



(12) 实用新型专利

(10) 授权公告号 CN 204588694 U

(45) 授权公告日 2015. 08. 26

(21) 申请号 201520245539. 3

(22) 申请日 2015. 04. 22

(73) 专利权人 南京凯燕化工有限公司

地址 211511 江苏省南京市六合区瓜埠镇双
巷路 9 号

(72) 发明人 夏杰 刘雪江 沙其勇 贾云
张赟 董元峰

(74) 专利代理机构 南京众联专利代理有限公司
32206

代理人 顾进

(51) Int. Cl.

C01B 7/19(2006. 01)

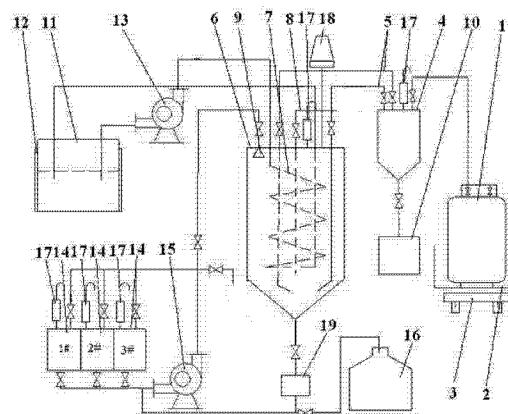
权利要求书1页 说明书3页 附图1页

(54) 实用新型名称

一种电子工业用氢氟酸的生产系统

(57) 摘要

本实用新型涉及一种电子工业用氢氟酸的生产系统,包括无水氟化氢预处理装置、反应罐、冷热水循环装置、喷淋吸收液循环装置和多个成品槽,无水氟化氢预处理装置包括原料贮瓶和加热水桶,原料贮瓶设置在加热水桶中,原料贮瓶与一缓冲罐相连,缓冲罐与反应罐相连,反应罐内部设有换热盘管和通气管,反应罐底部设有微孔膜过滤器;冷热水循环装置包括带有加热器的储水箱和循环自吸泵;喷淋吸收液循环装置包括吸收液储罐和循环泵,吸收液储罐一方面与反应罐相连,另一方面通过循环泵连接至反应罐的喷淋头,此外还与成品槽相连。本生产系统易实施,操作方便,生产成本低,所制备的产品具有多种浓度,产量高,符合环保要求。



1. 一种电子工业用氢氟酸的生产系统,其特征在于:包括无水氟化氢预处理装置、反应罐、冷热水循环装置、喷淋吸收液循环装置和多个成品槽,所述无水氟化氢预处理装置包括原料贮瓶和加热水桶,所述原料贮瓶设置在加热水桶中,所述原料贮瓶的出料孔通过管道与一缓冲罐的进料口相连,所述缓冲罐的出料孔通过管道与反应罐的原料进孔相连,所述反应罐内部设有换热盘管和通气管,所述反应罐顶部设有氧化反应添加剂加料管,所述反应罐底部的出料孔处设有微孔膜过滤器,所述微孔膜过滤器通过管道与成品槽相连;所述冷热水循环装置包括储水箱、加热器和循环自吸泵,所述加热器采用夹套的形式设置在所述储水箱的外壁上,所述储水箱通过循环自吸泵与所述反应罐内的换热盘管进水口相连,所述换热盘管出水口通过管道直接连接至储水箱;所述喷淋吸收液循环装置包括吸收液储罐和循环泵,所述吸收液储罐一方面通过管道与所述反应罐的出料管相连接,另一方面通过循环泵连接至反应罐顶端内部的喷淋头,此外还与所述成品槽相连,成品槽通过管道与循环泵相连。

2. 如权利要求 1 所述的一种电子工业用氢氟酸的生产系统,其特征在于,在所述无水氟化氢预处理装置、反应罐和成品槽上设有氢氟酸有毒气体浓度探测和集中报警装置。

3. 如权利要求 1 或 2 所述的一种电子工业用氢氟酸的生产系统,其特征在于,所述反应罐和成品槽采用碳钢衬聚四氟乙烯材料制成。

4. 如权利要求 1 所述的一种电子工业用氢氟酸的生产系统,其特征在于,所述喷淋吸收液的循环装置所输出的喷淋吸收液为电阻率不低于 $17\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$ 的去离子水。

