

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 910 994**

51 Int. Cl.:

B01D 53/02 (2006.01)

B01J 20/18 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **15.03.2013 PCT/US2013/032463**

87 Fecha y número de publicación internacional: **14.11.2013 WO13169392**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **15.03.2013 E 13714434 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **15.12.2021 EP 2846895**

54 Título: **Materiales, métodos, y dispositivos para la eliminación de contaminantes de siloxano**

30 Prioridad:

07.05.2012 US 201261643732 P

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

17.05.2022

73 Titular/es:

**DONALDSON COMPANY, INC. (100.0%)
1400 West 94th Street P.O. Box 1299
Minneapolis, MN 55440-1299, US**

72 Inventor/es:

**HOANG, BRIAN N.;
WEINECK, GERALD;
VISWANATHAN, KARTHIK y
DALLAS, ANDREW J.**

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 910 994 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

Materiales, métodos, y dispositivos para la eliminación de contaminantes de siloxano

5 Campo de la invención

La tecnología actual se refiere a materiales adsorbentes.

Antecedentes

10 Los procedimientos y elementos filtrantes conocidos para reducir los niveles de siloxano en un gas se describen, por ejemplo, en el documento US-A-2005/0092176 y en el documento WO 2008/024329. Los compuestos de siloxano, como el hexametildisiloxano, el hexametiltotrisiloxano y el trimetilsilanol son contaminantes que pueden interferir con muchos procesos de fabricación avanzados. Por ejemplo, los compuestos de siloxano pueden dañar seriamente los equipos utilizados en la fabricación de componentes electrónicos, como equipos de fotolitografía, incluyendo lentes y componentes ópticos. La eliminación de los compuestos de siloxano del aire ambiente, los entornos de las herramientas y las corrientes de aire de punto de uso es fundamental para evitar dañar dichos equipos y componentes. Por tanto, existe la necesidad de procedimientos y materiales que puedan eliminar de forma fiable los compuestos de siloxano de los gases.

20 Resumen de la invención

La invención reivindicada se define en las reivindicaciones independientes 1 y 7 y se refiere a un procedimiento para reducir niveles de siloxano en un gas como se define en la reivindicación independiente 1 y se refiere a un elemento filtrante para reducir niveles de siloxano en un gas como se define en la reivindicación independiente 7. Las configuraciones preferidas del procedimiento reivindicado se definen en las reivindicaciones dependientes 2 a 6. Las configuraciones preferidas del elemento filtrante reivindicado se definen en las reivindicaciones dependientes 8 a 15. En la medida en que cualquiera de los ejemplos descritos en este documento no estén incluidos en el alcance de las reivindicaciones, se considera que son información de antecedentes complementaria y no constituyen una definición de la invención reivindicada per se. La presente invención está dirigida, en parte, a procedimientos y materiales para reducir los contaminantes de siloxano en los gases. Otros contaminantes, como el amoníaco y los gases ácidos, también se reducen opcionalmente junto con los siloxanos. Los procedimientos comprenden la utilización de un material adsorbente que se ha lavado con un ácido. Cuando los gases que contienen siloxano pasan a través del adsorbente lavado con ácido, los niveles de siloxano en el gas se reducen.

35 Los materiales adsorbentes adecuados incluyen carbono activado, así como (por ejemplo) gel de sílice, alúmina activada, zeolitas, soportes nanoporosos y combinaciones de los mismos. El adsorbente se lava con un ácido que comprende ácido nítrico. Después de ser tratado con el ácido fuerte, el adsorbente generalmente se lava con agua para eliminar el exceso de ácido y devolver al material adsorbente a un pH más neutro (aunque la superficie adsorbente todavía tiene generalmente un pH ligeramente ácido).

Los procedimientos y medios se pueden usar para eliminar los contaminantes de siloxano del aire ambiente, así como del aire limpio y seco ("clean and dry air", CDA), del gas nitrógeno, de los gases raros y de otros gases que pueden contener niveles indeseables de siloxano. La eliminación de siloxanos, incluso siloxanos en concentraciones muy bajas, también puede ser beneficiosa en varios procesos operativos y de fabricación de microelectrónica, como la producción de pantallas planas, la producción y operación de dispositivos fotónicos y la producción y operación de células fotovoltaicas. La eliminación de siloxanos es a menudo particularmente importante para la fabricación de semiconductores, como en los procesos de fotolitografía.

50 Además del uso de un adsorbente lavado con ácido para la eliminación de siloxanos, se usa otro material adsorbente junto con el adsorbente lavado con ácido para eliminar aún más los siloxanos, para eliminar otros contaminantes o para eliminar los siloxanos y otros contaminantes. El material adsorbente adicional también puede incluir carbono activado, así como (por ejemplo) gel de sílice, alúmina activada, zeolitas, soportes nanoporosos y combinaciones de los mismos. El adsorbente adicional se impregna con un ácido que comprende ácido fosfórico. Los ácidos adecuados incluyen, por ejemplo, ácido cítrico. Estos adsorbentes impregnados con ácido son particularmente adecuados para la eliminación de contaminantes básicos, como el amoníaco.

Normalmente, los dos adsorbentes (tal como un adsorbente lavado con ácido en el que se elimina la mayor parte del ácido y un adsorbente impregnado con ácido en el que quedan impregnadas cantidades significativas de ácido en el medio) están dispuestos en un elemento filtrante de modo que los gases fluyan secuencialmente a través de los diferentes adsorbentes. Así, por ejemplo, en un filtro de lecho empacado, puede haber un lecho empacado para un primer adsorbente y un segundo lecho empacado para el segundo adsorbente.

65 Además del adsorbente lavado con ácido mencionado anteriormente para la eliminación de siloxano, y el adsorbente impregnado con ácido para la eliminación de bases, se incorpora un eliminador de gas ácido. El eliminador de gas ácido

5 (“acid gas remover”, AGR) puede comprender adsorbente impregnado con yoduro de potasio (KI) o carbonato de potasio (K_2CO_3) o hidróxido de sodio (NaOH). Este eliminador de gas ácido también puede eliminar más siloxanos en algunas implementaciones. Cuando se combina el eliminador de gas ácido con adsorbente lavado con ácido, la relación de adsorbente lavado con ácido a eliminador de gas ácido es en algunas realizaciones de 2:1 a 1:2; o alternativamente de 3:1 a 1:3; y alternativamente de 10:1 a 1:10.

10 La invención también está dirigida a elementos filtrantes para reducir niveles de siloxano en un gas, comprendiendo el elemento filtrante al menos dos adsorbentes. El primer material adsorbente comprende un adsorbente lavado con ácido, comprendiendo el ácido ácido nítrico; y el segundo material adsorbente comprende un adsorbente impregnado con ácido, comprendiendo el ácido que impregna el segundo material adsorbente ácido fosfórico.

15 Cuando se usa un tratamiento con ácido para modificar la superficie del adsorbente para crear un adsorbente lavado con ácido, generalmente el tratamiento con ácido comprende tratar el material o sustrato adsorbente con un ácido fuerte, a menudo con una solución ácida acuosa que es al menos un 5 por ciento en peso de ácido, más típicamente una solución ácida acuosa que es al menos un 10 por ciento en peso de ácido fuerte. En ciertas implementaciones, el tratamiento con ácido comprende el tratamiento del sustrato en una solución ácida que es al menos un 35 por ciento de ácido y, opcionalmente, una solución que es al menos un 70 por ciento de ácido. En algunas realizaciones, la solución ácida comprende del 5 al 85 por ciento de ácido, en otras la solución ácida comprende del 20 al 75 por ciento de ácido, y en otras más, la solución ácida comprende del 30 al 60 por ciento de ácido. Téngase en cuenta que se puede agregar incluso más del 85 por ciento de ácido, generalmente mediante el uso de humos o vapores ácidos.

