

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 394 449**

51 Int. Cl.:

F17C 13/06 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **13.07.2005** **E 05758996 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la solicitud europea: **11.04.2007** **EP 1771681**

54 Título: **Recipiente de transferencia**

30 Prioridad:

28.07.2004 AT 12862004

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

31.01.2013

73 Titular/es:

**ALVATEC PRODUCTION AND SALES GESMBH
(100.0%)**

**Eisenstrasse 62
9330 Althofen, AT**

72 Inventor/es:

LONDER, HARALD

74 Agente/Representante:

ARIAS SANZ, Juan

ES 2 394 449 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Recipiente de transferencia.

5 La presente invención se refiere a un recipiente para la transferencia de una sustancia líquida, sólida o gaseosa en un sistema cerrado, que comprende una carcasa con al menos una abertura cerrada herméticamente en vacío, estando contenida la sustancia a transferir en la carcasa, así como un procedimiento para su fabricación.

10 La introducción de materiales muy puros, reactivos o estables, como por ejemplo, absorbentes no evaporantes en forma suelta, no se puede llevar a cabo actualmente la mayoría de las veces sin una saturación por contacto con la atmósfera circundante o una contaminación de la atmósfera del sistema cerrado debido a las partículas sueltas. Numerosas aplicaciones requieren por ello sistemas de transferencia complicados, procesos complejos o una preparación especial de las sustancias a introducir. Por un lado, los materiales a introducir se deben proteger con frecuencia frente a ensuciamientos por contaminación o mezcla con la atmósfera circundante y, por otro lado, se debe garantizar la liberación del material con mayor pureza en la zona de vacío o en una atmósfera inerte en un instante determinado mediante un mecanismo de apertura correspondiente.

15 Estos requerimientos se resuelven la mayoría de las veces mediante cámaras de transferencia o combinaciones de materias de menor potencia, lo que requiere junto a un factor de gasto no insignificante también varias largas etapas de montaje o proceso.

20 En el caso de absorbentes no evaporantes (NEGs) se utilizan actualmente diferentes materiales de partida. Metales alcalinos – alcalinotérreos son apropiados como fuentes absorbentes de gran potencia, pero también se pueden manipular con dificultad debido a su elevada reactividad (Scientific Foundations of Vacuum Technique, John Willey & Sons, New York (1962), pág. 622; della Porta, Vacuum, 1996, 47: 771).

Por ello en el entorno NEG se utilizan principalmente mezclas de Zr, V y Fe, que presentan junto a una baja capacidad de sorción también sólo un bajo ratio de adherencia (duración de recepción) de los gases restantes aspirados (véase, por ejemplo, P. della Porta, Technical Paper TP 202, 1992; US 6.506.319; US 6.672. 819; US 6.420.002; US 6.514.430; US 6.322.720; US 6.200.494; B. Ferrario, Vacuum 47 (1996), pág. 363; US 6.322.720).

25 Los recipientes existentes para la transferencia de sustancias líquidas, sólidas o gaseosas en sistemas cerrados utilizan para el cierre barnices o revestimientos volátiles que se abren mediante temperatura o reacciones químicas (por ejemplo, EP 0 511 177 A), en el que estas aplicaciones, debido a la relación de desprendimiento de gases de las sustancias utilizadas, sólo son apropiadas de forma condicionada para el rango de UHV o XHV.

30 Mecanismos de apertura mecánicos, que reaccionan ante la presión cambiante durante el vaciado con bomba de una cámara de vacío o se abren desde fuera al ejercer una fuerza, están contruidos de forma costosa y la mayoría de las veces durante la apertura modifican la presión global en el recipiente y por ello sólo se pueden usar de forma condicionada (PCT/EP02/01409).

35 En el documento US 2003/0196311 A1 se da a conocer una unidad Dewar separada que contiene un absorbedor y evacúa a través de una brida y a continuación se cierra herméticamente en esta zona con una tapa adaptada a la brida, estando prevista entre brida y tapa una junta de indio. No se menciona una constitución del absorbedor previsto en la unidad Dewar. Además, la unidad Dewar está completamente separada y permanece en este estado conforme a la finalidad.

