

(19) RÉPUBLIQUE FRANÇAISE  
INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE  
PARIS

(11) N° de publication :  
(à n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction)

2 533 270

(21) N° d'enregistrement national :

83 14759

(51) Int Cl<sup>3</sup> : F 04 B 37/08; F 25 B 19/00.

(12)

## DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

(22) Date de dépôt : 16 septembre 1983.

(30) Priorité CH, 17 septembre 1982, n° 5501/82-0.

(71) Demandeur(s) : Société dite : BALZERS AKTIENGESELLSCHAFT, société régie par les lois du Liechtenstein.  
— LI.

(72) Inventeur(s) : Dr. Otto Winkler.

(43) Date de la mise à disposition du public de la demande : BOPI « Brevets » n° 12 du 23 mars 1984.

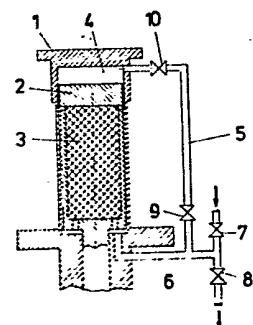
(60) Références à d'autres documents nationaux apparentés :

(73) Titulaire(s) :

(74) Mandataire(s) : Annick Thibon-Littaye.

(54) Procédé et dispositif pour la régénération rapide de pompes cryogéniques autonomes.

(57) Pour raccourcir le temps de régénération de pompes cryogéniques autonomes, lors du dégel une liaison directe 5 est établie entre la chambre d'expansion associée 4 et la source de gaz à haute pression du générateur cryogénique pour le réchauffement de la surface de condensation à basse température 4, le générateur cryogénique restant en fonctionnement; l'invention s'applique notamment à des pompes cryogéniques autonomes à plusieurs étages.



FR 2 533 270 - A1

D

Procédé et dispositif pour la régénération rapide de pompes cryogéniques autonomes.

L'invention concerne des pompes cryogéniques qui sont utilisées pour produire un vide poussé et très poussé dans des installations sous vide, dans lesquelles des processus sous vide se déroulent à échelle industrielle. De 5 puis quelques années, des pompes cryogéniques sont de plus en plus utilisées dans ce but étant donné que non seulement elles possèdent une capacité de pompage spécifique très élevée, mais peuvent également produire un vide "propre", sans hydrocarbures avec de faibles pressions finales. Etant donné qu'à l'opposé des pompes à vide où il doit y avoir un refoulement, les gaz aspirés sont emmagasinés dans la pompe cryogénique, une régénération est nécessaire de temps en temps. L'invention concerne spécialement ce problème.

15

Des pompes cryogéniques sont utilisées par exemple dans des installations pour la fabrication de couches minces par pulvérisation cathodique qui travaillent dans la gamme de pression allant de 0,1 à 1 Pa pour un débit 20 d'argon relativement important. Pour obtenir des résultats reproductibles dans le cas d'installations commandées par programme et une bonne qualité des couches, la pression partielle des autres gaz résiduels, notamment la pression partielle de l'hydrogène doit être maintenue aussi faible 25 que possible dans la chambre de dépôt des couches.

Cependant, une capacité de pompage suffisante pour l'hydrogène est également importante pour d'autres processus sous vide, des quantités d'hydrogène très importantes étant libérées, par exemple dans le cas d'un dépôt par évaporation sous vide très poussé, dans le cas de l'évaporation de métaux, que ce soit en provenance du creuset

d'évaporation et du matériau évaporé ou que ce soit par l'intermédiaire de réactions des parois dans la chambre sous vide entre autres. Cependant, précisément pour l'hydrogène - et également pour l'hélium - la capacité d'emmagasinage des pompes cryogéniques classiques est faible.