20 Un ácido particularmente adecuado utilizado para el lavado con ácido es el ácido nítrico. En algunas implementaciones, la solución acuosa de ácido comprende ácido nítrico, opcionalmente al menos un 5 por ciento de ácido nítrico, más típicamente al menos un 10 por ciento de ácido nítrico. En ciertas implementaciones, la solución ácida comprende al menos un 35 por ciento de ácido nítrico y, opcionalmente, al menos un 70 por ciento de ácido nítrico. En algunas realizaciones, la solución ácida comprende de 5 a 85 por ciento de ácido nítrico, en otras el tratamiento ácido comprende de 20 a 75 por ciento de ácido nítrico, y en otras más, la solución ácida comprende de 30 a 60 por ciento de ácido nítrico.

30 Después del tratamiento con ácido, el adsorbente generalmente se aclara una o más veces con agua, generalmente agua purificada, para eliminar la mayor parte del ácido restante del adsorbente. En al menos una realización, el pH del material lavado está entre 4 y 5, en otras el pH es de 3,5 a 6,5; y en otras implementaciones el pH es de 3 a 7, mientras que en otras implementaciones el pH es de 2 a 8.

35 El resumen anterior de la presente invención no pretende describir cada realización discutida de la presente invención. Este es el propósito de las figuras y la descripción detallada que sigue.

Figuras

40 La invención puede entenderse más completamente en relación con los siguientes dibujos, en los que:

FIG. 1 es una vista en perspectiva del elemento filtrante realizado de acuerdo con una implementación de la invención.

45 FIG. 2 es una vista en sección transversal de un primer elemento filtrante de ejemplo realizado de acuerdo con una implementación de la invención.

FIG. 3 es una vista en sección transversal de un segundo elemento filtrante de ejemplo realizado de acuerdo con una implementación de la invención.

50 FIG. 4 es una vista en sección transversal de un tercer elemento filtrante de ejemplo hecho de acuerdo con una implementación de la invención.

55 FIG. 5 es un gráfico que muestra la eliminación de siloxano de una corriente de gas utilizando un medio adsorbente.

FIG. 6 es un gráfico que muestra la eliminación de amoniaco de una corriente de gas utilizando un medio adsorbente.

60 FIG. 7 es un gráfico que muestra la eficiencia de eliminación de amoniaco de una corriente de gas utilizando un medio adsorbente.

65 FIG. 8 es un gráfico que muestra la eficiencia de eliminación de hexametildisiloxano de una corriente de gas utilizando un medio adsorbente.

FIG. 9 es un gráfico que muestra la eficiencia total de eliminación de siloxano de una corriente de gas utilizando

un medio adsorbente.

FIG. 10 es un gráfico que muestra la eficiencia total de eliminación de amoníaco de una corriente de gas utilizando un medio adsorbente.

5 Si bien la invención es susceptible de diversas modificaciones y formas alternativas, los detalles de la misma se han mostrado a modo de ejemplo y dibujos, y se describirán en detalle. Debe entenderse, sin embargo, que la invención no se limita a las realizaciones particulares descritas.

10 Descripción detallada

15 La presente descripción está dirigida, en parte, al procedimiento y materiales para reducir los contaminantes de siloxano en gases, opcionalmente junto con la reducción de otros contaminantes, tales como bases / gases básicos y ácidos / gases ácidos. El procedimiento comprende, en ciertos ejemplos, la utilización de un material adsorbente que ha sido lavado con un ácido para reducir los niveles de siloxano en el gas cuando el gas pasa a través del adsorbente. La descripción también está dirigida a elementos filtrantes para reducir niveles de siloxano en un gas, comprendiendo el elemento filtrante al menos dos adsorbentes. El primer material adsorbente comprende un adsorbente lavado con ácido; el segundo material adsorbente comprende un adsorbente impregnado con ácido.

20 Los procedimientos y medios se pueden utilizar para eliminar los contaminantes de siloxano del aire ambiente, así como del aire limpio y seco (CDA), gas nitrógeno y gases raros. La eliminación de siloxanos es a menudo particularmente importante para la fabricación de semiconductores, como los procesos de fotolitografía. La eliminación de siloxanos también puede ser importante pistas de litografía, metrología y durante los procesos de inspección; así como en otros procesos de fabricación. La eliminación de siloxanos, incluso siloxanos en concentraciones muy bajas, también puede ser beneficiosa en varios procesos de fabricación de microelectrónica, como la producción de pantallas de ordenador, fotónica y fotovoltaica.

25 Además del uso de un adsorbente lavado con ácido para la eliminación de siloxanos, se pueden usar materiales adsorbentes adicionales junto con el adsorbente lavado con ácido para eliminar aún más los siloxanos, para eliminar otros contaminantes o para eliminar los siloxanos y otros contaminantes.

30 La descripción también está dirigida, en parte, a un sistema de filtración para reducir los niveles de siloxano en un gas, conteniendo el sistema de filtración un primer elemento filtrante que comprende un material adsorbente, el primer material adsorbente comprendiendo un adsorbente lavado con ácido; y un segundo elemento filtrante que comprende un material adsorbente, comprendiendo el segundo material adsorbente un adsorbente impregnado con ácido. El sistema de filtrado está configurado en serie para que la mayor parte del gas pase a través del primer elemento filtrante y luego del segundo elemento filtrante.

35 La descripción se dirige además, en un ejemplo alternativo, a un sistema de filtración que comprende un primer elemento filtrante que comprende un material adsorbente, comprendiendo el primer material adsorbente un adsorbente impregnado con ácido; y un segundo elemento filtrante que comprende un material adsorbente, comprendiendo el segundo material adsorbente un adsorbente lavado con ácido. El sistema de filtrado está configurado en serie para que la mayor parte del gas pase a través del primer elemento filtrante y luego del segundo elemento de filtrante.

40 La descripción se dirige además, en parte, al procedimiento para reducir niveles de siloxano en un gas, procedimiento que comprende proporcionar un material adsorbente que ha sido lavado con un ácido; y hacer pasar un gas a través del material adsorbente para reducir los niveles de siloxano en el gas. La descripción se dirige además, en parte, a un procedimiento para reducir los niveles de siloxano en un gas, comprendiendo el procedimiento proporcionar un material adsorbente que ha sido lavado con un primer ácido y posteriormente impregnado con un segundo ácido; y hacer pasar un gas a través del material adsorbente para reducir los niveles de siloxano en el gas.

45 Materiales adsorbentes

50 El material adsorbente adicional también puede incluir carbono activado, así como gel de sílice, alúmina activada, zeolitas, soportes nanoporosos y combinaciones de los mismos. En un ejemplo, el adsorbente adicional está impregnado con un ácido, tal como un ácido fuerte. Los ácidos adecuados incluyen, por ejemplo, ácido fosfórico y ácido cítrico. Estos adsorbentes impregnados con ácido son particularmente adecuados para la eliminación de contaminantes básicos, como el amoníaco.

55 Por lo general, los dos adsorbentes (tal como un adsorbente lavado con ácido en el que se elimina la mayor parte del ácido, y los adsorbentes impregnados con ácido en los que permanecen impregnadas cantidades significativas de ácido en el medio) están configurados para que los gases fluyan secuencialmente a través de los diferentes adsorbentes, en lugar de mezclar los adsorbentes juntos. Así, por ejemplo, en un filtro de lecho empacado, puede haber un lecho para un primer adsorbente y un segundo lecho empacado para el segundo adsorbente.

60 Además del adsorbente lavado con ácido mencionado anteriormente para la eliminación de siloxano, y el adsorbente

impregnado con ácido para la eliminación de bases, se pueden incorporar otros materiales. Estos incluyen, por ejemplo, eliminadores de gas ácido que comprenden adsorbente impregnado con bases, como yoduro de potasio (KI) o carbonato de potasio (K_2CO_3) o hidróxido de sodio (NaOH). El eliminador de gas ácido también puede eliminar más siloxanos. La relación de adsorbente lavado con ácido a eliminador de gas ácido es de 2:1 a 1:2; alternativamente de 3:1 a 1:3; y alternativamente de 4:1 a 1:4 en varias formas de realización de ejemplo.

