

公告本

申請日期	90 年 5 月 21 日
案 號	90112131
類 別	201B 15/013

A4
C4

574136

(以上各欄由本局填註)

發明專利說明書

一、發明 名稱	中 文	進一步純化過氧化氫溶液之方法
	英 文	Process for the further purification of hydrogen peroxide solutions
二、發明 創作人	姓 名	(1) 戴瑪·歐特 Oeter, Dietmar (2) 克勞斯·杜茲姆 Dusemund, Claus (3) 艾華德·紐曼 Neumann, Ewald
	國 籍	(1) 德國 (2) 德國 (3) 德國
	住、居所	(1) 德國達木士塔法蘭克福特路二五〇號 Frankfurter StraBe 250, 64293 Darmstadt, Germany (2) 德國達木士塔法蘭克福特路二五〇號 Frankfurter StraBe 250, 64293 Darmstadt, Germany (3) 德國達木士塔法蘭克福特路二五〇號 Frankfurter StraBe 250, 64293 Darmstadt, Germany
	住、居所 (事務所)	
三、申請人	姓 名 (名稱)	(1) 麥克專利有限公司 Merck Patent GmbH
	國 籍	(1) 德國
	住、居所 (事務所)	(1) 德國達木士塔法蘭克福特路二五〇號 Frankfurter Strasse 250, D-64293 Darmstadt Germany
	代 表 人 姓 名	(1) 俄曼 Eiermann, 史卡特勒 Schuttler,

裝

訂

線

申請日期	90 年 5 月 21 日
案 號	90112131
類 別	

A4
C4

(以上各欄由本局填註)

發 明 專 利 說 明 書		
一、發明 新型名稱	中 文	
	英 文	
二、發明人 創作	姓 名	(4) 克勞斯·佛萊斯勒 Freissler, Klaus (5) 馬丁·荷斯達里 Hostalek, Martin
	國 籍	(4) 德國 (5) 德國
	住、居所	(4) 德國達木士塔法蘭克福特路二五〇號 Frankfurter StraBe 250, 64293 Darmstadt, Germany
		(5) 德國達木士塔法蘭克福特路二五〇號 Frankfurter StraBe 250, 64293 Darmstadt, Germany
三、申請人	姓 名 (名稱)	
	國 籍	
	住、居所 (事務所)	
	代 表 人 姓 名	

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

裝

訂

線

(由本局填寫)

承辦人代碼：
大類：
I P C分類：

A6
B6

本案已向：

國（地區） 申請專利，申請日期： 案號： ，☐有 ☐無主張優先權

德國 2000 年 5 月 27 日 100 26 363.1 ☒有主張優先權

有關微生物已寄存於： ，寄存日期： ，寄存號碼：

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄）

裝

訂

線

五、發明說明 (1)

發明領域：

本發明係相關於一種進一步純化過氧化氫溶液之嶄新的層析方法，所製得高純度溶液，可供今日高純度需求下之半導體技術使用。

在生產高積體電子電路時，寄託在極高純度需求之使用化學試劑上。當在生產1百萬位元晶片時，可容許化學品質之雜質(不純度)含量在低ppm範圍；但在生產4~16百萬位元晶片時，則需求化學品質之最高雜質含量標準低於10ppb。

發明背景：

晶片生產上主要的化學試劑之一，其必須迎合此等純度需求者為過氧化氫。因為它實際上獨一地以蔥醌方法配製，且通常以在鋁或不銹鋼分離柱精餾純化及濃縮，它並沒有必要的純度。由於與工廠部品接觸，特別是鋁或其他的金屬，蒸餾是受到污染的。此外，它含有有機碳化合物之殘基(有機碳)，諸如溶劑(醇類、酮類、脂族烴類及酸類)，及製程結果之蔥醌衍生物。使用在微電子時，為減低陽離子、陰離子及碳含量達到需求標準，過氧化氫因而必須受到有效的後處理。

過氧化氫之純化，若單獨以蒸餾法，不能達到關於金屬雜質及碳的需求純度標準。例如，溶液包含自蔥醌方法之易揮發或蒸汽揮發之有機碳化合物，其無法以簡單的蒸餾法做法即分離開。過氧化氫中溶解有機碳含量值可高達

