CH 652 804 A5

(19) SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT
BUNDESAMT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

(11) CH 652 804 A5

(51) Int. Cl.[4]: F 04 B 37/08

**Erfindungspatent für die Schweiz und Liechtenstein**
Schweizerisch-liechtensteinischer Patentschutzvertrag vom 22. Dezember 1978

# (12) PATENTSCHRIFT A5

(21) Gesuchsnummer: 1607/81

(22) Anmeldungsdatum: 10.03.1981

(24) Patent erteilt: 29.11.1985

(45) Patentschrift veröffentlicht: 29.11.1985

(73) Inhaber:
Balzers Aktiengesellschaft, Balzers (LI)

(72) Erfinder:
Winkler, Otto, Dr., Balzers (LI)

## (54) Verfahren zur Regeneration der Tieftemperaturkondensationsflächen einer Kryopumpe und Kryopumpvorrichtung zur Durchführung des Verfahrens.

(57) Um die Regenerationszeit von zweistufigen autonomen Kryopumpen zu verkürzen, wird der thermische Kontakt zwischen Kondensationsflächen und der Tieftemperaturstufe des Kryogenerators während der Regenerierung aufgehoben, wobei letzterer in Betrieb bleibt. Zweckmässigerweise wird das Abtauen ausserdem durch ein vom Pumpenraum hermetisch getrenntes Heizelement bewirkt.

## PATENTANSPRÜCHE

1. Verfahren zur Regeneration der Tieftemperaturkondensationsflächen einer durch einen Kryogenerator gekühlten autonomen Kryopumpe, dadurch gekennzeichnet, dass vor dem Abtauen der auf den Kondensationsflächen kondensierten Gase der thermische Kontakt zwischen dem Kryogenerator und den Kondensationsflächen aufgehoben wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass nach Aufhebung des thermischen Kontaktes zwischen dem Kryogenerator und den Kryoflächen, die Kryoflächen bei im Betrieb befindlichem Kryogenerator mit einem Heizkörper ausgeheizt werden.

3. Kryopumpvorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach Anspruch 1 mit einer autonomen Kryopumpe, einem Kryogenerator und mit von diesem während des Pumpens gekühlten Tieftemperaturkondensationsflächen für die zu bindenden Gase, dadurch gekennzeichnet, dass der thermische Kontakt zwischen dem Kryogenerator und den Kondensationsflächen wahlweise herstellbar und aufhebbar ausgebildet ist.

4. Kryopumpvorrichtung nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass die Kryopumpe zweistufig ausgebildet ist, derart, dass sowohl die Aufhebung und Wiederherstellung des thermischen Kontaktes zwischen der NT-Stufe und den zugehörigen Kryoflächen als auch die Herstellung und Wiederaufhebung des thermischen Kontaktes zwischen diesen Kryoflächen und der HT-Stufe möglich ist.

5. Kryopumpvorrichtung nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass die Kryopumpe eine elektrische Heizvorrichtung für die Kryoflächen enthält.

6. Kryopumpvorrichtung nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, dass der Raum, in dem sich die Heizkörper und die zugehörige Kryogeneratorstufe befinden, evakuierbar ist.

---

Diese Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur Regeneration der Tieftemperaturkondensationsflächen einer Kryopumpe gemäss dem Oberbegriff des Patentanspruches 1 und auf eine Kryopumpvorrichtung zur Durchführung des Verfahrens. Kryopumpen werden zur Erzeugung von Fein- und Hochvakuum in Vakuumanlagen eingesetzt, in denen Vakuumprozesse in industriellem Massstab durchgeführt werden. Seit einigen Jahren werden Kryopumpen in wachsendem Masse für diesen Zweck eingesetzt, da sie nicht nur ein sehr hohes spezifisches Saugvermögen besitzen, sondern auch ein «sauberes» Vakuum, frei von Kohlenwasserstoffen mit niedrigen Enddrücken erzeugen können. Da im Gegensatz zu fördernden Vakuumpumpen die abgesaugten Gase in der Kryopumpe gespeichert werden, ist von Zeit zu Zeit eine Regeneration erforderlich. Die Erfindung befasst sich speziell mit diesem Problem.

Kryopumpen werden beispielsweise in Anlagen zur Herstellung dünner Schichten mittels Kathodenzerstäubung eingesetzt, die bei relativ grossem Argondurchsatz im Druckbereich von $10^{-3}$ bis $10^{-2}$ mbar arbeiten. Um bei programmgesteuerten Anlagen reproduzierbare Resultate und eine gute Schichtqualität zu erreichen, muss der Partialdruck der übrigen Restgase, insbesondere der Partialdruck des Wasserstoffs, in der Beschichtungskammer möglichst niedrig gehalten werden.

