

12

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

22 Date de dépôt : 12.06.09.

30 Priorité :

43 Date de mise à la disposition du public de la
demande : 17.12.10 Bulletin 10/50.

56 Liste des documents cités dans le rapport de
recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du
présent fascicule*

60 Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

71 Demandeur(s) : ALCATEL LUCENT Société par
actions simplifiée — FR.

72 Inventeur(s) : BERNARD ROLAND, FORAY JEAN
MARIE et PALISSON JULIEN.

73 Titulaire(s) : ALCATEL LUCENT Société par actions
simplifiée.

74 Mandataire(s) : CABINET INNOVINCIA.

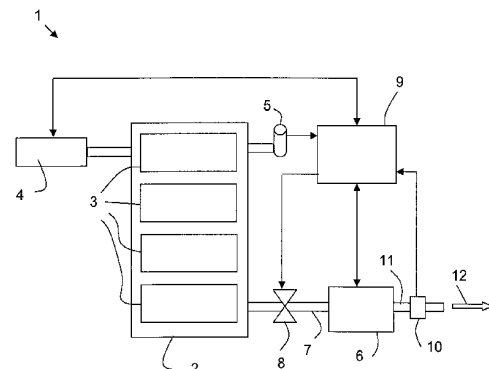
54 STATION ET PROCEDE DE SECHAGE ET/OU DE DEGAZAGE D'UN PRODUIT OU D'UNE ENCEINTE DE
TRANSPORT POUR LE CONVOYAGE ET LE STOCKAGE ATMOSPHERIQUE DE SUBSTRATS.

57 L'invention concerne une station de séchage et/ou de
dégazage d'un produit ou d'une enceinte de transport (3)
pour le convoyage et le stockage atmosphérique de subs-
trats, comprenant:

- une chambre étanche (2) destinée à recevoir au moins
un produit ou une enceinte de transport de substrats (3),
- un dispositif de pompage (6) comprenant une aspira-
tion des gaz (7) connectée à ladite chambre étanche (2),
- une unité centrale (9) pour d'une part la gestion de
mise à une pression sub-atmosphérique de ladite chambre
(2) par l'intermédiaire du dispositif de pompage (6) et
d'autre part, pour le contrôle d'un paramètre caractéristique
de l'avancement du séchage et/ou du dégazage du produit
et/ou de l'enceinte de transport (3),
- au moins un analyseur d'espèces gazeuses (10) con-
necté à une sortie de refoulement des gaz dudit dispositif de
pompage (6) et dont le signal de sortie est relié à ladite unité
centrale (9) pour la détermination dudit paramètre caracté-
ristique de l'avancement du séchage et/ou du dégazage du
produit et/ou de l'enceinte de transport (3).

L'invention concerne également un procédé de séchage
et/ou de dégazage d'un produit ou d'une enceinte de trans-
port (3) pour le convoyage et le stockage atmosphérique de

substrats.



**Station et procédé de séchage et/ou de dégazage d'un produit ou d'une
enceinte de transport pour le convoyage et le stockage atmosphérique de substrats**

La présente invention se rapporte à une station de séchage et/ou de dégazage d'une
5 enceinte de transport pour le convoyage et le stockage atmosphérique de substrats, telle
que de plaquettes de semi-conducteurs ou de photomasques.

L'invention se rapporte également à une station de séchage et/ou de dégazage d'un
produit alimentaire ou pharmaceutique (vaccin, sérum, médicament) ou de bio-industrie
(levain), pour un traitement de lyophilisation.

10 La présente invention s'étend en outre à un procédé de séchage et/ou de dégazage
correspondant.

Les enceintes de transport et de stockage déterminent un espace confiné sous
pression atmosphérique, séparé de l'environnement d'utilisation et de transport du substrat,
15 pour le transport et le stockage d'un ou de plusieurs substrats. Dans l'industrie de
fabrication de semi-conducteurs, ces enceintes permettent de transporter les substrats tels
que des plaquettes semi-conductrices ou des photomasques d'un équipement à l'autre ou
de stocker les substrats entre deux étapes de fabrication.

On distingue notamment les enceintes standardisées de transport et de stockage de
20 plaquettes à ouverture latérale de type FOUP (« Front Opening Unified Pod » en anglais)
ou FOSB (« Front Opening Shipping Box »), ou à ouverture par le fond de type SMIF Pod
(« Standard Mechanical Interface Pod » en anglais), et les enceintes standardisées de
transport et de stockage de photomasques de type RSP (« Reticle SMIF Pod » en anglais).
Ces enceintes de transport sont formées de matériaux tels que le polycarbonate, qui
25 peuvent dans certains cas, concentrer les contaminants et en particulier des contaminants
organiques, aminés ou acides.

En effet, en sortie des procédés de traitement pour la fabrication de semi-
conducteurs, les substrats sont chargés de gaz de procédé. Ces gaz s'échappent des
substrats et peuvent charger les parois et l'environnement intérieur des enceintes de
30 transport qui se trouvent ainsi contaminées. Ces parois exposées à ces atmosphères

contaminées peuvent alors relâcher plus tard ces gaz nocifs alors que les enceintes contiennent des substrats de semi-conducteurs.

