



GRAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

248224
(11) (B1)

(51) Int. Cl.⁴
C 07 C 69/12

(22) Prihlášené 15 05 85

(21) [PV 3483-85]

(40) Zverejnené 12 06 86

(45) Vydané 15 07 88

(75)

Autor vynálezu

ŠINGLIAR MICHAL doc. ing. CSc., PRIEVIDZA, FRIED PAVEL ing.,
BRATISLAVA, ČECH JURAJ RNDr., PEZINOK, MIHÁLY FRANTIŠEK ing.
FABUŠOVÁ IVA ing., BRATISLAVA

(54) Spôsob prípravy vysokočistého n-butylacetátu

1

2

Vynález rieši prípravu vysokočistého n-butylacetátu čistoty MOS Selectipur pre potreby mikroelektroniky použitím fyzikálnochemických metód čistenia v zariadení z materiálov, ktoré sú odolné koróznym účinkom n-butylacetátu a jeho sprievodných nečistôt.

n-Butylacetát sa diskontinuálne alebo kontinuálne destiluje za zníženého alebo atmosférického tlaku bez prístupu vzduchu. Odoberá sa frakcia pri teplote

teplota odberu (°C) = $126,11 - 0,417 \cdot \Delta p$
(kPa)

Destilát sa vedie cez súpravu aspoň dvoch teflónových filtrov s rozmermi otvorov 1,2 μm a 0,8 μm , prípadne ešte cez jeden s rozmermi otvorov 0,4 μm .

Vynález sa týka prípravy vysokočistého n-butylacetátu čistoty MOS Selectipur triedy 0 pre potreby mikroelektroniky použitím fyzikálnochemických metód čistenia v zariadení z materiálu, ktorý je odolný koróznym účinkom n-butylacetátu a jeho sprievodných nečistôt.

n-Butylacetát sa používa ako oplachovadlo pri výrobe integrovaných obvodov pre mikroelektroniku. K tomuto účelu používaný n-butylacetát musí vyhovovať prísnyh 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 napríklad ióny kovov korózie výrobného zariadenia, prachové častice pochádzajúce kontamináciou chemikálií s okolitým vzduchom.

Obsah prachových častíc je veľmi dôležitým znakom kvality n-butylacetátu pri jeho aplikácii v mikroelektronike. Ak sa použije ako oplachovadlo, jeho zvyšky sa z vyrobenej súčiastky odparia. Avšak prachové častice zostávajú na vrstve integrovaného obvodu. Tu spôsobujú alebo skrat jednotlivých obvodov, alebo ak zostávajú v izolačnej vrstve, porušujú izoláciu jednotlivých vodičových vrstiev. V každom prípade sú vyrobené integrované obvody zmätkom a nemožno ich použiť v ďalšom procese výroby.

Z týchto dôvodov je nutné, aby n-butylacetát čistoty „čistý“ alebo „p. a.“ sa vhodným spôsobom dočistoval, je nutné heterogénne častice odstraňovať filtráciou.

Podstatou tohto vynálezu je spôsob prípravy vysokočistého n-butylacetátu čistoty MOS Selectipur z vopred vyrobeného n-butylacetátu čistoty „čistý“ alebo „p. a.“, ktorý sa uskutočňuje tak, že n-butylacetát sa diskontinuálne alebo kontinuálne destiluje za zníženého tlaku alebo atmosférického tlaku v nerezovej alebo sklenenej aparatúre bez prístupu vzduchu, pričom sa odoberá frakcia pri odberovej teplote

$$\text{teplota odberu } (^{\circ}\text{C}) = 126,11 - 0,417 \cdot \Delta p,$$

kde Δp (kPa) je rozdiel atmosférického tlaku a tlaku, pri ktorom sa destiluje a destilát sa vedie priamo cez súpravu aspoň dvoch teflónových filtrov s rozmermi otvorov 1,2 μm a 0,8 μm , prípadne ešte cez filter s rozmerom otvorov 0,4 μm .

Vysokočistý n-butylacetát kvality MOS Selectipur z čistého n-butylacetátu sa pripraví takto:

Čistý n-butylacetát zo sklenených balónov objemu 50 až 100 l sa prečerpá nerezovým čerpadlom do nerezového (nerez triedy 14)

alebo skleneného (sklo triedy SIMAX) zásobníka. Odtiaľ sa nadávkuje do sklenenej odparky (sklo triedy SIMAX). Destiluje sa kontinuálne alebo diskontinuálne (šaržovite) pri zníženom alebo atmosférickom tlaku.