40 La invención se plantea por consiguiente el objetivo de vencer los problemas y dificultades arriba mencionados del estado de la técnica y proporcionar un recipiente del tipo mencionado al inicio, con cuya ayuda sustancias sensibles, en particular materiales muy puros y muy reactivos, como materiales absorbentes, se puedan introducir de manera sencilla en sistemas cerrados y aplicaciones, cámaras de vacío, cámaras de presión, etc. en cantidades predeterminadas en un instante libremente seleccionable, sin poner en peligro la pureza del sistema. Adicionalmente este recipiente se debe fabricar de forma relativamente económica y sin etapas de producción largas e intensivas en trabajo.

Este objetivo se resuelve según la invención por un recipiente según la reivindicación 1.

45 Al calentar el recipiente según la invención a una temperatura determinada, que se produce en función del material de la junta, se funde el metal de la junta y la sustancia transferida se libera al entorno, es decir, en el sistema cerrado.

50 El recipiente según la invención se puede usar por consiguiente en todo el sector de la tecnología de vacío, en el que se introducen y vaporizan materiales muy puros, por ejemplo, metales o se liberan diferentes materiales absorbentes para la mejora del vacío. En el sector de aplicaciones bajo sobrepresión que deben discurrir en ciclos cerrados, la invención permite igualmente la introducción de sustancias, materiales y componentes muy puros, líquidos, sólidos o gaseosos. Por ejemplo, en el sector de la fabricación de lámparas, en combinación se pueden liberar de este modo gases nobles y al mismo tiempo materiales absorbentes, a fin de garantizar en sólo una etapa del proceso la mejor pureza posible del

espacio de reacción y la liberación de la cantidad de gas necesaria exactamente.

Según la temperatura de liberación deseada se pueden utilizar diferentes metales o aleaciones para la junta. La junta dependiente de la temperatura se selecciona de metales del grupo compuesto por Ga, In, Sn, Pb y sus aleaciones.

5 Según una forma de realización preferida de la invención, la junta dependiente de la temperatura presenta un punto de fusión en el rango de 50 °C a 350 °C.

La junta dependiente de la temperatura presenta de forma ventajosa en el estado no comprimido un espesor medio en el rango de 2-5 mm.

10 Otra forma de realización preferida se caracteriza porque la carcasa comprende a continuación de la junta dependiente de la temperatura otra sección que está provista de aberturas permeables a gases, pero impermeables a sólidos, preferentemente ranuras. Las aberturas están cerradas convenientemente con una red de malla fina o una membrana permeable a gases.

15 En el ámbito de aplicaciones de absorción es razonable muchas veces que el material absorbente permanezca después de la fusión de la junta en la carcasa de absorción, es decir, en el recipiente de transferencia. Después de la apertura del recipiente por fusión de la junta, según la invención se puede realizar a través las aberturas en la junta de la sección siguiente un cambio de gases, sin que salgan del recipiente las partículas sueltas del material absorbente.

La sustancia a transferir es preferentemente un material absorbente.

Además, es especialmente ventajoso si la carcasa del recipiente está configurada en forma de cilindro o de cuadrado. No obstante, también se pueden concebir otras formas.

20 El procedimiento para la fabricación de un recipiente según la invención con dos aberturas se caracteriza porque una abertura de la carcasa se cierra herméticamente en vacío con una junta de metal preformada, dependiente de la temperatura y fundente a una temperatura de liberación, comprimiéndose la junta simultáneamente en lados opuestos bajo compresión y extensión lateral del metal, introduciéndose luego en la carcasa la sustancia a transferir, eventualmente en vacío o atmósfera inerte, y cerrándose a continuación la otra abertura herméticamente en vacío.

La segunda abertura se cierra preferentemente por soldadura, ajuste prensado mecánico o un adhesivo.

25 El material de la carcasa se selecciona conforme a la aplicación. En el sector de las aplicaciones en vacío o sobrepresión son especialmente apropiados recipientes inoxidables de acero, cerámica o vidrio debido al bajo desprendimiento de gases y a la elevada hermeticidad. La forma de la carcasa no está sujeta a una limitación, en tanto que herramientas de compresión correspondientes garanticen la compresión exacta y por consiguiente la hermeticidad del recipiente.

30 La hermeticidad y la capacidad de carga de la junta dependiente de la temperatura dependen del material de partida, la densidad del material en el estado bruto y la compresión durante el proceso de compresión, así como la superficie a obturar o el diámetro interior correspondiente de la salida de liberación. Materiales preferidos para la junta son Ga, In, Sn, Pb o sus aleaciones, como por ejemplo InSn.

