



(21)申請案號：108108520

(22)申請日：中華民國 108 (2019) 年 03 月 13 日

(51)Int. Cl.：

B01D39/16 (2006.01)

B01D61/18 (2006.01)

B01D69/02 (2006.01)

B01D69/12 (2006.01)

B01D71/36 (2006.01)

B01D71/38 (2006.01)

H01L21/02 (2006.01)

(30)優先權：2018/03/22 日本 2018-054993

(71)申請人：日商富士軟片股份有限公司 (日本) FUJIFILM CORPORATION (JP)  
日本

(72)發明人：清水哲也 SHIMIZU, TETSUYA (JP)；上村哲也 KAMIMURA, TETSUYA (JP)；大松禎 OMATSU, TADASHI (JP)；高橋智美 TAKAHASHI, SATOMI (JP)

(74)代理人：葉璟宗；卓俊傑

(56)參考文獻：

TW 201704306A

TW 201704326A

TW 201739493A

WO 2018/043697A1

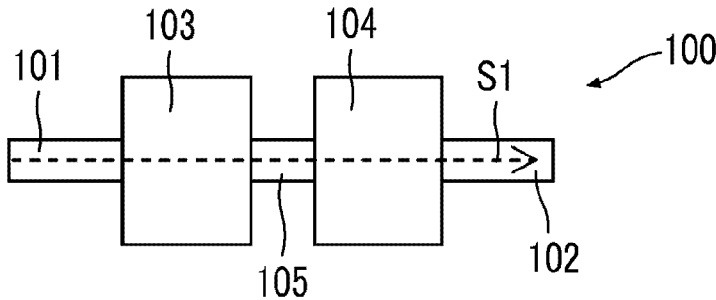
審查人員：劉力夫

申請專利範圍項數：24 項 圖式數：30 共 131 頁

(54)名稱  
過濾裝置、純化裝置、藥液的製造方法

(57)摘要  
本發明的課題在提供一種能夠製造具有優異之缺陷抑制性能之藥液之過濾裝置、純化裝置及藥液的製造方法。過濾裝置用於對被純化液進行純化而得到藥液，該過濾裝置具有流入部、流出部、過濾器 A 及與過濾器 A 不同之至少 1 個過濾器 B，過濾器 A 及過濾器 B 串列配置於流入部及流出部之間，並具有從流入部至流出部之流通路，過濾器 A 包含選自包括第 1 多孔膜和第 2 多孔膜之群組中之至少 1 種，該第 1 多孔膜具有聚四氟乙烯製多孔基材和含有以覆蓋多孔基材之方式形成之全氟磺酸聚合物之非交聯塗層，該第 2 多孔膜含有與全氟磺酸聚合物混合之聚四氟乙烯。

指定代表圖：



【圖 1】

符號簡單說明：

100 . . . 過濾裝置

101 . . . 流入部

102 . . . 流出部

103、104 . . . 過濾器

105 . . . 配管

S1 . . . 流通路



## 公告本

I851560

## 【發明摘要】

【中文發明名稱】過濾裝置、純化裝置、藥液的製造方法

【中文】本發明的課題在提供一種能夠製造具有優異之缺陷抑制性能之藥液之過濾裝置、純化裝置及藥液的製造方法。過濾裝置用於對被純化液進行純化而得到藥液，該過濾裝置具有流入部、流出部、過濾器 A 及與過濾器 A 不同之至少 1 個過濾器 B，過濾器 A 及過濾器 B 串列配置於流入部及流出部之間，並具有從流入部至流出部之流通路，過濾器 A 包含選自包括第 1 多孔膜和第 2 多孔膜之群組中之至少 1 種，該第 1 多孔膜具有聚四氟乙烯製多孔基材和含有以覆蓋多孔基材之方式形成之全氟磺酸聚合物之非交聯塗層，該第 2 多孔膜含有與全氟磺酸聚合物混合之聚四氟乙烯。

【指定代表圖】圖 1

【代表圖之符號簡單說明】

100：過濾裝置

101：流入部

102：流出部

103、104：過濾器

105：配管

S1：流通路

【特徵化學式】無

## 【發明說明書】

【中文發明名稱】過濾裝置、純化裝置、藥液的製造方法

【技術領域】

【0001】 本發明係關於一種過濾裝置、純化裝置及藥液的製造方法。

【先前技術】

【0002】 在藉由包括光微影之配線形成製程製造半導體器件時，作為預濕液、抗蝕劑液（抗蝕劑組成物）、顯影液、沖洗液、剝離液、化學機械研磨（CMP：Chemical Mechanical Polishing）漿料及 CMP 後的洗淨液等或作為該等的稀釋液，使用含有水和/或有機溶劑之藥液。

近年來，藉由光微影技術的進步，推進圖案的微細化。

對該種配線形成製程中所使用之藥液要求進一步的缺陷抑制性能的提高。認為該種藥液一般藉由使用過濾器等對含有對藥液所要求之成分作為主成分之被純化液進行純化來去除雜質等而得到。

【0003】 作為能夠在該種藥液的純化中使用之過濾器，專利文獻 1 中記載有“一種多孔 PTFE 膜，其包含多孔聚四氟乙烯 PTFE 基材，該多孔聚四氟乙烯 PTFE 基材具有包含全氟磺酸聚合物之非交聯塗層”，在專利文獻 2 中記載有“一種聚四氟乙烯（多孔膜），其與全氟磺酸聚合物混合”。

[先前技術文獻]

[專利文獻]

【0004】 [專利文獻 1]日本特開 2017-029975 號公報

[專利文獻 2]日本特開 2017-039117 號公報

【發明內容】

【0005】 本發明人等使用上述過濾器對被純化液進行純化而得到藥液，並評價了上述藥液之缺陷抑制性能之結果，得到了有時得不到充分的缺陷抑制性能之見解。因此，本發明的課題在於提供一種能夠製造具有優異之缺陷抑制性能之藥液之過濾裝置。又，本發明的課題還在於提供一種純化裝置及藥液的製造方法。

【0006】 另外，在本說明書中，藥液的“缺陷抑制性能”係指藉由實施例中所記載之方法來評價之藥液的性能。對半導體基板的製造中所使用之藥液要求與藥液的種類及作用相應之各自的“缺陷抑制性能”。

本說明書中，關於在對後述之有機溶劑系被純化液進行純化而得到之藥液的實質上不含有樹脂之藥液（典型地，預濕液、顯影液及沖洗液等在形成抗蝕劑膜時所使用之藥液），將後述之實施例中之[試驗例 1]中所記載之殘渣缺陷抑制性能設為“缺陷抑制性能”。又，關於含有樹脂且在抗蝕劑膜的形成中所使用之抗蝕劑樹脂組成物，將後述之實施例中之[試驗例 3]中所記載之浮渣缺陷抑制性能設為“缺陷抑制性能”。又，關於對後述之水系被純化液進行純化而得到之藥液（典型地，用作蝕刻液、抗蝕劑剝離液及顯影液等之

藥液)，設為後述之實施例中之[試驗例 2]中所記載之、金屬殘渣缺陷數相對於殘渣缺陷數之比率（金屬缺陷比率）在既定的範圍內。

以下，簡稱為“缺陷抑制性能”之情況係指與藥液的種類相應之各自的缺陷抑制性能（殘渣缺陷抑制性能、浮渣缺陷抑制性能或金屬缺陷比率）。

【0007】 本發明人等為了實現上述課題而進行了深入探討之結果，發現了藉由以下構成可實現上述課題。

【0008】 [1]一種過濾裝置，其用於對被純化液進行純化而得到藥液，該過濾裝置具有：流入部；流出部；過濾器 A；及與過濾器 A 不同之至少 1 個過濾器 B，過濾器 A 及過濾器 B 串列配置於流入部及流出部之間，並具有從流入部至流出部之流通路，其中過濾器 A 包含選自包括第 1 多孔膜和第 2 多孔膜之群組中之至少 1 種，上述第 1 多孔膜具有聚四氟乙烯製多孔基材和含有以覆蓋多孔基材之方式形成之全氟磺酸聚合物之非交聯塗層，上述第 2 多孔膜含有與全氟磺酸聚合物混合之聚四氟乙烯。

[2]如[1]所述之過濾裝置，其中過濾器 B 包含至少 1 個在流通路上配置於過濾器 A 的下游側之過濾器 BD。

[3]如[2]所述之過濾裝置，其中至少 1 個過濾器 BD 具有 20 nm 以下的孔徑。

[4]如[2]或[3]所述之過濾裝置，其中至少 1 個過濾器 BD 含有選自包括聚烯烴、聚醯胺、多氟烴、聚苯乙烯、聚砜及聚醚砜之群組中之至少 1 種。

[5]如[2]至[4]中任一項所述之過濾裝置，其中在流通路上配置於最下游側之過濾器 BD 具有 10 nm 以下的孔徑，並含有選自包括聚四氟乙烯、聚乙烯及尼龍之群組中之至少 1 種。

[6]如[2]至[5]中任一項所述之過濾裝置，其具有能夠從包含至少 1 個過濾器 BD 中的任一過濾器 BD 之基準過濾器的下游側向基準過濾器的上游側返送被純化液之返送流通路。

