



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 361 253**

51 Int. Cl.:
G05D 16/00 (2006.01)
F16K 1/30 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **04075621 .5**
96 Fecha de presentación : **27.02.2004**
97 Número de publicación de la solicitud: **1455255**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **08.09.2004**

54 Título: **Regulador para gases corrosivos y reactivos a bajas concentraciones.**

30 Prioridad: **04.03.2003 US 451778 P**
28.08.2003 US 650128

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
15.06.2011

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
15.06.2011

73 Titular/es: **L'Air Liquide, Société Anonyme pour l'Etude et l'Exploitation des Procédés Georges Claude**
75, quai d'Orsay
75007 Paris, FR

72 Inventor/es: **Jacksier, Tracey;**
Baker, George;
Benesch, Robert y
Talbert, Bruce

74 Agente: **Justo Bailey, Mario de**

ES 2 361 253 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

Regulador para gases corrosivos y reactivos a bajas concentraciones

- 5 La presente invención se refiere a procedimientos de procesamiento de mezclas de gases corrosivos y reactivos a bajas concentraciones.

10 En los sistemas de flujo de fluidos se utilizan reguladores para reducir la presión de un fluido hasta un nivel inferior más seguro que facilita el uso del fluido dentro de los sistemas. En particular, los reguladores de dos fases son muy eficaces en el mantenimiento del flujo del fluido a la salida del regulador a una presión sustancialmente constante a pesar de las variaciones en la presión de entrada.

15 Una función importante de un regulador es proporcionar la regulación de la presión sin alterar la composición del fluido debido a la reacción de uno o más componentes del fluido con la superficie interna del regulador. Éste es un problema muy importante cuando se trata con gases reactivos o corrosivos, tales como sulfuro de hidrógeno, dióxido de azufre, sulfuro de carbonilo, mercaptanos, cloruro de hidrógeno, cloro, amoníaco, óxido nítrico, óxido nitroso, dióxido de nitrógeno, monóxido de carbono, dióxido de carbono, arsina, carbonos orgánicos volátiles o VOCs, y compuestos oxigenados.

20 Por ejemplo, se sabe que el sulfuro de hidrógeno (H_2S) reacciona con cobre para formar sulfuro de cobre e hidrógeno. El uso de un regulador que tenga componentes de cobre con un gas de sulfuro de hidrógeno daría como resultado una pequeña cantidad (por ejemplo, unos pocos cientos de partes por millón o ppm) del gas sulfuro de hidrógeno que reacciona con, y se adsorbe sobre, las superficies internas de cobre del regulador. Aunque dichas pequeñas cantidades consumidas del gas puede que no sean apreciables, particularmente cuando se procesa un gas de sulfuro de hidrógeno a concentraciones elevadas, el uso prolongado del regulador con este gas daría como resultado su degradación y eventual fallo. Además, si un regulador formado por componentes de cobre y/u otros materiales que son reactivos con el gas se fuesen a utilizar con concentraciones relativamente bajas de sulfuro de hidrógeno, gran parte o todo el sulfuro de hidrógeno reaccionaría con y/o se adsorbería sobre las superficies internas del regulador. Por tanto, los reguladores contruidos con cobre y/u otros materiales reactivos no son deseables para su uso con gases reactivos a bajas concentraciones.

30 La reacción del sulfuro de hidrógeno u otros gases reactivos con las superficies internas del regulador se pueden limitar o se pueden impedir sustancialmente usando materiales no reactivos o menos reactivos para formar el regulador. En particular, habitualmente se usa acero inoxidable (por ejemplo, acero inoxidable 316) en reguladores diseñados para proporcionar un servicio con gases corrosivos. Alternativamente, los reguladores de latón se pueden recubrir con cromo o níquel para mejorar la resistencia a la corrosión. No obstante, a menudo es difícil proporcionar un recubrimiento de conformación a toda la superficie interna de latón del regulador con cromo o níquel, de manera que una pequeña cantidad de las superficies de latón tienden a permanecer expuestas y reaccionan con los gases que fluyen dentro del regulador.

40 A pesar de que el uso de materiales no reactivos o menos reactivos puede limitar o impedir la reacción del gas con las superficies internas del regulador, el gas aún se puede adsorber a las superficies internas del regulador durante su funcionamiento, dando como resultado una concentración reducida del gas reactivo que sale del regulador al menos durante un periodo de uso inicial del regulador. Muchos reguladores convencionales emplean una trayectoria de flujo tortuosa a través del regulador que puede incluir hasta cuatro o más codos de 90° entre la entrada y la salida del regulador. La trayectoria de flujo tortuosa da como resultado una gran área superficial interna y un gran volumen del regulador, que a su vez incrementa el tiempo durante el cual los gases pueden reaccionar con las superficies húmedas y/o adsorberse a las superficies internas del regulador.

50 Otra consideración importante asociada a grandes áreas superficiales internas es cuánto de las superficies internas del regulador pueden estar mojadas. Los gases reactivos pueden reaccionar con las superficies internas húmedas del regulador, dando como resultado la corrosión del regulador.

55 Debido a la naturaleza de los gases reactivos y la probabilidad de que se pueda producir reactividad y/o adsorción entre los gases reactivos y las superficies internas del regulador, los reguladores convencionales normalmente deben ser pasivados durante un periodo de tiempo suficiente antes de ser puestos en servicio. Por ejemplo, puede ser necesario un periodo de varias horas o incluso días para pasivar un regulador de acero inoxidable convencional con el fin de garantizar que la adsorción y/o reacciones de los gases reactivos sobre las superficies internas del regulador se hayan completado sustancialmente para que el regulador pueda proporcionar gases reactivos a un

nivel de concentración deseado.

5 Para sistemas de flujo de fluidos que requieren la medición de bajos niveles de compuestos reactivos en el gas que fluye dentro del sistema, los problemas indicados previamente se convierten en una preocupación importante y son necesarios equipos y técnicas fiables para monitorizar, controlar y regular los compuestos gaseosos introducidos en dichos sistemas. Los fabricantes de instrumentos han reducido el nivel de detección inferior de compuestos gaseosos al límite bajo de partes por millardo (ppb). Por ejemplo, los patrones que contienen azufre ahora están disponibles a concentraciones de 50-100 ppb. Aunque se pueden emplear reguladores de acero inoxidable convencionales para procesar gases reactivos en bajas concentraciones, estos reguladores primero se deben
10 pasivar antes de ser implementados para su uso, que puede requerir una cantidad de tiempo considerable. Además, estos reguladores de gran área superficial son más susceptibles de presentar áreas húmedas y no es tan sencillo secarlos completamente antes de su uso.

15 El documento EP-1 126 202 describe el montaje de una válvula para un cilindro de gas que comprende un alojamiento que incluye una entrada, una salida, una trayectoria de flujo de fluidos definida entre la entrada y la salida por la superficie interna del alojamiento, la trayectoria de fluidos que comprende tres filtros, dos secciones que regulan la presión, para reducir la presión de un gas que fluye a través del regulador entre la entrada del alojamiento y la salida del alojamiento.

20 El documento US-5 566 713 describe un montaje para el control de gases, por ejemplo, para oxígeno médico, que comprende un bloque inferior, montado sobre una botella de gas y que comprende un manómetro y un conector de llenado, y sobre el que está permanentemente montado un subensamblaje, móvil axialmente en respuesta a una rotación de un control tubular y un miembro de accionamiento que rodea al subensamblaje, que contiene un reductor de presión y un regulador de flujo indexable y que tiene una salida de baja presión y una salida de media presión. No
25 obstante, este ensamblaje no es adecuado para gases reactivos a baja concentración.

30 Así, existe la necesidad de un procedimiento adaptado para ofrecer de manera fiable mezclas de gases reactivos a baja concentración para su procesamiento en un sistema de flujo que requiera poca o ninguna pasivación antes de ser implementado para su uso en un sistema de flujo de fluidos.

Por consiguiente, es un objeto de la presente invención proporcionar un procedimiento para suministrar gases reactivos en un sistema de flujo de fluidos a presiones adecuadas.

35 Otro objeto de la presente invención es proporcionar un procedimiento que esté diseñado para minimizar o impedir sustancialmente la reacción y/o la cantidad de adsorción de gases reactivos con las superficies internas del regulador.

Otro objeto más de la presente invención es proporcionar un procedimiento que suministre de manera fiable un gas reactivo a bajas concentraciones de 10 ppm o inferior dentro de un sistema de flujo de fluidos.

40 Aún otro objeto más de la presente invención es proporcionar un procedimiento que requiera poca o ninguna pasivación antes de su puesta en servicio en un sistema de flujo de fluidos.

45 Los objetos anteriormente mencionados se consiguen individualmente y/o en combinación, y no se pretende que la presente invención se interprete como el requerimiento de que se combinen dos o más de los objetos, a menos que se indique expresamente en las reivindicaciones anexas al presente documento.

50 Según la presente invención, se implementa un regulador sin filtro para su uso en sistemas de flujo de fluidos que procesan gases reactivos a bajas concentraciones. El regulador incluye una entrada, una salida y una trayectoria de flujo de fluidos definida entre la entrada y la salida por las superficies internas del alojamiento. El regulador incluye adicionalmente una sección que regula la presión para reducir la presión de un gas reactivo que fluye a través del regulador entre la entrada del alojamiento y la salida del alojamiento. Las superficies internas del alojamiento están formadas de un material adecuado y el área combinada de las superficies internas tiene un tamaño suficiente para facilitar el uso del regulador en el sistema sin la pasivación previa para gases reactivos a bajas concentraciones en
55 el intervalo de ppb mientras se minimiza o se evita sustancialmente la pérdida significativa de gas reactivo debido a la reacción y/o adsorción dentro del regulador.

En particular, el diseño y el tamaño de las superficies internas del regulador permite el procesamiento de un gas reactivo que tenga una concentración de entrada no superior a 10 ppm aproximadamente y que fluye a una

velocidad de flujo adecuada (por ejemplo, al menos 50 ml/min aproximadamente) a la entrada del alojamiento de manera que la concentración de salida del gas reactivo no fluctúe significativamente con respecto a la concentración de entrada cuando el regulador se implementa para su uso en un sistema de flujo de fluidos sin pasivación previa. Preferentemente, el regulador está diseñado y dimensionado de manera conveniente para ser puesto en servicio sin pasivación previa y con una baja concentración de gas reactivo (por ejemplo, no superior a 10 ppm aproximadamente) mientras se mantiene una concentración de salida del regulador que no desciende por debajo del 10% aproximadamente de la concentración de entrada durante un período inicial (por ejemplo, la primera hora) de uso del regulador. Además, el regulador preferentemente mantiene la concentración de salida del gas reactivo durante el periodo inicial (por ejemplo, la primera hora) de uso del regulador dentro del 5% aproximadamente de la desviación estándar relativa.

El material que forma la mayoría de las superficies internas del regulador preferentemente es acero inoxidable, y las superficies internas del regulador preferentemente definen una trayectoria de flujo de fluidos generalmente lineal y engloban un área combinada no superior a 97 cm² aproximadamente (15 pulgadas cuadradas aproximadamente). Además, la sección del regulador que regula la presión preferentemente incluye una pluralidad de fases que reducen la presión para reducir la presión del gas reactivo desde una presión de entrada a una presión de salida que es inferior a la presión de entrada.

La combinación de ausencia de filtro, material adecuado y baja área superficial interna del regulador reduce el tiempo de residencia de los gases reactivos que fluyen a través del regulador, que a su vez reduce la cantidad de gas reactivo que se puede adsorber y/o reaccionar y se puede consumir en el regulador.

Los anteriores objetos, características y ventajas de la presente invención, y otros más, serán evidentes tras la consideración de la siguiente descripción detallada de sus formas de realización específicas, particularmente cuando se toman junto con los dibujos acompañantes donde se utilizan números de referencia iguales en las diversas figuras para designar componentes iguales.

Breve descripción de los dibujos

La Fig. 1 es la vista transversal de un regulador de dos fases de acuerdo con la presente invención.

La Fig. 2 es un gráfico que representa una representación teórica de señales de tensión cromatográficas en función del tiempo para reguladores que presentan niveles de reactividad variables.