35 Para la serie de pruebas realizadas con un tubo de acero con un diámetro interior de 7,2 mm y un espesor de pared de 0,5 mm se han utilizado 35 mg y 45 mg de In puro o una aleación homogénea de InSn. En el caso de superficies de la junta mayores también se puede conseguir una estabilización adicional de la junta con piezas intermedias estables (anillos, discos o rectángulos de acero, cerámica, vidrio).

40 La otra abertura del recipiente se cierra después del llenado con la sustancia a transferir, de modo que se garantiza que no se pueda abrir durante el calentamiento del recipiente. Se pueden utilizar diferentes materiales. Según la aplicación se pueden usar diferentes técnicas. En los ejemplos el extremo se ha apretado por ejemplo mecánicamente a 1,5 mm mediante una prensa de husillo y luego se suelda eléctricamente herméticamente en vacío.

45 Según se ha mencionado arriba, en muchas aplicaciones se desea que el material quede en el interior del recipiente. Si, por ejemplo, el material absorbente queda en la carcasa de absorción después de la fusión de la junta, se protege la cámara de vacío o aplicación correspondiente frente a partículas sueltas. Mediante una red de malla fina y en otro caso mediante una membrana permeable a gases, se conecta esta parte de la cámara de absorción con la atmósfera de la cámara de vacío o la cavidad cerrada a limpiar y de este modo se puede desplegar la potencia de sorción deseada.

Principio y el funcionamiento de la invención:

1.) Según la temperatura de liberación deseada se fabrica una junta de metales puros correspondientes como Ga, In, Sn, Pb o sus aleaciones.

2.) El recipiente de transferencia, que presenta dos aberturas, por ejemplo, en el caso de carcasa cilíndrica está abierto en

ambos extremos, se cierra herméticamente mecánicamente en una abertura o un extremo con la junta preformada, dependiente de la temperatura con un dispositivo de compresión.

3.) Luego se introduce la substancia deseada líquida, sólida o gaseosa. Esto se puede realizar, si es necesario, en una atmósfera con gas de protección o en vacío (caja de guantes o similares).

5 4.) Después se evacúa el recipiente o se suelda herméticamente con la atmósfera situada en el recipiente impidiendo una contaminación del contenido, se cierra mecánicamente (ajuste prensado estanco) o químicamente en forma de un adhesivo.

10 5.) Mediante el calentamiento directo o indirecto del recipiente de transferencia a la temperatura de liberación seleccionable se funde la junta y se libera el material llenado previamente. En el caso de substancias sólidas la liberación se puede favorecer también mediante un mecanismo de resorte pretensado o un subcontenedor.

6.) En muchas aplicaciones de absorción es deseable y razonable que el material absorbente quede después de la fusión de la junta en la carcasa de absorción y está conectado con la atmósfera en la aplicación a través de una abertura permeable a gases, pero que mantiene las partículas sueltas. La(s) abertura(s) es/están dispuesta(s) en este caso en una zona de la carcasa de absorción que anteriormente no estaba protegido por la junta.

15 La invención presenta por consiguiente las ventajas siguientes:

- la introducción de la cantidad exacta de substancias sólidas, líquidas o gaseosas en el entorno en vacío, normal y en sobrepresión;
- la liberación de las substancias a transferir mediante apertura térmica de la junta en un instante exacto, libremente seleccionable;
- 20 • un control del instante de liberación mediante calentamiento del recipiente, de la cámara, del componente o de la aplicación;
- un control exacto del mecanismo térmico de liberación con temperaturas seleccionables en el rango de 50 °C a 350 °C;
- 25 • un desarrollo del proceso sin apertura especial de la cámara de vacío, de la cámara de presión, de la aplicación o del componente;
- la introducción y el uso de materiales absorbentes en vacío o en entorno inerte que pueden ser activos químicamente en la introducción, pueden estar en forma suelta o pueden generar durante su uso partículas sueltas.

30 La invención se explica más en detalle a continuación mediante ejemplos y el dibujo, ilustrando la fig. 1 el proceso de la generación de la junta dependiente de la temperatura del recipiente según la invención, la fig. 2 el proceso del llenado y cierre de la otra abertura del recipiente según la invención, la fig. 3 la aplicación del recipiente según la invención en una cámara cerrada y la fig. 4 una forma de realización del recipiente según la invención para la transferencia de materiales absorbentes.