Ein hinreichendes Saugvermögen für Wasserstoff ist aber auch bei anderen Vakuumprozessen wichtig, wobei z. B. bei der Hochvakuumbedampfung, bei der Verdampfung von Metallen, sei es aus dem Verdampfungsschiffchen und Verdampfungsmaterial, sei es über Wandreaktionen in der Vakuumkammer u. U. erhebliche Wasserstoffmengen freigesetzt werden. Aber gerade für Wasserstoff – auch für Helium – ist das Speichervermögen der üblichen Kryopumpen niedrig.

Für den Betrieb sogenannter autonomer Kryopumpen, das heisst solcher, die ohne Zufuhr eines Kühlmittels von aussen arbeiten, werden heute meistens Kryogeneratoren verwendet, die entweder auf dem Stirling-Zyklus oder dem Gifford-McMahon-Zyklus beruhen. Um die zur Kondensation der permanenten Gase erforderlichen tiefen Temperaturen zu erreichen, werden zwei hintereinander geschaltete Kryogeneratorstufen vorgesehen. An den mit der ersten Stufe verbundenen Kryokondensationsflächen, die im folgenden als Hochtemperaturstufe (HT-Stufe) bezeichnet wird, werden die leichter kondensierbaren Gase wie z. B. Waserdampf, $CO_2$ und höhere Kohlenwasserstoffe kondensiert. Ihre Temperatur liegt meistens im Bereich von 70–120 K. Sie kühlt zugleich die Strahlungsabschirmung für die zweite Stufe, die im folgenden als Niedertemperaturstufe (NT-Stufe) bezeichnet wird. An den mit ihr verbundenen Kondensationsflächen werden die Gase wie Ar, $O_2$ und $N_2$ entweder ausgefroren oder wie $H_2$, He und Ne durch Kryosorption an einem Sorptionsmittel, z. B. Aktivkohle, gebunden. Die Temperatur der NT-Stufe liegt meistens bei 15–20 K.

Die Temperatur, die sich an den Kryoflächen der beiden Stufen einstellt, ist einerseits durch die an den beiden Stufen jeweils zur Verfügung stehende Kälteleistung, andererseits durch die Enthalpie der abgesaugten Gase und durch den Wärmefluss bestimmt, der durch Strahlung und Wärmeleitung von der Umgebung zugeführt wird.

Der Gleichgewichtsdruck der kondensierten oder sorbierten Gase, z. B. des Wasserstoffs, ist eine Funktion der Temperatur, die sich an der NT-Stufe einstellt. Obwohl $H_2$ bei einer Temperatur von 20 K einen Gleichgewichtsdruck von ungefähr 1 bar besitzt, ist es möglich, den Wasserstoffpartialdruck durch Kryosorption an Aktivkohle, die an der NT-Kryofläche angeklebt ist, unter $10^{-6}$ mbar zu senken. Die Wasserstoffmenge, die dabei gepumpt werden kann, ist jedoch begrenzt. Sie hängt von der Menge des Sorptionsmittels, seiner Temperatur und von der Menge anderer Gase ab, die gleichzeitig oder vorher bereits sorbiert wurden. Nach einiger Zeit sättigt sich das Sorptionsmittel, und der Gleichgewichtsdruck des Wasserstoffs beginnt zu steigen. Es ist dann notwendig, das Sorptionsmittel durch Ausheizen zu regenerieren. Dies war bisher nur möglich, indem der Kryogenerator ausser Betrieb gesetzt wurde.

Damit die Sorptionskapazität nicht zu früh erschöpft wird und damit die Oberflächentemperatur des Sorptionsmittels, die bei dynamischen Pumpprozessen den Gleichgewichtsdruck mitbestimmt, möglichst niedrig ist, müssen die Bereiche der NT-Kryoflächen, die mit Sorptionsmittel bedeckt sind, so angeordnet sein, dass sie vor der Einstrahlung, die von Flächen höherer Temperatur herrührt, geschützt sind, und alle Gase, ausser He und $H_2$, ehe sie zum Sorptionsmittel gelangen, mit hoher Wahrscheinlichkeit vorher kondensiert werden.

