



ÚRAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

247333
(11) (B1)

[51] Int. Cl.⁴
C 07 C 49/08

[22] Prihlásené 12 03 85
[21] (PV 1717-85)

[40] Zverejnené 15 05 86

[45] Vydané 15 01 88

[75]
Autor vynálezu

ŠINGLIAR MICHAL doc. ing. CSc., PRIEVIDZA, FRIED PAVEL ing.,
BRATISLAVA, ČECH JURAJ RNDr., PEZINOK, POÓR RÓBERT ing. CSc.,
BRATISLAVA, LEŽOVIČ ALFONZ ing., PRIEVIDZA

[54] Spôsob prípravy vysokočistého acetónu

1

2

Riešenie sa týka prípravy vysokočistého acetónu čistoty MOS Selectipur triedy 0 pre potreby mikroelektroniky použitím fyzikálno-chemických metód čistenia v zariadení z materiálov, ktoré sú odolné koróznym účinkom acetónu.

Acetón sa kontinuálne alebo diskontinuálne destiluje za sníženého tlaku alebo pri atmosférickom tlaku v nerezovej alebo sklenenej aparatúre bez prístupu vzduchu. Frakcia sa odoberá pri teplote vypočítanej podľa vzťahu:

$$\begin{aligned} \text{teplota odberu } (^{\circ}\text{C}) &= \\ &= 56,24^{\circ} - 0,037950 \cdot \Delta p \text{ (kPa)} . \end{aligned}$$

Destilát sa potom vedie priamo na filtráciu cez súpravu teflónových filtrov rozmerov 1,8 μm , 0,8 μm , prípadne 0,4 μm .

Vynález sa týka prípravy vysokočistého acetónu čistoty MOS Selectipur triedy 0 pre potreby mikroelektroniky použitím fyzikálne-chemických metód čistenia v zariadení z materiálu, ktoré je odolné koróznym účinkom acetónu.

Chemikálie používané pri výrobe integrovaných obvodov pre mikroelektroniku, musia vyhovovať neobyčajne prísny kritériám čistoty. Z tohoto dôvodu nie je možné použiť chemikálie čistoty p. a., ale je nutné tieto dočistiť v zariadení, ktoré je pre tento proces vhodne usporiadané, a to nielen po stránke konštrukčnej, ale hlavne je zhotovené z materiálu, ktorý absolutne odoláva korózii príslušnej chemikálie. Pri dočisťovaní musí byť zariadenie tak konštruované, aby vyčistená chemikália po dočistení a po filtrácii neprišla do kontaktu s okolitým vzduchom. V opačnom prípade by sa nečistoty vzduchu absorbovali vo vyčistenej chemikálii a tým by sa chemikália znehodnotila.

Podstatou tohoto vynálezu je spôsob prípravy vysokočistého acetónu čistoty MOS Selectipur z vopred vyrobeného acetónu čistoty čistý alebo p. a., ktorý sa uskutočňuje tak, že acetón sa diskontinuálne alebo kontinuálne destiluje za sníženého tlaku alebo pri atmosferickom tlaku v nerezovej alebo sklennej aparatúre bez prístupu vzduchu, pričom sa odoberá frakcia pri teplote

$$\begin{aligned} \text{teplota odberu } (^{\circ}\text{C}) &= \\ &= 56,24^{\circ} - 0,037950 \cdot \Delta p \text{ (kPa)}, \end{aligned}$$

kde Δp (kPa) je rozdiel atmosferického tlaku a tlaku, pri ktorom sa destiluje a destilát sa vedie priamo na filtráciu cez súpravu teflónových filtrov rozmerov 1,2 μm , 0,8 μm , prípadne 0,4 μm .

Pre prípravu vysokočistého acetónu kvality MOS Selectipur z technického acetónu sa postupuje takto:

Technický acetón zo sklenených balónov objemu 50 až 100 l sa prečerpá nerezovým čerpadlom do nerezového (nerez triedy 14) alebo skleneného (sklo druh SIMAX) zásobníka. Odtiaľ sa dávkuje čerpadlom do nerezovej alebo sklenenej odparky. Destiluje sa kontinuálne alebo diskontinuálne pri atmosferickom tlaku alebo za tlaku zníženého.

Destilát sa zachytáva do sklenenej predlohy (sklo druh SIMAX), odtiaľ sa čerpadlom tlačí na filtráciu. Filtračné zariadenie pozostáva z vysokolešteného nerezového rámu (nerez triedy 14), v ktorom sú upnuté dva alebo tri teflónové filtre s otvormi pórov 1,2 μm , 0,8 μm a prípadne 0,45 μm .

Na vývodný otvor z filtračného zariadenia sa nasunie sklenený expedičný obal tak, aby sa zamedzil prístup vzduchu do vnútra obalu.

Súčasťou technológie prípravy acetónu čistoty MOS Selectipur je i čistenie expedičných obalov. Obaly sú sklenené, sklo je tre-

tej hydrolytickej triedy. Pred naplnením, vyčistenou chemikáliou musí byť obal starostlivo vyčistený najprv zriedenou (1:1) kyselinou dusičnou, po prepláchnutí vodou zriedenou (1:1) kyselinou chlorovodíkovou a nakoniec vodou, najprv destilovanou a napokon vysokočistou vodou mernej vodivosti 0,1 μS . Voda musí byť tiež zbavená prachových častíc na filtri s rozmermi otvoru 0,45 μm . Nakoniec sa obal vysuší filtrovaným vzduchom.

Ďalšie podrobnosti spôsobu prípravy vysokočistého acetónu sú uvedené v príkladoch.