[7]如[1]至[6]中任一項所述之過濾裝置，其中過濾器 B 包含至少 1 個在流通路上配置於過濾器 A 的上游側之過濾器 BU。

[8]如[7]所述之過濾裝置，其中至少 1 個過濾器 BU 具有 10 nm 以上的孔徑。

[9]如[7]或[8]所述之過濾裝置，其中至少 1 個過濾器 BU 具有 20 nm 以上的孔徑。

[10]如[7]至[9]中任一項所述之過濾裝置，其中過濾器 BU 含有具有離子交換基之樹脂。

[11]如[10]所述之過濾裝置，其中離子交換基包含陰離子交換基。

[12]如[1]至[11]中任一項所述之過濾裝置，其在流通路上，還具有與過濾器 A 串列配置之罐。

[13]如[12]所述之過濾裝置，其在相對於罐的流通路的上游側，還具有與罐串列配置之孔徑 10 nm 以上的過濾器 C。

[14]如[12]所述之過濾裝置，其在相對於罐的流通路的上游側，還具有與罐串列配置之孔徑 20 nm 以上的過濾器 C。

[15]如[1]至[14]中任一項所述之過濾裝置，其具有能夠從流路上之過濾器 A 的下游側向過濾器 A 的上游側返送被純化液之返送流通路。

[16]如[1]至[15]中任一項所述之過濾裝置，其中被純化液的 pH 為 0~9。

[17]如[1]至[16]中任一項所述之過濾裝置，其中藥液為選自包括洗淨液、蝕刻液、沖洗液、前處理液及抗蝕劑液之群組中之至少 1 種。

[18]如[1]至[17]中任一項所述之過濾裝置，其中過濾器 A 的臨界潤濕表面張力為  $27 \times 10^{-5}$  N/cm 以上。

[19]如[1]至[18]中任一項所述之過濾裝置，其中過濾器 A 的臨界潤濕表面張力為  $30 \times 10^{-5}$  N/cm 以上。

[20]一種過濾裝置，其用於對被純化液進行純化而製造半導體基板製造用藥液，上述過濾裝置具有：流入部；流出部；過濾器 A；及與過濾器 A 不同之至少 1 個過濾器 B，過濾器 A 及過濾器 B 串列配置於流入部及流出部之間，並具有從流入部至流出部之流通路，其中過濾器 A 包含選自包括第 1 多孔膜和第 2 多孔膜之群組中之至少 1 種，上述第 1 多孔膜具有聚四氟乙烯製多孔基材和含有以覆蓋基材的至少一部分之方式形成之全氟磺酸聚合物之非交聯塗層，第 2 多孔膜含有與全氟磺酸聚合物混合之聚四氟乙烯。

[21]一種純化裝置，其具有[1]至[20]中任一項所述之過濾裝置和與過濾裝置的流入部連接之至少 1 個蒸餾器。

[22]如[21]所述之純化裝置，其中至少 1 個蒸餾器包括串列連接之複數個蒸餾器。

[23]一種藥液的製造方法，其對被純化液進行純化而得到藥液，上述藥液的製造方法具有使用[1]至[20]中任一項所述之過濾裝置對被純化液進行純化而得到藥液之過濾製程。

[24]如[23]所述之藥液的製造方法，其在過濾製程之前還具有對過濾器 A 及過濾器 B 進行洗淨之過濾器洗淨製程。

[25]如[23]或[24]所述之藥液的製造方法，其在過濾製程之前還具有對過濾裝置的接液部進行洗淨之裝置洗淨製程。

[26]一種藥液的製造方法，其對被純化液進行純化而得到藥液，上述藥液的製造方法具有使用包含選自包括第 1 多孔膜和第 2 多孔膜之群組中之至少 1 種的過濾器 A 及與過濾器 A 不同之過濾器 B 對被純化液進行過濾而得到藥液之製程，上述第 1 多孔膜具有聚四氟乙烯製多孔基材和含有以覆蓋基材的至少一部分之方式形成之全氟磺酸聚合物之非交聯塗層，第 2 多孔膜含有與全氟磺酸聚合物混合之聚四氟乙烯。

#### [發明效果]

【0009】 依本發明，能夠提供一種能夠製造具有優異之缺陷抑制性能之藥液之過濾裝置。又，本發明還能夠提供一種純化裝置及藥液的製造方法。

#### 【圖式簡單說明】

#### 【0010】

圖 1 係表示本發明的第一實施形態之過濾裝置之示意圖。

圖 2 係表示本發明的第二實施形態之過濾裝置之示意圖。

圖 3 係表示本發明的第二實施形態之過濾裝置的變形例之示意圖。

圖 4 係表示本發明的第三實施形態之過濾裝置之示意圖。

圖 5 係表示本發明的第三實施形態之過濾裝置的變形例之示意圖。

圖 6 係表示本發明的第四實施形態之過濾裝置之示意圖。

圖 7 係表示本發明的第五實施形態之過濾裝置之示意圖。

圖 8 係表示本發明的第五實施形態之過濾裝置的變形例之示意圖。

圖 9 係表示本發明的第六實施形態之過濾裝置之示意圖。

圖 10 係表示本發明的第六實施形態之過濾裝置的變形例之示意圖。

圖 11 係表示在同一製造廠內配置有蒸餾裝置和過濾裝置之情況下的預備純化製程的順序之示意圖。

圖 12 係表示本發明的第一實施形態之純化裝置之示意圖。

圖 13 係表示本發明的第二實施形態之純化裝置之示意圖。

圖 14 係表示本發明的實施形態之純化裝置之示意圖。

圖 15 係表示本發明的實施形態之純化裝置之示意圖。

圖 16 係表示本發明的實施形態之純化裝置之示意圖。

圖 17 係表示本發明的實施形態之純化裝置之示意圖。

圖 18 係表示本發明的實施形態之純化裝置之示意圖。

圖 19 係表示本發明的實施形態之純化裝置之示意圖。

圖 20 係表示本發明的實施形態之過濾裝置之示意圖。

圖 21 係表示本發明的實施形態之過濾裝置之示意圖。

圖 22 係表示本發明的實施形態之過濾裝置之示意圖。

圖 23 係表示本發明的實施形態之過濾裝置之示意圖。

圖 24 係表示本發明的實施形態之過濾裝置之示意圖。

圖 25 係表示本發明的實施形態之過濾裝置之示意圖。

圖 26 係表示以往技術之純化裝置之示意圖。

圖 27 係表示本發明的實施形態之純化裝置之示意圖。

圖 28 係表示本發明的實施形態之過濾裝置之示意圖。

圖 29 係表示以往技術之過濾裝置之示意圖。

圖 30 係表示本發明的實施形態之過濾裝置之示意圖。

## 【實施方式】

【0011】 以下，對本發明進行詳細說明。

以下所記載之構成要件的說明有時基於本發明的代表性實施形態來進行，但本發明並不限定於該種實施形態。

另外，本說明書中，使用“～”表示之數值範圍係指將“～”前後所記載之數值作為下限值及上限值而包含之範圍。

## 【0012】 [過濾裝置]

本發明的實施形態之過濾裝置係如下過濾裝置，其具有：流入部；流出部；過濾器 A；與過濾器 A 不同之至少 1 個過濾器 B，

過濾器 A 及過濾器 B 串列配置於流入部與流出部之間，並具有從流入部至流出部之流通路（被純化液流過之路徑）（換言之，係如下過濾裝置，其具有在流入部與流出部之間串列配置有過濾器 A 和與上述過濾器 A 不同之至少 1 個過濾器 B 且從流入部至流出部之流通路），其中過濾器 A 係選自包括後述之第 1 多孔膜及第 2 多孔膜之群組中之至少 1 種。過濾裝置具有從流入部至流出部之流通路，在流入部與流出部之間串列配置有過濾器 A 和與上述過濾器 A 不同之至少 1 個過濾器 B。本發明的實施形態之過濾裝置在流通路上串列配置有過濾器 A 和過濾器 B，因此被純化液被過濾器 A 及過濾器 B（或過濾器 B 及過濾器 A）依序過濾。以下，對本發明的實施形態之過濾裝置進行說明，在以下說明中例示用過濾器對導入到過濾器之被純化液的總量進行過濾之總量過濾方式（死端（dead end）方式）的過濾裝置，但作為本發明的實施形態之過濾裝置並不限於上述，亦可以為將所導入之被純化液分離為已純化被純化液和濃縮液（亦存在進而將濃縮液再次作為被純化液而導入到過濾器之情況）之交叉流（cross flow）方式的過濾裝置，亦可以為組合該等之方式。以下，使用圖式對上述過濾裝置的實施形態進行說明。

【0013】 [第一實施形態]

圖 1 係表示本發明的第一實施形態之過濾裝置之示意圖。

過濾裝置 100 係在流入部 101 與流出部 102 之間經由配管 105 串列配置有作為過濾器 A 之過濾器 103 和與上述過濾器 103 不同之過濾器 104（過濾器 BD）之過濾裝置。

流入部 101、過濾器 103、配管 105、過濾器 104 及流出部 102 構成為能夠使被純化液在各自的內部流通，上述構件連結而形成流通路 S1（被純化液流過之路徑）。

【0014】 作為流入部 101 及流出部 102，只要能夠將被純化液向過濾裝置導入並排出，則作為其形態並不受特別限制，典型地，可以舉出具有流入口和流出口之中空圓筒狀的配管（流入管及流出管）等。以下，以流出部和流入部分別為配管之形態為例進行說明。

作為流入部 101、配管 105 及流出部 102 的形態並不受特別限制，典型地，可以舉出形成為能夠使被純化液在內部流通之中空圓筒狀的形態。作為該等的材料成分並不受特別限制，但接液部（在對被純化液進行過濾時，被純化液有可能接觸之部分）由後述之耐腐蝕材料形成為較佳。

