

DOI: 10.19816/j.cnki.10-1594/tn.2022.04.088

半导体级异丙醇的制备与检测

刘耀鹏

(晶瑞电子材料股份有限公司 苏州 215124)

摘要:随着芯片制造工艺的迅速发展和化学机械研磨技术的推广,芯片(特别是存储芯片)的堆叠层数急剧增加,对清洗和干燥的要求越来越高。异丙醇作为清洗颗粒和干燥水分的重要溶剂之一,对其性能要求也随着半导体制造工艺的发展越来越高。研究和开发高性能异丙醇成为了产业界的重要课题之一。本文介绍了工业级异丙醇的合成、半导体级异丙醇的提纯以及提纯后产品的检测。提纯主要采用精馏、重整、纳滤、离子交换等方法。最终得到的产品经检测后产品的性能优于 SEMI TierD 标准。

关键词:异丙醇;精馏;重整;纳滤;离子交换

中图分类号:TN32 **文献标识码:**A **国家标准学科分类代码:**510

Preparation and detection of semiconductor grade isopropyl alcohol

LIU Yaopeng

(Crystal Clear Electronic Material Co., Ltd., Suzhou 215124, China)

Abstract: With the rapid development of chip manufacturing technology and the promotion of chemical mechanical grinding technology, the number of stacked layers of chips (especially memory chips) has increased dramatically, and the requirements for cleaning and drying have become increasingly high. As one of the important solvents for cleaning particles and drying water, isopropanol has higher performance requirements with the development of semiconductor manufacturing technology. Research and development of high-performance isopropanol has become one of the important topics in the industry. This paper introduces the synthesis of industrial grade isopropanol, the purification of semiconductor grade isopropanol and the detection of purified products. Purification mainly adopts distillation, reforming, nanofiltration, ion exchange and other methods. The performance of the final product after testing is superior to the SEMI TierD standard.

Keywords: isopropyl alcohol; distillation; reforming; nanofiltration; ion exchange

0 引言

自 20 世纪 50 年代末以来,半导体行业呈现出迅猛发展的势头,逻辑和存储芯片的晶体管数量按照摩尔定律,以等比例缩小的形式、每两年翻一番的速度进行更新^[1]。目前先进集成电路(integrated circuit)工艺器件的物理特征尺寸已经跨过 10 nm 大关,当晶体管特征尺寸继续向 5 nm 技术节点甚至更小尺寸发展时,可以预见,任何以金属氧化物半导体(metal oxide semiconductor)物理特性作为基本工作原理的晶体管几何特征尺寸都愈来愈接近物理极限,半导体行业正面临着前所未有的挑战^[2-4]。

电子化学品是指专为电子信息产品制造配套的专用化工材料,是集成电路、平板显示制造等电子信息产业的重要支撑材料。电子化学品是电子材料和

专用化工材料相结合的高新技术产品,应用终端产品几乎覆盖整个电子信息产业。终端应用领域主要有半导体、平板显示器(包括液晶显示(liquid crystal display)、有机发光二极管显示(organic light emitting diode)等)、印制电路板(printed circuit board)和新能源电池等^[5]。

1 简介

异丙醇(isopropyl alcohol, IPA),又名二甲基甲醇,2-丙醇。其分子式为 $(\text{CH}_3)_2\text{CHOH}$,分子量 60.09,为无色透明挥发性液体,有类似乙醇和丙酮混合物的气味,溶于水、乙醇、乙醚和四氯化碳等多数有机溶剂。其相对密度为 0.785(20℃),沸点 82.4℃(101.3 kPa),熔点-89.5℃,黏度(20℃) 2.4 mPa·s,自然温度为 455.6℃,闪点 11.7℃(闭

环)。常温下异丙醇可引火燃烧,属于中等爆炸危险物品,在空气中爆炸极限(体积)上限为2.0%,下限为7.99%^[6]。

异丙醇属于正丙醇(N-propanol, NPA)的同分异构体。可用于合成甘油、乙酸异丙酯、异丙基铵盐等的原料,也可以制造杀虫剂、消毒剂、杀菌剂、防腐剂、防冻添加剂等,在农药、电子工业、医药、涂料、日用化工以及有机合成等领域具有广泛用途^[7]。

