

Der Einsatz von Refrigerator - Kryopumpen in reaktiven Prozessen

Merksatz zum Thema!

Es gibt keine Lösung für eine 100%-ige Sicherheit beim Auftauen von gefrorenen brennbaren Gasen und kein Kryopumpenhersteller kann ein 0-Risiko garantieren.

Wann entsteht Gefahr?

Solange die Kryopumpe bei vorgeschriebener Arbeitstemperatur und zulässigem Arbeitsdruck in Betrieb ist, herrscht keine Gefahr. Gefährliche, explosive Gasgemische können nur bei gewolltem oder ungewolltem Aufwärmen (Stromausfall) der Pumpe entstehen.

Mit der Einhaltung von einigen Sicherheitsvorschriften kann jedoch das Restrisiko so weit reduziert werden, dass Applikationen mit Sauerstoff oder Wasserstoff als Prozessgase heute zu einem alltäglichen Verfahren geworden sind, bei welchen die Vorteile einer Kryopumpe nicht gemisst werden wollen.

Für solche Prozesse sind folgende Vorkehrungen unbedingt einzuhalten:

- Mögliche Zündquellen (z.B. Vakuum-Messröhren vom Typ Heisskathode, Pirani oder elektrische Heizungen) sind in der Pumpe nicht zulässig.
- Die Kryopumpe muss zur Prozesskammer über ein Hochvakuumventil trennbar sein, welches bei gewolltem oder ungewolltem Stromunterbruch automatisch schliesst. Es werden vorteilhaft Schiebeventile eingesetzt, welche auch bei leichtem Überdruck in der Kryopumpe in Richtung Prozesskammer noch vakuumdicht sind.
- An die Kryopumpe gehört ein stromloses Abblasventil, welches spätestens bei einem Überdruck von 1200 mbar selbsttätig öffnet und einen ausreichenden Gasdurchsatz zulässt. Das austretende Gas soll über eine flexible Schlauchleitung an einen sicheren Ort abgeführt werden. Wenn keine grossen Gasmengen beim Auftauen der Pumpe zu erwarten sind, können diese auch in einer gummielastischen Blase am Abblasventil aufgefangen werden.
- Häufiges Regenerieren der Kryopumpe ist empfohlen. Das kleinste Risiko ist dann gegeben, wenn die Pumpe täglich ein- und ausgeschaltet wird. Dies ist jedoch in den meisten Fällen wegen zu langer Abkühl- und Regenerationszeit nicht möglich.
- Das Vorvakuum - Pumpsystem muss „Sauerstoff - tauglich“ sein, d.h., Mineralöl im Vorvakuumssystem ist absolut unzulässig.

Bei der konsequenten Anwendung der beschriebenen Vorsichtsmassnahmen sind bisher keine nennenswerten Vorfälle bekannt geworden. Die grösste kritische Situation bei solchen Prozessen ist dann gegeben, wenn die Kryopumpe nach längerer Betriebsdauer gewollt oder

auch ungewollt aufgewärmt wird und dabei die vorher gefrorenen Gase ein explosives Gasgemisch bilden können. Dies ist dann zu erwarten, wenn reaktive Prozesse mit Sauerstoff oder Wasserstoff als Prozessgase zum Einsatz kommen, wobei meistens auch mit einem geringen Anteil von Ozon als Reaktionsprodukt gerechnet werden muss.

Das Ziel muss sein, das Auftauen der Pumpe und die Entfernung der Gase in beiden Fällen unter Kontrolle zu bringen. Dies ist natürlich bei einem geregelten Regenerieren der Pumpe besser zu kontrollieren als beim unvorhergesehenen Auftauen, z.B., bei Lufteinbruch oder Stromausfall. In jedem Fall ist jedoch dafür zu sorgen, dass vor dem Eintreten der Regenerationsphase das Hochvakuumventil zur Prozesskammer automatisch schliesst, damit mögliche „heisse Quellen“ im Prozessraum sofort von der Pumpe getrennt werden bevor sich das gefährliche Gasgemisch bilden kann. Auf Grund der Trägheit des Temperaturanstieges in der Masse des 20K - Kondensators und in den gefrorenen Gasen bleibt dafür immer genügend Zeit.