【0015】 從過濾裝置 100 的流入部 101 導入之被純化液沿著流通路 S1 在過濾裝置 100 內流通，在該期間被過濾器 103（過濾器 A）及過濾器 104（過濾器 BD）依序過濾，並從流出部 102 排出至過濾裝置 100 外。另外，關於被純化液的形態，將在後面進行敘述。

另外，過濾裝置 100 可以以使被純化液流通為目的而在流通路 S1 上（例如，流入部 101、配管 105 及流出部 102 等）具有未圖示之泵、阻尼器（damper）及閥等。

【0016】 作為過濾器 103（過濾器 A）及過濾器 104（過濾器 B）的形態並不受特別限制。作為過濾器 A 及過濾器 B 的形態，例如可以舉出平面狀、褶（pleat）狀、螺旋狀及中空圓筒狀等。其中，在處理性更優異之觀點上，典型地，濾筒過濾器的形態為較佳，該濾筒過濾器具有：由被純化液能夠透過之材料形成和/或為被純化液能夠透過之結構之芯材；及以捲繞於上述芯材之形態配置於芯材上之過濾器。在該情況下，作為芯材的材料並不受特別限制，但由後述之耐腐蝕材料形成為較佳。

【0017】 作為過濾器的配置方法並不受特別限制，典型地，配置於未圖示之殼體內為較佳，該殼體包含至少 1 個入口及至少 1 個出口，在入口與出口之間形成有至少 1 個流通路。在該情況下，過濾器以橫穿殼體內的流通路之方式配置。形成於殼體內之流通路構成流通路 S1 的一部分，被純化液在流通路 S1 中流通時被以橫穿流通路 S1 之方式配置之過濾器過濾。

【0018】 作為殼體的材料並不受特別限制，可以舉出能夠適合於被純化液之所謂的非滲透性的熱塑性材料在內之任意適當的硬的非滲透性的材料。例如，殼體能夠由不銹鋼等金屬或聚合物製作。在某一實施形態中，殼體為聚丙烯酸酯、聚丙烯、聚苯乙烯或聚碳酸酯等聚合物。

又，在可得到具有更優異之本發明的效果之過濾裝置之觀點上，殼體的接液部的至少一部分、較佳為相對於接液部的表面積為 90%、更佳為相對於接液部的表面積為 99%由後述之耐腐蝕材料

構成。另外，本說明書中，接液部係指被純化液有可能接觸之部分（但是，過濾器本身除外），係指殼體等單元的內壁等。

**【0019】** <過濾器 A>

過濾器 A 具有選自包括後述之第 1 多孔膜及第 2 多孔膜之群組中之至少 1 種膜。

**【0020】** （第 1 多孔膜）

第 1 多孔膜具有聚四氟乙烯（PTFE）製多孔基材和含有以覆蓋多孔基材之方式形成之全氟磺酸（PFSA）聚合物之非交聯塗層。另外，第 1 多孔膜所具有之多孔基材可以具有未被非交聯塗層覆蓋之區域，但其表面（還包括從多孔膜的最表面連通之孔的表面）整體被非交聯塗層覆蓋為較佳。

**【0021】** 作為聚四氟乙烯製多孔基材並不受特別限制，能夠適當地使用作為 PTFE 製多孔基材而市售者等。

作為第 1 多孔膜的製造方法並不受特別限制，典型地，在 PTFE 製多孔基材上塗佈含有全氟磺酸（PFSA）聚合物之聚合物分散液而形成非交聯塗層（層）之方法為較佳。

**【0022】** 作為用於形成上述塗層（層）的 PFSA 聚合物分散液並不受特別限制，能夠從 Solvay Specialty Polymers（Borger、Texas）獲得 AQUIVION（註冊商標）PFSA（例如 AQUIVION PFSA D83-24B、AQUIVION PFSA D83-06A 及 AQUIVION PFSA D79-20BS），其基於四氟乙烯和磺醯氟乙烯基醚（SFVE） $\text{F}_2\text{C}=\text{CF}-\text{O}-\text{CF}_2-\text{CF}_2-\text{SO}_2\text{F}$  的短側鏈（SSC）的共聚物。離聚物分散液含有其磺酸形態。

作為 PFSA 聚合物分散液，DuPont(註冊商標)Nafion(註冊商標) PFSA 聚合物分散液亦為較佳。

【0023】 當形成塗層時，塗層溶液中的 PFSA 的含量能夠適當地調整。一般，含量相對於塗層溶液的總質量，0.1～3 質量%的範圍為較佳，0.12～2.2 質量%的範圍為更佳。

【0024】 作為在基材上形成塗層之方法並不受特別限制，可以舉出將基材浸漬於上述塗層液中之方法、以及在基材上噴塗上述塗層液之方法等。

【0025】 作為第 1 多孔膜的孔徑並不受特別限制，但一般 1～200 nm 為較佳，10～20 nm 為更佳。

另外，本說明書中，孔徑係指依據異丙醇 (IPA) 或 HFE-7200 (“Novec 7200”，3M Company 製造，氫氟醚， $C_4F_9OC_2H_5$ ) 的泡點 (bubble point) 決定之孔徑。

【0026】 作為塗層 (層) 的厚度並不受特別限制，但一般 5～127  $\mu m$  為較佳，13～25  $\mu m$  為更佳。

【0027】 作為第 1 多孔膜 (過濾器 A) 的臨界潤濕表面張力 (例如美國專利第 4,925,572 號中所定義之 CWST; critical wetting surface tension) 並不受特別限制。CWST 能夠使用一定的組成的一組溶液進行測定。各溶液具有特定的表面張力。溶液的表面張力以小的不等增量在  $25 \times 10^{-5} \sim 92 \times 10^{-5}$  N/cm 的範圍內。為了測定第 1 多孔膜的表面張力，將第 1 多孔膜置於白色光台上，將一定的表面張力的一滴溶液施加到膜的表面，該液滴貫穿並透過第 1 多孔膜，記

錄成為表示光已通過膜之情況之亮白色的所需時間。當液滴透過膜的所需時間為 10 秒以下時，可認為係瞬間潤濕。在該時間大於 10 秒之情況下，可認為該溶液局部潤濕第 1 多孔膜。如該技術領域中公知那樣，進而，如例如美國專利第 5,152,905 號、美國專利第 5,443,743 號、美國專利第 5,472,621 號及美國專利第 6,074,869 號中所公開那樣能夠選擇 CWST。

【0028】 一般，作為第 1 多孔膜的臨界潤濕表面張力， $27 \times 10^{-5}$  N/cm 以上為較佳。本發明人等經過深入探討之結果，發現了有時所得到之藥液的缺陷抑制性能會受到被純化液的物性與第 1 多孔膜的臨界潤濕表面張力的相互關係的影響。換言之，得到了如下見解：藉由依據被純化液的種類來控制第 1 多孔膜（過濾器 A）的臨界潤濕表面張力，可得到具有更優異之缺陷抑制性能之藥液。

【0029】 具體而言，若臨界潤濕表面張力為  $27 \times 10^{-5}$  N/cm 以上，則能夠更有效地去除被純化液中所含有之金屬雜質等，其結果，可得到具有更優異之缺陷抑制性能之藥液。在該觀點上，臨界潤濕表面張力為  $30 \times 10^{-5}$  N/cm 以上為更佳， $33 \times 10^{-5}$  N/cm 以上為進一步較佳。

另一方面，在與被純化液的表面張力的關係中，第 1 多孔膜的臨界潤濕表面張力與被純化液的表面張力之差的絕對值越小，越容易用被純化液來潤濕第 1 多孔膜，其結果，容易得到具有優異之缺陷抑制性能之藥液。

例如，一般，有機溶劑的表面張力多為  $15 \times 10^{-5} \sim 35 \times 10^{-5} \text{ N/cm}$  左右，以使異丙醇的表面張力為  $20.8 (25^\circ\text{C}) \times 10^{-5} \text{ N/cm}$ ，在被純化液含有有機溶劑之情況下（係後述之有機溶劑系被純化液等之情況下），在進一步減小與被純化液的表面張力之差之觀點上，第 1 多孔膜的臨界潤濕表面張力一般  $40 \times 10^{-5} \text{ N/cm}$  以下為較佳。

【0030】作為其他實施形態，在被純化液的表面張力更大的情況下（例如在被純化液含有水之情況下，後述之“水系被純化液”等），第 1 多孔膜的臨界潤濕表面張力超過  $40 \times 10^{-5} \text{ N/cm}$  之形態亦為較佳。

另外，第 1 多孔膜的臨界潤濕表面張力能夠依據含有全氟磺酸聚合物之非交聯塗層中之全氟磺酸聚合物的含量來調整。具體而言，若使非交聯塗層中之全氟磺酸聚合物的含量較多，則容易得到具有更高的臨界潤濕表面張力之第 1 多孔膜，若使非交聯塗層中之全氟磺酸聚合物的含量較少，則容易得到具有更低的臨界潤濕表面張力之第 1 多孔膜。

#### 【0031】（第 2 多孔膜）

第 2 多孔膜係含有與全氟磺酸聚合物混合之聚四氟乙烯之多孔膜。

作為 PTFE 並不受特別限制，能夠使用公知的 PTFE。

作為與 PTFE 混合之 PFSA 並不受特別限制，例如能夠從 Solvay Specialty Polymers（Borger、Texas）獲得 AQUIVION（註冊商標）PFSA（例如 AQUIVION PFSA D83-24B、AQUIVION PFSA