中国(中国大陆和中国台湾)的半导体级高纯异丙醇市场主要由德山和关东化学所占据。异丙醇

主要用在晶圆制造各工序的清洗以及最后工序的水分干燥,所以对颗粒、有机物、金属离子的要求要比其他类似的化学品要求更高,因为最后的步骤一旦出现问题,将没有补救措施,会导致严重的后果。

2 制 备

半导体级异丙醇的制备主要分成两步:第一步是先把工业级异丙醇制备出来;第二步是将制备出来的工业级异丙醇提纯使其达到半导体级别,具体过程如图1所示。

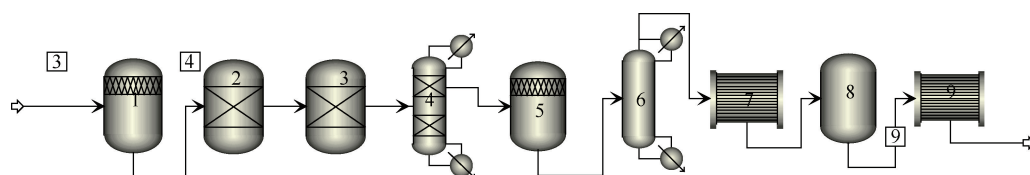


图1 提纯简易流程:1.脱水处理(渗透汽化膜+分子筛);2.颗粒处理(初步);3.膜处理(表面改性聚酰亚胺膜);4.精馏(脱轻+脱重);5.阴离子去除(阴离子交换树脂);6.重整(低温+精馏);7.纳滤(控颗粒,40、10、5 nm滤芯);8.阳离子去除(阳离子交换树脂或者具有离子交换功能的滤芯);9.颗粒重整(2、1 nm滤芯)

Fig. 1 Simple purification process: 1. dehydration treatment(pervaporation membrane+molecular sieve); 2. particle treatment(preliminary); 3. membrane treatment(surface modified polyimide film); 4. distillation (low boiling fraction removal+high boiling fraction removal); 5. anion removal(anion exchange resin); 6. rearrangement (low temperature+rectification); 7. nanofiltration (particle control, 40, 10, 5 nm filter cartridge); 8. cation removal(cation exchange resin or filter cartridge with ion exchange capacity); 9. particle rearrangement (2, 1 nm filter cartridge)

半导体级的IPA之所以比较难制备,是因为对水分的要求一般 $\leq 50 \times 10^{-6}$,IPA的同分异构体NPA及其他有机杂质都需要做到 10×10^{-9} 以下,这两个问题难以解决;其他例如金属阳离子、阴离子以及颗粒的问题,通过精馏、离子交换和多级滤芯过滤来解决相对比较容易。

对于IPA原料制备部分,目前主要采用丙烯水合法和丙酮加氢法^[8]。丙酮加氢工艺流程短,其经济性要优于丙烯水合法^[9]。丙烯水合法工艺条件苛刻,工艺流程较长,但最终产品的副产物较少,有利于后期提纯。丙烯来自于石油,原料相对丰富,特别是石油价格相对比较便宜的时候更具有优势;并且丙烯的产品线更宽泛,有利于产业集群的发展。

丙酮是生产苯酚的副产物,原料丰富,价格相对

便宜,但其中的杂质较多,且在合成异丙醇的过程中需要进行加氢操作,加氢操作的产物比较复杂,为后续的提纯带来不小的挑战。

丙烯水合过程中会生成碳六烃类、异丙醚和重组分等。使用丙烯直接水合制备异丙醇主要分为3种方法:气相直接水合、液相直接水合和气液混相水合,方法比较如表1^[10]所示。不论是从收率、生产成本、装置投资,还是从安全性、环保的角度看,气液混相更为理想。从目前生产超高纯异丙醇的厂家看,他们都选择了最难的液相直接水合。液相直接水合应该综合考虑后续的提纯,包括有机杂质、金属离子、颗粒、阴离子等的提纯,在严苛的环境下,生产出的低沸点有机杂质会大大降低,为后期精馏分离创造了良好条件。因为很多低沸点有机物的去除是非常困难的^[11]。