La Fig. 3 es un gráfico que representa una señal de tensión cromatográfica en función del tiempo generada por 198 ppb de sulfuro de hidrógeno con el resto de una mezcla gaseosa de nitrógeno que fluye a través de un regulador convencional de dos fases, un regulador de latón chapado en níquel de bajo volumen muerto, y un orificio de restricción del flujo que proporciona una señal de referencia.

La Fig. 4 es un gráfico que representa el área cromatográfica en función del tiempo de inyección generada por 198 ppb de sulfuro de hidrógeno con el resto de una mezcla gaseosa de nitrógeno que fluye a 5 ml/min a través de una serie de reguladores diferentes, incluyendo los reguladores de la presente invención.

La Fig. 5 es un gráfico que representa el área cromatográfica en función del tiempo de inyección generada por 198 ppb de sulfuro de hidrógeno con el resto de una mezcla gaseosa de nitrógeno que fluye a 50 ml/min a través de una serie de reguladores diferentes, incluyendo los reguladores de la presente invención.

La Fig. 6 es un gráfico que representa el área cromatográfica en función del tiempo de inyección generada por 100 ppb de sulfuro de hidrógeno con el resto de una mezcla gaseosa de nitrógeno que fluye a 5 ml/min a través de un regulador convencional completamente pasivado y un regulador convencional nuevo y no pasivado.

La Fig. 7 es un gráfico que representa el área cromatográfica en función del tiempo de inyección generada por 100 ppb de sulfuro de hidrógeno con el resto de una mezcla gaseosa de nitrógeno que fluye a 100 ml/min a través de un regulador convencional completamente pasivado y un regulador convencional nuevo parcialmente pasivado con 5000 ppm de sulfuro de hidrógeno durante un periodo de 12 horas.

La Fig. 8 es un gráfico que representa el área cromatográfica en función del tiempo de inyección generada por 100 ppb de sulfuro de hidrógeno con el resto de una mezcla gaseosa de nitrógeno que fluye a 5 ml/min a través de un regulador de la presente invención que ha sido objeto de pasivación y un regulador de la presente invención que no se ha

pasivado.

La Fig. 9 es un gráfico que representa el área cromatográfica en función del tiempo de inyección generada por 100 ppb de sulfuro de hidrógeno con el resto de una mezcla gaseosa de nitrógeno que fluye a 100 ml/min a través de un regulador de la presente invención que ha sido objeto de pasivación y un regulador de la presente invención que no se ha pasivado.

Un regulador usado en un procedimiento según la presente invención incluye un área superficial interna reducida que está expuesta a gases que fluyen dentro del regulador y es eficaz para su uso con bajas concentraciones de gases reactivos (por ejemplo, gases reactivos que fluyen a través del regulador en un intervalo no superior a 10 ppm aproximadamente). Como se usa en el presente documento, los términos "gas corrosivo" y "gas reactivo" se usan de manera intercambiable y se refieren a cualquier gas que, durante el funcionamiento de un regulador de la presión, pueden reaccionar con uno o más tipos de materiales dispuestos sobre o que forman las superficies internas y/u otras partes del regulador.

Gases reactivos a modo de ejemplo que se pueden utilizar con el regulador incluyen, sin limitación, compuestos que contienen azufre tales como sulfuro de hidrógeno, dióxido de azufre, sulfuro de carbonilo, mercaptanos, cloruro de hidrógeno, cloruro, tricloruro de boro, compuestos que contienen nitrógeno tales como amoníaco, aminas, amidas, óxido nítrico, óxido nitroso y dióxido de nitrógeno, monóxido de carbono, dióxido de carbono, arsina, carbonos orgánicos volátiles (VOCs), compuestos oxigenados, y cualquier combinación de éstos y/u otros gases. Ejemplos de VOCs y compuestos oxigenados adecuados para su uso con el regulador incluyen, sin limitación, compuestos de carbonilo, 2-clorotolueno, diclorobencenos, metilsiloxanos volátiles, hexametildisiloxano, octametiltrisiloxano, decametiltetrasiloxano, dimetilsiliconas, 1,1,1,2-tetrafluoroetano, pentafluoroetano, 1,1,2,2-tetrafluoroetano, 1,1,1-trifluoroetano, 1,1-difluoroetano, triclorofluorometano, diclorodifluorometano, clorodifluorometano, trifluorometano, 1,2-dicloro-1,1,2,2-tetrafluoroetano, cloropentafluoroetano, 1,1,1-trifluoro-2,2-dicloroetano, paraclorobenzotrifluoruro, siloxanos cíclicos, ramificados o lineales completamente metilados, compuestos de perfluorocarbono, acetona, xileno, tolueno, benceno, etilbenceno, alcoholes (por ejemplo, alcohol isopropílico, alcohol butílico, alcohol etílico, y alcohol metílico), cetonas (por ejemplo, metiletilcetona, metilisobutilcetona), etilenglicol, éteres (por ejemplo, dimetiléter, y glicoléteres), aldehídos (por ejemplo, acetaldehído), acetamida, acetonitrilo, acetofenona, 2-acetilaminofluoroeno, acroleína, acrilamida, ácido acrílico, acrilonitrilo, cloruro de alilo, 4-aminobifenilo, anilina, *o*-anisidina, bencidina, benzotricloruro, cloruro de bencilo, bifenilo, bis(2-etilhexil)ftalato, bis(clorometil)éter, Bromoformo, 1,3-Butadieno, Caprolactama, Captano, Carbarilo, Tetracloruro de carbono, Catecol, Disulfuro de carbono, Clorambeno, Clordano, Ácido cloracético, 2-Cloroacetofenona, Clorobenceno, Clorobencilato, Cloroformo, Clorometilmetiléter, Cloropreno, Cresoles/Ácido cresílico (isómeros y sus mezclas), *o*-Cresol, *m*-Cresol, *p*-Cresol, Cumeno, 2,4-D, sales y ésteres, DDE, Diazometano, Dibenzofuranos, 1,2-Dibromo-3-cloropropano, Dibutilftalato, 1,4-Diclorobenceno(*p*), 3,3-Diclorobencideno, Dicloroetiléter (Bis(2-cloroetil)éter), 1,3-Dicloropropeno, Diclorvos, Dietanolamina, N,N-Dietilanilina (N,N-Dimetilanilina), N,N-Dietilanilina (N,N-Dimetilanilina), Dietilsulfato, Dimetilaminoazobenceno, 3,3'-Dimetilbencidina, Cloruro de dimetilcarbamoilo, Dimetilformamida, 1,1-Dimetilhidracina, Dimetilftalato, Dimetilsulfato, 4,6-Dinitro-*o*-cresol, y sus sales, 2,4-Dinitrofenol, 2,4-Dinitrotolueno, 1,4-Dioxano (Óxido de 1,4-dietileno), 1,2-Difenilhidracina, Epiclorhidrina (1-Cloro-2,3-epoxipropano), 1,2-Epoxibutano, Etilacrilato, Etilbenceno, Etilcarbamoato (Uretano), Cloruro de etilo (Cloroetano), Dibromuro de etileno (Dibromoetano), Dicloruro de etileno (1,2-Dicloroetano), Etilenimina (Aziridina), Óxido de etileno, Etilentiourea, Dicloruro de etilideno (1,1-Dicloroetano), Formaldehído, Heptaclor, Hexaclorobenceno, Hexaclorobutadieno, Hexaclorociclopentadieno, Hexacloroetano, Hexameten-1,6-diisocianato, Hexametilfosforamida, Hexano, Hidracina, Ácido clorhídrico, Hidroquinona, Isoforona, Lindano (todos los isómeros), Anhídrido maleico, Metanol, Metoxiclor, Bromuro de metilo (Bromometano), Cloruro de metilo (Clorometano), Metilcloroformo (1,1,1-Tricloroetano), Metiletilcetona (2-Butanona), Metilhidracina, Yoduro de metilo (Yodometano), Metilisobutilcetona (Hexona), Metilisocianato, Metilmetacrilato, Metil-*tert*-butiléter, 4,4-Metilen-bis(2-cloroanilina), Cloruro de metileno (Diclorometano), Metilendifenildiisocianato (MDI), 4,4-Metilendianilina, Naftaleno, Nitrobenceno, 4-Nitrobifenilo, 4-Nitrofenol, 2-Nitropropano, N-Nitroso-N-metilurea, N-Nitrosodimetilamina, N-Nitrosomorfolina, Paration, Pentacloronitrobenceno (Quintobenceno), Pentaclorofenol, Fenol, *p*-Fenilendiamina, Fosgeno, Fosfina, Bifenilos policlorados (Aroclors), 1,3-Propanosulfona, beta-Propiolactona, Propionaldehído, Propoxur (Baygon), Dicloruro de propileno (1,2-Dicloropropano), Óxido de propileno, 1,2-Propilenimina (2-Metilaziridina), Quinolina, Quinona, Estireno, Óxido de estireno, 2,3,7,8-Tetraclorodibenzo-*p*-dioxina, 1,1,2,2-Tetracloroetano, Tetracloroetileno (Percloroetileno), Tetracloruro de titanio, Tolueno, 2,4-Toluendiamina, 2,4-Toluendiisocianato, *o*-Toluidina, Toxafeno (canfeno clorado), 1,2,4-Triclorobenceno, 1,1,2-Tricloroetano, Tricloroetileno, 2,4,5-Triclorofenol, 2,4,6-Triclorofenol, Trietilamina, Trifluralin, 2,2,4-Trimetilpentano, Acetato de vinilo, Bromuro de vinilo, Cloruro de vinilo, Cloruro de vinilideno (1,1-Dicloroetileno), Xilenos (isómeros y sus mezclas), *o*-Xilenos, *m*-Xilenos, *p*-Xilenos, Compuestos de antimonio, arsina, Emisiones de hornos de coque, Compuestos de cianuro, y Materia orgánica policíclica.

Como se ha indicado previamente, muchos reguladores convencionales, particularmente los reguladores de dos fases, están diseñados con trayectorias de flujo de fluidos tortuosas. Muchos de estos reguladores convencionales además incluyen grandes áreas superficiales internas (por ejemplo, mucho mayores que 97 cm² o 15 pulgadas cuadradas) que están expuestas a los gases. Además, muchos de dichos reguladores requieren el uso de filtros en línea para eliminar el material en partículas que puede ser arrastrado por los gases que fluyen y que puede taponar, estropear o incluso dañar los reguladores. Por ejemplo, muchos reguladores de dos fases convencionales de acero inoxidable emplean un orificio que consta de una aguja y de un asiento de teflón en la primera fase de reducción de la presión del regulador. Si el material en partículas arrastrado en el gas se deja entrar en esta área, el orificio podría resultar dañado de manera que no funcione adecuadamente. El uso de un filtro en línea con el regulador incrementa el área superficial interna que está expuesta a los gases a procesar por el regulador, que a su vez incrementa el tiempo de residencia de los gases que pasan a través del regulador así como la probabilidad de reacciones y/o adsorción superficial de los gases con las superficies internas del regulador.

Además, hay una mayor probabilidad de que un regulador con una gran superficie interna también presente superficies internas húmedas que están expuestas y proporcionan sitios reactivos para el gas reactivo que fluye a través del regulador. Se ha demostrado que el tiempo para secar una pieza de tubo que ha sido expuesta a la humedad está en función de la longitud del tubo. J. McAndrew, B. Jurcik D. Znamenski "Using Simulation to Optimize Gas Distribution System and Performance", Journal of the IES, Julio/Agosto de 1994. En otras palabras, a medida que aumenta el área superficial interna del tubo, también lo hace el periodo de tiempo necesario para secar el tubo de manera suficiente. La humedad residual presente en un regulador puede incrementar la probabilidad de reacciones superficiales con el gas reactivo y la corrosión de las superficies. H-C Wang, G. Doddi, S. Chesters: "Estimating the Lifetime of Electropolished Stainless Steel (EPSS) Tubing in Corrosive Gas Service", Journal of the IES, Julio/Agosto de 1994.

Durante el funcionamiento de un sistema de flujo de fluidos típico, un regulador está conectado a un recipiente para proporcionar un flujo de gas desde el recipiente a una presión relativamente constante a otras partes del sistema. El sistema se debe abrir periódicamente para cambiar los recipientes (es decir, retirar un recipiente agotado y vacío y sustituirlo por un recipiente nuevo y lleno). La apertura del sistema de esta manera presenta la posibilidad de que la humedad entre en el regulador y en el sistema durante el procedimiento de sustitución.