D83-06A 及 AQUIVION PFSA D79-20BS)，其基於四氟乙烯和磺醯氟乙烯基醚（SFVE） $\text{F}_2\text{C}=\text{CF}-\text{O}-\text{CF}_2-\text{CF}_2-\text{SO}_2\text{F}$  的短側鏈（SSC）的共聚物。離聚物分散液含有其磺酸形態。適當之 PFSA 添加劑的另一例係 DuPont(註冊商標)Nafion(註冊商標)PFSA 聚合物分散液。

【0032】 當製造混合物時，PFSA 的含量並不受特別限制。典型地，PFSA 的含量相對於混合物的總質量 1～20 質量%為較佳，1～4 質量%為更佳。

【0033】 作為第 2 多孔膜的製造方法並不受特別限制，能夠使用公知的方法。當將 PFSA 與 PTFE 進行混合時，添加潤滑劑為較佳。作為潤滑劑並不受特別限制，能夠使用公知的潤滑劑，此時的潤滑劑的含量並不受特別限制，能夠採用公知範圍的含量。又，當進行組合時，在與潤滑劑進行物理混合之前，能夠將 PFSA 噴塗到 PTFE 樹脂（例如用以改善分佈）。

【0034】 作為混合 PFSA 和 PTFE 之方法，例如將所需量的 PTFE 粉末與適當之溶劑例如甲醇、乙醇或異丙醇等醇溶劑中的 PFSA 溶液進行混合而得到混合物，接著，將該混合物與無氣味的礦物油精例如 Isopar G 等潤滑劑進行混合，將所得之漿料例如用雙輥提供至剪切，至少 2 次在 2 MPa 或更大的壓力下，各自經約 55 秒鐘成形為坯料。使所得之坯料在室溫下進行約 12 小時或更長時間的平衡化。接著，將該坯料擠出成所期望之形狀。例如以 26 mm 的模具間隙尺寸、最大壓力及 55℃的恆定溫度實施擠出，得到軟管狀 PTFE 膠帶。接著，沿中心軸切斷軟管狀膠帶，再次捲繞於坯

料的周圍而得到新坯料（非壓縮）。在與最初的擠出程序中使用者相同條件下，再次擠出該新坯料。該步驟係為了將有利之交叉方向的機械性質賦予到 PTFE 膠帶而實施。壓延加工係以 200～250  $\mu\text{m}$  的膠帶厚度為目標在 30℃ 下實施。接著，在 125℃ 下對所得到之膠帶進行 1 小時的乾燥，藉此從被擠出之膠帶上去除潤滑劑。

【0035】 接著，例如在以下條件下將膠帶進行延伸：係 300%/秒的延伸率，且縱向（MD）及橫向（TD）的延伸比為 3。延伸烘箱內的溫度設定為 150℃。

【0036】 接著，將已延伸之膠帶進行退火。在退火烘箱中進行退火，之後冷卻膠帶。在冷卻時保持藉由上述延伸而生成之多孔性。

【0037】 若不受任何特定理論的束縛而將膜浸漬於異丙醇（IPA）中，則更多的表面因與被處理之流體接觸而暴露，認為可改善金屬捕捉能力。

【0038】 作為第 2 多孔膜的孔徑並不受特別限制，但 1～200 nm 為較佳，10～20 nm 為更佳。

【0039】 作為第 2 多孔膜的厚度並不受特別限制，但一般 5～127  $\mu\text{m}$  為較佳，0.5～1.0  $\mu\text{m}$  為更佳。

【0040】 一般，作為第 2 多孔膜（過濾器 A）的臨界潤濕表面張力， $27 \times 10^{-5}$  N/cm 以上為較佳。本發明人等經過深入探討的結果，發現了有時所得到之藥液的缺陷抑制性能會受到被純化液的物性與第 2 多孔膜的臨界潤濕表面張力的相互關係的影響。

若臨界潤濕表面張力為  $27 \times 10^{-5}$  N/cm 以上，則能夠更有效地去除被純化液中所含有之金屬雜質等，其結果，可得到具有更優異之缺陷抑制性能之藥液。在上述觀點上，臨界潤濕表面張力為  $30 \times 10^{-5}$  N/cm 以上為更佳， $33 \times 10^{-5}$  N/cm 以上為進一步較佳。

另一方面，在與被純化液的表面張力的關係中，第 2 多孔膜的臨界潤濕表面張力與被純化液的表面張力之差的絕對值越小，越容易用被純化液來潤濕第 2 多孔膜，其結果，容易得到具有優異之缺陷抑制性能之藥液。

在被純化液含有有機溶劑之情況下（後述之“有機溶劑系被純化液”等情況），在進一步減小與被純化液的表面張力之差之觀點上，第 2 多孔膜的臨界潤濕表面張力為  $40 \times 10^{-5}$  N/cm 以下為較佳。

【0041】 作為其他實施形態，在被純化液的表面張力更大的情況下（例如在被純化液含有水等之情況下，後述之“水系被純化液”等之情況），第 2 多孔膜的臨界潤濕表面張力超過  $40 \times 10^{-5}$  N/cm 為較佳。

另外，第 2 多孔膜的臨界潤濕表面張力能夠依據與全氟磺酸聚合物混合之聚四氟乙烯中之全氟磺酸聚合物的含量來調整。具體而言，若將全氟磺酸聚合物的含量設為較多，則可得到具有更高的臨界潤濕表面張力之第 2 多孔膜，若將全氟磺酸聚合物的含量設為較少，則容易得到具有更低的臨界潤濕表面張力之第 2 多孔膜。

【0042】 < 過濾器 BD >

過濾器 BD 係與過濾器 A 不同之過濾器，係在流通路上的過濾器 A 的下游側與過濾器 A 串列配置之過濾器。本說明書中，過濾器彼此不同係指選自包括孔徑、材料及細孔結構之群組中之至少 1 種不同。其中，在可得到具有更優異之本發明的效果之過濾裝置之觀點上，過濾器 A 與過濾器 BD 至少孔徑不同為較佳，孔徑和材料不同為較佳。另外，關於材料不同，典型地，可以舉出所構成之成分（材料成分）不同之形態。

【0043】 作為過濾器 BD 的孔徑並不受特別限制，能夠使用以被純化液的過濾用途通常使用之孔徑的過濾器。其中，過濾器的孔徑係 200 nm 以下為較佳，20 nm 以下為更佳，10 nm 以下為進一步較佳，7 nm 以下為特佳，5 nm 以下為最佳。作為下限值並不受特別限制，但從生產性的觀點而言，一般係 1 nm 以上為較佳。

依本發明人等的探討，得到了如下見解：若使用過濾器 A 對被純化液進行過濾，則產生起因於過濾器 A 之微粒，並混入到被純化液中。本實施形態之過濾裝置在流通路上的過濾器 A 的下游側具有過濾器 BD，因此能夠從被純化液中濾出起因於過濾器 A 之微粒，可容易得到具有更優異之缺陷抑制性能之藥液。

【0044】 另外，圖 1 的過濾裝置具有 1 個過濾器 BD，但作為本實施形態之過濾裝置，亦可以具有複數個過濾器 BD。在該情況下，作為存在複數個之過濾器 BD 的孔徑的關係並不受特別限制，但在可容易得到具有更優異之缺陷抑制性能之藥液之觀點上，在流通路上配置於最下游側之過濾器 BD 的孔徑在複數個過濾器 BD 中

最小為較佳。配置於最下游側之過濾器 BD 係指在配置於流通路之所有過濾器中配置於最下游側之過濾器 BD。

該情況下，配置於最下游側之過濾器 BD 含有選自包括聚乙烯（尤其超高分子量聚乙烯；UPE）、聚四氟乙烯及尼龍之群組中之至少 1 種作為材料成分為較佳，含有聚乙烯或聚四氟乙烯為更佳，含有聚四氟乙烯為進一步較佳。

【0045】 典型地，過濾器 BD 以如下目的而配置，亦即，當藉由配置於上游側之過濾器 A 等來過濾了被純化物時，濾出有可能未意圖地混入到被純化液中之雜質。

此時，依據過濾器 BD 所含有之材料成分，多數情況下，成為去除對象之雜質不同。例如推測為含有尼龍之過濾器 BD 在被純化液中藉由推測為形成於膜上之親水性層而容易吸附並去除凝膠狀雜質，並推測為含有超高分子量聚乙烯之過濾器 BD 藉由篩效果而容易去除粒子狀雜質。

【0046】 本發明人等得到如下見解：在被純化液係後述之有機溶劑系被純化液之情況下，若使上述被純化液通過含有尼龍之過濾器 BD 或含有超高分子量聚乙烯之過濾器 BD，則起因於上述過濾器 BD 的材料而未意圖之雜質混入到被純化液中。該種情況下，作為在流通路上配置於最下游側之過濾器 BD，若配置含有聚四氟乙烯之（較佳為由聚四氟乙烯構成之）過濾器，則能夠一併去除該等雜質等，因此較佳。

【0047】 此時，作為過濾器 BD 的孔徑並不受特別限制，但 1~20 nm 為較佳，1~10 nm 為更佳，1~7 nm 為進一步較佳。

【0048】 作為過濾器 A 的孔徑與過濾器 BD 的孔徑的關係並不受特別限制，但過濾器 BD 的孔徑比過濾器 A 的孔徑更小為較佳。如已說明，依本發明人等的探討，得到了如下見解：若使被純化液通過過濾器 A，則起因於過濾器 A 而微粒混入到被純化液中，在過濾器 BD 的孔徑小於過濾器 A 的孔徑之情況下，能夠從被純化液中更有效地去除該所混入之微粒。