Pour le fonctionnement de pompes cryogéniques dites autonomes, c'est-à-dire de pompes cryogéniques qui travaillent sans amenée d'agent de refroidissement en provenance de l'extérieur, on utilise la plupart du temps actuellement des générateurs cryogéniques qui sont basés soit sur le cycle de Stirling soit sur le cycle de Gifford-MacMahon. Pour obtenir les basses températures nécessaires pour la condensation des gaz permanents, on prévoit souvent deux étages de générateurs cryogéniques montés l'un 15 à la suite de l'autre. Les gaz plus facilement condensables, comme par exemple la vapeur d'eau, le CO<sub>2</sub> et des hydrocarbures supérieurs, sont condensés sur les surfaces de condensation cryogéniques liées au premier étage, qui sera appelé ci-après étage à haute température (étage HT).

La température de l'étage HT se trouve la plupart du temps dans la gamme allant de 70 à 120°K. Elle refroidit simultanément l'écran de rayonnement pour le second étage, qui sera appelé ci-après étage à basse température (étage BT). Les gaz (comme Ar, O<sub>2</sub> et N<sub>2</sub>) sont fixés sur les surfaces 25 de condensation qui y sont liées soit par séparation par congélation soit (comme H<sub>2</sub>, He et Ne) par cryosorption sur un agent d'adsorption, par exemple du charbon actif. La température de l'étage BT se trouve la plupart du temps dans la gamme allant de 15 à 20°K.

30

La température qui se règle sur les surfaces cryogéniques des deux étages est déterminée d'une part par la puissance calorifique respectivement disponible au niveau des deux étages et d'autre part par l'enthalpie des gaz 35 aspirés et par le flux thermique qui est amené, par rayon-

nement et conduction thermique, par l'environnement.

La pression d'équilibre des gaz condensés ou adsorbés, par exemple de l'hydrogène, est fonction de la température qui se règle au niveau de l'étage BT. Bien que  $H_2$  possède une pression d'équilibre d'environ  $10^5 \text{ Pa}$  pour une température de  $20^\circ\text{K}$ , il est possible de faire baisser la pression partielle d'hydrogène en deçà de  $10^{-4} \text{ Pa}$  par adsorption cryogénique dans du charbon actif qui est collé sur la surface cryogénique BT. La quantité d'hydrogène qui peut ce faisant être pompée est cependant limitée. Elle dépend de la quantité d'agent d'adsorption, de sa température et de la quantité des autres gaz qui ont été adsorbés simultanément ou déjà préalablement.

Après un certain temps l'agent d'adsorption se sature et la pression d'équilibre de l'hydrogène commence à augmenter. Il est alors nécessaire de régénérer l'agent d'adsorption par étuvage. Jusqu'ici ceci n'était possible qu'en mettant le générateur cryogénique hors service.

20

Afin que la capacité d'adsorption ne soit pas épuisée trop tôt et que de ce fait la température superficielle de l'agent d'adsorption, qui est déterminée en même temps que la pression d'équilibre dans le cas de processus de pompage dynamique, soit aussi faible que possible, les régions des surfaces cryogéniques BT qui sont recouvertes d'agent d'adsorption sont disposées de manière à être protégées du rayonnement provoqué par des surfaces dont la température est plus élevée et que tous les gaz, à l'exception de He et  $H_2$ , arrivent au niveau de l'agent d'adsorption, avec une probabilité importante d'être condensés auparavant.

Même lorsque cette hypothèse est remplie, l'expérience montre, au moins dans les cas où de très grosses

quantités de gaz ne sont pas aspirées, comme par exemple dans le cas d'installations pour une pulvérisation cathodique, qu'en général l'élimination de l'hydrogène doit déjà avoir lieu à un instant où la pression d'équilibre 5 des autres gaz sur la surface cryogénique BT n'a pas encore dépassé la valeur admissible.

Comme on l'a dit, une exception est l'utilisation d'une pompe cryogénique dans le cas de la pulvérisation cathodique. Ici, la plupart du temps des quantités de gaz si importantes sont condensées que finalement le gradient de température qui s'établit dans la couche condensée, ou l'engorgement des espaces intermédiaires entre les surfaces de condensation oblige à une régénération. 15 Dans les deux cas, jusqu'ici l'installation sous vide devait être arrêtée pour la régénération et ceci est un facteur, intervenant dans les coûts de fonctionnement, dont l'influence devrait être réduite dans toute la mesure du possible.

