



(22) Date de dépôt/Filing Date: 1992/11/12

(41) Mise à la disp. pub./Open to Public Insp.: 1993/05/15

(45) Date de délivrance/Issue Date: 2001/10/02

(30) Priorité/Priority: 1991/11/14 (91 14004) FR

(51) Cl.Int.<sup>5</sup>/Int.Cl.<sup>5</sup> F17D 1/04

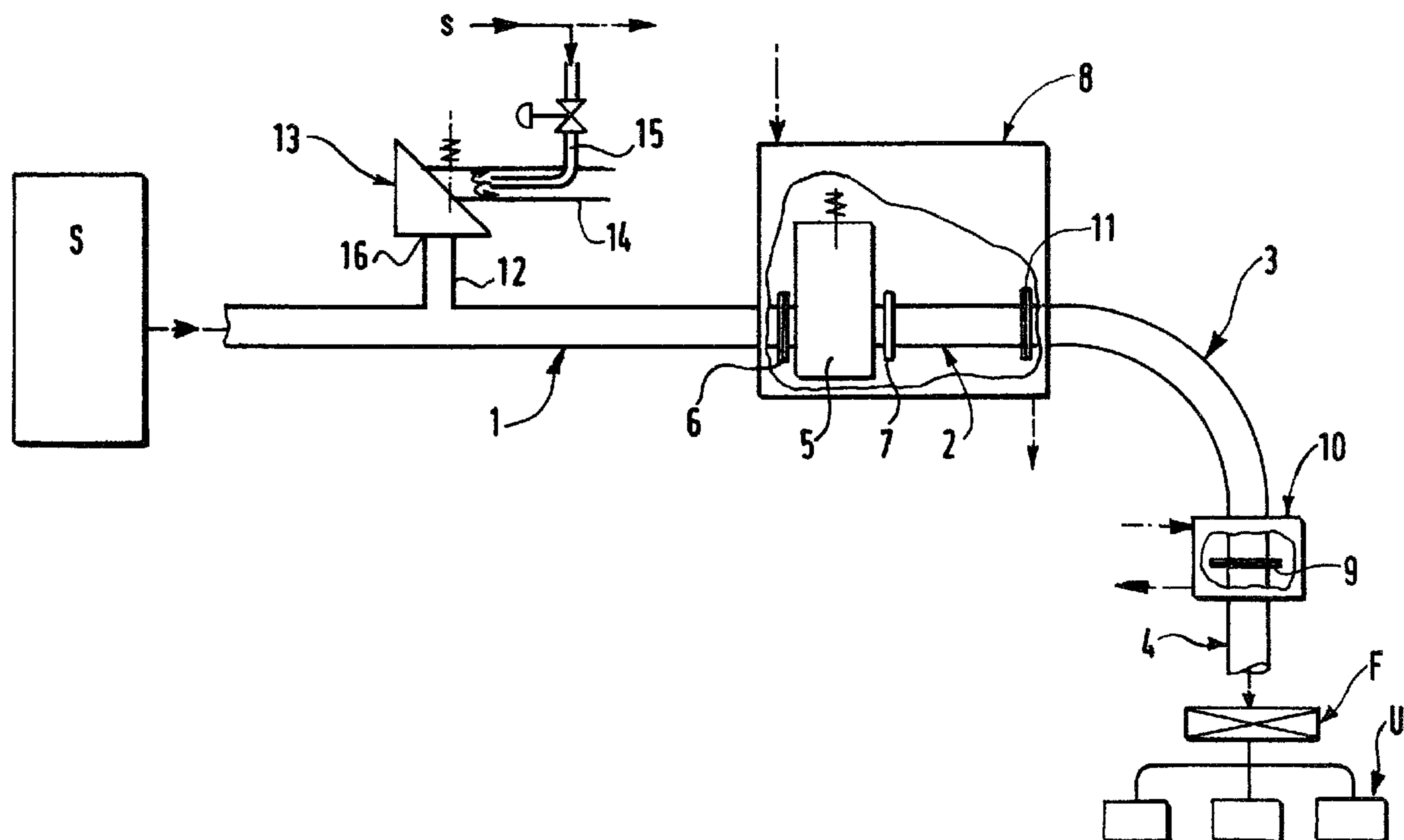
(72) Inventeur/Inventor:  
Venet, François, US

(73) Propriétaire/Owner:  
L'AIR LIQUIDE, SOCIETE ANONYME POUR L'ETUDE  
ET L'EXPLOITATION DES PROCED ES GEORGES  
CLAUDE, FR