5. 如权利要求 1 所述的一种电子工业用氢氟酸的生产系统,其特征在于,所述微孔膜过滤器采用不锈钢材料制成,其孔径为 0.05 微米。

6. 如权利要求 3 所述的一种电子工业用氢氟酸的生产系统,其特征在于,所述反应罐上设有温度传感器和尾气收集管,所述尾气收集管与一尾气吸收塔相连。

7. 如权利要求 1 所述的一种电子工业用氢氟酸的生产系统,其特征在于,所述循环泵选用不锈钢磁力泵。

一种电子工业用氢氟酸的生产系统

技术领域

[0001] 本实用新型涉及氢氟酸生产领域，具体地说是一种电子工业用氢氟酸的生产系统。

背景技术

[0002] 氢氟酸的用途十分广泛，氢氟酸作为氟化学工业的重要原料可以生产氟致冷剂、含氟聚合物、含氟医药，用它生产的氟化铝和冰晶石是炼铝工业必不可少的助剂，它还是炼油厂的烷基化触媒、钢铁厂的不锈钢清洗剂。另外用氢氟酸生产的氟化盐被广泛地应用于食品保护、特种金属冶炼、皮革和纺织品处理、标本保存以及核工业等行业。电子工业用氢氟酸为高纯氢氟酸，作为强酸性清洗、腐蚀剂，可与硝酸、双氧水、冰醋酸等配置使用，主要用于集成电路和超大规模集成电路芯片的清洗和腐蚀，是微电子行业制作过程中的关键性基础化工材料之一。

[0003] 氢氟酸是氟化氢气体的水溶液，分子式为 $\text{HF}-\text{H}_2\text{O}$ ，为无色透明至淡黄色冒烟液体。目前国内外制备高纯氢氟酸的常用方法是将工业无水氢氟酸（其纯度高达 99.95% 或更高，但是其中含有硅、磷、氮、氯、硫、砷、硼以及金属元素等形成的阴、阳离子杂质）进一步进行氧化和精馏除杂，主要的提纯技术有精馏、蒸馏、亚沸蒸馏、气体吸收等技术，这些提纯技术各有特性，各有所长。有的提纯技术如亚沸蒸馏技术只能用于制备量少的产品，而有的提纯技术如气体吸收技术可以用于大规模的生产。目前高纯氢氟酸的生产装置中是在精馏塔的塔顶设置有塔顶冷凝器，精馏塔出来的气体在塔顶冷凝器内冷凝分离，液化温度较高的氢氟酸在塔顶冷凝器内冷凝然后回流至精馏塔内，而液化温度较低的杂质则仍为气态直接从塔顶冷凝器顶部排放除去。但是通过研究发现采用该方式针对氢氟酸精馏塔内出来的气体进行冷凝时，气体容易过冷，使得液化温度较低的杂质也液化成液体，这样部分杂质也会冷凝回流到精馏塔内，影响产品的质量，所制得产品的纯度较低。

发明内容

[0004] 本实用新型正是针对现有技术中存在的技术问题，提供一种电子工业用氢氟酸的生产系统，该生产系统整体结构简单，操作方便，生产成本低，所制备的产品具有多种浓度，产量高，符合环保要求。

[0005] 为了实现上述目的，本实用新型采用的技术方案为，一种电子工业用氢氟酸的生产系统，包括无水氟化氢预处理装置、反应罐、冷热水循环装置、喷淋吸收液循环装置和多个成品槽，所述无水氟化氢预处理装置包括原料贮瓶和加热水桶，所述原料贮瓶设置在加热水桶中，所述原料贮瓶的出料孔通过管道与一缓冲罐的进料口相连，所述缓冲罐的出料孔通过管道与反应罐的原料进孔相连，所述反应罐内部设有换热盘管和通气管，所述反应罐顶部设有氧化反应添加剂加料管，所述反应罐底部的出料孔处设有微孔膜过滤器，所述微孔膜过滤器通过管道与成品槽相连；所述冷热水循环装置包括储水箱、加热器和循环自吸泵，所述加热器采用夹套的形式设置在所述储水箱的外壁上，所述储水箱通过循环自吸

