass die Intensität eines Hochleistungsstrahlers so stark ist, dass es in der Praxis ausreicht, einen einzigen Strahler, ggf. jedoch auch zwei oder mehr Strahler über ein vorliegendes Substrat in einem verhältnismäßig geringen Abstand relativ zu bewegen, ohne dass die notwendige Bestrahlungszeit für einen Prozessschritt in einem Gesamtprozess verlängert werden müsste.

[0013] Somit lässt sich auf einfache Art und Weise eine homogene Ausleuchtung der zu bestrahlenden Oberfläche erzielen.

[0014] Weiterhin erweist es sich als vorteilhaft, dass sich das erfindungsgemäße Verfahren sowohl

(a) Für die Reinigung von Substrat-Oberflächen – wie z.B. Photo-Resistentfernung oder Aerosol-Entfernung – bzw. für das Modifizieren der Molekular-Oberflächenstruktur durch Oberflächen-Oxidation des Substrats mittels Ozon und Sauerstoff-Radikalen unter UV-Bestrahlung (Photonen brechen die Oberflächen-Struktur auf) als auch

(b) Für die Beschichtung (bzw. Schichtaufbau in Lagen) auf Substrat-Oberflächen durch reaktive Fragmente aus der Gasphase (zwischen Strahler und Substrat-Oberfläche), die sich auf der Oberfläche absetzen und damit die Schicht aufbauen, eignet (bei der Beschichtung stören die austretenden Photonen nicht mehr).

[0015] Vorteilhafte Ausgestaltungen des Verfahrens sind in den Ansprüchen 2 bis 9 angegeben.

[0016] In einer bevorzugten Ausgestaltung des Verfahrens werden zur Bildung der Radikale Moleküle von Sauerstoff, Ammoniak, Chlor, Fluor, Chlorwasserstoff, Fluorwasserstoff, Wasserstoff und Distick-

stoffmonoxid mit UV-Strahlung einer Wellenlänge zwischen 60 nm und 350 nm behandelt.

[0017] Vorzugsweise wird ein Excimerstrahler mit einer Wellenlänge von 172 nm (Xenonstrahler) eingesetzt, wobei dessen Intensität im Vergleich zu üblichen Strahlern sehr viel stärker ist, woraus sich bei der Relativbewegung eine verhältnismäßig kurze Behandlungszeit ergibt.

[0018] Vorzugsweise wird im Hinblick auf die Spaltung von Sauerstoffmolekülen und Bildung von reaktiven $O(^3P)$ - und $O(^1D)$ -Fragmenten bzw. Ozon-Bildung die Behandlung unter Atmosphärenbedingungen und Atmosphärendruck durchgeführt; es ist jedoch auch möglich, das Verfahren im Vakuum bzw. mit Unterdruck vorzunehmen, wobei die zur Bildung der radikalen Moleküle vorgesehenen Substanzen in den Bereich zwischen UV-Strahler und Substrat-Oberfläche eingebracht werden.

[0019] In einer bevorzugten Ausgestaltung der Erfindung wird die Entladungslampe entlang einer Bahn senkrecht zur Längsachse ihres rohrförmigen Entladungsraumes relativ zum Substrat bewegt, d.h., dass auch das Substrat senkrecht zur Längsachse eines stationär angeordneten rohrförmigen Entladungsraums bewegt werden kann. Hierbei erweist es sich als vorteilhaft, dass eine rasche großflächige Überdeckung des Substrats bei hoher Strahlungsintensität durch geringen Abstand zwischen UV-Strahler und Substrat-Oberfläche möglich ist.

[0020] In einer weiteren vorteilhaften Ausgestaltung wird die Entladungslampe parallel zur Längsachse ihres rohrförmigen Entladungsraumes relativ zum Substrat bewegt. Eine solche Bestrahlung ist insbesondere für langgestreckte Substrate bzw. für Substrate als durchlaufendes Bandmaterial bei stationärer Anordnung der Entladungslampe zweckmäßig.