【0049】 作為過濾器 BD 的材料並不受特別限制，可以與過濾器 A 相同，亦可以不同。其中，在可得到具有更優異之本發明的效果之過濾裝置之觀點上，與過濾器 A 的材料不同為較佳。

當過濾器 BD 含有 6-尼龍及 6,6-尼龍等聚醯胺；聚乙烯及聚丙烯等聚烯烴；聚苯乙烯；聚醯亞胺；聚醯胺醯亞胺；聚(甲基)丙烯酸酯；聚四氟乙烯、全氟烷氧基烷烴、全氟乙烯丙烯共聚物、乙烯-四氟乙烯共聚物、乙烯-氯三氟乙烯共聚物、聚氯三氟乙烯、聚偏氟乙烯及聚氟乙烯等多氟烴(polyfluorocarbon)；聚乙烯醇；聚酯；纖維素；乙酸纖維素等作為材料成分為較佳。其中，在具有更優異之耐溶劑性、所得到之藥液具有更優異之缺陷抑制性能之觀點上，含有選自包括尼龍（其中，6,6-尼龍為較佳）、聚烯烴（其中，聚乙烯為較佳）、聚(甲基)丙烯酸酯及多氟烴（其中，聚四氟乙烯(PTFE)、全氟烷氧基烷烴(PFA)為較佳。）之群組中之至少 1 種為較佳。該等聚合物能夠單獨使用或者組合使用兩種以上。

又，除了樹脂以外，亦可以為矽藻土及玻璃等。

【0050】 又，過濾器可以為經表面處理者。作為表面處理的方法並不受特別限制，能夠使用公知的方法。作為表面處理的方法，例如可以舉出化學修飾處理、電漿處理、疏水處理、塗層、氣體處理及燒結等。

【0051】 電漿處理會使過濾器的表面親水化，因此為較佳。作為電漿處理而被親水化之過濾材的表面上之水接觸角並不受特別限制，但用接觸角計測定之在 25℃ 下之靜態接觸角係 60° 以下為較佳，50° 以下為更佳，30° 以下為進一步較佳。

【0052】 作為化學修飾處理，在基材中導入離子交換基之方法為較佳。

亦即，作為過濾器，將上述中所舉出之各材料作為基材並在上述基材中導入有離子交換基者為較佳。典型地，包含含有基材之層之過濾器為較佳，該基材在上述基材的表面具有離子交換基。作為經表面修飾之基材並不受特別限制，在更容易製造之觀點上，在上述聚合物中導入有離子交換基者為較佳。

【0053】 關於離子交換基，作為陽離子交換基可以舉出磺酸基、羧基及磷酸基等，作為陰離子交換基可以舉出 4 級銨基等。作為將離子交換基導入到聚合物中之方法並不受特別限制，可以舉出使具有離子交換基和聚合性基之化合物與聚合物進行反應而典型地進行接枝化之方法。

【0054】 作為離子交換基的導入方法並不受特別限制，向上述樹脂的纖維照射電離放射線（ $\alpha$  射線、 $\beta$  射線、 $\gamma$  射線、X 射線及電子束等）而在樹脂中生成活性部分（自由基）。將該照射後之樹脂浸漬於含有單體之溶液中，使單體接枝聚合於基材。其結果，生成該單體作為接枝聚合側鏈而鍵結於聚烯烴纖維者。藉由使具有該生成之聚合物作為側鏈之樹脂與具有陰離子交換基或陽離子交換基之化合物接觸反應，在經接枝聚合之側鏈的聚合物中導入離子交換基而得到最終產物。

【0055】 又，過濾器亦可以為將藉由放射線接枝聚合法而形成有離子交換基之織布或不織布與以往的玻璃棉、織布或不織布的過濾材組合之構成。

【0056】 其中，在可得到具有更優異之本發明的效果之過濾裝置之觀點上，過濾器 BD 含有選自包括聚烯烴、聚醯胺、多氟烴、聚苯乙烯、聚砜及聚醚砜之群組中之至少 1 種為較佳，過濾器 BD 由選自包括聚烯烴、聚醯胺、多氟烴、聚苯乙烯、聚砜及聚醚砜之群組中之至少 1 種材料成分形成為更佳。

作為聚烯烴，可以舉出聚乙烯及聚丙烯等，其中，超高分子量聚乙烯為較佳。作為聚醯胺，可以舉出 6-尼龍及 6,6-尼龍等。作為多氟烴，可以舉出聚四氟乙烯(PTFE)、全氟烷氧基烷烴、全氟乙烯丙烯共聚物、乙烯-四氟乙烯共聚物、乙烯-氯三氟乙烯共聚物、聚氯三氟乙烯、聚偏氟乙烯及聚氟乙烯等，其中，PTFE 為較佳。

【0057】 作為過濾器 BD 的細孔結構並不受特別限制，根據被純化液的成分適當選擇即可。本說明書中，過濾器 BD 的細孔結構係指細孔徑分佈、過濾器中的細孔的位置分佈及細孔的形狀等，典型地，能夠藉由過濾器的製造方法來控制。

例如，若對樹脂等的粉末進行燒結來形成，則得到多孔膜，及，若藉由電紡絲（electrospinning）、電吹（electroblowing）及熔吹（meltblowing）等方法來形成，則得到纖維膜。該等的細孔結構分別不同。

【0058】 “多孔膜”係指保持凝膠、粒子、膠體、細胞及低聚物等被純化液中的成分，但實質上小於細孔的成分則通過細孔之膜。有時基於多孔膜的被純化液中的成分的保持依賴於動作條件，例如面速度、界面活性劑的使用、pH 及該等的組合，且有可能依賴於多孔膜的孔徑、結構及應被去除之粒子的尺寸及結構（是硬質粒子還是凝膠等）。

【0059】 UPE（超高分子量聚乙烯）過濾器典型地為篩膜。篩膜主要係指通過篩保持機構捕捉粒子之膜或為了通過篩保持機構捕捉粒子而被最優化之膜。

作為篩膜的典型例，包括聚四氟乙烯（PTFE）膜和 UPE 膜，但並不限於該等。

另外，“篩保持機構”係指保持去除對象粒子大於多孔膜的細孔徑的結果。篩保持力能夠藉由形成濾餅（filter cake）（膜的表

面上的成為去除對象之粒子的凝集)來提高。濾餅有效地發揮 2 次過濾器的功能。

【0060】 作為多孔膜（例如，包含 UPE 及 PTFE 等之多孔膜）的細孔結構並不受特別限制，作為細孔的形狀，例如可以舉出蕾絲狀、串狀及節點狀等。

多孔膜中之細孔的大小分佈和該膜中之位置分佈並不受特別限制。可以為大小分佈更小且該膜中之分佈位置對稱。又，亦可以為大小分佈更大且該膜中之分佈位置非對稱（將上述膜亦稱為“非對稱多孔膜”。）。在非對稱多孔膜中，孔的大小在膜中變化，典型地，孔徑從膜的一個表面朝向膜的另一個表面而變大。此時，將孔徑大的細孔多的一側的表面稱為“開放（open）側”，將孔徑小的細孔多的一側的表面稱為“密集（tite）側”。

又，作為非對稱多孔膜，例如可以舉出細孔的大小在膜的厚度內的某一位置上為最小者（將其亦稱為“沙漏形狀”。）。

【0061】 若使用非對稱多孔膜將一次側設為更大尺寸的孔，換言之，若將一次側設為開放側，則能夠產生預過濾效果。

【0062】 多孔膜可以包含 PESU（聚醚砜）、PFA（全氟烷氧基烷烴、四氟化乙烯與全氟烷氧基烷烴的共聚物）、聚醯胺及聚烯烴等熱塑性聚合物，亦可以包含聚四氟乙烯等。

其中，多孔膜含有超高分子量聚乙烯作為材料成分為較佳。超高分子量聚乙烯係指具有極長的鏈之熱塑性聚乙烯，分子量為百萬以上、典型地 200～600 萬為較佳。

【0063】 例如，當在被純化液中含有包含有機化合物之粒子作為雜質時，很多情況下，該種粒子帶負電，在該種粒子的去除中，聚醯胺製的過濾器發揮非篩膜的功能。典型的非篩膜包括尼龍-6 膜及尼龍-6,6 膜等尼龍膜，但並不限於該等。

另外，本說明書中所使用之基於“非篩”之保持機構係指藉由與過濾器的壓力降低或細孔徑無關之妨礙、擴散及吸附等機構而產生之保持。

【0064】 非篩保持包括與過濾器的壓力降低或過濾器的細孔徑無關地去除被純化液中的去除對象粒子之妨礙、擴散及吸附等保持機構。粒子在過濾器表面上的吸附例如能夠藉由分子間的範德華及靜電力等來介導。在具有蛇行狀的通路之非篩膜層中移動之粒子無法為了不與非篩膜接觸而充分迅速地改變方向時產生妨礙效果。基於擴散的粒子輸送係由形成粒子與過濾材料碰撞之一定的概率之、主要由小粒子的無規運動或布朗運動產生。當在粒子與過濾器之間不存在排斥力時，非篩保持機構能夠變得活躍。

【0065】 纖維膜的材質只要為能夠形成纖維膜之聚合物，則不受特別限制。作為聚合物，例如可以舉出聚醯胺等。作為聚醯胺，例如可以舉出尼龍 6 及尼龍 6,6 等。作為形成纖維膜之聚合物，可以為聚(醚砜)。當纖維膜位於多孔膜的一次側時，纖維膜的表面能比位於二次側的多孔膜的材質之聚合物高為較佳。作為該種組合，例如可以舉出纖維膜的材料為尼龍且多孔膜為聚乙烯(UPE)之情況。