Auch bei Erfüllung dieser Voraussetzung zeigt die Erfindung, wenigstens in den Fällen, in denen nicht, wie z. B. bei Anlagen zur Kathodenzerstäubung, sehr grosse Gasmengen abgesaugt werden, dass in der Regel die Entfernung des Wasserstoffs schon zu einem Zeitpunkt erfolgen muss, bei dem der Gleichgewichtsdruck der anderen Gase auf der NT-Kryofläche die zulässigen Werte noch nicht überschritten hat.

Eine Ausnahme ist, wie gesagt, die Anwendung der Kryopumpe bei der Kathodenzerstäubung. Hier werden meistens so grosse Gasmengen kondensiert, dass schliesslich der Temperaturgradient, der sich in der kondensierten Schicht aufbaut, oder die Verstopfung der Zwischenräume zwischen den Kondensationsflächen eine Regeneration erzwingt. In beiden Fällen musste bisher die Vakuumanlage zur Regeneration still gelegt werden, und dies ist ein in die Betriebskosten eingehender Faktor, dessen Einfluss man soweit wie möglich verringern möchte.

Die Regeneration erfolgte bisher in der Weise, dass die Kryopumpe durch ein Hochvakuumventil von der Vakuumanlage abgetrennt und dann abgeschaltet wurde. Die Kryoflächen

erwärmen sich dann zunächst langsam als Folge der Wärmeeinstrahlung aus der Umgebung und schliesslich schneller durch die Wärmeleitung des von den Kondensationsflächen wieder abdampfenden Gases bis auf Raumtemperatur. Die freigewordenen Gase werden von der Vorvakuumpumpe, die man auch zur Vorevakuierung der Vakuumanlage benötigt, abgepumpt. Auch kondensiertes Wasser verdampft wieder, wird jedoch teilweise an den inneren Oberflächen der Kryopumpe absorbiert.

Die neuerliche Abkühlung durch Wieder-Inbetriebsetzung des Kryogenerators kann erfolgen, sobald in der Kryopumpe wieder ein Druck von ca. 0,1 mbar erreicht ist. Dabei wird der Wasserdampfpartialdruck sehr rasch auf Werte unter $10^{-3}$ mbar erniedrigt. Bei diesem Restgasdruck ist dann die Wärmeleitfähigkeit des Restgases nur noch klein gegenüber der Wärmeeinstrahlung, so dass der grösste Teil der Kälteleistung wieder zur Abkühlung des Kryogenerators und der Kryofläche zur Verfügung steht.

Die zur Regeneration erforderliche Zeit setzt sich aus der Anwärmezeit und der Abkühlzeit zusammen. Die Anwärmezeit wird einerseits durch die kondensierte Gasmenge bestimmt, andererseits durch die Masse der HT- und NT-Stufe und der zugehörigen Kryoflächen, wobei bei Prozessen mit hohem Gasdruck, wie z. B. bei Beschichtungsanlagen mittels Kathodenzerstäubung, u. U. die erste Grösse, bei Anlagen mit kleinem Gasdurchsatz meistens die zweite Grösse bestimmend ist.

Die Abkühlzeit hängt im wesentlichen wieder von den zu kühlenden Massen der Kryopumpe und von der Kälteleistung der beiden Stufen im überstrichenen Temperaturbereich ab. In der Regel dauert ein Regenerationszyklus bei einer autonomen Kryopumpe mehrere Stunden.

Es ist Aufgabe der Erfindung, eine wesentliche Kürzung der Regenerationszeit autonomer Kryopumpen zu erreichen. Das erfindungsgemässe Verfahren zur Regeneration der Tieftemperaturkondensationsflächen einer durch einen Kryogenerator gekühlten autonomen Kryopumpe ist dadurch gekennzeichnet, dass vor dem Abtauen der auf den Kondensationsflächen kondensierten Gase der thermische Kontakt zwischen dem Kryogenerator und den Kondensationsflächen aufgehoben wird.

Durch den Einbau einer Vorrichtung, die es ermöglicht, den thermischen Kontakt zwischen den NT-Kryoflächen und der NT-Stufe des Kryogenerators nach Belieben aufzuheben und wieder herzustellen, wird in den meisten Fällen bereits eine Abkürzung der Regenerationszeit auf fast die Hälfte erzielt, da meist die Zeit für die Abkühlung des Kryogenerators ausschlaggebend ist, die beim Verfahren nach der Erfindung entfällt. Wenn nämlich die Möglichkeit der Aufhebung des thermischen Kontaktes zwischen NT-Kryoflächen und NT-Stufe des Kryogenerators besteht, kann die Regeneration der NT-Kryoflächen ohne Betriebsunterbrechung des Kryogenerators erfolgen, d. h. die NT-Stufe des Kryogenerators bleibt weiterhin auf tiefer Temperatur und ebenso die HT-Stufe mit den zugehörigen Kryoflächen. Da die Wiederverdampfung von leichter kondensierbaren Gasen wie Wasserdampf und $CO_2$ von den HT-Flächen unterbleibt, wird die Kontamination bzw. Verstopfung des Sorptionsmittels durch diese Dämpfe vermieden. Es genügt deshalb, wenn die Temperatur der NT-Kryofläche nur soweit erhöht wird, wie es zur Entfernung der kondensierten und sorbierten Permanentgase erforderlich ist. Voraussetzung ist allerdings, dass die Kälteleistung beider Stufen hinreichend ist, um die Wärmezufuhr, die dann hauptsächlich durch die Wärmeleitung des verdampfenden Gases bestimmt wird, bewältigt werden kann.

