



(12) 发明专利申请

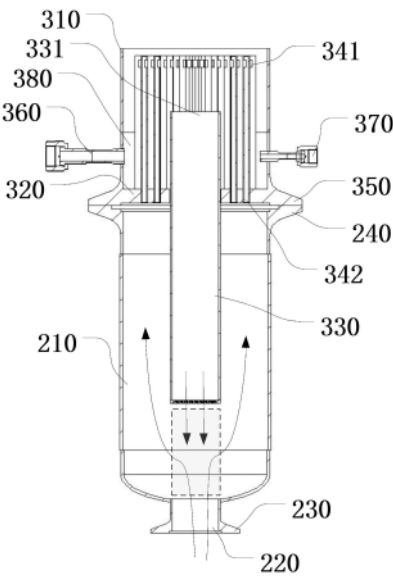
(10) 申请公布号 CN 120242518 A
(43) 申请公布日 2025. 07. 04

(21) 申请号 202510739785.2
(22) 申请日 2025.06.04
(71) 申请人 常州容导精密装备有限公司
地址 213363 江苏省常州市溧阳市上兴镇
工业园区联强路1号
(72) 发明人 王国栋 陆翔 张文静 朱仁杰
张真真
(74) 专利代理机构 江苏瑞途律师事务所 32346
专利代理师 吴雪健
(51) Int.Cl.
B01D 3/14 (2006.01)
B01D 3/32 (2006.01)
B01D 3/42 (2006.01)
B01D 5/00 (2006.01)

权利要求书2页 说明书10页 附图5页

(54) 发明名称
一种半导体用前驱体精馏装置、系统与方法

(57) 摘要
本发明公开了一种半导体用前驱体精馏装置、系统与方法,包括换热组件、分布组件和集液组件,其中分布组件包括分布管体,分布管体的底部设有供精馏塔输送蒸汽的连接孔;集液组件置于分布管体与换热组件之间,包括用于收集换热组件冷凝产生的液体的采出器,采出器的底部设有基板,基板上设置有溢流管和若干气相流通管,气相流通管连通采出器与分布管体;溢流管一端伸入采出器形成有溢流口,另一端伸入分布组件且位于连接孔上方,使得冷凝液体能够与从精馏塔中出来的蒸汽在分布管体内相接触,实现冲洗蒸汽中的重组分物质,然后一同回流至精馏塔中,相应的轻组分物质能够被快速的富集,并及时排出,使得半导体前驱体中的轻组分物质含量降低。



1. 一种半导体用前驱体精馏装置,包括换热组件(100),其特征在于,还包括:

分布组件(200),所述分布组件(200)包括分布管体(210),所述分布管体(210)的底部设有供精馏塔输送蒸汽的连接孔(220);

置于所述分布管体(210)与所述换热组件(100)之间的集液组件(300),所述集液组件(300)包括用于收集所述换热组件(100)冷凝产生的液体的采出器(310),所述采出器(310)的底部设有基板(320),所述基板(320)上设置有溢流管(330)和若干气相流通管(340),所述气相流通管(340)连通所述采出器(310)与分布管体(210);所述溢流管(330)一端伸入采出器(310),与所述采出器(310)的侧壁面形成集液空间(380),所述溢流管(330)伸入采出器(310)的一端上设有溢流口(331),另一端伸入分布组件(200)且位于所述连接孔(220)上方,使得冷凝液体能够与从精馏塔中出来的蒸汽在分布管体(210)内相接触,实现冲洗蒸汽中的重组分物质。

2. 根据权利要求1所述的半导体用前驱体精馏装置,其特征在于,所述溢流管(330)位于所述基板(320)的中心位置,若干所述气相流通管(340)围绕所述溢流管(330)设置。

3. 根据权利要求1所述的半导体用前驱体精馏装置,其特征在于,所述溢流口(331)所处的高度超出所述基板(320),使得所述采出器(310)内的液体累积一定量时经所述溢流口(331)进入所述溢流管(330)。

4. 根据权利要求1所述的半导体用前驱体精馏装置,其特征在于,所述溢流管(330)与所述连接孔(220)共轴设置,所述溢流管(330)的内径不小于所述连接孔(220)的直径,所述溢流管(330)内的液体经所述连接孔(220)回流至精馏塔内。

5. 根据权利要求1所述的半导体用前驱体精馏装置,其特征在于,所述分布管体(210)的底部设有用于连接精馏塔的第一法兰(230),所述连接孔(220)设置在所述第一法兰(230)上。

6. 根据权利要求1所述的半导体用前驱体精馏装置,其特征在于,所述气相流通管(340)伸入所述采出器(310)内的一端开有出气孔(341),所述气相流通管(340)的另一端设有进气孔(342),所述进气孔(342)与所述基板(320)的底面齐平。

7. 根据权利要求6所述的半导体用前驱体精馏装置,其特征在于,所述溢流口(331)到所述基板(320)的距离小于所述出气孔(341)到所述基板(320)的距离。

8. 根据权利要求1所述的半导体用前驱体精馏装置,其特征在于,所述基板(320)与所述采出器(310)的侧壁面为一体成型。

9. 根据权利要求1所述的半导体用前驱体精馏装置,其特征在于,所述集液组件(300)底部的外侧壁面上设有第二法兰(350),所述第二法兰(350)凸出所述集液组件(300)的外侧壁面设置,所述分布组件(200)顶部的外侧壁面上设有第三法兰(240),所述第三法兰(240)凸出所述分布组件(200)的外侧壁面设置,所述第二法兰(350)与第三法兰(240)等径并配合连接,以连接所述集液组件(300)与分布组件(200)。

10. 根据权利要求1所述的半导体用前驱体精馏装置,其特征在于,还包括第一调温组件(400),所述第一调温组件(400)包括设置在所述采出器(310)的侧壁内的加热管路(410),所述加热管路(410)绕设在所述采出器(310)的侧壁内,所述加热管路(410)的顶部与所述溢流管(330)的顶部齐平,并与热源装置连接,用于加热所述采出器(310)内的液体,所述第一调温组件(400)还包括用于采集所述采出器(310)内液体温度的第一温度传感器。

11. 根据权利要求1所述的半导体用前驱体精馏装置, 其特征在于, 还包括第二调温组件, 所述第二调温组件与所述溢流管 (330) 连接, 用于加热所述溢流管 (330) 内的液体。

12. 根据权利要求6所述的半导体用前驱体精馏装置, 其特征在于, 所述出气孔 (341) 设置在所述溢流管 (330) 远离所述基板 (320) 一侧的侧壁面上, 所述气相流通管 (340) 远离所述基板 (320) 一侧的顶部端面封闭设置。

13. 根据权利要求1所述的半导体用前驱体精馏装置, 其特征在于, 所述集液组件 (300) 上设有采出口 (360), 所述采出口 (360) 设置在所述采出器 (310) 内靠近所述基板 (320) 的侧壁面上, 所述采出口 (360) 到所述基板 (320) 的距离小于所述溢流口 (331) 到所述基板 (320) 的距离, 所述采出口 (360) 上设有浓度传感器 (370)。