[0021] In einer weiteren Ausgestaltung der Erfindung wird die Entladungslampe rotatorisch zur Längsachse ihres Entladungsraumes und relativ zum Substrat bewegt; dies bedeutet, dass ein Ende des langgestreckten Entladungsraumes sich wenigstens näherungsweise im Mittelpunkt der Drehung befindet, während das andere Ende in tangentialer Richtung zum Mittelpunkt der Drehung bewegt wird; bzw. das Substrat bei stationärer Anordnung der Entladungslampe bewegt wird. Es ist somit vorteilhafterweise möglich, einzelne Sektoren eines Substrats bzw. eines Wafers als Substrat unterschiedlich zu bestrahlen oder anderweitig zu behandeln.

[0022] Weiterhin ist es auch möglich, eine Entladungslampe mit einem in der Mitte des langgestreckten Entladungsraums befindlichen Drehpunkt relativ über der Substratoberfläche rotieren zu lassen; d.h. das auch das Substrat unter einer stationär angeord-

neten langgestreckten rohrförmigen Entladungslampe rotiert werden kann. Der Begriff „relativ“ bzw. „über der Substrat-Oberfläche“ bedeutet somit, dass entweder die Entladungslampe oder das Substrat translatorisch bzw. rotatorisch bewegt wird, wobei die Position der Entladungslampe oberhalb oder unterhalb der zu bestrahlenden Oberfläche des Substrats angeordnet sein kann.

[0023] Die Aufgabe wird erfindungsgemäß für eine erste Ausführungsform einer Vorrichtung zur Behandlung von Oberflächen von Substraten aus organischen oder anorganischen Werkstoffen mittels UV-Bestrahlung durch einen im vorgegebenen Abstand angeordneten UV-Strahler mit einem gasgefüllten, langgestreckten Entladungsraum, dessen Wänden durch ein Dielektrikum gebildet sind, das auf der dem Entladungsraum abgewandten Seite mit wenigstens einer Elektrode versehen ist, dadurch gelöst, dass wenigstens ein UV-Strahler in einer Bestrahlungseinheit beweglich angeordnet ist, wobei die Vorrichtung wenigstens ein Verschiebungselement für eine relative Translationsbewegung zwischen Substrat und UV-Strahler aufweist.

[0024] In einer bevorzugten Ausgestaltung der Vorrichtung wird die Bewegung des Verschiebungselements durch einen steuerbaren Antrieb erzeugt.

[0025] Bei Verwendung eines solchen Systems der relativen Bewegung zwischen Substrat und UV-Strahler(n) werden erheblich weniger Strahler gegenüber den großflächigen Bestrahlungseinheiten der Praxis verwendet, so dass im Betrieb auch weniger Strahler ausgetauscht werden müssen, was schließlich auch die Betriebskosten reduziert.

[0026] Die Aufgabe wird erfindungsgemäß für eine zweite Ausführungsform einer Vorrichtung zur Behandlung von Oberflächen von Substraten aus organischen oder anorganischen Werkstoffen mittels UV-Bestrahlung durch einen im vorgegebenen Abstand angeordneten UV-Strahler mit einem gasgefüllten, langgestreckten Entladungsraum, dessen Wänden durch ein Dielektrikum gebildet sind, das auf der dem Entladungsraum abgewandten Seite mit wenigstens einer Elektrode versehen ist, dadurch gelöst, dass wenigstens ein UV-Strahler in einer Bestrahlungseinheit beweglich angeordnet ist, wobei die Vorrichtung wenigstens ein Drehelement für eine relative Drehbewegung zwischen Substrat und UV-Strahler aufweist.

[0027] In einer bevorzugten Ausgestaltung der zweiten Ausführungsform der Vorrichtung ist das Drehelement mit einem steuerbaren Antrieb für die Erzeugung der Drehbewegung verbunden.