On prévoit donc de fréquentes étapes de dégazage des enceintes de transport en les plaçant sous vide dans des chambres étanches.

5 En outre, des particules polluantes peuvent se former et se loger dans ces mêmes parois. Les particules collées sur les parois peuvent ensuite se détacher, retomber sur les substrats stockés dans ces enceintes et les détériorer.

On prévoit donc également le nettoyage régulier de ces enceintes par leur lavage avec un liquide tel que de l'eau pure. L'étape de lavage est suivie d'une étape de séchage
10 comportant par exemple une phase dans laquelle les enceintes de transport sont chauffées par rayonnement infrarouge et centrifugées, suivie d'une phase dans laquelle l'enceinte de transport finie d'être séchée par une étape de déshumidification. Au cours de cette étape, on place l'enceinte de transport dans une chambre étanche et on soumet ladite enceinte à une pression sub-atmosphérique pour favoriser l'évaporation des liquides sur les parois de
15 ladite enceinte de transport et accélérer la désorption.

Dans l'industrie alimentaire ou pharmaceutique, on utilise également des procédés de séchage de produit sous vide pour éliminer par sublimation, la majeure partie de l'eau contenue dans le produit. Le problème est de déterminer le plus précisément possible le passage d'une étape à une autre et la fin de l'opération.

20 La stabilité d'un produit conservé dans ces conditions est extrêmement sensible à une très faible variation de la quantité d'eau résiduelle qu'il contient. Un cycle trop court, s'il permet de diminuer les coûts, aboutit à un produit trop humide en sortie. On observe alors généralement une détérioration rapide de la qualité du produit. Inversement, un cycle opératoire trop long risque de provoquer la détérioration du produit par surchauffe, à
25 laquelle s'ajoutent des surcoûts inutiles.

Aussi bien pour une étape de dégazage ou pour une étape de séchage sous vide des enceintes de transport, ou pour le suivi de la cinétique de déshydratation d'un produit au cours de la lyophilisation, il est nécessaire de pouvoir suivre précisément l'évolution du procédé de manière à pouvoir contrôler la fin de ces étapes. Notamment, le suivi de la
30 cinétique de déshydratation en cours de la lyophilisation est essentiel pour maîtriser les coûts de fabrication, mais aussi pour obtenir un produit lyophilisé de qualité.

Dans le domaine des semi-conducteurs, on connaît du document WO2009021941, une station de post-traitement comportant une unité centrale permettant le contrôle d'un paramètre caractéristique de l'avancement de la déshumidification de l'enceinte de transport.

5 Le paramètre caractéristique peut être une durée prédéfinie, caractéristique du type d'enceinte de transport depuis laquelle on soumet l'enceinte de transport à une pression sub-atmosphérique. La durée prédéfinie est déterminée par expérimentation. Toutefois, la durée prédéfinie ne garantit pas la reproductibilité des résultats sur toutes les enceintes traitées.

10 La station prévoit en outre un dispositif de mesure des espèces gazeuses pouvant fonctionner à des pressions sub-atmosphérique. Toutefois, ces dispositifs de mesures ne sont pas toujours précis aux pressions sub-atmosphériques, ou alors sont beaucoup trop onéreux.

La station prévoit également que le paramètre caractéristique peut être la pression
15 totale ou partielle du gaz dans la chambre. Toutefois, cette technique de mesure manque de précision car les flux de désorption sont relativement faibles. Par ailleurs, lorsqu'une purge est injectée dans la chambre, le signal du flux de désorption peut se retrouver noyé avec celui du flux de la purge.

Une autre méthode consiste à retirer l'enceinte de transport de l'enceinte une fois une
20 durée prédéterminée écoulée et à compléter cette étape en contrôlant visuellement l'état des parois de l'enceinte de substrat. Lorsque l'opérateur constate que le séchage et/ou le dégazage n'est pas complet, un nouveau cycle de séchage et/ou de dégazage est lancé. Toutefois, cette méthode n'est précise et ne peut pas être facilement intégrée dans un processus industriel.

25 La présente invention vise à proposer une station et un procédé de séchage et/ou de dégazage d'une enceinte de transport pour le convoyage et le stockage atmosphérique de substrats semi-conducteurs, plus précis et moins onéreux que les dispositifs de l'état de la technique.

A cet effet, l'invention a pour objet une station de séchage et/ou de dégazage d'un produit ou d'une enceinte de transport pour le convoyage et le stockage atmosphérique de substrats, comprenant :

- 5 - une chambre étanche destinée à recevoir au moins un produit ou une enceinte de transport de substrats,
- un dispositif de pompage comprenant une aspiration des gaz connectée à ladite chambre étanche,
- 10 - une unité centrale pour d'une part la gestion de mise à une pression sub-atmosphérique de ladite chambre par l'intermédiaire du dispositif de pompage et d'autre part, pour le contrôle d'un paramètre caractéristique de l'avancement du séchage et/ou du dégazage du produit et/ou de l'enceinte de transport,
- 15 - au moins un analyseur d'espèces gazeuses connecté à une sortie de refoulement des gaz dudit dispositif de pompage et dont le signal de sortie est relié à ladite unité centrale pour la détermination dudit paramètre caractéristique de l'avancement du séchage et/ou du dégazage du produit et/ou de l'enceinte de transport.