14. 一种半导体用前驱体精馏系统, 包括权利要求1-13中任一项所述的半导体用前驱体精馏装置, 其特征在于, 还包括精馏塔, 所述精馏塔与分布组件 (200) 连接。

15. 一种半导体用前驱体精馏方法, 采用权利要求14所述的半导体用前驱体精馏系统, 其特征在于, 包括以下步骤:

调整精馏塔温度至蒸发温度 T_1 , 所述 T_1 介于精馏塔内液态前驱体中的重组份A的沸点 T_a 与轻组份B的沸点 T_b 之间;

调整换热组件 (100) 至冷凝温度 T_2 , 所述 T_2 小于所述 T_b , 收集换热组件 (100) 冷凝产生的液体, 直至液体在采出器 (310) 内汇集并流入溢流管 (330);

调整第一调温组件 (400), 直至采出器 (310) 内的液体温度达到 T_3 , 所述 T_3 为所述 T_b^* 上浮系数 K_1 ;

调整第二调温组件, 直至溢流管 (330) 内的液体温度达到 T_4 , 所述 T_4 为所述 T_b^* 上浮系数 K_2 ;

持续蒸发, 直至采出器 (310) 内液体中轻组分B的浓度达到阈值, 判断精馏塔内的液态前驱体完成脱轻。

一种半导体用前驱体精馏装置、系统及方法

技术领域

[0001] 本发明涉及半导体材料技术领域,特别是涉及一种半导体用前驱体精馏装置、系统及方法。

背景技术

[0002] 随着半导体制造工艺向5纳米及以下技术节点迈进,高纯度半导体前驱体(如金属有机物、卤化物等)的制备成为关键挑战。半导体前驱体的纯度直接影响芯片性能与可靠性,尤其是金属杂质、含氧污染物及颗粒物的残留需控制在ppb(十亿分之一)级别,这对传统化工精馏技术提出了近乎极限的要求。然而,半导体前驱体的提纯场景与传统化工领域存在显著差异:前者需在小批量、高精度条件下实现杂质分离,而后者通常以大规模连续生产为核心目标,传统化工精馏通常处理吨级物料,允许较大的组分波动,而前驱体精馏需在千克级操作量下实现ppb级杂质控制,两者在工艺设计逻辑上难以兼容。

[0003] 专利CN201384866Y提供了一种直立式自动回流采出精馏装置。该装置由雾沫捕集器、列管冷凝器、回流采出控制器、塔顶采出口、精馏塔、采出流量计、采出调节阀和塔釜再沸器组成。物料通过塔釜再沸器蒸发,经过塔内部传热和传质,物料蒸汽进入塔顶列管冷凝器冷凝并下降到回流采出控制器的集液槽中;冷凝的液体从集液槽两端进入环形集液腔,部分通过溢流堰侧面的溢流孔被导流筒导流后重新分布回流,部分通过泪孔分布,部分从塔顶采出口通过流量计和调节阀采出成品;不凝气体经过雾沫扑集器去除液滴后,从塔顶真空口被抽走。

[0004] 然而,尽管上述专利提供的直立式自动回流采出精馏装置在传统化工领域广泛应用,但其在半导体前驱体提纯中暴露出一系列局限性。首先,传统装置的理论塔板数与分离效率难以满足沸点相近轻重组份的分离需求,导致杂质残留量远高于半导体工艺要求,分离效率也难以得到提高。

发明内容

[0005] 基于此,有必要针对上述气液相分离度不足的问题,提供一种半导体用前驱体精馏装置、系统及方法。

[0006] 本申请提供了一种半导体用前驱体精馏装置,包括换热组件,还包括:

分布组件,所述分布组件包括分布管体,所述分布管体的底部设有供精馏塔输送蒸汽的连接孔;

置于所述分布管体与所述换热组件之间的集液组件,所述集液组件包括用于收集所述换热组件冷凝产生的液体的采出器,所述采出器的底部设有基板,所述基板上设置有溢流管和若干气相流通管,所述气相流通管连通所述采出器与分布管体;所述溢流管一端伸入采出器,与所述采出器的侧壁面形成集液空间,所述溢流管伸入采出器的一端上设有溢流口,另一端伸入分布组件且位于所述连接孔上方,使得冷凝液体能够与从精馏塔中出来的蒸汽在分布管体内相接触,实现冲洗蒸汽中的重组分物质。

[0007] 可选地,所述溢流管位于所述基板的中心位置,若干所述气相流通管围绕所述溢流管设置。

[0008] 可选地,所述溢流口所处的高度超出所述基板,使得所述采出器内的液体累积一定量时经所述溢流口进入所述溢流管。

[0009] 可选地,所述溢流管与所述连接孔共轴设置,所述溢流管的内径不小于所述连接孔的直径,所述溢流管内的液体经所述连接孔回流至精馏塔内。

[0010] 可选地,所述分布管体的底部设有用于连接精馏塔的第一法兰,所述连接孔设置在所述第一法兰上。

[0011] 可选地,所述气相流通管伸入所述采出器内的一端开有出气孔,所述气相流通管的另一端设有进气孔,所述进气孔与所述基板的底面齐平。

[0012] 可选地,所述溢流口到所述基板的距离小于所述出气孔到所述基板的距离。

[0013] 可选地,所述基板与所述采出器的侧壁面为一体成型。

[0014] 可选地,所述集液组件底部的外侧壁面上设有第二法兰,所述第二法兰凸出所述集液组件的外侧壁面设置,所述分布组件顶部的外侧壁面上设有第三法兰,所述第三法兰凸出所述分布组件的外侧壁面设置,所述第二法兰与第三法兰等径并配合连接,以连接所述集液组件与分布组件。

[0015] 可选地,还包括第一调温组件,所述第一调温组件包括设置在所述采出器的侧壁内的加热管路,所述加热管路绕设在所述采出器的侧壁内,所述加热管路的顶部与所述溢流管的顶部齐平,并与热源装置连接,用于加热所述采出器内的液体,所述第一调温组件还包括用于采集所述采出器内液体温度的第一温度传感器。

[0016] 可选地,还包括第二调温组件,所述第二调温组件与所述溢流管连接,用于加热所述溢流管内的液体。

[0017] 可选地,所述出气孔设置在所述溢流管远离所述基板一侧的侧壁面上,所述气相流通管远离所述基板一侧的顶部端面封闭设置。

[0018] 可选地,所述集液组件上设有采出口,所述采出口设置在所述采出器内靠近所述基板的侧壁面上,所述采出口到所述基板的距离小于所述溢流口到所述基板的距离,所述采出口上设有浓度传感器。

[0019] 本申请还提供了一种半导体用前驱体精馏系统,包括上述的半导体用前驱体精馏装置,还包括精馏塔,所述精馏塔与分布组件连接。

[0020] 本申请还提供了一种半导体用前驱体精馏方法,采用上述的半导体用前驱体精馏系统,包括以下步骤:

调整精馏塔温度至蒸发温度 T_1 ,所述 T_1 介于精馏塔内液态前驱体中的重组份A的沸点 T_a 与轻组份B的沸点 T_b 之间。

[0021] 调整换热组件至冷凝温度 T_2 ,所述 T_2 小于所述 T_b ,收集换热组件冷凝产生的液体,直至液体在采出腔内汇集并流入溢流管。

[0022] 调整第一调温组件,直至采出腔内的液体温度达到 T_3 ,所述 T_3 为所述 T_b *上浮系数 K_1 。

[0023] 调整第二调温组件,直至溢流管内的液体温度达到 T_4 ,所述 T_4 为所述 T_b *上浮系数 K_2 。

[0024] 持续蒸发,直至采出腔内液体中轻组分B的浓度达到阈值,判断精馏塔内的液态前驱体完成脱轻。

[0025] 采用本申请提供的技术方案,与现有技术相比,具有如下有益效果:

分布管体底部的连接孔与精馏塔蒸汽出口连通,使上升的蒸汽沿分布管体内部空间扩散,而集液组件的采出器通过基板上的气相流通管与分布管体形成气路连接。蒸汽通过气相流通管垂直向上进入采出器顶部空间,并进一步输送至换热组件进行冷凝。在此过程中,采出器内收集的冷凝液体通过基板下方的溢流管反向流动,溢流管一端延伸至分布管体内且其溢流口高于连接孔位置,使得回流液体在分布管体内自上而下流动时,与自连接孔进入的新上升蒸汽形成逆流接触。冷凝液对蒸汽中夹带的未完全汽化的重组分液滴或高沸点物质产生冲刷作用,迫使重组分随液体回流至精馏塔重新参与精馏,而蒸汽中的轻组分则因沸点差异通过气相流通管进入换热组件。气相流通管在基板上的均匀排布不仅确保蒸汽流量的均匀分配,还通过基板对采出器内液体的物理阻隔作用,避免液体在蒸汽压力波动时倒灌至分布管体。与此同时,溢流口的高度限定了采出器内液位上限,当冷凝液体积超过溢流口高度时,过量液体自动经溢流管排出,既维持了采出器内轻组分冷凝液的动态更新,又避免液位过高导致气相流通管被液体封堵。换热组件对轻组分蒸汽的持续冷凝与采出器的收集、排放形成闭环,使得轻组分物质被不断浓缩并排出系统,而重组分则通过气液逆流接触被截留并返回精馏塔,减少了重组分在精馏塔顶部的富集,最终实现半导体前驱体中轻组分杂质的高效去除与重组分的循环纯化,提升了分离效率。

附图说明

[0026] 图1为本申请一实施例提供的半导体用前驱体精馏装置的剖面结构图;

图2为本申请一实施例提供的半导体用前驱体精馏装置的集液组件与分布组件的剖面结构图;

图3为本申请一实施例提供的半导体用前驱体精馏装置的集液组件的结构图;

图4为本申请一实施例提供的半导体用前驱体精馏装置的第一调温组件的示意图;

图5为本申请一实施例提供的半导体用前驱体精馏装置的外部结构图。

[0027] 附图标记说明:

100、换热组件;200、分布组件;210、分布管体;220、连接孔;230、第一法兰;240、第三法兰;300、集液组件;310、采出器;320、基板;330、溢流管;331、溢流口;340、气相流通管;341、出气孔;342、进气孔;350、第二法兰;360、采出口;370、浓度传感器;380、集液空间;400、第一调温组件;410、加热管路。

具体实施方式

[0028] 为使本发明的上述目的、特征和优点能够更加明显易懂,下面结合附图对本发明的具体实施方式做详细的说明。在下面的描述中阐述了很多具体细节以便于充分理解本发明。但是本发明能够以很多不同于在此描述的其它方式来实施,本领域技术人员可以在不违背本发明内涵的情况下做类似改进,因此本发明不受下面公开的具体实施例的限制。

[0029] 在本发明的描述中,需要理解的是,术语“中心”、“纵向”、“横向”、“长度”、“宽度”、

“厚度”、“上”、“下”、“前”、“后”、“左”、“右”、“竖直”、“水平”、“顶”、“底”、“内”、“外”、“顺时针”、“逆时针”、“轴向”、“径向”、“周向”等指示的方位或位置关系为基于附图所示的方位或位置关系,仅是为了便于描述本发明和简化描述,而不是指示或暗示所指的装置或元件必须具有特定的方位、以特定的方位构造和操作,因此不能理解为对本发明的限制。

[0030] 此外,术语“第一”、“第二”仅用于描述目的,而不能理解为指示或暗示相对重要性或者隐含指明所指示的技术特征的数量。由此,限定有“第一”、“第二”的特征可以明示或者隐含地包括至少一个该特征。在本发明的描述中,“多个”的含义是至少两个,例如两个,三个等,除非另有明确具体的限定。

[0031] 在本发明中,除非另有明确的规定和限定,术语“安装”、“相连”、“连接”、“固定”等术语应做广义理解,例如,可以是固定连接,也可以是可拆卸连接,或成一体;可以是机械连接,也可以是电连接;可以是直接相连,也可以通过中间媒介间接相连,可以是两个元件内部的连通或两个元件的相互作用关系,除非另有明确的限定。对于本领域的普通技术人员而言,可以根据具体情况理解上述术语在本发明中的具体含义。

[0032] 参阅图1至图3,本发明一实施例提供了一种半导体用前驱体精馏装置,包括换热组件100,还包括:

分布组件200,分布组件200包括分布管体210,分布管体210的底部设有供精馏塔输送蒸汽的连接孔220;

置于分布管体210与换热组件100之间的集液组件300,集液组件300包括用于收集换热组件100冷凝产生的液体的采出器310,采出器310的底部设有基板320,基板320上设置有溢流管330和若干气相流通管340,气相流通管340连通采出器310与分布管体210;溢流管330一端伸入采出器310,与采出器310的侧壁面形成集液空间380,溢流管330伸入采出器310的一端上设有溢流口331,另一端伸入分布组件200且位于连接孔220上方,使得冷凝液体能够与从精馏塔中出来的蒸汽在分布管体210内相接触,实现冲洗蒸汽中的重组分物质,然后一同回流至精馏塔中,相应的轻组分物质能够被快速的富集,并将轻组分物质及时排出,使得半导体前驱体中的轻组分物质含量降低。

