



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 104955547 A

(43) 申请公布日 2015. 09. 30

(21) 申请号 201380059183. 8

(51) Int. Cl.

(22) 申请日 2013. 11. 20

B01D 53/047(2006. 01)

(30) 优先权数据

G01C 1/12(2006. 01)

61/728, 542 2012. 11. 20 US

(85) PCT国际申请进入国家阶段日

2015. 05. 13

(86) PCT国际申请的申请数据

PCT/US2013/071086 2013. 11. 20

(87) PCT国际申请的公布数据

W02014/081880 EN 2014. 05. 30

(71) 申请人 赛斯纯气体股份有限公司

地址 美国加利福尼亚

(72) 发明人 C·阿普尔加思 L·拉贝利诺

S·沃格特 M·苏奇 C·兰多尼

(74) 专利代理机构 中国国际贸易促进委员会专

利商标事务所 11038

代理人 王长青

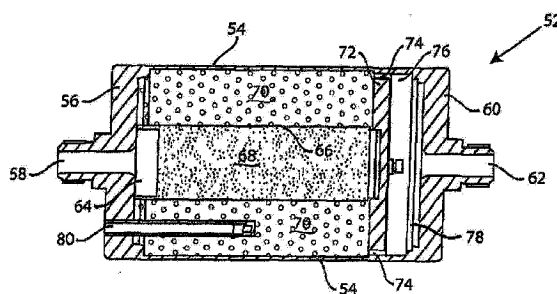
权利要求书2页 说明书7页 附图4页

(54) 发明名称

用于无水氨回收的方法和系统

(57) 摘要

用于循环废气的设备，包括含有可逆的氨吸附材料 (70) 的容器 (52)，该吸附材料当吸附 (“装载”) 氨时放热，和当释放 (“卸载”) 氨时吸热。第一阀选择性地含氨的废气源偶联至所述容器的第一接口 (58)，第二阀选择性地含真空泵偶联至所述容器，和第三阀选择性地含所述容器的第二接口 (62) 偶联至输出。控制器打开并关闭第一阀、第二阀和第三阀，来实施所述容器的装载阶段、中间放空阶段和卸载阶段。



1. 用于循环含氨的废气的方法,包括:

在装载阶段,通过接近容器(52)的第一部分的容器入口(58),用含氨的输入气体装载所述容器,其中所述容器含有可逆的氨吸附材料(70);

在所述装载阶段之后的中间放空阶段中,在真空条件下通过放空出口将所述容器放空,其中所述中间放空阶段具有由时间阈值、蒸汽压阈值和 N_2 含量阈值的至少一个所限定的持续时间;和

在所述中间放空阶段后的卸载阶段中,在真空条件下通过卸载出口将所述容器卸载。

2. 根据权利要求1所述的用于循环含氨的废气的方法,其中所述放空出口和所述卸载出口相同。

3. 根据权利要求1和2任一项所述的用于循环含氨的废气的方法,其中所述容器入口和所述卸载出口相同。

4. 根据权利要求1和2任一项所述的用于循环含氨的废气的方法,所述卸载出口不同于所述容器入口,并且位于所述容器的第一部分中。

5. 根据前述权利要求任一项所述的用于循环含氨的废气的方法,其中在所述中间放空阶段的最后,小于1%的放空气体是 N_2 。

6. 根据前述权利要求任一项所述的用于循环含氨的废气的方法,其中所述装载阶段的持续时间在约1至40分钟的范围内。

7. 根据前述权利要求任一项所述的用于循环含氨的废气的方法,其中所述容器在该容器的第二部分中装备有至少一个热电偶作为温度传感器。

8. 根据前述权利要求任一项所述的用于循环含氨的废气的方法,其中所述放空阶段的启动基于检测到所述容器内的阈值温度和装载操作的规定持续时间界限的至少一个。

9. 根据权利要求8所述的用于循环含氨的废气的方法,其中所述阈值温度优选在高于参比温度约1至75°C的范围内,更优选在高于参比温度约5至40°C范围内,且最优选在高于参比温度约10至30°C的范围内。

10. 根据权利要求8所述的用于循环含氨的废气的方法,其中所述装载操作的规定持续时间界限具有工厂设定的预定最大值和现场可调节的预定最大值的至少一个。

11. 用于循环废气的设备,包括:

含有可逆的氨吸附材料(70)的容器(52),其中氨吸附过程是放热的,和其中氨释放过程是吸热的,其中所述容器至少具有与所述容器的第一部分关联的第一接口(58)和与所述容器的第二接口关联的第二接口(62);

第一阀(V_i),所述第一阀(V_i)选择性地将废气源(11)偶联至所述容器的第一接口;真空泵(15);

第二阀(V_o),所述第二阀(V_o)选择性地将所述真空泵偶联至所述容器;

第三阀(V_e),所述第三阀(V_e)选择性地将所述容器的第二接口偶联至输出;和

控制器(C),所述控制器(C)选择性地将打开和关闭所述第一阀、第二阀和第三阀,来实施所述容器的装载阶段、中间放空阶段和卸载阶段。

12. 根据权利要求11所述的用于循环含氨的废气的设备,其中所述第二阀将所述真空泵偶联至所述容器的第一接口。

13. 根据权利要求11所述的用于循环含氨的废气的设备,其中所述第二阀将所述真空

泵偶联至位于所述容器的第一部分中的所述容器的第三接口。

14. 根据权利要求 11 所述的用于循环含氨的废气的设备, 其中所述第二阀将所述真空泵偶联至所述容器的第二接口。

15. 根据权利要求 11 所述的用于循环废气的设备, 其中所述可逆的氨吸附材料包括 FeMn 催化剂、Ni 基催化剂、沸石、氧化铝、二氧化硅和分子筛的至少一种。

16. 根据权利要求 11 所述的用于循环废气的设备, 进一步包括放置在所述容器内的一种或多种压载材料。

17. 根据权利要求 11 所述的用于循环废气的设备, 其中所述可逆的氨吸附材料优选包括 13X 分子筛, 更优选包括为所述可逆的氨吸附材料的至少 50wt. % 的 13X 分子筛, 且最优选包括为所述可逆的氨吸附材料的至少 90wt. % 的 13X 分子筛。