In weiterer Ausgestaltung der Erfindung wird empfohlen, für die Erwärmung zwecks Abtauens der NT-Kryoflächen Heizelemente vorzusehen, die sich zusammen mit der NT-Stufe in einem vom Pumpenraum hermetisch getrennten Raum befinden. Damit ist dann die Abdampfung der kondensierten Gase von den Kryoflächen bei der Regeneration nicht mehr von der Wärmezufuhr durch Einstrahlung und Wärmeleitung von aussen abhängig, sondern praktisch allein durch die Heizleistung der eingebauten Heizelemente bestimmt. Zur raschen Abkühlung nach der Regeneration wird weiterhin ein thermischer Kontakt zwischen den NT-Kryoflächen und den HT-Kryoflächen empfohlen, der nach Erreichung der Gleichgewichtstemperatur wieder aufgehoben werden kann; die anschliessende Abkühlung auf Endtemperatur erfolgt durch den thermischen Kontakt mit der NT-Kryogeneratorstufe.

Mit den erwähnten zusätzlichen Massnahmen beträgt die Regenerationszeit dann nur noch einen Bruchteil der bisherigen. Der dadurch bedingte Betriebsunterbruch und Produktionsausfall wird daher wesentlich geringer.

Bei Kryopumpen für Kathodenzerstäubungsanlagen, in denen grosse Gasmengen kondensiert werden, wird dieser Fortschritt besonders deutlich, denn hier benötigte man bisher oft bis zu 10 Stunden, allein um die kondensierten Argonmengen zu entfernen. Weil die Abkühlung der grossen Masse der HT-Kryoflächen bei der Wiederingangsetzung der Pumpe nicht mehr erforderlich ist, ist die Abkühlzeit wesentlich verkürzt.

Die anliegende Zeichnung zeigt ein Ausführungsbeispiel einer bevorzugten Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens, und zwar zeigt sie einen Querschnitt durch eine zweistufige autonome Kryopumpe im Massstab 1:2,5 mit einer Kälteleistung von etwa 10 W bei 20 K an der NT-Stufe und mit 100 W bei 80 K an der HT-Stufe.

In der Figur stellt 1 die HT-Stufe und 2 die NT-Stufe des Kryogenerators dar. Mit der HT-Stufe sind die Kryoflächen 3, 4 und 5 thermisch leitend verbunden. Die obere Kryofläche 3 wird aus konzentrischen abgewinkelten Kupferblechringen gebildet, die auf vier radiale, von dem zentralen Kupfernapf 6 ausgehende, massive Kupverstege 7 aufgelötet sind. Die Kupferstege sind an ihren äusseren Enden bei 8 am Kupferzylinder 4 angelötet. Kupferzylinder 4 und Kryofläche 3 bilden also eine konstruktive Einheit, die bei 9 mit der Kupfergrundplatte 5 verschraubt ist. Die Kryofläche 3 dient sowohl zur Kondensation der leicht kondensierbaren Gase, wie z. B. Wasserdampf, $CO_2$ und höherer Kohlenwasserstoffe, als auch zur Abschirmung der NT-Stufe vor der aus der Vakuumanlage einfallenden Strahlung. Sie muss einen möglichst hohen Leitwert für die durchtretenden Permanentgase besitzen, die an der NT-Stufe kondensiert oder sorbiert werden.

Die NT-Kryoflächen bestehen aus den Blechen 10 mit V-förmigen Ringnuten, die mittels eines Bundes 11 mit der äusseren Zylinderfläche des Hohlzylinders 12 verbunden sind. Ihre inneren Zonen sind vor dem Strahlungseinfall von der HT-Kryofläche 4 durch die Verrippung geschützt und dort mit einem Sorptionsmittel 13, z. B. mit Aktivkohle, belegt.