Cuando se usa un tratamiento con ácido para modificar la superficie del adsorbente, generalmente el tratamiento con ácido comprende tratar el material o sustrato adsorbente con un ácido fuerte, a menudo con una solución acuosa que es al menos un 5 por ciento en peso de ácido, más típicamente una solución de ácido acuosa que contenga al menos un 10 por ciento de ácido fuerte en peso. En ciertos ejemplos, el tratamiento con ácido comprende el tratamiento del sustrato en una solución acuosa que es al menos un 35 por ciento de ácido y, opcionalmente, una solución que es al menos un 70 por ciento de ácido. En algunos ejemplos, la solución acuosa comprende del 5 al 85 por ciento de ácido, en otros la solución acuosa comprende del 20 al 75 por ciento de ácido, y en otros más, la solución acuosa comprende del 30 al 60 por ciento de ácido. Téngase en cuenta que se puede agregar incluso más del 85 por ciento de ácido, generalmente mediante el uso de humos o vapores ácidos.

En algunos ejemplos, la solución acuosa comprende ácido nítrico, opcionalmente al menos un 5 por ciento de ácido nítrico, más típicamente al menos un 10 por ciento de ácido nítrico. En ciertos ejemplos, la solución acuosa comprende al menos un 35 por ciento de ácido nítrico y, opcionalmente, al menos un 70 por ciento de ácido nítrico. En algunos ejemplos, la solución acuosa comprende del 5 al 85 por ciento de ácido nítrico, en otros el tratamiento ácido comprende del 20 al 75 por ciento de ácido nítrico, y en otros más, la solución acuosa comprende del 30 al 60 por ciento de ácido nítrico.

En este proceso se pueden utilizar varios ácidos como, por ejemplo, ácido nítrico, ácido fosfórico y ácido sulfúrico. Otros ácidos incluyen, por ejemplo, ácido cítrico y ácido malónico. Se puede usar un solo ácido o una mezcla, y un rango de diferentes concentraciones de ácido. El proceso de tratamiento se puede realizar en condiciones estáticas o dinámicas. Las condiciones estáticas incluyen, por ejemplo, empapar el adsorbente en una solución acuosa. Las condiciones dinámicas incluyen, por ejemplo, remover el adsorbente mezclado con el ácido y / o agitación rotatoria u orbital.

Normalmente se usa una cantidad de ácido que es consistente con una relación particular de masa-a-volumen del adsorbente al ácido. Tal relación masa-a-volumen depende de factores tales como el volumen de poros de los adsorbentes, el origen del adsorbente y la densidad aparente del adsorbente, por ejemplo, aunque también pueden ser relevantes otros factores. Las relaciones de volumen-a-masa (ml / g) adecuadas incluyen, por ejemplo, de 0,1 a 1, de 1 a 10 y de 10 a 100, en el caso del carbono activado. La relación de volumen de ácido a volumen de poros por unidad de masa de carbono incluye de 0,01 a 1, de 1 a 10 y de 10 a 100.

Cuando se usa lavado con ácido para modificar la superficie del adsorbente, generalmente el tratamiento con ácido comprende tratar un sustrato con un ácido fuerte, a menudo el ácido está en una solución acuosa que es al menos un 5 por ciento de ácido fuerte en peso de la solución, más típicamente al menos un 10 por ciento de ácido fuerte en peso de la solución. En ciertos ejemplos, el ácido comprende al menos 35 por ciento de ácido en peso de la solución y opcionalmente al menos 70 por ciento de ácido en peso de la solución. En algunos ejemplos, la solución acuosa comprende de 5 a 85 por ciento de ácido en peso de la solución, en otros el ácido comprende de 20 a 75 por ciento de ácido en peso de la solución, y en otros, el ácido comprende de 30 a 60 por ciento de ácido en peso de la solución.

El tiempo de tratamiento también varía según una variedad de factores que incluyen el volumen de poros de los adsorbentes, el origen del adsorbente y la densidad aparente del adsorbente. El tiempo de tratamiento suele variar desde unos pocos minutos hasta varios días. En algunos ejemplos, el tratamiento de la superficie es de hasta 1 hora, en otros ejemplos el tratamiento de la superficie es de hasta 24 horas y, en otros ejemplos, el tratamiento de la superficie es superior a 24 horas.

En varios ejemplos, el adsorbente se puede usar inmediatamente después del tratamiento con ácido. En otros ejemplos, el adsorbente se lava con agua para eliminar una parte del ácido. En algunos de tales ejemplos, puede quedar del 1% al 10% en peso del ácido en el adsorbente y, a veces, del 1 al 20% en peso. En algunos de esos ejemplos, el 2% -7% del ácido puede permanecer en el adsorbente. En al menos un ejemplo, el 3% -5% del ácido permanece en el adsorbente. El pH de la muestra se puede controlar mediante la cantidad de agua utilizada en el lavado. En varios ejemplos, el pH de la muestra es ligeramente ácido. En al menos un ejemplo, el pH de la muestra está entre 4 y 5, en otros el pH es de 3,5 a 6,5; y en otros ejemplos más, el pH es de 3 a 7, mientras que en otros ejemplos el pH es de 2 a 8. Generalmente, la cantidad de grupos ácidos variará de 0,1 a 10 mmol de grupos ácidos por gramo de carbono. En algunos ejemplos, la cantidad de grupos ácidos variará de 1,0 a 10 mmol de grupos ácidos por gramo de carbono; en otros, de 1,0 a 5,0 mmol de grupos ácidos por gramo de carbono.

La descripción también está dirigida, en parte, a un sistema de filtración para reducir los niveles de siloxano en un gas, el sistema de filtración contiene un primer elemento filtrante que comprende un material adsorbente, comprendiendo el primer material adsorbente un adsorbente lavado con ácido; y un segundo elemento filtrante que comprende un material adsorbente, comprendiendo el segundo material adsorbente un adsorbente impregnado con ácido. El sistema de filtrado está configurado en serie para que la mayoría del gas pase a través del primer elemento de filtrado y el segundo

elemento de filtrado.

La descripción se dirige además, en una realización alternativa, a un sistema de filtración que comprende un primer elemento filtrante que comprende un material adsorbente, comprendiendo el primer material adsorbente un adsorbente impregnado con ácido; y un segundo elemento filtrante que comprende un material adsorbente, comprendiendo el segundo material adsorbente un adsorbente lavado con ácido. El sistema de filtrado está configurado en serie para que la mayoría del gas pase a través del primer elemento de filtrado y el segundo elemento de filtrado.

La descripción se dirige además, en parte, a un procedimiento para reducir niveles de siloxano en un gas, procedimiento que comprende proporcionar un material adsorbente que ha sido lavado con un ácido; y hacer pasar un gas a través del material adsorbente para reducir los niveles de siloxano en el gas.

La descripción se dirige además, en parte, a un procedimiento para reducir niveles de siloxano en un gas, comprendiendo el procedimiento proporcionar un material adsorbente que ha sido lavado con un primer ácido y posteriormente impregnado con un segundo ácido; y hacer pasar un gas a través del material adsorbente para reducir niveles de siloxano en el gas. En algunos ejemplos, el primer ácido y el segundo ácido son ácidos diferentes. El primer ácido puede ser, por ejemplo, ácido nítrico. El segundo ácido comprende generalmente un ácido distinto del ácido nítrico. El segundo ácido puede comprender, por ejemplo, ácido cítrico.

Elementos que contienen materiales adsorbentes

Con referencia ahora a los dibujos, la Figura 1 muestra una vista simplificada de un elemento de filtro para eliminar contaminantes de una corriente de gas fabricado de acuerdo con una implementación de la invención. El elemento 10 incluye una parte inferior 12 y una parte superior 14. Los gases fluyen desde la parte inferior 12 a través de una o más capas del grupo de medios 16 y luego salen por la parte superior 14 del elemento 10 (como se muestra mediante las flechas grandes que representan la dirección general del flujo de gas).

Las figuras 2, 3 y 4 muestran secciones transversales de configuraciones alternativas de grupos de medios para elementos tales como el elemento 10, tomadas a lo largo de la sección transversal A-A'. En la Figura 2, el elemento 10A tiene dos capas 22, 24 de medio. En las realizaciones representadas, las capas de medios (tales como lechos de carbono empacados) son sustancialmente iguales en volumen. La capa inferior 24 puede comprender, por ejemplo, carbono activado lavado con ácido para eliminar principalmente los siloxanos, mientras que la capa superior 22 puede contener carbono activado impregnado con ácido fosfórico para eliminar el amoníaco. También se pueden incluir otros materiales, tales como un eliminador de gas ácido, que se pueden mezclar con los adsorbentes en la capa superior 22 y / o la capa inferior 24.

