

# 公告本

|      |          |
|------|----------|
| 申請日期 | 89.9.21  |
| 案 號  | 89114862 |
| 類 別  | B01D5/26 |

18.12.13 C(1.2.14)  
A4  
C4

505538

(以上各欄由本局填註)

## 發明專利說明書

|             |               |                                                            |
|-------------|---------------|------------------------------------------------------------|
| 一、發明<br>名稱  | 中 文           | 可再生之室溫滷淨器、系統X及其方法                                          |
|             | 英 文           |                                                            |
| 二、發明<br>創作人 | 姓 名           | (1) 韋伯·丹尼爾 K.<br>(2) 凡根尼·喬治歐                               |
|             | 國 籍           | (1) 美國<br>(2) 義大利                                          |
|             | 住、居所          | (1) 美國加州93422亞達卡地羅市阿提加巷7060號<br>(2) 義大利20052蒙札市佛拉蒂雅畢奧拿街27號 |
| 三、申請人       | 姓 名<br>(名稱)   | 海洋淨化氣體股份有限公司                                               |
|             | 國 籍           | 美國                                                         |
|             | 住、居所<br>(事務所) | 美國加州93401聖路易斯歐畢斯堡聖大非路4175號                                 |
|             | 代 表 人<br>姓 名  | 蓋爾柯莫·弗諾                                                    |

裝

訂

線

(由本局填寫)

|          |
|----------|
| 承辦人代碼：   |
| 大類：      |
| I P C分類： |

A6  
B6

本案已向：

美國(地區) 申請專利，申請日期：1999/08/06 案號：09/369,644, ☒有 ☐無主張優先權

有關微生物已寄存於：，寄存日期：，寄存號碼：

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

線

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

五、發明說明 ( | )

發明領域

本發明係有關於一種氣體濾淨器，特別係有關於一種具有分散的雜質吸收(impurity-sorbing)材料的氣體濾淨器。

發明背景

超高純度(UHP)氣體被使用在半導體裝置的製造、實驗室研究、許多的光譜儀儀器以及其他工業和應用上。UHP 氣體典型上定義為至少具有體積的 99.9999999%的純淨氣體。有一些製造 UHP 氣體的方法。濾淨器被廣為使用，濾淨器係以使用固體金屬為基礎，固體金屬根據各種的機構可以藉由與雜質分子互相作用而吸附主要氣體氣流中的雜質。

一種重要的氣體濾淨器係利用吸氣劑(getter)合金的特性，吸氣劑合金包括 Zr、Ti、Nb、Ta 以及 V 為基礎的合金作為活性元素。通常使用的合金的例子係在美國商標 St 707 之下，具有 Zr 70%-V 24.6%-Fe 5.4% 重量百分比成分的合金；以及在美国商標 St 198 之下，具有 Zr 76.5%-Fe 23.5% 成分的合金；以及在美国商標 St 101 之下，具有 Zr 84%-Al 16% 成分的合金；以及一些 Ti-Ni 合金，所有的這些合金都已結合氣體濾淨器由美國加州聖路易斯歐畢斯堡(San Luis Obispo)的 SAES 純淨氣體公司所製造及販售。

吸氣劑合金的工作原理係物種(species)間(例如 O<sub>2</sub>、H<sub>2</sub>O、CO、CO<sub>2</sub> 以及 CH<sub>4</sub>)的化學吸附作用，該化學吸附作用係經由大量的原子的吸氣劑材料的分解及擴散組成雜質分子而產生的表面吸附作用。一些吸氣劑合金亦可根據同樣的機構凝固氮氣(N<sub>2</sub>)。結果是合金的金屬的氧、碳、或氮化物的形式。因為形成的物種十分穩定，藉吸氣劑合金之上述氣體

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明(2)

的吸附，基本上是不可逆的。

因為吸氣劑合金不與稀有(noble)氣體或惰性(inert)氣體反應，所以十分適合這些氣體的濾淨。經由這些合金的使用，可以從惰性氣體移除反應性氣體的微量(trace)。可以經由吸氣劑合金濾淨的氣體例如稀有氣體、使用於半導體工業的含氯氟烴(chloroflourocarbon)，以及氮氣(N<sub>2</sub>)。例如，N<sub>2</sub>可以藉由 St 198 合金濾淨，該合金對於氣體具有可忽略的吸收能力。以吸氣劑合金的使用為基礎的例子已揭露在英國專利 GB 2177079 及 GB 2177080、歐洲專利 EP365490 以及美國專利 5194233 及 5294422。

圖 1A 係一簡圖顯示一習知技術之吸氣劑濾淨器 10 在一提升的溫度中處理氣體(process gas)濾淨的過程。吸氣劑濾淨器 10 包含一室 12，該室 12 連接至一入口 14 及一出口 16。室 12 部分地以吸氣劑材料微粒 18 充填。一加熱器 20 加熱吸氣劑濾淨器 10 至至少約攝氏 300 度。帶有氣態雜質例如水或一氧化碳的處理氣體經由入口 14 引進該室 12，在該處吸氣劑材料微粒 18 吸收水及一氧化碳的微量。濾淨後的處理氣體接著經由出口 16 排出該室 12。

雖然吸氣劑材料對於通常出現在半導體工業上的稀有氣體或相關的惰性氣體(例如氫、氬及氮)表現出對於雜質(例如氧、水、一氧化碳以及甲烷)實質上不可逆的吸氣作用(gettering)，但吸氣劑材料對於氫的作用十分地不同。事實上，吸氣劑材料對於氫表現出可逆的吸氣作用，其中氫與大部分的吸氣劑材料經歷一平衡反應。大約在室溫，「自由的」(free)氣體的壓力是非常地低，但壓力隨著溫度增高而增加。

圖 1B 是一簡圖顯示一習知技術的吸氣劑濾淨器 10 在從處理氣體

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明(3)

移除氫的過程。吸氣劑濾淨器 10 可在室溫（攝氏 0 到 40 度）中操作，以從處理氣體移除氫的微量。若一帶有氫的處理氣體經由入口 14 引進該室 12，吸氣劑材料微粒 18 將吸收氫，留下濾淨過的處理氣體經由出口 16 而排出該室 12。

以吸氣劑為基礎的濾淨器對於移除雜質具有高效率，如圖 1A 所示，但其十分昂貴而且需要保持在攝氏約 300 至約 400 度中操作。因此，在某些環境下其他種類的濾淨器反而較好。一種較便宜的濾淨器的例子，被稱作鎳濾淨器(nickel purifiers)，其可在室溫附近操作。此種濾淨器包含作為活性材料的金屬鎳，該金屬鎳通常支持在一多孔的(porous)基材(例如矽)上。

圖 2A 是一簡圖顯示一習知技術的鎳濾淨器 22 在處理氣體濾淨的過程。鎳濾淨器 22 包含一室 24，其連接至一入口 26 及一出口 28。室 24 部分地以鎳金屬微粒 30 填充。鎳典型以至少有鎳材料微粒 30 總量 5% 的金屬形式出現，其餘者通常以一氧化鎳(NiO)之形式出現。鎳通常係以微粒或「分散的」型態出現，以具有至少 100m<sup>2</sup>/g 及較佳者為約 100 至 200 m<sup>2</sup>/g 間的高的單位面積，但鎳的總量有所限制。「分散的」係表示該材料是以不連接的微粒所形成，例如粉末(powders)、細粒(granules)以及顆粒(pellets)等。

鎳濾淨器通常也包含物理水(physical water)吸收物(sorber)，例如分子濾網(molecule sieve)，以幫助移除水蒸氣及留下可用的鎳材料以移除氧及一氧化碳。如圖 2A 所示，處理氣體、水、氧及一氧化碳的微量經由入口 26 進入室 24。在鎳濾淨器 10 操作過程中，鎳材料微粒 18 與氧或水以及與 CO 或 CO<sub>2</sub> 相互反應。鎳與氧或水反應之產物係 NiO。一旦

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝  
訂  
線

五、發明說明（ 4 ）

鎳材料微粒 18 達到其吸收能力的上限，該濾淨器可再生。

圖 2B 係一簡圖顯示一習知技術的鎳濾淨器 22 在再生的過程。鎳材料微粒 30 係經過一含氫的惰性氣體氣流覆蓋該鎳材料微粒 30 並以加熱器 20 維持在約攝氏 200 度的溫度而再生。該惰性氣體較佳者為氮，含氫量較佳者為低至體積的約 20%，而且更佳者為流動氣體體積的約 2 至 5%間，而且此一再生過程最好持續約 14 至 20 小時。在此狀況下，NiO 以及 Ni 與 CO/CO<sub>2</sub> 反應的產物係還原為金屬鎳。鎳濾淨器已經被揭露，例如美國專利號 4713224。

因為水及 CO 在再生步驟中被產生，因此必須執行濾淨器從濾淨氣體管斷開之操作，以避免污染該系統。大範圍地以鎳為基礎的濾淨器係由加州聖地牙哥的 Aeronex 公司所販售，其名稱為 GATEKEEPER<sup>®</sup>。進一步上述所提到的應用，另一重要的以鎳基礎的濾淨器的使用為在氣體箱(gas cabinet)內，針對氣體的濾淨(通常係氮)，在處理氣體氣瓶的換出(change out)的過程中被使用來濾淨氣體的導管。