【0066】 作為纖維膜的製造方法並不受特別限制，能夠使用公知的方法。作為纖維膜的製造方法，例如可以舉出電紡絲、電吹及熔吹等。

【0067】 [第二實施形態]

圖 2 係表示本發明的第二實施形態之過濾裝置之示意圖。

過濾裝置 200 係在流入部 101 與流出部 102 之間經由配管 202 串列配置有作為過濾器 A 之過濾器 103 及與上述過濾器 103 不同之過濾器 201（過濾器 BU）之過濾裝置。

流入部 101、過濾器 201、配管 202、過濾器 103 及流出部 102 構成為能夠使被純化液在各自的內部流通，上述構件連結而形成流通路 S2（被純化液流過之路徑）。

【0068】 另外，在過濾裝置 200 中，作為各過濾器及配管的形態等，與已說明之第一實施形態之過濾裝置相同，以下說明僅對與第一實施形態不同之部分進行。因此，以下沒有說明之事項與第一實施形態之過濾裝置相同。

【0069】 <過濾器 BU>

過濾器 BU 係與過濾器 A 不同之過濾器，係在流通路上的過濾器 A 的上游側與過濾器 A 串列配置之過濾器。在流通路上，流入部係上游側，流出部係下游側。在可得到具有更優異之本發明的效果之過濾裝置之觀點上，過濾器 A 與過濾器 BU 至少材料不同為較佳，孔徑和材料不同為較佳。

【0070】 作為過濾器 BU 的孔徑並不受特別限制，能夠使用以被純化液的過濾用途通常使用之孔徑的過濾器。其中，過濾器的孔徑係 1 nm 以上為較佳，3 nm 以上為更佳，10 nm 以上為進一步較佳。作為上限並不受特別限制，但 1.0  $\mu\text{m}$  以下為較佳，除了作為後述之過濾器 C 而使用之形態以外，小於 200 nm 為更佳，小於 100 nm 為進一步較佳，50 nm 以下為特佳。另外，在過濾裝置具有複數個過濾器 BU 之情況下，至少 1 個過濾器 BU 的孔徑在上述範圍內為較佳，在流通路上配置於最上游側之過濾器 BU 的孔徑在上述範圍內為更佳。

【0071】 依本發明人等的探討，得到了如下見解：當使用在流通路 S2 上的過濾器 A 的上游側配置有孔徑為 20 nm 以上的過濾器 BU 之過濾裝置時，過濾器 A 更不易堵塞，能夠進一步延長過濾器 A 的壽命。其結果，可得到能夠穩定地提供具有更優異之缺陷抑制性能之藥液之過濾裝置。

【0072】 作為過濾器 A 的孔徑與過濾器 BU 的孔徑的關係並不受特別限制，但過濾器 BU 的孔徑大於過濾器 A 的孔徑為較佳。

【0073】 圖 2 的過濾裝置具有 1 個過濾器 BU，但作為本實施形態之過濾裝置，亦可以具有複數個過濾器 BU。在該情況下，作為存在複數個之過濾器 BU 的孔徑的關係並不受特別限制，但在可容易得到具有更優異之缺陷抑制性能之藥液之觀點上，在流通路上配置於最上游之過濾器 BU 的孔徑最大為較佳。藉由如此設置，能夠進一步延長配置於最上游的過濾器 BU 的下游之過濾器（包括

過濾器 A) 的壽命，其結果，可得到能夠穩定地提供具有更優異之缺陷抑制性能之藥液之過濾裝置。

【0074】 作為過濾器 BU 的材料並不受特別限制，但在可得到具有更優異之本發明的效果之過濾裝置之觀點上，含有具有離子交換基之樹脂作為材料成分為較佳。作為離子交換基並不受特別限制，但在可得到具有更優異之本發明的效果之過濾裝置之觀點上，選自包括酸基、鹼基、醯胺基及醯亞胺基之群組中之至少 1 種為較佳。

作為過濾器 BU，在多氟烴及聚烯烴等的基材中導入有離子交換基之材料為更佳。

【0075】 作為具有離子交換基之樹脂並不受特別限制，能夠使用包含能夠藉由第一實施形態中已說明之非篩效果而去除離子（例如金屬離子等）之材料成分之過濾器等。

其中，作為離子交換基，陰離子交換基為較佳，作為陰離子交換基，例如可以舉出 4 級銨基等。在過濾器 BU 含有具有陰離子交換基之樹脂作為材料成分之情況下，可容易得到具有更優異之缺陷抑制性能之藥液。

作為過濾器 BU 的材料成分，在多氟烴及聚烯烴等的基材中導入有陰離子交換基者為更佳。

【0076】 （第二實施形態之過濾裝置的變形例）

圖 3 係表示本發明的第二實施形態之過濾裝置的變形例之過濾裝置的示意圖。過濾裝置 300 係在流入部 101 與流出部 102 之

間具有作為過濾器 A 之過濾器 103、作為過濾器 BU 之過濾器 201 及作為過濾器 BD 之過濾器 104，且過濾器 201、過濾器 103 及過濾器 104 經由配管 301 及配管 302 串列配置之過濾裝置。

【0077】 另外，在過濾裝置 300 中，作為各過濾器及配管的形態等，與已說明之第一實施形態之過濾裝置相同，以下說明僅對與第一實施形態不同之部分進行。因此，以下沒有說明之事項與第一實施形態之過濾裝置相同。

【0078】 流入部 101、過濾器 201、配管 301、過濾器 103、配管 302 及過濾器 104 構成為能夠使被純化液在各自的內部流通，上述構件連結而形成流通路 S3（被純化液流過之路徑）。作為配管及各過濾器的構成，如已說明那樣。

過濾裝置 300 由於在流通路上的過濾器 A 的上游側具有過濾器 BU，所以過濾器 A 的壽命變得更長，由於在流通路上的過濾器 A 的下游側具有過濾器 BD，所以能夠效率良好地去除起因於過濾器 A 而混入到被純化液中之微粒，其結果，可容易得到具有進一步優異之缺陷抑制性能之藥液。

【0079】 [第三實施形態]

圖 4 係表示本發明的第三實施形態之過濾裝置之示意圖。

過濾裝置 400 係在流入部 101 與流出部 102 之間且流通路 S4 上的過濾器 103（過濾器 A）的上游側進一步具有與過濾器 A 串列配置之罐 401 之過濾裝置。罐 401、過濾器 103（過濾器 A）及

過濾器 104（過濾器 BD）經由配管 402 及配管 105 串列配置。罐 401 與上述過濾器及配管等一同構成流通路 S4。

【0080】 另外，在過濾裝置 400 中，作為各過濾器及配管的形態等，與已說明之第一實施形態之過濾裝置相同，以下說明僅對與第一實施形態不同之部分進行。因此，以下沒有說明之事項與第一實施形態之過濾裝置相同。

【0081】 本實施形態之過濾裝置由於在過濾器 103 的上游側具有罐，所以能夠使用於在過濾器 103 中流通之被純化液滯留而使其均質化，其結果，可得到具有更優異之缺陷抑制性能之藥液。尤其，在進行後述之循環過濾的情況下，在從相對於流通路 S4 為過濾器 103（過濾器 A）的下游向相對於流通路 S4 為過濾器 103 的上游返送被純化液時，接收被返送之被純化液時能夠使用罐 401。若如此設置，則能夠使被返送之被純化液滯留而使其均質化之後再次向過濾器 103 通液，因此可得到具有進一步優異之缺陷抑制性能之藥液。

另外，罐 401 的材料並不受特別限制，能夠使用與已說明之殼體的材料相同之材料，其接液部的至少一部分（較佳為接液部的表面積的 90%以上，更佳為 99%以上）由後述之耐腐蝕材料形成為較佳。

【0082】 （第三實施形態之過濾裝置的變形例）

圖 5 係表示本發明的第三實施形態之過濾裝置的變形例之示意圖。

過濾裝置 500 係在流入部 101 與流出部 102 之間且流通路 S5 上的過濾器 103（過濾器 A）的下游側進一步具有與過濾器 A 串列配置之罐 401 之過濾裝置。過濾器 103（過濾器 A）、罐 401 及過濾器 104（過濾器 BD）經由配管 501 及配管 502 串列配置。罐 401 與上述過濾器及配管等一同構成流通路 S5。

【0083】 另外，在過濾裝置 500 中，作為各過濾器及配管的形態等，與已說明之第一實施形態之過濾裝置相同，以下說明僅對與第一實施形態不同之部分進行。因此，以下沒有說明之事項與第一實施形態之過濾裝置相同。

【0084】 本實施形態之過濾裝置由於在過濾器 A 的下游側具有罐，所以能夠使被過濾器 A 過濾之被純化液滯留。尤其，在進行後述之循環過濾的情況下，在從相對於流通路 S4 為過濾器 103(過濾器 A)的下游側向相對於流通路 S4 為過濾器 103 的上游側返送被純化液時，為了使返送之被純化液滯留而能夠使用罐 401。若如此設置，則能夠使返送之被純化液滯留而使其均質化之後再次向過濾器 103 通液，因此可得到具有進一步優異之缺陷抑制性能之藥液。

【0085】 另外，在本實施形態之過濾裝置 500 中，罐 401 在流通路 S5 上配置於過濾器 104(過濾器 BD)的上游側，但作為本實施形態之過濾裝置，亦可以在流通路 S5 上配置於過濾器 104 的下游側。