用于无水氨回收的方法和系统

技术领域

[0001] 本发明一般涉及工业气体的处理,更具体地涉及来自半导体制造设备的废气的处理。

背景技术

[0002] 氨(亦称“氮烷”)是氮和氢的具有化学式 NH_3 的化合物。氨,如在商业上使用的,通常被称作无水氨,以强调在材料中不存在水。因为 NH_3 在 -33.34°C (-28.012°F) 下在 1 大气压的压力下沸腾,液态的氨必须在高压或低温下储存。虽然用途广泛,但氨同时是腐蚀性和危险的。

[0003] 氨的一种商业用途是作为用于半导体生产的工艺气体。例如,氨用于半导体材料在所谓金属-有机化学气相沉积(MOCVD)工艺中的外延沉积。MOCVD 已经成为光电设备例如发光二极管(LEDs)生产的主要工艺。

[0004] 在 MOCVD 机器中制造 LEDs 使用的许多气体中,氨是最昂贵的气体之一。这部分是因为氨工艺气体要求高纯度。例如,如果在氨气中存在水分(H_2O)或氧分子(O_2),即使在高于几 ppb 的痕量浓度中,氧原子可被引入 LED 装置的晶体构造中。因为在氮化物-晶体生长工艺中氨需要高的流速,即使气体中痕量的杂质,也可导致在装置中引入许多不需要的原子。为应对这个问题,使用一般进行纯化且含有不超过 1ppb 水分或氧气的氨来制备最先进的 LEDs。

[0005] MOCVD 机器可使用非常大量的氨气。例如,单个 MOCVD 工艺室每年可消耗约 10 吨的超高纯度氨气,且半导体生产工厂可以有 50 或更多个 MOCVD 室。因而,氨的成本和在它使用之后的处置是有问题的。

[0006] 图 1 描述现有技术的制造系统 S,包括半导体制造设备 M、洗涤器 Sc 和普通的废气系统 E。半导体制造设备 M 例如可以是 MOCVD 工艺室,将工艺气体注入其中以形成半导体材料的外延层。制造设备 M 具有废气(例如 NH_3 、 H_2 、 N_2 和痕量级的其它化合物),废气优选流过洗涤器 Sc,以在普通的废气系统 E 中处置剩余气体之前除去 NH_3 。

[0007] 俄亥俄州克利夫兰的 Verantis Environmental Solutions Group 售卖“MS 型小型洗涤器”,其可以用来降低半导体制造设备的废气中的氨含量。小型洗涤器使用稀硫酸溶液,据说它可实现大于 95% 的氨除去率。然而,要理解的是:由于使用消耗物(例如硫酸溶液)并产生引起处理问题的废物,洗涤器例如 Verantis 小型洗涤器引入其自身的复杂性。

[0008] 当阅读以下描述并研究附图的一些图时,现有技术的这些和其它限制对于本领域技术人员是明显的。

[0009] 发明概述

[0010] 本发明的一个目标是提供用于从例如半导体制造设备的废气中有效地回收无水氨的系统和方法。本发明的另外目标是回收具有可接受地低水平杂质的无水氨。

[0011] 用于循环含氨的废气的方法包括:(a) 在装载阶段中,用含氨的输入气体装载容器,其中所述容器含有可逆的氨吸附材料;(b) 在所述装载阶段后的中间放空阶段,将所述

容器在真空条件下放空 ; 和 (c) 在所述中间放空阶段后的卸载阶段中, 将所述容器在真空条件下卸载。优选地, 所述中间放空阶段具有由时间阈值、蒸气压阈值和 N_2 含量阈值的至少一个所限定的持续时间。

[0012] 用于循环废气的设备包括含有可逆的氨吸附材料的容器, 所述氨吸附材料当吸附 (“装载”) 氨时放热, 和当释放 (“卸载”) 氨时吸热。第一阀选择性地将含氨的废气源偶联至所述容器的第一接口, 第二阀选择性地将真空泵偶联至所述容器, 且第三阀选择性地将所述容器的第二接口偶联至输出。控制器打开和关闭第一阀、第二阀和第三阀, 来实施所述容器的装载阶段、中间放空阶段和卸载阶段。

[0013] 本发明的优点是: 昂贵的无水氨可以回收并重复利用于各种工业应用中, 例如在 MOCVD 工艺中。此外, 大大减少或消除洗涤来自废气的 NH_3 并处置所得副产物的困难和费用。例如, 来自氨循环系统和 / 或方法的废气可具有小于 20000ppm 的废氨, 且回收的氨气可以被小于 10000ppm 的氮气 (1%) 所污染。

[0014] 当阅读下列描述并研究附图的一些图时, 这些和其它的实施方案、特征和优点对于本领域技术人员是明显的。

[0015] 附图的简要说明

[0016] 现在将参考附图描述一些实例实施方案, 其中相同的组件有相同的附图标记。该实例实施方案意在说明, 而不是限制本发明。附图包括以下的图:

[0017] 图 1 是说明常规的半导体制造系统的流程图;

[0018] 图 2 是无水氨回收系统的第一实例的气体线路示意图;

[0019] 图 3 是无水氨回收系统的第二实例的气体线路示意图;

[0020] 图 3A 是无水氨回收系统的第三实例的气体线路示意图;

[0021] 图 4 是无水氨回收系统的第四实例的气体线路示意图;

[0022] 图 5 是无水氨回收系统的第五实例的气体线路示意图;

[0023] 图 6 是实例容器的剖面图, 其可用于无水氨回收系统中 ; 和

[0024] 图 7 是用于分离氨和其它气体的实例工艺的流程图。

[0025] 实施方案的描述

[0026] 图 1 是参考现有技术描述的。图 2 是无水氨回收系统 10 的第一实例的气体线路示意图, 通过举例而非限制性地说明, 其包括阀 V_i 、 V_o 、 V_e 、 $VP1$ 和 $VP2$ 、容器 14 和真空泵 15。优选地, 至少阀 V_i 、 V_o 和 V_e 能够自动控制。在这个非限制性实例中, 容器 14 用于从系统 10 排放的气体中吸附氨 (NH_3)。