35 Según la fig. 1a) se dispone una junta 4 de metal preformada de forma cilíndrica, dependiente de la temperatura, por ejemplo, de Ga, In, Sb, Pb o sus aleaciones, en una abertura 2 de una carcasa 1 cilíndrica. Luego la junta 4 se comprime mediante un dispositivo de compresión 8 que ejerce presión simultáneamente en las dos superficies base opuestas del cilindro de la junta (fig. 1b)). Mediante la compresión y extensión lateral de la junta 4 se obtiene un cierre hermético en vacío de la abertura 2 de la carcasa 1. El recipiente cerrado por un lado con la junta 4 comprimida está representado en la fig. 1c).

40 Según la fig. 2a) la carcasa 1 se llena a continuación con la substancia 5 a transferir (representado en el estado sólido). Las otras dos representaciones muestran respectivamente un tipo del cierre de la otra (segunda) abertura 3 de la carcasa 1. En la fig. 2b) la abertura 3 se cierra herméticamente en vacío con un material apropiado mediante un ajuste prensado. La fig. 2c) muestra un recipiente cerrado que se ha prensado en su extremo todavía abierto y se ha soldado a continuación eléctricamente.

45 En la fig. 3a) está representada una cámara 9 cilíndrica (cámara de vacío o de presión), en cuya pared interior está dispuesto el recipiente de transferencia según la invención (lleno y cerrado). Mediante el calentamiento del recipiente (representado mediante flechas) se funde la junta 4 de metal dependiente de la temperatura y libera por consiguiente la abertura 2 de la carcasa 1, por lo que la substancia 5 transferida se libera de la carcasa 1 (fig. 3b)).

50 La fig. 4 muestra como ejemplo de un recipiente de transferencia según la invención un acumulador absorbente en forma de un tubo 10. Entre los dos extremos del tubo 11 y 12 soldados eléctricamente herméticamente en vacío está dispuesta la junta 4 dependiente de la temperatura cuyo asiento se puede reconocer mediante una ligera constricción del tubo 10.

Entre la junta 4 y el extremo del tubo 11 se encuentra el depósito de material 13 en el que se aloja un material absorbente en forma de partículas. Por debajo de la junta 4, es decir, entre la junta 4 y el extremo del tubo 12, el tubo 10 presenta varias aberturas 7 en forma de ranura que están cerradas con una red de malla fina. Esta sección de tubo 6 sirve como depósito activo después de la fusión de la junta y la liberación del material absorbente.

5 **Ejemplo 1**

Para la fabricación del recipiente de transferencia según la invención se ha utilizado una carcasa de absorción tubular de acero inoxidable, con una longitud de 100 mm, un espesor de pared de 0,5 mm y un diámetro interior de 7,2 mm.

Por debajo de la posición planificada de la junta se han dispuesto ranuras y se cierran con una red permeable a gases, pero que retiene las partículas. Como material obturante se ha utilizado una forma ajustable de indio puro (50 mg).

10 La forma ajustable de indio se ha dispuesto en el lugar deseado (separada 30 mm de un extremo del tubo) y a continuación se comprime de forma uniforme por ambos lados por prensado simultáneo mediante herramientas. Mediante la extensión del material producida del indio en el borde de la junta se produce una conexión hermética con la pared interior del recipiente y de este modo un sellado hermético en vacío.

15 El tubo sellado se ha llenado en una caja de guantes con una mezcla absorbente. El extremo abierto del tubo se ha estancado mediante una abrazadera para tubo flexible, se excluye hacia fuera de la caja de guantes y se evacúa en una bomba de vacío en el rango de 10^{-5} mbar. Luego la abrazadera del tubo flexible se ha cerrado de nuevo para el aseguramiento del vacío, y el extremo del tubo se ha comprimido 3 cm con una prensa de husillo después de la abrazadera del tubo flexible y a continuación se ha soldado eléctricamente.

20 A continuación se ha fijado la carcasa de absorción sellada en la pared interior de una cámara de vacío. Después del establecimiento del vacío de partida, el acumulador absorbente se ha calentado a 168 °C desde fuera mediante una secadora industrial a través de la transferencia de calor de la pared de la cámara de vacío durante un intervalo de tiempo de 2 minutos.