【0086】 如已說明，罐 401 能夠用於在循環過濾時使返送之被純化液滯留。換言之，能夠作為循環過濾的基點，此時，多數情況下，

在流通路 S5 上，罐 401 的上游側的過濾器（在過濾裝置 500 中為過濾器 103）或罐 401 的下游側的過濾器（在過濾裝置 500 中為過濾器 104）作為基準過濾器成為循環過濾的對象。另外，循環過濾的基點包括上述罐構成返送流通路之情況及上述罐的下游側的配管構成返送流通路之情況的任意情況。

【0087】 在過濾裝置 500 中，罐 401 配置於過濾器 104（過濾器 BD）的上游側。若將罐 401 配置於過濾器 104（過濾器 BD）的上游側，則當循環過濾時，能夠將在流通路 S5 上的罐 401 的上游側或下游側設為循環過濾的對象。例如若將罐 401 的上游側設為循環過濾的對象，則能夠採用對由過濾器 A 充分過濾之被純化液最後用過濾器 104 去除起因於使被純化液通過過濾器 A 而未意圖地混入到被純化液中之微粒等之流程，其結果，過濾器 BD 的壽命變得更長，能夠更穩定且長期製造具有優異之缺陷抑制性能之藥液。

【0088】 另外，作為本實施形態之過濾裝置，可以為在過濾器 BU 和過濾器 A 依次串列配置之形態(例如第二實施形態)及過濾器 BU、過濾器 A 及過濾器 BD 依次串列配置之形態(例如第二實施形態的變形例)中，在過濾器 A 的上游側進一步具有罐 401 之形態。

【0089】 [第四實施形態]

圖 6 係表示本發明的第四實施形態之過濾裝置之示意圖。

過濾裝置 600 係在流入部 101 與流出部 102 之間經由配管 602、配管 402 及配管 105 串列配置有作為過濾器 C 之過濾器 601、罐

401、作為過濾器 A 之過濾器 103 及作為過濾器 BD 之過濾器 104 之過濾裝置。

在過濾裝置 600 中，流入部 101、過濾器 601、配管 602、罐 401、配管 402、過濾器 103、配管 105、過濾器 104 及流出部 102 形成流通路 S6。

【0090】 另外，在過濾裝置 600 中，作為各過濾器及配管的形態等，與已說明之第一實施形態之過濾裝置相同，以下說明僅對與第一實施形態不同之部分進行。因此，以下沒有說明之事項與第一實施形態之過濾裝置相同。

【0091】 過濾器 601（過濾器 C）係在流通路 S6 上配置於罐 401 的上游側之孔徑 10 nm 以上的過濾器。本實施形態之過濾裝置在流通路 S6 上的罐 401 的上游側配置有具有既定的孔徑之過濾器，因此，能夠預先使用過濾器 601 來移除從流入部 101 流入之被純化液中所含有之雜質等，因此，能夠進一步減少混入到配管 602 以後的流通路中之雜質的量。因此，能夠進一步延長後段的過濾器 A 及過濾器 BD（又，若配置有過濾器 BU，則過濾器 BU）的壽命。其結果，依上述過濾裝置，能夠穩定地製造具有更優異之缺陷抑制性能之藥液。

【0092】 作為過濾器 C 的形態並不受特別限制，可以為與已說明之過濾器 A 相同之過濾器，亦可以為不同之過濾器（過濾器 B）。其中，在可容易得到具有更優異之缺陷抑制性能之藥液之觀點上，係與過濾器 A 不同之過濾器（過濾器 B）為較佳。其中，作為材

料及細孔結構，作為過濾器 BD 的材料及細孔結構而進行了說明者為較佳。又，孔徑並不受特別限制，10 nm 以上為較佳，20 nm 以上為更佳，超過 50 nm 為進一步較佳，100 nm 以上為特佳。作為上限並不受特別限制，但 500 nm 以下為較佳，300 nm 以下為更佳，250 nm 以下為進一步較佳。

另外，作為本實施形態之過濾裝置，可以為在流通路上過濾器 A 和過濾器 BD 依次串列配置之形態（例如第二實施形態）及在流通路上過濾器 BU、過濾器 A 及過濾器 BD 依次串列配置之形態（例如第二實施形態的變形例）中，在過濾器 A 的下游側進一步具有罐，在上述罐的上游側具有過濾器 C 之形態。

**【0093】 [第五實施形態]**

圖 7 係本發明的第五實施形態之過濾裝置的示意圖。過濾裝置 700 係具有流入部 101、流出部 102、作為過濾器 A 之過濾器 103 及作為過濾器 BD 之過濾器 104，且過濾器 103 和過濾器 104 在流入部 101 與流出部 102 之間串列配置而形成有從流入部 101 至流出部 102 之流通路 S7 之過濾裝置。

在過濾裝置 700 中，流入部 101、過濾器 103、配管 105、過濾器 104 及流出部 102 形成流通路 S7。

**【0094】** 另外，在過濾裝置 700 中，作為各過濾器及配管的形態等，與已說明之第一實施形態之過濾裝置相同，以下說明僅對與第一實施形態不同之部分進行。因此，以下沒有說明之事項與第一實施形態之過濾裝置相同。

【0095】 過濾裝置 700 形成有能夠從流通路 S7 上的過濾器 104 (基準過濾器) 的下游側向流通路 S7 上的過濾器 103 的上游側 (且基準過濾器的上游側) 返送被純化液之返送流通路 R1。具體而言,過濾裝置 700 具有返送用的配管 701,由該配管 701 形成返送流通路 R1。配管 701 的一端在過濾器 104 (及過濾器 103) 的下游側與流通路 S7 連接,另一端在過濾器 103 的上游側與流通路 S7 連接。另外,在返送流通路 R1 上可以配置有未圖示之泵、阻尼器及閥等。尤其,在圖 7 所示之連接部 J1 及 J2 配置閥來控制或防止被純化液未意圖地在返送流通路中流通為較佳。

【0096】 在返送流通路 R1 中流通而被返送到過濾器 103 的(流通路 S7 上的)上游側之被純化液,在流通路 S7 中再次流通之過程中被過濾器 103 及過濾器 104 過濾。將其稱為循環過濾,過濾裝置 700 能夠實施循環過濾,其結果,可容易得到具有更優異之缺陷抑制性能之藥液。

【0097】 另外,在圖 7 中,在流通路 S7 上配置有配管 701,以便能夠從過濾器 104 (過濾器 BD、基準過濾器) 的下游側向過濾器 A 的上游側(且過濾器 BD;基準過濾器的上游側)返送被純化液,但作為本實施形態之過濾裝置可以構成為,在流通路上,將過濾器 A 作為基準過濾器,能夠從過濾器 A 的下游側向過濾器 A 的上游側返送被純化液。該情況下,亦可以由連結配管 105 和流入部 101 之配管形成返送流通路。

【0098】 又，當在流通路上的過濾器 A 的上游側配置有過濾器 BU 時，可以形成有將過濾器 A 作為基準過濾器能夠從基準過濾器的下游側向過濾器 BU 的上游側（且基準過濾器的上游側）返送被純化液之返送流通路徑。

又，在圖 7 中，返送流通路 R1 僅由配管形成，但亦可以由已說明之 1 個或複數個罐及配管形成。

【0099】 圖 8 係表示本發明的第五實施形態之過濾裝置的變形例之示意圖。

過濾裝置 800 具有流入部 101、罐 401(a)、401(b)、流出部 102、作為過濾器 A 之過濾器 103 及作為過濾器 BD 之過濾器 104，罐 401(a)、過濾器 103、過濾器 104 及 401(b) 串列配置於流入部 101 與流出部 102 之間，流入部 101、罐 401(a)、配管 802、過濾器 103、配管 803、過濾器 104、配管 804、罐 401(b) 及流出部 102 形成流通路 S8。

【0100】 另外，在過濾裝置 800 中，作為各過濾器及配管的形態等，與已說明之第一實施形態之過濾裝置相同，以下說明僅對與第一實施形態不同之部分進行。因此，以下沒有說明之事項與第一實施形態之過濾裝置相同。

【0101】 過濾裝置 800 形成有能夠從在流通路 S8 上配置於過濾器 104 的下游側之罐 401(b) 的下游側向在流通路 S8 上配置於過濾器 103 的上游側之罐 401(a) 的上游側返送被純化液之返送流通路 R2。配管 801 的一端在罐 401(b) 的下游側與流通路 S8 連接，

另一端在罐 401 (a) 的上游側與流通路 S8 連接。另外，在返送流通路 R2 上可以配置有未圖示之泵、阻尼器及閥等。

【0102】 另外，本實施形態之過濾裝置中，返送流通路 R2 的基點在流通路上配置於罐 401 (b) 的下游側，終點在流通路上配置於罐 401 (a) 的上游側。藉由如此設置，在循環過濾時，使被純化液滯留之後返送，又，亦能夠使其滯留之後再次流通，其結果，可得到具有更優異之缺陷抑制性能之藥液。另外，作為本實施形態之過濾裝置，可以為罐 401 (b) 和配管 801 直接連接之形態，亦可以為罐 401 (a) 和配管 801 直接連接之形態，亦可以為具備該兩種形態之形態。

【0103】 [第六實施形態]

圖 9 係本發明的第六實施形態之過濾裝置的示意圖。過濾裝置 900 係具有流入部 101、流出部 102、作為過濾器 A 之過濾器 103 及作為過濾器 BD 之過濾器 104，且過濾器 103 和過濾器 104 在流入部 101 與流出部 102 之間串列配置而形成有從流入部 101 至流出部 102 之流通路 S9 之過濾裝置。