La figura 3 muestra un elemento 10B con un diseño similar al de la figura 2, pero con una capa inferior 28 que contiene significativamente más medios que la capa superior 26. Se entenderá que cualquier capa puede contener adsorbente lavado con ácido, y cualquier capa puede contener adsorbente impregnado con ácido. Sin embargo, generalmente una sola capa no contendría adsorbente lavado con ácido y adsorbente impregnado con ácido (aunque tales mezclas podrían ser apropiadas para algunas implementaciones). Además, se entenderá que la capa superior puede tener más adsorbente que la capa inferior (y por tanto las capas 26, 28 pueden invertirse).

La figura 4 muestra otra realización más de un elemento de filtro 10C, esta vez con tres capas de medios 30, 32, 34. Las capas 30, 32, 34 pueden contener una variedad de adsorbentes como se describe en este documento. Por ejemplo, pueden contener uno o más adsorbentes lavados con ácido, adsorbentes impregnados con ácido, eliminadores de gas ácido u otros materiales compatibles con la reducción de contaminantes de gases, en particular la reducción de siloxanos.

Se entenderá que son posibles configuraciones alternativas además de las mostradas en las Figuras 2, 3 y 4. Por ejemplo, en algunas implementaciones, los diversos materiales adsorbentes (tales como carbono lavado con ácido y carbono impregnado con ácido) se pueden mezclar entre sí. En algunas implementaciones, los diversos materiales adsorbentes se proporcionan en una combinación de mezclas y construcciones en capas, por lo que algunas capas son adsorbentes mezclados y algunas capas son adsorbentes no mezclados.

Ejemplos

Se probó la eficacia de varios materiales en la eliminación de siloxanos y amoníaco usando varios ejemplos de construcciones de medios. Para las pruebas, se hizo fluir aire a través de un burbujeador de hexametildisilazano (HMDS) para generar trimetilsiloxano (TMS) y hexametildisiloxano (HMDSO) usando un conversor catalítico. La concentración total de siloxano del gas de prueba se midió en 20 ppm, con una concentración de amoníaco medida a 10 partes por millón. El gas se mantuvo a una temperatura de 25 grados Celsius, con una humedad relativa del 50 por ciento. El caudal del gas se mantuvo para simular un caudal de 2600 metros cúbicos por hora en un elemento de tamaño completo. Los niveles de contaminantes se midieron con espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR).

Se probaron los siguientes materiales adsorbentes, como se indica en la Figura 5 y la Figura 6: Carbono A, que era carbono activado con un eliminador de gas ácido. Carbono B, que era carbono impregnado con ácido cítrico con un nivel de impregnación de aproximadamente 12 a 18 por ciento. Carbono B1, que era un medio impregnado con ácido cítrico con un nivel de impregnación de aproximadamente el 35 por ciento. Carbono N, que era carbono lavado con ácido nítrico. Carbono N1, que era carbono lavado con ácido nítrico con un tamaño de malla diferente. Carbono P15, que era una malla de carbono impregnada con ácido fosfórico al 15%. Carbono P15-1, que era una malla de carbono impregnada con ácido fosfórico al 15%. Carbono P10, que era una malla de carbono impregnada con ácido fosfórico al 10%. Carbono P10-1, que era una malla de carbono impregnada con ácido fosfórico al 10%. Carbono P5, que era una malla de carbono impregnada con ácido fosfórico al 5%. Carbono P5-1, que era una malla de carbono impregnada con ácido fosfórico al 5%. Carbono NIC, que era carbono no impregnado. Gel de sílice 40, que era un primer gel de sílice, y gel de sílice 59, que era un segundo gel de sílice. Los materiales que se muestran en la Figura 5 y la Figura 6 estaban compuestos de materiales que, en algunos casos, eran de malla diferente.

Como es evidente en la Figura 5, el carbono tratado con ácido nítrico mostró un rendimiento excelente en la eliminación de siloxanos en relación con otros materiales del medio. Como es evidente en la Figura 6, se pueden usar una variedad de construcciones de medios para eliminar el amoníaco, incluido el carbono impregnado con ácido fosfórico. Estos materiales se pueden combinar, en trayectos de flujo secuenciales, para producir un filtro que elimina tanto los siloxanos como el amoníaco de una corriente de gas.

FIG. 7 es un gráfico que muestra una curva de eficiencia de eliminación de amoníaco de una corriente de gas utilizando un medio adsorbente, que muestra dos sistemas diferentes. El sistema A se fabricó de acuerdo con la presente invención e incluía carbono A & carbono P15-1 y carbono N1 & carbono P15-1. El sistema B contenía una primera etapa de carbono A & carbono B, más una segunda etapa de carbono A & carbono B. Cada Sistema contenía sustancialmente la misma cantidad de medio de carbono total. Las condiciones de prueba se realizaron a 10 ppmV, 25 grados C, 50 por ciento de humedad relativa y un tiempo de retención de 0,24 segundos en el sistema. Como se muestra en la FIG. 7, el Sistema A funcionó mejor que el Sistema B en cuanto a eficiencia de eliminación, demostrando períodos de eliminación de amoníaco significativamente más prolongados.

FIG. 8 es un gráfico que muestra la curva de eficiencia de eliminación de hexametildisiloxano de una corriente de gas usando un medio adsorbente. El sistema A se fabricó de acuerdo con la presente invención e incluía carbono A & carbono P15-1 y carbono N1 & carbono P15-1. El sistema B contenía una primera etapa de carbono A & carbon B, más una segunda etapa de carbono A & carbono B. Cada sistema contenía sustancialmente la misma cantidad de medio de carbono total. Las condiciones de prueba se realizaron a 10 ppmV, 25 grados C, 50 por ciento de humedad relativa y un tiempo de retención de 0,24 segundos en el sistema. Como se muestra en la FIG. 8, el Sistema A funcionó mejor que el Sistema B en cuanto a eficiencia de eliminación, demostrando períodos de eliminación de hexametildisiloxano significativamente más prolongados.

FIG. 9 es un gráfico que muestra una curva de eficiencia de eliminación total de siloxano de una corriente de gas usando un medio adsorbente. El sistema A se fabricó de acuerdo con la presente invención e incluía carbono A & carbono P15-1 y carbono N1 & carbono P15-1. Cada sistema contenía sustancialmente la misma cantidad de medio de carbono total. El sistema B contenía una primera etapa de carbono A & carbono B, más una segunda etapa de carbono A & carbono B. Las condiciones de prueba se realizaron a 20 ppmV, 25 grados C, 50 por ciento de humedad relativa y un tiempo de retención de 0,24 segundos en el sistema. Como se muestra en la FIG. 9, el Sistema A funcionó mejor que el Sistema B en cuanto a eficiencia de remoción, demostrando periodos de remoción efectivos significativamente más largos de siloxanos totales.

FIG. 10 es un gráfico que muestra una curva de eficiencia de eliminación total de amoníaco de una corriente de gas utilizando un medio adsorbente. El sistema A se fabricó de acuerdo con la presente invención e incluía carbono A & carbono P15-1 y carbono N1 & carbono P15-1. Cada sistema contenía sustancialmente la misma cantidad de medio de carbono total. El sistema B contenía una primera etapa de carbono A y carbono B, más una segunda etapa de carbono A y carbono B. Las condiciones de prueba se realizaron a 10 ppmV, 25 grados C, 50 por ciento de humedad relativa y un tiempo de retención de 0,24 segundos en el sistema. Como se muestra en la FIG. 10, el Sistema A funcionó mejor que el Sistema B en cuanto a eficiencia de eliminación, demostrando períodos de eliminación de amoníaco significativamente más prolongados.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para reducir niveles de siloxano en un gas, comprendiendo el procedimiento:

5 proporcionar un primer material adsorbente que ha sido lavado con un ácido que comprende ácido nítrico; y
 proporcionar un segundo material adsorbente, donde el segundo material adsorbente comprende un adsorbente impregnado con un ácido, donde el ácido comprende un ácido fosfórico;
 10 que comprende además un eliminador de gas ácido;
 hacer pasar el gas a través del material adsorbente para reducir los niveles de siloxano en el gas, donde el gas se hace pasar a través del segundo material adsorbente y posteriormente se hace pasar a través del primer material adsorbente.

