ČESKOSLOVENSKÁ SOCIALISTICKÁ REPUBLIKA
(19)

ÚŘAD PRO VYNÁLEZY A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

251 403

(11) (B1)

(61)
(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 14 12 83
(21) PV 9386-83

(51) Int. Cl.⁴
B 65 D 1/00

(40) Zveřejněno 18 12 86
(45) Vydáno 01 11 88

(75)
Autor vynálezu

ROUS BEDŘICH ing., ROŽNOV POD RADHOŠTĚM,
HOLEMÝ KAREL ing.,
KALUSOVÁ DRAHOMÍRA, DOLNÍ BEČVA,
KUNERT IVAN RNDr.,
HEJTMÁNEK IVAN ing., ROŽNOV POD RADHOŠTĚM,
KURKA PETR RNDr., ŠTĚPÁNKOVICE

(54) Způsob přípravy obalů pro kapalné chemikálie zvláštní čistoty

Řešení se týká způsobu přípravy obalů pro kapalné chemikálie zvláštní čistoty a jeho podstata spočívá v tom, že se obal nejprve propláchne demineralizovanou vodou získanou s výhodou reverzní osmózou a mikrofiltrací přes filtr s maximální velikostí pórů 1 /um, mající specifický odpor aspoň 10 Mohm. cm a obsahující smáčedlo za působení ultrazvuku, načež se obal propláchne výše uvedenou vodou bez smáčedla. Demineralizovaná voda obsahuje minimálně 0,05 % hmotnostních smáčedla, před použitím se sterilizuje. Obal se vysuší s výhodou filtrovaným plynem přes filtr s maximální velikostí pórů 1 /um.

251 403

Vynález se týká způsobu přípravy obalů pro dopravu a skladování kapalných chemikálií zvláštní čistoty s potlačeným obsahem iontových a heterogenních nečistot. Pro náročné práce a technologie se používají kapalné chemikálie zvláštní čistoty, u nichž je snížen a garantován nejen obsah iontových nečistot, ale i obsah heterogenních nečistot. Největší spotřebu těchto chemikálií má mikroelektronický průmysl, ale používají se i v řadě jiných odvětví.

Požadavek na snížený obsah iontových nečistot je v chemii obvyklý a je propracována řada vhodných rafinačních postupů. Jiná je situace s heterogenními nečistotami. Jde v podstatě o mechanické částice nepatrných rozměrů, kterých se i v čistých /p.a., p.p., ch.č./ chemikáliích nachází velké množství. Tak například komerční namátkový vzorek kyseliny sírové H_2SO_4 chemicky čisté obsahuje až 500 000 částic/litr velikosti 1 až 25 /um a větších. Pro speciální účely jsou již na závadu částice o velikosti nad 0,2 /um. Většinou se požaduje, aby obsah heterogenních částic v těchto chemikáliích nepřesáhl tyto hranice:

1	až	5 /um	max.	20 000 částic/1 000 ml
5	až	25 /um	max.	3 000 částic/1 000 ml
	nad	25 /um	max.	500 částic/1 000 ml

Obsah částic menších než 1 /um se zatím negarantuje, neboť se dá obtížně stanovovat.

Snížení obsahu heterogenních nečistot v chemikáliích zvláštní čistoty se provádí např. rektifikací, odstřeďováním a jinak, ale ve všech případech se provádí závěrečná mikrofiltrace přes mikrofiltry o velikosti pórů okolo 0,2 /um.

Problém spočívá v tom, jak a v čem tyto kapalné chemikálie zvláštní čistoty s potlačeným obsahem iontových a heterogenních nečistot dopravovat a skladovat při zachování jejich chemické a fyzikální čistoty.

Vynález je založen na způsobu čištění obalů pro dopravu a skladování kapalných chemikálií zvláštní čistoty s potlačeným obsahem iontových a heterogenních nečistot s garancí zachování parametrů těchto chemikálií, které měly po rafinačním procesu. Bylo zjištěno, že chemikálie jsou sekundárně znečišťovány ionty i fyzikálně, a to ze stěn obalů.

Uvedené nevýhody odstraňuje způsob přípravy obalů pro kapalné chemikálie zvláštní čistoty, jehož podstata spočívá v tom, že se obal nejprve propláchne demineralizovanou vodou získanou s výhodou reverzní osmózou a mikrofiltrací přes filtr s maximální velikostí pórů 1 /um, mající specifický odpor aspeň 10 Mohm.cm a obsahující smáčedlo za působení ultrazvuku, načež se obal propláchne výše uvedenou vodou bez smáčedla. Demineralizovaná voda obsahuje minimálně 0,05 % hmotnostních smáčedla. Demineralizovaná voda se před použitím sterilizuje. Obal se vysuší s výhodou filtrovaným plynem přes filtr s maximální velikostí pórů 1 /um.