20

Jusqu'ici la régénération avait lieu de manière que la pompe cryogénique soit isolée de l'installation sous vide par l'intermédiaire d'une soupape à vide poussé puis débranchée. Les surfaces cryogéniques se réchauffent alors, 25 tout d'abord très lentement par suite du rayonnement thermique provenant de l'environnement et finalement plus rapidement par la conduction de chaleur du gaz de nouveau évaporé par les surfaces de condensation, jusqu'à la température ambiante. Les gaz libérés sont éliminés par pompage 30 à l'aide de la pompe à vide préliminaire dont on a également besoin pour la mise sous vide préliminaire de l'installation sous vide. De l'eau condensée est également de nouveau évaporée, mais cependant partiellement adsorbée au niveau des surfaces intérieures de la pompe cryogéniques.

35

Le nouveau refroidissement peut avoir lieu par la

remise en route du générateur cryogénique dès qu'une pression d'environ 10 Pa est de nouveau atteinte dans la pompe cryogénique. Ce faisant, la pression partielle de vapeur d'eau est abaissée très rapidement jusqu'à des valeurs inférieures à environ 0,1 Pa. Etant donné que le gaz résiduel est constitué essentiellement par de la vapeur d'eau, la conductibilité thermique n'est alors encore que faible par rapport au rayonnement thermique de sorte que la plus grande partie de la capacité frigorifique est de nouveau disponible pour le refroidissement du générateur cryogénique et de la surface cryogénique.

Le temps nécessaire à la régénération se compose du temps de réchauffement et du temps de refroidissement.

15 Le temps de réchauffement est déterminé d'une part par l'enthalpie de la quantité de gaz condensée et d'autre part par la masse des étages HT et BT et des surfaces cryogéniques associées, la première grandeur étant entre autres déterminante dans le cas de processus avec un débit de gaz important comme par exemple des installations de dépôts de couches par pulvérisation cathodique, et la seconde grandeur étant la plupart du temps déterminante dans le cas d'installations avec un faible débit de gaz.

25 Le temps de refroidissement dépend essentiellement de nouveau de la masse à refroidir, de la pompe cryogénique et de la capacité frigorifique des deux étages dans la gamme de température balayée. En général, un cycle de régénération dure plusieurs heures dans le cas d'une pompe cryogénique autonome.

Le but de l'invention est d'obtenir un raccourcissement sensible du temps de régénération de pompes cryogéniques autonomes. Le procédé suivant l'invention pour la régénération de pompes cryogéniques autonomes par dégel de ses surfaces de condensation à basse température refroidies

par un générateur cryogénique est caractérisé par le fait que le générateur cryogénique est maintenu en fonctionnement pendant le dégel et que la source de gaz à haute pression utilisée pour le fonctionnement du générateur cryogénique est reliée directement, par une dérivation, qui peut être fermée, en direction du régénérateur, aux chambres d'expansion du générateur cryogénique qui coopèrent avec des surfaces de condensation à basse température.

10. Grâce à ce procédé qui prévoit donc que sensiblement seules les surfaces de condensation à basse température et les parois des chambres d'expansion associées doivent être réchauffées par amenée de gaz chaud, sans que la température des autres parties de la pompe cryogénique autonome varie sensiblement, dans la plupart des cas on obtient déjà un raccourcissement du temps de régénération jusqu'à moins de la moitié. De façon particulièrement avantageuse, dans le cas de plusieurs étages le temps pour le refroidissement de l'étage HT du générateur cryogénique disparaît 15 dans le cas du procédé suivant l'invention. Lorsque l'étage HT reste à basse température, il n'existe aucun danger de contamination ou d'engorgement de l'agent d'adsorption sur les surfaces cryogéniques de l'étage BT par des gaz facilement condensables, comme de la vapeur d'eau ou 20 du CO<sub>2</sub>. Il suffit que la température des surfaces cryogéniques BT soit augmentée uniquement dans la mesure où cela est nécessaire pour éliminer les gaz permanents adsorbés et condensés. On suppose bien entendu que la capacité frigorifique des deux étages est suffisante pour pouvoir sur- 25 monter l'amenée de chaleur qui est déterminée alors principalement par la conductibilité thermique du gaz évaporé.