圖 3 顯示習知技術另一鎳濾淨器組件 32。鎳濾淨器組件 32 包含一本體或包體 33，該包體 33 具有一室 34，其通常以不銹鋼製成實質上圓筒型(cylindrical shape)。室 34 較佳者為電解拋光至少 10 Ra(洛氏硬度 A)。在鎳濾淨器組件 32 相對的兩底面上，提供有一氣體入口 36 及一出口 38。氣體入口 36 及出口 38 典型上配置有合適的配件 40 以連接氣體導管的裝置。配件 40 所示者為凸面(male face)密封配件，但如熟悉本技術者所周知，亦可使用壓縮配件。鎳濾淨器組件 32 較者係在入口 36 及出口 38 配置微粒過濾器(particle filter)。微粒過濾器通常以燒結不銹鋼微粒所製成，並可以篩出直徑 0.003  $\mu$ m 及更大的微粒。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明(5)

鎳濾淨器 32 的內部容量係以含鎳(nickel-containing)或支持鎳(nickel supporting)的材料的微粒所填充。這些材料可以被製成一個個(球型或圓柱型)多孔的支持介質(supporting medium)，例如矽，在其上鎳材料係根據催化劑產品領域中廣為周知的技術而被分散。鎳可以混合的型態出現，在其中部分金屬係以化合物型態出現，通常為具有至少 5% 的金屬在還原金屬形式之一氧化鎳(NiO)。

以鎳為基礎的濾淨器最大的缺點為再生不容易在站上達到，因為需要保持濾淨器在一含氫的氣體氣流中數小時，該含氫的氣體必須在出口排出此系統。結果為了濾淨器的再生作業，通常必須回到製造商。為了避免服務中斷，製造商通常提供兩個鎳濾淨器並聯的系統，因此於其中一個再生時另一個尚可操作。

吸氣劑層(bed)以及鎳層同時使用的濾淨器亦廣為周知。這些濾淨器業已揭露，例如在美國專利號 5492682、5558844、5556603 及 5902561。這些專利顯示兩階段式(two-stage)濾淨器，其中氣體首先接觸維持在室溫之鎳材料層，接著接觸維持攝氏約 250 至約 400 度之吸氣劑材料的第二層。在這些濾淨器中每一層之作業乃根據上述之正常的操作。

有鑑於此，有需要提供一種方法及裝置以有效地及經濟地再生一氣體濾淨器，特別是可以在站上再生該氣體濾淨器。

### 發明之簡要說明

本發明提供一種方法及裝置，利用能在室溫下操作的氣體濾淨器以濾淨各種不同的氣體，並且可以輕易地在使用至飽和時，藉由簡單地將該氣體濾淨器與被插入的氣體導管隔絕並加熱該裝置在一預定的溫度而

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明(6)

予以再生。熟知本技術者應可輕易了解本發明可以用許多不同的途徑達成，例如一程序、一裝置、一系統、一設備或一方法。以下敘述一些本發明的具體實施例。

在本發明之一實施例中，提供一可再生之室溫濾淨器。該濾淨器包含一包體，該包體具有一室，該室具有一入口及一出口。濾淨器材料包含一過渡金屬材料及一吸氣劑材料之混合物，該混合物係設置於該室內。該過渡金屬材料較者為至少具有 5% 的過渡金屬材料為金屬形式的分散的形式。吸氣劑材料較佳者亦為一與過渡金屬材料混合之分散的形式。吸氣劑材料較佳者係從 Zr、Ti、Nb、Ta、V 以及其合金的群組中選出。

在本發明另一實施例中，提供一可再生之室溫濾淨器系統。該系統包含一濾淨器，該濾淨器包含一包體，該包體具有一室，該室有一入口及一出口。濾淨器材料包含一過渡金屬材料及一吸氣集除劑材料之混合物，該混合物係設置於該室內。過渡金屬材料較者為至少有 5% 的過渡金屬材料為金屬形式的分散的形式。吸氣劑材料較佳者亦為與過渡金屬材料混合之分散的形式。吸氣劑材料較佳者係從 Zr、Ti、Nb、Ta、V 以及其合金的群組中選出。濾淨器系統亦包含一入口閥連接至該入口以及一出口閥連接至該出口。一加熱器與濾淨器聯結以加熱該濾淨器至至少攝氏約 200 度。

在本發明的再另一實施例中，提供一再生具有過渡金屬材料及吸氣劑材料之混合物的室溫濾淨器之方法。該方法包含在一工作環境中密封濾淨器。一過渡金屬材料及一吸氣劑材料之混合物設置於濾淨器之室內。過渡金屬材料較者為至少具 5% 的過渡金屬材料為金屬形式的分散

五、發明說明（ 7 ）

的形式。吸氣劑材料較佳者亦為與過渡金屬材料混合之分散的形式。吸氣劑材料較佳者係從 Zr、Ti、Nb、Ta、V 以及其合金的群組中選出。濾淨器被加熱至至少攝氏約 200 度，接著被冷卻以使濾淨器可以達到其工作環境中實質上之室溫。最後，濾淨器被啓封，並且準備供再一次使用。

在本發明的再另一實施例中，提供一在室溫濾淨氣體之方法。該方法包含提供一具有可密封的包體之濾淨器。該包體具有一室，該室具有一入口及一出口。一過渡金屬材料及吸氣劑材料之混合物設置於濾淨器之室內。過渡金屬材料較者為至少具 5% 的過渡金屬材料為金屬形式的分散的形式。吸氣劑材料較佳者亦為與過渡金屬材料混合之分散的形式。吸氣集除劑材料較佳者為從 Zr、Ti、Nb、Ta、V 以及其合金的群組中選出。進入入口之氣體經由該濾淨器材料而被濾淨。接著氣體在一約室溫之溫度流出該出口，以使該過渡金屬材料吸收水蒸氣、氧及一氧化碳並且吸氣劑材料吸收氫。入口及出口接著被關閉以密封該包體。

該濾淨器被加熱至攝氏 200 度，以使吸氣劑材料可以釋放氫。氫從過渡金屬材料移除氧及碳。超過之氫接著由吸氣劑吸收。濾淨器被冷卻以使濾淨器可以回復至約其工作環境之室溫。最後，藉由打開入口及出口而使濾淨器啓封，如此濾淨器被再生以進行氣體的濾淨。

本發明之一優點係提供一氣體濾淨裝置及方法，其增加以過渡金屬材料為基礎之濾淨器的再生能力。濾淨器的再生可增加效率並減少濾淨器送回工廠維修之次數。

熟悉本發明之技術者在參酌實施本發明之最佳已知模式之詳細說明及較佳實施例及圖式之說明後，將能清楚地明瞭本發明之目的及優點。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝  
訂  
線

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

五、發明說明 ( 8 )

圖式簡單說明

經由閱讀下述之詳細說明並參酌所附圖式之後，將能更清楚地明瞭本發明。爲了容易了解本圖式，近似的參考符號標示近似的結構元件。

圖 1A 係一簡圖顯示一習知技術之吸氣劑濾淨器 10 在一提升溫度中處理氣體濾淨的過程。

圖 1B 是一簡圖顯示一習知技術的吸氣劑濾淨器 10 在從處理氣體移除氫的過程。

圖 2A 是一簡圖顯示一習知技術的鎳濾淨器 22 在處理氣體濾淨的過程。

圖 2B 係一簡圖顯示一習知技術的鎳濾淨器 22 在再生的过程。

圖 3 顯示習知技術另一鎳濾淨器組件 32。

圖 4 顯示根據本發明之一實施例之可再生之濾淨器在處理氣體濾淨的过程。

圖 5 顯示根據本發明之一實施例之可再生之濾淨器在再生開始的过程。

圖 6 顯示根據本發明之一實施例之可再生之濾淨器在再生完成的过程。

圖 7 係一在室溫濾淨氣體之方法流程圖。

發明詳細說明

本發明提供一種可再生之濾淨器之方法及裝置。在下述之詳細說明中，將提到許多具體之細節以提供本發明之完全了解。然而，誠如熟悉本項技術人員所能了解，本發明可不依靠某些或全部的具體細節而仍能

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明 ( 9 )

實施。在其他的例子中，習知之處理方案並不在細節中敘述，以避免不必要地模糊本發明。

圖 1 至 3 係參考習知技術而加以敘述。圖 4 顯示根據本發明之一實施例之可再生之濾淨器組件 42 在處理氣體濾淨的過程。可再生之濾淨器組件 42 包含一包體 43，該包體 43 具有一室 44，該室 44 連接至一入口 46 及一出口 48。應注意者為該包體 43 可以和圖 3 所示之鎳濾淨器組件 32 之習知技術之包體 33 之形狀及構造相近似。入口 46 及出口 48 較佳者為配置有一微粒過濾器 50 及一凸面密封配件或一壓縮配件(請參考圖 3)。室 44 部分地以吸氣劑材料微粒 54 及過渡金屬材料微粒 56 填充。過渡金屬材料微粒之例子包含鎳、鐵、錳以及上述之化合物。過渡金屬材料微粒 56 較佳者為包含鎳，如上參考圖 2A 所述。

可再生之濾淨器組件 42 可以從一處理氣體中移除雜質。在打開位於入口 46 的閥 45 及位於出口 48 的閥 47 之後，處理氣體可以經由入口 46 流入室 44 加以濾淨。當處理氣體接觸吸氣劑材料層時，過渡金屬材料微粒 56 從處理氣體移除雜質。濾淨過之處理氣體接著經由出口 48 離開可再生之濾淨器組件 42。

