Оригинальная статья

УДК 628.53:546.49:661.718 © К.И. Власенкова✉, К.В. Валеев, 2026

ФГБОУ ВО «Казанский национальный исследовательский технологический университет», 420015, г. Казань, Россия
✉ e-mail: minaltyn2000@mail.ru

Original Paper

UDC 628.53:546.49:661.718 © K.I. Vlasenkova✉, K.V. Valeev, 2026

Kazan National Research Technological University, Kazan, 420015, Russian Federation
✉ e-mail: minaltyn2000@mail.ru

Вакуумная очистка газов от паров ртути и металлоорганических соединений с применением каменного угля при производстве полупроводников

Vacuum stripping to remove mercury vapors and organometallic compounds using coal in semiconductor production

DOI: http://dx.doi.org/10.18796/0041-5790-2026-10-71-74

В статье рассмотрена проблема очистки газовых выбросов полупроводникового производства от высокотоксичных компонентов – паров ртути и металлоорганических соединений. Предложена технология вакуумной адсорбционной очистки с использованием гранулированного каменноугольного активированного угля марки АГ-3. Экспериментально установлено, что применение спирального насоса НВСП-35 позволяет создать оптимальное остаточное давление 0,2-0,3 кПа, обеспечивающее степень очистки по ртути 99,98%, по металлоорганическим соединениям – не менее 99,87%. Динамическая сорбционная емкость угля по ртути достигла 19,4 мг/г. Разработанный режим термической регенерации при 180°С и остаточном давлении 0,05-0,07 кПа обеспечивает восстановление сорбционной емкости на 93-95% за 5 ч. Предложенная технология может быть интегрирована в существующие производственные линии как автономная модульная установка замкнутого цикла.

Ключевые слова: *вакуумная очистка, пары ртути, металлоорганические соединения, активированный уголь, каменный уголь, спиральный насос НВСП-35, адсорбция, регенерация, полупроводниковое производство.*

Для цитирования: Власенкова К.И., Валеев К.В. Вакуумная очистка газов от паров ртути и металлоорганических соединений с применением каменного угля при производстве полупроводников // Уголь. 2026;(10):71-74. DOI: 10.18796/0041-5790-2026-10-71-74.

ВЛАСЕНКОВА К.И.
Аспирант, ассистент кафедры ВТЭУ ФГБОУ ВО «Казанский национальный исследовательский технологический университет», 420015, г. Казань, Россия, e-mail: minaltyn2000@mail.ru

ВАЛЕЕВ К.В.
Канд. техн. наук, доцент ФГБОУ ВО «Казанский национальный исследовательский технологический университет», 420015, г. Казань, Россия, e-mail: kirval116@mail.ru

Abstract

The article addresses the problem of purifying gas emissions from semiconductor production from highly toxic components – mercury vapor and organometallic compounds. A vacuum adsorption purification technology using granular coal-based activated carbon of grade AG-3 is proposed. It has been experimentally established that the use of a spiral

pump NVSP-35 allows creating an optimal residual pressure of 0.2-0.3 kPa, providing a purification efficiency of 99.98% for mercury and at least 99.87% for organometallic compounds. The dynamic adsorption capacity of the activated carbon for mercury reached 19.4 mg/g. The developed thermal regeneration mode at 180 °C and a residual pressure of 0.05-0.07 kPa ensures the recovery of adsorption capacity by 93-95 % within 5 hours. The proposed technology can be integrated into existing production lines as a stand-alone closed-loop modular unit.

Keywords

Vacuum purification, mercury vapor, organometallic compounds, activated carbon, coal, spiral pump NVSP-35, adsorption, regeneration, semiconductor production.

For citation

Vlasenkova K.I., Valeev K.V. Vacuum stripping to remove mercury vapors and organometallic compounds using coal in semiconductor production. *Ugol'*. 2026;(10):71-74. (In Russ.). DOI: 10.18796/0041-5790-2026-10-71-74.