表1 不同直接水合法的工艺比较

Table 1 Process comparison of different direct hydration methods

制备方法	反应压力/ kPa	反应温度/ ℃	水烯 摩尔比	丙烯浓度 要求/wt%	丙烯单程 转化率/wt%	催化剂 稳定性	催化剂 平均寿命	设备腐蚀 程度	投资 费用
气-液混相法(催化剂:阳离子交换树脂)	6 000~8 000	135~160	15	92	75	不耐高温	>8个月	无	投资相对较少
液相法(催化剂:杂多酸系)	200 000	240~280	27	95	50~75	易水解,不耐热	半永久性	无	投资高
气相法(催化剂:磷酸/硅藻土)	2 000~2 500	190~220	0.7	≥ 99	5月6日	磷酸流失	>12个月	不严重	投资少

丙烯液相直接水合法的优点是选用了钨系多阴离子水溶液作为催化剂,该催化剂活性高、寿命长、性能比较稳定,克服了以往催化剂容易流失的问题,并可循环使用。原料丙烯在催化剂水溶液中与多阴离子络合,使得其与间接水合法相比反应速率更快,转化率更高。此外该方法还有一个优点是不存在设备的腐蚀问题,故设备无需特殊的材质^[12]。

丙烯水合主要需要解决两个问题:一个是催化剂的问题;另一个是尽量控制少生成正丙醇及其他有机杂质。丙烯水合工艺相对复杂,但后续副产品处理相对容易。丙酮加氢原料便宜,合成工艺简单,但后期副产物种类较多,处理比较困难。无论采用何种合成方式,都需要解决有机杂质及水分的问题。异丙醇、正丙醇的问题需要注意物理上的指标,单独异丙醇在 82.5℃ 沸腾,与水在 80.4℃ 时共沸;单独正丙醇在 97.2℃ 沸腾,与水在 87.7℃ 时共沸。从数据上看,在没有水存在的情况下分离异丙醇与正丙醇比有水的情况要容易一些。精馏是分离液相混合物的常用方法,但在共沸物分离时,由于其沸腾所产生的气体部分的成分比例与液体部分完全相同,因此普通精馏无法实现高纯度共沸物的分离,只能采取特殊精馏。目前较为成熟的特殊精馏工艺有共沸精馏和萃取精馏^[13]。

水分的去除可以采用渗透汽化膜+分子筛、碱金属化合物或其他材料。渗透汽化膜和分子筛对处理气态的异丙醇具有更好的效果。

日本德山作为高纯异丙醇的主要供应商,在亚洲地区的市场份额为 40%,他们采用的生产方法是丙烯水合法,反应压力 25 MPa,采用钨系阴离子催化剂。技术领先者所采用的工艺值得我们思考和借鉴。

异丙醇中的有机杂质,比如丙酮、正丙醇在后期的提纯过程中去除非常困难,所以在异丙醇合成工艺的选择上需要考虑如何将有机杂质的含量降到最低,从而减轻后期提纯的压力。

使用工业级的异丙醇进行异丙醇的提纯。根据最终产品的要求,提纯主要围绕 5 方面的工作开展。首先是产品的有效成分含量,需要尽量去除异丙醇中的其他有机物;其次就是水分,通过分子筛渗透汽化膜+分子筛或者碱金属化合物等进行水分的去除;第三经过有萃取剂存在的精馏塔进一步去除水分;再经过低温重整对水分进一步去除;最后通过精馏的方式对水分进行最后去除。通过逐级去除水分的过程,使水分含量达到最终的要求。精馏对异丙醇产品的最终质量有至关重要的影响,萃取精馏是

向原料液中加入萃取剂,目的是为了改变被分离组分的相对挥发度,从而达到分离要求的一种特殊的精馏方法。在萃取精馏工艺中,最为关键的是选择合适的萃取剂。金属阳离子将通过硅酮改性的聚酰亚胺膜和表面改性的聚四氟乙烯 (polytetrafluoroethylene, PTFE) 膜纯化器或者阳离子交换树脂进行阳离子去除;阴离子的去除主要通过阴离子交换树脂的方式进行;颗粒的去除主要是通过不同孔径尺寸的 PTFE 滤芯进行过滤去除。