[0033] 参阅图2,图中下降箭头为冷凝产生的液体,上升箭头为精馏塔产生的蒸汽,虚线方框区域即为冷凝液体与蒸汽接触并产生冲洗效果的区域。

[0034] 该实施例中,分布管体210底部的连接孔220与精馏塔蒸汽出口连通,使上升的蒸汽沿分布管体210内部空间扩散,而集液组件300的采出器310通过基板320上的气相流通管340与分布管体210形成气路连接。蒸汽通过气相流通管340垂直向上进入采出器310顶部空间,并进一步输送至换热组件100进行冷凝。在此过程中,采出器310内收集的冷凝液体通过基板320下方的溢流管330反向流动,溢流管330一端延伸至分布管体210内且其溢流口331高于连接孔220位置,使得回流液体在分布管体210内自上而下流动时,与自连接孔220进入的新上升蒸汽形成逆流接触。冷凝液对蒸汽中夹带的未完全汽化的重组分液滴或高沸点物质产生冲刷作用,迫使重组分随液体回流至精馏塔重新参与精馏,而蒸汽中的轻组分则因沸点差异通过气相流通管340进入换热组件100。气相流通管340在基板320上的均匀排布不仅确保蒸汽流量的均匀分配,还通过基板320对采出器310内液体的物理阻隔作用,避免液体在蒸汽压力波动时倒灌至分布管体210。与此同时,溢流口331的高度限定了采出器310内液位上限,当冷凝液体积超过溢流口331高度时,过量液体自动经溢流管330排出,既维持了

采出器310内轻组分冷凝液的动态更新,又避免液位过高导致气相流通管340被液体封堵。换热组件100对轻组分蒸汽的持续冷凝与采出器310的收集、排放形成闭环,使得轻组分物质被不断浓缩并排出系统,而重组分则通过气液逆流接触被截留并返回精馏塔,减少了重组分在精馏塔顶部的富集,最终实现半导体前驱体中轻组分杂质的高效去除与重组分的循环纯化,提升了分离效率。

[0035] 现有技术中,列管冷凝器产生的冷凝液需通过导流筒、溢流堰及泪孔等多级分配结构进行回流与采出,其分离效率受限于静态溢流与被动导流机制。例如,溢流堰侧面的溢流孔仅能通过固定孔径控制回流量,泪孔的毛细作用虽可辅助液体分布,但难以精准调节轻组分采出比例,尤其在处理沸点接近、物性差异细微的轻重组分体系时,易导致冷凝液二次夹带或轻组分残留。此外,雾沫捕集器虽可拦截气相中的液滴,但无法对蒸汽中未完全冷凝的重组分分子实现主动截留,最终导致轻组分含量难以突破2%的阈值。

[0036] 进一步地,气相流通管340与基板320的协同设计弥补了传统装置中气液路径交叉干扰的缺陷。气相流通管340在基板320上的均匀排布不仅实现蒸汽流量的均质化分配,还通过基板320的物理阻隔将上升蒸汽与下降液体完全隔离,从根本上消除现有技术中因气液两相流混合导致的传质效率下降。例如,专利CN201384866Y中导流筒与泪孔的结构虽能引导液体分布,但无法避免上升蒸汽与回流液体在集液槽内的局部混合,导致部分轻组分被回流液裹挟返回塔内,而本实施例通过基板320的空间隔离与气相流通管340的定向导流,确保轻组分蒸汽在无干扰条件下直达冷凝区域,实现轻组分的快速富集与定向排出。

[0037] 参阅图1至图3,在一个实施例中,溢流管330位于基板320的中心位置,若干气相流通管340围绕溢流管330设置。

[0038] 在该实施例中,溢流管330位于基板320的中心位置,若干气相流通管340则围绕溢流管330设置。这种结构布置进一步优化了液体与气体在分布管体210内的接触路径和接触效率。具体而言,中心位置的溢流管330能够使采出器310中收集的冷凝液体自中央区域优先回流至分布管体210内,同时被围绕其设置的气相流通管340所环绕的结构,使得来自分布管体210的蒸汽在流向采出器310的过程中,会从外围均匀上升至基板320处并通过气相流通管340进入采出器310。

[0039] 这种自中心向外均布的设置,使得气相与液相在分布管体210中实现了更充分、更均匀的接触,提升了冷凝液对蒸汽中重组分物质的冲刷效果。同时,该布局有助于维持装置内部气液流动的稳定性,避免局部湍流或偏流,从而进一步提升精馏过程的效率。由此,该结构能够更有效地实现重组分的回收与轻组分的富集,有助于降低最终产品中轻组分物质的含量,提升半导体前驱体的纯度。

[0040] 参阅图1至图3,在一个实施例中,溢流口331所处的高度超出基板320,使得采出器310内的液体累积一定量时经溢流口331进入溢流管330。

[0041] 本实施例中,溢流口331所处的高度高于基板320,使得采出器310中的冷凝液需在内部累积达到一定液位后,才能通过溢流口331进入溢流管330并回流至分布管体210。通过将溢流口331设置在高于基板320的位置,形成了一个液位控制结构,确保冷凝液不会立即流入分布管体210,而是在采出器310中滞留一段时间,累积到设定高度后才通过溢流口331排出。

[0042] 这一结构带来的技术效果在于,能够有效控制回流液体的流量和流速,从而使液

体与气体的接触更加均匀和稳定。回流液的滞留不仅有助于进一步冷凝采出器310内残余的轻组分,还能避免冷凝液波动对下方分布管体210内气液接触状态的扰动。同时,只有当液位达到溢流口331高度后才发生回流,也能避免液体直接短路回流,增强了装置运行的可控性与精馏分离的稳定性。因此,该实施例通过控制溢流液位,实现了更高效、更可控的冷凝液回流,有助于提升前驱体中轻重组分的分离精度。

[0043] 参阅图1至图3,在一个实施例中,溢流管330与连接孔220共轴设置,溢流管330的内径不小于连接孔220的直径,溢流管330内的液体经连接孔220回流至精馏塔内。

[0044] 本实施例中,溢流管330与连接孔220共轴设置,且溢流管330的内径不小于连接孔220的直径,使得溢流管330内的液体能够顺利通过连接孔220回流至精馏塔内。该结构设计具有明确的导流作用,通过共轴设置可实现回流路径的直线化与对中,有助于提高液体回流的稳定性和效率。

[0045] 由于溢流管330内的液体直接经连接孔220回流至精馏塔,避免了中间多余流道或拐弯所可能造成的液体堆积或流动阻力,从而确保冷凝液在达到溢流口331液位后能够快速、畅通地回流。此外,溢流管330内径不小于连接孔220直径,实现了对连接孔220的全覆盖,提高了冲洗效果。

[0046] 通过这种结构布置,能够实现冷凝液的高效、顺畅回流,有助于及时将蒸汽中夹带的重组分带回精馏塔进行再分离,从而提升分离精度并稳定塔内的物质组成,最终达到降低前驱体中轻组分含量、提高产品纯度的技术效果。

[0047] 参阅图2,在一个实施例中,分布管体210的底部设有用于连接精馏塔的第一法兰230,连接孔220设置在第一法兰230上。

[0048] 本实施例中,分布管体210的底部设有用于连接精馏塔的第一法兰230,且连接孔220设置在第一法兰230上。通过将连接孔220集成于第一法兰230的位置,不仅实现了结构上的紧凑集成,还有助于装置的安装对接与密封性能的提升。