Eine besonders grosse Bedeutung kommt in solchen Prozessen der Art der Regenerierung zu. Seit der Entstehung von Refrigerator - Kryopumpen sind zum Thema Regenerierung schon mehrere Methoden beschrieben worden und zur Anwendung gekommen, welche zum Teil aus Gründen höherer Investitionskosten (grösserer Aufwand für die Kontrollinstrumente) fast in Vergessenheit geraten sind, jedoch gerade für die beschriebenen Probleme besonders vorteilhaft sein können. Wohlgermerkt, wir sprechen hier nicht von der in der Halbleiterherstellung üblichen Kurzzeit - Regeneration, sondern ausschliesslich von Regenerationsmethoden, welche in der Regel nach Erreichen der Pumpenkapazität oder wöchentlich einmal an Wochenenden an Batch - Bedampfungsanlagen vorgenommen werden.

Wir unterscheiden dabei zwei wesentliche kontrollierte Regenerationsmethoden:

- Niederdruck - Regeneration über das Vorvakuumssystem bei gleichzeitiger Beheizung des Pumpengehäuses aussen mit Heizbandage.

oder

- Purgegas - Regenerierung durch Zufuhr von beheiztem Inertgas (Argon oder Stickstoff) in die Pumpe und Ausführung des Gasgemisches über das Abblasventil.

Wenn die Regenerationszeit verkürzt werden muss, kann auch eine Kombination der beiden Methoden sinnvoll sein. Beide Betriebsarten haben Vor- und Nachteile, welche in der Folge im Detail beschrieben werden.

Die Niederdruck - Regeneration

Diese Methode ist bei reaktiven Prozessen besonders zu empfehlen, weil dabei gefährliche Gasgemische erst gar nicht entstehen können. Dabei verdampfen die in der Pumpe gefrorenen Gase sequentiell entsprechend ihren unterschiedlichen Verdampfungs-temperaturen und werden über eine Druckregelung über das Vorpumpsystem abgepumpt.

Die Regelung läuft wie folgt ab:

- Bei Eingabe des Befehls zur Regenerierung schaltet der He-Kompressor und Kühlkopf aus, das Vorpumpsystem und die Heizung am Pumpengehäuse schalten ein.
- Temperatur und Druck in der Kryopumpe steigen an.
- Erreicht der Druck in der Kryopumpe 1 mbar, öffnet das Vorkuumventil und die frei werdenden „leichten“ Gase (H₂, He) werden abgepumpt. Danach kann der Druck je nach Grösse des Vorkuumsystems wieder unter 10E-1 mbar absinken. Das Vorkuumventil soll bei Erreichen von 10E-1 mbar wieder schliessen.
- Nach weiterem Temperaturanstieg in der Kryopumpe werden die „schwereren“ Gase (O₂, N₂ etc) freigesetzt und der gleiche druckgeregelter Zyklus (zwischen 1mbar und 10E-1 mbar) setzt sich fort. Dabei kann es in Abhängigkeit der vorher in der Pumpe kondensierten Gasmenge vorkommen, dass das Vorkuumsystem über längere Zeit die Gase wegpumpen muss, bis sich wieder ein Druck von 10E-1 einstellt und das Vorkuumventil wieder schliesst.
- Bis zu diesem Zeitpunkt hat die Pumpe jedoch noch keinen Wasserdampf freigegeben, weshalb der Regenerationszyklus fortgesetzt werden muss bis die gesamten inneren Einbauten der Pumpe etwa eine Temperatur von ca. 40°C erreicht haben.
- Die Regeneration kann dann als ausreichend betrachtet und beendet werden, wenn bei komplett warmer Pumpe der Druckanstieg in der Kryopumpe nach dem Schliessen des Vorkuumventiles einer Gasrate von $< 5 \times 10E-3$ mbar liter /sec entspricht.