Innerhalb des Hohlzylinders 12 befindet sich ein Heizkörper. Er besteht aus mehreren am Umfang verteilten dünnen Keramikleisten 14 mit Bohrungen, in denen die Heizwendel 15 geführt ist. Zwischen der Heizwendel und dem Aussenrohr 16 der NT-Stufe befindet sich eine Wärmeisolation 17 aus einem hitzebeständigen Material. Die Stromzuführung zum Heizkörper erfolgt über zwei gasdichte Durchführungen 47. Die Stromzuführung 48 ist über die Grundplatte 22 der Kryopumpe vakuumdicht nach aussen geführt.

Der Hohlzylinder 12 wird nach Einführung des Heizkörpers und der Isolation unten mit einem ringförmigen Teil 18 gasdicht verschweisst. Dieses ist über einen Federkörper 19 aus nichtrostendem Stahl mit einem Ring 20, der ebenfalls aus nichtrostendem Stahl besteht, gasdicht verschweisst. Ring 20 ist auf die Grundplatte 5 aufgelötet.

Um die Wärmeleitung vom Heizkörper zur NT-Stufe des Kryogenerators zu erniedrigen, kann der Hohlraum 12 über die Leitung 21 mit Hilfe der Kryopumpe beim Beginn ihrer Abkühlphase, d. h. wenn die Kondensation der Permanentgase noch nicht stattfindet, evakuiert werden. Zu diesem Zweck ist in der Grundplatte 22 ein Ventil 23 eingebaut, mit dem eine Verbindung zum Kryopumpraum hergestellt werden kann.

Mit dem oberen Ende der Aussenwand des Hohlzylinders 12 ist das aus Kupfer bestehende zylindrische Kontaktstück 24 verschweisst oder verlötet. Dieses kann wahlweise mit der NT-Stufe über 25 oder mit der HT-Stufe des Kryogenerators über Teil 6 bei 26 in thermischen Kontakt gebracht werden. Es befindet sich in der gezeichneten Darstellung in der neutralen Position. Das Kontaktstück 24 ist im Querbalken 27, dessen Mittelteil als Hohlzylinder 28 ausgebildet ist, eingehängt. Der Querbalken ist am einen Ende in einer festen Stütze 29 bei 30 drehbar gelagert und am andern Ende bei 31 in einer verschiebbaren Stütze 32 drehbar gelagert. Diese Stütze ist über einen Federkörper 33 nach aussen geführt und kann so von aussen angehoben oder gesenkt werden. Die Kraftübertragung zwischen Querbalken und Kontaktstück erfolgt über das zylindrische Zwischenstück 34, das aus einem Kunststoff mit geringer Wärmeleitfähigkeit, z. B. aus Teflon, besteht. Der zylindrische Ring 28, der das Mittelstück des Querbalkens 27 darstellt, überträgt die Kraft über die konischen Ringflächen 35 und 36, die eine Selbstzentrierung des Kontaktstücks zu den Gegenflächen 25 bzw. 26 ermöglichen.

Der Kryogenerator kann (ohne die Kryoflächen) von unten durch den zylindrischen Ansatz 37 in das Kryopumpengehäuse eingeführt und bei 38 vakuumdicht verschraubt werden. Sodann wird die Kupferplatte 5, die mittels Federbalg 19 die NT-Kryofläche trägt, bei 39 mit der HT-Stufe des Kryogenerators verschraubt. Die Abdichtung erfolgt hier durch eine Metalldichtung 40. Anschliessend werden die Stützen 29 und 32 montiert und der Querbalken 27 eingebaut und bei 30 und 31 mit den Stützen 29 und 32 verbunden. Schliesslich wird er mit der Seegersicherung 41 mit dem Kontaktstück 24 in Eingriff gebracht. Hiernach wird die Abschirmung 4, die die Strahlungsabschirmung 3 trägt mit der Grundplatte 5 verschraubt und schliesslich der äussere Mantel 42 der Kryopumpe aufgesetzt und mit der Grundplatte 22 vakuumdicht verschraubt. Vorher wird u. U. noch die Wärmedämmung 43 eingesetzt, auf die später eingegangen wird.

Zur Vorevakuierung der Kryopumpe dient der Pumpstutzen 44. Bei 45 und 46 sind die Anschlüsse der Hoch- und Niederdruckleitungen des Kompressors, der das zum Betrieb des Kryogenerators erforderliche He-Gas liefert, ersichtlich.