20 La concentration des espèces gazeuses en sortie de refoulement des gaz est caractéristique de l'avancement de la déshumidification et/ou du séchage du produit et/ou de l'enceinte au même titre que la concentration de ces espèces à l'aspiration du dispositif de pompage. Cependant, la concentration des espèces gazeuses en sortie de refoulement des gaz présente l'avantage d'être accessible à une pression plus élevée de sorte que des analyseurs de gaz en temps réel, quantitatifs, plus précis et moins onéreux peuvent être
25 utilisés pour suivre l'évolution de la déshumidification et/ou du séchage du produit et/ou de l'enceinte.

Selon une ou plusieurs caractéristiques de la station, prise seule ou en combinaison,

- 30 - ledit analyseur d'espèces gazeuses est connecté à une canalisation de refoulement d'une pompe à vide primaire dudit dispositif de pompage,

- ledit analyseur d'espèces gazeuses est connecté en aval d'un clapet anti-retour de ladite pompe à vide primaire, dans le sens d'écoulement des gaz,
- ledit analyseur d'espèces gazeuses est connecté à une sortie d'un étage de refoulement d'une pompe à vide primaire dudit dispositif de pompage,
- ledit analyseur d'espèces gazeuses est un hygromètre,
- ledit analyseur d'espèces gazeuses est un détecteur de traces de composés organiques volatiles,
- ledit analyseur d'espèces gazeuses est configuré pour mesurer la mobilité des ions des espèces gazeuses,
- ledit analyseur d'espèces gazeuses présente une sensibilité de mesure inférieure ou de l'ordre de 1 ppm.

15 L'invention a aussi pour objet un procédé de séchage et/ou de dégazage d'un produit ou d'une enceinte de transport pour le convoyage et le stockage atmosphérique de substrats, comportant une étape de séchage et/ou de dégazage dans laquelle :

- on place le produit ou l'enceinte de transport dans ladite chambre d'une station de séchage et/ou de dégazage telle que décrite précédemment,
- on soumet ladite chambre à une pression sub-atmosphérique par l'intermédiaire dudit dispositif de pompage,
- on contrôle la concentration en espèces gazeuses présentes dans ladite chambre au moyen dudit analyseur d'espèces gazeuses connecté à ladite sortie de refoulement des gaz dudit dispositif de pompage.

25

On peut prévoir en outre qu'au cours du procédé de séchage d'un produit, on détermine la fin de la sublimation de l'eau contenue dans des produits soumis à un traitement de lyophilisation, par le contrôle de la concentration en espèces gazeuses présentes dans ladite chambre au moyen dudit analyseur d'espèces gazeuses connecté à une

30 sortie de refoulement des gaz dudit dispositif de pompage.

D'autres avantages et caractéristiques apparaîtront à la lecture de la description de l'invention, ainsi que des dessins annexés sur lesquels :

- la figure 1 représente une vue schématique d'une station de séchage et/ou de dégazage d'un produit ou d'une enceinte de transport,
- 5 - la figure 2 représente un organigramme des différentes étapes du procédé de séchage et/ou de dégazage d'un produit ou d'une enceinte de transport, et
- la figure 3 représente un graphique de l'évolution de l'humidité mesurée d'une enceinte de transport en fonction du temps lors d'une mise sous vide.

Sur ces figures, les éléments identiques portent les mêmes numéros de référence.

10 Par souci de clarté, les étapes du procédé sont numérotées à partir de 100.

La figure 1 représente une station de séchage et/ou de dégazage 1 d'un produit ou d'une enceinte de transport.

15 Le séchage ou déshumidification est l'opération visant à réduire ou éliminer les liquides et/ou vapeur, tels que l'eau. Le dégazage est l'opération visant à éliminer les gaz des parois par désorption.

La station 1 comporte une chambre 2 destinée à recevoir au moins un produit comme par exemple un produit alimentaire ou pharmaceutique, tel qu'un vaccin, un sérum ou un médicament, ou un produit de bio-industrie, tel que le levain.

20 La chambre 2 peut en outre être destinée à recevoir au moins une enceinte de transport de substrats. L'enceinte de transport est un moyen de convoyage et de stockage atmosphérique des substrats tels que les plaquettes et les photomasques de semi-conducteurs. La pression atmosphérique est la pression qu'ont les enceintes de substrats dans leur environnement d'utilisation, telle que la pression atmosphérique de la salle blanche.

25 L'enceinte est par exemple une enceinte de transport standardisée de type FOUP, SMIF Pod ou RSP.

On a représenté sur la figure 1, une chambre contenant quatre produits ou enceintes de substrats 3.

30 La chambre 2 est étanche et adaptée pour une tenue au vide, c'est-à-dire qu'elle est adaptée pour résister à une pression inférieure à 1000 mbar, et de préférence de l'ordre de 100 mbar ou de l'ordre de 10 mbar. Pour cela, la chambre 2 est par exemple de forme

cylindrique et en acier inoxydable. Elle comporte en outre une ouverture pouvant être obturée par un capot de fermeture et des joints de porte disposés sur la périphérie de l'ouverture de manière à étanchéifier la chambre 2 lorsque le capot est en position de fermeture (non représenté).