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

五、發明說明 (2)

150mg/L。然而，過氧化氫內金屬離子及碳雜質，在微晶片生產時特別具干擾影響，此等雜質在所有更高積體晶片生產時，更具臨界的影響。因而在習知的技術中不缺嘗試以陽離子及或陰離子交換樹脂之後處理法從過氧化氫內去除雜質。

為此目的曾提出的離子交換物質，有為去除陽離子之環-取代的芳烴陽離子交換樹脂，及為去除陰離子之含有三氨基或鉍基或吡啶環的芳烴陰離子交換樹脂。出現在此等離子交換樹脂之官能基，通常使離子交換樹脂對氧化作用如此敏感，因而使用此等離子交換樹脂的過氧化氫之純化，必須在相對低溫(約0℃)下展開，且特別細心量測。

為繞行以氧化敏感基反應作用之問題，US-A-5,268,160提出使用基於交聯的聚苯乙烯之非離子性有機疏水性吸附劑樹脂，作進一步的純化。無論如何，此僅給與過氧化氫含容許雜質之多重性，且因此根據今日標準，不適於晶片生產之用。

離子交換樹脂之高氧化敏感度，可歸因於事實上在重金屬，諸如鐵或銅出現之際，過氧化氫能形成有害的羥基自由基，其以氧化侵襲離子交換樹脂之碳骨架，並能形成易分解的環氧化物或氫過氧化物。形成的環氧化物或氫過氧化物不僅能爆炸性地分解，而且在某些環境下甚至有起爆行止。如此使用陽離子或陰離子交換樹脂於過氧化氫溶液之純化，即成問題而需特別小心。

為繞行解決此問題，EP-A1-0 502 466及

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

五、發明說明 (3)

DE-A1-38 22 348 A1曾敘述進一步純化過氧化氫溶液之製程，其中出現之金屬離子以蒸餾純化後，是以螯合劑方式及基於苯乙烯-二乙烯苯共聚物非離子性交換聚合吸附劑方式之相當的溶液分離。無論如何，此製程為該缺點所苦，不期望的化學試劑必須再加入預先純化的溶液中，而隨後又必須分離。

DE-A1-42 14 075揭示一製程，其中待純化之過氧化氫溶液係以一陰離子交換樹脂及一非離子性吸附劑樹脂處理，以使有機雜質分離。在本製程，待純化之過氧化氫溶液係以酸性形態的陽離子樹脂處理，且隨後再以鹼性形態的中強度陰離子樹脂在0℃處理。此跟隨以具有微網狀結構之吸附劑樹脂(非離子性樹脂)處理。據發現：以此方法處理純化之過氧化氫溶液，因出現在溶液中有機雜質含量仍然太高，而不再能滿足半導體工業今日之需求。

US-A-4,879,048再揭示以逆滲透進一步純化過氧化氫溶液之製程。然而，半透膜之使用壽命會導致問題。此外，它是不能達到今日之純度需求。

因此，本目的係提供一種進一步純化過氧化氫溶液之方法，其係易於實行且能使有機雜質(TOC)濃度減低至少於5ppm，同時可給與干擾的金屬離子分離開來。

發明之概述：

根據本發明目的，係為達成一種進一步純化過氧化氫溶液之方法，以處理

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

結

五、發明說明(4)

待純化過氧化氫溶液濃度範圍在5~59%，

a).用一陰離子交換樹脂，

b).用一具有巨孔(多孔)結構的疏水性芳烴交聯聚合物形態之非離子性吸附劑樹脂，及

c).用一自具有高度巨孔結構的苯乙烯-二乙烯苯樹脂組成族群之中性吸附劑樹脂，後者以樹脂的熱解作用處理形成，

但書為用吸附劑或交換樹脂處理時，能以任何期望的順序實施處理，但條件為用中性吸附劑樹脂處理在最終步驟舉行。

根據本發明選擇之陰離子交換樹脂，可以是由含有第四銨基作為官能基之強或弱鹼性苯乙烯-二乙烯苯樹脂，及由含有第三胺基作為官能基之強或弱鹼性苯乙烯-二乙烯苯樹脂所組成族群之樹脂。