[0028] Als vorteilhaft erweist es sich bei relativen Drehbewegung zwischen Entladungslampe und Sub-

strat, dass mit einem einzigen Strahler eine homogene Bestrahlung auf kostengünstige Weise möglich ist; darüber hinaus kann die Substratoberfläche in Sektoren unterschiedlicher Behandlung mit aufeinander folgender Schritte wie z.B. Reinigung, Oberflächenstrukturierung und Beschichtung bzw. Lagenbeschichtung aufgeteilt werden.

Ausführungsbeispiel

[0029] Im folgenden ist der Gegenstand der Erfindung anhand der [Fig. 1](#) näher erläutert.

[0030] [Fig. 1](#) zeigt schematisch im Längsschnitt (quer zur Längsachse des UV-Strahlers geschnitten) eine translatorisch bewegliche Bestrahlungseinheit mit einem darin angeordneten UV-Strahler, welcher im vorgegebenen Abstand oberhalb eines in einer stationären Halterung befindlichen Substrats angeordnet ist;

[0031] Gemäß [Fig. 1](#) befindet sich Substrat **1** in einer stationären Halterung **3**, wobei das Substrat in einer Ebene durch Stifte **2** gestützt wird, die beispielsweise eine optimale Erwärmung durch IR-Strahler **17** auf der unteren Seite des Substrats während der Beschichtung ermöglichen; eine solche Halterung ist beispielsweise aus dem US-Patent 4,687,544 bekannt. Falls jedoch keine Erwärmung des Substrats erforderlich ist, kann das Substrat jedoch auch in einer flächenhaften Ausnehmung einer Halterung angeordnet werden, wie dies nachfolgend anhand [Fig. 2](#) beschrieben ist.

[0032] Weiterhin ist gemäß [Fig. 1](#) oberhalb von Substrat **1** die Bestrahlungseinheit **5** zu erkennen, die in ihrem Inneren einen UV-Strahler **4** aufweist. Durch wenigstens eine seitliche Öffnung **20**, **21** zwischen der Bestrahlungseinheit **5** und dem Substrat **1** wird Gas zur Bildung der reaktiven Fragmente eingebracht, wobei die UV-Strahlung sowohl auf das Gas im Bereich zwischen UV-Strahler **4** und Substrat **1** als auch auf die Oberfläche des Substrats **1** einwirkt. Die Einbringung kann bei Einsatz von atmosphärischer Luft als zu bestrahlendes Gas durch natürliche Konvektion erfolgen; es ist jedoch auch möglich, andere Gase über seitliche Düsen einzubringen. Die Bestrahlungseinheit **5** ist mit Hilfe von Gleitrollen **13** entlang einer Halterungsschiene **14** verschiebbar angeordnet, wobei die translatorische Bewegungsrichtung hier mit dem Richtungspfeil **X** dargestellt ist; die translatorische Bewegung der Bestrahlungseinheit sowohl in **X**-Richtung als auch in Gegenrichtung erfolgt dabei vorzugsweise durch einen hier nicht dargestellten steuerbaren Antriebsmotor, vorzugsweise einen Linearmotor. Die Längsachse des im Querschnitt dargestellten UV-Strahlers **4** ist mit Bezugszeichen **9** versehen.

[0033] Um eine möglichst rasche und vollständige

Behandlung des Substrats zu ermöglichen, wird vorzugsweise eine langgestreckte UV-Strahlenquelle **4** eingesetzt, deren Länge wenigstens der kleinsten Ausdehnung des Substrats entspricht, beispielsweise dem Durchmesser eines runden Wafers als Substrat entspricht. Der Abstand zwischen Substrat **1** und UV-Strahler **4** ist mit „D“ bezeichnet, er liegt bei Atmosphärenbedingungen im Bereich von 1 bis 10 mm.