(74) Agent: SWABEY OGILVY RENAULT

(54) Titre : INSTALLATION DE DISTRIBUTION D'AZOTE A TRES HAUTE PURETE ET PROCEDE DE MISE EN  
OEUVRE

(54) Title: HIGH PURITY NITROGEN DISTRIBUTION SYSTEM



(57) Abrégé/Abstract:

Les portions de tubulures de longueur  $L$  ayant une section linéaire  $S_1$  et véhiculant un débit volumique d'azote  $Q$  tel que, pour obtenir une concentration molaire en impuretés de dégazage inférieure à  $C_{\max}$ , on ait  $Q/S_1$  non inférieur à  $9,5 \times 10^{-9} L/C_{\max}$ , sont réalisées en acier inoxydable à faible teneur en carbone non électro-polies et/ou chimiquement traitées, les jonctions entre tubulures et/ou avec des organes actifs étant maintenues extérieurement dans une atmosphère neutre de protection confinée dans un boîtier étanche. Application notamment aux industries électroniques.



ABRÉGÉ DESCRIPTIF

Les portions de tubulures de longueur  $L$  ayant une section linéaire  $S_1$  et véhiculant un débit volumique d'azote  $Q$  tel que, pour obtenir une concentration molaire en impuretés de dégazage inférieure à  $C_{\max}$ , on ait  $Q/S_1$  non inférieur à  $9,5 \times 10^{-9} L/C_{\max}$ , sont réalisées en acier inoxydable à faible teneur en carbone non électro-polies et/ou chimiquement traitées, les jonctions entre tubulures et/ou avec des organes actifs étant maintenues extérieurement dans une atmosphère neutre de protection confinée dans un boîtier étanche. Application notamment aux industries électroniques.

La présente invention concerne les installations de distribution d'azote à très haute pureté, notamment pour l'industrie électronique, comprenant au moins une série de tubulures et des organes actifs.

Par "azote à très haute pureté", on entend de l'azote contenant des traces d'impuretés, principalement eau, hydrogène et oxygène, inférieures à 100 ppb. Par "organes actifs", on entend les différents types de vannes ou de clapets permettant de commander et de contrôler la distribution du gaz dans l'installation.

Les très hauts degrés de pureté requis pour la fabrication de circuits intégrés à très haute densité imposent de limiter au minimum les risques de contamination dans les installations de distribution des gaz alimentant ces installations et produits, à la source, avec une très haute pureté. Dans les installations de distribution, il existe essentiellement trois sources de contamination résultant de problèmes de fuites ou de rétro-diffusion (principalement pour la vapeur d'eau et l'oxygène), du dégazage des éléments de l'installation elle-même (essentiellement pour l'eau et l'hydrogène) et des volumes morts. Une première approche pour limiter ces risques de contamination a consisté à utiliser des tubulures extrêmement soignées ayant subi des traitements internes particuliers, essentiellement un électro-polissage ou un traitement chimique, et des organes actifs spéciaux tels que des vannes à soufflets, à diaphragmes, des vannes comportant des soupapes spéciales, et des assemblages sans brides. Ces équipements spéciaux sont extrêmement onéreux, compliquent la mise en oeuvre de l'installation et certains éléments des composants spéciaux, en particulier les soufflets, constituent des pièges additionnels d'humidité et d'impuretés.

La présente invention a pour objet de proposer une installation de distribution d'azote à très haute pureté permettant, à des coûts d'investissement et de mise en oeuvre réduits, de limiter grandement les sources de contamination.

Pour ce faire, selon une caractéristique de l'invention, l'installation comporte des portions de tubulures de longueur totale  $L$  (en m) et ayant une section linéaire  $S_l$  (en  $m^2/m$ ) et dans lesquelles le débit d'azote  $Q$  (en  $Nm^3/h$ ) nécessaire pour obtenir une concentration molaire  $C$  en impuretés de dégazage inférieure à  $C_{max}$  (en mole/mole) est tel que  $Q/S_l$  n'est pas inférieur à  $9,5 \times 10^{-9} L/C_{max}$ ,

qui sont réalisées en acier inoxydable à teneur en carbone inférieure à 0,05 %, et sont non électro-polies et/ou chimiquement traitées intérieurement, lesdites portions de tubulures ayant typiquement un diamètre intérieur non inférieur à 51 mm (2"). La concentration molaire admissible  $C_{\max}$  est typiquement choisie à un dixième de la teneur maximum en impuretés garantie au cahier des charges.

La Demanderesse a en effet constaté que dans les conditions sus-mentionnées, correspondant à des diamètres et débits relativement importants intéressant essentiellement les circuits amont de l'installation de distribution, avant les filtres, des tubulures relativement classiques induisaient des niveaux (inférieurs à 1 ppb de  $H_2O$ ) de contamination dûs au dégazage non supérieurs aux tubulures sophistiquées actuellement utilisées.