Destilát sa zachytáva do sklenenej predlohy (sklo triedy SIMAX), pričom predloha je spojená s chladičom destilačnej kolóny tak, aby sa zamedzil prístup vzduchu do predlohy. Ak obsah prachových častíc v destiláte, zistený analyzátorom alebo v laboratóriu je pod dovolené hranice, potom destilát sa samospádom alebo čerpadlom vypúšťa do sklenených expedičných obalov, ktoré boli predtým zbavené prachových častíc, uchytených na vnútorných stenách obalu. Pre prachové častice sú dovolené podľa veľkosti zrna tieto množstvá:

1 až 5 μm	20 000 dm^{-3}
5 až 25 μm	3 000 dm^{-3}
nad 25 μm	500 dm^{-3}

Ak je obsah prachových častíc vyšší ako uvedené hodnoty, destilát sa čerpadlom tlačí na filtráciu. Filtračné zariadenie pozostáva z vysokolešteného nerezového rámu kruhového tvaru, v ktorom sú upnuté dva, prípadne tri filtre, ktorého vlákna sú odolné voči rozpúšťacím účinkom n-butylacetátu. Otvory ok sú 1,2 μm , 0,8 μm , prípadne 0,4 μm . Na vstupný otvor filtračného zariadenia sa nasunie sklenený expedičný obal hermeticky tak, aby sa zamedzil prístup vzduchu do nádoby.

Ďalšie údaje o spôsobe prípravy vysokočistého n-butylacetátu sú uvedené v príklade.

Pr í k l a d

n-Butylacetát akostnej triedy p. a. sa analyzuje podľa ČSN 68 6550, ktorá je doplnená o stanovenie obsahu n-butanolu plynovou chromatografiou. Obsah kovov alkalických zemín sa stanoví atómovou absorpčnou spektrometriou. Z nameraných výsledkov sa uvádzajú tie, ktorých koncentrácia prekračuje hodnotu predpísanú pre akostnú triedu MOS Selectipur. V zátvorke sú uvedené požadované parametre.

Obsah hlavnej zložky	98,6 % (99 %)
odparok	0,0047 % (0,0010 %)
obsah butanolu	1,35 % (0,8 %)
obsah Ca	0,8 ppm (0,5 ppm)
obsah Na	0,71 ppm (0,5 ppm)
obsah Mg	0,38 ppm (0,1 ppm)
obsah heteročastíc:	
1 až 5 μm	248 000 (20 000)
5 až 25 μm	11 800 (3 000)
nad 25 μm	1 470 (500)

100 litrov produktu sa prečerpá do varáka sklenenej destilačnej kolóny (sklo triedy SIMAX) a destiluje sa pri tlaku 80 kPa. Odoberajú sa frakcie po vydestilovaní 20, 50 a 75 litrov. Každá z frakcií sa analyzuje samostatne rovnakými postupmi ako vstupná surovina. Výsledky analýzy sú uvedené v tabuľke.

T a b u ľ k a

Zložka	Obsah zložky po vydestilovaní			
	20 l	50 l	75 l	dest. zvyšok
n-butylacetát (%)	97,74	99,19	99,00	98,33
odparok (%)	0,0003	0,0003	0,0005	0,007
butanol (%)	1,93	0,60	0,66	0,73
voda (%)	0,014	0,013	0,013	0,09
kyselina octová (%)	0,011	0,0012	0,0015	0,0020
Ca (ppm)	0,05	0,05	0,05	2,5
Na (ppm)	0,04	0,04	0,04	2,1
Mg (ppm)	0,03	0,03	0,03	1,8

Obsah prachových častíc v destilátoch 20 l, 50 l a 75 l je:

1 až 5 μm	11 500
5 až 25 μm	1 800
nad 25 μm	350

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Spôsob prípravy vysokočistého n-butylacetátu čistoty MOS Selectipur z vopred vyrobeného n-butylacetátu čistoty čistý alebo p. a., vyznačujúci sa tým, že n-butylacetát sa diskontinuálne alebo kontinuálne destiluje za zníženého alebo atmosférického tlaku v nerezovej alebo sklenenej aparatúre bez prístupu vzduchu, pričom sa odoberá frakcia pri odberovej teplote

teplota odberu ($^{\circ}\text{C}$) = $126,11 - 0,417 \cdot \Delta p$,

kde Δp (kPa) je rozdiel atmosférického tlaku a tlaku, pri ktorom sa destiluje a destilát sa vedie priamo cez súpravu aspoň dvoch teflónových filtrov s rozmermi otvorov 1,2 μm a 0,8 μm , prípadne ešte cez filter s rozmerom otvorov 0,4 μm .