25 La junta de indio comprimida fundió acto seguido, es decir, el material absorbente se deslizó a la parte inferior de la carcasa y entonces pudo satisfacer con éxito su objetivo, la sorción de los gases restantes. Mediante la red utilizada permeable a gases no pudieron llegar las partículas absorbentes sueltas perturbadoras a la atmósfera de la cámara de vacío.

Ejemplo 2

La misma estructura que en el ejemplo 1. Como material de la junta se ha utilizado no obstante una aleación de InSn, cuya masa ascendió a 80 mg.

30 Después del establecimiento del vacío de partida, el acumulador absorbente se ha calentado a 137 °C desde fuera mediante un secador industrial a través de la transferencia de calor de la pared de la cámara de vacío durante un intervalo de 2 minutos. La junta InSn comprimida se fundió acto seguido por lo que se abrió el acumulador absorbente y se liberó el material absorbente.

REIVINDICACIONES

- 5 1.- Recipiente para la transferencia de una substancia (5) líquida, sólida o gaseosa en un sistema cerrado, que comprende una carcasa (1) con al menos una abertura (2, 3) cerrada herméticamente en vacío, en el que la substancia (5) a transferir está contenida en la carcasa (1), caracterizado porque la al menos una abertura (2, 3) cerrada está cerrada con una junta (4) dependiente de la temperatura y fundente a una temperatura de liberación de un metal seleccionado del grupo compuesto por Ga, In, Sn, Pb y sus aleaciones, de modo que la substancia (5) se puede liberar por la fusión de la junta (4).
- 10 2.- Recipiente según la reivindicación 1, caracterizado porque la junta (4) dependiente de la temperatura presenta un punto de fusión en el rango de 50 °C a 350 °C.
- 3.- Recipiente según la reivindicación 1 ó 2, caracterizado porque la junta (4) dependiente de la temperatura presenta en el estado no comprimido un espesor medio en el rango de 2-5 mm.
- 4.- Recipiente según una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque la carcasa (1) comprende a continuación de la junta (4) dependiente de la temperatura otra sección (6) que está provista de aberturas (7), preferentemente ranuras, permeables a gases pero impermeables a sólidos.
- 15 5.- Recipiente según la reivindicación 4, caracterizado porque las aberturas (7) están cerradas con una red de malla fina o una membrana permeable a gases.
- 6.- Recipiente según una de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque la substancia (5) a transferir es un material absorbente.
- 20 7.- Recipiente según una de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque la carcasa (1) está configurada en forma de cilindro o de cuadrado.
- 25 8.- Procedimiento para la fabricación de un recipiente según una de las reivindicaciones 1 a 7 con dos aberturas, caracterizado porque una abertura (2) de la carcasa (1) está cerrada herméticamente en vacío con una junta (4) de metal preformada, dependiente de la temperatura y fundente a una temperatura de liberación, comprimiéndose la junta (4) simultáneamente por lados opuestos bajo compresión y extensión lateral del metal, introduciéndose luego en la carcasa (1) la substancia (5) a transferir, eventualmente en vacío o atmósfera inerte, y cerrándose a continuación la otra abertura (3) herméticamente en vacío.
- 9.- Procedimiento según la reivindicación 8, caracterizado porque la segunda abertura (3) se cierra por soldadura, ajuste prensado mecánico o un adhesivo.