L'invention concerne également une pompe cryogénique convenant pour la mise en oeuvre du procédé précédemment défini. Cette pompe cryogénique autonome suivant

l'invention comportant un raccordement pour un générateur cryogénique et des surfaces de condensation à basse température refroidies par celui-ci pendant le pompage pour les gaz devant être fixés, est caractérisée par le fait  
5 qu'il existe une liaison directe, qui peut être fermée, entre la chambre d'expansion et la source à haute pression du générateur cryogénique.

Afin que lors du fonctionnement de la pompe  
10 cryogénique l'amenée de chaleur à la tête de refroidissement par l'intermédiaire de la conduite de dérivation soit supprimée ou au moins reste faible, de façon avantageuse dans cette conduite sont montées en série deux soupapes de blocage dont l'une est disposée au niveau de l'extrême-  
15 mité froide et dont l'autre est disposée au niveau de l'extrême-chaude de la conduite de dérivation. Ceci empêche qu'il y ait un échange de gaz, aussi bien à partir de la chambre d'expansion qu'à partir de la source de gaz, qui pourrait conduire à un transfert de chaleur inadmissible.  
20 On doit également faire en sorte qu'aucun transfert de chaleur n'ait non plus lieu par conduction de chaleur. Pour l'amenée jusqu'à la soupape au niveau du côté froid, on doit par conséquent utiliser un tube à paroi mince constitué par un matériau présentant une faible conductibilité thermique,  
25 par exemple de l'acier inoxydable. Il faut en outre faire attention à ce que le volume mort de la conduite à partir de cette soupape jusqu'à la chambre d'expansion reste aussi faible que possible par rapport au volume d'expansion, afin que la capacité frigorifique ne conduise à aucune  
30 perte notable pour une puissance donnée du compresseur. D'autre part, sa conductance doit encore rester suffisamment importante pour qu'il y ait introduction ou sortie de gaz dans ou hors de la chambre d'expansion pendant le processus de dégel, principalement par l'intermédiaire de la dérivation.  
35

L'invention sera mieux comprise à l'aide de la description suivante de plusieurs exemples de réalisation préférés mais non limitatifs représentés aux dessins annexés sur lesquels :

5

la figure 1 est une représentation schématique de l'agencement de la dérivation dans le cas d'un générateur cryogénique à un étage ;

10

la figure 2 représente l'agencement d'une dérivation en direction de l'étage BT dans le cas d'un générateur cryogénique à deux étages ; et

15

la figure 3 représente un exemple de réalisation d'un dispositif préféré pour la mise en oeuvre du procédé suivant l'invention dans le cas d'une pompe cryogénique à deux étages.

Sur la figure 1, la référence 1 désigne la tête de refroidissement et la référence 2 désigne le dispositif de déplacement dans lequel est disposé le régénérateur 3 qui est constitué par des billes de bronze ou des grilles en bronze. La référence 4 désigne le volume d'expansion auquel est raccordée la conduite de dérivation 5. Du côté inférieur du dispositif de déplacement est disposée la conduite 6 d'aménée de gaz à haute pression qui conduit au côté haute pression par l'intermédiaire de la soupape 7 et au côté basse pression de la source de gaz par l'intermédiaire de la soupape 8. Lorsque la soupape 7 est ouverte, en fonctionnement normal le gaz circule à travers le régénérateur, par l'intermédiaire de la conduite 6, et au niveau des parois de la tête de refroidissement le long de la chambre d'expansion, et après fermeture de la soupape 7 et l'ouverture de la soupape 8, il revient en sens opposé en se dilatant. Ce faisant le gaz est refroidi.