15 2. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que el primer y / o el segundo material adsorbente comprende carbono activado.

3. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones 1-2, en el que el primer y / o el segundo material adsorbente se selecciona del grupo de gel de sílice, alúmina activada, zeolitas, soportes nanoporosos y combinaciones de los mismos.

20 4. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones 1-3, en el que el primer adsorbente se lava con una solución acuosa de al menos un 5 por ciento de ácido nítrico.

25 5. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que el eliminador de gas ácido comprende un adsorbente impregnado con yoduro de potasio, carbonato de potasio o hidróxido de sodio y combinaciones de los mismos.

30 6. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que la relación entre el primer adsorbente y el eliminador de gas ácido es de 2:1 a 1:2, preferiblemente de 10:1 a 1:10.

7. Un elemento filtrante para reducir niveles de siloxano en un gas, comprendiendo el elemento filtrante:

35 un primer material adsorbente, comprendiendo el primer material adsorbente un adsorbente lavado con ácido, comprendiendo el ácido ácido nítrico;
 un segundo material adsorbente, comprendiendo el segundo material adsorbente un adsorbente impregnado con ácido, donde el ácido que impregna el segundo material adsorbente comprende ácido fosfórico;
 que comprende además un eliminador de gas ácido;
 40 donde elemento filtraante está configurado para que el gas pase a través del segundo material adsorbente y posteriormente pase a través del primer material adsorbente.

8. El elemento filtrante de la reivindicación 7, en el que el primer material adsorbente comprende carbono activado.

45 9. El elemento filtrante de cualquiera de las reivindicaciones 7-8, en el que el primer y / o el segundo material adsorbente comprende gel de sílice.

10. El elemento filtrante de cualquiera de las reivindicaciones 7-9, en el que el primer adsorbente se lava con una solución acuosa de al menos un 5 por ciento de ácido nítrico.

50 11. El elemento filtrante de cualquiera de las reivindicaciones 7 a 10, en el que el segundo material adsorbente comprende carbono activado.

12. El elemento filtrante de cualquiera de las reivindicaciones 7 a 11, en el que el eliminador de gas ácido comprende un adsorbente impregnado con yoduro de potasio, carbonato de potasio y combinaciones de los mismos.

55 13. El elemento filtrante de cualquiera de las reivindicaciones 7 a 12, en el que la relación entre el primer adsorbente y el eliminador de gas ácido es de 2:1 a 1:2, preferiblemente de 3:1 a 1:3.

60 14. El elemento filtrante de cualquiera de las reivindicaciones 7-13, en el que al menos el primer material adsorbente se proporciona en un lecho empacado.

15. El elemento filtrante de cualquiera de las reivindicaciones 7-14, en el que al menos el primer material adsorbente se proporciona en forma de tejido.

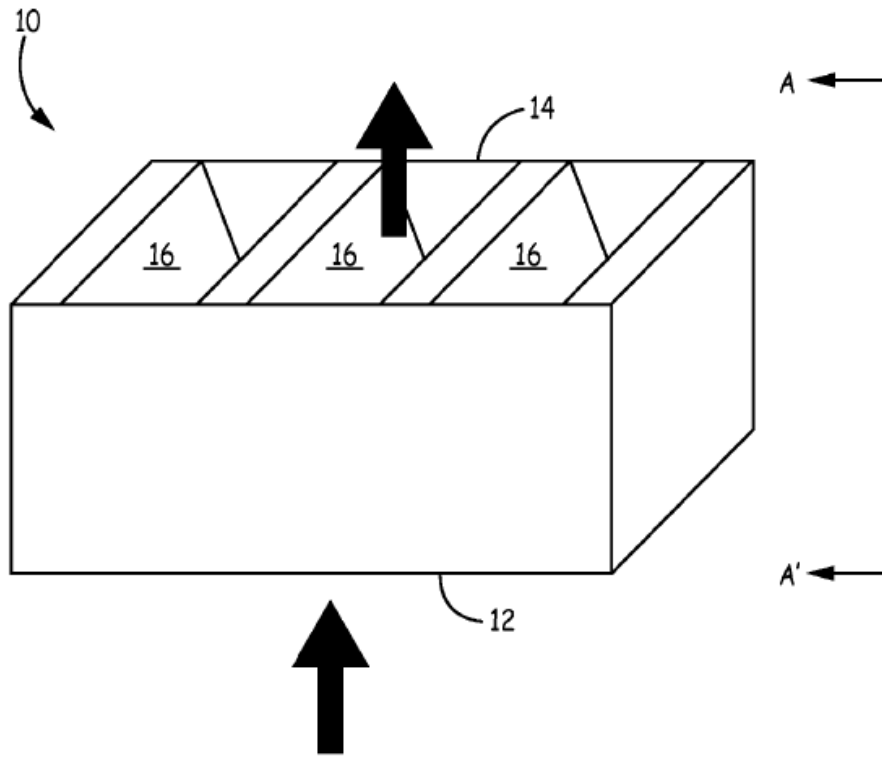


FIG. 1

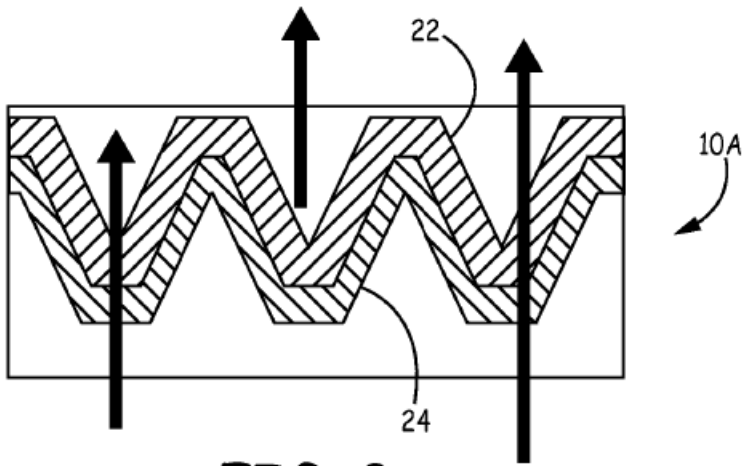


FIG. 2

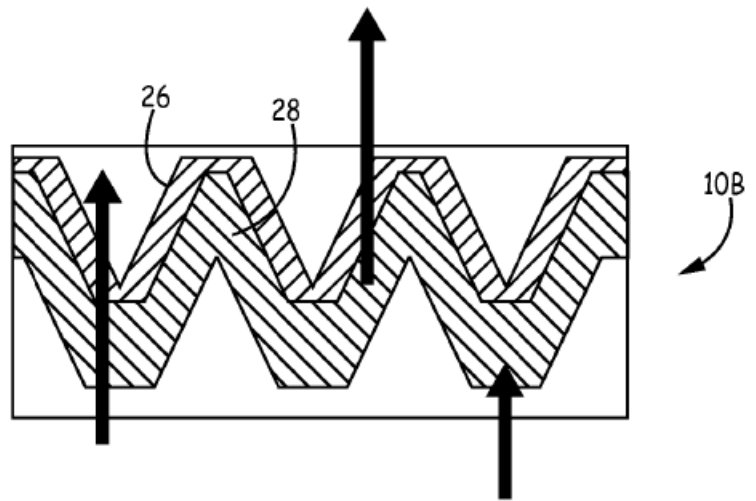


FIG. 3

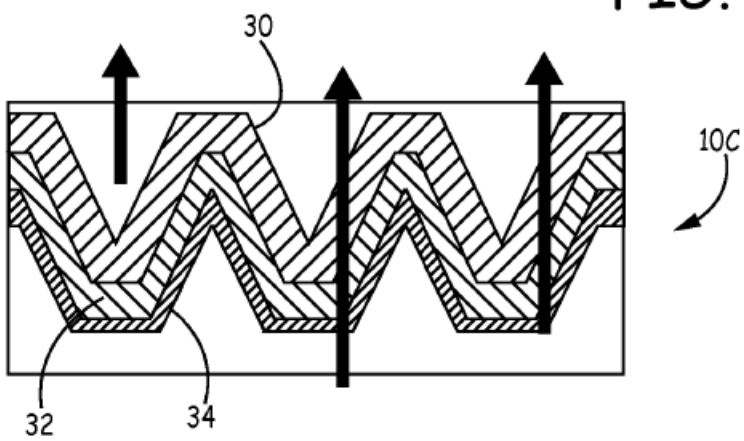


FIG. 4

Comparación de curvas de eficiencia de eliminación de siloxanos
 20 ppm, 0.23 m/s, 2.99 cm lecho, 0.13 RT, 25°C, 50% RH