圖 4 中被虛線所包圍之部分 55 顯示根據本發明之一實施例之吸氣劑材料微粒 54 及過渡金屬材料粒 56 在室溫(例如約攝氏 25 度)中之反應過程。過渡金屬材料微粒 56 吸收雜質 58，留下濾淨過之處理氣體 60。因為可再生之濾淨器組件 42 保持在攝氏約 0 度至約 50 度之間(較佳者為約 10 度至約 40 度之間，最佳者為約 25 度)，因此只有過渡金屬材料微粒 56 在此過程中藉由吸收雜質 58 而產生反應。吸氣劑材料微粒 54 將不反應並且保持惰性(inactive)。

五、發明說明（10）

圖 5 顯示根據本發明之一實施例之可再生之濾淨器組件 42 在再生開始的過程。當可再生之濾淨器組件 42 需要再生(亦即當過渡金屬材料微粒 56 已飽和)，閥 45 及閥 47 即關閉且濾淨器經由一加熱器 59 被加熱至約攝氏 200 度至約 400 度，以使吸氣劑材料微粒 54 再一次開始釋放氫。再生溫度較佳者為固定在約攝氏 250 度至 300 度之間，最佳者為固定在約攝氏 300 度，以避免在此實施例中系統超過壓力。在較高溫度中，氫之釋放急遽提升，因而在濾淨器中之壓力會急速地達到接近門檻之數值，其可危及濾淨器中機構之穩定。

加熱器 59 較佳者為設置在包體 43 之室 44 之外，而且可以是一具有傳導性、軸射性或方便與包體 43 聯絡之抗電性、軸射式或其他類型之加熱器。加熱器 59 較佳者為提供在一開放或封閉迴路的控制系統中，以控制可再生之濾淨器組件 42 的溫度。對於一封閉迴路系統，一熱能感測器(例如熱電偶-未顯示)被使用於感測濾淨器之溫度，直接或間接作為加熱器 59 控制系統的回饋。

吸氣劑材料微粒 54 較佳者為在攝氏 300 度具有一高的平衡壓力。高的平衡壓力較佳者為在約攝氏 300 度為約 0.1 mbar。此種吸氣劑之一例子係鋯及鈷之化合物  $ZrCo$ ，其在攝氏 300 度有一超過 0.25 mbar 之氫平衡壓力。當氫於升高之溫度接觸過渡金屬材料微粒 56 的鎳，氫分解在處理氣體濾淨過程中已經在過渡金屬材料微粒 56 上形成之物種(雜質已從處理氣體中移除)。在反應中被釋放的水可以被熱的吸氣劑材料微粒 54 所吸收。在吸氣劑之表面，水被分解為氧及氫。氧將不可逆地固定在吸氣劑上成為氧化物，而氫會再一次被釋放。

圖 5 中被虛線所包圍之部分 57 顯示根據本發明之一實施例之吸氣

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 ( | | )

劑材料微粒 54 及過渡金屬材料粒 56 在攝氏約 300 度中之反應過程。因此在實務中，藉由將氫當作從鎳表面到分散的吸氣劑之「氧載具」，某些「氫循環」(hydrogen cycle)被實行。「氫循環」只有當溫度高到足以使有些氫無法被吸氣劑吸收時(並且濾淨器與氣體供應導管分離時)才執行。主要發生的反應係：

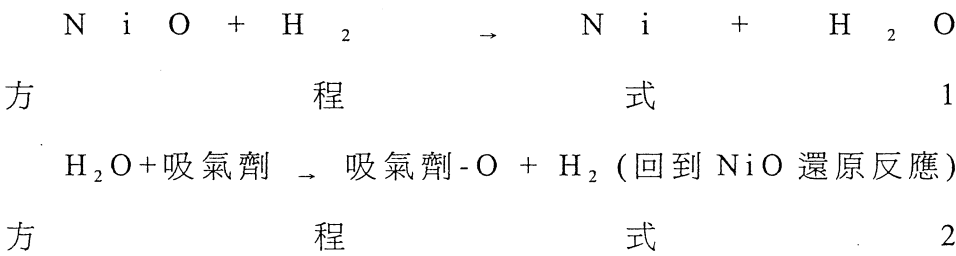


圖 6 顯示根據本發明之一實施例之可再生之濾淨器組件 42 在再生完成的過程。在再生之後，加熱器 58 被關閉。當溫度掉落至室溫時，在過渡金屬材料微粒 56 的再生過程中不被使用的自由的氫被吸氣劑材料微粒 54 再一次吸附而在系統中留下一可忽略的氣體壓力。或者，可再生之濾淨器組件 42 可以藉由例如空氣或水罩(未顯示)主動地冷卻。吸氣劑材料微粒 54 較佳者為在室溫有一低的氫平衡壓力。低的氫平衡力較佳者為 40 度時  $10^{-6}$  毫巴。此種吸氣劑材料之一例子是銦及鈷的金屬化合物  $\text{ZrCo}$ ，其在 40 度時具有一  $1.3 \times 10^{-6}$  毫巴附近的壓力。

圖 6 中被虛線所包圍之部分 61 顯示根據本發明之一實施例之吸氣劑材料微粒 54 在再生完成的過程。當閥被打開以供一般的濾淨操作時，沒有氫被濾淨器引入出口的氣體。在氫循環中，一增強(build-up)的氧在吸氣劑材料微粒 54 中發生，其最終「殺死」吸氣劑吸收及釋放氫的能力，原因是在吸氣劑表面上一厚的不起化學變化的氧層。然而，全部的結果是濾淨器可以在吸氣劑材料微粒 54 被耗盡之前留住一些再生循環。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝  
訂  
線

五、發明說明 (12)

為確保濾淨器適當的再生，在濾淨器的室中的過渡金屬材料及吸氣劑材料的比例必須適當地加以設計。如果吸氣劑材料太少，再生將不會發生，因為沒有足夠的有用的氫。如果吸氣劑材料太多，多餘的吸氣劑材料將會被浪費。不只增加的吸氣劑材料會增加成本，而且吸氣劑材料也會佔據可為過渡金屬材料使用的空間，其在所有的濾淨中都會發生。經由試驗顯示，吸氣劑材料的體積的使用為約 20%至約 50%之間的濾淨器的內部容積較佳。

吸氣劑材料較佳者為在生產時預先以氫充填，否則在第一次執行濾淨時吸氣劑將必須依賴氫通風口(intake)。然而，此種通風口(若在濾淨時氣體中氫含量是低的)可能不足以確保良好的再生表現。在另一方面，預先充填的程度不可太高，否則在再生過程中在濾淨器中增加的壓力可能超過，而造成包體內機構失效的危險。吸氣劑全部所吸收的氫含量較佳者為每一公克的合金為約  $10^{-3}$  至約  $5 \times 10^{-3}$  摩爾範圍的氫。

如同習知的鎳濾淨器，本發明的濾淨器可以包含吸水材料。吸水材料可以是物理吸收物，例如分子濾網、礬土、矽土等，或化學吸收物，而較佳者為分子濾網 13X。吸水材料較佳者為可以在再生狀態時釋放水，以確保被 NiO 還原所釋放的水將達到吸氣劑材料而增加自由的氫。這些增加的氫參與「氫循環」，因此增加在未來有效再生過程的可能性。若一水吸收物被加至濾淨器，則吸氣劑材料的體積較佳者為約 15%至約 40%之間的濾淨器室的內部容積。

在一實際的例子中，內容量為 200 cc 的濾淨器可以包括一三種材料混合物，包含 ZrCo 微粒、由多孔的矽土所支持的鎳，以及分子濾網 13X(未顯示)。在此領域所使用的吸收層的吸收能力通常以公升/公升(V/V)來度

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明(13)

量，並且在標準溫度及壓力下表示吸收層可以移除的每公升的氣體，且以該材料的微粒實事上所佔據的體積來測量。鎳材料層對於氧有一 20 l/l 的吸收能力，對於水有一 15 l/l 的吸收能力。分子濾網 13X 對於水有一 25 l/l 的吸收能力。為確保在濾淨時對於氧及水有同樣的移除能力，較佳者為鎳材料及分子濾網的體積比為約 5：1，而 ZrCo 的體積較佳者為約 35 及 75 cc 之間。

圖 7 係一在室溫濾淨氣體之方法 62 之流程圖。方法 62 首先以動作 64 開始，在該處提供一濾淨器。濾淨器在動作 66 中被使用以在室溫中藉由引進一處理氣體進入該濾淨器室中而濾淨氣體。在處理氣體中的雜質被濾淨器室中的過渡金屬微粒所移除，如此一濾淨過之氣體可以排出該濾淨器室。接著一動作 68 決定是否需要再生該濾淨器。若不需要，濾淨器繼續動作 66。若過渡金屬材料微粒已經飽和(「耗盡」)，接著動作 62 進行至動作 70，其決定再生是否為可能。若再生為不可能，接著必須在動作 64 提供一新的濾淨器。

藉由一些技術可以決定在動作 68 中再生是否是可能的。例如，濾淨器可能在某些氣體已經被濾淨之後在設定時間的間隔被再生。或者，濾淨器的出口的檢測裝置可以被使用以檢測當微量的氣體沒有被濾淨器所移除時，代表再生或更換濾淨器的時間到了。