Los reguladores convencionales con áreas superficiales internas elevadas y volúmenes elevados pueden ser problemáticos cuando se usan en sistemas que requieren un suministro de un gas reactivo a bajas concentraciones. Si se usa un regulador de volumen elevado en dicho sistema, primero se debe pasivar durante un periodo de tiempo suficiente con el fin de garantizar que el regulador no consumirá (es decir por adsorción y/o reacción) una cantidad sustancial del gas reactivo a bajas concentraciones que fluye a través de él. Como se usa en el presente documento, los términos "pasivar" y "pasivación" se refieren a una técnica de reparación inicial con el paso de uno o más gases reactivos de interés a través de un regulador durante un periodo de tiempo seleccionado antes de utilizar el regulador en línea con un sistema de flujo de fluidos en condiciones de funcionamiento normales en los que el gas(es) reactivo se suministra a las concentraciones deseadas. La etapa de pasivación inicial permite que tenga lugar la adsorción y/o reacciones sobre las superficies internas del regulador antes de su puesta en servicio para así garantizar que, durante el funcionamiento normal del sistema, los gases reactivos son procesados por el regulador sin pérdidas significativas en la concentración. Muchos reguladores convencionales requieren un periodo de pasivación de varias horas o incluso días antes de su puesta en servicio de funcionamiento normal. Esto puede presentar problemas en ciertas situaciones en las que es deseable implementar un nuevo regulador de manera bastante rápida (por ejemplo, para sustituir un regulador defectuoso).

El regulador usado en un procedimiento según la presente invención supera los problemas asociados a la adsorción y/o reacción de gases reactivos durante la regulación de la presión presentando un bajo "volumen muerto" dentro del regulador, que a su vez acorta el tiempo de residencia del gas dentro del regulador y minimiza la adsorción y las reacciones del gas con las superficies internas del regulador. El "volumen muerto" dentro del regulador corresponde al área total o combinada de las superficies internas del regulador (es decir, el área total de las superficies internas que están expuestas en la trayectoria de flujo de los fluidos y están disponibles para su interacción con los gases que pasan a través del regulador). En particular, el regulador usado en un procedimiento según la presente invención incluye un área superficial interna combinada no superior al 97 cm² aproximadamente (15 pulgadas cuadradas aproximadamente), preferentemente no superior a 77 cm² aproximadamente (12 pulgadas cuadradas aproximadamente), más preferentemente no superior a 52 cm² aproximadamente (8 pulgadas cuadradas aproximadamente), y lo más preferentemente no superior a 47 cm² (7,25 pulgadas cuadradas aproximadamente).

El bajo área superficial interna del regulador se consigue utilizando un diseño de un regulador que incluya una trayectoria de flujo de fluidos sustancialmente recta o lineal con el menor número de codos o giros. Esto es diferente de muchos reguladores convencionales de gran volumen que presentan trayectorias de flujo tortuosas.

5 Además, el regulador usado en un procedimiento según la presente invención no incluye un filtro en línea, reduciendo aún más el área superficial interna expuesta al gas y el tiempo de residencia del gas dentro del regulador. Los reguladores convencionales están provistos de filtros en línea para eliminar los materiales en partículas de los gases que fluyen a través de los reguladores que, de lo contrario, podrían estropear o dañar los componentes internos de los reguladores. No obstante, se ha descubierto que, cuando se procesan gases reactivos a bajas concentraciones por debajo de 10 ppm aproximadamente, el uso de un filtro en línea en realidad es perjudicial para el procesamiento del gas y puede dar como resultado un mayor consumo por reacción y/o adsorción del gas reactivo dentro del regulador. Además, en un gas a bajas concentraciones se reduce la necesidad de un filtro en línea, debido a que el gas a bajas concentraciones ya ha sido purificado hasta cierto punto y es menos probable que contenga algún material en partículas que pueda representar un problema dentro del regulador.

10 El regulador usado en un procedimiento según la presente invención es capaz de suministrar un bajo nivel de concentración (por ejemplo 10 ppm aproximadamente o inferior) de gas corrosivo o reactivo con un nivel de precisión elevado y con poca o ninguna pasivación necesaria antes de ser puesto en servicio dentro del sistema de flujo de fluidos. En particular, el regulador no pasivado es capaz de procesar un gas reactivo a concentraciones muy bajas (por ejemplo, 50 ppb o inferior) y suministrar el gas reactivo a una concentración que no se desvía o fluctúa significativamente de la concentración original del gas que entra en el regulador. Por ejemplo, un regulador usado en un procedimiento según la presente invención se puede poner en servicio sin pasivación previa y procesar un gas reactivo a bajas concentraciones (por ejemplo, no superior a 10 ppm) mientras se mantiene una concentración de salida del regulador que no desciende por debajo del 10% aproximadamente de la concentración de entrada durante un período inicial (por ejemplo, la primera hora) de servicio del regulador. Preferentemente, la concentración de salida no desciende por debajo del 25% de la concentración de entrada durante el periodo inicial de servicio del regulador. Más preferentemente, la concentración de salida no desciende por debajo del 50% de la concentración de entrada durante el periodo inicial de servicio del regulador. Lo más preferentemente, la concentración de salida no desciende por debajo del 75% de la concentración de entrada durante el periodo inicial de servicio del regulador.

15 Además, dependiendo de la velocidad de flujo del gas reactivo, el regulador es capaz de suministrar el gas reactivo sin pasivación previa y dentro de un periodo inicial (por ejemplo, una hora aproximadamente, de ser puesto en servicio a una concentración de salida que no fluctúa significativamente y que está dentro del 5% aproximadamente de la desviación estándar relativa, más preferentemente dentro del 3% aproximadamente de la desviación estándar relativa, y lo más preferentemente dentro del 2% aproximadamente o incluso del 1% aproximadamente de la desviación estándar relativa, donde la desviación estándar relativa se determina a partir de las mediciones del gas reactivo de salida. Alguien experto en la técnica reconocerá que las inestabilidades en detectores convencionales utilizados para medir las concentraciones de salida del gas presentarán algún nivel de fluctuación y error en las mediciones de la concentración de salida del gas. Se espera que los valores del porcentaje de la desviación estándar indicados previamente se reduzcan a medida que se incremente la sensibilidad y la precisión de los detectores que miden la concentración.

20 A menos que se indique otra cosa, los componentes del regulador están contruidos de materiales adecuados que minimizan o evitan sustancialmente las reacciones entre el gas reactivo y las superficies internas del regulador. Preferentemente, la mayoría de los componentes internos del regulador están contruidos de acero inoxidable (por ejemplo, acero inoxidable 304, acero inoxidable 316 y/o acero inoxidable 3136). No obstante, parte o todos los componentes del regulador también pueden estar contruidos de otros materiales (por ejemplo, aluminio). La combinación del bajo área superficial interna y la selección de materiales de construcción adecuados permiten que el regulador pueda procesar bajas concentraciones de gases reactivos sin una reducción significativa en la concentración del gas.

25 En la Fig. 1 se representa un regulador de dos fases o dual para el procesamiento de gases reactivos de acuerdo con la presente invención. Es deseable que el regulador de dos fases suministre el gas a una presión de salida del regulador reducida que es relativamente constante y no fluctúa significativamente durante el funcionamiento del sistema a pesar de las variaciones en la presión de entrada del regulador. No obstante, se hace notar que el regulador usado en un procedimiento según la presente invención puede emplear cualquier número de fases adecuado (por ejemplo, una) para conseguir un nivel de reducción de la presión deseado para el gas.

El regulador de la Fig. 1 incluye un pistón en la primera fase de reducción de la presión y un diafragma en la

segunda fase de reducción de la presión para reducir la presión de entrada del gas hasta una presión de salida inferior. El funcionamiento de un regulador de dos fases que utiliza un pistón y un diafragma en la primera y segunda fase es similar, en diseño y funcionamiento, a los reguladores Calgaz 1000 Series (Air Liquide, L.P., Cambridge, Maryland). El regulador además puede recibir gases reactivos procedentes de una fuente de suministro (por ejemplo, un cilindro) a presiones de hasta 3000 psig (207 bar) aproximadamente para el suministro a presiones de hasta sólo 15 psig (1 bar) o inferior.

El regulador 1 incluye un cuerpo alargado hueco 2 compuesto de tres secciones que se fijan entre sí a rosca. Un agujero se extiende axialmente a través y entre los extremos longitudinales del cuerpo 2 para definir cámaras de alta presión, de presión intermedia y de baja presión dentro del regulador como se describe a continuación. En el primer extremo longitudinal del cuerpo 2 está dispuesta una entrada 4 y está en comunicación fluida con una cámara 6 de alta presión que se extiende hasta la primera fase del regulador. La entrada del regulador incluye roscas internas que se aplican a un conducto de suministro roscado (por ejemplo, una boquilla roscada de 0,635 cm o 0,25 pulgadas de diámetro de boca) para facilitar el suministro de gas reactivo desde un recipiente al regulador. La cámara 6 de alta presión está en comunicación fluida con una cámara 8 de presión intermedia que incluye los componentes del pistón de la primera fase. Un pequeño canal 7 se extiende transversalmente desde la cámara 6 de alta presión y está en comunicación fluida con un manómetro 3 de entrada. El manómetro 3 de entrada está fijado dentro de un agujero del cuerpo 2 y se extiende transversalmente desde el cuerpo. El manómetro de entrada mide y proporciona una indicación al usuario de la presión de entrada de los gases reactivos en la entrada del regulador.

Un pistón alargado y parcialmente hueco 10 se extiende y es axialmente móvil dentro de la cámara 8 de presión intermedia. El pistón incluye un asiento 12 de válvula dispuesto en un primer extremo longitudinal del pistón y alineado para aplicarse de manera liberable a una sección cónica ahusada 9 de entrada de la cámara 8 de presión intermedia. La sección 9 de entrada está localizada en la interfaz y facilita la comunicación fluida entre las cámaras de alta y baja presión. El asiento del pistón está fabricado de un material adecuado (por ejemplo, tetrafluoroetileno) para proporcionar un sello hermético eficaz para los fluidos entre las cámaras de alta presión y presión intermedia cuando el asiento del pistón está aplicado a la sección 9 de entrada. Un agujero 11 se extiende transversalmente en el pistón en una localización próxima al primer extremo longitudinal del pistón y está en comunicación fluida con un pasaje 13 que se extiende axialmente dispuesto dentro del pistón. El pasaje 13 se extiende desde una localización próxima al asiento del pistón hasta un segundo extremo longitudinal del pistón.

Dentro de una sección ensanchada de la cámara 8 está dispuesto un miembro elástico 14 de carga (por ejemplo, un muelle) y se extiende entre y se aplica a partes del hombro anular de la cámara 8 y una sección de la brida que se extiende transversalmente definida en el segundo extremo longitudinal del pistón 10. El miembro 14 de carga desplaza el pistón en una dirección opuesta a la sección 9 de entrada de manera que, en posición en reposo (por ejemplo, no hay gas que fluya a través del regulador), el asiento de la válvula del pistón 12 no se aplica a la sección 9 de entrada. El pistón se mueve axialmente hacia adelante y hacia atrás dentro de la cámara de presión intermedia en función de las fuerzas que actúan sobre el pistón mediante el gas reactivo que fluye hacia la cámara de presión intermedia y las fuerzas que se oponen aplicadas por el miembro 14 de carga. Este movimiento del pistón hacia adelante y hacia atrás controla el flujo de gas reactivo hacia y a través de la cámara intermedia, dando como resultado la reducción de la presión del gas reactivo a medida que el gas fluye desde la cámara de alta presión a la cámara de presión intermedia.

Una cámara 16 de baja presión se extiende desde la cámara 8 de presión intermedia dentro del cuerpo 2 hasta un agujero dispuesto en el segundo extremo longitudinal del cuerpo 2. La cámara de baja presión incluye una sección ensanchada dispuesta adyacente al segundo extremo longitudinal del cuerpo del regulador y una sección estrecha que se extiende desde la sección ensanchada hasta un hombro anular 18 que extiende la anchura de la sección estrecha y localizada en la interfaz entre las cámaras de presión intermedia y baja presión. El hombro 18 incluye una apertura central que permite la comunicación fluida entre las cámaras de presión intermedia y baja presión.