[0027] 在这个实例中, 管线 11 偶联至阀 V_i , 其可作为关闭阀。管线 12 将阀 V_i 偶联至阀 V_o , 并偶联至容器 14 的入口 (“容器入口”)。阀 V_o 通过管线 9 偶联至真空泵 15, 并且管线 16 分别通过阀 $VP1$ 和 $VP2$ 将真空泵 15 偶联至管线 161 和 162。管线 13 将容器 14 的第二接口偶联至阀 V_e , 其提供容器出口。

[0028] 在这个实例中, 容器 14 含有一种或多种可逆的氨吸附材料。在这个实例中, 阀 $VP1$ 可以在 “卸载阶段” 开动, 使得从泵 15 流经管线 16 的回收氨可以从管线 161 输出用于重复使用。阀 $VP2$ 可以在放空阶段中开动, 使得流经管线 16 的气体优选流向洗涤系统 (未显示)。

[0029] 在实施方案中, 举例而非限制地说明, 无水氨回收系统包括装载、放空和卸载容器

14 的顺序（且通常是重复的）阶段，基于时间在放空和卸载阶段之间切换。如本文中使用的，“装载阶段”描述当可逆的吸附材料吸附气体时的时间段，“放空阶段”描述当用泵（“真空下”）将气体（例如氮气）从吸附材料中抽出的时间段，且“卸载阶段”是当氨在真空下从吸附材料中抽出的时间段。在装载和放空阶段，没有回收氨，并且离开气体回收系统的任何气体优选例如通过洗涤系统（未显示）来处置。容器的放空阶段在装载阶段和卸载阶段之间，因此，本文中有时称作“中间放空阶段”。

[0030] 参考实例系统 10，在装载阶段，打开阀 V_i 和 V_e ，和关闭阀 V_o （来将真空泵 15 与主要气体线路隔开），使得气体流入管线 11、通过容器 14 并流出管线 13。在装载阶段，离开纯化容器 14 的气体主要是不纯的氮气 (N_2) 和氢气 (H_2)，并且可以排出。同样，氨、甲烷和其它气体组分可以作为该废气的次要组分存在。

[0031] 关于容器 14，例如基于时间段（“时间基切换”）、和/或基于气流（“气流基切换”）和/或基于温度（“温度基切换”），可以开始放空阶段，或者由装载阶段“切换”至放空阶段。例如当装载阶段的持续时间恒定且预定时，可以使用时间基切换，而当在装载阶段流过系统的气体流量恒定或预定时或者在变速流动的情况下使用流量计时，可使用流动基切换。

[0032] 当容器 14 包括放热和可逆的吸附材料并装配有温度传感器例如在容器中放置的一个或多个热电偶时，可使用温度基切换。对于温度基切换，温升可用于估计可逆的吸附反应进行程度，因而可用作该可逆吸附材料剩余容量的指示。在这个实例中，温度基切换可能是有利的，因为它能够允许更有效的氨回收，特别是在输入气流变化的情况下。此外，在这个实例中，温度基切换可允许更多的灵活性和简单的装置设置，可能消除领域中任何的“微调”，来适应不同和/或变化的气流。

[0033] 在实例中，当容器 14 的内部温度比参比温度高约 25°C 时，使用温度基切换将装载阶段切换至放空阶段。在其它实例实施方案中，内部容器和参比温度之间的差值（“温差”）在约 1°C 和 75°C 内，更优选 5°C 至 40°C 内。在又一的实例实施方案中，该温差为约 10 至 30°C 。在某些实例中，参比温度可以是接近于容器 14 的环境温度或容器 14 入口气体温度，例如用一个或多个热电偶测量的。

[0034] 该温差在某种程度上依赖于工艺。例如，如果 NH_3 浓度低，可能无法实现远高于所选温度阈值的温度，例如 40°C 。在某些实例实施方案中，就氨回收而言，基于 $10\text{--}30^{\circ}\text{C}$ 温差的温度切换可能是最有效的，因为它在材料的吸附能力显著下降（或者由于饱和而停止）之前停止反应，因此倾向于保证显著量的氨已保存在材料中。同样在该情况下，可有利地使用混合循环，使得组合温度基切换和时间基切换来使系统从装载向放空切换。

[0035] 如上所述，可以使用切换方法的各种组合。例如，系统可具有温度和时间的混合切换工艺，例如，切换过程可以是基于温度的，但具有时间上限。这种混合切换工艺的优点是：它可以防止系统 10 在装载阶段由于时间过长而“卡住”。当应用于如下描述的双容器构造时，这个实例实施方案具有另外的优点。

[0036] 通过关闭阀 V_i 和 V_e 并打开阀 V_o ，系统 10 由装载阶段切换至放空阶段。启动真空泵，将来自容器 14 的气体经由管线 9 和 12 泵送。在放空阶段，打开 VP_2 并关闭 VP_1 ，泵 15 的输出通过管线 162 排放（例如在洗涤器中，未显示）。这是因为以下的事实：当氮气释放时，氨不能被容器 14 的可逆的吸附材料立即大量释放。因而，放空阶段用于除去从可逆的吸附材料释放的过量 N_2 ，以便当系统由放空向卸载切换时，输出的 NH_3 品质足以允许回收和

重复使用。

[0037] 通过关闭阀 VP2 并打开阀 VP1,从放空阶段“切换”至卸载阶段。管线 161 提供回收的氨 (NH_3),它可以被进一步纯化储存在加压钢瓶中,和 / 或进料用于制造设备的气体管线中,或者另外使用。在这个实例中,系统 10 从输出管线 161 提供具有可接受水平杂质 (例如水分和氮气) 的氨。

[0038] 如上所述,回收的氨 (NH_3) 可以储存在例如 NH_3 缓冲罐 (未显示) 中。此外,可以使用压缩机 (未显示) 将回收的 NH_3 加压以流过 NH_3 纯化器 (也未显示)。任选的 NH_3 分配系统,例如清洁室或“工厂” NH_3 管线,可以为其它制造设备 (未显示) 提供回收的 NH_3 ,或者,任选地可以直接循环至它源自的制造设备。替代地, NH_3 分配系统可以包括:将回收的 NH_3 储存在用于各种用途例如但不限于肥料、清洁剂和防腐剂的储存容器 (未显示) 中。