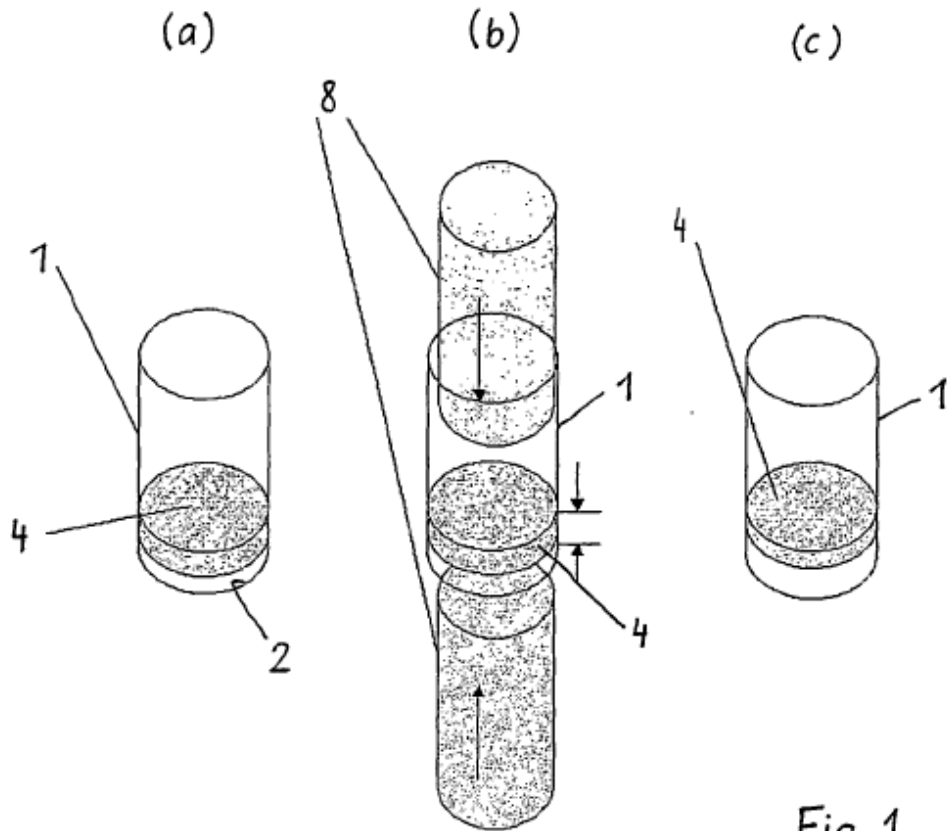


Fig. 1

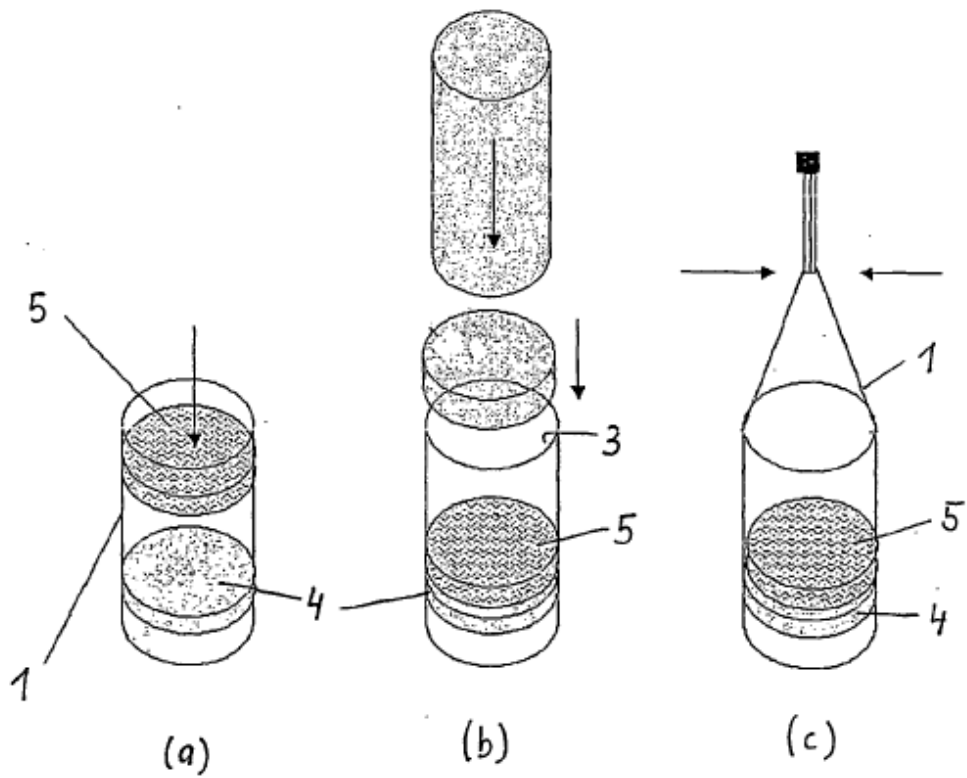


Fig. 2