若再生為可能，接著一方法 72 藉密封濾淨器，通常係關閉在動作 74 中的進口及出口，以開始再生濾淨器。濾淨器接著在動作 76 被加熱至約攝氏 300 度。在較高的溫度中，在濾淨器室中的吸氣劑材料微粒開始釋放氫氣。接著氫分解在動作 66 中的濾淨過程中過渡金屬材料微粒上形成的雜質。接著在動作 78，濾淨器被冷卻。當濾淨器被冷卻至室溫，

PO.12.13

五、發明說明(14)

在再生過程中不被使用的氫被吸氣劑材料微粒所吸收。接著在動作 80，濾淨器被啓封，並且方法 62 已經準備好回到動作 66 以開始處理氣體的濾淨。

可以了解本發明提供一濾淨氣體的方法及裝置，並接著經由在一濾淨器室中使用一過渡金屬材料及一吸氣劑材料而再生該氣體濾淨器。本發明在此已描述許多較佳之具體實施例。熟知本項技術者在思及本發明的說明書及實務後，將能明瞭本發明的其他實施例。而且，某些術語爲了使說明更清楚而被使用，但不應用以限制本發明。以上所述的實施例以及較佳的特性應當被認爲係示範性的，應當參酌所附申請專利範圍以界定本發明。

元件符號說明

|            |             |           |
|------------|-------------|-----------|
| 10 吸氣劑濾淨器  | 40 配件       | 62 方法     |
| 12 室       | 42 濾淨器組件    | 64 動作     |
| 14 入口      | 43 包體       | 66 濾淨器在動作 |
| 16 出口      | 44 室        | 68 接著一動作  |
| 18 吸氣劑材料微粒 | 45 閥        | 70 進行至動作  |
| 20 加熱器     | 46 入口       | 72 接著一方法  |
| 22 鎳濾淨器    | 47 閥        | 74 關閉在動作  |
| 24 室       | 48 出口       | 76 接著在動作  |
| 26 入口      | 50 微粒過濾器    | 78 接著在動作  |
| 28 出口      | 54 吸氣劑材料微粒  | 80 接著在動作  |
| 30 鎳金屬微粒   | 55 被虛線包圍之部份 |           |
| 32 鎳濾淨器組件  | 56 過渡金屬材料粒  |           |
| 33 包體      | 58 吸收雜質     |           |
| 34 室       | 59 加熱器      |           |
| 36 入口      | 60 處理氣體     |           |
| 38 出口      | 61 被虛線包圍之部份 |           |

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

PO.12.13

四、中文發明摘要 (發明之名稱：

)

可再生之室溫濾淨器、系統及其方法

本發明提供一種可再生(rejuvenable)之室溫濾淨器。該濾淨器包含一包體(enclosure)，該包體具有一室(chamber)，該室具有一入口及一出口。濾淨器材料包含一過渡金屬材料及一吸氣劑材料之混合物，該混合物係設置於該室內。過渡金屬材料是一分散的(dispersed)形式並具有至少 5%的過渡金屬材料為金屬形式。吸氣劑材料亦是混合過渡金屬材料之一分散的形式。吸氣劑材料係從包括鋇(Zr)、鈦(Ti)、鈮(Nb)、鉭(Ta)、V(釩)以及其合金的群組中選出。

英文發明摘要 (發明之名稱：

)

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

線

## 六、申請專利範圍

### 申請專利範圍

1.一種可再生之室溫濾淨器，包含：

一包體(enclosure)，該包體具有一室(chamber)，該室具有一入口及一出口；

一濾淨器材料，該濾淨器材料設置於該室內，該濾淨器材料包含一混合物，該混合物包含一過渡金屬材料及一吸氣劑(getter)材料，該過渡金屬材料為一分散的(dispersed)形式並且至少有 5%的過渡金屬材料為金屬形式，該吸氣劑材料為與該過渡金屬材料混合之一分散的形式以及從包括 Zr(鋯)、Ti(鈦)、Nb(鈮)、Ta(鉭)、V(釩)以及其合金的群組中選出。

2.如申請專利範圍第 1 項所述之可再生之室溫濾淨器，其中該過渡金屬材料是從包括 Fe(鐵)、Mn(錳)、Ni(鎳)以及其化合物的群組中選出。

3.如申請專利範圍第 1 項所述之可再生之室溫濾淨器，其中該過渡金屬材料係由一多孔的(porous)基材所支持。

4.如申請專利範圍第 1 項所述之可再生之室溫濾淨器，其中該濾淨器係被加熱至約攝氏 300 度。

5.如申請專利範圍第 4 項所述之可再生之室溫濾淨器，其中該吸氣劑材料在一室溫有一低的氬平衡壓力，以及在約攝氏 300 度有一較高的氬平衡壓力。

6.如申請專利範圍第 5 項所述之可再生之室溫濾淨器，其中該吸氣劑材料有一約  $10^{-6}$  毫巴 (mbar) 之低的氬平衡壓力，以及一約 0.1 毫巴以上之高的氬平衡壓力。

7.如申請專利範圍第 6 項所述之可再生之室溫濾淨器，其中該吸氣劑材

## 六、申請專利範圍

料是鈷化鋯 (ZrCo)。

8.如申請專利範圍第 1 項所述之可再生之室溫濾淨器，其中該吸氣劑材料佔有約 20%至約 50%的濾淨器內部容積。

9.如申請專利範圍第 1 項所述之可再生之室溫濾淨器，其中該吸氣劑材料係以氫預先充填(pre-charged)。

10. 如申請專利範圍第 9 項所述之可再生之室溫濾淨器，其中該吸氣劑材料係預先充填，以使每一公克的吸氣劑材料有約 0.001 摩爾(mole)到約 0.005 摩爾的氫。

11. 如申請專利範圍第 1 項所述之可再生之室溫濾淨器，進一步包含一吸水(water sorbing)材料。

12. 如申請專利範圍第 11 項所述之可再生之室溫濾淨器，其中該吸水材料係一分子濾網(molecular sieve)。

13. 如申請專利範圍第 12 項所述之可再生之室溫濾淨器，其中該吸氣劑材料佔有約 15%到約 40%的濾淨器內部容積。

14. 一種可再生之室溫濾淨器系統，包含：

(a) 一濾淨器，包含：

一包體，該包體具有一室，該室具有一入口及一出口；以及

一濾淨器材料，該濾淨器材料設置於該室內，該濾淨器材料包含一混合物，該混合物包含一過渡金屬材料及一吸氣劑材料，該過渡金屬材料為一分散的形式並且至少有 5%的過渡金屬材料為金屬形式，該吸氣劑材料為與該過渡金屬材料混合之一分散的形式以及從包括 Zr、Ti、Nb、Ta、V 以及其合金的群組中選出；

(b) 一入口閥，其連接至該入口

臺灣專利局  
入  
登錄證  
第 41111 號

## 六、申請專利範圍

- (c) 一出口閥，其連接至該出口；以及
- (d) 一加熱器，該加熱器相聯該濾淨器，以加熱該濾淨器至至少約攝氏 200 度。
15. 如申請專利範圍第 14 項所述之可再生之室溫濾淨器系統，其中該濾淨器係加熱至約攝氏 300 度。
16. 如申請專利範圍第 15 項所述之可再生之室溫濾淨器系統，其中該吸氣劑材料在一室溫有一低的氬平衡壓力，以及在約攝氏 300 度有一較高的氬平衡壓力。
17. 如申請專利範圍第 16 項所述之可再生之室溫濾淨器系統，其中該吸氣劑材料有一約  $10^{-6}$  毫巴之低的氬平衡壓力，及一約 0.1 毫巴之高的氬平衡壓力。
18. 如申請專利範圍第 16 項所述之可再生之室溫濾淨器系統，其中該吸氣劑材料是  $ZrCo$ 。
19. 如申請專利範圍第 14 項所述之可再生之室溫濾淨器系統，其中該吸氣劑材料佔有約 20% 到約 50% 的濾淨器內部容積。
20. 如申請專利範圍第 14 項所述之可再生之室溫濾淨器系統，其中該吸氣劑材料係以氬預先充填。
21. 如申請專利範圍第 20 項所述之可再生之室溫濾淨器系統，其中該吸氣劑材料係預先充填，以使每一公克的吸氣劑材料有約 0.001 摩爾到約 0.005 摩爾的氬。
22. 如申請專利範圍第 14 項所述之可再生之室溫濾淨器系統，進一步包含一吸水材料。
23. 如申請專利範圍第 22 項所述之可再生之室溫濾淨器系統，其中該