Selon une autre caractéristique de l'invention, au moins certaines tubulures de l'installation sont assemblées entre elles et/ou avec des organes actifs par des jonctions maintenues extérieurement dans une atmosphère neutre de protection, au moins certains organes actifs étant avantageusement également maintenus extérieurement dans une atmosphère neutre de protection typiquement contenue dans un boîtier étanche pressurisé renfermant la jonction et/ou l'organe actif, l'atmosphère neutre de protection étant avantageusement constituée d'azote à pureté industrielle, c'est-à-dire pouvant contenir jusqu'à 1000 ppm d'impuretés.

La Demanderesse a constaté qu'avec de telles mesures il était possible de supprimer les jonctions sophistiquées classiques ainsi que les organes actifs spéciaux habituellement utilisés pour recourir à des jonctions classiques, du type à brides, et à des composants industriels classiques, le maintien de ces derniers sous une atmosphère neutre de protection, même de pureté inférieure à celle du gaz transporté, permettant d'éliminer la quasi-totalité des risques de contamination par fuites ou rétro-diffusion.

Selon une autre caractéristique de l'invention, pour la mise en oeuvre d'une telle installation, au démarrage, on balaie cette dernière avec un courant d'azote en régime turbulent (nombre de Reynolds supérieur à 2000), ce qui permet de purger efficacement les volumes morts.

D'autres caractéristiques et avantages de la présente invention ressortiront de la description suivante d'un mode de réalisation, donnée à titre illustratif mais nullement limitatif, faite en relation avec le dessin annexé, sur lequel :

La figure unique représente schématiquement une conduite de distribution d'azote ultra-pur où sont figurées les principales caractéristiques selon l'invention.

On a représenté sur cette figure une branche d'une installation de distribution d'azote depuis une source d'azote à très haute pureté S, typiquement une unité cryogénique de séparation de gaz de l'air, vers des postes d'utilisation U, via des filtres F. La branche comprend une série de portions de tubulures 1, 2, 3, 4. Si le débit volumique  $Q$  ( $\text{Nm}^3/\text{h}$ ) d'azote dans la canalisation et la section linéaire  $S_l$  ( $\text{m}^2/\text{m}$ ) des tronçons de cette dernière sont dans un rapport supérieur à 3000, typiquement à 3200, les tronçons 1 à 4 sont réalisés en acier inoxydable à bas niveau de carbone (inférieur à 0,05 %), contenant plus de 15 % de chrome et plus de 8 % de nickel, ayant subi une hyper-trempe, par exemple les nuances TP 304 L ou TP 316 L, sans nécessiter d'opérations de traitement interne, telles que l'électro-polissage ou la passivation oxygène. Dans ces conditions, pour un débit  $Q$  de  $1000 \text{ Nm}^3/\text{h}$ , à une pression de 800 kPa abs et à température ambiante, les niveaux d'impuretés dans une tubulure de 0,10 m (4") de diamètre intérieur et de 100 m de longueur sont inférieurs à 30 ppt.

Entre les tronçons 1 et 2 est interposé un organe actif, par exemple une vanne de régulation 5. Selon un aspect de l'invention, la vanne de régulation 5 est de type commercial, non spécifique aux applications haute pureté et la jonction entre les tubes 1 et 2 et la vanne 5 s'effectue par des brides classiques 6 et 7, l'ensemble de la vanne 5 et des brides 6 et 7 étant disposé dans un boîtier étanche 8 contenant de l'azote commercial en légère surpression, l'azote pouvant être un azote commercial, c'est-à-dire contenant jusqu'à 1000 ppm d'impuretés diverses, notamment de l'oxygène.

De façon similaire, la jonction entre les tronçons 3 et 4 est effectuée par des brides 9, la jonction étant enclose dans un boîtier étanche 10 contenant de l'azote commercial. Dans le mode de

réalisation représenté, la jonction à bride 11 entre les tronçons 2 et 3 est également placée sous une atmosphère neutre de protection, par exemple dans le boîtier 8. Pour une sécurité accrue, on prévoira avantageusement un joint Téflon ou métallique, type RX/BX, entre les brides de jonction.

Le tronçon 3 est un tronçon coudé et, selon un aspect de l'invention, pour éviter la formation d'irrégularités sur la surface interne de ce tronçon, le rayon de courbure du coude n'est pas inférieur à 10 fois le diamètre interne du tronçon 3.