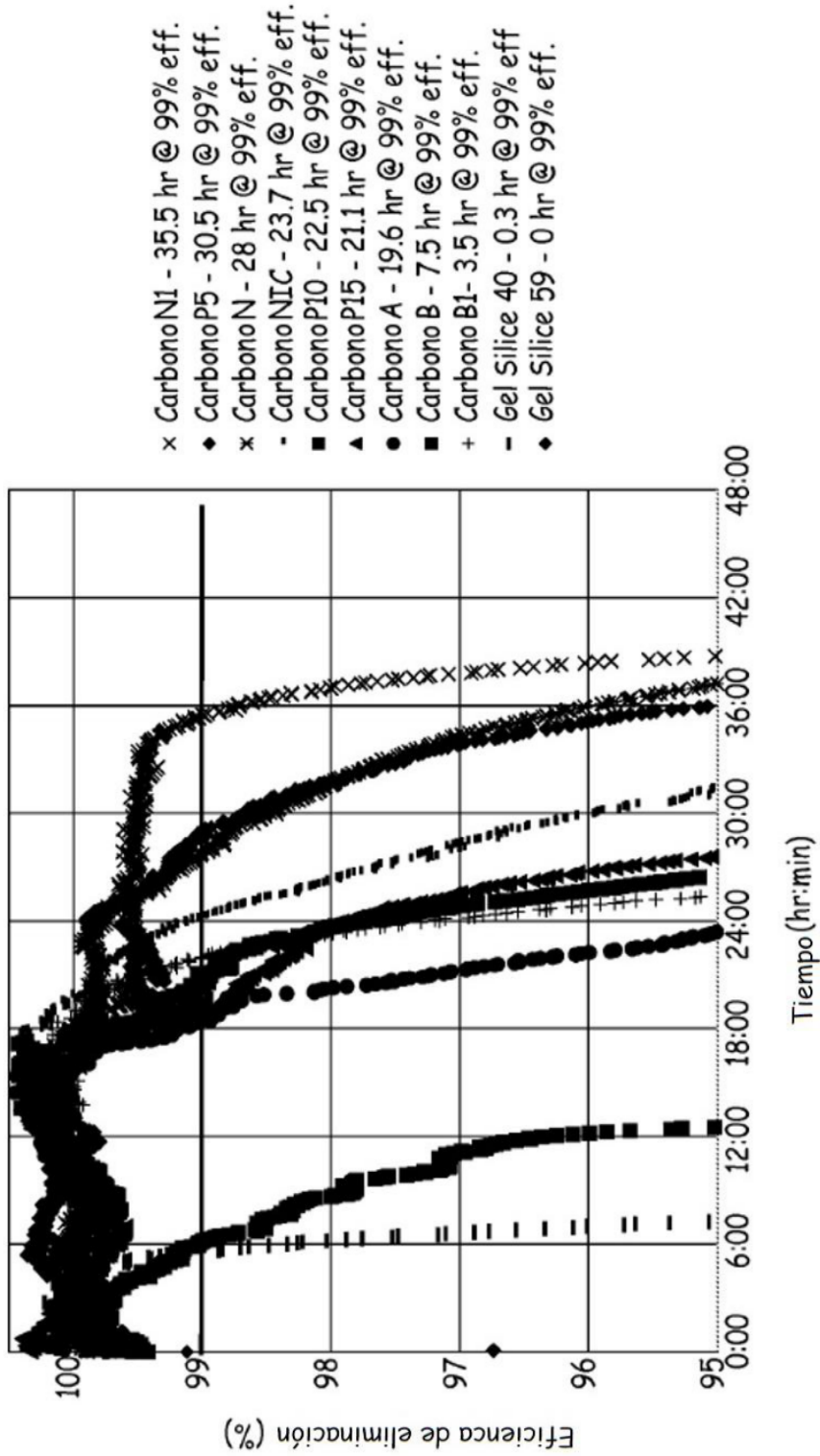


FIG. 5

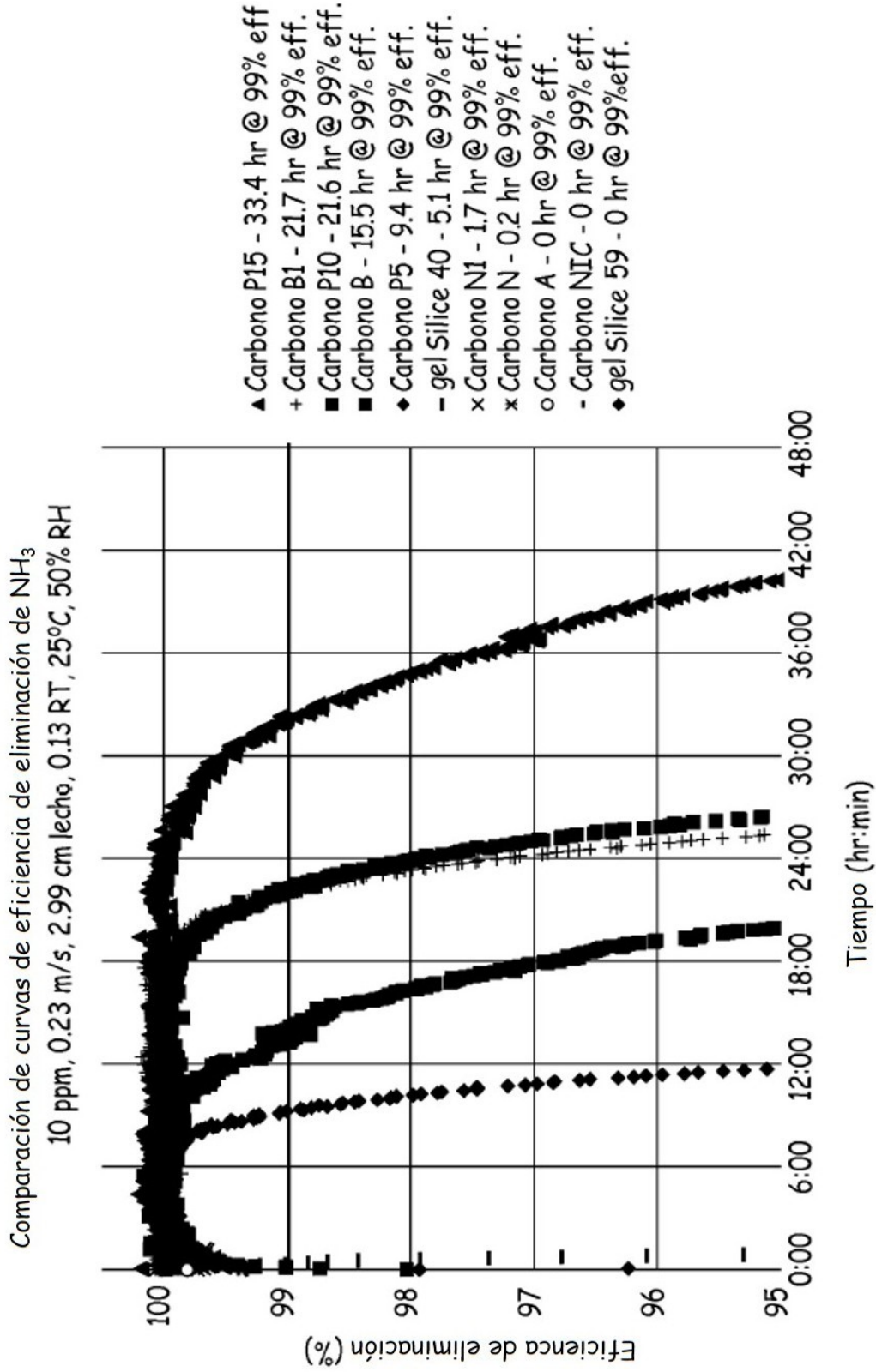


FIG. 6