根據本發明使用之非離子性吸附劑樹脂，是一具有巨孔結構之芳烴交聯聚合物，特別選擇自由具有巨孔結構及大的表面積之苯乙烯-二乙烯苯樹脂所組成族群。

根據本發明增添純化步驟之方法，所使用之中性吸附劑樹脂，係選擇自由具有高度巨孔結構，及中度表面積的苯乙烯-二乙烯苯樹脂所組成族群之樹脂。

根據本發明為貫徹此方法，將待處理之過氧化氫溶液，在流動密度為 $0.2\sim 1.0\text{L/hcm}^2$ (較佳者為 $0.5\sim 0.7\text{L/hcm}^2$)下，通過連接在系列中之層析分離柱。

假如進一步純化是在系列中流體化床實施，滯留時間

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

五、發明說明 (5)

範圍自 0.008 ~ 20分鐘時是有利的。

此等過氧化氫溶液之進一步純化，是在溫度 15 ~ 25℃，較佳者為 20℃ 下實施。

本方法在連續條件下是特別有利及經濟的。然而它也能夠以批次操作方式實施。

根據本發明用一相當的方法亦能達成目的，其中待純化之過氧化氫溶液是流至連接在系列之流體化床中，其包含：互相分離，

- a).一陰離子交換樹脂，
- b).一非離子性吸附劑樹脂，及
- c).一中性吸附劑樹脂，

滯留時間範圍自 0.008 ~ 20分鐘，在那待進一步純化之過氧化氫溶液，係各自交換樹脂或吸附劑樹脂以過濾而分離。

根據本發明，連接在系列之流體化床之進一步純化，能在溫度 0 ~ 20℃ 實施，較佳者為 0 ~ 10℃，亦能以批次操作方式或連續操作方式實施。就以在分離柱進一步純化而論，根據本發明方法，能使用 5 ~ 59%過氧化氫溶液。

根據本發明方法使用之過氧化氫溶液，係為經以蒸餾預處理之溶液，及包含僅非常少量之無機雜質，諸如鋁、鐵及鋅等金屬陽離子，或諸如 NO_3^- 、 PO_4^{2-} 等陰離子及製備結果之有機雜質。

試驗顯示高達 95%出現的不期望之有機雜質，能毫無困難的以用陰離子交換樹脂、非離子性吸附劑樹脂及中性吸

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

五、發明說明 (6)

附劑樹脂等連續層析處理，自相當5 ~ 59%過氧化氫溶液中去除。例如，根據本發明方法，一50%過氧化氫溶液之有機雜質(TOC)含量能自40 ppm減至低於5 ppm，因而所得溶液具有的純度，為半導體工業目前需求使用絕對需要的純度。

據發現，有機雜質(TOC)含量之減低，僅發生在上述期望的樣子，為使用三種不同樹脂處理所得。根據本發明，僅用中性吸附劑樹脂處理溶液中有機雜質(TOC)含量之減低，在實施工業規模時，並不能得到需求的純化結果，因為此樹脂對有機成份的吸附能力是受限制的，而它將不可能以經濟的方式實施相當的純化作用。相反地，結合以較佳地強鹼性陰離子交換樹脂、非離子性吸附劑樹脂及特定中性吸附劑樹脂等組成純化處理方式，得到一優越的純化結果。

經以蒸餾預處理之過氧化氫溶液，能以在分離的流體化床，用交換樹脂及各種吸附劑樹脂混合而連續接觸，做進一步之純化，較佳者為在填充柱用相當的樹脂接觸。過氧化氫溶液之流率應該設定，因而在析出液之碳及無機雜質的含量不會超過能容許之最大量。流動密度設定為0.2 ~ 1.0 L / h cm²(較佳者為0.5 ~ 0.7 L / h cm²)是有利的。

流出吸附柱之純化過氧化氫溶液是收集在適當的容器中。假如進一步之純化是在適當的流體化床實施時，過氧化氫溶液是以過濾分離，並收集在適當的容器中。然而此處滯留時間應該設定，如此雖然不期望的吸附是發生，然不會與樹脂反應作用。據發現在適當條件下，即溫度0 ~ 20