根据目标,将各个处理模块进行了组合重排,得出以下流程。

首先进行初步脱水,主要采用分子筛渗透汽化膜+分子筛的方式。分子筛渗透汽化膜可以将异丙醇的水分从 10% 甚至更高降低到 0.2%~0.5%,然后再采用分子筛将水分控制在 50×10^{-6} 的水平。之所以采用分段进行,是为了在保证最终效果的前提下,保证经济性以及可行性。经过脱水后,接下来是颗粒的初步去除,根据异丙醇原料的不同情况,采用 10、5、3、1 μm 的滤芯进行过滤。经过颗粒初步去除的异丙醇再经过表面改性的聚酰亚胺膜,这个步骤可以对异丙醇中的金属阳离子及颗粒进行部分去除,对金属阳离子及颗粒的控制将大大减轻后续处理的难度和强度;经过膜处理后的异丙醇进入精馏环节,对绝大多数有机溶剂的提纯过程,精馏都扮演着举足轻重的作用,精馏是提纯有机溶剂兼具经济和效率的方式。精馏同时也是能耗消耗比较大的过程,应尽量降低能耗。在精馏异丙醇过程中使用萃取精馏的办法,也有节约能耗的考虑,主要还是为了更好地分离异丙醇中的其他杂质。精馏采用先去除轻组分再去除重组分的步骤,可以更简单有效地去除有机物杂质,在这个过程中,需要对萃取剂进行回收。精馏塔顶温度一般选择比目标产物异丙醇的温度略低一些,这样虽然生产的效率会有所降低,但馏出液的品质会大大提高。经过脱轻脱重精馏塔处理后的异丙醇溶液进入阴离子交换步骤,使用阴离子交换树脂对异丙醇中的阴离子进行去除。经过前面步骤,阳离子的数量已经大大降低,阴离子的含量相比其他杂质含量就突显出来,所以对阴离子进行去除,将有利于后段低温重整、精馏重整以及阳离子去除。对阴离子进行去除后,进入下一步低温重整步骤,低温重整主要利用降低温度的方式 ($-80 \sim -40^\circ\text{C}$) 去除水分及熔点较低的有机杂质,经过低温重整后,进入最后的精馏塔,这个步骤的精馏塔直接对异丙醇溶液进行操作,不再添加其他共沸剂及萃

取剂,因为共沸剂和萃取剂将对此时高纯的异丙醇的品质造成污染,经过最后的精馏后,单个金属阳离子可以达到 100×10^{-12} 的水平,阴离子也可以降低到 10×10^{-9} 以下的水平。精馏和低温重整本质上是利用各种物质的物理特性,采用物理的手段加以分离,从而得到最终需要的产品。经过精馏处理后的异丙醇溶液进入去除颗粒滤芯,滤芯的尺寸一般依次采用 40、10、5 nm 的滤芯。经过颗粒去除步骤后

的异丙醇进入阳离子交换树脂或者表面改性具有阳离子交换功能的滤芯,对金属阳离子进行最后的去除。经过精馏后的异丙醇经过离子交换树脂或者表面改性具有离子交换功能的膜材料进行金属阳离子去除,单个金属阳离子可以达到 10×10^{-12} 以下的水平。金属阳离子达标后的异丙醇进入最后一道工序,颗粒控制。异丙醇依次通过 2、1 nm 的滤芯,得到最终需要的产品,部分产品指标对比如表 2 所示。