Způsob přípravy obalů /skleněných i plastových/ pro dopravu a skladování kapalných chemikálií zvláštní čistoty s potlačeným obsahem iontových a heterogenních nečistot se provádí takto:

Dosud nepoužitý obal po předchozím hrubém mytí teplou pitnou vodou se smáčedlem se naplní demineralizovanou vodou, připravenou např. reverzní osmózou o specifickém odporu minimálně 10 Mohm.cm, mikrofiltrovanou mikrofiltry s velikostí pórů 0,1 až 0,45 /um s přídavkem 0,05 až 0,3 % hmotnostních detergentu. Naplněný obal se nechá cca 5 minut vyluhovat a protřepat. Pro zvýšení účinku mytí lze použít ultrazvuku. Potom se obsah vypustí. Vyprázdněný obal se nasadí hrdlem na trysku napojenou na přívod demineralizované vody mikrofiltrované a tlakem okolo 0,2 až 0,4 MPa se obal vytryská tak, aby tryskající voda dopadala na dno i boční stěny obalu.
Současně probíhá vnější mytí stěn obalů mikrofiltrovanou demineralizovanou vodou pomocí sprchy. Mytí se provádí cca 3 min. Zbytkový obsah detergentu při skončení mytí v odtékající vodě musí být nižší než 0,05 mg/kg. Po mytí se obaly zvnějšku i ze-

vnitř vysuší proudem horkého plynu mikrofiltrovaného přes mikrofiltr s velikostí pórů 0,1 až 0,2 /um.
Po vysušení se obaly uzavřou šroubovacím uzávěrem a vloží do polyetylénového sáčku, volný konec se uzavře.
Kapalné chemikálie zvláštní čistoty s potlačeným obsahem iontových a heterogenních nečistot, naplněné a skladované 6 měsíců v obalech připravených podle popsaného postupu, nevykázaly změnu proti původní čistotě co do obsahu jak iontových nečistot, tak počtu heterogenních částic.

Příklad: H_2SO_4 zvláštní čistoty pro mikroelektroniku

a/ obaly vymyté podle vynálezu

	prvek	obsah před plněním	obsah po 6-ti měsíčním skladování
iontové nečistoty [mg/kg]	Li	< 0,01	< 0,01
	Na	< 0,1	< 0,1
	K	< 0,08	< 0,08
	Ca	0,05	0,05
	Mg	0,007	0,007
	Ag	< 0,0001	< 0,0001
	Cr	0,008	0,008
	Fe	0,15	0,15
	Ni	0,003	0,003
	Pb	0,003	0,003
	Cu	0,003	0,003
	Zn	0,045	0,045

	heterogenní nečistoty počet částic v 1000 ml		
velikost částic	1 až 5 /um	5 až 25 /um	> 25 /um
obsah před plněním	3 500	1 600	< 100
obsah po 6-ti měsíčním skladování	3 500	1 600	< 100

b/ z běžných obalů H_2SO_4 ch.č.

251 403

	prvek	obsah
iontové nečistoty [mg/kg]	Li	< 0,01
	Na	< 0,1
	K	0,09
	Ca	0,17
	Mg	< 0,02
	Ag	< 0,1
	Cr	< 0,2
	Fe	0,42
	Ni	1,5
	Pb	1,25
	Cu	< 0,1
	Zn	0,37

	heterogenní nečistoty počet částic v 1000 ml		
velikost částic	1 až 5 /um	5 až 25 /um	>25 /um
obsah	500 000	100 000	12 500

Výhodné je používat transportních obalů zbavených iontových i neiontových nečistot opakovaně pro jeden druh chemikálie.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

251 403

1. Způsob přípravy obalů pro kapalné chemikálie zvláštní čistoty s potlačeným obsahem iontových a heterogenních nečistot, vyznačený tím, že se obal nejprve propláchne demineralizovanou vodou, získanou s výhodou reverzní osmózou a mikrofiltrací přes filtr s maximální velikostí pórů 1 /um, mající specifický odpor aspoň 10 Mohm.cm a obsahující smáčedlo za působení ultrazvuku, načež se obal propláchne výše uvedenou vodou bez smáčedla.

2. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že demineralizovaná voda obsahuje minimálně 0,05 % hmotnostních smáčedla.

3. Způsob podle bodu 1 a 2, vyznačený tím, že demineralizovaná voda se před použitím sterilizuje.

4. Způsob podle bodu 1, 2 a 3, vyznačený tím, že obal se vysuší s výhodou filtrovaným plynem přes filtr s maximální velikostí pórů 1 /um.