泵与所述反应罐内的换热盘管进水口相连,所述换热盘管出水口通过管道直接连接至储水箱;所述喷淋吸收液循环装置包括吸收液储罐和循环泵,所述吸收液储罐一方面通过管道与所述反应罐的出料管相连接,另一方面通过循环泵连接至反应罐顶端内部的喷淋头,此外还与所述成品槽相连,成品槽通过管道与循环泵相连;整个技术方案设计巧妙实用,生产工艺简单,产量高且所制得的氢氟酸具有多种浓度可供选择。

[0006] 作为本实用新型的一种改进,所述反应罐和成品槽采用碳钢衬聚四氟乙烯材料制成,由于氢氟酸的强腐蚀性,并在工艺温度较高时腐蚀会更严重,因此材料该材料制备反应罐和成品槽能够增强它们的耐腐蚀性,从而延长使用寿命。

[0007] 作为本实用新型的一种改进,所述喷淋吸收液的循环装置所输出的喷淋吸收液为电阻率不低于 $17\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$ 的去离子水,属于电子级高纯水,纯度高,不含杂质,不会给系统造成二次污染。

[0008] 作为本实用新型的一种改进,所述微孔膜过滤器采用不锈钢材料制成,其孔径为 0.05 微米,该微孔膜过滤器的体积小、孔径均一、滤速快且吸附量少。

[0009] 作为本实用新型的一种改进,所述循环泵选用不锈钢磁力泵,采用磁力耦合器传递动力,完全无泄漏,适用于输送不含固体颗粒腐蚀液体、强酸碱溶液等。

[0010] 作为本实用新型的一种改进,在所述无水氟化氢预处理装置、反应罐和成品槽上设有氢氟酸有毒气体浓度探测和集中报警装置,用于实时监测整个生产过程中是否存在有毒气体泄漏,从而保证操作人员的人身安全。

[0011] 作为本实用新型的一种改进,所述反应罐上设有温度传感器和尾气收集管,所述尾气收集管与一尾气吸收塔相连,系统反应所产生的尾气经过尾气吸收塔处理后可达标排放。

[0012] 相对于现有技术,本实用新型的生产成本低,易于实施,能够实现连续式大规模生产,操作简单方便,并配套自动控制系统,实现连续化自动生产,效率高、产量高且安全环保;整个生产设备采用垂直流向布置,原料可依靠自身重力自上而下流动,制备产品的反应器设在中部,产品的过滤、灌装设在底层,从而能够减少泵输送,节省能耗,降低生产成本。

附图说明

[0013] 图 1 为本实用新型的结构示意图。

[0014] 图 2 为本实用新型的生产工艺流程图。

[0015] 图中:1-原料贮瓶,2-加热水桶,3-磅秤,4-缓冲罐,5-通气管,6-反应罐,7-换热盘管,8-氧化反应添加剂加料管,9-喷淋头,10-塑料桶,11-储水箱,12-加热器,13-循环自吸泵,14-成品槽,15-循环泵,16-吸收液储罐,17-有毒气体浓度探测计,18-尾气吸收塔,19-微孔膜过滤器。

具体实施方式

[0016] 为了加深对本实用新型的理解和认识,下面结合附图对本实用新型作进一步描述和介绍。

[0017] 如图 1—图 2 所示,一种电子工业用氢氟酸的生产系统,包括无水氟化氢预处理装置、反应罐、冷热水循环装置、喷淋吸收液循环装置和三个成品槽。所述无水氟化氢预处理

