



(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

(19) DD (11) 254 372 A1

4(51) C 01 B 7/19

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WP C.01 B / 297 278 1

(22) 09.12.86

(44) 24.02.88

(71) VEB Chemiewerk Nünchritz, Meißner Straße 59, Nünchritz, 8403, DD

(72) Kaden, Reinfried, Dr. rer. nat. Dipl.-Chem.; Lehms, Ingeburg, Dr. rer. nat. Dipl.-Chem.; Mroß, Dieter, Dr. rer. nat. Dipl.-Chem.; Knüpfer, Matthias, Dipl.-Ing.; Walter, Roland, Dipl.-Chem., DD

(54) Verfahren zur Gewinnung hochreiner Fluorwasserstoffsäure

(55) Fluorwasserstoffsäure, hochrein, Reinigung, Fernseh- und Halbleiterindustrie, Mikroelektronik, Spurenanalytik
(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Gewinnung hochreiner Fluorwasserstoffsäure durch Entfernen von störenden ionischen Verunreinigungen, insbesondere von Arsenverbindungen, mittels Einleiten eines bezüglich Fluorwasserstoff inerten Gases durch die Fluorwasserstoffsäure. Für Fluorwasserstoffsäuren sind diese hohen Reinheiten zwingend für den Einsatz in der Fernseh- und Halbleiterindustrie, in der Mikroelektronik sowie für die Spurenanalytik.

Patentansprüche:

1. Verfahren zur Gewinnung hochreiner Fluorwasserstoffsäure durch Entfernung von störenden ionischen Verunreinigungen, insbesondere von Arsenverbindungen, aus Fluorwasserstoffsäure, **dadurch gekennzeichnet**, daß durch die zu reinigende Fluorwasserstoffsäure ein bezüglich Fluorwasserstoff inertes Gas mit einer Geschwindigkeit von 50 bis 600 l/h geleitet wird.
2. Verfahren gemäß Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß als inertes Gas Stickstoff oder Luft verwendet worden ist.
3. Verfahren gemäß Anspruch 1 und 2, **dadurch gekennzeichnet**, daß der Gasstrom mit einer Geschwindigkeit von 100 bis 400 l/h durch die Fluorwasserstoffsäure geleitet wird.
4. Verfahren gemäß Anspruch 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Fluorwasserstoffsäure während des Durchleitens des Gasstromes bei einer Temperatur im Bereich von 275 bis 325 K gehalten wird.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Gewinnung hochreiner Fluorwasserstoffsäure.

Das hochreine Produkt findet vorzugsweise in der Fernseh- und Halbleiterindustrie, in der Mikroelektronik sowie für die Spurenanalytik Verwendung.

Charakteristik des bekannten Standes der Technik

Es sind verschiedene Verfahren zur Reinigung von Fluorwasserstoffsäure bekannt. Z. B. werden Verfahren zur Abreicherung der ionogenen Verunreinigungen durch Destillation beschrieben. Diese Verfahren haben den Nachteil, daß sie die geforderte hohe Reinheit nicht für jedes Element, wie z. B. Arsen, gewährleisten können. Die Entfernung von Arsen bedarf zusätzlicher aufwendiger Maßnahmen. So werden spezielle Behandlungsschritte vor der Destillation eingeschoben, wie z.B. Oxydation mit Gasgemischen, die Ozon enthalten, mit Permanganat und Mannit oder mit Caroscher Säure. Ein großer Nachteil dieser Verfahren besteht darin, daß die chemischen Zusätze eine zusätzliche Verunreinigung verursachen. Außerdem gelangen durch Entstehung von Aerosolen bei der Destillation stets ein Teil der Verunreinigungen in das Destillat. Ein weiterer Nachteil besteht in den komplizierten und aufwendigen Apparaten, dem hohen Energieaufwand und der komplizierten mehrstufigen Arbeitsweise der bekannten Verfahren.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist die Entwicklung eines Verfahrens zur maximalen Entfernung von insbesondere störenden ionischen Verbindungen, wie Arsenverbindungen, aus Fluorwasserstoffsäure.

Das Verfahren soll einen hohen Reinigungseffekt gewährleisten und technisch einfach ausführbar sein.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Gewinnung von hochreiner Fluorwasserstoffsäure mit minimalem Arsengehalt zu entwickeln.

Erfindungsgemäß wird die Zielstellung erreicht, indem ein bezüglich der zu reinigenden Fluorwasserstoffsäure inertes Gas mit Raumtemperatur, vorzugsweise Stickstoff oder Luft, durch diese Fluorwasserstoffsäure hindurchgeleitet wird. Mittels des hindurchgeleiteten Gasstromes wird überraschenderweise ein maximales Austreiben der ausreichend flüchtigen Arsenverbindungen aus der Fluorwasserstoffsäure erreicht. Es ist eine Strömungsgeschwindigkeit von 50 bis 600 l/h, vorzugsweise von 100 bis 400 l/h, einzuhalten. Um eine hohe Abreicherung der Arsenverbindungen zu erreichen, ist die Temperatur der zu reinigenden Fluorwasserstoffsäure dabei im Bereich von 275 bis 325 K, vorzugsweise im Bereich von 285 bis 315 K, zu halten.

Durch das erfindungsgemäße Verfahren ist es möglich, Fluorwasserstoffsäure mit hoher Reinheit und einem minimalen Gehalt an Arsenverbindungen herzustellen. Das inerte Gas wird mit Raumtemperatur ohne zusätzliche Druckanwendung durch die Fluorwasserstoffsäure geleitet.

Ausführungsbeispiel

In einem PTFE-Gefäß wird Fluorwasserstoffsäure (ca. 40 Masse-%) vorgelegt. Durch diese Fluorwasserstoffsäure wird durch Feinfilter gereinigte Luft mit Raumtemperatur und mit einer Strömungsgeschwindigkeit von ca. 300 l/h hindurchgeleitet, wobei die Temperatur der Fluorwasserstoffsäure zwischen 295 und 300 K gehalten wird. Der Arsengehalt wird auf diese Weise von 22,8 ppm auf 0,03 ppm abgereichert.

Die Analysenwerte von Arsen wurden mit einem Atomabsorptionsgerät AAS-4000 von Perkin-Elmer bestimmt.