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

綠

五、發明說明 (7)

℃，較佳者為 0 ~ 5℃ 間，在大氣壓及過氧化氫溶液滯留時間範圍自 0.008 ~ 20 分鐘時，可得到良好的純化結果，而基於過氧化氫溶液氧含量變化或基於溫暖，可看出同時與交換樹脂無反應作用。

使用不同樹脂連續處理能夠以任何期望的順序實施。假如使用中性的吸附劑樹脂在最終純化步驟時，由於其吸附能力，可達成較佳的結果。然而，假如以用陰離子交換樹脂、非離子性吸附劑樹脂及隨後中性的吸附劑樹脂等順序實施純化處理，可達成更佳的結果。因為中性的吸附劑之吸附能力係在方法中成為限制因素，故此順序是特別重要的，及在各純化步驟流率容量之複雜理想化，而相互間分離柱體積比是需要的。無論如何，假如此等分離柱如喜好的樣子，以一個接一個連接一起，此工作是多餘的。特別是假如最後實施用中性的吸附劑樹脂處理時，此製程參數是無問題的。

強鹼性陰離子交換樹脂其能使用者，為那些基於苯乙烯-二乙烯苯之樹脂。例如，相當的樹脂為商場上可購得之商品名 Amberlyst A-26 (manufacturer Rohm & Haas)。在此樹脂之活性基為 $-N(CH_3)_2Cl$ 。此外含有相同活性基之樹脂有 Amberlyst A-15、Amberlyst A-21 及 Amberlyst A-27。其他適用之樹脂有 Amberjet 4200 Cl、Amberjet 4400 Cl、Amberlite IRA 402 Cl、Amberlite IRA 404 Cl、Amberlite IRA 900 Cl、Amberlite IRA 904 Cl、Amberlite IRA 400 Cl、Amberlite IRA 410Cl、Amberlite IRA 420 Cl、Amberlite IRA

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

經

五、發明說明 (8)

440 Cl、Amberlite IRA 458及Amberlite 16766。同時地適用之弱鹼性陰離子交換樹脂有IRA- 35、IRA- 93、IRA- 94及IRA- 68以商品名Amberlite銷售。它亦可能以商品名Dowex、DiaionType I & II及Duolite等使用商場上可購得之陰離子交換樹脂，其可以是強鹼性或弱鹼性的。

雖然，根據有力的意見，前述的陰離子交換樹脂之官能基，是被過氧化氫溶液氧化侵襲的，試驗顯示此能以設定適當的操作參數，完全或真正完全地加以防止。依賴待處理溶液，此能以設定高體積流動率及或以相當的冷卻而防之。假如需要時，此製程施以冷卻至0℃。無論如何，據發現：此通常僅在假使相對高含量的溶液必須進一步純化時，才有此需要。論及較低濃度範圍的溶液之進一步純化，此為多餘的，因為首先反應作用能保持在相對低含量水準或以設定適當體積流動率予以防止。而其次局部溫度之變化能被抑制。

根據本發明方法能夠使用之非離子性吸附劑樹脂，為基於具有巨孔結構及大的芳族表面積之苯乙烯-二乙烯苯樹脂。相當的樹脂為其能夠洗掉成份，諸如單體或聚化作用助劑。此等吸附劑沒有離子官能基，且為完全地非離子性疏水性聚合物，其吸附性質為單獨基於巨孔結構，廣範圍之孔隙尺寸，不平常的大的表面積及此表面芳族特性。此等吸附劑如此可清楚的與陽離子交換樹脂及陰離子交換樹脂辨別，其由於它們的官能基出現在表面，對氧化極為敏感。非離子性吸附劑樹脂經疏水性及極性交互作用吸附及

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

綠

五、發明說明 (9)

釋放離子物種，即它們對疏水性有機物具有高親和力，但是對親水性物質諸如水或過氧化氫之親和力極低。

相當的樹脂在商場上有商品名 Amberlite XAD-4，為疏水性聚芳族樹脂，Amberlite XAD-2及 Amberlite XAD-16，同時為疏水性聚芳族樹脂，中度極性丙烯酸樹脂有 Diaion HP2MG 及 Diaion HP2MG & Diaion HP22SS，為規格 HP20 之更細分說法。此等吸附劑樹脂有連續共聚物相及特別規則的孔隙。它們在 pH 值 0 ~ 14 範圍及溫度高至 250℃ 均穩定的。在製程條件周邊溫度下，即在溫度 20 ~ 30℃，及更低溫度如 0℃ 或更低時，此等樹脂均是活性的。