5 Comme visible sur le schéma de la figure 1, la chambre 2 comporte un moyen d'introduction de gaz neutre 4, tel que des moyens d'introduction d'azote sec, pour remettre l'atmosphère interne de la chambre 2 à pression atmosphérique.

La chambre 2 comporte également au moins un capteur de pression 5 pour déterminer la pression régnant dans la chambre 2.

10 La mise sous vide dans la chambre 2 est réalisée au moyen d'un dispositif de pompage 6 de la station 1.

Le dispositif de pompage 6 comporte une pompe à vide primaire.

Dans l'application du dégazage et /ou de séchage des enceintes, on peut prévoir que le dispositif de pompage 6 comporte en outre une pompe à vide secondaire montée en dérivation et en amont de la pompe à vide primaire de manière à pouvoir être isolée du pompage primaire et pouvoir ainsi basculer d'un pompage primaire en pompage secondaire (non représenté). Ainsi, pour évacuer plus rapidement et à un niveau encore inférieur le flux de dégazage, on soumet l'enceinte à un vide secondaire pour lequel la pression sub-atmosphérique est inférieure à 0,1 mbar et de préférence de l'ordre de 0,001 mbar.

20 La pompe à vide primaire comporte une aspiration des gaz 7 connectée à la chambre étanche 2 via une vanne d'isolation 8. Dans le cas du suivi de procédé de lyophilisation, la vanne d'isolation 8 peut comporter des moyens de régulation pour réguler la pression dans la chambre 2.

La station 1 comporte en outre une unité centrale 9, configurée pour d'une part gérer la mise à une pression sub-atmosphérique de la chambre 2 par l'intermédiaire du dispositif de pompage 6 et d'autre part, pour contrôler un paramètre caractéristique de l'avancement de la déshumidification et/ou du dégazage du produit et/ou de l'enceinte de transport 3.

Ainsi, l'unité centrale 9 peut comporter un dispositif de commande pour notamment piloter la vanne d'isolation 8 en amont du dispositif de pompage 6 pour la mise sous vide de la chambre 2 (figure 1), par exemple en fonction des signaux du capteur de pression 5.

30

L'unité centrale 9 est également apte à injecter ou à couper l'injection d'un gaz dans la chambre 2 par le pilotage du moyen d'introduction de gaz neutre 4. L'injection de gaz neutre permet par exemple de remettre l'atmosphère interne de la chambre 2 à pression atmosphérique en fin de procédé ou d'adapter la pression interne de la chambre 2 en fonction de la valeur du paramètre caractéristique suivi au cours du procédé, par exemple lors d'un procédé de séchage pour éviter la condensation ou la solidification des gaz.

L'unité centrale 9 peut également être apte à contrôler la vitesse de pompage du dispositif de pompage 6 par exemple pour contrôler la pression interne de la chambre 2 en faisant varier la vitesse de pompage du dispositif de pompage 6 en fonction du paramètre caractéristique suivi.

L'unité centrale 9 est en outre apte à mémoriser au moins un seuil de référence et comporte en outre des moyens de comparaison du paramètre caractéristique avec la référence.

Par ailleurs, l'unité centrale 9 est reliée à un analyseur d'espèces gazeuses 10 de la station 1 pour le contrôle de l'évolution du séchage et/ou du dégazage.

L'analyseur d'espèces gazeuses 10 est connecté à une sortie de refoulement des gaz du dispositif de pompage 6 pour le contrôle des espèces gazeuses en sortie de pompage.

La concentration des espèces gazeuses en sortie de refoulement des gaz est caractéristique de l'avancement de la déshumidification et/ou du séchage du produit et/ou de l'enceinte au même titre que la concentration de ces espèces à l'aspiration 7 du dispositif de pompage 6. Cependant, la concentration des espèces gazeuses en sortie de refoulement des gaz présente l'avantage d'être accessible à une pression plus élevée de sorte que des analyseurs de gaz en temps réel, quantitatifs, plus précis et moins onéreux peuvent être utilisés pour suivre l'évolution de la déshumidification et/ou du séchage du produit et/ou de l'enceinte 3.

La pression disponible en entrée de l'analyseur d'espèces gazeuses 10 est fonction de sa position dans la sortie du refoulement du dispositif de pompage 6.

Par exemple, l'analyseur d'espèces gazeuses 10 est fluidiquement connecté à une canalisation de refoulement 11 de la pompe à vide primaire du dispositif de pompage 6, en aval d'un clapet anti-retour de la pompe à vide primaire (non visible) dans le sens

d'écoulement des gaz (voir flèche 12). La pression disponible en entrée de l'analyseur d'espèces gazeuses 10 est alors supérieure à la pression atmosphérique.

Alternativement, et non représenté, l'analyseur d'espèces gazeuses 10 est connecté à une sortie d'un étage de refoulement de la pompe à vide primaire du dispositif de pompage

5 6. La pression disponible en entrée de l'analyseur d'espèces gazeuses 10 est alors supérieure à la pression de vide primaire régnant dans la chambre 2 mais inférieure à la pression atmosphérique.