La cámara de baja presión incluye los componentes del diafragma de la segunda fase. En particular, dentro de la sección ensanchada de la cámara 16 está dispuesto un diafragma 20 y se extiende a través de una apertura en la interfaz entre las secciones ensanchada y estrecha de la cámara 16. El diafragma consiste en una lámina fina de material (por ejemplo, acero inoxidable) que es axialmente flexible dentro de la sección ensanchada para aplicarse de manera liberable y sellar la apertura entre las secciones ensanchada y estrecha. Un cabezal 22 se extiende y es axialmente móvil dentro de la sección estrecha de la cámara 16 para aplicarse a una primera superficie del diafragma 20. Un miembro elástico 23 de carga (por ejemplo, un muelle) está dispuesto entre y se aplica a un hombro anular 18 y un extremo cónico del cabezal 22 para desplazar el cabezal en dirección hacia la sección ensanchada para así aplicar el diafragma 20.

En la sección ensanchada de la cámara 16 está dispuesto un asiento 24 de válvula y se aplica a una segunda superficie opuesta del diafragma. Una manija para el control de la presión 26 está fijada a rosca al agujero dispuesto en el segundo extremo longitudinal del cuerpo 2 para permitir el movimiento axial de la manija 26 con respecto al cuerpo 2. El asiento 24 de válvula está desplazado contra el diafragma 20, y en una dirección que se opone a la carga axial del cabezal 22, a través de un miembro elástico 28 de carga (por ejemplo, un muelle) que se extiende entre y se aplica a la manija 26 y el asiento 24 de válvula. Así, el diafragma está desplazado en direcciones opuestas hacia y alejado de una aplicación de sellado con la apertura en la interfaz entre las secciones estrecha y ensanchada de la cámara de baja presión.

A lo largo de una superficie lateral periférica del cuerpo 20 del regulador está dispuesta una salida 30 y está en comunicación fluida con la sección ensanchada de la cámara 16 de baja presión. La salida del regulador incluye roscas internas que se aplican a un conducto de suministro roscado (por ejemplo, una boquilla roscada de 0,318 cm o 0,125 pulgadas de diámetro de boca) para facilitar el suministro de gas reactivo desde el regulador para su procesamiento por el sistema. Además, un pequeño canal 31 se extiende desde la sección ensanchada de la cámara 16 de baja presión y está en comunicación fluida con un manómetro 32 de salida. El manómetro 32 de salida está fijado dentro de un agujero del cuerpo 2 y se extiende transversalmente desde el cuerpo en una localización separada del manómetro de entrada. El manómetro de salida mide y proporciona una indicación al usuario de la presión de salida de los gases reactivos que salen del regulador.

Durante su funcionamiento, el regulador 1 se asegura, a través de la entrada 4, a un conducto en comunicación fluida con un recipiente que contiene un gas reactivo. El gas reactivo generalmente sigue una trayectoria de flujo lineal a través del regulador 1 como indican las flechas 40 representadas en la Fig. 1. Específicamente, el gas reactivo fluye hacia y a través de la cámara 6 de alta presión, hacia la cámara 8 de presión intermedia y alrededor del asiento 12 de válvula, y a través del agujero 11 y hacia el canal 13 del pistón 10. Durante el flujo del gas desde el recipiente a través del regulador, el pistón se mueve axialmente hacia adelante y hacia atrás dentro de la cámara 8 de presión intermedia entre una posición en la que el asiento 12 de válvula se aplica y sella la sección de entrada a la cámara de presión intermedia a posiciones en las que el asiento de válvula está separado de la sección de entrada para permitir que el gas fluya desde la cámara de alta presión hacia la cámara de presión intermedia. El gas reduce su presión a medida que fluye entre las cámaras de alta presión y presión intermedia como resultado del funcionamiento del pistón móvil que controla el flujo de gas a través de la sección de entrada y hacia la cámara de presión intermedia.

El gas reactivo continúa fluyendo en una trayectoria generalmente lineal a través del canal 13 del pistón 10, a través de la apertura interna del hombro 18 y hacia la cámara 16 de baja presión. El gas fluye alrededor del extremo cónico del cabezal 22 y a través de las separaciones formadas entre partes del cabezal y las superficies internas de la sección estrecha de la cámara 16 de presión intermedia. En particular, el cabezal preferentemente tiene una configuración geométrica transversal de múltiples caras (por ejemplo, hexagonal) en localizaciones seleccionadas para proporcionar canales de trayectoria del flujo de fluidos entre el cabezal y la sección estrecha de la cámara de presión intermedia.

La manija 26 de control de presión se puede manipular (por ejemplo, manual o automáticamente) para controlar selectivamente la presión de salida de los gases que salen del regulador a través de la salida 30. Específicamente, la manija de control se puede rotar dentro del agujero del regulador para mover axialmente la manija de control con respecto al cuerpo del regulador, que modifica la fuerza de carga aplicada por el miembro 28 de carga al asiento 24 de válvula y al diafragma 20. Esto a su vez modifica la cantidad de fuerza opuesta necesaria para alejar el diafragma de una posición de aplicación con la apertura en la interfaz entre las secciones estrecha y ensanchada de la cámara de baja presión. La manija 26 de control se puede manipular para conseguir una presión de salida deseada para los gases reactivos que fluyen a través del regulador, como se mide por el manómetro de presión 32.

Como se ha indicado anteriormente, los reguladores convencionales normalmente requieren el uso de un filtro en línea, normalmente con el filtro dispuesto en una sección de entrada del regulador, para eliminar el material en partículas no deseado del gas que fluye. No obstante, el regulador 1 no requiere el uso de un filtro. Además, el bajo "volumen muerto", la trayectoria del flujo de fluidos sustancialmente lineal y el diseño con un bajo área superficial proporciona un regulador pequeño y compacto (por ejemplo, con una longitud no superior a unos 12,7 cm o 5 pulgadas aproximadamente).

Realizamos una serie de pruebas para comparar un regulador construido de acuerdo con la presente invención con otros reguladores disponibles comercialmente para determinar el rendimiento de los reguladores para el

procesamiento de un gas reactivo a bajas concentraciones. En las pruebas de comparación utilizamos sulfuro de hidrógeno como gas reactivo a concentraciones inferiores a 200 ppb.

Se usó un detector de azufre por quimioluminiscencia Sievers modelo 355 (Sievers Instruments, Boulder, Colorado), conectado a un cromatógrafo de gases Varian Modelo 3800 que incluye una columna de sílice fundida de 30 m x 0,32 mm ID Varian (Varian, Inc., Walnut Creek, California), para medir las concentraciones de sulfuro de hidrógeno que sale de los reguladores. Se usó una válvula de toma de muestra de gases recubierta Silcosteel® (Restek Corp, Bellefonte, Pennsylvania) para introducir las muestras en el cromatógrafo de gases. Se usó el tubo recubierto Silcosteel® para todas las líneas que estaban en contacto con la muestra a analizar por el detector, incluyendo un bucle de muestra de 1 ml. Además se utilizaron controladores de flujo Modelo 1479A fabricados por MKS Instruments (Andover, Massachusetts) y caudalímetros Modelo GFM171S fabricados por Aalborg Instruments y Controls (Orangeburg, Nueva York) para controlar el flujo de gas a través de los reguladores. Adicionalmente, todos los patrones de calibración y los gases utilizados en las pruebas de comparación se obtuvieron en Air Liquide America L.P. (Santa Fe Springs, California).

Las pruebas de comparación se llevaron a cabo usando cuatro tipos de reguladores. Dos de los cuatro tipos de reguladores eran reguladores de dos fases construidos de acuerdo con la presente invención y que tienen un diseño sustancialmente similar al regulador descrito anteriormente e ilustrado en la Fig. 1. El primer tipo de regulador (regulador A) estaba construido de acero inoxidable, con un cuerpo 316 de acero inoxidable y un diafragma 304 de acero inoxidable, mientras que el segundo tipo de regulador (regulador B) estaba construido con un cuerpo de aluminio y un diafragma 304 de acero inoxidable. Ambos reguladores A y B estaban desprovistos de filtro (es decir, sin filtro) e incluían áreas superficiales internas en el intervalo de 52 cm² aproximadamente (8 pulgadas cuadradas). El tercer tipo de regulador (regulador C) era un regulador convencional de acero inoxidable de dos fases CONCOA® Modelo 432 que incluye un filtro en ambas fases y está disponible comercialmente en Controls Corporation of America (Virginia Beach, Virginia). El regulador C incluía un cuerpo 316 de acero inoxidable, un diafragma 316 de acero inoxidable y filtros 316 de acero inoxidable. El cuarto tipo de regulador (regulador D) era un regulador de dos fases Modelo 1002 de Calgaz disponible comercialmente en Air Liquide America L.P. (Cambridge, Maryland). El regulador D incluía un cuerpo de latón chapado en níquel con un diafragma 304 de acero inoxidable y un filtro de latón. Los reguladores A y B eran nuevos y no tenían historial de servicio previo.

Se utilizó la misma configuración del sistema de flujo cuando se probó cada tipo de regulador para una prueba particular. En particular, la entrada de cada regulador estaba conectada a un cilindro que contiene una baja concentración de sulfuro de hidrógeno con el resto de nitrógeno, y la salida del regulador estaba conectada al controlador de flujo, con el controlador de flujo que suministra muestras de gas al cromatógrafo a una velocidad de flujo constante. El controlador de flujo se había usado previamente con sulfuro de hidrógeno durante un periodo de tiempo suficiente y se esperaba, por tanto, que presentase poca o ninguna interacción con el gas durante las pruebas. No obstante, cuando en las pruebas se utilizaron velocidades de flujo bajas, el controlador de flujo se colocó en una posición aguas abajo del cromatógrafo de gases para controlar con precisión las velocidades de flujo a los valores más bajos y para impedir que se produjese cualquier reacción potencial o adsorción del gas en el controlador de flujo antes de medir la concentración de sulfuro de hidrógeno. El volumen del tubo para la configuración del sistema se mantuvo al mínimo para minimizar o impedir sustancialmente las interacciones del tubo con el gas. Por consiguiente, toda reducción en la concentración de sulfuro de hidrógeno entre el cilindro y el cromatógrafo de gases en las pruebas de comparación se consideran atribuibles principalmente a interacciones del gas dentro del regulador.

Se obtuvo una señal de referencia para la concentración del sulfuro de hidrógeno proporcionando una configuración del sistema que incluía un orificio de restricción del flujo Hastelloy en lugar de un regulador. El orificio de restricción del flujo Hastelloy tenía 30 µm de diámetro aproximadamente y estaba recubierto con material Sulfinert® para impedir o limitar sustancialmente cualquier interacción con el sulfuro de hidrógeno gaseoso durante su uso.

Existen diversas características a estudiar cuando se examinan las señales medidas generadas por el cromatógrafo de gases, que se correlacionan con la concentración de sulfuro de hidrógeno, de las diversas pruebas de comparación. Todo descenso en los niveles de la señal sugeriría algún grado de reactividad. Un descenso lineal, exponencial o potencial en el nivel de la señal sugeriría una elevada reactividad. Un incremento seguido de un descenso en el nivel de la señal indicaría algún tipo de reactividad pero con pasivación, o pérdida de reactividad con el tiempo (es decir, adsorción o reacción hasta que los sitios activos se hayan consumido u ocupado). Una señal de respuesta en estado constante e inmediata indicaría que no hay reactividad o hay una reactividad constante. Las dos posibilidades del estado constante se pueden distinguir comparando una señal medida con una señal de referencia (es decir, una señal obtenida cuando se utiliza un orificio que restringe el flujo) que se asume que no

presenta reactividad. Una representación teórica, en voltaje de la señal en función del tiempo, de cada uno de estos diversos comportamientos se ilustra en el gráfico de la Fig. 2.