[0039] 如上所述,至少一些阀优选是自动控制的。例如,这些阀可以是电动或气动操作阀,其例如通过控制器 C 来控制。如本领域技术人员将理解的,控制器 C 可包括一个或多个微处理器和非易失性计算机存储器,该存储器储存实施如本文中说明的实例工艺的程序指令。

[0040] 图 3 是无水氨回收系统 20 的第二实例的气体路线图,举例而非限制性地说明。图 3 的实施方案与图 2 的实施方案类似,且相同的元件给予相同的附图标记。在图 3 的实施方案中,具有中间阀 Vv (其优选由控制器 C 电动或气动开动和控制) 的管线 17 偶联在管线 13 和管线 9 之间。在管线 17 和管线 13 之间的连接 18 位于阀 Ve 和纯化容器 14 之间。

[0041] 在图 3 的实施方案中,在装载阶段,通过打开阀 Vi 和 Ve 使气体流过容器 14,同时关闭阀 Vo 和 Vv,来隔离真空泵 15。在放空阶段,关闭阀 Vi、Ve 和 Vo,打开阀 Vv,并启动真空泵 15。在放空阶段中,也打开阀 VP2,使得气体可以通过管线 162 放空。这个实例实施方案可以是有利的,因为从容器 14 放空的 N_2 气来自该容器的下部,其一般具有比容器上部更低浓度的氨。如上所述,当在装载阶段有效地操作容器 14 例如通过设定适当的装载时间或者通过使用温度控制的切换时,就是这种情况。

[0042] 在放空阶段之后,系统切换至卸载阶段。如前面所述的,这个切换可以例如通过时间和 / 或压力基控制来完成。在这种情况下,关闭阀 Vi、Ve 和 Vv,并打开阀 Vo。如在前面实例中的,泵出口管线 16 即具有低水平氮气的回收氨气可以通过输出管线 161 送至储存系统、可以直接再次使用、可以进一步纯化等。

[0043] 图 3A 是无水氨回收系统 200 的第三实例的气体线路示意图。图 3A 的实施方案与图 2 和 3 的实施方案类似,且相同的元件又给予相同的附图标记。在图 3A 的实例实施方案中,管线 12 直接连接至容器 14,而不是连接至入口管线 12。在一定条件下,连接点 18 通过将 NH_3 直接从容器 14 的上部 (其中 NH_3 浓度最高) 抽出以有助于卸载工艺。

[0044] 图 4 和图 5 举例说明使用超过多于一个容器的无水氨回收系统。这可能是有利的,因为使用这种系统可以实现连续操作,例如当一个容器处于放空和卸载 (NH_3 释放) 阶段时,另一个容器处于装载阶段。

[0045] 图 4 是图 2 中所示类型的无水氨回收系统 40 的第四实例的气体路线图,但是在该情况下使用两个容器 141 和 142。再一次地,相同的附图标记将指代相同的元件。在这个实例中,入口管线 11 分成管线 111 和 112,其优选配备有电动或气动启动的阀 Vi1 和 Vi2。真空泵 15 通过阀 Vo1 和 Vo2 偶联至容器 141 和 142 的入口管线。管线 16 分别通过阀 VP1 和

VP2 偶联至管线 161 和 162。在容器纯化器的下游,在管线 131 和 132 上放置阀 Ve1 和 Ve2,其具有作为它们共同输出的管线 13。

[0046] 例如通过参考图 2,如上已经描述了基本的氨循环方法、阀构造和阶段切换准则。然而,在这个实例实施方案中,阀 Vi1 和 Vi2 交替选择哪个容器 141/142 处于装载阶段(例如,入口阀 Vi1 或 Vi2 是否打开)和哪个进行放空和卸载(例如,入口阀 Vi1 或 Vi2 是否关闭)。

[0047] 图 5 是图 3 中说明类型的无水氨回收系统 50 的第五实例的气体路线图,使用两个纯化容器 141/142,如在图 4 中所述的。在该情况下,阀 Vi1 和 Vi2 也选择处于装载阶段的容器和处于放空和卸载阶段的那一个。如前所述,相同的附图标记是指前面实例实施方案的相同元件。

[0048] 如本文中使用的,“管线”、“管道”等是指在系统内传送气体的连接管道。阀例如可以由电抛光的不锈钢制备。尽管在本文中给的所有实例中描述的是两通阀,但也可以使用其它类型的阀。例如,在图 5 中,可以使用单个三通阀代替阀 Vv1 和 Ve1 和 / 或阀 Vv2 和 Ve2。这种设计改变在本领域普通技术人员的能力范围之内。并且,在某些实例实施方案中,可提供前置柱来除去痕量污染物,一般但不限于未反应的有机金属化合物、有机加合物和颗粒,来保护在第一容器 141 和第二容器 142 中含有的吸附介质。

[0049] 在图 4 和 5 的实例实施方案中,容器 141 和 142 可以通过热装置 T 来加热和 / 或冷却,以增强 NH_3 吸附 / 解吸工艺。这也适用于前面描述的图 2、3 和 3A 的单个容器 14 实施方案,它们也可以装备热装置 T。作为一个实例,容器 141 和 142 可以在 5-90°C 范围内加热和 / 或冷却。然而,对于快速的床层切换,在某些实例中吸附 / 解吸循环中的温度不是基于温度循环。此外,为帮助维持稳定的容器温度,吸附介质可任选地与压载(例如不锈钢和 / 或铝珠)混合。用于加热和冷却容器的设备是本领域技术人员所熟知的。例如,水夹套可用于加热和冷却容器这两者,电热毯可用于加热容器,并且风扇可用于冷却容器。

[0050] 在图 6 中,纯化容器(“容器”)52,举例而非限制性地说明,包括圆筒形壳 54、具有第一接口 58 的第一圆筒形端盖 56、具有第二接口 62 的第二圆筒形端盖 60、第一接口过滤器 64、限定室 68 的空心多孔插件 66、吸附介质 70、配置以提供接近于圆筒形壳 54 内表面的环形通道 74 的端板 72、增压室 76、第二接口过滤器 78 和插入 NH_3 吸附材料 70 中的热电偶 80。两个容器 52 可用作图 4 和 5 的实例系统的容器 141 和 142,且容器 52 可用作图 2、3 和 3A 的实例系统的容器 14。