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 六、申請專利範圍

吸水材料係一分子濾網。

24. 如申請專利範圍第 23 項所述之可再生之室溫濾淨器系統，其中該吸氣劑材料佔有約 15%到約 40%的濾淨器內部容積。
25. 如申請專利範圍第 14 項所述之可再生之室溫濾淨器系統，其中該過渡金屬材料係從包括 Fe、Mn、Ni 以及其他化合物之群組中選出。
26. 如申請專利範圍第 14 項所述之可再生之室溫濾淨器系統，其中該過渡金屬材料係由一多孔的基材所支持。
27. 一種針對具有一過渡金屬材料及吸氣劑材料混合物之一室溫濾淨器的再生方法，包含：
  - (a) 在一工作環境中密封一濾淨器，該濾淨器材料包含一混合物，該混合物包含一過渡金屬材料及一吸氣劑材料，該過渡金屬材料為一分散的形式並且至少有 5%的過渡金屬材料為金屬形式，該吸氣劑材料為與該過渡金屬材料混合之一分散的形式以及從包括 Zr、Ti、Nb、Ta、V，以及其他合金的群組中選出；
  - (b) 加熱該濾淨器至至少攝氏 200 度；
  - (c) 冷卻該濾淨器，以使該濾淨器可以達到其工作環境下之一實質室溫；以及
  - (d) 啓封該濾淨器。
28. 如申請專利範圍第 27 項所述之再生一室溫濾淨器之方法，其中該過渡金屬材料係從包括 Fe、Mn、Ni 以及其他化合物之群組中選出。
29. 如申請專利範圍第 27 項所述之再生一室溫濾淨器之方法，其中該過渡金屬材料係由一多孔的基材所支持。
30. 如申請專利範圍第 27 項所述之再生一室溫濾淨器之方法，其中該

## 六、申請專利範圍

濾淨器係加熱至約攝氏 300 度。

31. 如申請專利範圍第 30 項所述之再生一室溫濾淨器之方法，其中該吸氣劑材料在一室溫有一低的氬平衡壓力，以及在約攝氏 300 度有一高的氬平衡壓力。

32. 如申請專利範圍第 31 項所述之再生一室溫濾淨器之方法，其中該吸氣劑材料有一約  $10^{-6}$  毫巴之低的氬平衡壓力，及一約 0.1 毫巴之高的氬平衡壓力。

33. 如申請專利範圍第 32 項所述之再生一室溫濾淨器之方法，其中該吸氣劑材料是 ZrCo。

34. 一種在室溫中濾淨氣體的方法，包含：

提供一濾淨器，該濾淨器具有一可密封之包體，該包體具有一室並具有一入口及一出口，以及包含一濾淨器材料設置於該室內，該濾淨器材料包含一混合物，該混合物包含一過渡金屬材料及一吸氣劑材料，該過渡金屬材料為一分散的形式並且至少有 5% 的過渡金屬材料為金屬形式，該吸氣劑材料為與該過渡金屬材料混合之一分散的形式以及從包括 Zr、Ti、Nb、Ta、V，以及其合金的群組中選出；

濾淨氣體流入該入口，穿過該濾淨器材料，並在約室溫流出該出口，因此該過渡金屬材料吸收水、氧、一氧化碳以及二氧化碳，以及該吸氣劑材料吸收氬；

關閉該入口及該出口以密封該包體；

加熱該濾淨器至至少攝氏 200 度，因此該吸氣劑材料釋放氬，氬從該過渡金屬材料移除氧及碳，接著氬被該吸氣劑材料所吸收；

冷卻該濾淨器，以使該濾淨器可以回復至約室溫；以及

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 六、申請專利範圍

打開該入口及該出口以啓封該濾淨器，因此該濾淨器被再生以供氣體的濾淨。

35. 如申請專利範圍第 34 項所述之在室溫中濾淨氣體的方法，其中該吸氣劑材料佔有約 20%到約 50%的濾淨器內部容積。

36. 如申請專利範圍第 34 項所述之在室溫中濾淨氣體的方法，其中該吸氣劑材料係以氫預先充填。

37. 如申請專利範圍第 36 項所述之在室溫中濾淨氣體的方法，其中該吸氣劑材料係預先充填，以使每一公克的吸氣劑材料有約 0.001 摩爾到約 0.005 摩爾的氫。

38. 如申請專利範圍第 34 項所述之在室溫中濾淨氣體的方法，進一步包含以一吸水材料吸收水。

39. 如申請專利範圍第 38 項所述之在室溫中濾淨氣體的方法，其中該吸水材料係一分子濾網。

40. 如申請專利範圍第 39 項所述之在室溫中濾淨氣體的方法，其中該吸氣劑材料佔有約 15%到約 40%的濾淨器內部容積。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

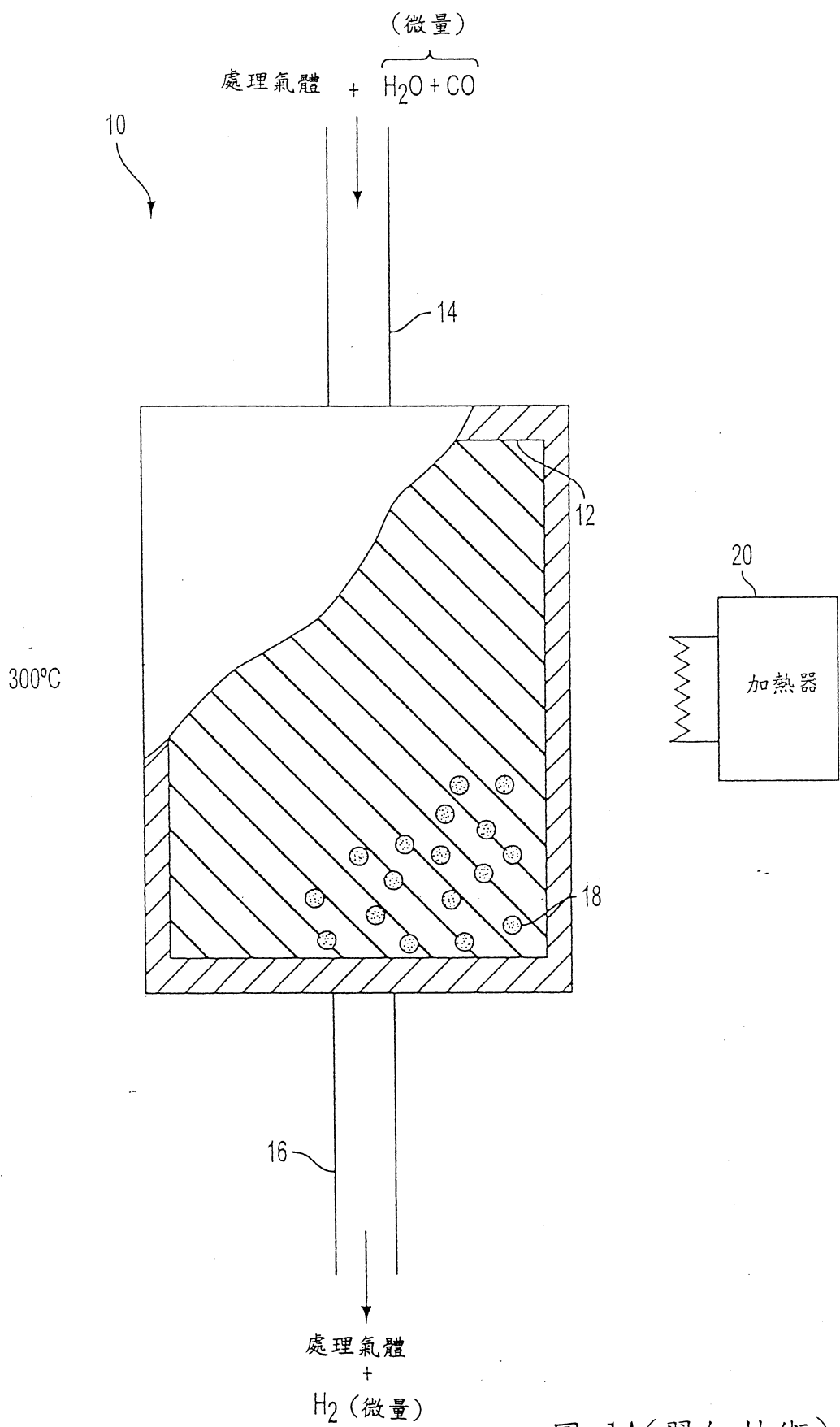


圖 1A(習知技術)