ВВЕДЕНИЕ

В технологических процессах производства полупроводниковых структур, в частности при металлоорганическом химическом осаждении из газовой фазы (MOCVD), молекулярно-лучевой эпитаксии и жидкофазном синтезе, неизбежно образование высокотоксичных отходящих газов. Среди основных загрязнителей – пары ртути (Hg^0) и металлоорганические соединения (МОС): диметилртуть ($CH_3–Hg–CH_3$), диэтилтеллурид ($C_2H_5–Te–C_2H_5$), триметилгаллий ($Ga(CH_3)_3$) и др. Эти вещества отличаются высокой летучестью, склонностью к сорбции на технологическом оборудовании и выраженным кумулятивным токсическим действием. Предельно допустимые концентрации (ПДК) для ртути в воздухе рабочей зоны составляют 0,01 мг/м^3, для большинства металлоорганических соединений – сотые доли миллиграмма, что требует создания замкнутых высокоэффективных систем газоочистки [1, 2, 3].

Среди существующих методов (химическая абсорбция, термическое окисление, каталитическое разложение) адсорбция на активированных углях занимает лидирующее положение благодаря простоте аппаратурного оформления, высокой удельной поверхности сорбентов и возможности регенерации. Каменноугольные активированные угли, обладающие развитой микропористой структурой (преимущественно поры диаметром 0,5-2,0 нм) и гидрофобной поверхностью, проявляют максимальное сродство к неполярным молекулам металлоорганических соединений и элементарной ртути [4, 5].

Ключевым звеном, определяющим эффективность процесса, является система создания вакуума, обеспечивающая как низкое остаточное давление в зоне адсорбции, так и возможность термической регенерации сорбента без использования химических реагентов. В данной работе в составе вакуумного блока применяется спиральный насос НВСП-35 [6, 7] (производительность – 35 м^3/ч, предельное остаточное давление – 0,5 Па), который благодаря безмасляной конструкции и устойчивости к воздействию агрессивных компонентов газовой фазы обеспечивает стабильность откачных параметров в течение длительного времени [8].

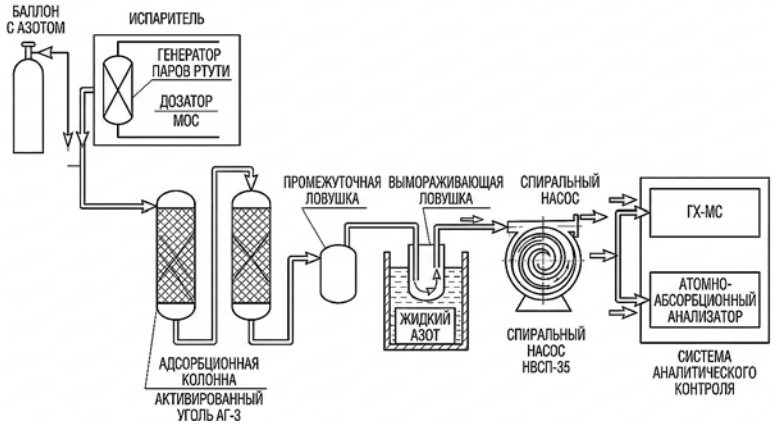
Целью работы являются разработка и экспериментальное обоснование технологических параметров вакуумной адсорбционной очистки газовых выбросов от паров ртути и металлоорганических соединений с использованием гранулированного каменноугольного активированного угля и спирального насоса НВСП-35 в условиях полупроводникового производства.

ОСНОВНОЙ РАЗДЕЛ

В качестве сорбента применяется гранулированный активированный уголь марки АГ-3 (фракция, 1,5-2,5 мм) на основе каменноугольного кокса, характеризующийся насыпной плотностью 0,45-0,55 г/см^3, общей площадью поверхности (по БЭТ) 950-1050 м^2/г и преобладающим размером микропор 1,1 нм. Перед использованием уголь подвергается термической активации в токе азота при 200°C в течение 4 ч для удаления адсорбированной влаги и летучих примесей.

Установка состоит из двух последовательно соединенных адсорбционных колонн из нержавеющей стали (высота слоя – 1,5 м, диаметр – 0,15 м), между которыми установлена промежуточная ловушка для конденсации тяжелых компонентов. Вакуумный контур включает спиральный насос НВСП-35, оснащенный системой регулирования частоты вращения и входным фильтром тонкой очистки. Перед насосом смонтирована вымораживающая ловушка с жидким азотом для защиты от проскока паров металлоорганических соединений. Схема экспериментальной установки представлена на *рисунке*.