Cependant, si les soupapes 9 et 10 de la conduite de dérivation 5 sont ouvertes, seul un courant partiel du gaz circule à travers le régénérateur et l'autre partie passe par la dérivation. Ce dernier courant partiel 5 conserve toute sa chaleur lors de son entrée dans la chambre d'expansion. A vrai dire lors de la dilatation qui suit il apparaît également un refroidissement, mais jusqu'à un niveau de température nettement plus important que celui précédemment évoqué. En raison de l'absence de 10 l'effet de régénération, la quantité de chaleur amenée est égale à un multiple de la capacité frigorifique et conduit par conséquent à un réchauffement progressif de la tête de refroidissement 1.

15 La figure 2 représente l'agencement dans le cas d'un régénérateur cryogénique à deux étages. Ici les parties identiques à celle de la figure 1 sont également désignées par les mêmes références. Sur le dispositif de déplacement 2 repose un second dispositif de déplacement 11 plus petit 20 qui contient également un régénérateur 12 qui est constitué par des billes de plomb. La référence 13 désigne la tête de refroidissement BT qui se trouve à basse température et qui contient le volume d'expansion 14 auquel est raccordée, en correspondance avec l'invention, une conduite de dérivation 15 comportant des soupapes 16 et 17. 25

En fonctionnement normal, dans la phase de chargement le gaz à haute pression circule dans la chambre d'expansion 4, par l'intermédiaire du régénérateur 3, et de 30 là dans la chambre d'expansion 14, par l'intermédiaire du régénérateur 12. Dans la phase d'expansion le gaz circule en sens inverse.

Si les soupapes 16 et 17 sont ouvertes, seules 35 les surfaces cryogéniques sont dégelées au niveau de l'éta-

ge BT. Le gaz dans l'étage BT circule maintenant en sens inverse dans la phase de chargement, de la chambre d'expansion 14 vers la chambre d'expansion 4. La chute de température dans le régénérateur 12 s'inverse donc et il a-  
5 git maintenant comme un régénérateur monté en parallèle sur le régénérateur 3. Pour le gaz pénétrant dans la chambre d'expansion 4 à partir du bas il n'y a pas grand chose de changé. L'action de régénération reste maintenue et la température et la capacité frigorifique de l'étage HT ne  
10 varient que très peu. Seul l'étage BT se réchauffe.

Il existe deux possibilités pour la commande du réchauffement ou de la vitesse de dégel, soit la disposition d'une soupape d'étranglement 18 devant ou derrière  
15 la soupape 17 dans la conduite de dérivation, soit l'ouverture et la fermeture périodiques de cette conduite.

La figure 3 représente un autre exemple de réalisation pour l'application de l'invention dans le cas  
20 d'une pompe cryogénique à deux étages. La référence 34 désigne l'étage HT et la référence 20 désigne l'étage BT. Les surfaces de condensation et l'écran vis-à-vis du rayonnement 21, 22 et 23 sont couplés à l'étage HT, et les surfaces de condensation 24 à paroi mince en forme d'as-  
25 siettes sont couplées à l'étage BT. Ces surfaces sont recouvertes de charbon actif au niveau des endroits opposés au côté d'entrée des gaz. Leur configuration est particulièremment avantageuse lors de l'aspiration de quantités importantes de gaz argon dans le cas d'installations de  
30 pulvérisation, étant donné que les surfaces situées en arrière recouvertes de charbon actif restent protégées, par la formation de nervures, vis-à-vis de la condensation de l'argon et que lors du dégel l'argon éventuellement liquéfié ne peut pas goutter. Le couplage thermique avec l'étage  
35 BT du générateur cryogénique a lieu par l'intermédiaire de

pièces d'écartement 25 se présentant sous la forme de sections de tube en argent extra-pur ou en cuivre extra-pur.

5           La pompe cryogénique se trouve dans un boîtier cylindrique 26 comportant le raccord 27 de vide préliminaire et peut y être placée en tant qu'unité finie de monter et être vissée de façon étanche au vide avec la collerette 28.