Inicialmente, se comparó los reguladores C y D con el orificio que utiliza un suministro de 198 ppb de sulfuro de hidrógeno con el resto de nitrógeno gaseoso a una velocidad de flujo de 20 mililitros por minuto (ml/min) para determinar el rendimiento de cada uno con una baja concentración de gases reactivos. El regulador C tenía un historial de servicio previo con sulfuro de hidrógeno y el regulador D se había usado previamente con gases inertes. Los resultados de las pruebas se ilustran en el gráfico de la Fig. 3. En referencia al gráfico, se representa una señal (en voltios) tal y como se mide por el cromatógrafo de gases en función del tiempo para cada uno de los reguladores y se compara con una señal de referencia (obtenida haciendo fluir el gas a través del orificio que restringe el flujo). Como resulta evidente de las representaciones de la señal, la adición de un regulador afecta claramente a los resultados de la señal. Para el regulador C, inicialmente se observa la pasivación dentro del regulador por el descenso inicial de la señal. No obstante, después de que la pasivación se haya completado, la señal comienza a incrementarse hacia la señal de referencia. Para el regulador D, la señal disminuye rápidamente a cero debido a la reacción y/o adsorción del gas a las superficies internas de latón chapadas en níquel del regulador. El incremento inicial de la señal observado para los reguladores C y D se cree que se debe al corto tiempo de residencia del gas dentro de cada regulador cuando el cilindro se abre por primera vez. A medida que el tiempo de residencia del gas dentro del regulador se aproxima a un valor constante, se observa fácilmente la cantidad de reactividad y adsorción que se produce dentro del regulador.

20 Efecto de la velocidad de flujo sobre la concentración del gas reactivo

Se llevó a cabo una comparación de los reguladores A, B, C y D a velocidades de flujo variables para determinar el efecto del cambio de la velocidad de flujo para modificar la concentración del gas reactivo. En esencia, estas pruebas se realizaron para determinar el efecto del cambio de los tiempos de residencia sobre la reactividad del gas con los reguladores. Si la reactividad y/o adsorción de un gas dentro de un regulador es mínima o sustancialmente no se produce, entonces la concentración de gas suministrada desde el regulador no debería verse significativamente afectada por las variaciones en la velocidad de flujo. Los reguladores A y B eran nuevos sin historial de servicio previo. El regulador D se había usado previamente con un gas inerte, y el regulador C presentaba un historial de servicio previo con sulfuro de hidrógeno.

Un cilindro que contiene 100 ppb de sulfuro de hidrógeno con el resto de nitrógeno se conectó a cada regulador, y las mediciones de concentración se registraron en función del tiempo para cuatro velocidades de flujo diferentes de 5 ml/min, 10 ml/min, 50 ml/min y 100 ml/min. Los resultados de estas pruebas están representados en los gráficos de las Figs. 4 y 5 (para 5 ml/min y 50 ml/min, respectivamente). En estos gráficos, la señal (medida en área de los picos por el cromatógrafo de gases) se representó para cada regulador en función del tiempo. También se representó una señal de referencia (medida usando el orificio que restringe el flujo).

En la Fig. 4 se representan los resultados de la prueba cuando se utiliza una velocidad de flujo del gas de 5 ml/min. Como se puede ver de los datos, el regulador de acero inoxidable usado en un procedimiento según la presente invención (regulador A), el regulador de aluminio usado en un procedimiento según la presente invención (regulador B) y el regulador de acero inoxidable disponible comercialmente (regulador C) presentaban unos patrones de comportamiento similares, donde las señales representadas mostraban un descenso inicial de la señal y a continuación la estabilización de la señal a niveles variables. En contraste, el regulador de latón chapado en níquel (regulador D) nunca mostró un incremento de la señal, lo que indica un agotamiento casi completo del sulfuro de hidrógeno de la corriente gaseosa debido a la reactividad y/o adsorción dentro del regulador. Se observó que todos los valores de las señales estaban por debajo de la señal de referencia.

El incremento de la velocidad de flujo del sulfuro de hidrógeno gaseoso a 10 ml/min también incrementó el rendimiento de los reguladores A, B y C. Las señales eran relativamente constantes a pesar de que los valores del estado constante aún eran inferiores a la señal de referencia. El regulador D seguía sin presentar ninguna señal. A un flujo normal de 50 ml/min y 100 ml/min los dos reguladores A y C de acero inoxidable se comportaron de manera similar. Las señales observadas para estos dos reguladores eran similares a las del orificio e invariables con el tiempo. El regulador B de aluminio presentaba un nivel de señal ligeramente inferior a 50 ml/min y un nivel de señal comparable a 100 ml/min. Como antes, el regulador D de latón chapado en níquel no presentaba ninguna señal. Los valores de la señal para las pruebas realizadas a 50 ml/min se representan en el gráfico de la Fig. 5.

Los resultados de estas pruebas muestran que un nuevo regulador no pasivado fabricado de acuerdo con la presente invención que se somete a una baja concentración de gas reactivo a velocidades de flujo variable se

comporta de una manera similar que un regulador de acero inoxidable convencional que haya sido sometido a varias horas de pasivación antes de ser puesto en servicio. En otras palabras, el regulador usado en un procedimiento según la presente invención elimina la necesidad de períodos de pasivación prolongados antes de ser puesto en servicio con una baja concentración de gas reactivo, particularmente cuando se utilizan velocidades de flujo de al menos 50 ml/min aproximadamente. Como se indica en los resultados representados en la Fig. 5, la concentración de salida del regulador A se desvió menos del 3% de la desviación estándar, y se mantuvo a un valor superior al 75% de la concentración de entrada durante la primera hora de servicio.

Efecto de la pasivación sobre el rendimiento del regulador

Se realizó una comparación entre el regulador C convencional de acero inoxidable y el regulador A de acero inoxidable usado en un procedimiento según la presente invención para determinar el efecto de la pasivación sobre el rendimiento de cada regulador. Cada regulador se sometió a pruebas con un suministro de 100 ppb de sulfuro de hidrógeno con el resto de nitrógeno a una velocidad de flujo de 5 ml/min y 100 ml/min.

Para la primera serie de pruebas, un regulador C bien pasivado que se había estado en servicio durante más de dos años se comparó con un nuevo regulador C que no se había sometido a pasivación alguna antes de su uso. Se realizó una comparación del rendimiento de ambos reguladores, y los resultados se representan en los gráficos de las Figs. 6 y 7. En particular, la Fig. 6 representa las señales (en área cromatográfica medida) de los nuevos reguladores C pasivados en función del tiempo de inyección a una velocidad de flujo de 5 ml/min, donde la señal representada marcada como "A" se refiere al regulador C pasivado y la señal representada marcada como "B" se refiere al nuevo regulador C. Como se indica en el gráfico de la Fig. 6, el regulador C que había sido pasivado previamente presenta una respuesta bastante constante, mientras que la señal correspondiente al nuevo regulador C decae muy rápidamente a valor cero.

En la siguiente prueba, el nuevo regulador C se pasivó durante 15 horas aproximadamente con 5000 ppm de sulfuro de hidrógeno con el resto de nitrógeno. Posteriormente los dos reguladores se sometieron a sulfuro de hidrógeno gaseoso a 100 ml/min, y los resultados están representados en el gráfico de la Fig. 7, donde las señales representadas marcadas como "A" se refieren al regulador C original completamente pasivado y la señal representada marcada como "B" se refiere a un regulador C parcialmente pasivado. Como se puede observar en el gráfico, la intensidad de la señal del regulador C completamente pasivado aún es significativamente superior a la señal obtenida con el regulador C parcialmente pasivado a 100 ml/min. Esto indica que aún se produce la adsorción superficial y/o reacción sobre las superficies del regulador C parcialmente pasivado.

Se llevaron a cabo cuatro series de pruebas similares con el regulador A, donde un regulador A se pasivó inicialmente durante un periodo de más de seis meses y otro regulador A no se sometió a pasivación alguna antes de la prueba inicial. En las dos series de pruebas a velocidades de flujo diferentes, se proporcionó un nuevo regulador A para las pruebas en lugar de un regulador parcialmente pasivado. Los resultados de las pruebas están representados en los gráficos de las Figs. 8 y 9, donde la señal representada marcada como "A" se refiere al regulador A inicialmente pasivado y la señal representada marcada como "B" se refiere al nuevo regulador A sin pasivar. Además, la Fig. 8 representa los resultados observados a una velocidad de flujo de 5 ml/min, mientras que la Fig. 9 representa los resultados observados a una velocidad de flujo de 100 ml/min.

Los resultados de las pruebas representados en las Figs. 6-9 indican que la diferencia entre los nuevos reguladores A pasivados (Fig. 8) no era tan significativa a una velocidad de flujo de 5 ml/min en comparación con los nuevos reguladores C pasivados (Fig. 6). Los resultados indican además que, a una velocidad de flujo de 100 ml/min, no había una diferencia significativa en la señal entre los nuevos reguladores A pasivados (Fig. 9). No obstante, aún se observaba una diferencia entre los reguladores C pasivados y parcialmente pasivados a la misma velocidad de flujo (Fig. 7).

Se cree que la diferencia en los resultados entre el regulador A (es decir, el regulador usado en la presente invención) y el regulador C está asociada a un área superficial interna reducida del regulador A que a su vez reduce las potenciales áreas humectables y minimiza el tiempo de residencia dentro del regulador. Los resultados indican además que, aunque la pasivación puede mejorar el rendimiento de un regulador A para una baja concentración de gases reactivos a velocidades de flujo bajas (por ejemplo, a 5 ml/min o inferior), el tiempo necesario para pasivar suficientemente un regulador A es significativamente inferior que para un regulador C.

Así, los resultados de las pruebas indican que es posible emplear un regulador de acuerdo con la presente invención con poca o ninguna pasivación necesaria para el procesamiento de gases reactivos a bajas concentraciones (por

- ejemplo, 10 ppm o inferior, aproximadamente). Dependiendo de la velocidad de flujo seleccionada para el gas (por ejemplo, a 50 ml/min aproximadamente o superior), el regulador puede ser puesto en servicio sin la necesidad de su pasivación mientras se mantiene una concentración de salida deseada (por ejemplo, dentro del 5% aproximadamente o inferior de la desviación estándar relativa, y al menos el 10% aproximadamente de la concentración de entrada) del gas reactivo que sale del regulador durante todo el uso del regulador.
- 5 Alternativamente, el regulador se puede pasivar durante un periodo de tiempo mínimo que es inferior al tiempo de pasivación necesario para reguladores convencionales de elevado volumen.
- 10 Habiendo descrito nuevos reguladores para su uso con gases reactivos y corrosivos a bajas concentraciones, se cree que los expertos en la materia sugerirán otras modificaciones, variaciones y cambios en vista de las enseñanzas expuestas en el presente documento. Por tanto debe entenderse que dichas variaciones, modificaciones y cambios se cree que entran dentro del alcance de la presente invención como se define por las reivindicaciones anexas.