[0051] 在实例实施方案中,可以提供多于一个热电偶,例如两个热电偶,其中一个接近第一接口 58 放置,且一个接近第二接口 62 放置。在这个实例中,热电偶的差值读数提供从纯化器氨渗透的附加信息以及进行反应的信息。在另一个实例实施方案中,单个热电偶放置在容器的下部(例如,更接近第二接口 62)“低于”容器中点。例如,热电偶探测头可位于容器活性部分的最后 40% 处(其中,容器的“活性部分”可定义为含有“活性介质”或“可逆吸附材料”的部分)。在这个实施方案中,容器 52 的“第一”部分或“上部”部分是接近于第一接口 58 的容器的一半,且容器 52 的“第二”或“下部”部分是接近于第二接口 62 的容器的一半,其中容器 52 的“中点”是在容器两个部分之间的假象边界。

[0052] 如本领域技术人员将理解的,就容器形状和气体流路来说,容器 14、141 和 / 或 142 可以采用一般纯化器的其它构造,例如,在美国专利号 5,151,251 中描述的那个,在本文其

公开内容通过引用合并。此外,容器的外部形状不限于特定的几何或形状,使得可以有利地使用例如单缸构造、椭圆构造等。

[0053] 参考图 6,当容器 52 处于装载阶段时,例如来自 MOCVD 室的废气可通过第一接口 58 进入容器,流经第一接口过滤器 64 进入室 68,通过多孔插件 66,并进入氨 (NH_3) 吸附材料 70。其它气体例如 H_2 和 N_2 流经 NH_3 吸附材料 70,流出环形通道 74 进入增压室 76,由此处经过第二接口过滤器 78 并从第二接口 62 流出。

[0054] 并且,在这个实例中,当处于释放阶段时,例如通过高真空泵向第一接口 58 施加真空,并且 NH_3 从 NH_3 吸附材料 70 释放。 NH_3 通过多孔插件 66 流进室 68 中,由此流过第一接口过滤器 64 并由第一接口 58 流出。

[0055] 应注意的是, NH_3 通常以放热反应被吸附材料 70 吸附,并且通常以吸热反应被吸附材料释放。热电偶 80 可用于监控吸附材料的温度。如果例如容器 14/141/142 开始在装载阶段过热或者在释放阶段骤冷时,工艺可以逆转,使温度回到所需的温度范围。

[0056] 吸附材料 70 应对目标气体 NH_3 有选择性,优选具有高的储存能力,并优选在真空下轻易地释放 NH_3 。合适的吸附材料包括高表面积材料,例如 FeMn 催化剂、Ni 基催化剂、沸石、氧化铝、二氧化硅和分子筛。在某些实例中,可使用这些材料的多于一种,例如,当期望更活性的材料(可逆的氨吸附材料)时,其可以一起混合和/或顺序地放置在容器内。在其它实例中,只有单一材料被用作容器的可逆氨吸附材料。

[0057] 例如,W. R. Grace & Co. 的 Grace Davidson 子公司生产由结晶硅酸铝制备的沸石分子筛,其由精确限定直径的三维孔系统表征。通过选择由于其电偶极而能够物理吸附 NH_3 同时使 H_2 和 N_2 穿过的沸石,通过该沸石选择性吸附氨。例如,Grace Davison X 型分子筛,其是具有大约 8 埃米孔的钠型沸石 X(13X),已经被发现适合用作吸附材料 70。

[0058] 图 7 说明了用于操作图 4 的实例无水氨回收系统 40 的工艺 88,通过举例而非限制性地说明。在操作 92 中,容器 141(“容器 1”)装载有 NH_3 ,同时容器 142(“容器 2”)释放 NH_3 。这可以通过打开阀 Vi1、Ve1、Vo2 和 VP1,关闭阀 Vo1、Vi2、Ve2 和 VP2,并启动真空泵 15 来实现。然后,在操作 94 中,放空容器 141 以通过阀 VP2 除去残余气体例如 H_2 和 N_2 。然后,在操作 96 中,容器 142 装载 NH_3 ,同时第一容器 141 释放 NH_3 。这可以通过打开阀 Vo1、Vi2、Ve2 和 VP2,关闭阀 Vi1、Ve1、Vo2 和 VP1,并操作真空泵 15 来实现。最后,在操作 98 中,例如通过打开阀 Vi1、Ve1、Vo2 并关闭阀 Vi2、Vo1、Ve2 和 VP2,第一容器 141 开始装载阶段,且第二容器 142 开始放空阶段,(用于通过管线 16 排出泵出口气体)。然后,在这个实例中,工艺 88 重复从操作 92 开始的循环。阀和/或真空泵可以人工地或者例如通过使用前面所述的控制器 C 来控制。

[0059] 在一个实例实施方案中,针对相对快的“床层切换”可以确定两个容器尺寸,例如将一个容器的功能性交换为另一个。例如,可以每 20 分钟左右转换容器的功能,以保持系统相对紧凑并且有成本效益。也可以使用利用两个以上交替操作容器的更复杂的系统。

[0060] 实施例说明中间放空阶段的效用

[0061] 不包括中间放空阶段的具有工艺标识(“工艺 ID”)P0 的 NH_3 回收工艺被用作对照工艺。具有工艺 ID P1 和 P2 的 NH_3 回收工艺,包括中间放空阶段。工艺 P1 从容器的入口实施中间放空阶段和卸载阶段两者,同时工艺 P2 从容器的出口实施中间放空阶段并从容器的入口实施卸载阶段。在表 1 中,可以比较对于工艺 P0、P1 和 P2 各自的回收的氨气中的

N₂浓度。

[0062] 表 1

[0063]