装置中的采用碳钢制成的原料贮瓶 1 设置在加热水桶 2 中,并在加热水桶的底部设有一磅秤 3,用于实时计量贮瓶内无水氟化氢的重量。存储在原料贮瓶 1 内的无水氟化氢经过加热水桶 2 内的热水加热后发生汽化形成氟化氢气体。所述缓冲罐 4 的出料孔通过管道与反应罐 6 的原料进孔相连,在所述缓冲罐的底部连接有一聚四氟乙烯塑料桶 10,用于接收缓冲罐内的液化氟化氢,所述反应罐 6 内部设有换热盘管 7 和通气管 5,所述通气管 5 设置在原料进孔处,所述反应罐 6 顶部设有氧化反应添加剂(本实施例中采用氟气)加料管 8,所述反应罐 6 底部的出料孔处设有微孔膜过滤器 19,所述微孔膜过滤器 19 通过管道与成品槽 14 相连。所述冷热水循环装置包括储水箱 11、加热器 12 和循环自吸泵 13,所述加热器采用夹套式加热器并围在所述储水箱的外壁上,所述储水箱 11 通过循环自吸泵 13 与所述反应罐 6 内的换热盘管 7 进水口相连,所述换热盘管 7 出水口通过管道直接连接至储水箱 11。所述喷淋吸收液循环装置包括吸收液储罐 16 和循环泵 15,所述吸收液储罐 16 一方面通过管道与所述反应罐 6 的出料管相连接,另一方面通过循环泵 15 连接至反应罐 6 顶端内部的喷淋头 9,此外还与所述成品槽 14 相连,成品槽 14 通过管道与循环泵 15 相连。整个生产系统中设备的压力为常压,安全性高。

[0018] 优选地,在所述无水氟化氢预处理装置、反应罐 6 和成品槽 14 的边上设有氢氟酸有毒气体浓度探测计 17 以及与其相连的集中报警装置,用于实时监控生产系统的安全性。

[0019] 优选地,所述反应罐 6 和成品槽 14 采用耐腐蚀的碳钢衬聚四氟乙烯材料制成,并在反应罐 6 上设有温度传感器和尾气收集管,所述尾气收集管与一尾气吸收塔 18 相连,产生的废气经处理后达标排放。

[0020] 优选地,所述喷淋吸收液的循环装置所输出的喷淋吸收液采用电阻率不低于 $17\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$ 的去离子水,纯度高,不会对生产的氢氟酸造成二次污染。

[0021] 优选地,所述微孔膜过滤器 19 采用不锈钢材料制成,其过滤膜的孔径为 $0.05\text{ }\mu\text{m}$,该微孔膜过滤器的体积小,从而易于安放,过滤膜的孔径比较均匀,不仅滤速快而且对滤液的吸附量少。

[0022] 优选地,所述循环泵 15 选用不锈钢磁力泵,采用磁力耦合器传递动力,动力强劲,而且结构完全密封无泄漏,进一步提高了生产过程的安全性。

[0023] 如图 2 所示,原料贮瓶内的无水氟化氢经过加热水桶内的热水加热后发生汽化形成氟化氢气体,该气体通过管道输送至缓冲罐内进行缓冲暂存,并且气体从缓冲罐中经通气管流入反应罐中,同时向反应罐内添加氟气,氟化氢气体与氟气接触后发生氧化反应,通过冷热水循环装置以及反应罐内设的换热盘管将罐内的温度维持在 $0\sim 20^{\circ}\text{C}$ 一段时间,从而通过氧化反应脱除一部分不挥发性杂质;其次再将反应罐内的温度升高并将温度维持在 $50\sim 80^{\circ}\text{C}$ 一段时间,脱除挥发性杂质;然后通过喷淋头向反应罐内喷洒高浓度的氢氟酸进行洗涤,再次脱除其中的杂质。最后通过去离子水吸收制成 30%、40%、50% 以及 55% 浓度的电子工业用氢氟酸并储存在成品槽中。

[0024] 需要说明的是上述实施例,并非用来限定本实用新型的保护范围,在上述技术方案的基础上所作出的等同变换或替代均落入本实用新型权利要求所保护的范围内。在权利要求中,单词“包含”不排除存在未列在权利要求中的部件。