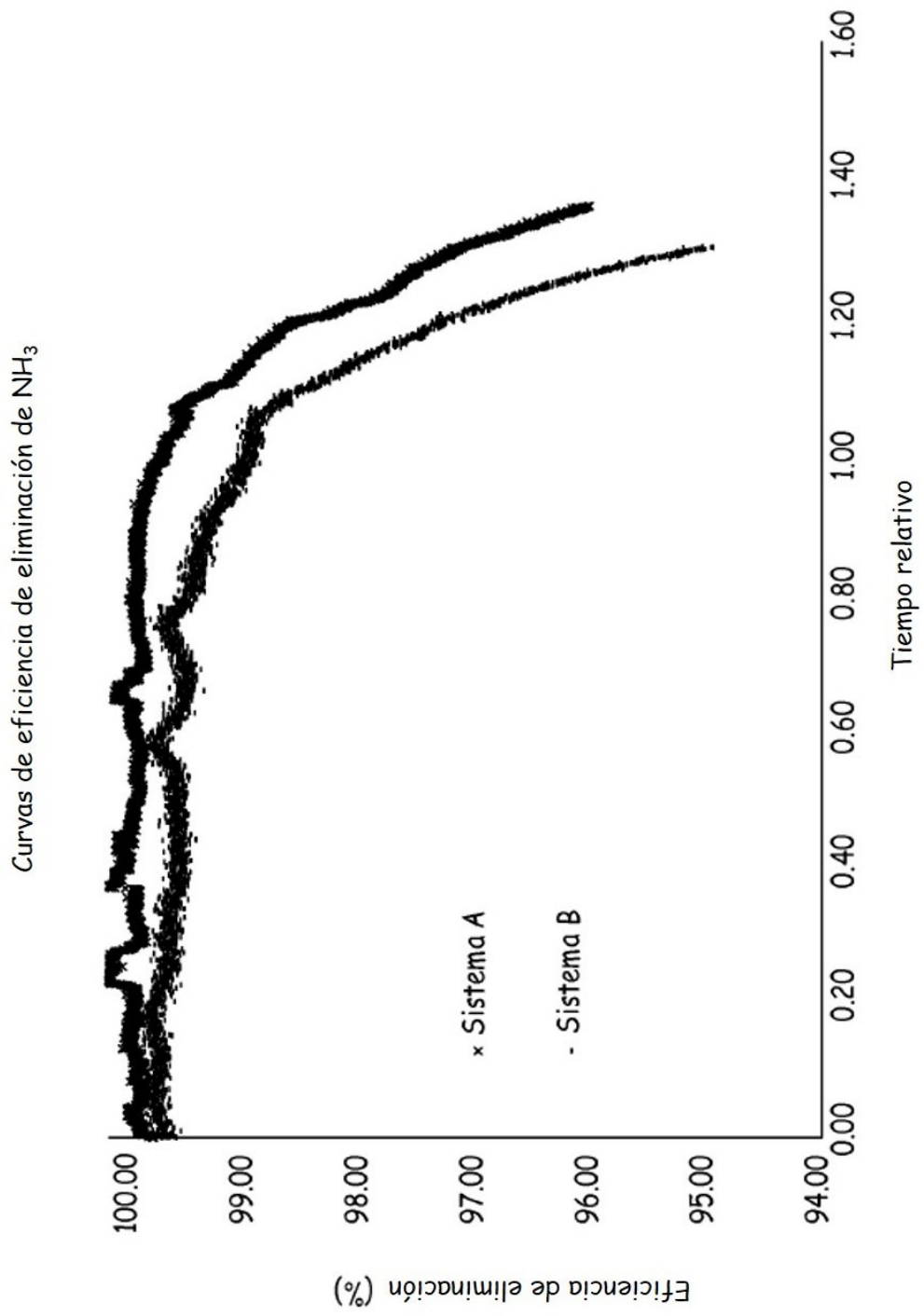


FIG. 7

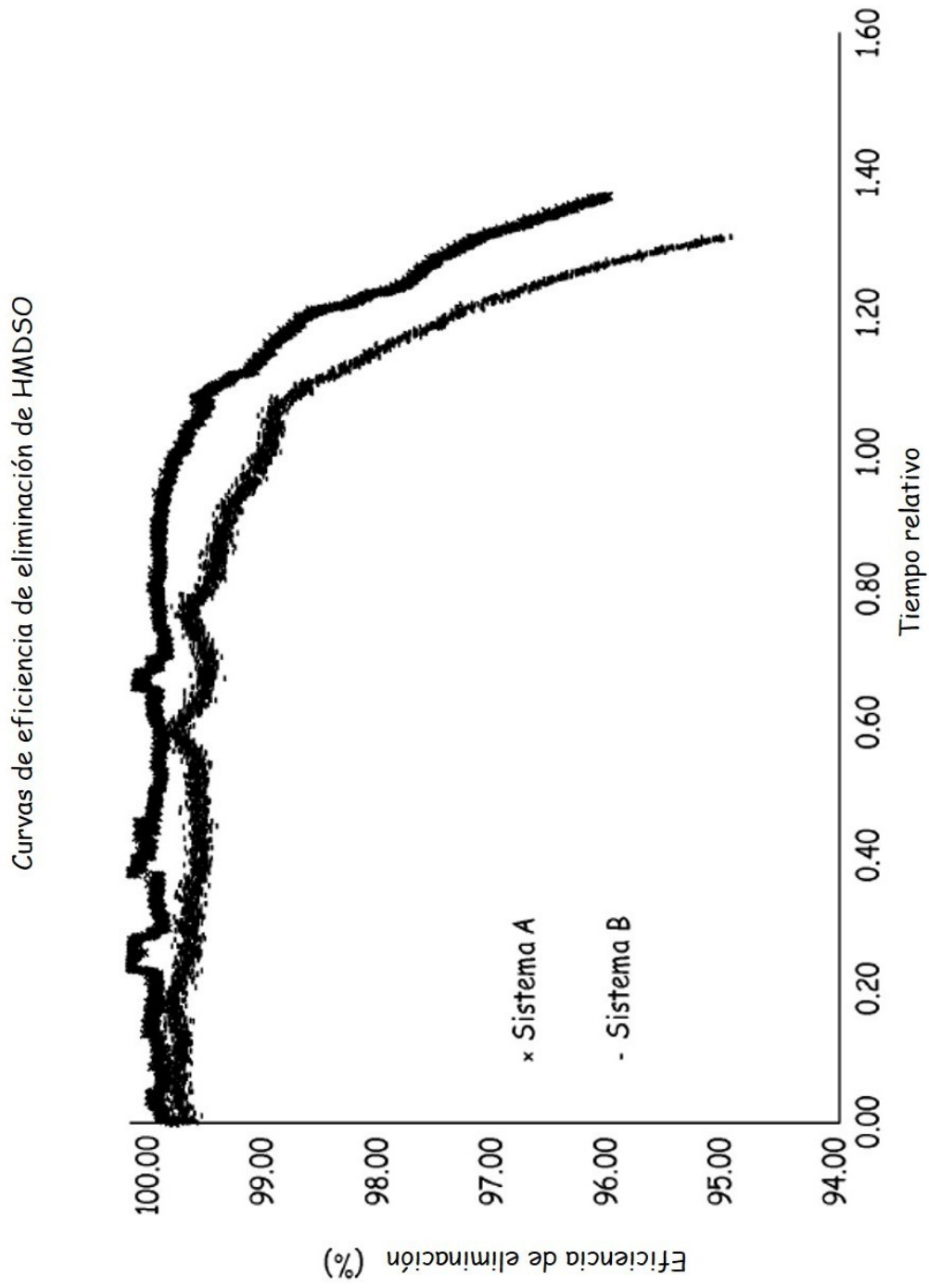


FIG. 8