[0049] 第一法兰230作为分布管体210与精馏塔之间的连接界面,其设置使得整个分布组件200能够通过标准法兰结构方便地与精馏塔对接,简化了装配过程,增强了结构稳固性和可维护性。连接孔220位于第一法兰230上,确保了来自精馏塔的蒸汽能够自下而上直接进入分布管体210内部,从而实现蒸汽与冷凝液的直接接触和交换。

[0050] 这种设计不仅提高了连接部位的密封可靠性,避免蒸汽泄漏,还使得蒸汽通道与液体回流路径之间的结构关系更明确、流动更顺畅,有利于维持系统运行的稳定性和分离过程的连续性。因此,该实施例通过法兰结构与连接孔220的集成设计,在保证装置稳定连接的同时,也进一步优化了蒸汽传输与液体回流路径,从而有助于提升整体精馏效率和产品质量。

[0051] 参阅图2至图3,在一个实施例中,气相流通管340伸入采出器310内的一端开有出气孔341,气相流通管340的另一端设有进气孔342,进气孔342与基板320的底面齐平。

[0052] 本实施例中,气相流通管340伸入采出器310内的一端开有出气孔341,用于将来自分布管体210的气相物质导入采出器310内;气相流通管340的另一端设有进气孔342,且该进气孔342与基板320的底面齐平。这种结构设计优化了气相的流动路径和传输效率,从而进一步提升了气液分离与组分控制的效果。

[0053] 进气孔342与基板320底面齐平,意味着蒸汽在从分布管体210内上升的过程中,可

以直接进入气相流通管340,而无需绕行或克服额外的结构高度差,有利于降低气体流动阻力,保持气相流动的平稳性。与此同时,出气孔341设置在伸入采出器310内部的一端,使得蒸汽在进入采出器310后能够分散排出,进一步促进与采出器310内部冷凝液体的热质交换。

[0054] 该结构不仅有助于均匀导入气相,防止蒸汽局部堆积,还提升了采出器310内部的气相分布均匀性,使冷凝过程更加充分。通过这种方式,轻组分可顺利通过气相流通管340进入采出器310,而重组分在与冷凝液体接触过程中被带回分布管体210并随液体回流至精馏塔。因此,该实施例通过对气相流通管340两端结构的优化,实现了气相路径的顺畅导通与冷凝效率的提升,从而增强了整个系统对轻重组分的分离能力。

[0055] 参阅图1至图3,在一个实施例中,溢流口331到基板320的距离小于出气孔341到基板320的距离。

[0056] 本实施例中,溢流口331到基板320的距离小于出气孔341到基板320的距离,即溢流口331的位置相对较低,而出气孔341位于更高的位置。此结构布局形成了明确的液气分层控制机制,进一步提升了气液分离与相互作用的稳定性与效率。

[0057] 由于溢流口331位置更低,采出器310中的冷凝液在液位逐渐上升的过程中会优先达到溢流口331并通过溢流管330回流至分布管体210。与此同时,出气孔341所处的位置更高,使得采出器310中累积的液体在正常工作状态下不会淹没出气孔341,从而避免了气相流通管340被液体堵塞或气流路径被截断的问题。

[0058] 这种设计确保了在回流液体及时排出的同时,来自分布管体210的蒸汽仍可通过气相流通管340顺利导入采出器310内,与换热组件100冷凝面接触,完成轻组分的富集过程。同时,也避免了液位过高导致轻组分被“液封”或无法及时逸出的情况。由此可见,该结构在高度布局上实现了气液路径的有效分离与协同控制,从而有助于进一步提高冷凝效率、分离精度以及系统运行的稳定性和可靠性。

[0059] 在一个实施例中,基板320与采出器310的侧壁面为一体成型。

[0060] 本实施例中,基板320与采出器310的侧壁面为一体成型结构,即基板320与其相连接的采出器310壳体通过整体制造工艺一体成型而成。这种结构设计在机械强度、密封性能以及制造简化等方面均具有显著优势。

[0061] 首先,一体成型避免了因焊接、螺接或其他装配方式可能带来的连接缝隙,从源头上减少了液体或气体泄漏的风险,提升了采出器310内部的密封性和稳定性。其次,整体结构消除了结构连接处的应力集中问题,增强了整个装置在长期运行中抗热胀冷缩、耐腐蚀及耐压的能力,特别适用于精馏过程中可能存在的高温、高湿或腐蚀性工况。

[0062] 此外,由于基板320承担了支撑溢流管330和气相流通管340等关键组件的功能,一体化成型结构还可提高内部部件的安装精度,确保气液通道布置的对称性和流动路径的合理性,有助于气液均匀分布和高效接触。综上,该实施例通过一体成型工艺提升了结构强度、密封可靠性和制造一致性,从而进一步保障了整套半导体前驱体精馏装置在使用过程中的安全性、稳定性与精馏效果。

[0063] 参阅图2,在一个实施例中,集液组件300底部的外侧壁面上设有第二法兰350,第二法兰350凸出集液组件300的外侧壁面设置,分布组件200顶部的外侧壁面上设有第三法兰240,第三法兰240凸出分布组件200的外侧壁面设置,第二法兰350与第三法兰240等径并

配合连接,以连接集液组件300与分布组件200。

[0064] 本实施例中,集液组件300底部的外侧壁面上设有第二法兰350,分布组件200顶部的外侧壁面上设有第三法兰240,且两者均为凸出于各自外侧壁面设置的结构,第二法兰350与第三法兰240直径相同并配合连接,从而实现集液组件300与分布组件200的可靠连接。

[0065] 该法兰连接结构具有多方面的技术效果。首先,通过设置等径的第二法兰350与第三法兰240,便于两组件之间进行标准化对接,提高装配的便捷性与互换性。采用法兰结构可确保两组件在连接时能够实现较高的密封性能,有效防止气体或冷凝液的泄漏,提升装置运行的安全性与稳定性。

[0066] 其次,法兰的凸出设置使连接部位具备更大的受力面积,从而增强连接强度,在实际运行中能够更好地承受内部压力波动或机械振动,降低装置使用过程中的故障风险。此外,法兰连接方式还便于拆卸与维护,方便对内部结构如基板320、溢流管330、气相流通管340等进行清洗、更换或检修,有利于装置的长期稳定运行与维护管理。

[0067] 参阅图4,在一个实施例中,还包括第一调温组件400,第一调温组件400包括设置在采出器310的侧壁内的加热管路410,加热管路410绕设在采出器310的侧壁内,加热管路410的顶部与溢流管330的顶部齐平,并与热源装置连接,用于加热采出器310内的液体,第一调温组件400还包括用于采集采出器310内液体温度的第一温度传感器。

[0068] 本实施例中,该结构通过对采出器310内冷凝液的温度进行动态调控,进一步优化了气液接触条件和分离效果。具体来说,加热管路410的设置能够在液体温度过低时提供热量补偿,提升冷凝液的温度。这样一来,当来自精馏塔的蒸汽与回流冷凝液在分布管体210内接触时,由于液体温度较高,可有效减少其中轻组分在接触过程中被二次冷凝的可能性,避免轻组分被带回塔底,从而提高精馏过程中的轻组分去除效率。