用鹼性陰離子交換樹脂及非離子性吸附劑樹脂連續處理，在保護樹脂的使用至最大可能範圍之同時，能使從過氧化氫溶液中實際完全去除極性雜質及選擇性的離子雜質。

適用的中性吸附劑樹脂為如那些基於碳化之苯乙烯-二乙烯苯樹脂，其具有高度巨孔結構及中度表面積。此類樹脂，在商場上有商品名為 Ambersorb。Ambersorb 563、Ambersorb 564、Ambersorb 572、Ambersorb 575、Ambersorb 600 及 Ambersorb 1500 均可使用於根據本發明方法之製程。此等不同規格者均為自高度磺化巨孔結構，經特別程序熱解的苯乙烯-二乙烯苯離子交換樹脂製備之碳化吸附劑。如它們製備程序之結果，相當的吸附劑有均勻的孔隙度、不變的疏水性質及優越的機械穩定性。

試驗結果顯示，僅有結合所述處理純化步驟於最終步

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

綠

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

五、發明說明 (10)

驟使用中性吸附劑樹脂處理，在各案，一次處理使用陰離子交換樹脂而另一次處理使用非離子性吸附劑樹脂，是適用於減低過氧化氫溶液中有機雜質(TOC)含量至一定水準，其能滿足半導體工業之高品質之需求，即TOC含量值 < 5 ppm，較佳者 < 1 ppm。

在此關聯上亦發現，確實中性吸附劑樹脂之特別性質是擔負有機雜質(TOC)含量之減低作用。

非離子性與中性吸附劑樹脂間差異，將於下表使用非離子性吸附劑樹脂 Amberlite XAD-4 與中性吸附劑樹脂 Ambersorb 563之實施例，做一清楚的說明：

表 1：

名稱	非離子性吸附劑樹脂	特別中性吸附劑樹脂
實施例	Amberlite XAD-4	Ambersorb 563
基質	苯乙烯-二乙烯苯	苯乙烯-二乙烯苯,後熱解
表面積 (m ² /g)	750	550
孔隙度 (g/ml)	0.5	0.6
微孔/巨孔 比率	> 1	1

特別中性吸附劑樹脂能夠使用在根據本發明之方法者，其有下列的產品性質，能與習知的非離子性吸附劑樹脂相辨別，簡介如下：

高巨孔孔隙度，其微孔/巨孔比率高達1能接受，在表面積/重量單位比 < 600 m²/g時，孔隙度是 > 0.55 g/ml。

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

五、發明說明 (1)

優越的機械穩定性及化學抗性。

由於相對高比率的巨孔，吸附劑樹脂對相對高分子量的有機成份更為有效。

根據本發明之方法，交換樹脂及吸附劑樹脂在使用前，得當的以吾人為此目的所習知的純溶劑之適當方式製備結果，除去雜質，因為此型雜質在某些情況會分解過氧化氫。例如它可能使用低醇類較佳者為甲醇，去預洗非離子性吸附劑樹脂。根據本發明之陰離子交換樹脂，能使用2-丙醇及隨後超純水作預洗，而中性吸附劑樹脂則能以蒸汽及隨後超純水作預洗。

根據本發明之方法，能實施批次操作完成，在此情況使用的交換樹脂及吸附劑樹脂每一次均經再生，過氧化氫溶液之一定量經進一步純化。然而，它也可能實施連續性的製程，例如同樣裝填之分離柱平行出現在通用的分離柱，其能轉換到以再導引體積流動飽和待去除雜質。

在此方式，各分離柱能單獨再生，體積流動不必被干擾，且不浪費通行時間。限制因素不再是使用樹脂之吸附能力。

表1下所列結合陰離子交換樹脂與吸附劑樹脂，為高度適用實施根據本發明之方法。此結合以實施例方式顯示，且不應視為本發明之限制。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