On choisit un analyseur d'espèces gazeuses 10 sensible aux gaz que l'on souhaite évacuer du produit ou de l'enceinte, tels que la vapeur d'eau, les composés organiques volatiles, l'ammoniac (NH_3) et/ou les acides.

10

On peut choisir un analyseur d'espèces gazeuses sensible à une ou plusieurs espèces gazeuses ou plusieurs analyseurs d'espèces gazeuses sensibles à une espèce gazeuse, en fonction de la nécessité de suivi du procédé.

L'analyseur d'espèces gazeuses 10 est par exemple un hygromètre, sensible à la

15 vapeur d'eau à pression atmosphérique.

L'analyseur d'espèces gazeuses 10 peut également être un détecteur de traces de composés organiques volatiles. Les composés organiques volatiles, tels que l'acétone, le propane, le butane, l'isobutène (ou isobutylène ou encore méthyl-2 propène), l'éthanol, le méthanol, le benzène, le butène, le propène, l'éthylène ou le PGMEA (ou acétate de l'éther monométhyle du propylène glycol ou 1-Méthoxy-2-acétoxypropane ou 1-Méthoxy-2-propanol acétate) se présentent sous forme gazeuse à pression atmosphérique et

20 comprennent des atomes de carbone. De simples analyseurs de composés organiques volatiles présentant une très haute sensibilité de mesure à pression atmosphérique, de l'ordre de 1 ppb (« partie per billion » en anglais ou milliardième en français, soit 10^{-9}) ou

25 inférieur, sont disponibles dans le commerce.

L'analyseur d'espèces gazeuses 10 peut aussi être configuré pour mesurer la mobilité des ions des espèces gazeuses selon le principe de l'instrumentation IMS (« Ion Mobility Spectrometer » en anglais) ou selon la technologie IAMS (« Ion Attachment Mass Spectrometer » en anglais). Ces analyseurs sont adaptés pour détecter de très faibles

30 niveaux de contamination gazeuse à l'état de trace (de l'ordre du ppb).

On peut ainsi facilement choisir un analyseur d'espèces gazeuses présentant une sensibilité de mesure inférieure ou de l'ordre de 1 ppm (« partie per million » en anglais ou millionième en français, soit 10^{-6}).

La figure 2 illustre un diagramme d'un procédé de séchage et/ou de dégazage 100
5 d'un produit ou d'une enceinte de transport pour le convoyage et le stockage atmosphérique de substrats.

Le procédé de séchage et/ou de dégazage 100 comporte une étape de séchage et/ou de dégazage dans laquelle on commence par placer le produit ou l'enceinte de transport 3 dans la chambre 2 de la station de séchage et/ou de dégazage 1 (étape 101).

10 On peut alors contrôler la concentration initiale en espèces gazeuses présentes dans la chambre 2 au moyen de l'analyseur d'espèces gazeuses 10 connecté à une sortie de refoulement du dispositif de pompage 6. Par exemple, on contrôle la concentration initiale en vapeur d'eau.

15 Puis, on diminue l'atmosphère interne de la chambre 2 à une pression sub-atmosphérique par l'intermédiaire du dispositif de pompage 6 (étape 102) et on contrôle la concentration en espèces gazeuses présentes dans la chambre 2 au moyen de l'analyseur d'espèces gazeuses 10 connecté à une sortie de refoulement du dispositif de pompage 6 (étape 103).

20 Ce procédé de séchage et/ou de dégazage 100 s'applique par exemple à une enceinte de transport ayant subi au préalable un nettoyage par un liquide, tel qu'un lavage à l'eau pure. Ainsi, en fonctionnement, on favorise l'évaporation éventuelle des liquides sur les parois de l'enceinte de transport et on accélère la désorption par l'évacuation des gaz contenu dans la chambre 2 par l'intermédiaire du dispositif de pompage 6. En effet, la mise sous vide des parois permet d'optimiser le dégazage des parois et d'obtenir un séchage de
25 niveau satisfaisant après quelques dizaines de minutes seulement.

La fin de l'étape de séchage et/ou de dégazage peut être déterminée selon le résultat de la comparaison de l'évolution de la concentration en espèces gazeuses en sortie de pompage avec un seuil de référence.

30 Le seuil de référence est par exemple une concentration prédéterminée. La figure 3 illustre un exemple de suivi de l'étape de séchage d'une première et une deuxième enceintes de transport humides 13, 14 et d'une enceinte de transport sèche 15 lors d'une mise sous

vide. Le graphique représente l'évolution de la concentration en vapeur d'eau en ppm en volume en fonction du temps, en sortie de refoulement du dispositif de pompage 6.

Le seuil de référence 16 est par exemple prédéfini à environ 13000 ppmv.

5 Les enceintes de transport humide (courbes 13 et 14) présentent des teneurs initiales sensiblement équivalentes en humidité, de l'ordre de 46000 ppmv. On constate que le seuil de référence est atteint après 12 minutes pour la deuxième enceinte humide (courbe 14) et après 15 minutes pour la première enceinte humide (courbe 13).

L'enceinte de transport sèche (courbe 15) présente une teneur initiale de l'ordre de 32000 ppmv. Le seuil de référence est atteint après seulement 8 minutes.