Газовую смесь готовят испарением жидких реагентов в потоке азота высокой чистоты (99,999%). Концентрацию ртути задавали с помощью генератора паров ртути ГПР-1 (диапазон – 0,1–100 мг/м^3), металлоорганических соединений путем дозирования их жидкой фазы микрошприцем в испаритель. Анализ содержания ртути проводится атомно-



Технологическая схема очистки газов

A process flow diagram of gas purification

Показатели очистки газовой смеси

Gas mixture purification indicators

Компонент	Концентрация на входе, мг/м³	Концентрация на выходе, мг/м³	Степень очистки, %	Динамическая емкость, мг/г	Время до проскока (0,01 ПДК), ч
Пары ртути (Hg^0)	25,3 ± 1,5	< 0,005	99,98	19,4	168
Диметилртуть	15,8 ± 0,8	< 0,02	99,87	28,6	192
Диэтилтеллурид	15,8 ± 0,8	< 0,01	99,92	27,1	186

абсорбционным методом на приборе «Юлия-2МК», металлоорганических соединений – газовой хроматографией с масс-селективным детектором (ГХ-МС).

В процессе предварительных испытаний установлено, что оптимальная температура сорбции составляет 35±2°C. При более низких температурах возрастает вероятность конденсации влаги и образования жидкой фазы в порах, что снижает динамическую активность. Повышение температуры выше 50°C приводит к уменьшению равновесной емкости по ртути на 18–22% вследствие усиления десорбционных процессов.

Процесс очистки проводится при остаточном давлении 0,2-0,3 кПа [9], создаваемом насосом НВСП-35. Линейная скорость газа на входе в колонну составляла 0,15 м/с (объемная скорость – 1,2 объема слоя в час). Исходные концентрации загрязнителей: пары ртути – 25,3±1,5 мг/м³, диметилртуть – 15,8±0,8 мг/м³, диэтилтеллурид – 12,2±0,6 мг/ м³. Выходные концентрации контролировали ежечасно.

В *таблице* приведены усредненные результаты непрерывного цикла продолжительностью до 200 ч. В качестве времени до проскока принято время достижения выходной концентрации, равной 0,01 ПДК для каждого компонента.

Как видно из представленных данных, применение вакуумного режима совместно с развитой микропористой структурой угля АГ-3 обеспечивает глубокую очистку, превышающую требования ПДК для воздуха рабочей зоны. Выходные концентрации ртути составили менее 0,005 мг/ м³, что на порядок ниже нормативных значений.

Для активированного угля, обработанного в вакууме, динамическая сорбционная емкость достигла 19,4 мг/г по ртути, 28,6 мг/г по диметилртути и 27,1 мг/г по диэтилтеллуриду [10, 11].

Проскоковая концентрация (0,01 мг/м³ для ртути, 0,02 мг/м³ для диметилртути, 0,01 мг/м³ для диэтилтеллурида) была зафиксирована после 168 ч для ртути, 192 ч для диметилртути и 186 ч для диэтилтеллурида. Полученные значения времени защитного действия слоя позволяют прогнозировать ресурс работы адсорберов между регенерациями.

Регенерацию насыщенного сорбента проводили при отключении подачи газа и нагреве адсорбционных колонн до 180°C при одновременной откачке насосом НВСп-35 до остаточного давления 0,05-0,07 кПа. Продолжительность регенерации составляла 5 ч, десорбированные примеси улавливались в конденсаторе с жидким азотом. После регенерации сорбционная емкость восстанавливалась на 93-95% от первоначальной, что позволило провести 20 циклов «сорбция – регенерация» без заметной деградации механических и адсорбционных свойств угля.

Особое внимание уделяется спиральному вакуумному насосу, который благодаря своей конструкции обладает уникальными характеристиками, такими как безмасляность, низкий уровень шума и малые вибрации. Благодаря спиральным элементам и отсутствию масла в рабочей камере насос сохраняет стабильные параметры откачки (производительность – 34,5-35,2 м³/ч, предельное остаточное давление 0,52-0,55 Па) на протяжении всего эксперимента. Защитная вымораживающая ловушка перед входом в насос обеспечивает практически полное отсутствие органических соединений в масле системы управления. Потребляемая мощность не превышала 1,6 кВт, что подтверждает энергоэффективность предложенного решения [12].