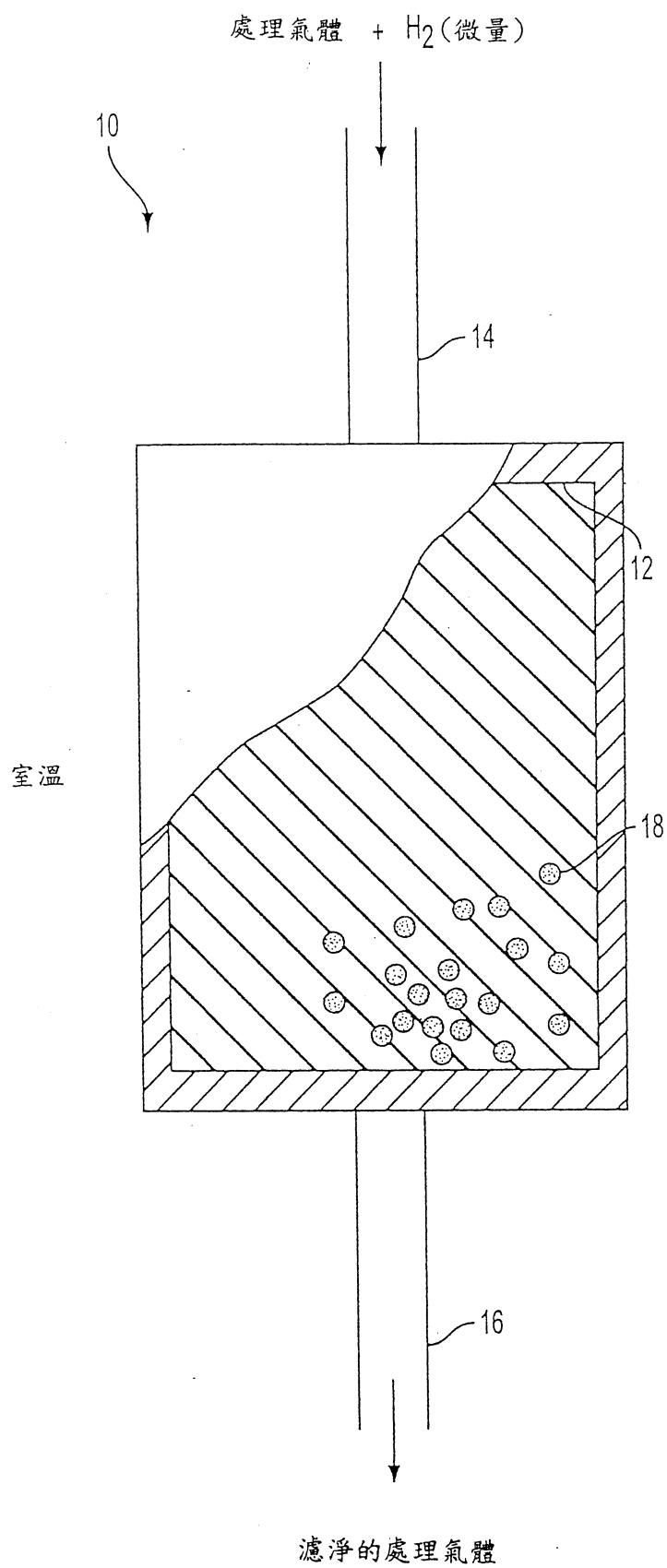


圖 1B(習知技術)

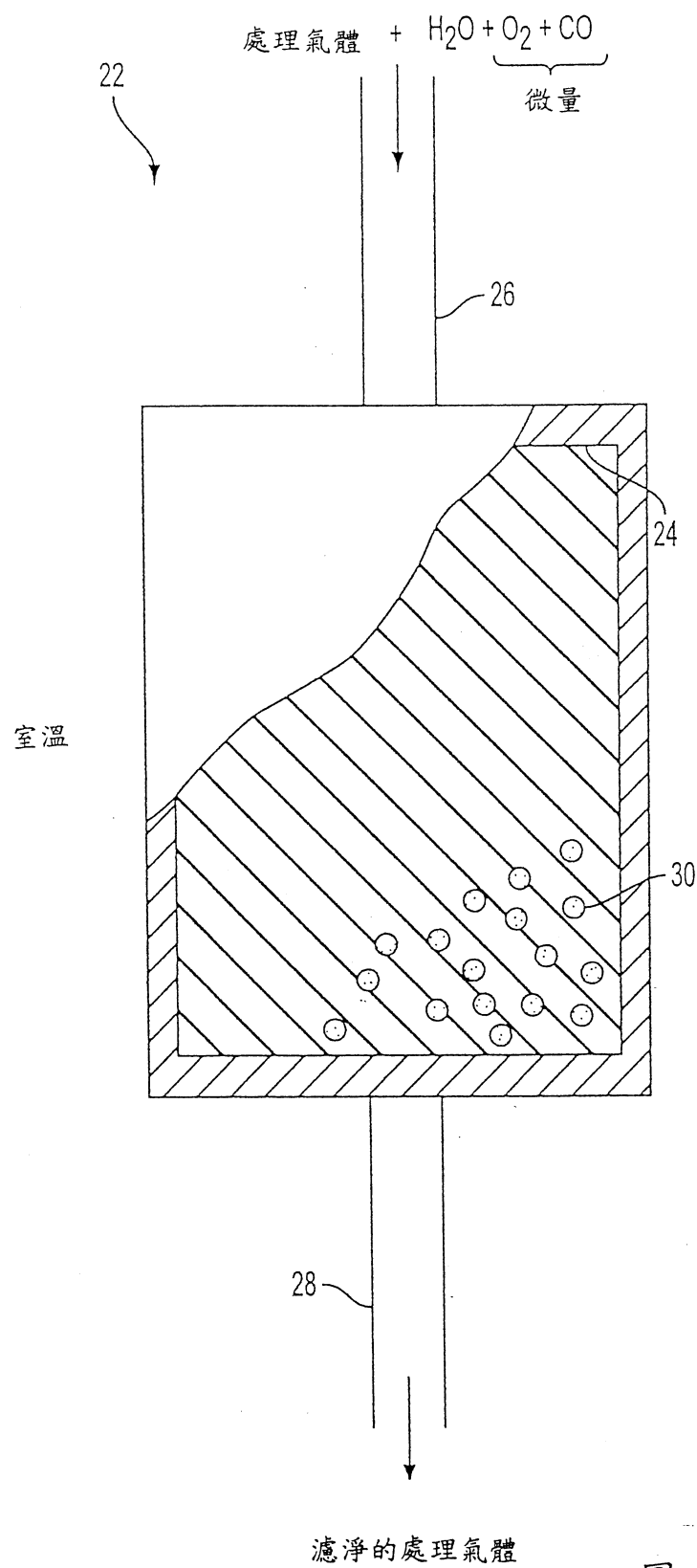


圖 2A(習知技術)

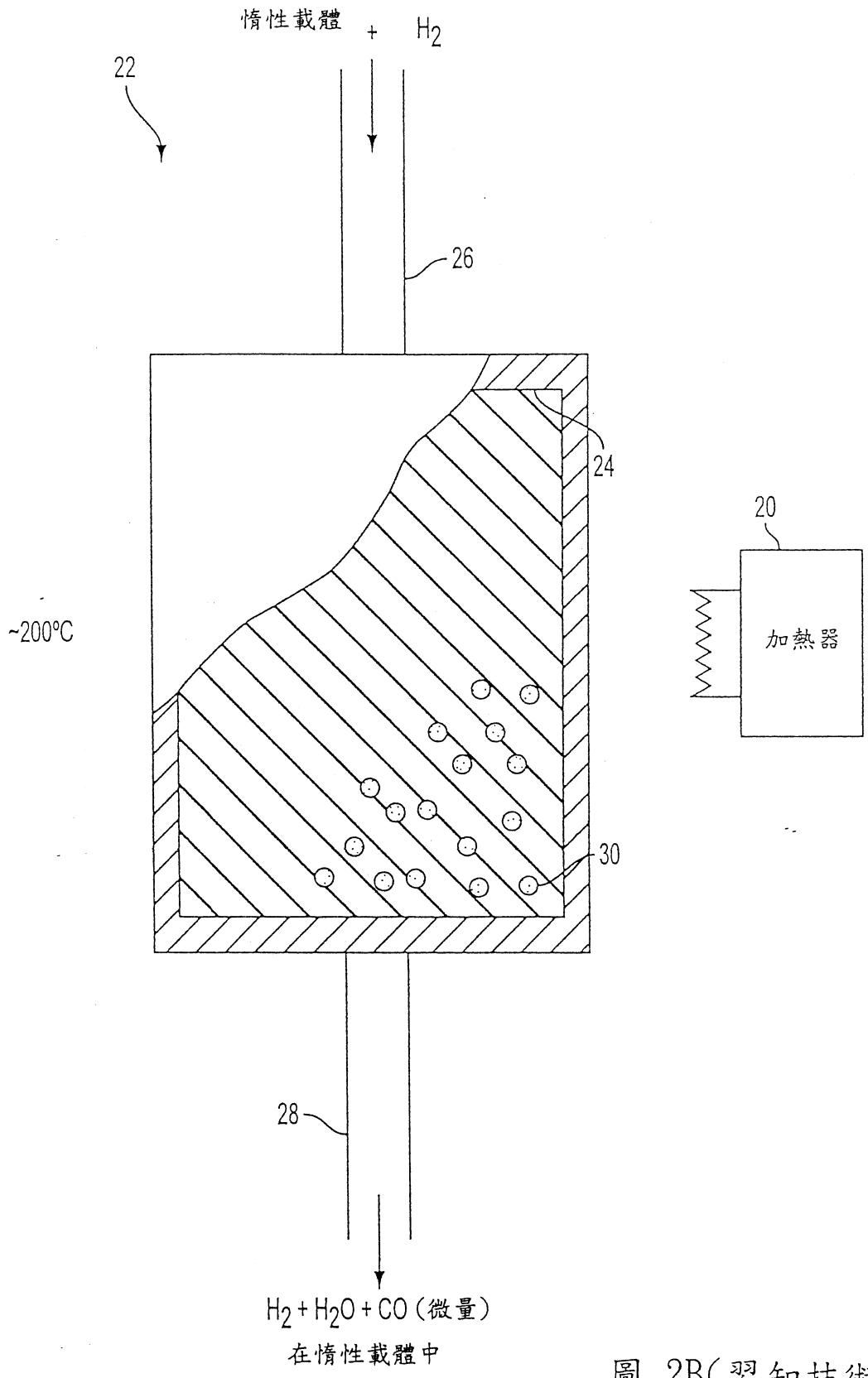


圖 2B(習知技術)