表 2 产品指标对比

Table 2 Comparison of product indicators

品名	含量/ %	色度 (APHA)	蒸发 残分	水分/ ×10 ⁻⁶	CL ⁻ / ×10 ⁻⁹	NO ₃ ⁻ / ×10 ⁻⁹	PO ₄ ³⁻ / ×10 ⁻⁹	SO ₄ ²⁻ / ×10 ⁻⁹	Li/ ×10 ⁻¹²	B/ ×10 ⁻¹²	Na/ ×10 ⁻¹²	
SEMI TierD 标准	≥99. 8	≤10	≤5 ppm	≤500	≤50	≤50	≤50	≤50	≤100	≤100	≤100	
工业品	≥99. 9	≤5	—	≤500	≤50	—	—	≤50	≤10 000	≤10 000	≤10 000	
晶瑞	99. 99	3	0. 1	49	4	3	8	4	<1	32	1	
品名	Mg/ ×10 ⁻¹²	Al/ ×10 ⁻¹²	K/ ×10 ⁻¹²	Ca/ ×10 ⁻¹²	Ti/ ×10 ⁻¹²	V/ ×10 ⁻¹²	Cr/ ×10 ⁻¹²	Mn/ ×10 ⁻¹²	Fe/ ×10 ⁻¹²	Co/ ×10 ⁻¹²	Ni/ ×10 ⁻¹²	
SEMI TierD 标准	≤100	≤100	≤100	≤100	≤100	≤100	≤100	≤100	≤100	≤100	≤100	
工业品	≤10 000	≤10 000	≤10 000	≤10 000	≤10 000	≤10 000	≤10 000	≤10 000	≤10 000	≤10 000	≤10 000	
晶瑞	<1	<1	<1	2	<1	<1	<1	<1	0. 44	<1	<1	
品名	Cu/ ×10 ⁻¹²	Zn/ ×10 ⁻¹²	As/ ×10 ⁻¹²	Cd/ ×10 ⁻¹²	Sn/ ×10 ⁻¹²	Ba/ ×10 ⁻¹²	Pb/ ×10 ⁻¹²	颗粒	颗粒	颗粒	颗粒	
								(粒径> 0. 5 μm) / (pcs·ml ⁻¹)	(粒径 >0. 3 μm) / (pcs·ml ⁻¹)	(粒径 >0. 2 μm) / (pcs·ml ⁻¹)	(粒径 >0. 1 μm) / (pcs·ml ⁻¹)	(粒径 >0. 04 μm) / (pcs·ml ⁻¹)
SEMI TierD 标准	≤100	≤100	≤100	≤100	≤100	≤100	≤100	与客户协商				
工业品	≤10 000	≤10 000	≤10 000	≤10 000	≤10 000	≤10 000	≤10 000	与客户协商				
晶瑞	<1	0. 51	<1	<1	<1	<1	<1	<10	<50	<100	<200	44

3 检测

异丙醇的检测项目一般包括含量、丙酮、正丙醇、水分、酸度、色度、金属阳离子、阴离子、颗粒等测试项目。异丙醇、丙酮、正丙醇可以使用气相色谱(gas chromatography, GC)进行检测,因为丙酮、正丙醇含量较低,可使用气相色谱-质谱联用仪(gas chromatography-mass spectrometer, GC-MS)辅助测试。GC检测的主要节点:色谱柱、升温程序、检测器温度、载气及分流比^[14]。水分使用水分检测仪,基本原理是卡尔费休试剂能与试样中的水分进行定量反应,碘氧化二氧化硫成为三氧化硫必须有一定量的水参加,用有机碱中和反应生成的酸,利用含羟基的醇类,使其生成稳定的产物,从而使反应完全^[15]。酸度采用酸碱滴定的方法,使用酚酞做指示剂,使用氢氧化钠滴定。滴定的主要因素是指示剂的选择及滴定溶液浓度的适配。一般指示剂的变色界限尽量维持在 pH=7 左右,滴定溶液的浓度选择尽量使一个滴定管 50 ml 的容量可以利用 80% 以上。如果滴定需要分成几步完成,那就需要根据最