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Разработана и экспериментально апробирована технология вакуумной адсорбционной очистки газовых выбросов от паров ртути и металлоорганических соединений с использованием гранулированного каменноугольного активированного угля марки АГ-3. Показано, что применение спирального насоса НВСП-35 позволяет создать стабильный вакуум (0,2-0,3 кПа) в зоне адсорбции, необходимый для достижения степени очистки 99,9% и более. Установлено, что динамическая емкость сорбента по ртути достигает 19,4 мг/г, время до проскока при заданной выходной концентрации составляет 168 ч. Регенерация угля при 180°C и остаточном давлении 0,05-0,07 кПа обеспечивает восстановление емкости на 93-95% за 5 ч.

Результаты исследований позволяют рекомендовать предложенную технологическую схему для внедрения на предприятиях полупроводниковой промышленности в составе автономных модульных установок замкнутого цикла. Дальнейшие исследования целесообразно направить на оптимизацию конструктивных параметров адсорбционных колонн и разработку автоматизированной системы управления процессом регенерации.

Список литературы • References

1. Mathematical description of birch bark impregnation and heating process of birch bark with toluene / A. Safina, L. Nazipova, R. Safin et al. E3S Web of Conferences: XVI International Scientific and Practical Conference "State and Prospects for the Development of Agribusiness. INTERAGROMASH 2023", Rostov-on-Don, Russia, 01-05 March 2023, Vol. 413. Rostov-on-Don, Russian Federation. EDP Sciences, 2023. P. 06007. DOI: 10.1051/e3sconf/202341306007.
2. Wang B. et al. Adsorption of heavy metal onto biomass-derived activated carbon. *RSC advances.* 2023;13(7):4275-4302.
3. Gayathiri M. et al. Activated carbon from biomass waste precursors: Factors affecting production and adsorption mechanism. *Chemosphere.* 2022;(294):133764.

4. Mercury adsorption in the gas phase by regenerable Au-loaded activated carbon. *New Journal of Chemistry*. 2020.
5. Understanding mercury binding on activated carbon. *Carbon*. 2009.
6. Власенкова К.И., Райков А.А., Бурмистров А.В. Сравнение характеристик многозаходных спиральных насосов / Техника и технология нефтехимического и нефтегазового производства. Омск, 2025. С. 21-22. Материалы 15-й Международной научно-технической конференции.
7. Сравнительный анализ многозаходных и однозаходных спиральных насосов / К.И. Власенкова, А.А. Райков, А.В. Бурмистров и др / Вакуумная техника, материалы и технология. Москва, 2025. С. 29-30. Тезисы XIX международной научно-технической конференции.
8. Sevilla M., Diez N., Fuertes A.B. More sustainable chemical activation strategies for the production of porous carbons. *ChemSusChem*. 2021;14(1):94-117.
9. Safina A.V., Valeev K.V., Ziatdinov D.F. Method for determining the mass conductivity coefficient of wood when extracting biologically active substances from it. Journal of Physics: Conference Series: III International Conference on Metrological Support of Innovative Technologies (ICMSIT-III-2022), Krasnoyarsk, 03-05 March 2022. Vol. 2373. Krasnoyarsk, IOP Publishing Ltd, 2022. P. 42004. DOI: 10.1088/1742-6596/2373/4/042004.
10. Novel Activated Carbon-Based Composite for Enhanced Mercury Removal. *Water*. 2025.
11. Hu B. et al. Engineering carbon materials from the hydrothermal carbonization process of biomass. *Advanced materials.* 2010;22(7): 813-828.
12. Prakash M.O. et al. Characterization of porous activated carbon prepared from arhar stalks by single step chemical activation method. *Materials Today: Proceedings*. 2021;(39):1476-1481.

Authors Information
Vlasenkova K.I. – Postgraduate Student, Assistant of the Department of Vacuum Technology for Electrophysical Installations, Kazan National Research Technological University, Kazan, 420015, Russian Federation, e-mail: minaltyn2000@mail.ru
Valeev K.V. – PhD (Engineering), Associate Professor, Kazan National Research Technological University, Kazan, 420015, Russian Federation, e-mail: kirval116@mail.ru

Информация о статье
Поступила в редакцию: 30.03.2026
Поступила после рецензирования: 17.09.2026
Принята к публикации: 30.09.2026

Paper info
Received March 30, 2026
Reviewed September 17, 2026
Accepted September 30, 2026