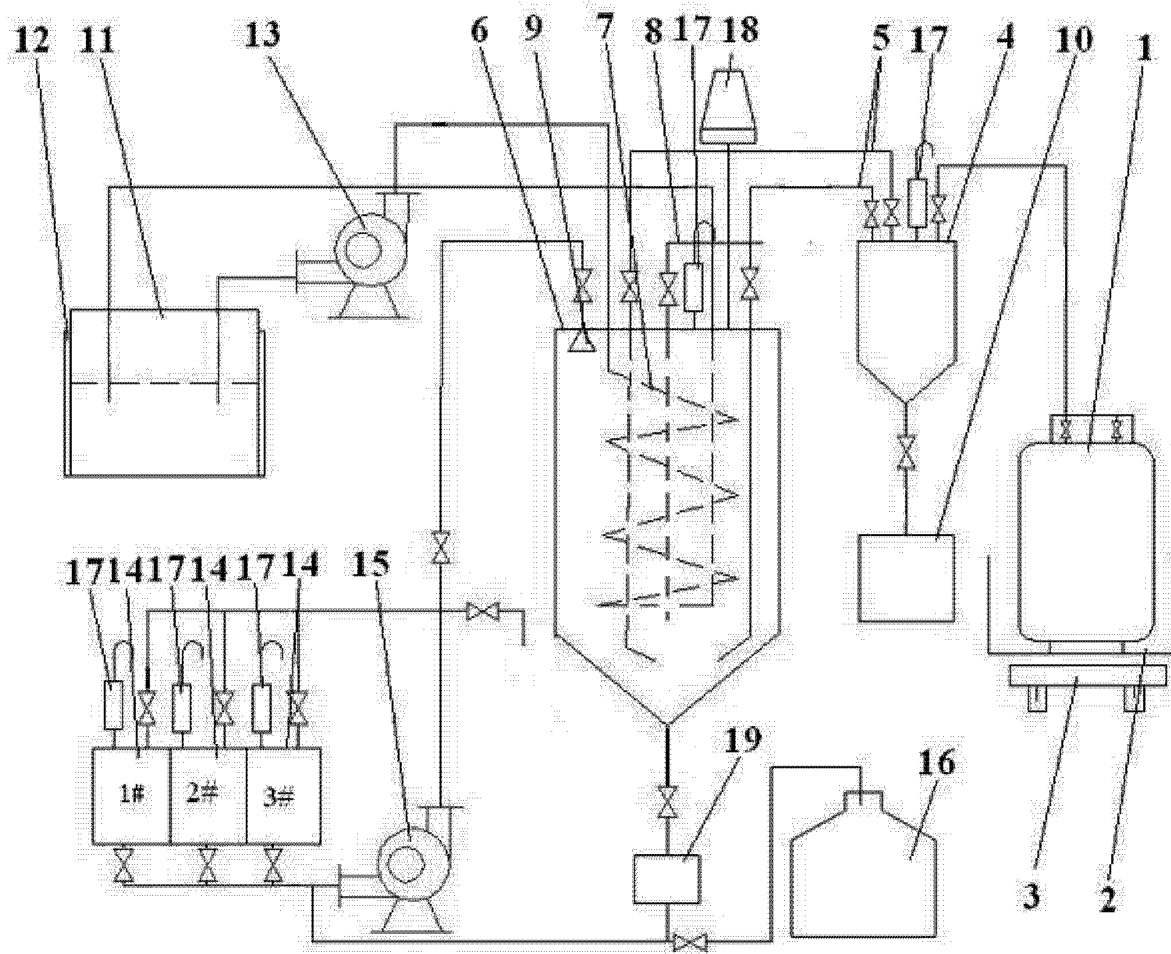


图 1

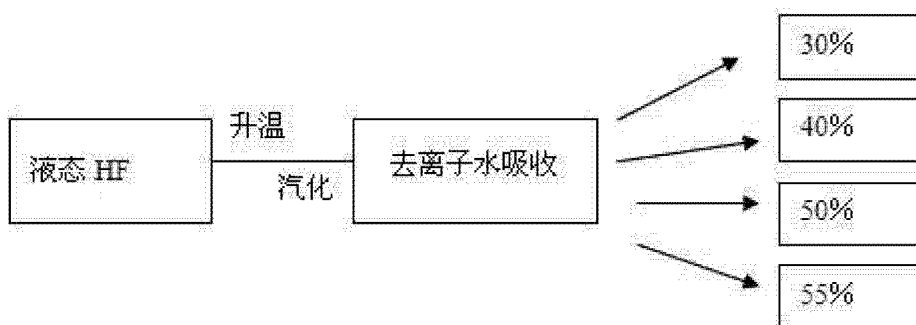


图 2