10

La conduite de dérivation se compose de deux sections 29 et 30. Cette dernière communique, par l'intermédiaire de la soupape 31, avec la chambre 32 au niveau du côté inférieur du dispositif de déplacement 33 de l'étage HT et en outre, par l'intermédiaire de 45, avec la source de gaz à haute pression. Cette section de tube 30 est constituée par un tube à paroi mince en acier inoxydable qui est fixé par brasage, en 35, dans la collerette 36 du générateur cryogénique. A l'intérieur de cette section 20 de tube se trouve la tige de soupape 37 pour l'actionnement de la soupape 38 du côté froid de la conduite de dérivation. Cette soupape se trouve déjà à la température de l'étage BT. De là, la section de tube étroite 29 conduit, par l'intermédiaire d'une rainure en spirale 40 dans la tête 25 de refroidissement, à la chambre d'expansion 39 de l'étage BT. Cette rainure en spirale 40 améliore le transfert de chaleur entre le gaz qui pénètre et qui sort et la tête de refroidissement.

30

L'actionnement des soupapes 31 et 38 a lieu par l'intermédiaire des électro-aimants 41, à l'encontre de la force du ressort 43. Le ressort 42 assure un couplage élastique entre les deux soupapes, de sorte que les deux se ferment avec une force prédéterminée exercée par le ressort.

La tige de soupape 37 et les cônes de soupape 38 et 31 sont avantageusement constitués par une matière synthétique, par exemple du Téflon.

Revendications

1. Procédé pour la régénération de pompes cryogéniques autonomes par dégel de leurs surfaces de condensation à basse température refroidies par un générateur cryogénique, caractérisé par le fait que le générateur  
5 cryogénique est maintenu en fonctionnement pendant le dégel et que la source de gaz à haute pression utilisée pour le fonctionnement du générateur cryogénique est reliée directement, par une dérivation (5,15,29,30), qui peut être fermée, en direction du régénérateur (3), aux chambres  
10 d'expansion (4,14,39) du générateur cryogénique qui coïncident avec des surfaces de condensation à basse température (1,13,24).
2. Procédé suivant la revendication 1, caractérisé par  
15 le fait que la dérivation (5,15,29,30) est bloquée par deux soupapes montées l'une derrière l'autre, dont l'une (10, 16,38) est disposée au niveau de l'extrémité froide et dont l'autre (9,17,31) est disposée au niveau de l'extrémité chaude de la dérivation.  
20
3. Procédé suivant l'une des revendications 1 ou 2, caractérisé par le fait que lors de l'utilisation d'un générateur cryogénique à plusieurs étages, seul l'étage à plus basse température (14,39) est couplé directement  
25 à la source de gaz à haute pression, de sorte que le dégel reste limité aux surfaces à basse température (13,24) qui sont couplées à cet étage.
4. Procédé suivant la revendication 1, caractérisé par  
30 le fait que le processus de dégel est commandé en dosant l'amenée de gaz par l'ouverture et la fermeture périodiques des soupapes de blocage (10,16,38,9,17,31).

5. Procédé suivant la revendication 1, caractérisé par le fait que le processus de dégel est commandé en régulant l'amenée de gaz par l'intermédiaire d'un étranglement réglable (18) dans la conduite de gaz.

5

6. Pompe cryogénique autonome pour la mise en oeuvre du procédé suivant la revendication 1, comportant un raccordement pour un générateur cryogénique et des surfaces de condensation à basse température refroidies par celui-ci pendant le pompage pour les gaz devant être fixés, caractérisée par le fait qu'il existe une liaison directe (5, 15, 29, 30) qui peut être fermée, entre la chambre d'expansion (4, 14, 39) et la source à haute pression du générateur cryogénique.

15 7. Pompe suivant la revendication 6, caractérisée par le fait qu'elle est agencée en deux étages et qu'il existe une dérivation (5,15,29,30), qui peut être bloquée, en direction des régénérateurs (3,12) entre la chambre d'expansion (14,39) de l'étage à basse température (13,24) et la 20 source de gaz à haute pression (7,8).