Le tronçon 1 comporte une dérivation soudée 12 vers une vanne de purge 13 comportant une tubulure de sortie 14 du gaz de purge. Selon un aspect de l'invention, dans la tubulure 14 débouche, à contre-courant, au voisinage de la sortie du clapet de la valve 13, une conduite 15 reliée à une source s d'azote commercial débitant dans la tubulure 14 un débit d'azote commercial de l'ordre de 0,1 m/seconde pour prévenir toute rentrée d'atmosphère environnante dans la valve 13. Dans l'exemple représenté, cette dernière n'étant pas enclose dans un boîtier de protection, elle est raccordée à la dérivation 12 par une soudure 16. La source s d'azote commercial, qui peut provenir également de l'unité S, sert avantageusement à la création et au maintien dans les boîtiers 8 et 10 de l'atmosphère de protection.

De nombreuses zones d'une canalisation de distribution présentent localement des zones mortes, telles que la dérivation 12, qui constituent des pièges potentiels d'impuretés. Selon un aspect de l'invention, lors de la mise en marche de l'installation, les canalisations sont balayées par un débit turbulent (nombre de Reynolds supérieur à 2000) d'azote non nécessairement ultra-pur, suivies d'un balayage normal de mise en route avec de l'azote ultra-pur avant mise en configuration opérationnelle de l'installation.

Quoique la présente invention ait été décrite en relation avec des modes de réalisation particuliers, elle ne s'en trouve pas limitée pour autant mais est au contraire susceptible de modifications et de variantes qui apparaîtront à l'homme de l'art.

Les réalisations de l'invention, au sujet desquelles un droit exclusif de propriété ou de privilège est revendiqué, sont définies comme il suit:

1. Installation de distribution d'azote à très haute pureté comprenant au moins une série de tubulures et des organes actifs, caractérisée en ce que les portions de tubulures ayant une longueur  $L$ , une section linéaire  $S_1$  et véhiculant un débit volumique d'azote  $Q$  tel que pour obtenir une concentration molaire en impuretés de dégazage inférieure à  $C_{\max}$ , on ait  $Q/S_1$  non inférieur à  $9,5 \times 10^{-9} L/C_{\max}$ , sont réalisées en acier inoxydable à teneur en carbone inférieure à 0,05% et ne sont pas électro-polies et/ou chimiquement traitées intérieurement.

2. Installation selon la revendication 1, caractérisée en ce que lesdites portions de tubulures ont un diamètre intérieur non inférieur à 51mm.

3. Installation selon la revendication 1, caractérisée en ce qu'au moins certaines tubulures sont assemblées entre elles et/ou avec des organes actifs par des jonctions maintenues extérieurement dans une atmosphère neutre de protection.

4. Installation selon la revendication 1, caractérisée en ce qu'au moins certains des organes actifs sont maintenus extérieurement dans une atmosphère neutre de protection.

5. Installation selon la revendication 3, caractérisée en ce que l'atmosphère neutre de protection est contenue dans un boîtier étanche renfermant la jonction et/ou l'organe actif.

6. Installation selon la revendication 4, caractérisée en ce que l'atmosphère neutre de protection est constituée d'azote à pureté industrielle.

7. Installation selon la revendication 5 caractérisée en ce qu'au moins certaines des jonctions sont des jonctions à brides.

8. Installation selon la revendication 7, caractérisée en ce qu'au moins certaines des jonctions à brides comprennent un joint Téflon ou métallique.

9. Installation selon la revendication 1, comprenant au moins un organe actif du type vanne de purge comportant une tubulure de sortie, caractérisée en ce qu'elle comporte un circuit de balayage de la tubulure de sortie par de l'azote à pureté industrielle.

10. Installation selon la revendication 9, caractérisée en ce que le débit de balayage de l'azote est d'environ 0,1 m/seconde.

11. Installation selon l'une quelconque des revendications 1 à 10, comprenant au moins une portion de tubulure coudée, caractérisée en ce que le rayon de courbure du coude est supérieur à 10 fois le diamètre interne de la portion de tubulure coudée.

12. Procédé selon lequel on prévoit une installation de distribution d'azote à très haute pureté comprenant au moins une série de tubulures et des organes actifs, caractérisée en ce que les portions de tubulures ayant une longueur  $L$ , une section linéaire  $S_1$  et véhiculant un débit volumique d'azote  $Q$  tel que pour obtenir une concentration molaire en impureté de dégazage inférieure à  $C_{\max}$ , on ait  $Q/S_1$  non inférieur à  $9,5 \times 10^{-9} L/C_{\max}$ , sont réalisées en acier inoxydable à teneur en carbone inférieure à 0,05% et ne sont pas électropolies ou chimiquement traitées intérieurement et en ce que, au démarrage de l'installation, cette dernière est balayée temporairement par un courant d'azote en régime turbulent.

AGENTS DE BREVETS

*Bureau Gilling Renault*