五、發明說明 (12

表2：

製程	步驟1： 陰離子交換樹脂	步驟2： 非離子性吸附劑樹脂	步驟3： 中性吸附劑樹脂
Rohm & Haas 產品名	Amberlyst A-26	Amberlite XAD-2	Ambersorb 563
	Amberlyst A-27	Amberlite XAD-4	Ambersorb 564
	Amberjet 4200 Cl	Amberlite XAD-16	Ambersorb 572
	Amberjet 4400 Cl		Ambersorb 575
	Amberlite IRA 402 Cl		Ambersorb 600
	Amberlite IRA 404 Cl		Ambersorb 1500

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

五、發明說明 (13)

根據本發明之方法，是在條件下及使用吾人習知的技術方法實施。使用分離柱達成良好的純化結果者，其分離柱高及分離柱直徑間比率為7.5：1及2.5：1，較佳者為6：1及4：1，更佳者為5：1，而其為過氧化氫溶液每小時流動床體積之3～5倍。然而，此方法亦能在高10～200cm及直徑1～2cm分離柱實施。若要為相對大量的純化時，高2.5～4cm及直徑0.5～0.8cm分離柱特別適合。

根據本發明純化方法成功之重要因素，為當純化時所有使用的設備及容器，應由適當的材料組成，因此高純度之過氧化氫溶液是不會受到隨後的再污染，例如從容器及管線之鐵離子污染。經證實適用的材料為硼矽玻璃、聚四氟乙烯、聚偏二氟乙烯及高壓聚乙烯。

本發明提供微電子應用之過氧化氫純化，一特別簡單及有利的方法。根據本發明純化方法是特別優良，事實上過氧化氫溶液中甚至非常低含量的有機雜質均能非常有效的減低，此外特別會干擾之陽離子，諸如鈉、鉀、鎂、鋁、鈣、鐵、鋅及銅，亦可實際完全去除。

根據本發明方法進一步純化之過氧化氫溶液，增加其穩定性，並順應適合今日高積體晶片生產純度之需求。

此處本發明描述方式，技術中吾人將易於發現，可能配製達到今日晶片生產使用高品質需求之高純度過氧化氫溶液。下列實施例目的意在使對本發明以更佳的瞭解，但並不適於限制本發明。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

五、發明說明 (14

較佳實施例之詳細描述：

實用的實施例、方法及結果：

為論證根據本發明方法之效率，使用下列水性的過氧化氫溶液與交換樹脂及吸附劑樹脂，以及使用下面分析方法於下列實施例：

過氧化氫溶液：

來源：Merck KgaA，蔥醌處理程序(自氧化作用程序)

Batch KD09971042

濃度：50% $\pm 1\%$ 或 30% $\pm 1\%$

數量：2.51

吸附劑樹脂：

陰離子交換樹脂：Amberlyst A-26 非離子性吸附劑
樹脂：Amberlite XAD-4 中性吸附劑樹脂：Ambersorb
563

預處理：所有樹脂使用前以超純水淋洗8小時

分析方法：

TOC之測定使用Shimadzu TOC 5000儀器(量測方法是基於在升溫中白金觸媒下試樣之完全分解)。從那形成之二氧化碳以紅外線光譜儀測定其總量。陽離子及陰離子並不特別測定。

實施例1：

流率：1.0L / h

流動密度：0.3L / h cm²

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

終

五、發明說明 (15

表 3：

階段：吸 附 劑	有 機 雜 質 (TOC) 含 量 (ppm)
第一階段前 (參 考：H ₂ O ₂ 50%)	38.0
第一階段：Amberlyst A-26	23.7
第二階段：Amberlite XAD-4	4.7
第三階段：Ambersorb 563	2.4

壓力：大氣壓力

溫度：室溫

分離柱：聚乙 烯

試驗結果確認第三階段的優越機械穩定性及化學抗性，甚至相對地高濃度之過氧化氫溶液，且顯示第三階段進一步達成有機雜質 (TOC) 含量低於 5 ppm 之重要的純化效果。