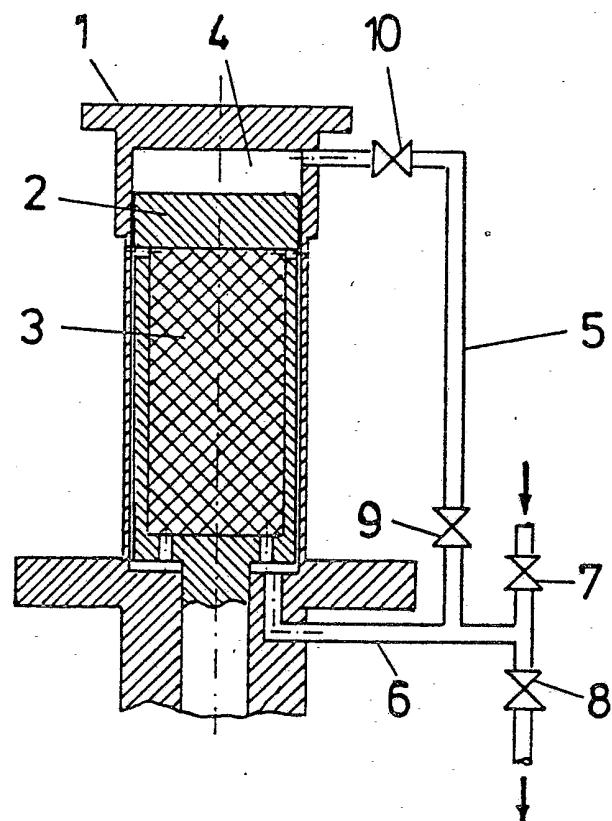


Fig. 1

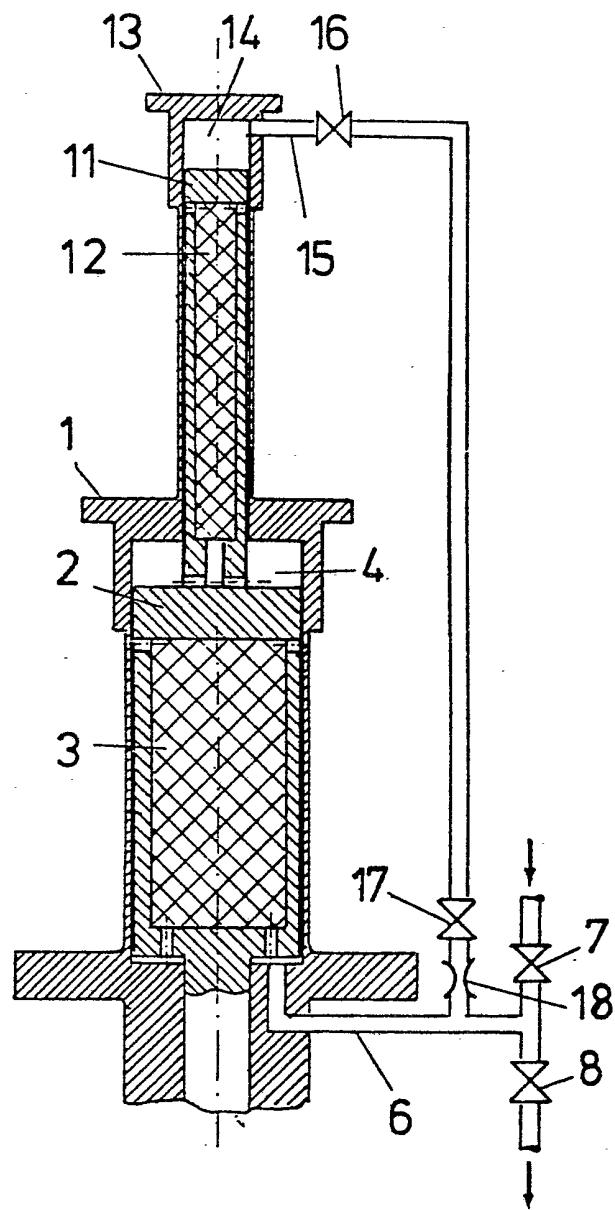