Dies ist die sicherste Methode um Unfälle durch explosive Gasgemische zu vermeiden.

Die Nachteile sind:

- Obwohl das Pumpengehäuse dabei bis auf ca. 70°C mittels Heizbandagen geheizt wird, dauert die Regeneration etwa doppelt so lange wie bei der Purgegas - Regenerierung. Dies kann wesentlich verbessert werden, wenn beide Regenerationsmethoden sequentiell kombiniert werden, d.h., Niederdruck - Regeneration bis zu einer Temperatur von ca. 100K an der zweiten Stufe des Kühlkopfes und anschliessend Purgegas - Regeneration über das Abblasventil bei ausgeschaltetem Vorkuumsystem.
- Der Überwachungsaufwand ist grösser als bei Purgegas - Regenerierung.
- Die Belastung des Vorpumpsystems mit reaktiven Gasen ist grösser.
- Nicht wirksam bei Stromausfall. Deshalb muss bei beiden Arten der Regenerationsmethoden das austretende Gas sowohl vom Abblasventil, als auch vom Vorpumpsystem über separate, meist flexible Leitungen, an einen gesicherten Ort abgeführt werden.

Die Purgegas - Regeneration

Die Purgegas - Regeneration ist eine weit verbreitet bekannte Art der Kryopumpen - Regeneration und wird insbesondere dort eingesetzt, wo zu den Sicherheitsaspekten auch schnelle Regenerierungszyklen verlangt sind. Auf Grund der unkontrollierbaren Gasgemische bei höherem Druck ist sie jedoch mit einem grösseren Sicherheitsrisiko behaftet als die Niederdruckregeneration. Auch bei der Festlegung der Purgegas - Hardware sollte bei reaktiven Prozessen aus Sicherheitsgründen Rechnung getragen werden, womit auch die Situation der ungewollten Regenerierung durch Stromausfall etwas mehr kontrollierbar wird.

D.h., das Purgegas sollte bei reaktiven Prozessen über ein batteriebetriebenes, zeitlich verzögertes Einlassventil der Pumpe zugeführt werden, wodurch kurzzeitige Stromunterbrüche überbrückt werden können, ohne dass die Kryopumpe ausser Betrieb gesetzt wird und dadurch die Purgegas - Regenerierung auch bei längerem Stromausfall geregelt ablaufen kann, allerdings ohne beheiztes Purgegas während des Stromunterbruches.

Die Purgegas - Regeneration ist einfacher im Ablauf als die Niederdruck - Regeneration. Dabei wird nach dem Schliessen des Hochvakuumventiles und dem Ausschalten des Kompressors und des Kühlkopfes mit dem Start der Regeneration der Kryopumpe geheiztes Inertgas (in der Regel Stickstoff oder Argon) in der Art zugeführt, dass die Pumpe vorerst auf Atmosphärendruck belüftet und dann mit leichtem Überdruck solange gespült wird, bis die gesamten inneren Einbauten eine Temperatur von ca. 40 °C erreicht haben. Während diesem Vorgang werden die durch den Temperaturanstieg frei werdenden Gase mit Inertgas gemischt und kontinuierlich über das Abblasventil an einen sicheren Ort abgeführt.

Danach wird die Pumpe über das Vorvakuumventil evakuiert und mit der gleichen Methode der Druckanstiegsprobe (wie bei der Niederdruck - Regenerierung beschrieben) festgestellt, ob die Pumpe ausreichend regeneriert wurde.

Die Nachteile sind:

- Das Sicherheitsrisiko betreffend explosivem Gasgemisch ist grösser.
- Inertgas in relativ grossen Mengen wird benötigt. (ca. 2 - 3 m³ Spülgas an einer Pumpe der NW 500)

Balzers, Juni 2004-06-23
M. Kohler, HSR AG