工艺 ID	工艺描述	N ₂ 浓度 (%)
P0	无中间放空	3-4
P1	从入口放空 20 秒	0.5-0.7
P2	从出口放空 20 秒	0.5-0.7

[0064] 在表 1 所示的实施例中,可以看出:包括中间放空阶段的工艺 P1 和 P2 与不包括中间放空阶段的工艺 P0 相比,表现出在回收的氨 (NH₃) 中低得多的 N₂浓度 (“污染”)。

[0065] 虽然使用特定术语和装置描述了各种实施方案,这种描述仅用于说明的目的。使用的用语是描述而不是限制的用语。应理解的是,在不偏离由撰写的公开内容和附图所支持的各种发明的精神或范围的情况下,本领域技术人员可以做出改变和变化。此外,应理解的是,各个其它实施方案的方面可全部或部分地替换。因而,这意味着要按照本发明的真实精神和范围来解释权利要求书,而没有限制或禁止反言。

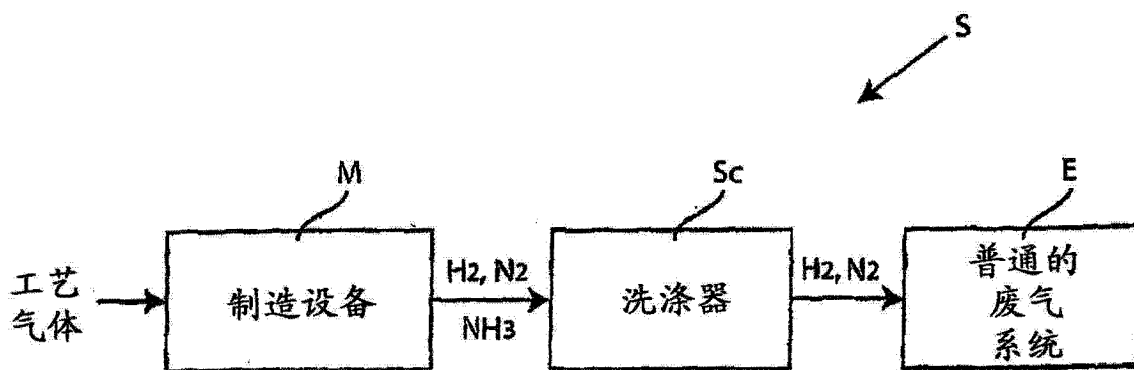


图 1 现有技术

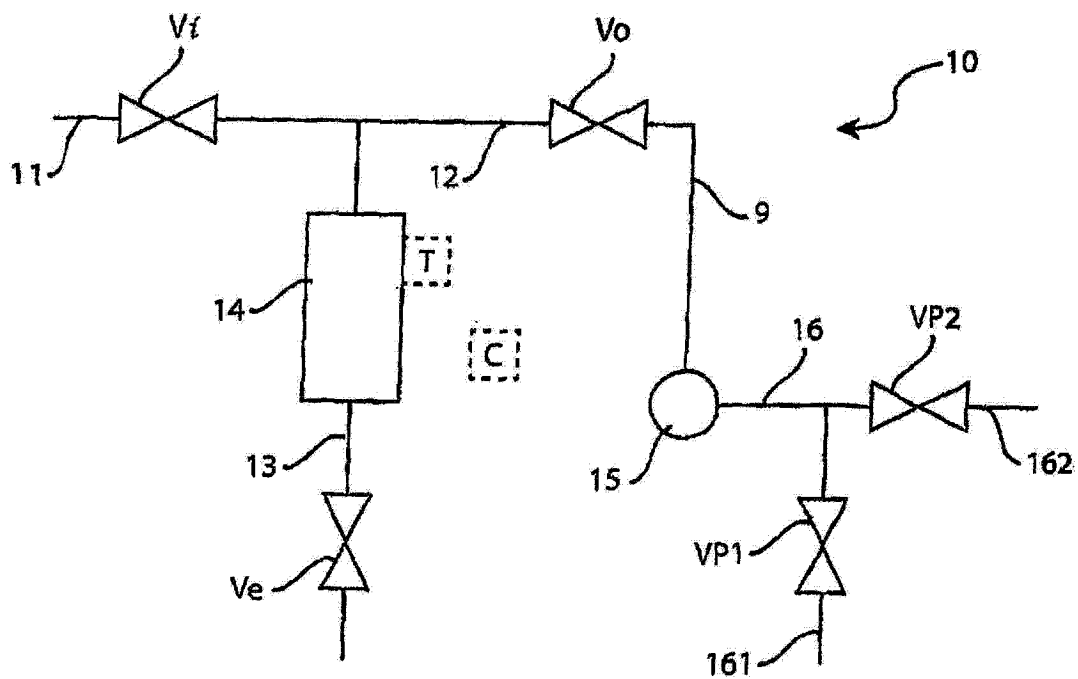


图 2

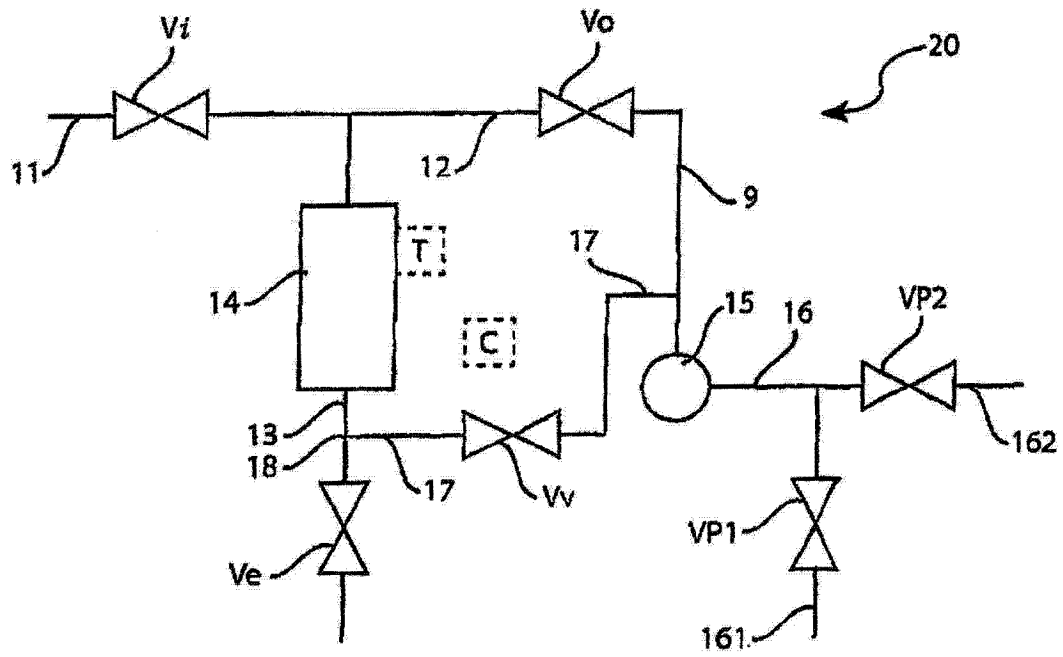


