

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

259586
(11) (B1)

[22] Prihlášené 15 01 87
[21] (PV 268-87.Z)

[51] Int. Cl.⁴
C 07 C 15/08

[40] Zverejnené 15 03 88

[45] Vydané 15 03 89

[75]
Autor vynálezu

ČECH JURAJ RNDr., PEZINOK, FABUŠOVÁ IVA ing.,
ŠKROVINA PETER ing., FRIED PAVEL ing., BRATISLAVA,
ŠINGLIAR MICHAL doc. ing. CSc., PRIEVIDZA, VOJTECH EMIL,
BRATISLAVA

(54) Spôsob prípravy čistého xylénu

1

Xylén sa diskontinuálne alebo kontinuálne rektifikuje za atmosférického tlaku alebo vákua, bez prístupu vzduchu. Odoberá sa frakcia pri vymezenej strednej teplote, ktorá je rovnovážnou teplotou vzhľadom na pracovný tlak. Pracovný tlak je z intervalu tlakov 8 až 101,32 kPa. Destilát sa priamo vedie cez sústavu mikrofiltrov s pórovitosťou 0,8 μm , 0,4 μm a 0,2 μm .

2

Vynález sa týka prípravy zvlášť čistého xylénu použitím fyzikálno-chemických metód čistenia.

Xylén sa používa ako oplachovadlo pri výrobe integrovaných obvodov pre mikroelektroniku. Pre tento účel používaný xylén musí vyhovovať prísny kritériám čistoty, ktoré výrobky bežnej komerčnej čistoty nespĺňajú. Nečistoty, ktoré sa v týchto výrobkoch nachádzajú, možno zaradiť do dvoch skupín:

I. skupina — nečistoty organického charakteru, ktoré predstavujú zvyšky vstupných surovín, nečistoty vstupných surovín a tiež produkty vedľajších reakcií.

II. skupina — nečistoty anorganického charakteru, napr. ióny kovov uvoľnené koróziou výrobného zariadenia, prachové častice pri styku s okolitým vzduchom.

Vyššie uvedené nedostatky nemá spôsob prípravy zvlášť čistého xylénu, ktorého podstata tkvie v tom, že vyrábaný xylén čistoty „čistý“, alebo p. a., alebo „polymerizačný“ sa kontinuálne alebo diskontinuálne destiluje za zníženého alebo atmosférického tlaku v aparátúre, ktorej materiál je odolný koróznym vplyvom xylénu, pričom sa odoberá frakcia pri teplote $t_0 \pm 1^\circ\text{C}$ danej vzťahom

$$t_0 = \frac{1472,733}{8,14049 - \log p} - 217,808$$

kde

t_0 je teplota varu zodpovedajúca pracovnému tlaku vo $^\circ\text{C}$ a

p je pracovný tlak v destilačnej aparátúre v kPa.

Destilát sa následne vedie cez sústavu mikrofiltrov, ktoré zabezpečujú dosiahnutie kvality produktu z hľadiska množstva a distribúcie heterogénnych nečistôt takto:

veľkosť častíc	počet v 1 dm ³
1 až 5 μm	max. 20 000
5 až 25 μm	max. 3 000
nad 25 μm	max. 500

Veľkosť otvorov pórov membrán v jednotlivých filtračných stupňoch je klesajúca v smere toku filtrovaného média.

Vysokočistý xylén kvality pre mikroelek-

troniku sa pripraví z komerčných druhov xylénu takto:

Xylén komerčnej čistoty sa prečerpá do zásobníka a odtiaľ sa nastrekuje dávkovacím čerpadlom do rektifikačného zariadenia. Rektifikáciu je možné viesť kontinuálne, alebo diskontinuálne. Tlakovo-teplotné podmienky v priestore destilačného zariadenia sú rovnovážneho charakteru, pričom pracovný tlak sa nastaví v oblasti od 8 kPa do 101,32 kPa. Teplota odberu produktu je $t_0 = 1^\circ\text{C}$, pričom t_0 je rovnovážna teplota varu xylénu pri danom pracovnom tlaku z vyššie uvedeného rozsahu pracovných tlakov.

Destilát sa zachytáva do predlohy tak, že je zamedzené prístupu vzduchu do predlohy. Destilát sa z destilačnej predlohy následne vedie do stupňa filtrácie. Filtrácia sa uskutočňuje viacstupňovým spôsobom tak, že filtre sú umiestnené za sebou a veľkosť pórov membrán klesá v smere toku filtrovaného média. Produkt po rektifikácii a filtrácii sa analyzuje na obsah chemických i heterogénnych nečistôt. Filtračné i destilačné zariadenie musí byť z materiálov odolných pôsobeniu xylénu a jeho sprievodných prímiesí.

Pr í k l a d

Xylén kvality „polymerizačný“ sa v množstve 100 litrov načerpá do zásobníka a odtiaľ postupne dávkovo skleneným čerpadlom rýchlosťou 18 litrov/h do varáka sklenenej destilačnej odparky SIMAX s krátkou rektifikačnou náplňovou kolónou. Pracovný tlak v kolóne bol 101,32 kPa. Odoberal sa produkt so začiatkom destilácie $t_0 = 137,5$ stupňov Celzia a koncom destilácie pri $t_0 = 139,5^\circ\text{C}$. Produkt sa z destilácie viedol pomocou skleneného čerpadla do trojstupňovej filtrácie. Telesá filtrov boli z ocele triedy 17. Filtračné membrány použité na odstránenie heterogénnych častíc destilátu mali veľkosti pórov:

1. stupeň 0,8 μm
2. stupeň 0,4 μm
3. stupeň 0,2 μm

Analýza produktu potvrdila porovnaním so surovinou, že produkt vyhovuje kvalite pre mikroelektroniku:

Tabuľka

	Vstup surovina	Xylén podľa spôsobu vynálezu	Xylén podľa požiadaviek kvality pre mikroelektro- niku
Obsah hlavnej zložky — celkový obsah izomérov	99,1 %	99,8 %	99 %
odparok ppm	12,0	2,5	5,0
obsah vody ppm	20,0	14,0	100,0
kyslosť (ako HCl) ppm	6,5	1,3	5,0
olovo ppm	0,15	0,02	0,05
arzén ppm	0,15	0,01	0,01
sodík ppm	0,5	0,19	0,5
vápnik ppm	0,7	0,23	0,5
litium ppm	0,02	0,01	0,02
draslík ppm	0,2	0,1	0,1
obsah heterogénnych častíc 1 až 5 μm	24 670 22 560 496	990 969 215	20 000 3 000 500

PREDMET VYNÁLEZU

Spôsob prípravy čistého xylénu vyznačujúci sa tým, že sa xylén destiluje za atmosférického tlaku alebo vákua v destilačnom zariadení z materiálu odolného voči koróznym vplyvom destilovaného média, bez prístupu vzduchu, pričom stredná teplota odberu destilátu $t_0 \pm 1^\circ\text{C}$ závislá na zvolenom pracovnom tlaku je daná vzťahom

$$t_0 = \frac{1472,733}{6,14049 - \log p} - 217,808$$

kde

t_0 je teplota varu zodpovedajúca pracovnému tlaku vo $^\circ\text{C}$ a

p je pracovný tlak v destilačnej aparátúre v kPa,

a takto odobratý destilát sa následne filtruje na sústave mikrofiltrov s pórovitosťou membrán 0,8 μm , 0,4 μm a 0,2 μm .