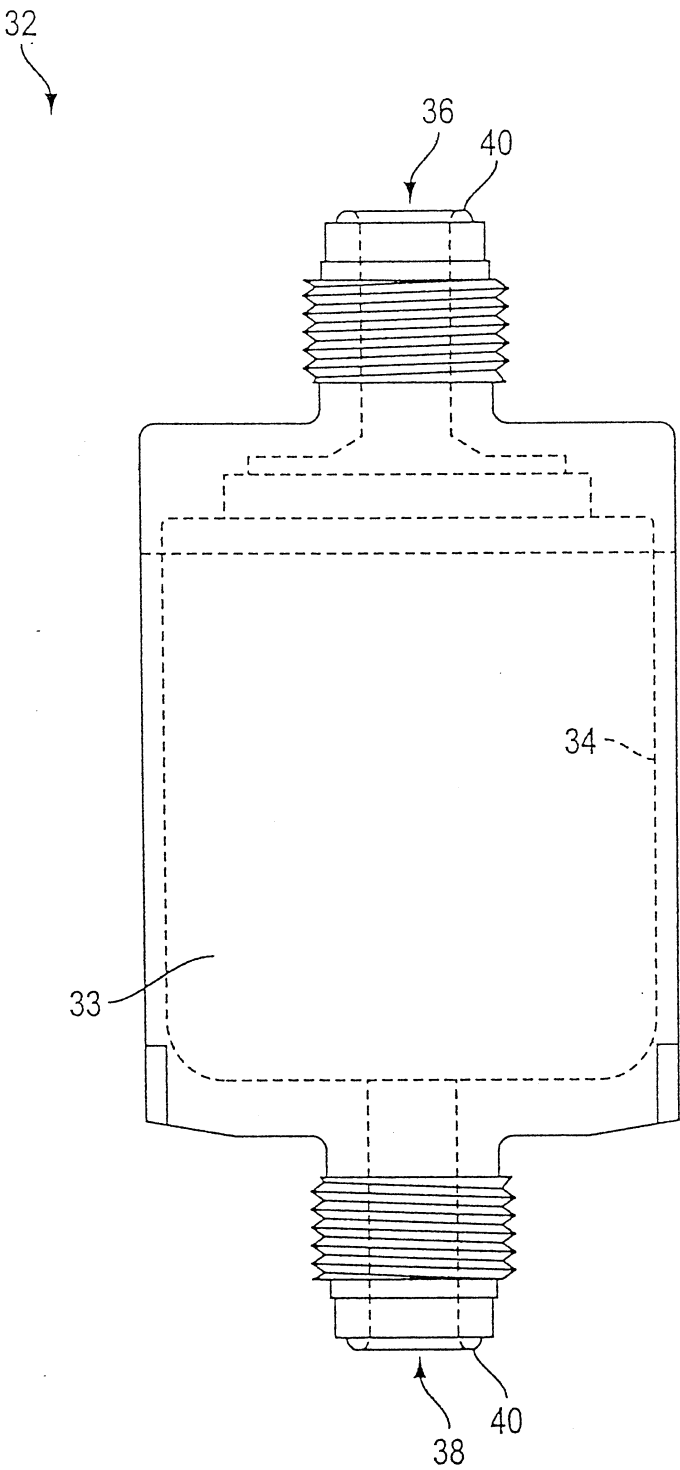
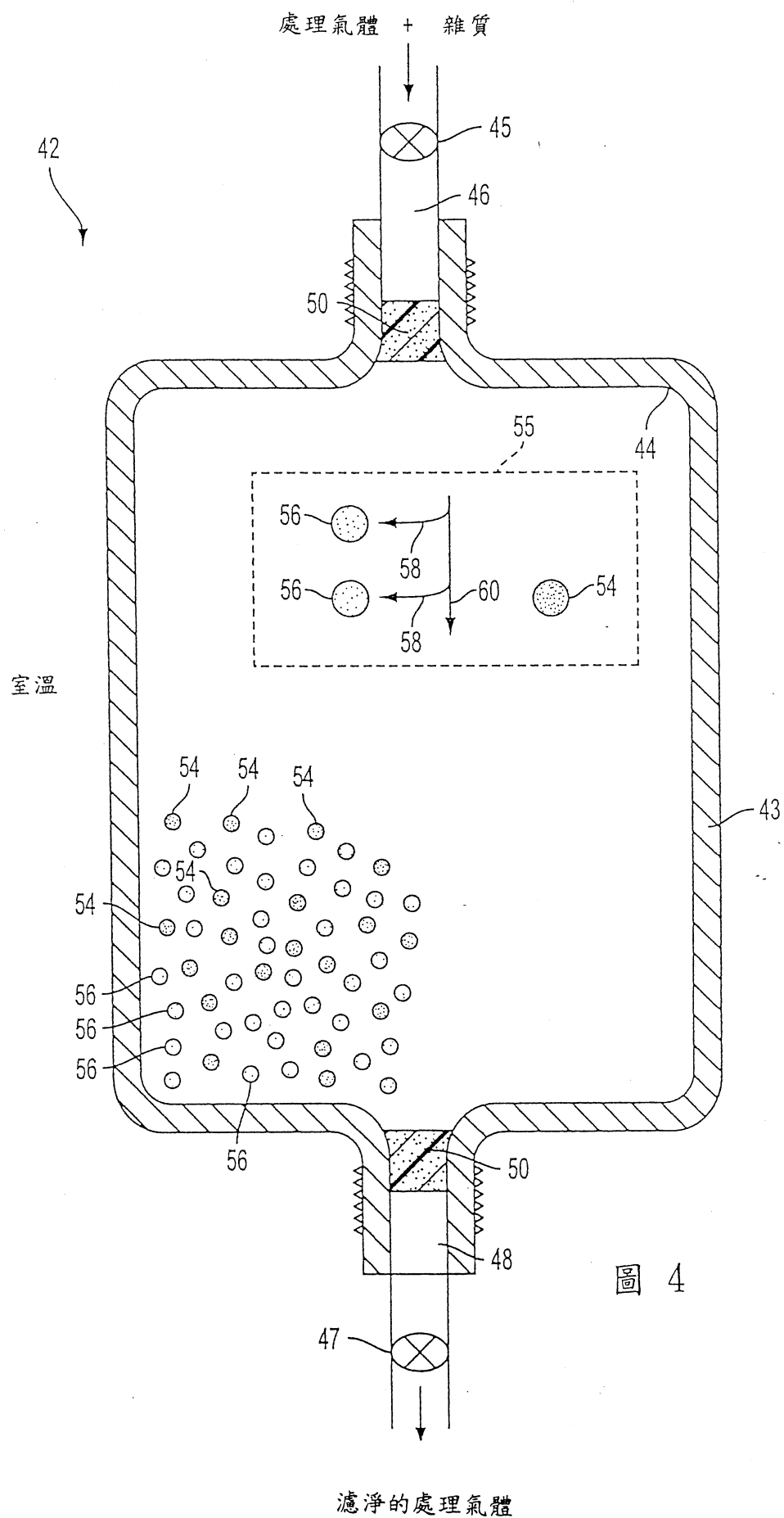


圖 3(習知技術)