Príklad 1

Acetón kvality p. a. sa analyzuje okrem bežných postupov podľa ČSN 686 tiež diferenciálnou pulznou polarografiou a atómovou absorpčnou spektrometriou na obsah chemických nečistôt a predpísanou mikroskopickou metódou na obsah heteročastíc.

Výsledky analýzy:

Ukazovateľ	Hodnota
špec. hmot. g/cm ³ , 20 ^o /4 °C	0,790
obsah vody	0,29 %
odparok	0,0008 %
popol	0,0001 %
kyslosť ako kyselina mravčia	0,00085 %
Fe	0,18 ppm
Cr	0,10 ppm
Pb	0,01 ppm
Ti	0,01 ppm
As	0,17 ppm
Zn	0,09 ppm
Na	0,14 ppm
K	0,5 ppm
Li	0,01 ppm
Cu	0,16 ppm
Mg	0,13 ppm

Kovy = Cd, Ni, Mn, Bi, Ga, Sn, Cu, Mo, V sa nachodia v koncentrácii menej ako 0,01 ppm.

Chromatografickou analýzou stanovený obsah hlavnej zložky je 99,6 %.

Obsah heteročastíc:	
1 až 5 μm	223 000
5 až 25 μm	12 300
nad 25 μm	1 350

Acetón sa diskontinuálne destiluje v sklenenej aparatúre (sklo kvality SIMAX) pri tlaku 53,3 kPa. Do predlohy sa odoberie frakcia s teplotou varu 42 až 43 °C. Destilát sa z predlohy nerezovým čerpadlom pretlačí cez filtračnú súpravu, ktorá pozostáva z teflónových filtrov s rozmermi otvorov 0,8 μm a 0,4 μm . Vyčistený acetón sa znova analyzuje rovnakými postupmi ako prv. Výsledky analýzy:

Ukazovateľ	Hodnota
špec. hmotnosť, g/cm ³ , 20°/4 °C	0,7885
obsah vody	0,18 %
odparok	0,00007 %
popol menej ako	1 · 10 ⁻⁵ %
kyslosť ako kyselina mravčia	0,00076 %
Fe	0,02 ppm
Cr	0,01 ppm
Pb	0,01 ppm
Ti	0,01 ppm
As	0,007 ppm
Zn	0,01 ppm
Na	0,016 ppm
K	0,017 ppm
Li	0,003 ppm
Ca	0,08 ppm
Mg	0,012 ppm

Kovy: Cd, Ni, Co, Mn, Bi, Ga, Sn, Cu, Mo, V sa nachodia v koncentrácii, menej ako 0,01 ppm.

Chromatografickou analýzou je stanovený obsah hlavnej zložky 99,8 %.

Obsah heteročastíc:

1 až 5 μm	12 000
5 až 25 μm	2 100
nad 25 μm	388

Z výsledkov analýz vidieť, že koncentrácie kovových iónov poklesli pod predpísanú hranicu a tak isto sa znížil aj obsah prachových častíc.

Príklad 2

Destilácia acetónu kvality ako v príklade 1, len sa pracuje pri atmosferickom tlaku, ktorý je 107,5 kPa. Odoberá sa frakcia s

teplotou varu 55 až 56 °C, pričom sa vydestiluje z násady objem 50 litrov 90 objemových percent, t. j. 45 litrov. Produkt sa analyzuje rovnakými pracovnými postupmi ako v príklade 1. Výsledky analýzy:

Ukazovateľ	Hodnota
špec. hmotnosť, g/cm ³ , 20°/4 °C	0,789
obsah vody	0,20 %
odparok	8 · 10 ⁻⁵ %
popol menej ako	1 · 10 ⁻⁵ %
kyslosť ako kyselina mravčia	8 · 10 ⁻⁴ %
Fe	0,02 ppm
Cr	0,01 ppm
Pb	0,01 ppm
Ti	0,01 ppm
As	0,008 ppm
Zn	0,01 ppm
Na	0,013 ppm
K	0,015 ppm
Li	0,002 ppm
Ca	0,05 ppm
Mg	0,010 ppm

Kovy: Cd, Ni, Co, Mn, Bi, Ga, Sn, Cu, Mo, V sa nachodia v koncentrácii menej ako 0,01 ppm.

Chromatografickou analýzou je stanovený obsah hlavnej zložky 99,8 %.

Obsah heteročastíc:

1 až 5 μm	13 200
5 až 25 μm	1 980
nad 25 μm	410

Z výsledkov vidieť, že i destilácia pri atmosferickom tlaku je rovnako účinná ako destilácia pri tlaku zníženom.

PREDMET VYNÁLEZU

Spôsob prípravy vysokočistého acetónu čistoty MOS Selectipur z vopred vyrobeného acetónu čistoty čistý alebo p. a. destiláciou, vyznačujúci sa tým, že acetón sa diskontinuálne alebo kontinuálne destiluje za zníženého tlaku alebo pri atmosferickom tlaku v nerezovej alebo sklenenej aparatúre bez prístupu vzduchu, pričom sa odoberá frakcia pri teplote

$$\text{teplota odberu } [^{\circ}\text{C}] = 56,24^{\circ} - 0,0337 \cdot 950 \cdot \Delta p,$$

kde Δp [kPa] je rozdiel atmosferického tlaku a tlaku, pri ktorom sa destiluje a destilát sa vedie priamo na filtráciu cez súpravu teflónových filtrov rozmerov 1,2 μm, 0,8 μm, prípadne 0,4 μm.