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento de procesamiento de un gas reactivo a bajas concentraciones en un sistema de suministro de fluidos, comprendiendo el procedimiento:
- 5 (a) la proporción de un regulador sin filtro (1) que comprende:
 un alojamiento (2) que incluye una entrada (4), una salida (30) y una trayectoria de flujo de fluidos definida entre la entrada (4) y la salida (30) por superficies internas del alojamiento; y
 una sección (10, 12, 20) que regula la presión para reducir la presión de un gas reactivo que fluye a través del regulador (1) entre la entrada del alojamiento (4) y la salida del alojamiento (30);
- 10 donde una parte sustancial de las superficies internas del alojamiento está constituida de acero inoxidable o aluminio, el área combinada de las superficies internas que no supone más de 97 cm² aproximadamente, la trayectoria del flujo de fluidos que tiene un diseño sustancialmente recto o lineal, donde la sección que regula la presión incluye una pluralidad de fases que reducen la presión para reducir la presión del gas reactivo de una presión de entrada a una presión de salida que es inferior a la presión de entrada e incluye adicionalmente un agujero que se extiende axialmente
- 15 a través y entre los extremos longitudinales del alojamiento (2) que define una cámara (6) de alta presión para recibir el gas reactivo a la presión de entrada, una cámara (8) de presión intermedia para recibir el gas reactivo desde la cámara de alta presión (16) y reducir la presión o el gas reactivo desde la presión de entrada a una presión intermedia, y una cámara de baja presión para recibir el gas reactivo de la cámara de presión intermedia y reducir el gas reactivo de la presión intermedia a la presión de salida;
- 20 (b) la instalación del regulador en línea con una fuente de suministro de un gas reactivo en el sistema de suministro de fluidos; y
 (c) el paso del gas reactivo a través del regulador a una velocidad de flujo seleccionada para reducir la presión del gas reactivo desde una presión de entrada a una presión de salida que es inferior a la presión de entrada, y donde la cámara (8) de presión intermedia incluye un pistón móvil (10) que sella de manera liberable una apertura en la
- 25 interfaz entre las cámaras (6) de alta presión y (8) de presión intermedia durante el funcionamiento del regulador para controlar el flujo del gas reactivo hacia la cámara intermedia (8), y donde la cámara (16) de baja presión incluye un diafragma flexible (20) que sella de manera liberable una apertura entre partes de la cámara (16) de baja presión durante el funcionamiento del regulador para controlar el flujo de gas reactivo a través de la cámara (16) de baja presión hacia la salida del alojamiento (30).
- 30 2. El procedimiento de la reivindicación 1, donde el área combinada de las superficies internas no supera los 52 cm² aproximadamente.
3. El procedimiento de la reivindicación 1, donde el gas reactivo se selecciona del grupo constituido por
- 35 sulfuro de hidrógeno, dióxido de azufre, sulfuro de carbonilo, mercaptanos, cloruro de hidrógeno, cloro, tricloruro de boro, amonio, aminas, amidas, óxido nítrico, óxido nitroso, dióxido de nitrógeno, monóxido de carbono, dióxido de carbono, arsina, carbonos orgánicos volátiles (VOCs), compuestos oxigenados, y sus combinaciones.
4. El procedimiento de la reivindicación 1, donde el regulador se proporciona en línea con la fuente de
- 40 suministro del gas reactivo sin pasivación previa con el gas reactivo.
5. El procedimiento de la reivindicación 1, donde el gas reactivo se introduce en la entrada del alojamiento (6) del regulador (1) a una concentración de entrada no superior a 10 ppm aproximadamente y a una velocidad de flujo adaptada tal que la concentración de salida del gas reactivo procedente del regulador no disminuye a un valor inferior al
- 45 10% aproximadamente de la concentración de entrada durante un periodo inicial de una hora en el que el gas reactivo fluye a través del regulador (1).
6. El procedimiento de la reivindicación 1, donde el gas reactivo se introduce en la entrada del alojamiento del regulador a una concentración de entrada no superior a 10 ppm aproximadamente y a una velocidad de flujo adaptada de manera que la concentración de salida del gas reactivo procedente del regulador no se desvía más del 5%
- 50 aproximadamente de la desviación estándar relativa.
7. El procedimiento de la reivindicación 1, donde el sistema de suministro de fluidos está desprovisto de filtro en cualquier localización aguas arriba del regulador.
- 55 8. El procedimiento de la reivindicación 1, donde el regulador (1) comprende adicionalmente un miembro (26) de control de presión aplicado al diafragma (20), siendo manipulado selectivamente el miembro (26) de control de presión para controlar la cantidad de fuerza aplicada al diafragma (20) para así controlar el flujo de gas reactivo a través de la cámara (16) de baja presión así como el nivel de presión del gas reactivo en la salida del alojamiento.

9. El procedimiento de la reivindicación 1, donde el regulador (1) incluye un alojamiento alargado hueco (2) compuesto de tres secciones fijadas entre sí a rosca.

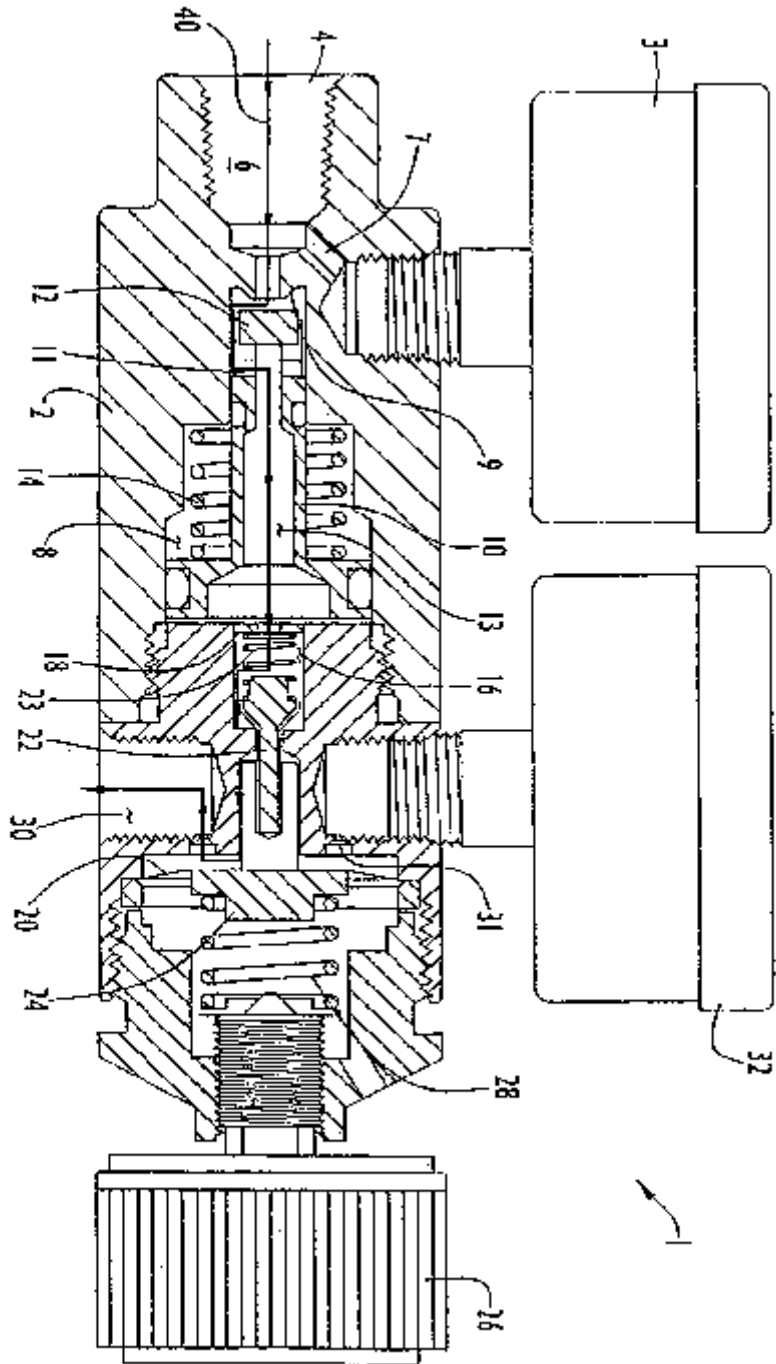


FIG. 1

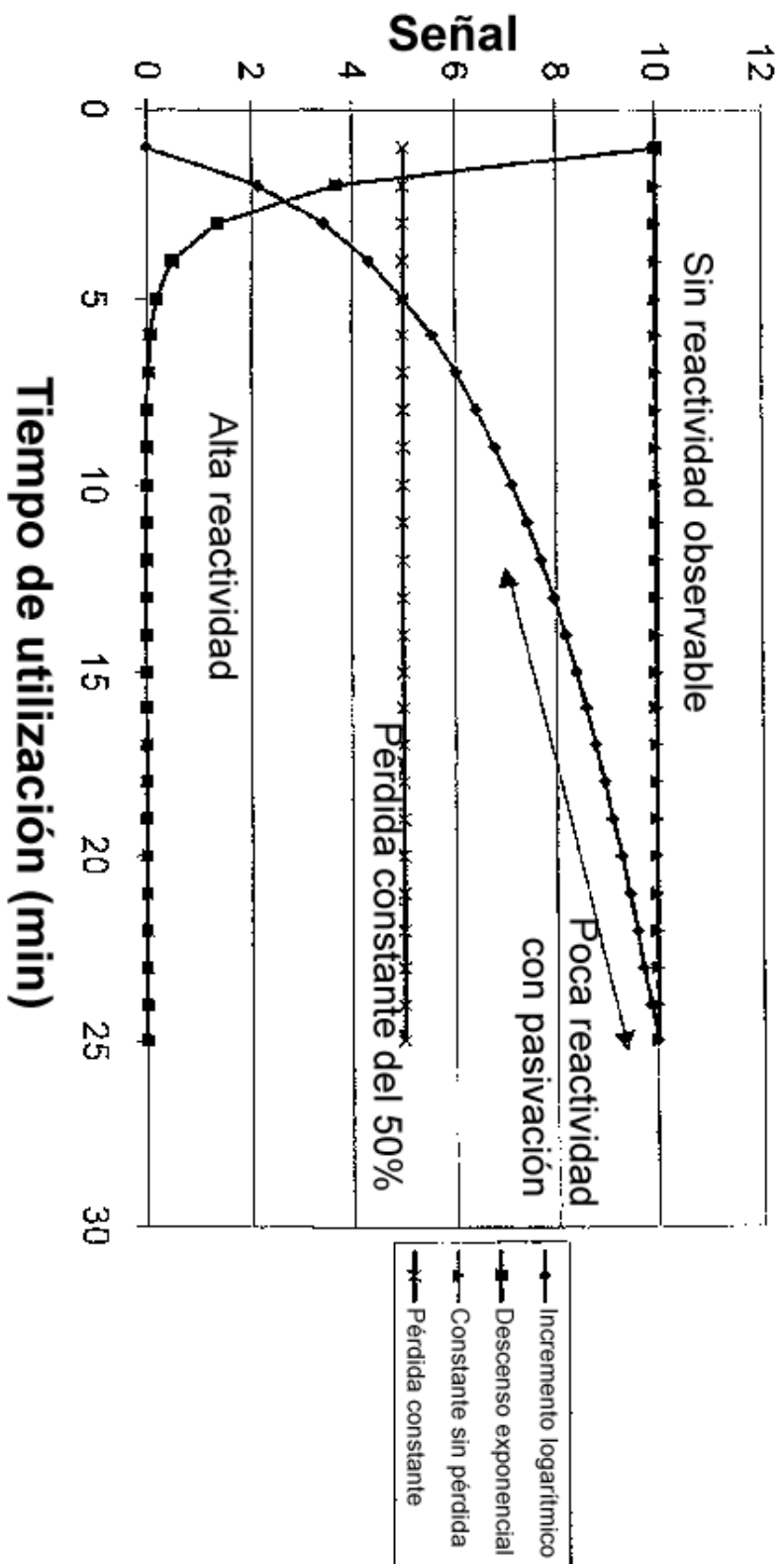
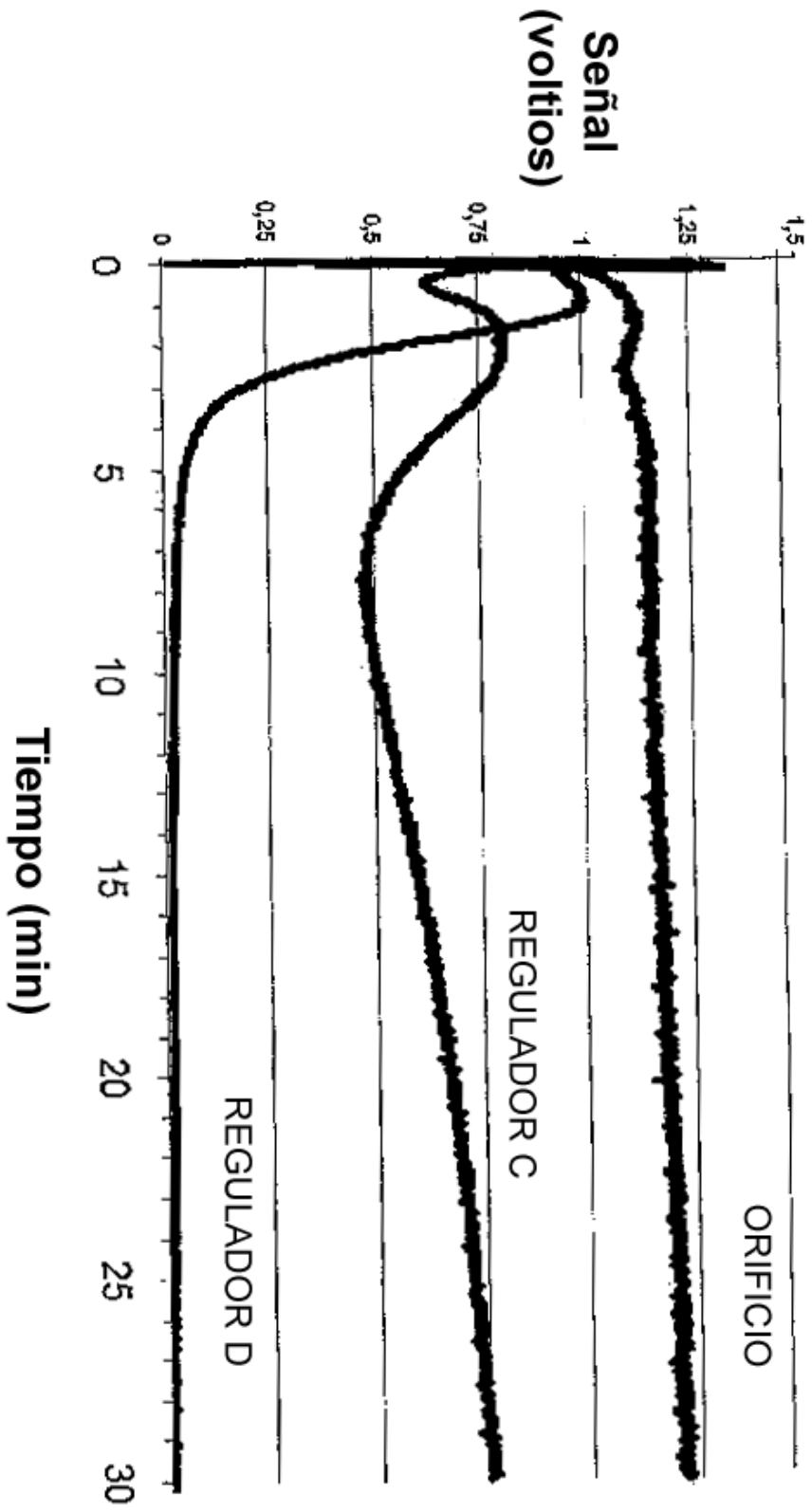