后一步的反应用量来倒推其他反应步骤的滴定液用量,需要进行综合考虑。色度采用紫外分光光度计进行测量。密度使用密度仪进行测量。蒸发残分使用蒸发皿和电子天平进行测量。金属阳离子使用电感耦合等离子体质谱仪(inductively coupled plasma mass spectrometer, ICP-MS)进行测量,ICP-MS 是将电感耦合等离子体的高温特性和四极杆质谱仪灵敏快速扫描的特点相结合的一种元素分析仪器,具有超高灵敏度、超低检出限、样品需求量少、动态线性范围宽、多元素同时快速测定的特点^[16]。高纯溶液一般采用标准添加法完成方法建立及测试。阴离子使用离子色谱进行测量,离子色谱是高效液相色谱中的一项重要技术,是一种用于测定常规离子的色谱分离方法。该方法主要由 3 个主要部分组成:离子分析柱、抑制系统和检测器。阴离子分析物在阴离子交换柱上分离^[17]。颗粒使用激光粒度仪进行测量。激光粒度仪的测量原理是光散射原理。光散射是指颗粒将照射到其上的激光向周围散射,颗粒的多少和粒径的大小决定了散射光各个特征参数的变化,因此可以通过测量光强、偏振度、衰减比等激

光参数的空间分布来获得待测颗粒的信息^[18]。每项测试之前一般需要对仪器进行校正,每一项测试一般都进行3次,在误差不超过5%的情况下,取3次的平均值。设备的校正一般采用标准物质来进行,首先使用标准物质告诉设备,设备会对标准物质给出反馈,确立好方法后,使用方法对标准物质进行检验,完成设备和标准物质的相互验证。如果结果符合预期,稳定性一致性符合预期,就可以将方法确定下来。

4 结 论

本文主要研究了使用工业级异丙醇提纯制备 SEMI TierD 的可行性,通过检测设备对制备的产品性能进行检测。根据检测结果得出如下结论:

1. 工业级异丙醇经过纯化可以达到 SEMI TierD 标准的要求。SEMI TierD 标准没有对颗粒的标准给出明确的数据,在异丙醇实际使用中,随着芯片集成度越来越高,对颗粒的要求也越来越高。从某种程度上说,颗粒的重要性甚至超过金属阳离子和阴离子。

2. 分级纯化有助于降低产品纯化成本。在提纯的某一阶段尽可能发掘某种处理手段的潜力,采用阶梯式的处理方式,可以在得到最终所需品质的前提下,节约成本。

3. 精馏和低温重整对保证异丙醇品质有重要作用。精馏可以高效解决有机杂质和水分问题。低温重整可以有效去除痕量有机杂质。有机杂质和水分是获得高品质异丙醇需要解决的关键问题。