實施例 2：

流 率： 1.0L / h

流 動 密 度： 0.3L / h cm²

表 4：

階段：吸 附 劑	有 機 雜 質 (TOC) 含 量 (ppm)
第一階段後 (參 考：H ₂ O ₂ 30%)	11.5
僅 用 Amberlite XAD-4	1.6
僅 用 Ambersorb 563	1.1
首 先 Amberlite XAD-4、然 後 Ambersorb 563	0.4

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

五、發明說明 (16)

本試驗顯示非離子性吸附劑樹脂及特別中性吸附劑樹脂在相對的高分子量有機成份濃度之減低上，有不同的選擇性。只有當此兩種吸附劑樹脂結合使用，才能將過氧化氫溶液中有機雜質成份(TOC)含量減至低於1 ppm。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

四、中文發明摘要 (發明之名稱：進一步純化過氧化氫溶液之方法)
本發明係相關於一種進一步純化過氧化氫溶液之嶄新的層析方法，所製得高純度溶液，可供今日高純度需求下之半導體技術使用。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

英文發明摘要 (發明之名稱：)

Process for the further purification of hydrogen peroxide solutions

The invention relates to a novel chromatographic process for the further purification of hydrogen peroxide solutions, giving high-purity solutions which can be employed in semiconductor technology under today's high purity requirements.

六、申請專利範圍

附件

2a

第 90112131 號專利申請案 (修正後無劃線)

中文申請專利範圍 替換本

民國 92 年 4 月 16 日修正

1. 一種進一步純化過氧化氫溶液之方法，其特徵為待純化之過氧化氫溶液，其濃度範圍在 5 ~ 59 %，其處理如下：

- a). 用一陰離子交換樹脂處理，
- b). 用一具有巨孔(多孔)結構的疏水性芳族交聯聚合物形態之非離子性吸附劑樹脂處理，及
- c). 用一中性吸附劑樹脂處理，此中性吸附劑樹脂係選自具有高度巨孔結構的苯乙烯-二乙烯苯樹脂組成族群，後者已藉樹脂的熱解處理形成，

但書為用吸附劑或交換樹脂處理時，可以任何期望的順序進行，但條件為用中性吸附劑樹脂處理是在最終步驟進行。

2. 如申請專利範圍第1項之方法，其中使用之陰離子交換樹脂，係選自由含有第四銨基作為官能基之弱鹼性或強鹼性苯乙烯-二乙烯苯樹脂及含有第三胺基作為官能基之弱鹼性或強鹼性苯乙烯-二乙烯苯樹脂所組成族群之樹脂。

3. 如申請專利範圍第1項之方法，其中使用之非離子性吸附劑樹脂是具有巨孔結構之疏水性芳族交聯聚合物。

4. 如申請專利範圍第3項之方法，其中使用之非離子性吸附劑樹脂是選自由具有巨孔結構及大表面積之苯乙烯-二乙烯苯樹脂所組成之族群。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

六、申請專利範圍

5. 如申請專利範圍第1項之方法，其中待處理之過氧化氫溶液，係在流動密度為 $0.2 \sim 1.0 \text{ l/h cm}^2$ 下，通過串連之管柱。

6. 如申請專利範圍第5項之方法，其中待處理之過氧化氫溶液係在流動密度為 $0.5 \sim 0.7 \text{ l/h cm}^2$ 下通過串連之管柱。

7. 如申請專利範圍第1項之方法，其中待純化之過氧化氫溶液，係以滯留時間為 $0.008 \sim 20.0$ 分鐘，通過串連之流體化床。

8. 如申請專利範圍第1至7項中任一項之方法，其係在 $15 \sim 25^\circ\text{C}$ 之溫度下進行。

9. 如申請專利範圍第8項之方法，其係在 20°C 之溫度下進行。

10. 如申請專利範圍第1至7項中任一項之方法，其係以連續方式進行。

11. 如申請專利範圍第1至7項中任一項之方法，其係以批次操作方式進行。

12. 如申請專利範圍第1至3項及第7項中任一項之方法，其係在溫度 $0 \sim 20^\circ\text{C}$ 進行。

13. 如申請專利範圍第12項之方法，其係在 $0 \sim 10^\circ\text{C}$ 之溫度下進行。