



NORGE

(19) [NO]

STYRET FOR DET
INDUSTRIELLE RETTSVERN

[B] (12) **UTLEGNINGSSKRIFT** (11) Nr. 166315

(51) Int. Cl.³ B 01 D 17/038

(83)

(21) Patentsøknad nr. **863655**

(22) Inngivelsesdag 12.09.86

(24) Løpedag 12.09.86

(62) Avdelt/utskilt fra søknad nr.

(71)(73) Søker/Patenthaver **AUSIMONT SPA,**
31 Foro Buonaparte,
I-Milano, IT

(86) Internasjonal søknad nr. -

(86) Internasjonal inngivelsesdag -

(85) Videreforingsdag -

(41) Alment tilgjengelig fra 16.03.87

(44) Utlegningsdag 25.03.91

(72) Oppfinner **ENZO CALLONI, Monza,**
MAURIZIO VALENTE, Milano,
ALFONSO RAIOLA, Milano,
IT

(74) Fullmektig Tandbergs Patentkontor A-S, Oslo.

(30) Prioritet begjært 13.09.85, IT, nr 22145/85.

(54) Oppfinnelsens benevnelse **FREM GANGSMÅTE VED RENSING AV
OLJE MED FASTSTOFFER I SUSPENSJON.**

(57) Sammendrag

En fremgangsmåte for rensing av oljer slik som perfluoropolyeteroljer eller silikonoljer, eller oljer basert på hydrokarboner, som er forurenset og især forurenset av faste bestanddeler i suspensjonen, hvis bestanddeler bare vanskelig kan filtreres med konvensjonelle filtre, og som omfatter en filtrering utført ved hjelp av et filter av tangentialstrømningstype hvor filterelementet har en porediameter mindre 0,4 micron.

(56) Anførte publikasjoner USA (US) patent nr. 4199443 (210-85), 4426293 (C02F 1/40).

Foreliggende oppfinnelse angår en fremgangsmåte for rensing ifølge kravinnledningen.

5 Fremgangsmåte av ovennevnte type benyttes f.eks. for å gjenvinne oljer brukt som driftsfluider i vakuumpumper og i utstyr av forskjellig art hvor oljen under drift blir mer og mer forurenset av fremmede substanser som kan være til stede enten i selve oljen eller i oppløsningen, eller i form av et fint
10 oppløst fast emne. I mange tilfeller er det mange oppløste substanser i form av gel eller gummi eller limstoff som kan avleire seg på konvensjonelle filtre som en film av praktisk talt ugjennomtrengelig materiale og som vil redusere effektiviteten av filtre av kjent teknikk.

15 Det er kjent fra GB 1 561 696, at det er meget vanskelig eller nesten umulig å eliminere fine partikler eller fremmedlegemer som er dispergert i ikke ledende væsker, f.eks. oljer, ved bruk av film. Patentet beskriver utstyr for elektrostatisk rensing av oljer ved bruk av forskjellige oppsam-
20 lingselementer for forurensningene innsatt mellom anode- og katodeplater parallelt med det elektriske felt i utstyret. Den anvendte spenning bestemmes av partiklenes størrelse og øker når partiklene er mindre. Denne metode er ikke særlig praktisk når store mengder olje må renses og er dessuten meget kostbar.

25 Et er således et mål med oppfinnelsen å frembringe en meget enkel og effektiv fremgangsmåte for rensing av oljer og som ikke krever kostbart utstyr. Dette oppnås med fremgangsmåten i følge foreliggende oppfinnelse slik den er definert med de i kravene angitte trekk.

30 Fremgangsmåten er især utarbeidet for behandling av perfluoropolyeter-oljer som blir brukt særlig i vakuumpumper, ved termisk prøving av elektronisk apparatur, i etseprosesser i plasma ved anvendelse av gassholdige tilsetninger slik som SiCl_4 , CF_4 , Cl_2 , O_2 .

35 Perfluoropolyeter som brukes i de tidligere nevnte anvendelser er f.eks. Fombliner, Krytoxer (Du Pont) og lignende produkter kjent på markedet under navnet Tyreno (Klüber) og Barierta, såvel som perfluoropolyeter fremstilt ifølge EP 0 148

166315

2

482.