10 Le seuil de référence peut également être une pente prédéterminée. On calcule alors la pente de la concentration en espèces gazeuses et on la compare avec un seuil de référence associé. Lorsque la pente de l'évolution de la concentration devient inférieure à une pente prédéterminée de seuil, l'efficacité de l'étape de séchage et/ou dégazage devient limitée et on décide d'interrompre l'étape de séchage et/ou dégazage.

15 Il est donc possible de déterminer facilement et précisément la fin de l'étape de séchage par un analyseur de gaz de type hygromètre.

On peut alors choisir, soit de remonter la pression dans la chambre 2 et de sortir l'enceinte, soit de stocker l'enceinte sous vide pour qu'elle continue à désorber ses parois en attendant d'être réutilisée, soit de libérer la place dans la chambre 2.

20 Le procédé de séchage et/ou de dégazage 100 permet ainsi d'obtenir des enceintes de substrat dont le niveau de flux désorbé, et donc de séchage, est optimisé en termes de durée de traitement et de coût d'installation.

25 Ce procédé de séchage 100 s'applique également à un produit au cours duquel on détermine la fin de la sublimation de l'eau qu'il contient au cours d'un traitement de lyophilisation.

30 Le traitement de lyophilisation comporte deux opérations successives : la congélation et la déshydratation. L'opération de déshydratation comprend deux étapes correspondant à deux phénomènes physiques distincts : d'une part la sublimation des cristaux de glace qui se sont formés au cours de la congélation, souvent appelée "dessiccation primaire", et d'autre part la désorption finale de l'eau non congelée, souvent appelée "dessiccation secondaire".

La sublimation est habituellement conduite par apport de chaleur et abaissement de la pression totale (lyophilisation sous vide).

En fonctionnement, une fois terminée l'opération de congélation, qui peut avoir été effectuée à l'extérieur ou à l'intérieur de la chambre 2, on soumet la chambre 2 à une
5 pression sub-atmosphérique par l'intermédiaire du dispositif de pompage 6 (étape 102). Le pompage permet l'abaissement de la pression totale dans la chambre 2, puis le maintien de la pression atteinte à des valeurs compatibles avec les conditions de sublimation pendant toute l'opération de déshydratation. La sublimation s'effectue par apport de chaleur au produit, par conduction ou rayonnement. La vapeur d'eau formée est alors récupérée par
10 un piège (non représenté).

Lors de l'étape de dessiccation primaire, la pression dans la chambre est stabilisée au moyen de la vanne d'isolation 8 et de ses moyens de régulation ainsi que du moyen d'introduction des gaz 4.

On détermine la fin de la sublimation de l'eau contenue dans les produits, tel que la
15 fin d'une étape de dessiccation primaire ou d'une étape de dessiccation secondaire de l'opération de déshydratation, par le contrôle de la concentration en espèces gazeuses présentes dans la chambre 2 au moyen de l'analyseur d'espèces gazeuses 10 connecté à la sortie de refoulement du dispositif de pompage 6 (étape 103).

Le procédé de séchage et/ou de dégazage 100 et la station de séchage et/ou de
20 dégazage 1 présentent l'avantage d'être compatibles avec les installations de lyophilisation. En effet, ils ne nécessitent aucune modification majeure de la chambre 2 et aucun pompage supplémentaire car le niveau de vide nécessaire au procédé de lyophilisation est un vide primaire généralement compris entre 0,005 et 0,5 mbar. En outre, la méthode de suivi est précise et stérile.

25 Le procédé de séchage et/ou de dégazage 100 et la station de séchage et/ou de dégazage 1 permettent ainsi un contrôle précis et peu onéreux des étapes de séchage et/ou de dégazage par mise sous vide.

REVENDEICATIONS

1. Station de séchage et/ou de dégazage d'un produit ou d'une enceinte de transport (3) pour le convoyage et le stockage atmosphérique de substrats, comprenant :
 - une chambre étanche (2) destinée à recevoir au moins un produit ou une
5 enceinte de transport de substrats (3),
 - un dispositif de pompage (6) comprenant une aspiration des gaz (7)
connectée à ladite chambre étanche (2),
 - une unité centrale (9) pour d'une part la gestion de mise à une pression sub-
atmosphérique de ladite chambre (2) par l'intermédiaire du dispositif de
10 pompage (6) et d'autre part, pour le contrôle d'un paramètre caractéristique
de l'avancement du séchage et/ou du dégazage du produit et/ou de
l'enceinte de transport (3),
 - au moins un analyseur d'espèces gazeuses (10) connecté à une sortie de
refoulement des gaz dudit dispositif de pompage (6) et dont le signal de
15 sortie est relié à ladite unité centrale (9) pour la détermination dudit
paramètre caractéristique de l'avancement du séchage et/ou du dégazage du
produit et/ou de l'enceinte de transport (3).
2. Station de séchage et/ou de dégazage selon la revendication 1, dans laquelle
20 ledit analyseur d'espèces gazeuses (10) est connecté à une canalisation de refoulement (11)
d'une pompe à vide primaire dudit dispositif de pompage (6).
3. Station de séchage et/ou de dégazage selon la revendication 2, dans laquelle
ledit analyseur d'espèces gazeuses (10) est connecté en aval d'un clapet anti-retour de ladite
pompe à vide primaire, dans le sens d'écoulement des gaz.
4. Station de séchage et/ou de dégazage selon la revendication 1, dans laquelle
25 ledit analyseur d'espèces gazeuses (10) est connecté à une sortie d'un étage de refoulement
d'une pompe à vide primaire dudit dispositif de pompage (6).
5. Station de séchage et/ou de dégazage selon l'une des revendications 1 à 4,
dans laquelle ledit analyseur d'espèces gazeuses (10) est un hygromètre.
6. Station de séchage et/ou de dégazage selon l'une des revendications 1 à 4,
30 dans laquelle ledit analyseur d'espèces gazeuses (10) est un détecteur de traces de composés
organiques volatiles.