Fig. 2

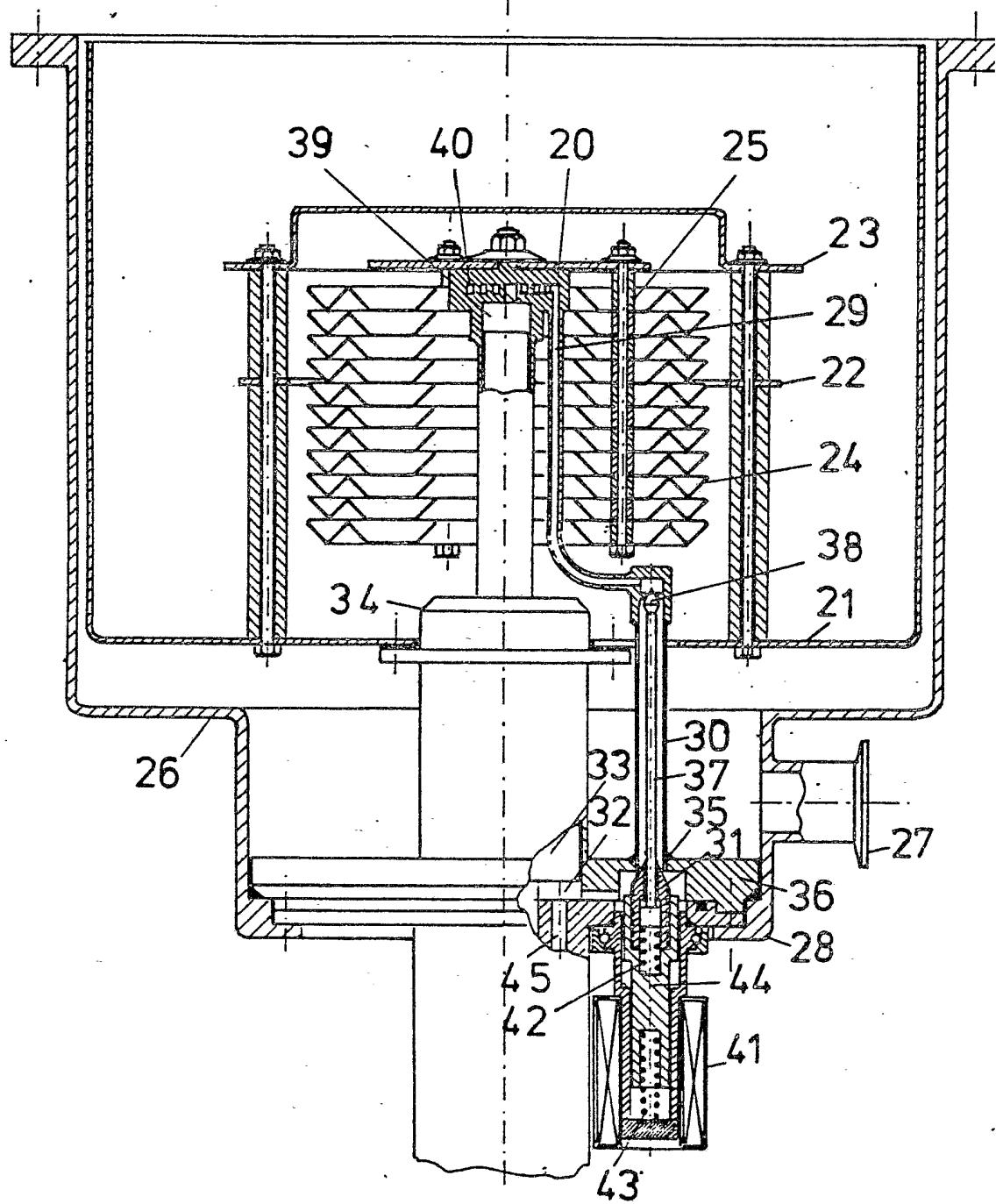


Fig. 3