Im folgenden soll die Arbeitsweise des Systems näher beschrieben werden: Es sei angenommen, dass die Kryopumpe für einen der schwierigsten Vakuumprozesse, nämlich für die Vakuumerzeugung in einer industriellen, mit Magnetronkathoden ausgerüsteten Zerstäubungsanlage verwendet wird. Die Gasentladung in diesen Anlagen erfolgt bei einem Argondruck von ca. 3 $10^{-3}$ mbar. Der abzupumpende Gasstrom beträgt ca. 10 mbar Liter pro Sek. Dies entspricht einer Kondensationsenthalpie pro Zeiteinheit von etwa 4 Joule pro Sek. Die Kälteleistung der NT-Stufe von ca. 10 W ist dann unter Berücksichtigung der zusätzlichen Einstrahlung der umgebenden HT-Kryoflächen und der Wärmeleitung des Gases für einen stabilen Betrieb der NT-Kryogeneratorstufe hinreichend. Das gleiche gilt für die HT-Stufe, auch ohne die zusätzliche Wärmeisolation 43.

Wenn wir weiterhin annehmen, dass das Argon vorzugsweise in der äusseren V-förmigen Ringzone der NT-Kryoflächen kondensiert wird, dann wird während eines einstündigen Betriebes eine Argonschicht von ca. 0,1 mm Dicke aufwachsen. Bei einem Abstand von 12 mm zwischen den Kondensationsflächen wäre demnach ein 30 bis 40-stündiger Betrieb mit der vorgegebenen Gaseinströmung möglich, ohne dass zu befürchten wäre, dass die Pumpwirkung der Aktivkohle für Wasserstoff durch das kondensierte Argon wesentlich behindert wird.

Erfindungsgemäss wird zur Regeneration der thermische Kontakt zwischen den NT-Kryoflächen und der NT-Stufe aufgehoben und mittels der eingebauten elektrischen Heizung das kondensierte Argon und der sorbierte Wasserstoff wieder verdampft. Hierfür sind nach 40-stündigem Betrieb ca. 500 KJ und zusätzlich die Energie zur Aufheizung der NT-Kryoflächen und des Heizkörpers auf eine Temperatur von mindestens 130 K (bei der auch das am Sorptionsmittel kondensierte Argon verdampft) erforderlich. Da das Gewicht dieser Teile ca. 1 Kilopond beträgt, werden hierfür weitere ca. 15 KJ benötigt. Es ist jedoch anzunehmen, dass sich der Wärmekontakt zwischen dem kondensierten Argon und der Unterlage bei der Verdampfung verschlechtern wird und sich deshalb allmählich ein grösseres Temperaturgefälle zwischen Argon und Unterlage ausbildet. Das heisst, die Gleichgewichtstemperatur der Unterlage wird allmählich ansteigen ev. bis über Zimmertemperatur. Die hierfür erforderliche Energie ist aber immer noch, gegenüber der Verdampfungsenthalpie des Argons, vernachlässigbar. Da der Wärmeübergang durch Wärmeleitung des Gases innerhalb der Kryopumpe vom Druck unabhängig wird, sobald die freie Weglänge klein gegenüber den Wandabständen ist, ist es am vorteilhaftesten, wenn man die Regeneration bei möglichst hohem Gasdruck vornimmt. Dies nicht nur um die Regeneration zu verkürzen, sondern auch um den Wasserstoff so schnell wie möglich mit Argon auszuspülen. Wegen seiner im Vergleich zum Argon 10x höheren Wärmeleitfähigkeit würde eine längere Zeit andauernder hoher Wasserstoffpartialdruck zu einer so hohen thermischen Belastung der beiden Kryostufen führen, dass ein stabiler Betrieb nicht mehr möglich wäre, d. h. die Temperaturen würden sehr rasch ansteigen und das anvisierte Ziel, während der Regeneration die Basistemperatur der beiden Stufen aufrechtzuerhalten, könnte nicht erreicht werden. Nur dann, wenn die Wärmezufuhr zur NT- und HT-Stufe neben der Wärmeeinstrahlung durch die Wärmeleitung des Argons allein bestimmt wird, ist ein stabiler Betrieb möglich.

Sollte dennoch die Zeitdauer zu gross werden, während der die Wärmeleitung des Wasserstoffs dominiert und die Wärmekapazität der HT-Stufe dann nicht mehr ausreicht, um den vorübergehenden Temperaturanstieg niedrig zu halten, so ist es zweckmässig, zwischen den Wänden mit geringem Abstand, nämlich zwischen 4 und 42, zwischen denen die Wärmeübertragung dann hauptsächlich stattfindet, eine Wärmeisolation 43 einzubauen. Diese Wärmeisolation besteht aus einem doppelwandigen vakuumdicht verschweissten Hohlzylinder aus dünnem Blech mit schlechter Wärmeleitfähigkeit, z. B. aus nichtrostendem Stahl, dessen Innenraum evakuiert ist und der zweckmässig mit einem Sorptionsmittel, beispielsweise Aktivkohle, gefüllt ist.