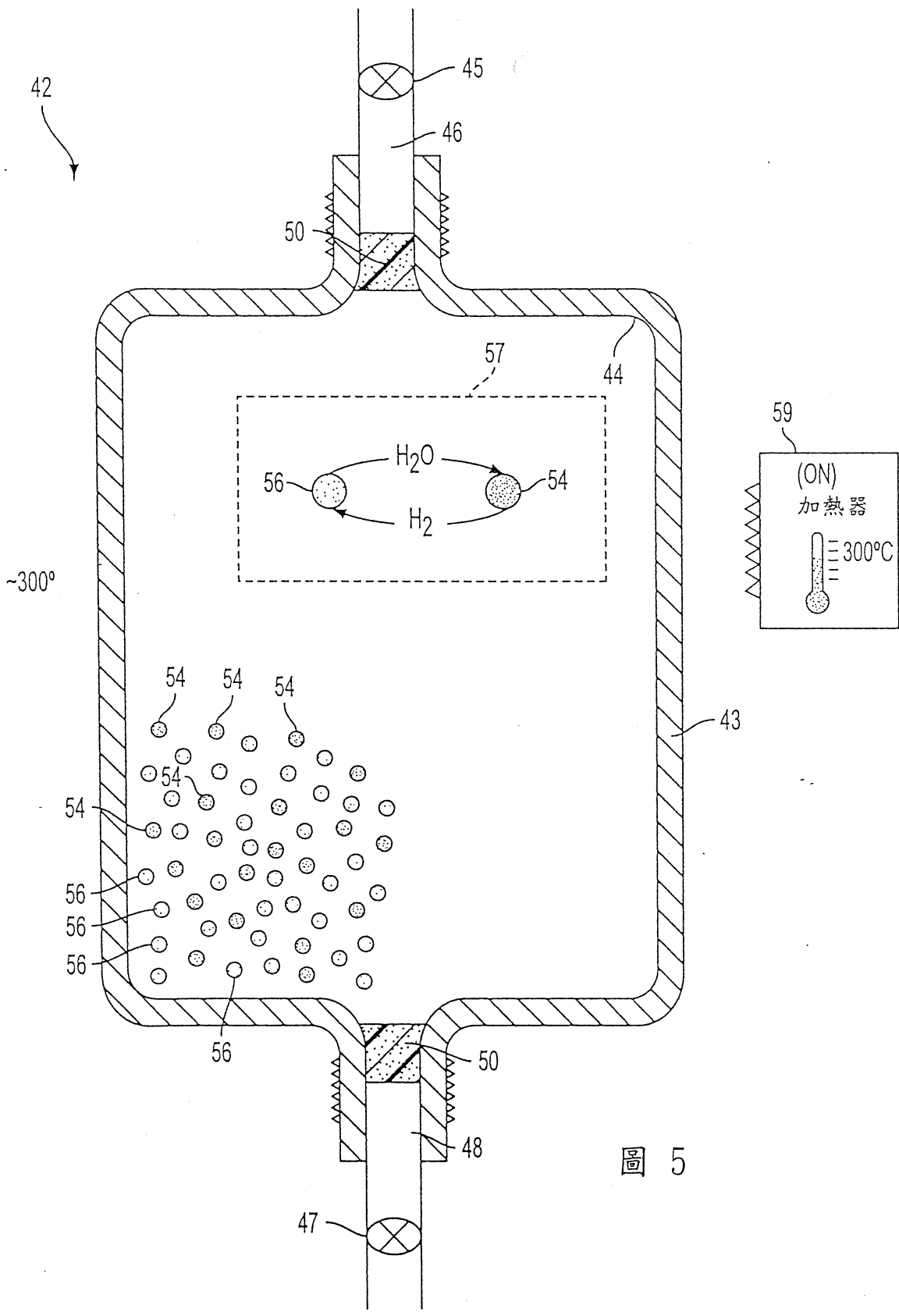
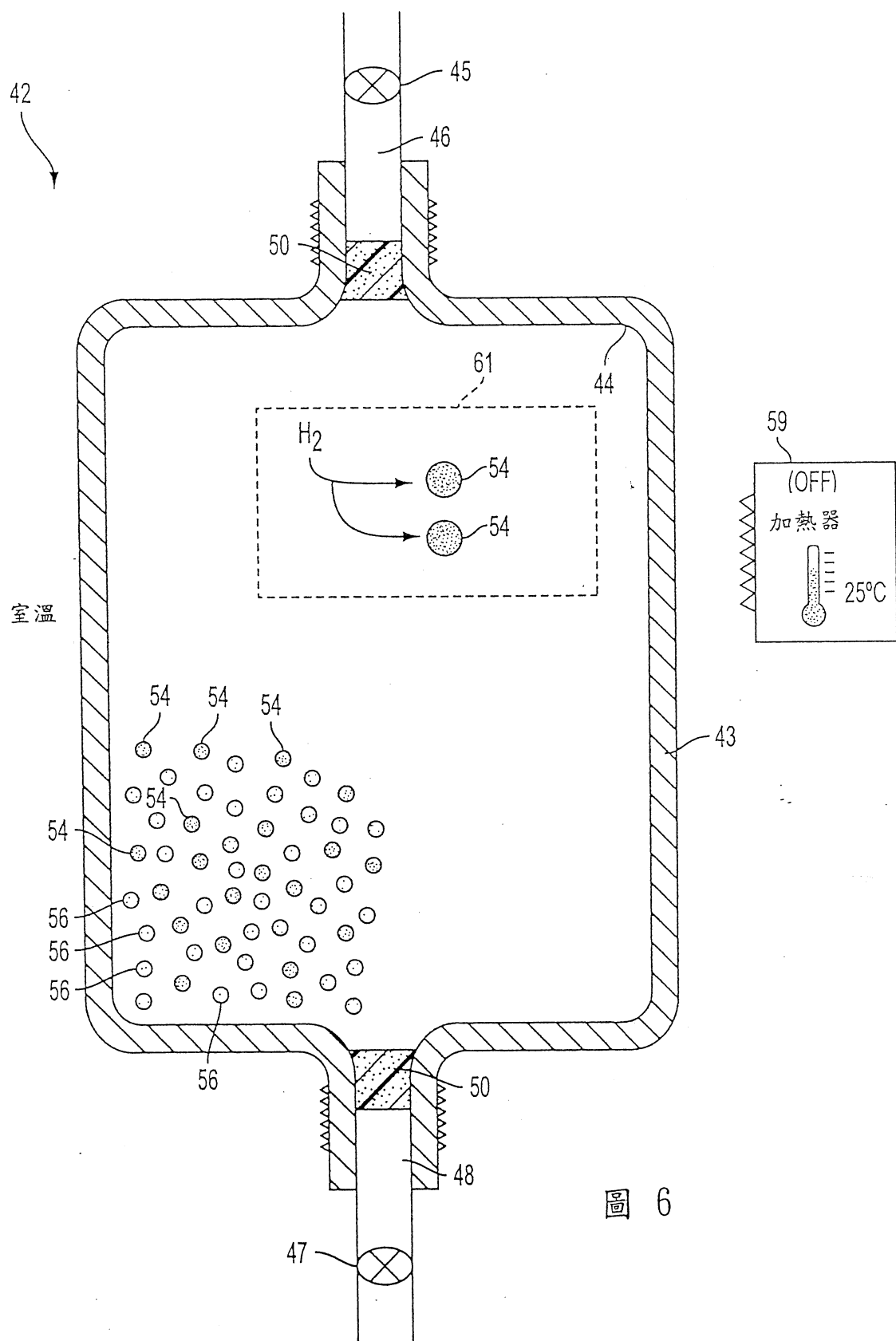


圖 5



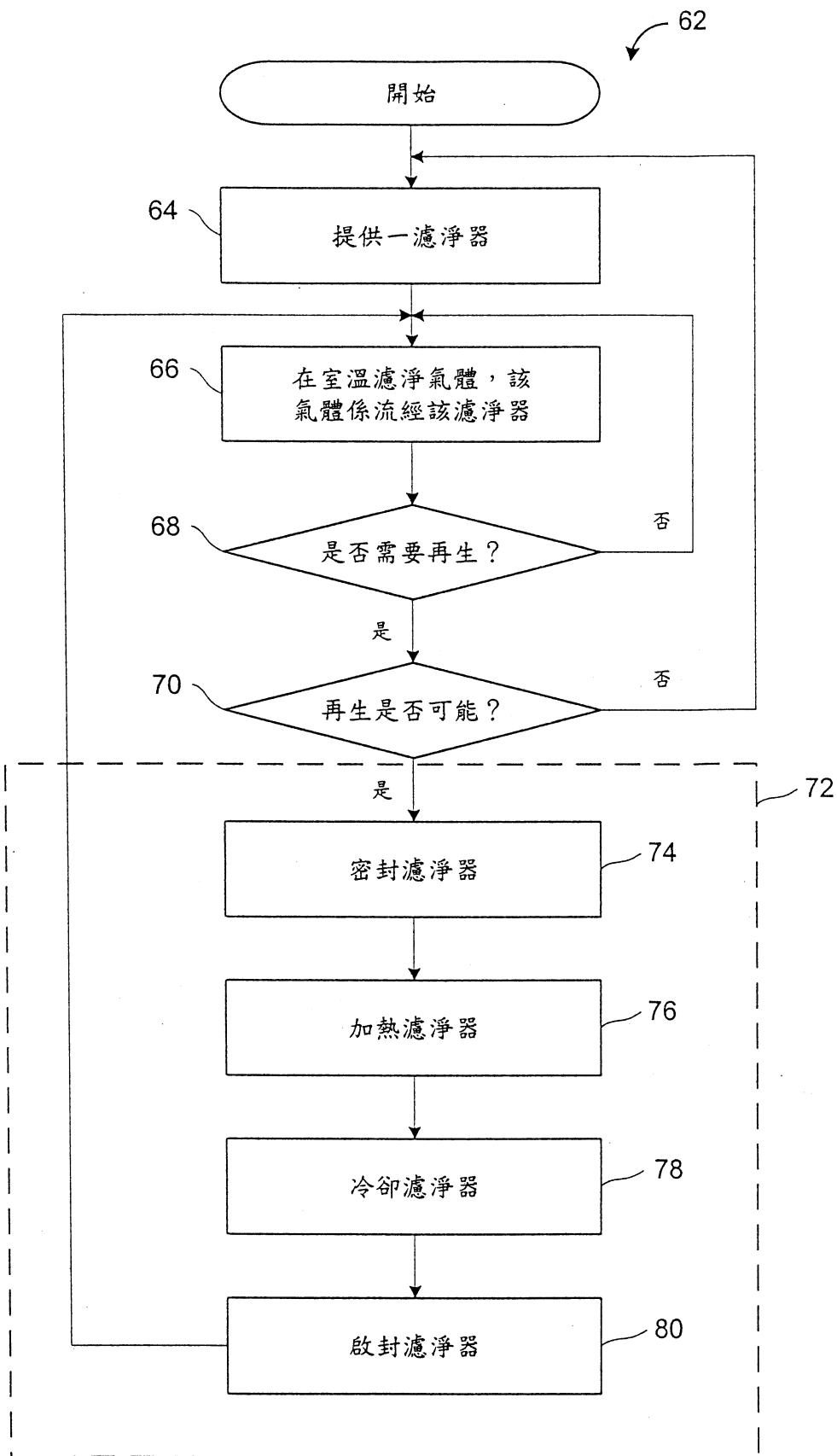


圖7