FIG.2



Tiempo (min)
FIG.3

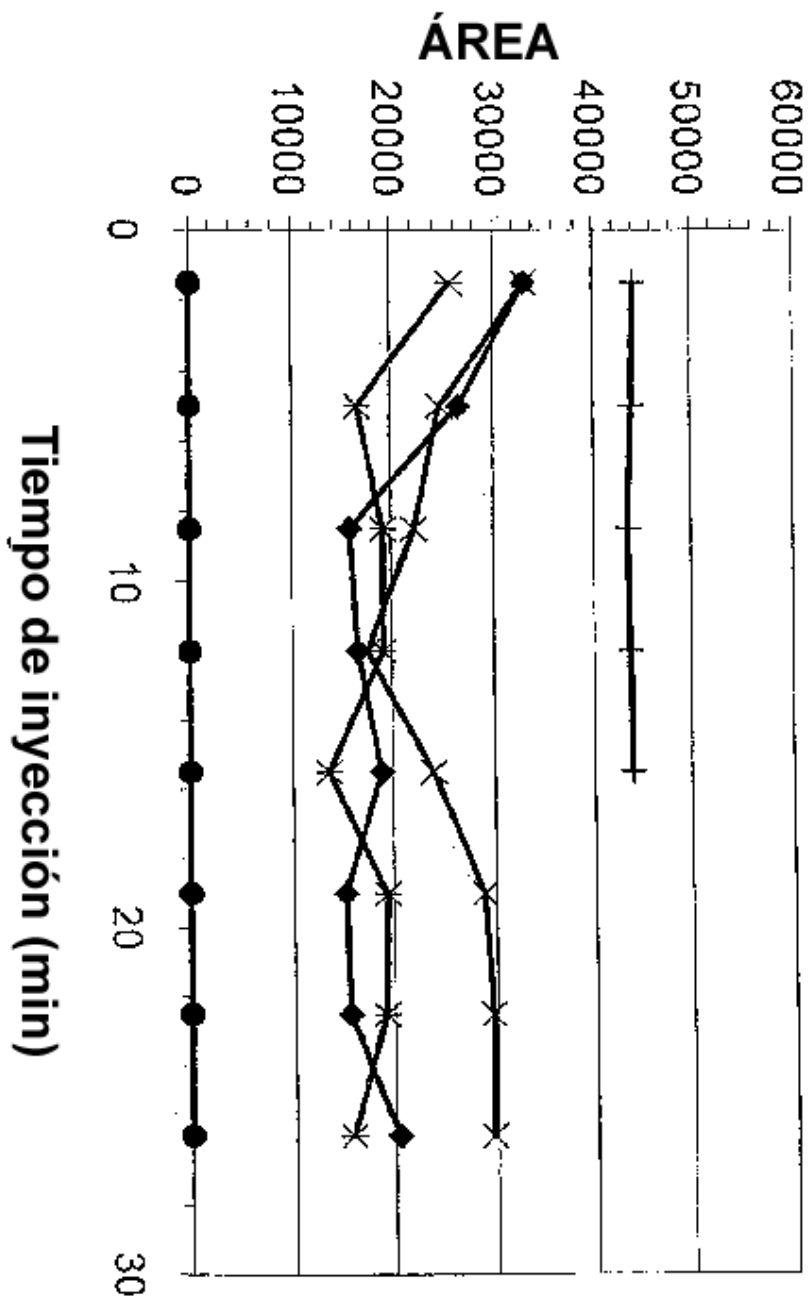
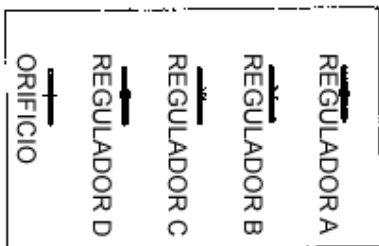
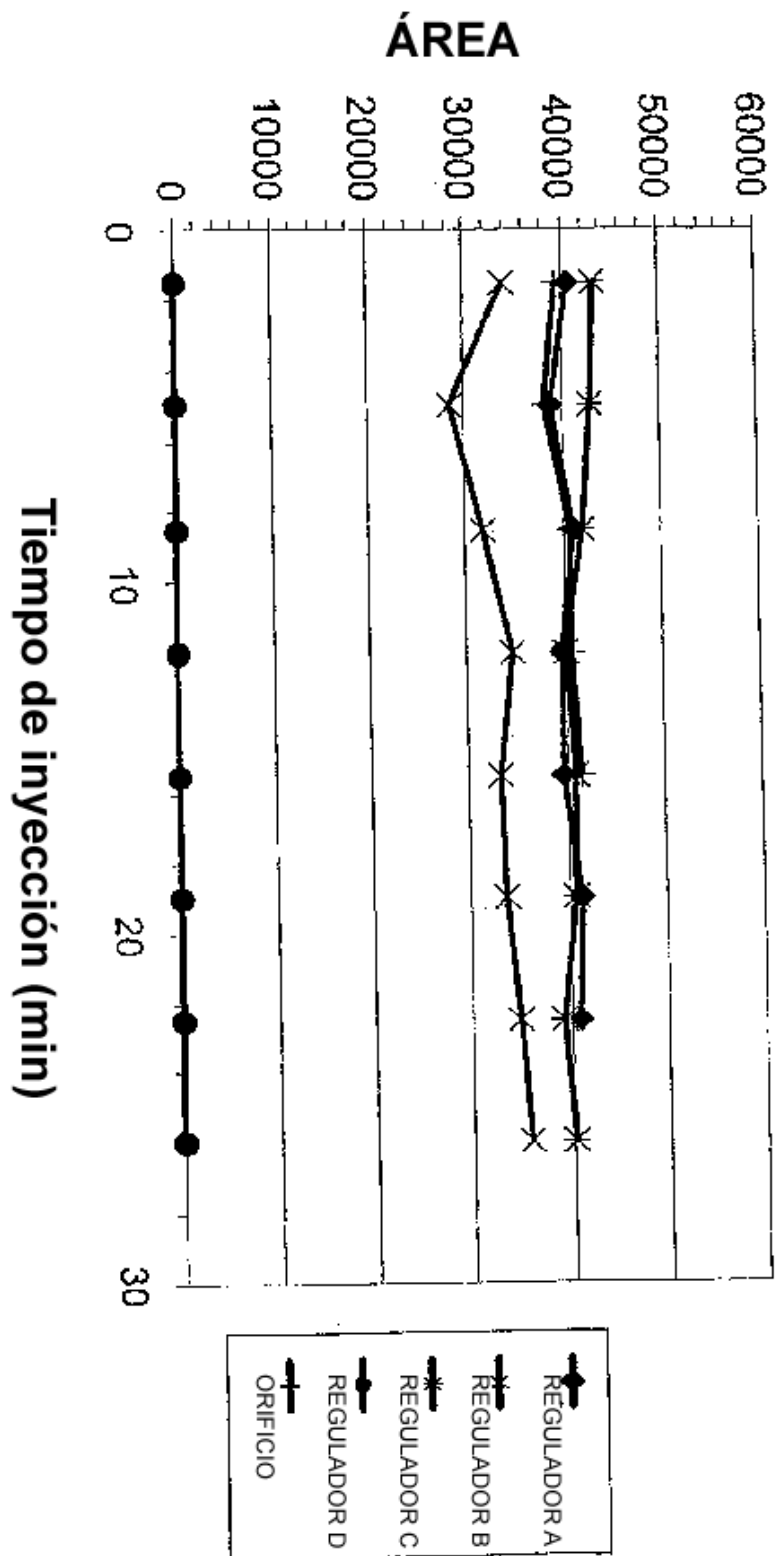