Es ist nicht schwierig, in den Hohlraum 12 einen Heizkörper mit so hoher Heizleistung zu installieren, dass die NT-Kondensationsflächen in wenigen Minuten aufgeheizt werden könnten. Bei 1 kW Heizleistung wäre die Verdampfungsrate theoretisch z. B. ca. 2500 mbar Liter pro sek, die von einer Vorpumpe mit 30 $m^3$ pro h Saugvermögen bei einem Druck von ca. 300 mbar abgepumpt werden könnte. Die Regeneration wäre dann in 8 min abgeschlossen. Hinzu käme dann die Abkühlzeit. Da bei so hoher Heizleistung eventuell Probleme des Wärmeübergangs zwischen den Kryoflächen und dem kondensierten Argon entstehen, und festes Argon evtl. mit dem Gasstrom aus den Zwischenräumen ausgeblasen würde, beschränkt man sich auf kleinere Heizleistungen von einigen 100 W, auch dann ist die Regenerationszeit um mindestens eine Grössenordnung kürzer als ohne diese Massnahmen.

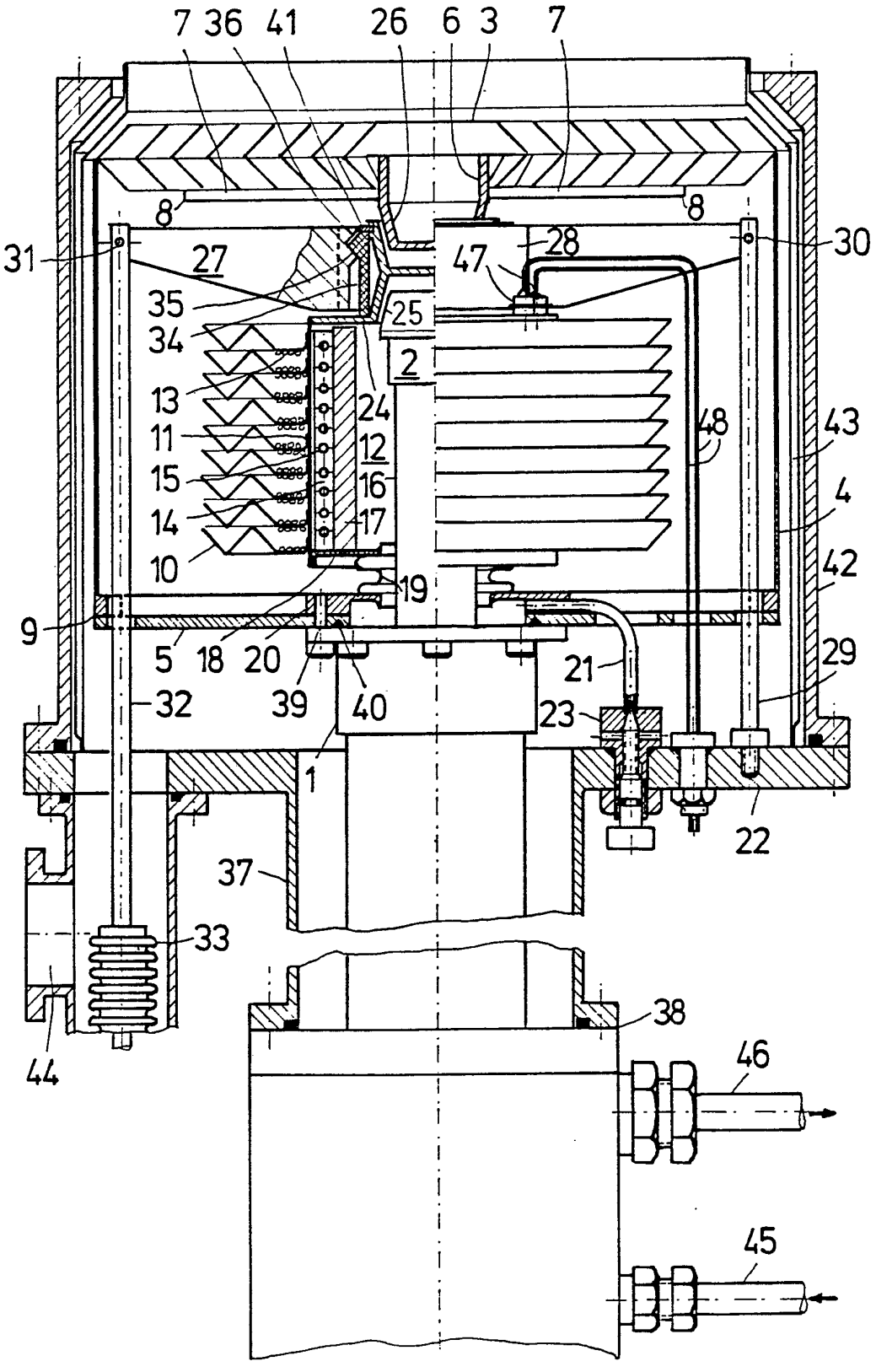
Indem man den Kryogenerator während der Regeneration in Betrieb lässt, den thermischen Kontakt zwischen NT-Stufe und NT-Kryofläche aufhebt und die Aufheizung zur Regeneration durch eine Heizvorrichtung bewirkt, die dadurch gekennzeichnet ist, dass sie nicht der eventuell explosiven Atmosphäre innerhalb der Pumpe ausgesetzt ist, können die Ausgangstemperaturen der beiden Stufen des Kryogenerators praktisch aufrechterhalten bleiben. Nach Abschluss der Regeneration ist deshalb nur noch die Masse der NT-Kryoflächen zu kühlen.