图 3

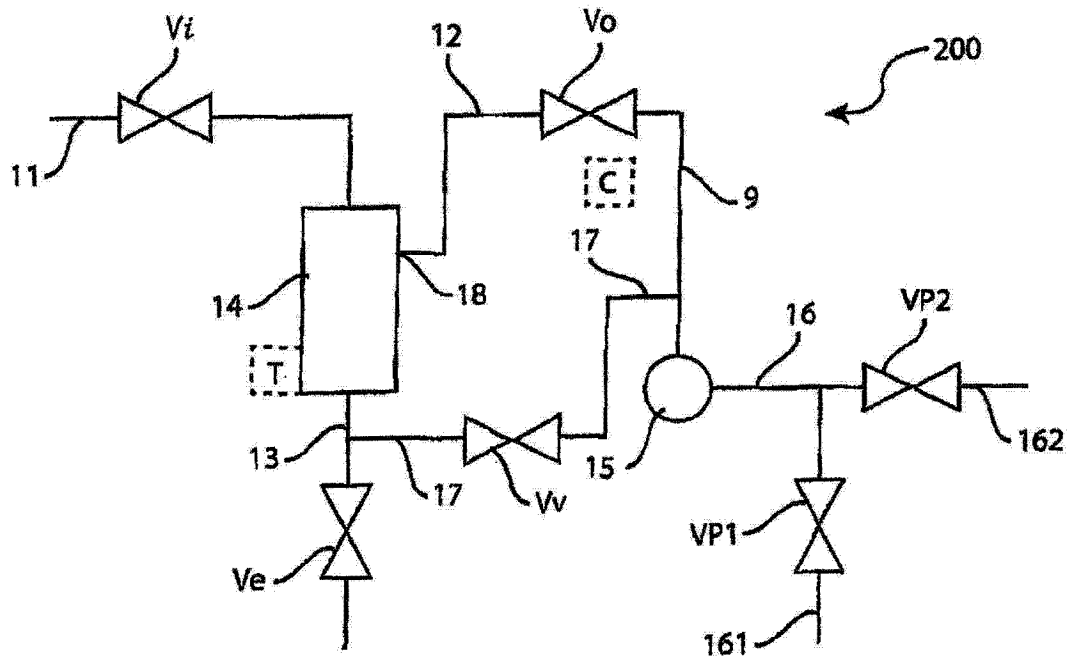


图 3A

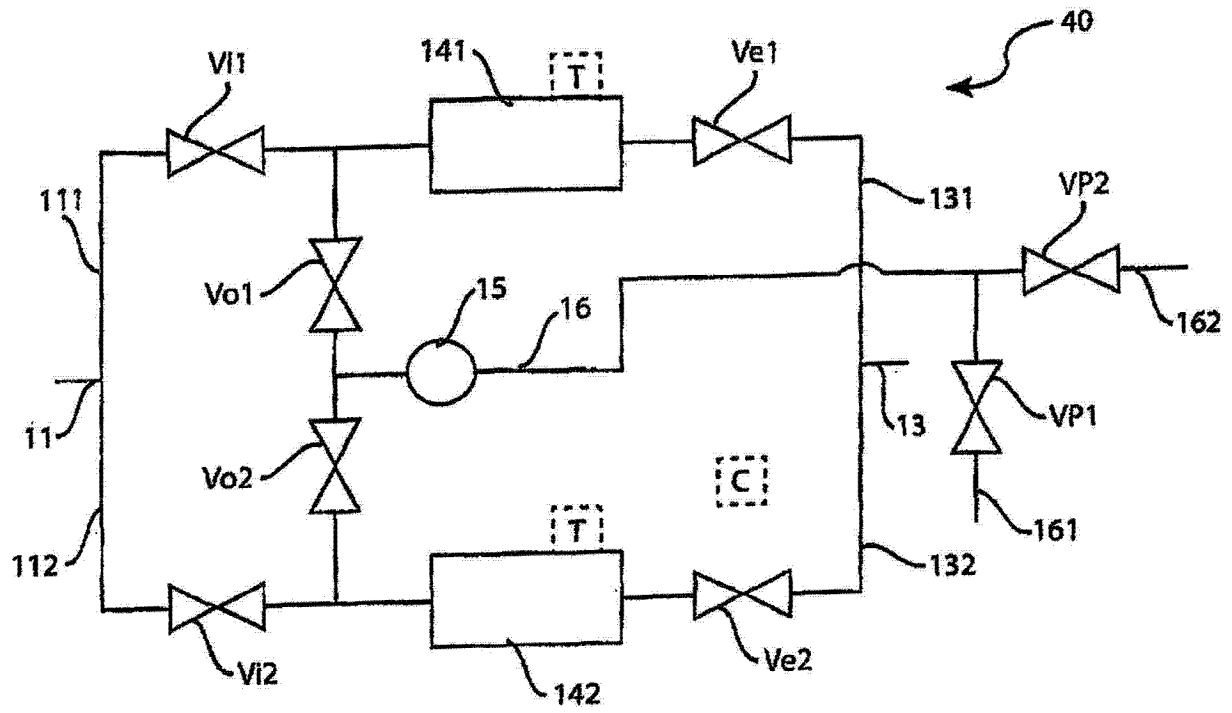


图 4

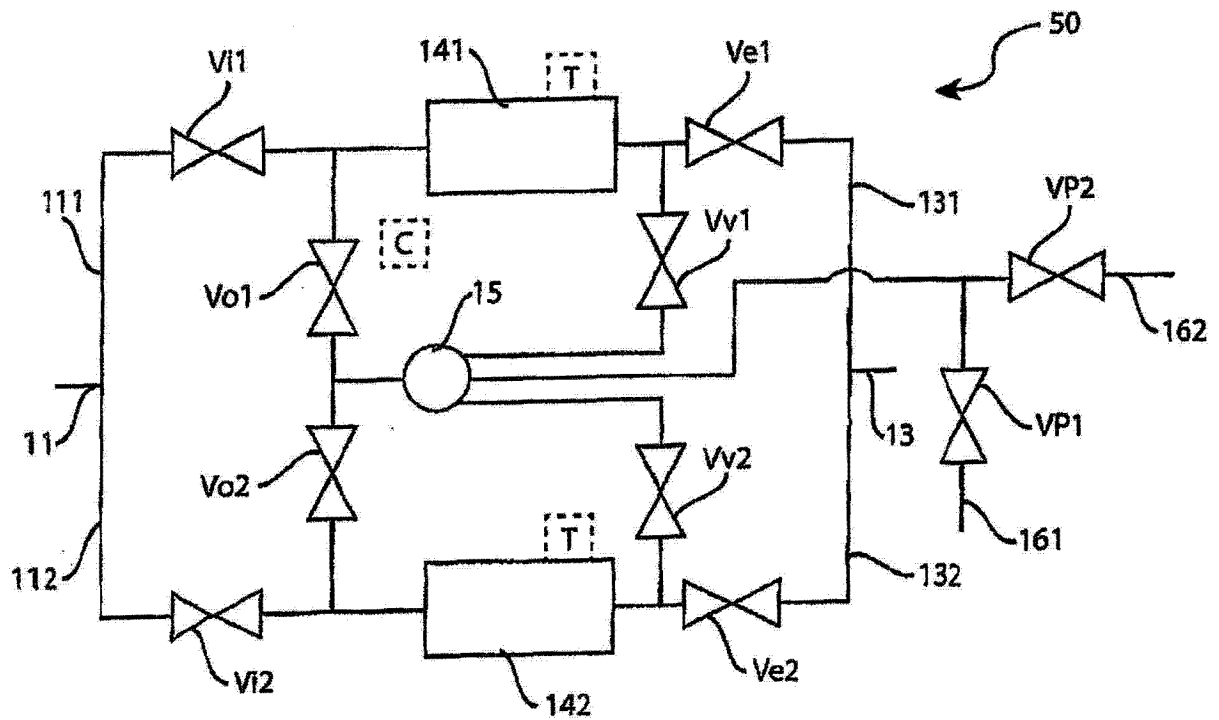


图 5

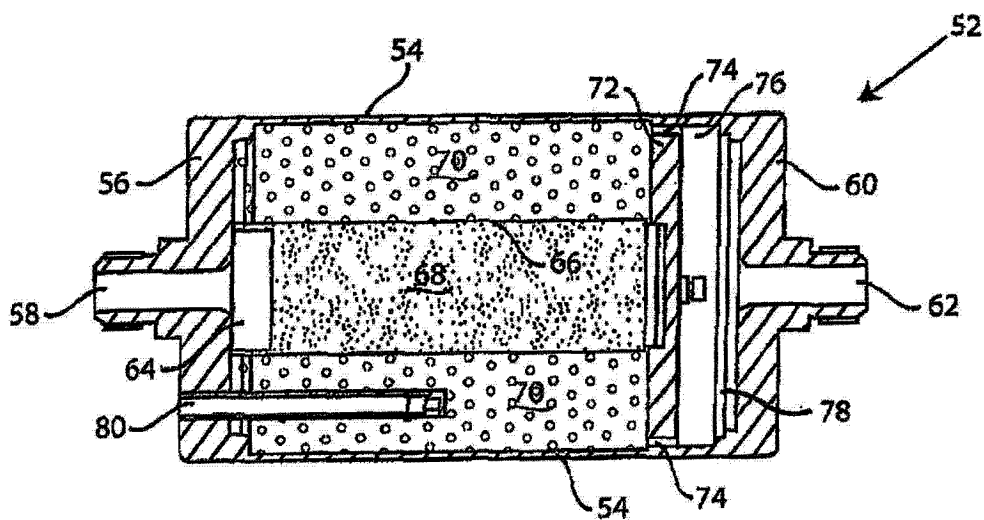


图 6

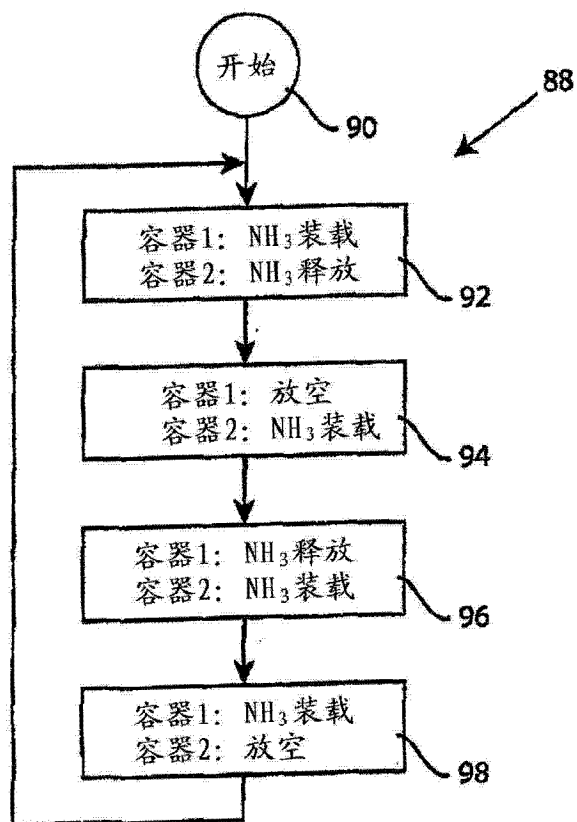


图 7