[0069] 此外,第一温度传感器的设置使得系统能够实时监测采出器310内液体的温度状态,并据此调节加热管路410的加热强度,实现对液体温度的闭环控制。这种智能调温设计有助于系统在不同工况下维持最佳的气液平衡状态,进一步增强装置对轻重组分的有效分离。

[0070] 在一个实施例中,还包括第二调温组件,第二调温组件与溢流管330连接,用于加热溢流管330内的液体。

[0071] 本实施例中,溢流管330作为冷凝液从采出器310回流至分布管体210、并最终进入精馏塔的重要通道,其内部液体的温度将直接影响与蒸汽接触时的传质与热交换状态。通过在溢流管330设置加热功能,第二调温组件能够防止液体温度过低造成的轻组分提前冷凝,从而避免轻组分被液体带回精馏塔底部,确保轻组分充分进入采出器310后进入换热组件100,提升分离效率。

[0072] 参阅图2至图3,在一个实施例中,出气孔341设置在溢流管330远离基板320一侧的侧壁面上,气相流通管340远离基板320一侧的顶部端面封闭设置。

[0073] 本实施例中,顶部端面封闭意味着蒸汽在进入气相流通管340后,不能沿垂直方向直接排出,而是必须转向从侧壁上的出气孔341逸出。出气孔341设置在靠近溢流管330的区域,使得蒸汽最终从靠近液体回流路径的侧壁排出,有利于蒸汽在采出器310中更均匀地分布,同时避免气流直接冲击采出器310顶部区域,保持内部气相环境的稳定性。此外,顶部封

闭结构还具有防止液体从上端进入气相流通管340的功能,进一步保障气相路径的纯净与通畅,防止气液交叉污染。

[0074] 参阅图1至图3,在一个实施例中,集液组件300上设有采出口360,采出口360设置在采出器310内靠近基板320的侧壁面上,采出口360到基板320的距离小于溢流口331到基板320的距离,采出口360上设有浓度传感器370。

[0075] 本实施例中,采出口360设置于低于溢流口331的位置,使其能够在冷凝液尚未达到溢流液位时就开始采样,从而更早、更准确地反映出采出器310底部液体的实际浓度变化趋势。由于重组分优先冷凝并汇集于采出器310底部,采出口360获取的液体样本能够更真实地体现残余轻组分在冷凝液中的比例。

[0076] 浓度传感器370设置在采出口360上,可对流经该位置的液体进行实时在线监测,精准检测液体中轻组分的浓度变化。当传感器检测到浓度达到预设阈值时,可结合控制系统发出信号,用于判断精馏塔内的液态前驱体是否完成脱轻,或作为调节系统各部件运行状态(如调温、冷凝、回流等)的依据。

[0077] 本发明一实施例还提供了一种半导体用前驱体精馏系统,包括上述的半导体用前驱体精馏装置,其特征在于,还包括精馏塔,精馏塔与分布组件200连接。

[0078] 本实施例中,精馏塔作为原料气体的初步分离场所,通过塔内的多级传质过程使轻重组分产生初步分离,分离出的上升蒸汽经由连接结构(如设置在第一法兰230上的连接孔220)引入分布组件200内部。在分布组件200中,蒸汽进一步与来自集液组件300回流的冷凝液接触,实现重组分的再次捕获与回流,确保其被带回精馏塔中进行二次精馏;同时,轻组分因未被冷凝而继续上升,实现最终富集与排出。

[0079] 本发明一实施例还提供了一种半导体用前驱体精馏方法,采用上述的半导体用前驱体精馏系统,其特征在于,包括以下步骤:

调整精馏塔温度至蒸发温度 T_1 , T_1 介于精馏塔内液态前驱体中的重组份A的沸点 T_a 与轻组份B的沸点 T_b 之间。

[0080] 调整换热组件100至冷凝温度 T_2 , T_2 小于 T_b ,收集换热组件100冷凝产生的液体,直至液体在采出器310内汇集并流入溢流管330。

[0081] 调整第一调温组件400,直至采出器310内的液体温度达到 T_3 , T_3 为 $T_b \times$ 上浮系数 K_1 。

[0082] 调整第二调温组件,直至溢流管330内的液体温度达到 T_4 , T_4 为 $T_b \times$ 上浮系数 K_2 。

[0083] 持续蒸发,直至采出器310内液体中轻组分B的浓度达到阈值,判断精馏塔内的液态前驱体完成脱轻。

[0084] 在本实施例中,首先,通过加热精馏塔,将塔内温度调节至蒸发温度 T_1 ,该温度 T_1 设置在重组分A的沸点 T_a 与轻组分B的沸点 T_b 之间,使液态前驱体中的重组分A保持液态状态,而轻组分B转化为蒸汽进入上部空间,从而形成轻重组分的初步分离。

[0085] 随后,换热组件100被调节至冷凝温度 T_2 , T_2 低于轻组分B的沸点 T_b ,使得一部分蒸汽在换热组件100表面冷凝,冷凝液汇集后流入采出器310内,并通过溢流管330实现回流。此冷凝液作为“冲洗液”在与来自精馏塔的蒸汽接触过程中,能够有效吸附、携带夹带在蒸汽中的重组分,使其重新进入精馏塔进行再处理,从而减少重组分在蒸馏过程中被带出的可能,提升分离精度。

[0086] 接着,通过调整第一调温组件400,使采出器310内液体温度升高至 T_3 , T_3 为 T_b 乘以上浮系数 K_1 。再通过调整第二调温组件,使溢流管330内液体温度升高至 T_4 , T_4 为 T_b 乘以上浮系数 K_2 。 T_3 和 T_4 均介于重组分A的沸点 T_a 与轻组分B的沸点 T_b 之间,第一与第二调温组件的作用在于加热冷凝液,使其保持在接近或高于轻组分沸点同时小于重组分沸点的温度水平,从而减少轻组分B在与回流液接触或流经溢流管330过程中被冷凝的概率,有效避免无效回流和轻组分损耗,提高脱轻效率。

[0087] 最终,通过持续蒸发操作,并监测采出器310内液体中轻组分B的浓度,当其达到设定阈值时,判断精馏塔内液态前驱体完成脱轻过程。

[0088] 综上,该方法的核心技术效果在于利用高温冷凝液对蒸汽的冲洗作用,有效回收蒸汽中夹带的重组分,并通过调温组件控制回流液体温度以避免对轻组分的提前冷凝,从而实现高效、精准的轻重组分分离,显著提升半导体用前驱体的纯度与工艺适应性。

[0089] 以上所述实施例的各技术特征可以进行任意的组合,为使描述简洁,未对上述实施例中的各个技术特征所有可能的组合都进行描述,然而,只要这些技术特征的组合不存在矛盾,都应当认为是本说明书记载的范围。