[0034] Die eigentliche Reaktion findet im Bereich **7** zwischen UV-Strahler **4** und Substrat **1** statt, wobei die vom UV-Strahler **4** ausgehende Strahlung einerseits durch die zu behandelnden Moleküle zwecks deren Umwandlung absorbiert wird, andererseits noch genügend Strahlungs-Intensität vorliegt, um eine für die Oberflächenbehandlung ausreichende Bestrahlungsstärke auf dem Substrat **1** zu erzielen.

[0035] Eine solche Anordnung ist sowohl für die Reinigung bzw. Oberflächenstrukturierung als auch für die Beschichtung der Substratoberfläche geeignet.

[0036] Dagegen ist es bei Zufuhr von Stickstoff oder eines anderen, die UV-Strahlung nicht absorbierenden Inertgases, über eine oberhalb des Strahlers **4** gelegenen Einlassöffnung **10** möglich, aufgrund der geringeren Absorption einen größeren Abstand „D“ einzustellen.

[0037] Weiterhin kann Abstand „D“ auch unter Atmosphärenbedingungen erhöht werden, sofern eine Bestrahlung der Substratoberfläche mit Photonen nicht mehr notwendig ist, wie dies bei der Beschichtung bzw. Lagen-Beschichtung der Substratoberfläche zutrifft.

[0038] Bei langgestreckten Substraten, bzw. Substraten als Bandmaterial, die entlang ihrer größten Ausdehnung parallel zur Längsachse des rohrförmigen Entladungsraumes des UV-Strahlers relativ bewegt werden, ist eine der [Fig. 1](#) analoge Vorrichtung einsetzbar, d.h. in solchen Fällen verläuft die Längsachse des UV-Strahlers parallel zur X-Richtung. Darüber hinaus ist es für die Bewegung von Substraten als durchlaufendes Bandmaterial möglich, diese mit Hilfe eines umlaufenden Förderbandes sowohl in X-Richtung als auch senkrecht zur Strahler-Längsachse zu bewegen.

[0039] Auch die Einbringung des zu bestrahlenden Gases erfolgt analog zu der anhand [Fig. 1](#) beschriebenen Vorrichtung.

[0040] Die Halterung **3**, besteht vorzugsweise aus einem verschleißarmen, korrosionsbeständigen, für verhältnismäßig dünne oder sensible Substrate ausreichend weichen Werkstoff.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Behandlung von Oberflächen von Substraten aus organischen oder anorganischen Werkstoffen, bei welchem durch wenigstens einen im vorgegebenen Abstand angeordneten UV-Strahler mittels UV-Bestrahlung reaktive Fragmente erzeugt werden, wobei der UV-Strahler als Entladungslampe mit einem gasgefüllten, langgestreckten Entladungsraum ausgebildet ist, dessen Wandungen durch ein Dielektrikum gebildet sind, das auf der dem Entladungsraum abgewandten Seite mit wenigstens einer Elektrode versehen ist, **dadurch gekennzeichnet**, dass während der UV-Bestrahlung der wenigstens eine UV-Strahler bewegt wird, so dass zwischen dem Substrat und dem wenigstens einen UV-Strahler eine translatorische und/oder rotatorische Relativ-Bewegung erfolgt.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die reaktiven Fragmente in Form von Radikalen oder Ionen erzeugt werden.

3. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, dass zur Bildung der Radikale Moleküle von Sauerstoff, Ammoniak, Chlor, Fluor, Chlorwasserstoff, Fluorwasserstoff, Wasserstoff und Distickstoffmonoxid mit UV-Strahlung bestrahlt werden.

4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass die Moleküle zur Bildung der Radikale mit UV-Strahlung einer Wellenlänge zwischen 60 nm und 350 nm bestrahlt werden.

5. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass die Moleküle mit einer Excimer-Strahlung der Wellenlänge von 172 nm bestrahlt werden.

6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass die Behandlung unter Atmosphärenbedingungen und Atmosphärendruck durchgeführt wird.

7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass die Behandlung in einem Reaktor mit Unterdruck oder unter Vakuum durchgeführt wird.