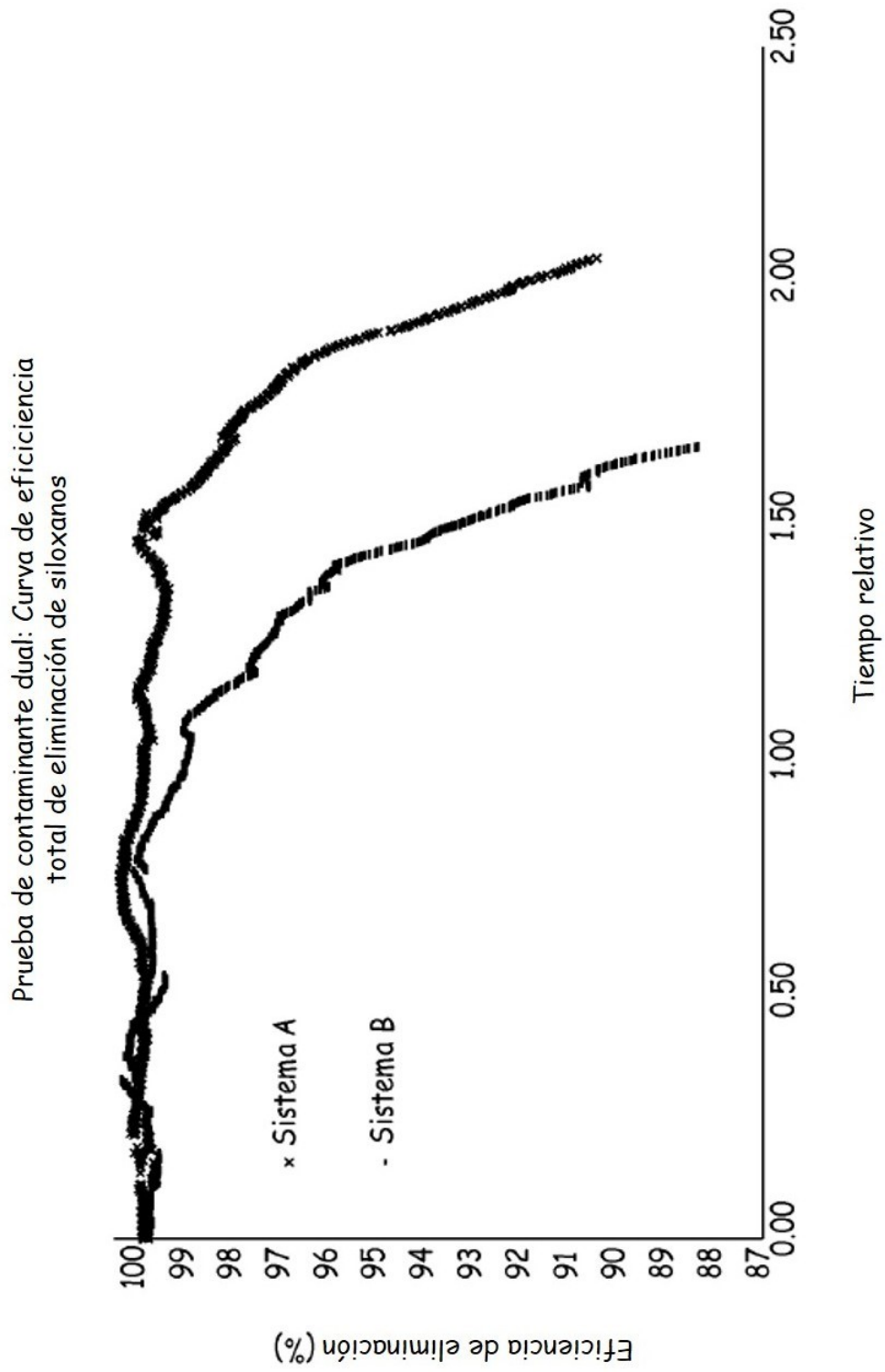


FIG. 9

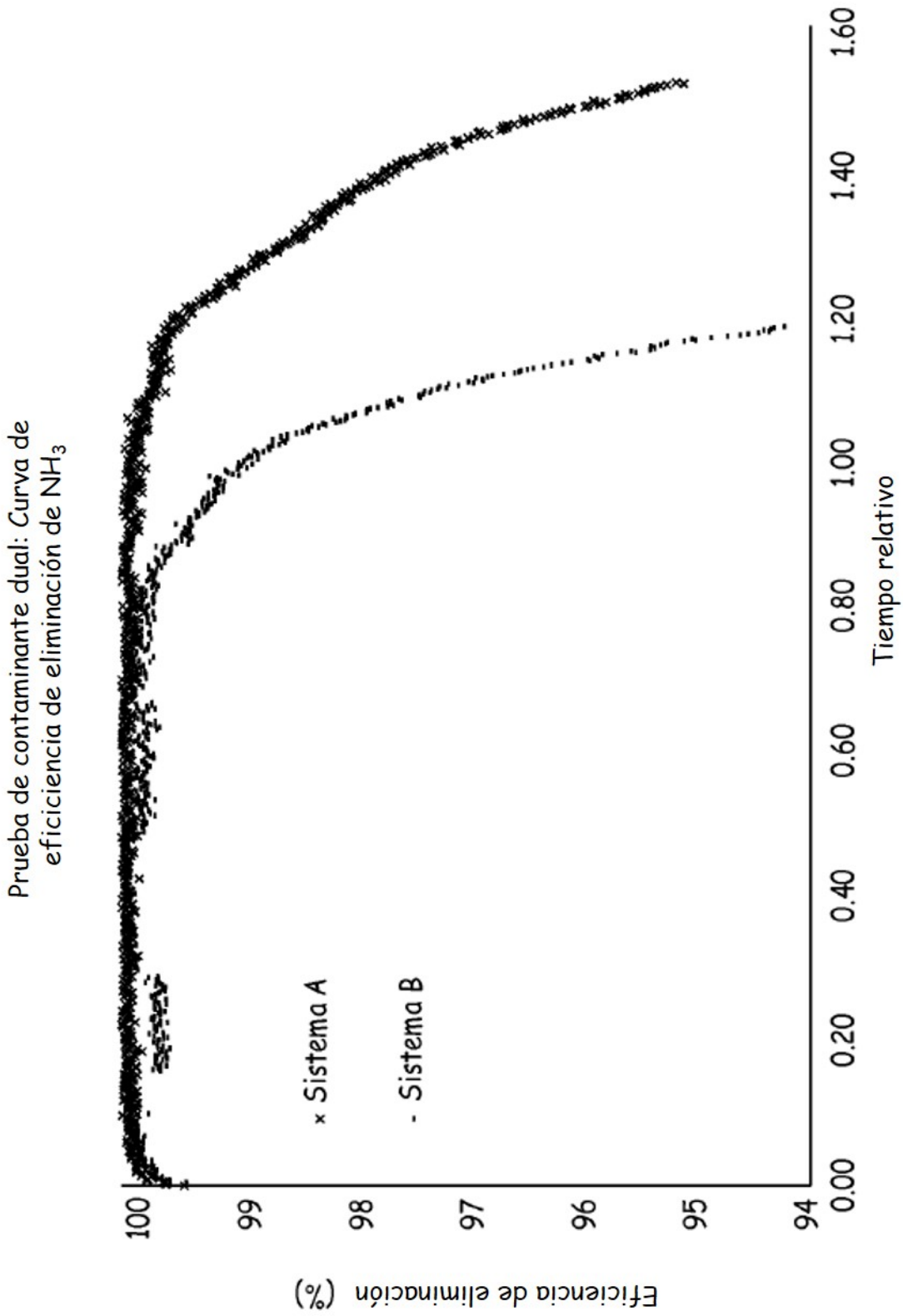


FIG. 10