FIG.4





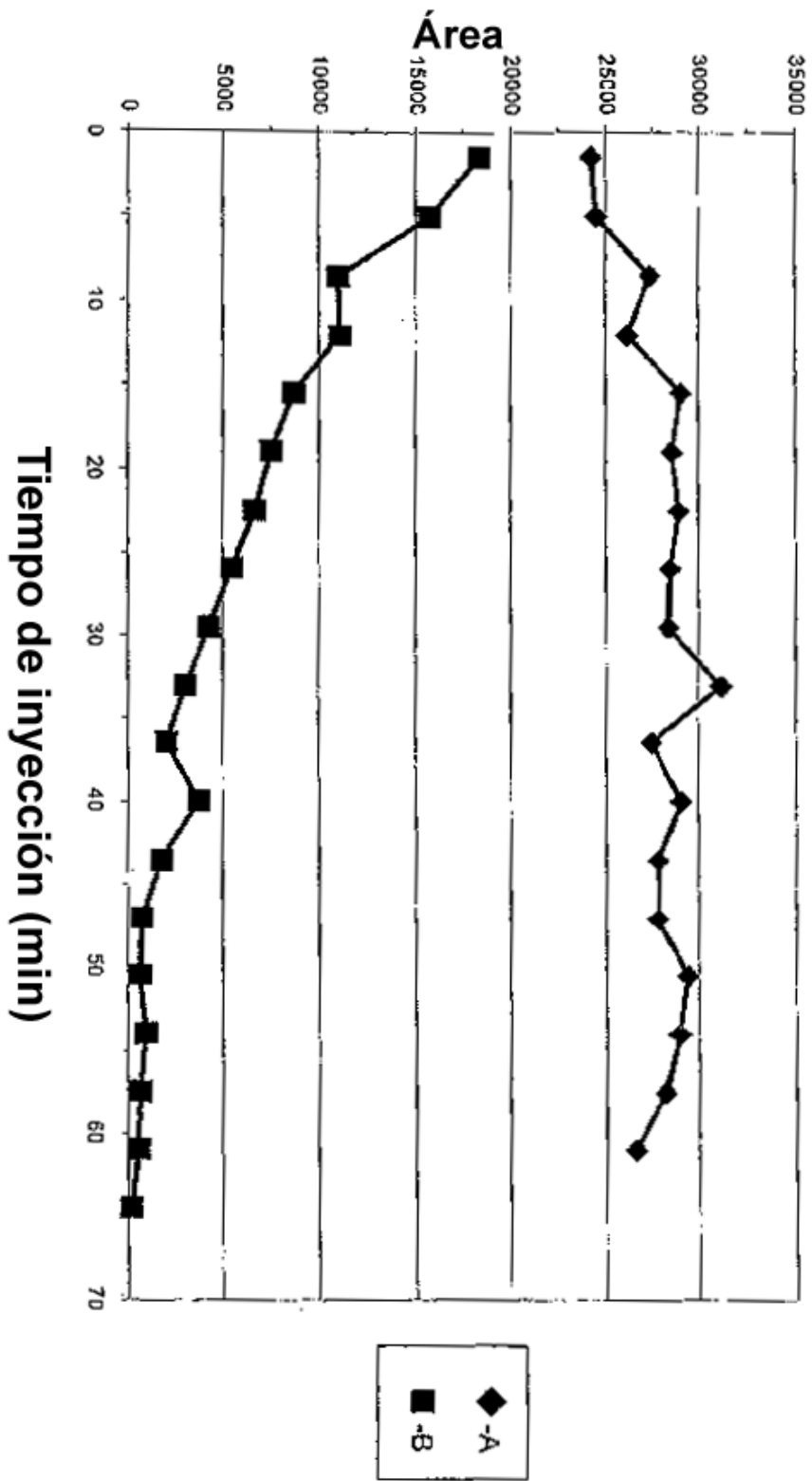


FIG.6

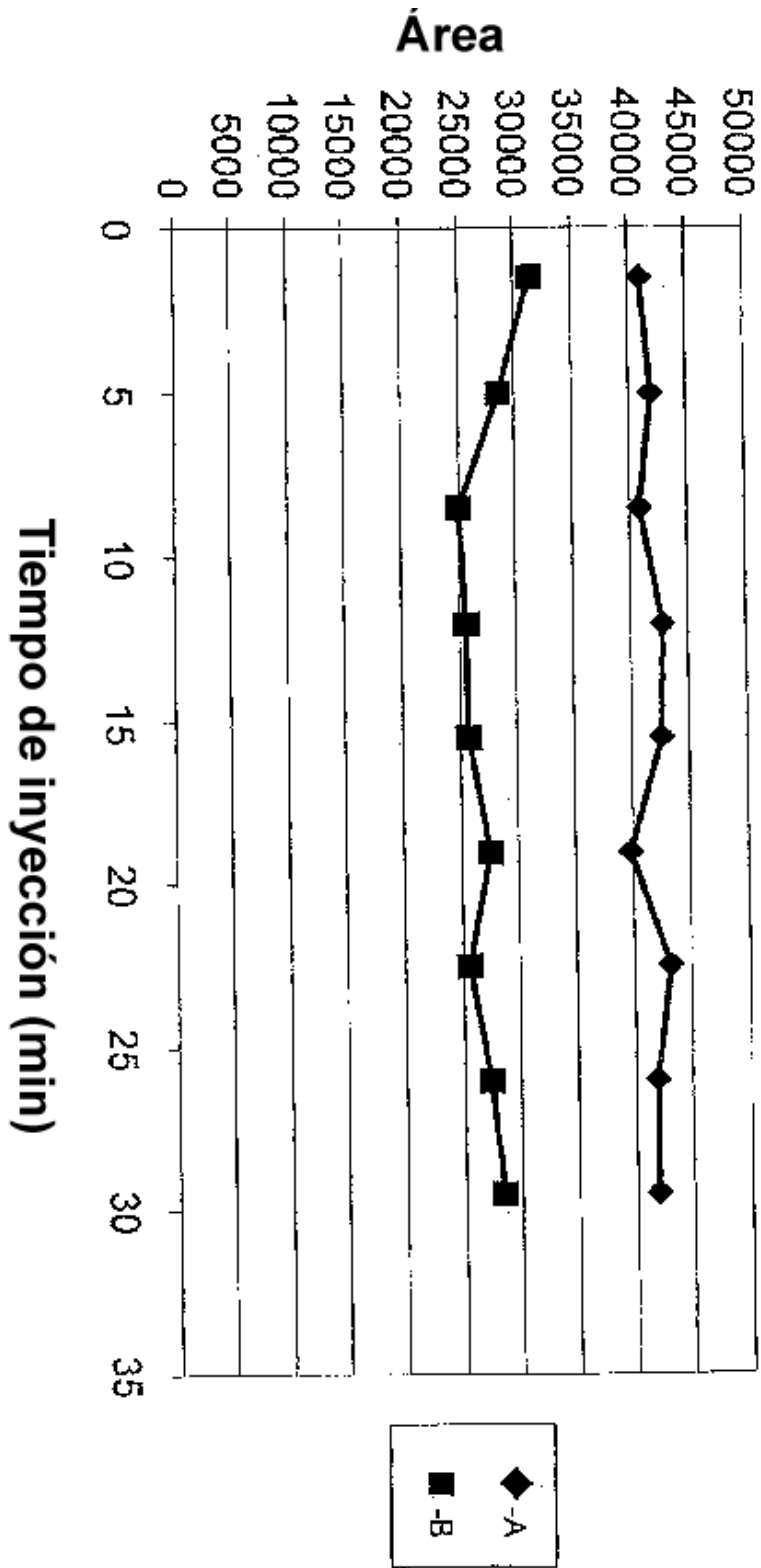
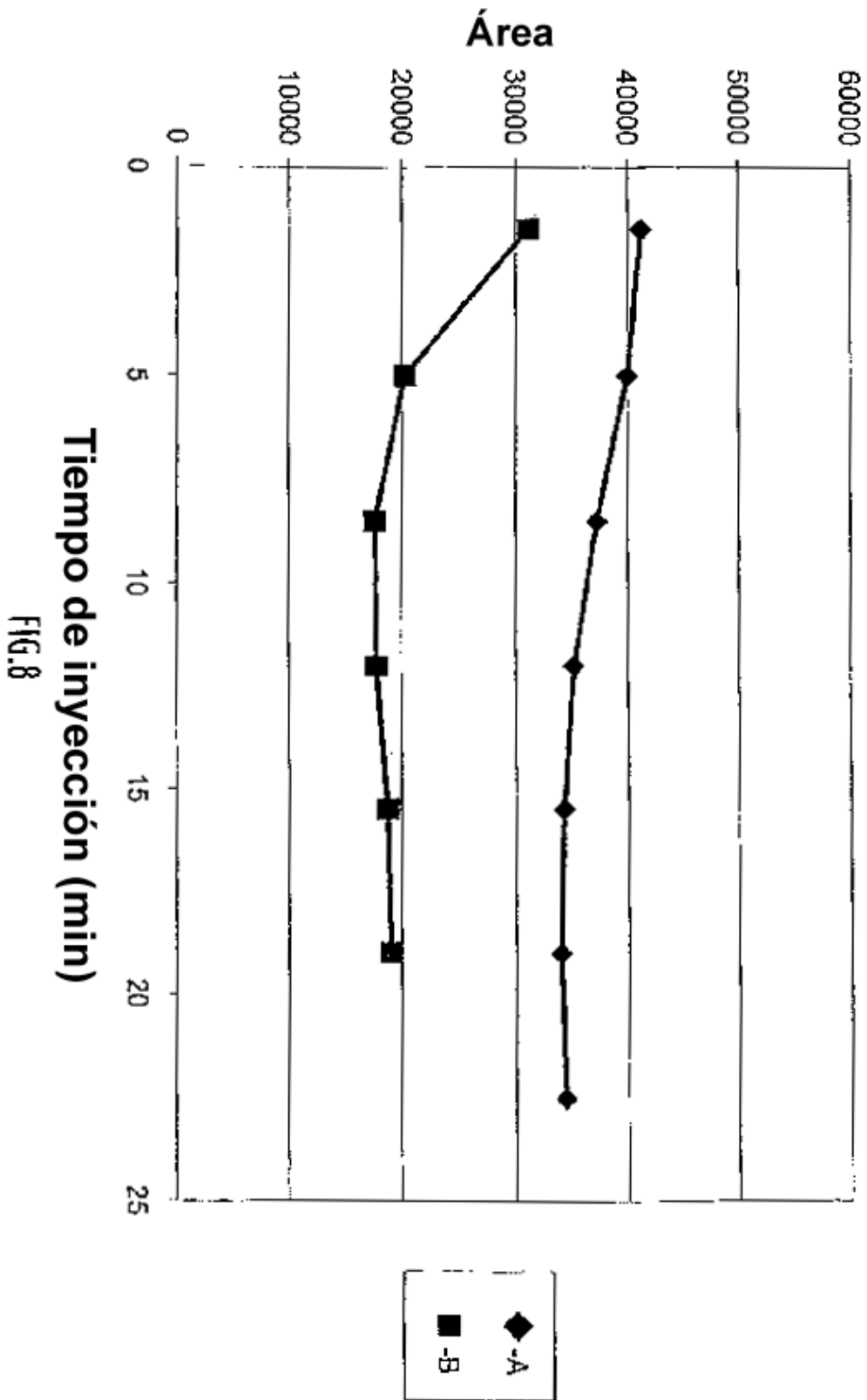


FIG.7



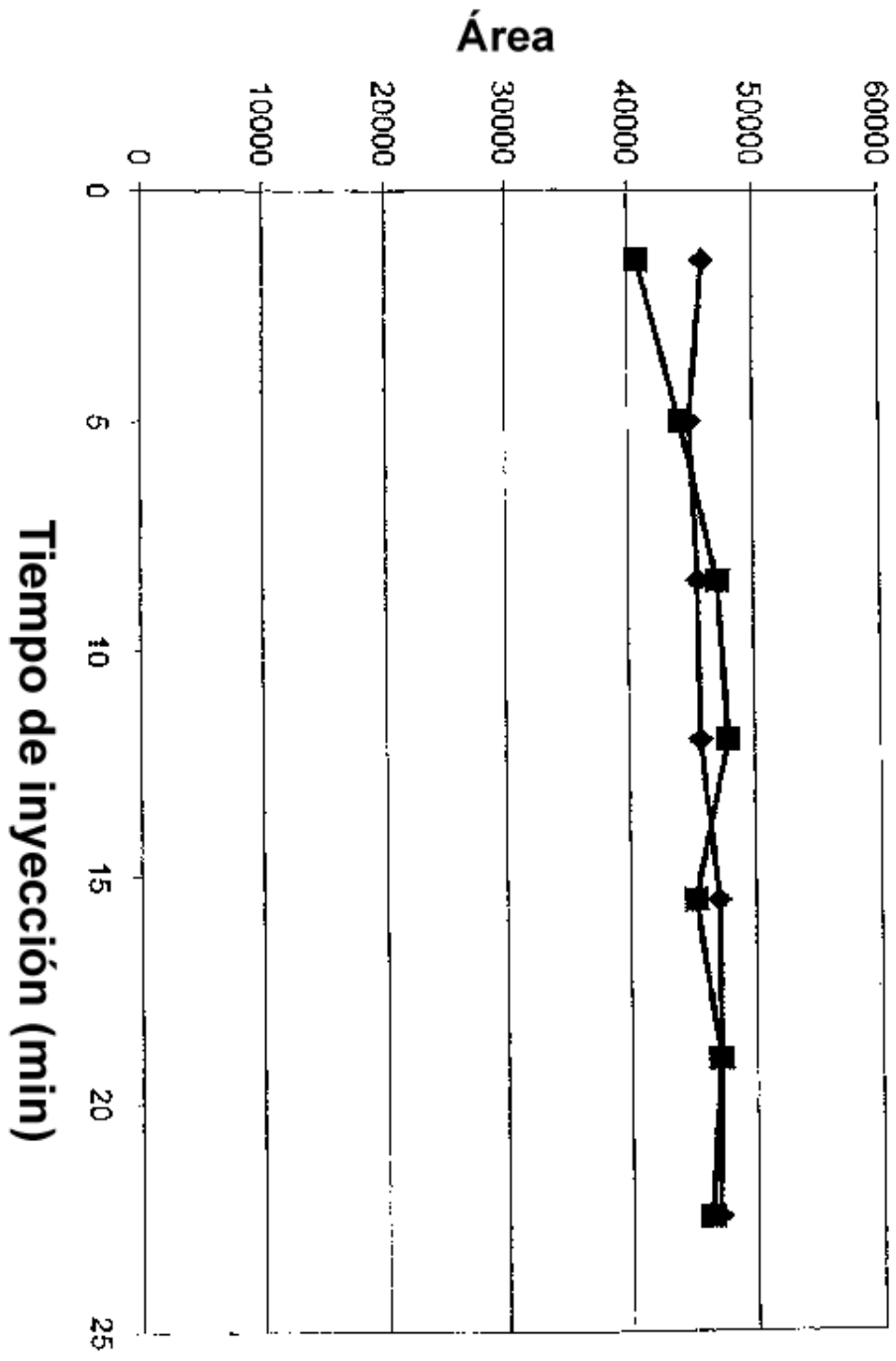


FIG.9
Tiempo de inyección (min)