Es folgt ein Blatt Zeichnungen

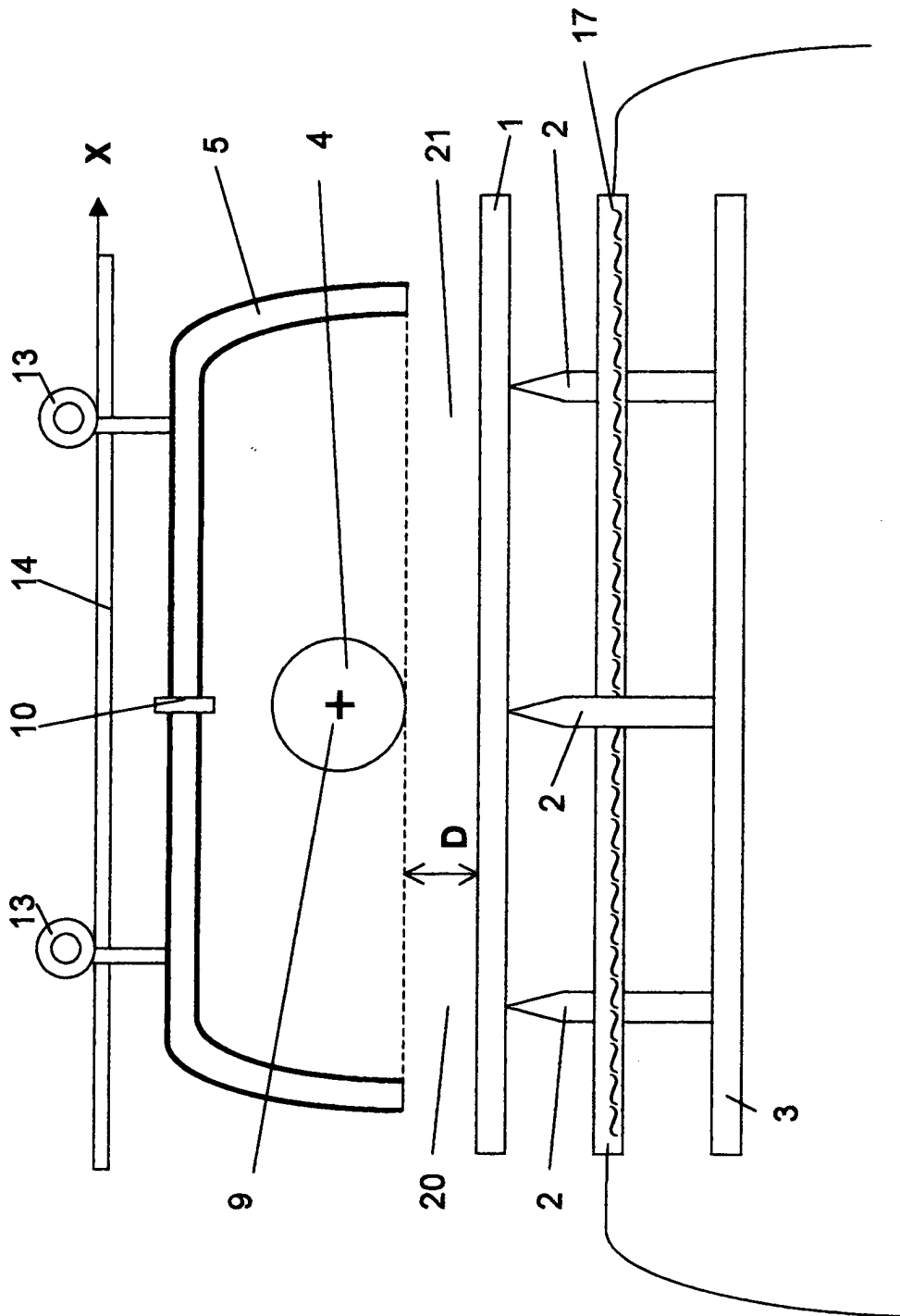


Fig. 1