Dies kann in zwei Stufen erfolgen: Zuerst durch Abkühlung auf die Temperatur der HT-Stufe durch Kontaktierung mit dieser Stufe. Dies nimmt wegen der grossen Masse der HT-Stufe nur

wenige Minuten in Anspruch. Sobald diese Temperatur erreicht ist, wird das Restgas durch das Sorptionsmittel gebunden. Die thermische Belastung durch die Wärmeleitung des Gases verschwindet, so dass die weitere Abkühlung auf die Temperatur der NT-Stufe mit der kleineren Kälteleistung von ca. 10 W möglich wird. Damit auch diese Abkühlzeit möglichst kurz ist, ist es vorteilhaft, alle Bauelemente der NT-Stufe so auszubilden, dass ihre Wärmekapazität ein Minimum wird. Man wird z. B. die Kryoflächen 10 aus dünner Folie aus einem hochfesten Material, wie z. B. hartgewalztem nichtrostendem Stahlblech, Bronzeblech oder aushärtbaren Nickel- oder Kupferlegierungen herstellen, die dann zur Verbesserung der Wärmeleitfähigkeit mit einer Silberauflage von $^{1-2}/100$ mm Dicke versehen werden. Auf diese Weise wird die Abkühlzeit etwa um den Faktor 3–4 im Vergleich zum bisherigen Regenerationsverfahren verkürzt. Die Gesamtzeit, d. h. die Summe der Aufheizzeit und Abkühlzeit beträgt dann weniger als eine Stunde.

Aus dem Vorstehenden geht hervor, dass auch dann, wenn die Regeneration, wie z. B. bei den Hochvakuumprozessen sich im wesentlichen auf die Regeneration des Sorptionsmittels beschränkt und die Regenerationszeit hauptsächlich durch die Abkühlzeit bestimmt wird, das erfindungsgemässe Verfahren einen erheblichen Zeitgewinn bringt. Allerdings ist es u. U. notwendig, wenn zur Evakuierung nur eine Vorpumpe verwendet wird, zur Erniedrigung des Wasserstoffpartialdrucks, diesen mit einem geeigneten Gas, z. B. mit Argon, vor der Abkühlung auszuspülen. U. U. genügt es, wenn die Vorpumpe mit Gasballast betrieben wird.

Das beschriebene Verfahren kann natürlich auch in Verbindung mit einstufigen Kryogeneratoren, z. B. zum Betrieb von grossen Sorptionspumpen, eingesetzt werden. Bei Aufhebung des thermischen Kontaktes zwischen den mit Sorptionsmittel bedeckten Flächen und dem in Betrieb befindlichen Kryogenerator können die erforderlichen hohen Aufheiztemperaturen von einigen 100° C angewendet werden, ohne dass eine Schädigung temperaturempfindlicher Teile im Kryogenerator zu befürchten ist.


7
36
41
26
6
3
7
8
8
31
27
28
30
47
35
25
34
2
13
24
48
43
11
12
4
15
16
14
17
42
10
19
9
5
18
20
39
40
21
29
32
23
1
22
37
33
38
46
44
45