参考文献

- [1] HOEFFLINGER B. ITRS: the international technology roadmap for semiconductors[EB/OL]. (2011-10-28)[2019-02-26]. https://link.springer.com/chapter/10.1007/978-3-642-23096-7_7.
- [2] IEONG M, DORIS B, KEDZIERSKI J, et al. Silicon device scaling to the sub-10-nm regime[J]. Science, 2004, 306(5704): 2057-2060.
- [3] YEO Y C, RANADE P, KING T J, et al. Effects of high- κ /gate dielectric materials on metal and silicon gate work-functions[J]. IEEE Electron Device Letters, 2002, 23(6): 342-344.
- [4] 卢红亮, 马宏平, 袁光杰, 等. 原子层刻蚀技术研究进展[J]. 微纳电子与智能制造, 2019, 1(1): 47-56.
LU H L, MA H P, YUAN G J, et al. Research progress in atomic layer etching technology[J]. Micro/nano Electronics and Intelligent Manufacturing, 2019, 1(1): 47-56.
- [5] 于宸, 顾方, 鲁瑛, 等. 电子化学品技术发展分析[J]. 精细与专用化学品, 2022, 30(1): 8-11.
- YU C, GU F, LU Y, et al. Analyzing the technological development for electronic chemicals[J]. Fine and Specialty Chemicals, 2022, 30(1): 8-11.
- [6] 李凤兰. 异丙醇—水体系分离工艺的研究[D]. 上海: 华东理工大学, 2011.
LI F L. The study on separation process of isopropanol-water system[D]. Shanghai: East China University of Science and Technology, 2011.
- [7] 李星. 异丙醇的生产技术及市场分析[J]. 山东化工, 2021, 50(11): 79-81, 85.
LI X. Production technology and market analysis of isopropanol[J]. Shandong Chemical Industry, 2021, 50(11): 79-81, 85.
- [8] 李星. 异丙醇的生产技术及市场分析[J]. 山东化工, 2021, 50(11): 79-81, 85.
LI X. Production technology and market analysis of isopropanol[J]. Shandong Chemical Industry, 2021, 50(11): 79-81, 85.
- [9] 唐啸天. GC-MS 法测定化纤级环己酮中微量或痕量杂质[J]. 合成纤维工业, 2019, 42(1): 75-79.
TANG X T. Determination of micro-or trace impurities in fiber-grade cyclohexanone by GC-MS[J]. China Synthetic Fiber Industry, 2019, 42(1): 75-79.
- [10] 梁凯. 超净高纯电子化学试剂: 异丙醇制备方法[J]. 化学工程师, 2011, 25(7): 63-64.
LIANG K. Preparation method of ultra-dean and high-purity reagents: isopropanol[J]. Chemical Engineer, 2011, 25(7): 63-64.
- [11] 徐永旺, 厉相. 异丙醇生产工艺技术分析选择[J]. 硅谷, 2011(17): 193.
XU Y W, LI X. Analysis and selection of isopropanol production technology[J]. Silicon Valley, 2011(17): 193.
- [12] 王慧风, 刘靖, 喻瑞. ZSM-35 分子筛的酸改性及其用于丙烯水合制异丙醇反应的性能[J]. 工业催化, 2018, 26(7): 48-53.
WANG H F, LIU J, YU R. Catalytic performance of acid modified ZSM-35 zeolite for propylene hydration to isopropanol[J]. Industrial Catalysis, 2018, 26(7): 48-53.
- [13] 刘焕荣, 韩东敏. 乙酸乙酯-异丙醇-水三元共沸物的 Aspen Plus 分离模拟[J]. 中国石油大学胜利学院学报, 2021, 35(4): 89-94.
LIU H R, HAN D M. Aspen Plus separation simulation of ethyl acetate-isopropylalcohol-water ternary azeotrope[J]. Journal of Shengli College China University of Petroleum, 2021, 35(4): 89-94.
- [14] 唐国旗, 徐利红, 田保亮, 等. 异丙醇的生产工艺及应用[J]. 石油化工, 2021, 50(3): 285-288.
TANG G Q, XU L H, TIAN B L, et al. Manufacturing technology and its application prospect of isopropanol[J]. Petrochemical Technology, 2021, 50(3): 285-288.
- [15] 李风华, 侯学伟. 卡尔-费休滴定法测定异丙醇中水分含量[J]. 理化检验(化学分册), 2013, 49(10): 1174-1175, 1178.
LI F H, HOU X W. Determination of water content in isopropanol

- by Karl-Fischer titration[J]. Physical and Chemical Inspection-Chemical Analysis, 2013, 49(10): 1174-1175, 1178.
- [16] 罗海健, 柯丁宁, 魏熙宇, 等. 消解-电感耦合等离子体质谱技术教学实验设计[J]. 实验技术与管理, 2021, 38(9): 170-174.
- LUO H J, KE D N, WEI X Y, et al. Design on teaching experiment of digestion-inductively coupled plasma mass spectrometry [J]. Experimental Technology and Management, 2021, 38(9): 170-174.
- [17] 赵新颖, 屈锋, 牟世芬. 离子色谱技术的重要进展和我国近年的发展概况[J]. 色谱, 2017, 35(3): 223-228.
- ZHAO X Y, QU F, MOU S F. Important progress in ion chromatography and its recent developments in China[J]. Chinese Journal of Chromatography, 2017, 35(3): 223-228.
- [18] 隋修武, 李瑶, 胡秀兵, 等. 激光粒度分析仪的关键技术及研究进展[J]. 电子测量与仪器学报, 2016, 30(10): 1449-1459.
- SUI X W, LI Y, HU X B, et al. Development progress and key technologies of laser particle size analyzer[J]. Journal of Electronic Measurement and Instrumentation, 2016, 30(10): 1449-1459.