Flere fremgangsmåter er kjent for rensing av perfluoropolyeter forurenset av væskeforurensninger slik som hydrokarboner (mineraloljer), og slike fremgangsmåter er vanligvis basert på uttrekning ved hjelp av oppløsninger eller ved kjemiske behandlinger for fjerning av vannrester (US 4 178 465). Disse fremgangsmåter løser imidlertid ikke problemet med fjerning av faste forurensninger og især de som har form av gel.

Fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen passer også for behandling av andre typer smøreoljer av forskjellig kjemisk natur, slik som silikonoljer og de vanlige oljer basert på hydrokarboner.

En type filter som kan utføre filtreringen, er fremstilt av firmaet Membrana Inc., USA og markedsført under navnet DYNA-SEP og PHARMA-SEP. Filtreringsoverflaten på et slikt filter består av en sylinder eller et rørformet element laget av porøs polypropylen hvor væsken som skal filtreres lett kan passere i høy hastighet i den indre del, og som blir holdt ved et trykk høyere enn trykket på utsiden av den rørformede overflate. Filtratet som forlater den rørformede filtreringsoverflate blir således oppsamlet mens væsken som skal filtreres blir resirkulert kontinuerlig inntil konsentrasjonen av faste bestanddeler i suspensjonen har nådd en meget høy verdi. Trykket som den filtrerte væske kan bringes opp i, avhenger naturligvis av utstyrets egenskaper men kan oppgå til 4 bar.

Likeledes er væsketemperaturen naturligvis en viktig faktor idet temperaturgrensen kan imidlertid ikke overskrides idet denne er gitt av materialets motstand, som filterelementet er laget av. Denne temperaturgrense er 60°C for filteret som er nevnt her.

Fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen kan også omfatte tilleggsoperasjoner som en tidligere dekantering for en foreløpig separering av grovere substanser og mulige uoppløselige forurensninger i væsken, eller en foreløpig filtrering i et filter som er i stand til å separere de grovere partikler for å senke innholdet av faste bestanddeler i væsken som skal sendes til tangential-strømfilteret.

Oljer som inneholder syreforurensninger kan især

nøytraliseres ved hjelp av en beholder som lades med aktivert aluminer.

Rensing av noen oljer beskrives i det etterfølgende eksempelvis.

5 Eksempel 1.

Produkt som skal renses: Kg 12 Fomblin Y L VAC 25/5 olje brukt i pumpesammenstillinger i et utstyr for etsing i plasma med SiCl_4 , CF_4 , Cl_2 , O_2 som gassholdige tilsetninger.

Produktet, som er lysbrunt, inneholder faste substanser
10 i suspensjon, i form av gel. Etter dekantering over tre uker ble det ikke oppnådd noen særlig separering. En avgassing ble utført på produktet ved 50°C i en oppvarmet metallbeholder og ved å blåse inn en nitrogenstrøm ved 135 l/h i fire timer inn i nevnte produkt.

15 Det avgassede produkt ble så utsatt for filtrering ved hjelp av et filter med porediameter på 15 μm ved et trykk på 0,7 bar.

Deretter ble det påbegynt en filtrering i et DYNA FARMA filter med et filterelement som hadde porediameter på 0,2 μm idet
20 filterbeholderen var omtrent 51 cm lang og hadde filteroverlaten på omtrent 19,5 dm^2 .

Driftsforhold: temperatur fra 50 til 55°C , trykk ved inntak på 2,2 bar, trykk ved utløp på 0,8-0,9 bar.

Filtreringen ble utført inntil 11,3 kg olje ble
25 gjenvunnet, dvs. 94% av vekten av det påbegynte produkt. Filtreringshastigheten var gjennomsnittlig 11,5 l/t.

Eksempel 2.

Produkt som skal renses: ca. 20 kg Fomblin Y L VAC, fra et utstyr for ionisk Implanter, forurenset blant annet av
30 PH_3 og AsH_3 .

Dekantering: etter to uker ble det oppdaget en tydelig dannelse av en væske med brun farge. Hovedfasen ble separert og deretter ble for-filtrering utført ved hjelp av et filter som bestod av cellulose nitrat med porediameter på 25 μm . Væsken som
35 ble filtrert ble holdt ved 60°C .