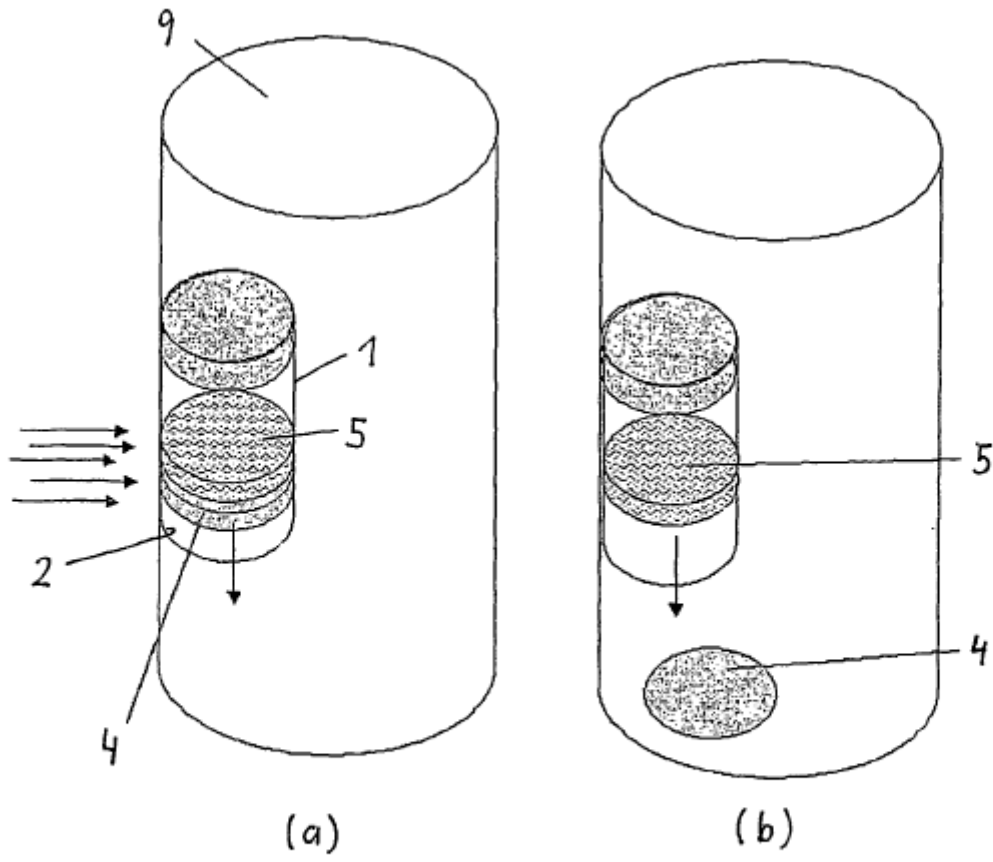


Fig. 3

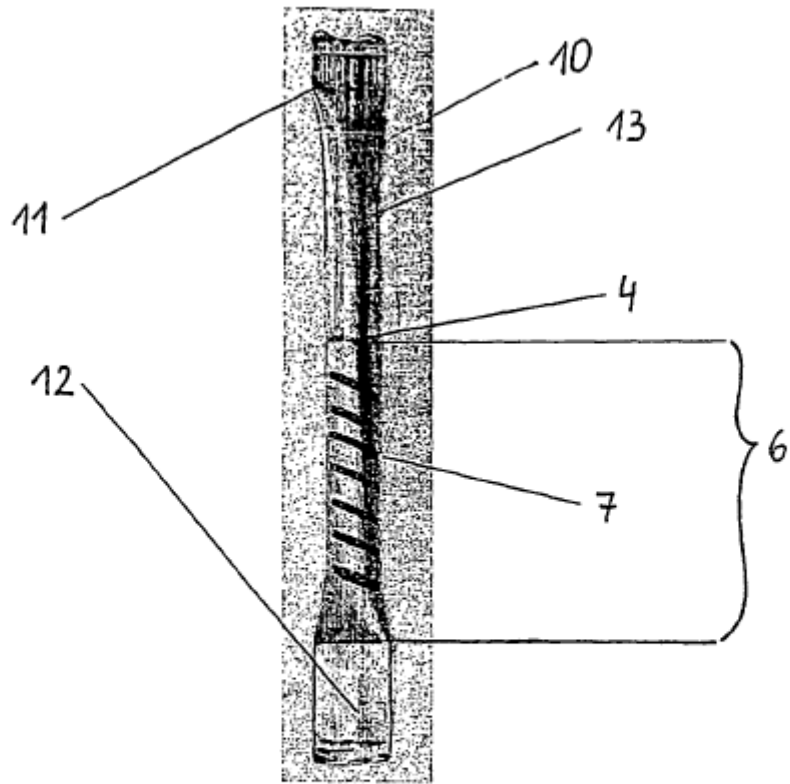


Fig. 4