7. Station de séchage et/ou de dégazage selon l'une des revendications 1 à 4, dans laquelle ledit analyseur d'espèces gazeuses (10) est configuré pour mesurer la mobilité des ions des espèces gazeuses.

5 8. Station de séchage et/ou de dégazage selon l'une des revendications 1 à 7, dans laquelle ledit analyseur d'espèces gazeuses (10) présente une sensibilité de mesure inférieure ou de l'ordre de 1 ppm.

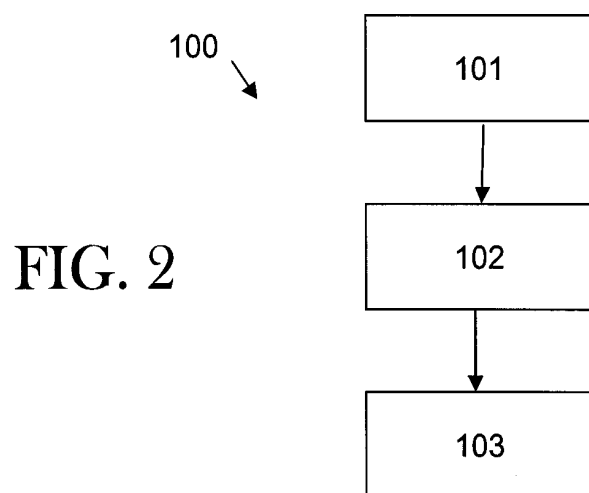
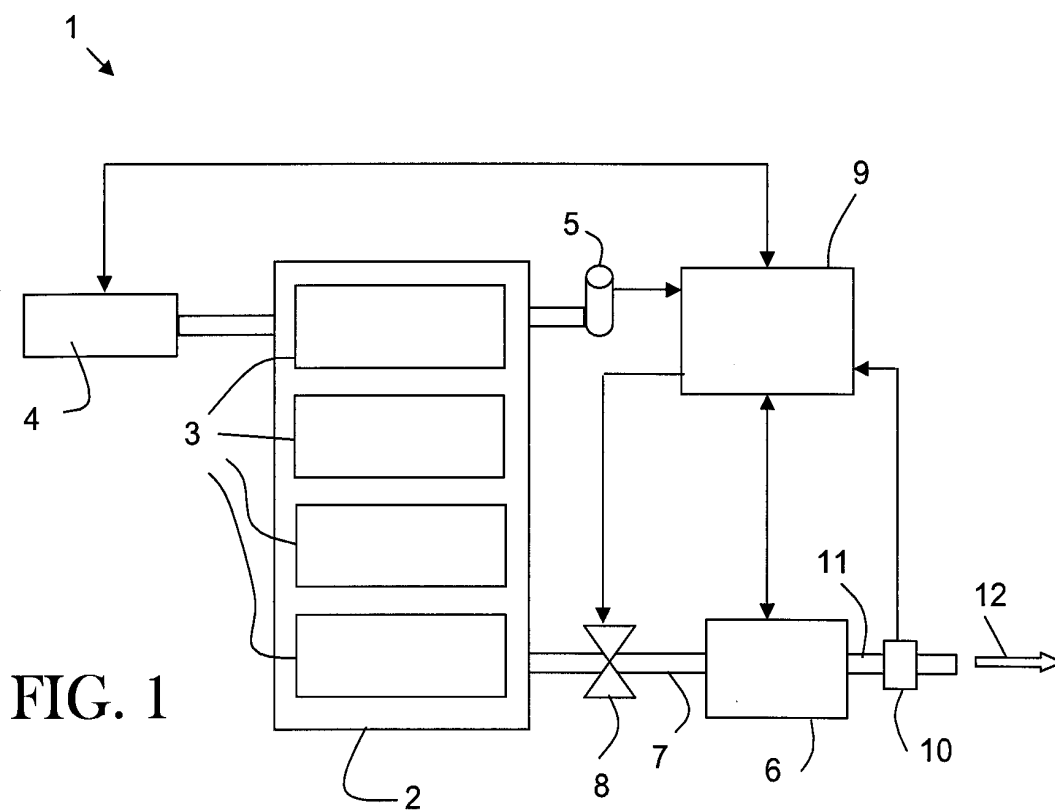
9. Procédé de séchage et/ou de dégazage d'un produit ou d'une enceinte de transport pour le convoyage et le stockage atmosphérique de substrats, comportant une étape de séchage et/ou de dégazage dans laquelle :

- 10 - on place le produit ou l'enceinte de transport dans ladite chambre d'une station de séchage et/ou de dégazage selon l'une des revendications 1 à 8 (101),
- on soumet ladite chambre à une pression sub-atmosphérique par l'intermédiaire dudit dispositif de pompage (102),
- 15 - on contrôle la concentration en espèces gazeuses présentes dans ladite chambre au moyen dudit analyseur d'espèces gazeuses connecté à ladite sortie de refoulement des gaz dudit dispositif de pompage (103).