[0090] 以上所述实施例仅表达了本发明的几种实施方式,其描述较为具体和详细,但并不能因此而理解为对发明专利范围的限制。应当指出的是,对于本领域的普通技术人员来说,在不脱离本发明构思的前提下,还可以做出若干变形和改进,这些都属于本发明的保护范围。因此,本发明的保护范围应以所附权利要求为准。

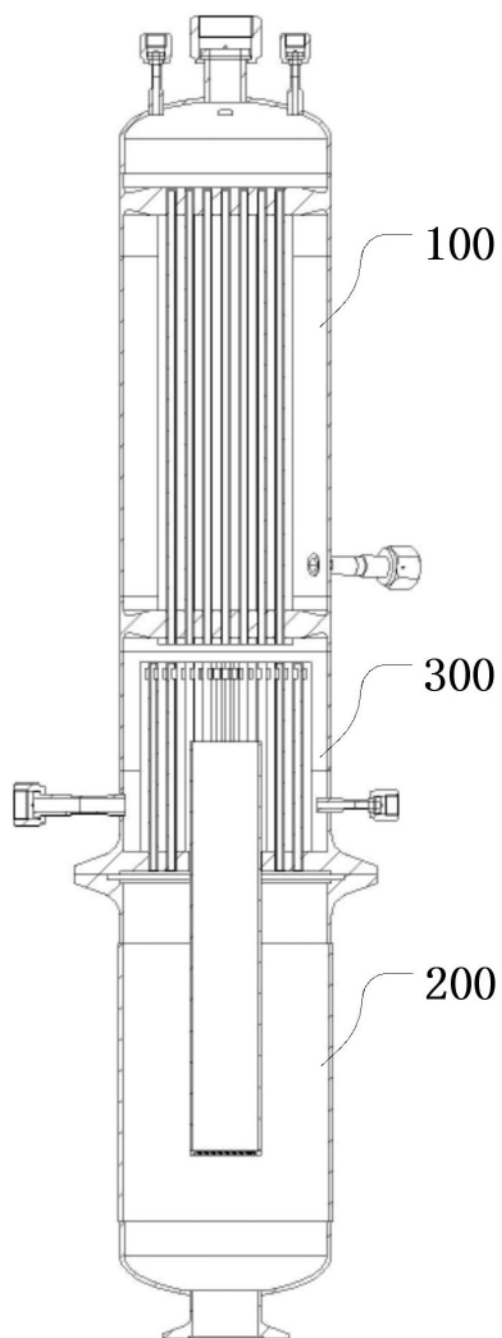