Den forfiltrerte væske ble deretter sendt til et tangentialfilter med en filterbeholder som i eksempel 1. Filtreringstemperaturen var 60°C , inntakstrykket 2,2 bar og

166315

4

trykket ved utløpet var 0,8-0,9 bar.

Gjennomsnittlig filtreringshastighet var 7,7 l/h.

Sammenlikningseksempel 2A.

Den for-filtrerte væske ble utsatt for filtrering i et vakuumfilter av konvensjonell type med en filtreringsmembran laget av cellulosenitrat med porediameter på 0,8 μm . Filtreringshastigheten minsket meget raskt, og etter 1 time ble filteret fullstendig tilstoppet ettersom mengde av oppsamlet filtrat ble ubetydelig.

10 Eksempel 3.

Produktet som skulle renses bestod av 5 kg Wacker AN 30 silikonolje brukt i pumpesammenstillinger i et utstyr for etsing i plasma ved anvendelse av CCl_4 , SiCl_4 , O_2 , N_2 som gassholdige tilsetninger. Produktet var av lysbrun farge og selv om det viste faste bestanddeler i suspensjonen, i form av gel, ble det ikke oppnådd noen vesentlig separering etter dekantering over tre uker.

En avgassing ble utført på produktet ved 50°C i en oppvarmet metallbeholder, ved å blåse inn en nitrogenstrøm ved 135 l/h i fire timer inn i produktet.

Deretter begynte filtreringen i et PHARMA-SEP filter på omtrent 25 cm, $6,32 \text{ dm}^2$, og med et filterelement med porediameter på 0,2 μm . Driftsforhold: $t^\circ = 50^\circ\text{C}$, inntak P = 1,5 bar, utløp P = 1 bar, gjennomsnittlig filtreringshastighet = 3 l/h.

Deretter ble filtreringen gjentatt i samme PHARMA-SEP filter som beskrevet tidligere.

Arbeidstrykkene ble variert: inntak P = 1,8 bar, utløps P = 1,2 bar, $t^\circ = 50^\circ\text{C}$. Gjennomsnittelig filtreringshastighet viste seg være omtrent 3,6 l/h.

Ikke noen av prøveseriene viste filteret tegn på tilstopping.

Eksempel 4.

Produktet som skulle renses bestod av 5 kg Edwards 15 mineralolje brukt i pumpesammenstillinger i et utstyr for: "ion-implantering" ved å anvende PH_3 , AsH_3 , N_2 som gassholdige tilsetninger. Produktet hadde en mørk farge og viste faste bestanddeler i suspensjon i form av mørkt materiale og som gel.

En avgassing ble utført på produktet med 50°C i en oppvarmet metallbeholder og ved å blåse inn en nitrogenstrøm ved 135 l/h i fire timer i produktet.

Deretter begynte filtrering i et PHARMA-SEP filter av samme type som brukt i eksempel 3.

Driftsforhold: $t_o = 50^{\circ}\text{C}$, innløp P = 1,5 bar, utløp P = 1 bar. Gjennomsnittlig filtreringshastighet = 1,2 l/h. Deretter ble filtreringen gjentatt i samme PHARMA-SEP filter som beskrevet tidligere.

Arbeidstrykkene ble variert: inntak P = 1,4, utløp P = 0,8 bar, $t_o = 50^{\circ}\text{C}$. Gjennomsnittlig filtreringshastighet var 1,1 l/h. Ikke i noen prøveserie viste filteret tegn på tilstopning.

15

P a t e n t k r a v

1. Fremgangsmåte for rensing av ulike urenheter omfattende gum, gel og gummiløsninger, slim etc. fra perfluoropolyeteroljer, KARAKTERISERT VED at oljene filtreres i et høyhastighets tangentialstrømfiler med filterelement som har porer mindre enn 0,4 μm .

2. Fremgangsmåte ifølge krav 1, KARAKTERISERT VED at filtreringen i strømfileret foregår først å avgasse oljene med en inertgasstrøm og/eller en forfiltrering med et konvensjonelt filter.

3. Fremgangsmåte ifølge krav 1, KARAKTERISERT VED at det benyttes et filterelement med porediameter på omtrent 0,2 μm .

4. Fremgangsmåte ifølge krav 1, KARAKTERISERT VED at det benyttes et filterelementet som består av porøs polypropylen.

35