10. Procédé de séchage d'un produit selon la revendication 9, dans lequel on détermine la fin de la sublimation de l'eau contenue dans des produits soumis à un traitement de lyophilisation, par le contrôle de la concentration en espèces gazeuses présentes dans ladite chambre au moyen dudit analyseur d'espèces gazeuses connecté à une

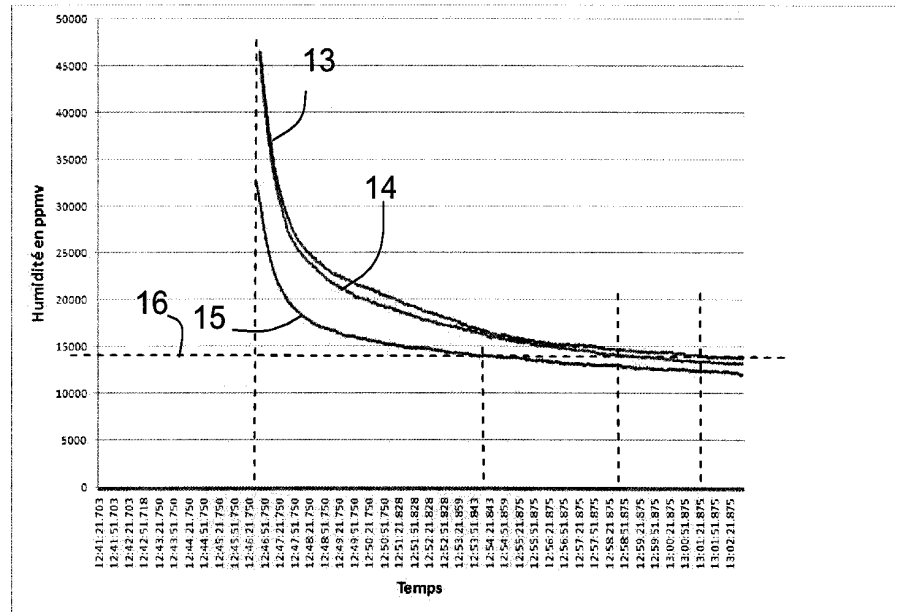
20 sortie de refoulement des gaz dudit dispositif de pompage.

1/2



2/2

FIG. 3





**RAPPORT DE RECHERCHE
PRÉLIMINAIRE**

N° d'enregistrement
national

établi sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la recherche

FA 722487
FR 0902849

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
X,D	WO 2009/021941 A1 (ALCATEL LUCENT [FR]; GODOT ERWAN [FR]; THOLLOT REMI [FR]; FAVRE ARNAUD) 19 février 2009 (2009-02-19)	1-2,5-6, 9	F26B5/04
Y	* page 21, ligne 15 - ligne 19; revendication 11; figures 3,10 *	10	
Y	----- US 4 619 257 A (LINNEN JOHN G [US] ET AL) 28 octobre 1986 (1986-10-28)	10	
A	* colonne 13, ligne 1 - ligne 9; figure 2 *	1,5-6	
X	----- WO 01/82019 A1 (CIT ALCATEL [FR]) 1 novembre 2001 (2001-11-01) * le document en entier *	1-2,4	
A	----- GB 1 479 453 A (BICC LTD) 13 juillet 1977 (1977-07-13) * le document en entier *	1,9	
A	----- US 6 049 997 A (GRENCI CHARLES [US] ET AL) 18 avril 2000 (2000-04-18) * colonne 4, ligne 46 - ligne 55 *	1,9	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)
			F26B
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
3 février 2010		Silvis, Henk	
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS		T : théorie ou principe à la base de l'invention	
X : particulièrement pertinent à lui seul		E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure	
Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un		à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date	
autre document de la même catégorie		de dépôt ou qu'à une date postérieure.	
A : arrière-plan technologique		D : cité dans la demande	
O : divulgation non-écrite		L : cité pour d'autres raisons	
P : document intercalaire		
		& : membre de la même famille, document correspondant	

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 0902849 FA 722487**

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche préliminaire visé ci-dessus.

Les dits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du 03-02-2010

Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets, ni de l'Administration française

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
WO 2009021941	A1	19-02-2009	FR 2920046 A1	20-02-2009

US 4619257	A	28-10-1986	AUCUN	

WO 0182019	A1	01-11-2001	AT 328310 T	15-06-2006
			DE 60120064 T2	21-12-2006
			EP 1190285 A1	27-03-2002
			FR 2808098 A1	26-10-2001
			JP 2003532283 T	28-10-2003
			US 6316045 B1	13-11-2001
			US 2002153102 A1	24-10-2002

GB 1479453	A	13-07-1977	AUCUN	

US 6049997	A	18-04-2000	AUCUN	