图1

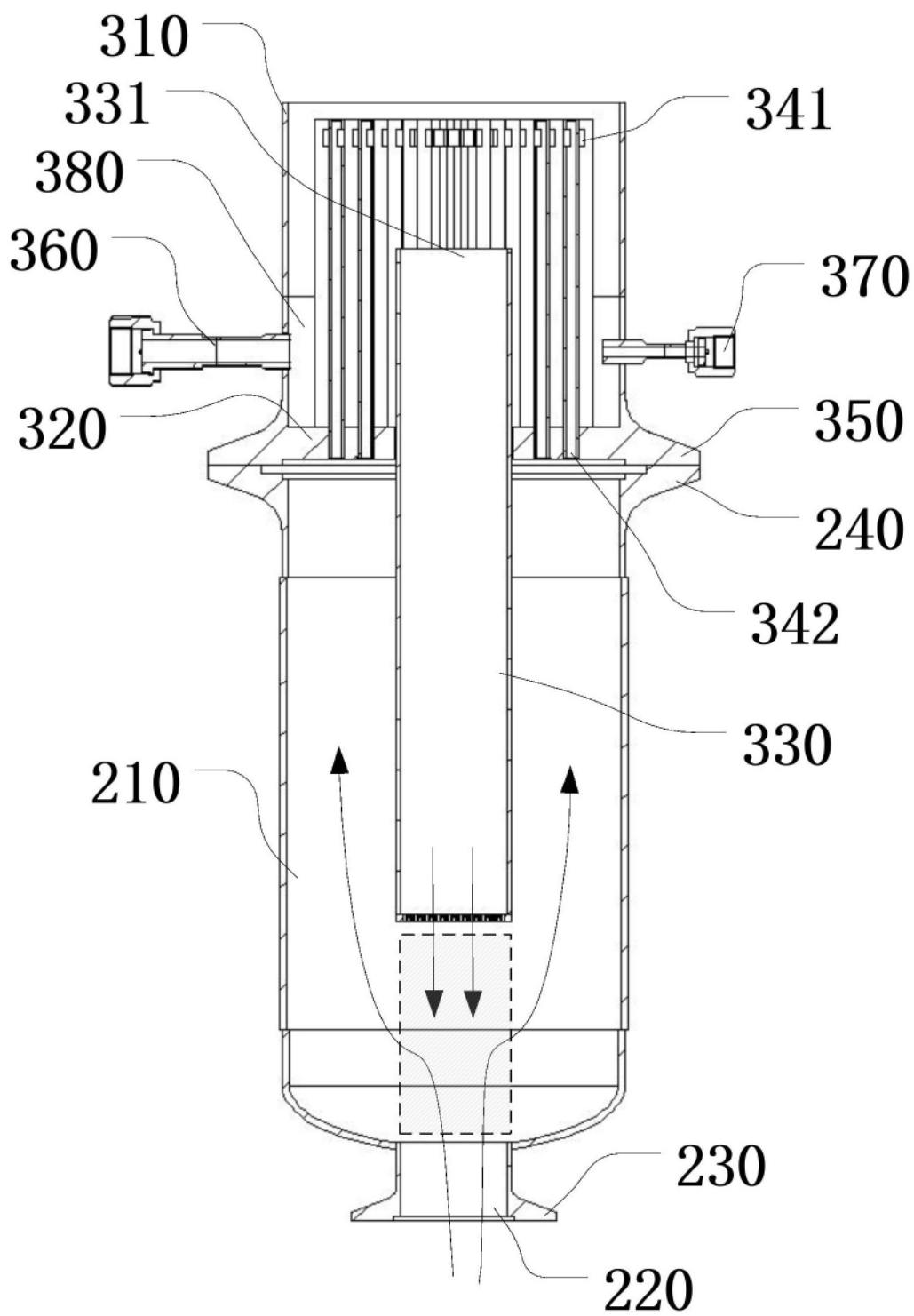


图2

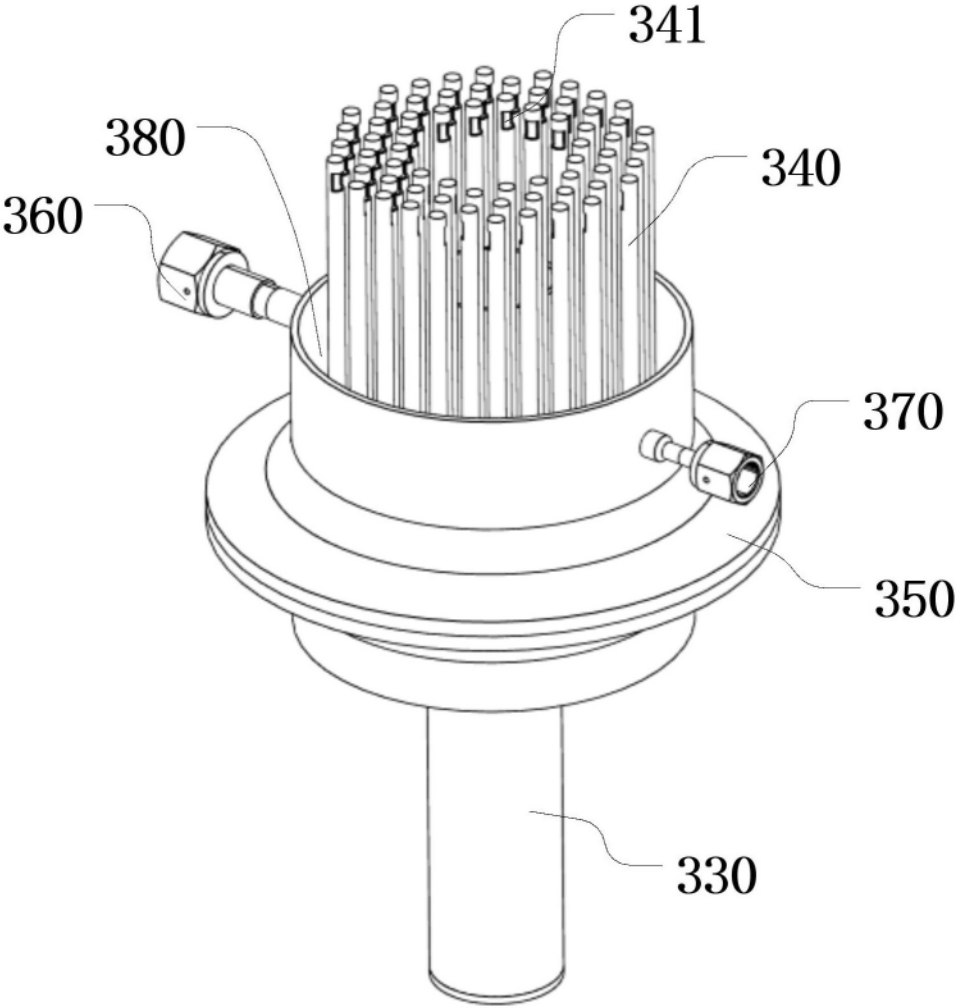


图3

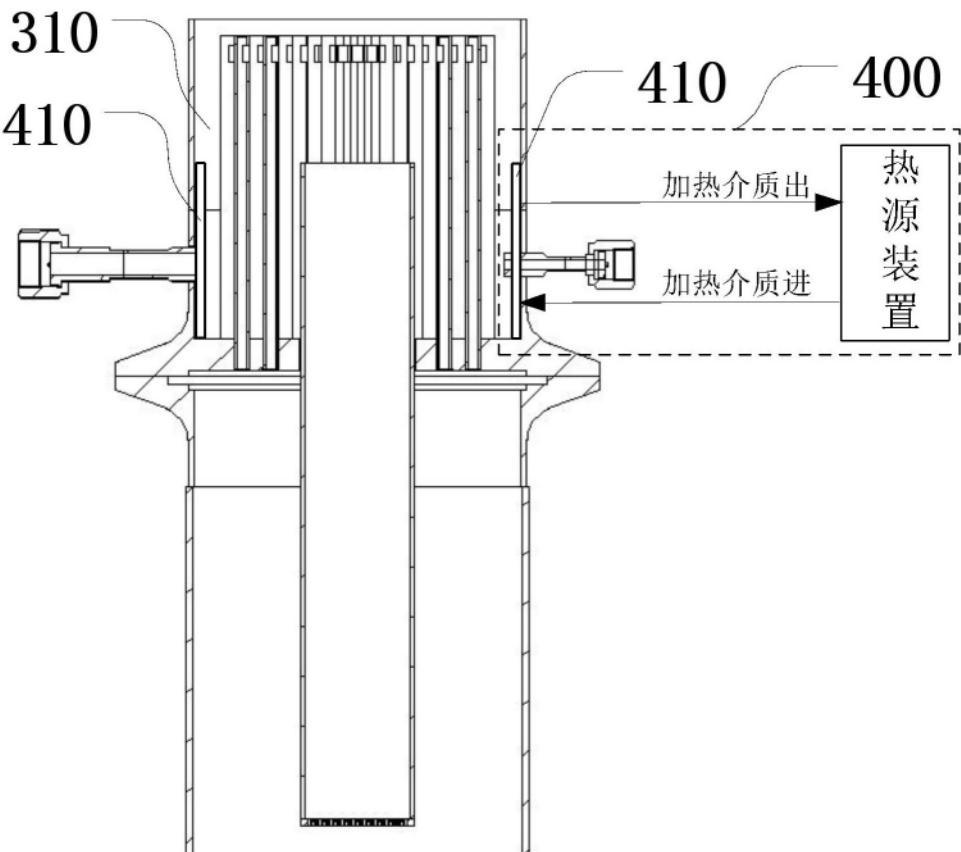


图4

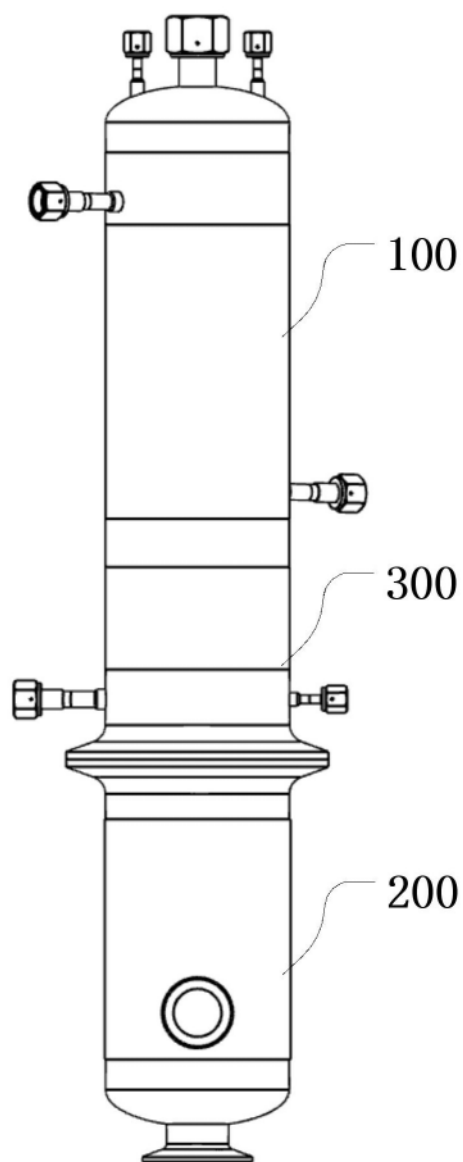


图5