

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

259587

{11}

{B1}

{51} Int. Cl.⁴
C 07 C 53/08

[22] Prihlášené 15 01 87

[21] (PV 269-87.B)

[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, REBRO KAROL,
BRATISLAVA

(54) Spôsob prípravy čistej kyseliny octovej

1

2

Vynález rieši prípravu zvlášť čistej kyseliny octovej použitím fyzikálno-chemických metód čistenia v zariadení z materiálov, ktoré sú odolné koróznym účinkom kyseliny octovej a jej sprievodných nečistôt. Kyselina octová sa diskontinuálne alebo kontinuálne destiluje za zníženého alebo atmosférického tlaku bez prístupu vzduchu. Odoberá sa frakcia pri vymedzenej strednej teplote.

Vynález sa týka prípravy zvlášť čistej kyseliny octovej ľadovej použitím fyzikálno-chemických metód čistenia v zariadení z materiálu, ktorý je odolný koróznym účinkom kyseliny octovej a jej sprievodných nečistôt.

Kyselina octová sa používa ako leptadlo pri výrobe integrovaných obvodov. K tomuto účelu musí kyselina octová vyhovovať prísnyim kritériám čistoty. Nečistoty, ktoré sa v tejto chemikálii bežnej komerčnej čistoty nachádzajú, možno zaradiť do dvoch skupín.

Do prvej skupiny patria nečistoty organického charakteru, ktoré sa tam dostali ako zvyšky nezreagovaných vstupných surovín, ďalej nečistoty z týchto surovín a tiež produkty vedľajších reakcií.

Do druhej skupiny patria nečistoty anorganického charakteru, ako napr. ióny kovov z korózie výrobného zariadenia, prachové častice pochádzajúce z kontaminácie chemikálií s okolitým vzduchom.

Vyššie uvedené nedostatky nemá spôsob prípravy zvlášť čistej kyseliny octovej, ktorého podstata tkvie v tom, že sa kyselina octová čistoty dostupnej podľa ČSN 686 310 (t. j. čistoty p. a. alebo čistý) kontinuálne alebo diskontinuálne destiluje za zníženého alebo atmosférického tlaku v aparátúre, ktorej materiál odoláva koróznym účinkom kyseliny octovej. Odoberá sa frakcia pri teplote $t_0 \pm 1^\circ\text{C}$ danej závislosťou

$$t_0 = \frac{1572,32}{6,5729 - \log p} - 226,37$$

kde

t_0 je teplota varu vo $^\circ\text{C}$ zodpovedajúca pracovnému tlaku, pri ktorom sa destiluje a p je pracovný tlak v aparátúre v kPa.

Destilát sa vedie na súpravu mikrofiltrov s pórovitosťou od $0,8\ \mu\text{m}$ do $0,2\ \mu\text{m}$.

Spôsob prípravy zvlášť čistej kyseliny octovej ľadovej je uvedený v príklade.

Pr í k l a d

Čistá kyselina octová zo sklenených balónov objemu 50 až 100 l sa prečerpá skleneným čerpadlom (sklo triedy SIMAX) do skleneného zásobníka (sklo triedy SIMAX). Odtiaľ sa nadávkuje do sklenenej odparky (sklo triedy SIMAX). Destiluje sa kontinuálne alebo diskontinuálne, pri zníženom alebo atmosférickom tlaku. Všetky tesnenia na destilačnom zariadení sú z teflónu. Destilát sa zachytáva do sklenej predlohy (sklo triedy SIMAX). Ak obsah prachových častíc v destiláte zistený analyzátorom alebo v laboratóriu je pod dovolené hranice, potom sa destilát samospádom alebo čerpadlom vypúšťa do sklenených expedičných obalov, ktoré boli predtým zbavené prachových častíc. Pre prachové častice sú predpísané tieto kvalitatívne ukazovatele:

1 až $5\ \mu\text{m}$	$20\ 000\ \text{dm}^{-3}$
5 až $25\ \mu\text{m}$	$3\ 000\ \text{dm}^{-3}$
nad $25\ \mu\text{m}$	$500\ \text{dm}^{-3}$

Ak je obsah prachových častíc vyšší ako uvedené hodnoty, destilát sa čerpadlom tlačí na filtráciu. Filtračné zariadenie pozostáva zo súpravy nerezových filtračných držiakov, ktoré slúžia na napnutie filtračného materiálu. Materiál mikrofiltrov musí odolávať rozpúšťacím účinkom kyseliny octovej. Pórovitosť mikrofiltrov je $0,8\ \mu\text{m}$, $0,45\ \mu\text{m}$ a $0,2\ \mu\text{m}$. Takto prefiltrovaný destilát sa plní do sklenených expedičných obalov.

Kyselina octová kvality p. a. sa analyzuje podľa ČSN 68 6310, ktorá je doplnená o stanovenie kovov alkalických zemín atómovou absorpčnou spektrometriou. Uvedené sú najdôležitejšie parametre kvality pre mikroelektroniku a ako druhý údaj namerané hodnoty u použitej suroviny.

	p. m.	p. a.
Obsah hlavnej zložky	99,8 %	99,0 %
odparok	5,0 ppm	20,0 ppm
Li	0,02 ppm	—
Na	0,5 ppm	—
K	0,1 ppm	—
Ca	0,5 ppm	0,7 ppm
Mg	0,1 ppm	—
Fe	0,1 ppm	1,0 ppm
Cu	0,02 ppm	—
Ni	0,02 ppm	—

Obsah prachových častíc:

1 až $5\ \mu\text{m}$	$20\ 000\ \text{dm}^{-3}$	163 000
5 až $25\ \mu\text{m}$	$3\ 000\ \text{dm}^{-3}$	51 626
nad $25\ \mu\text{m}$	$500\ \text{dm}^{-3}$	10 795

1 000 litrov suroviny sa prečerpá do varáka destilačnej kolóny (sklo triedy SIMAX) a destiluje sa pri tlaku 17 kPa. Odoberá sa frakcia pri teplote 66°C . Výťažok procesu destilácie bol 80 % vzhľadom na nástrek suroviny. Destilát sa filtruje na mikrofiltroch s pórovitosťou od $0,8\ \mu\text{m}$ po $0,2\ \mu\text{m}$.

Získaný destilát sa analyzuje. Produkt má tieto kvalitatívne parametre:

Obsah hlavnej zložky	99,6 %
odparok	5,0 ppm
Li	0,05 ppm
Na	0,05 ppm
K	0,05 ppm
Mg	0,01 ppm
Ca	0,05 ppm
Fe	0,03 ppm
Cu	0,01 ppm

Obsah prachových častíc:

1 až $5\ \mu\text{m}$	$582\ \text{dm}^{-3}$
5 až $25\ \mu\text{m}$	$495\ \text{dm}^{-3}$
nad $25\ \mu\text{m}$	$344\ \text{dm}^{-3}$

PREDMET VYNÁLEZU

Spôsob prípravy čistej kyseliny octovej z vopred vyrobenej kyseliny octovej vyznačujúci sa tým, že kyselina octová sa destiluje za zníženého alebo atmosférického tlaku v aparátúre, ktorej materiál je odolný voči koróznym vplyvom destilovaného média, bez prístupu vzduchu, pričom sa odoberá frakcia pri strednej teplote $t_0 \pm 1$ °C, danej závislosťou

$$t_0 = \frac{1572,32}{6,5729 - \log p} - 226,37$$

kde

t_0 je teplota varu vo °C zodpovedajúca pracovnému tlaku, pri ktorom sa destiluje a p je pracovný tlak v aparátúre v kPa, a destilát sa vedie priamo cez súpravu mikrofiltrov s pórovitosťou od 0,8 μm do 0,2 μm .