在過濾裝置 900 中，流入部 101、過濾器 103、配管 105、過濾器 104 及流出部 102 形成流通路 S9。

【0104】 另外，在過濾裝置 900 中，作為各過濾器及配管的形態等，與已說明之第一實施形態之過濾裝置相同，以下說明僅對與第一實施形態不同之部分進行。因此，以下沒有說明之事項與第一實施形態之過濾裝置相同。

【0105】 過濾裝置 900 形成有能夠從流通路 S9 上的過濾器 104 的下游側向流通路 S9 上的過濾器 103 的下游側且過濾器 104 的上游側返送被純化液之返送流通路 R3。具體而言，過濾裝置 900 具有返送用的配管 901，藉由該配管 901 而形成有返送流通路 R3。配管 901 的一端在過濾器 104 的下游側與流通路 S9 連接，另一端在過濾器 104 的上游側且過濾器 103 的下游側與流通路 S9 連接。另外，在返送流通路 R3 上可以配置有未圖示之泵、阻尼器及閥等。

【0106】 在返送流通路 R3 中流通而被返送到過濾器 103 的下游側且過濾器 104 的上游側的被純化液，在流通路 S9 中再次流通之過程中被過濾器 104 過濾。過濾裝置 900 能夠實施循環過濾，其結果，可容易得到具有更優異之缺陷抑制性能之藥液。

【0107】 另外，在圖 9 中配置有配管 901，以便能夠從流通路 S9 上的過濾器 104（過濾器 BD）的下游側向流通路 S9 上的過濾器 A 的下游側且過濾器 BD 的上游側返送被純化液，但作為本實施形態之過濾裝置，只要構成為能夠從流通路上的過濾器 B 的下游側向過濾器 A 的下游側且過濾器 B 的上游側返送被純化液即可。

【0108】 圖 10 係表示本實施形態之過濾裝置的變形例之示意圖。過濾裝置 1000 係具有流入部 101、流出部 102、作為過濾器 A 之過濾器 103、作為過濾器 BD 之過濾器 104-1（基準過濾器）及過濾器 104-2，且過濾器 103、過濾器 104-1 及過濾器 104-2 串列配置於流入部 101 與流出部 102 之間而具有從流入部 101 至流出部 102 之流通路 S10 之過濾裝置。

在過濾裝置 1000 中，流入部 101、過濾器 103、配管 105、過濾器 104-1、配管 1001、過濾器 104-2 及流出部 102 形成流通路 S10。

【0109】 另外，在過濾裝置 1000 中，作為各過濾器及配管的形態等，與已說明之第一實施形態之過濾裝置相同，以下說明僅對與第一實施形態不同之部分進行。因此，以下沒有說明之事項與第一實施形態之過濾裝置相同。

【0110】 過濾裝置 1000 形成有能夠從流通路 S10 上的過濾器 104-1(基準過濾器)的下游側向相對於流通路 S10 為過濾器 103 的下游側且過濾器 104-1(基準過濾器)的上游側返送被純化液之返送流通路 R4。具體而言，過濾裝置 1000 具有返送用的配管 1002，由該配管 1002 形成返送流通路 R4。配管 1002 的一端在過濾器 103 的下游側且過濾器 104-1 的上游側與流通路 S10 連接，另一端在過濾器 104-1 的下游側且過濾器 104-2 的上游側與流通路 S10 連接。另外，在返送流通路 R4 上可以配置有未圖示之泵、阻尼器及閥等。

【0111】 利用返送流通路 R4 被返送到流通路 S10 上的過濾器 103 的下游側且過濾器 104-1 的上游側之被純化液，在流通路 S10 中再次流通之過程中被過濾器 104-1 過濾。依過濾裝置 1000，能夠實施循環過濾，其結果，可容易得到具有更優異之缺陷抑制性能之藥液。

【0112】 另外，在圖 10 的過濾裝置中形成有能夠從流通路 S10 上的過濾器 104-1 的下游側亦即過濾器 104-2 的上游側向過濾器 104-

1 的上游側返送被純化液之返送流通路 R4，但作為本實施形態之過濾裝置並不限於上述，亦可以為形成有能夠從過濾器 104-2 的下游側向過濾器 104-2 的上游側返送被純化液之返送流通路之過濾裝置、形成有能夠從過濾器 104-2 的下游側向過濾器 A 的下游側且過濾器 104-1 的上游側返送被純化液之返送流通路之過濾裝置、形成有能夠從過濾器 104-1 或過濾器 104-2 的下游側向過濾器 103 的上游側進行返送之返送流通路之過濾裝置。

**【0113】** [藥液的製造方法（第一實施形態）]

本發明的實施形態之藥液的製造方法對被純化液進行純化而得到藥液，該藥液的製造方法具有使用已說明之過濾裝置對被純化液進行過濾而得到藥液之過濾製程。

**【0114】** [被純化液]

作為能夠適用本發明的實施形態之藥液的製造方法之被純化液並不受特別限制，但含有溶劑為較佳。作為溶劑，可以舉出有機溶劑及水等，含有有機溶劑為較佳。以下，分為如下兩種進行說明：相對於被純化液中所含有之溶劑的總質量，有機溶劑的含量（當含有複數種有機溶劑時為其合計含量）超過 50 質量%之有機溶劑系；相對於被純化液中所含有之溶劑的總質量，水的含量超過 50 質量%之水系被純化液。

**【0115】** <有機溶劑系>

（有機溶劑）

有機溶劑系被純化液含有溶劑，相對於被純化液中所含有之溶劑的總質量，有機溶劑的含量為 50 質量%以上。

被純化液含有有機溶劑。作為被純化液中之有機溶劑的含量並不受特別限制，但相對於被純化液的總質量，一般係 99.0 質量%以上為較佳。作為上限值並不受特別限制，但一般係 99.99999 質量%以下為較佳。

有機溶劑可以單獨使用 1 種，亦可以併用 2 種以上。當併用 2 種以上的有機溶劑時，合計含量在上述範圍內為較佳。

【0116】 另外，本說明書中，有機溶劑係指相對於上述被純化液的總質量，以超過 10000 質量 ppm 之含量含有每 1 種成分之液狀的有機化合物。亦即，本說明書中，相對於上述被純化液的總質量，含有超過 10000 質量 ppm 之量的液狀有機化合物屬於有機溶劑。

另外，本說明書中，液狀係指在 25℃、大氣壓下為液體。

【0117】 作為上述有機溶劑的種類並不受特別限制，能夠使用公知的有機溶劑。作為有機溶劑，例如可以舉出伸烷基二醇單烷基醚羧酸酯、伸烷基二醇單烷基醚、乳酸烷基酯、烷氧基丙酸烷基酯、環狀內酯(較佳為碳數 4~10)、可以具有環之單酮化合物(較佳為碳數 4~10)、伸烷基碳酸酯、烷氧基乙酸烷基酯及丙酮酸烷基酯等。

又，作為有機溶劑，例如亦可以使用日本特開 2016-057614 號公報、日本特開 2014-219664 號公報、日本特開 2016-138219 號公報及日本特開 2015-135379 號公報中所記載者。

【0118】 作為有機溶劑，選自包括丙二醇單甲醚（PGMM）、丙二醇單乙醚（PGME）、丙二醇單丙醚（PGMP）、丙二醇單甲醚乙酸酯（PGMEA）、乳酸乙酯（EL）、甲氧基丙酸甲酯（MPM）、環戊酮（CyPn）、環己酮（CyHe）、 $\gamma$ -丁內酯（ $\gamma$ BL）、二異戊基醚（DIAE）、乙酸丁酯（nBA）、乙酸異戊酯（iAA）、異丙醇（IPA）、4-甲基-2-戊醇（MIBC）、二甲基亞砷（DMSO）、正甲基-2-吡咯啉酮（NMP）、二乙二醇（DEG）、乙二醇（EG）、二丙二醇（DPG）、丙二醇（PG）、碳酸乙烯酯（EC）、碳酸丙烯酯（PC）、環丁砜、環庚酮及 2-庚酮（MAK）之群組中之至少 1 種為較佳。

【0119】 另外，被純化液中之有機溶劑的種類及含量能夠使用氣相層析質譜分析儀進行測定。

【0120】 （其他成分）

被純化液可以含有上述以外的其他成分。作為其他成分，例如可以舉出無機物（金屬離子、金屬粒子及金屬氧化物粒子等）、樹脂、樹脂以外的有機物及水等。

【0121】 ・無機物

被純化液可以含有無機物。作為無機物並不受特別限制，可以舉出金屬離子及含金屬粒子等。

【0122】 含金屬粒子只要含有金屬原子即可，其形態並不受特別限制。例如，可以舉出金屬原子的單體或含有金屬原子之化合物（以下亦稱為“金屬化合物”。）以及該等的複合體等。又，含金屬粒子可以含有複數個金屬原子。

【0123】 作為複合體並不受特別限制，可以舉出具有金屬原子的單體和覆蓋上述金屬原子的單體的至少一部分之金屬化合物之所謂的核殼型粒子；包含金屬原子和其他原子之固溶體粒子；包含金屬原子和其他原子之共晶粒子；金屬原子的單體與金屬化合物的凝集體粒子；種類不同之金屬化合物的凝集體粒子；及組成從粒子表面朝向中心連續或斷續地變化之金屬化合物等。

【0124】 作為金屬化合物所含有之金屬原子以外的原子並不受特別限制，例如可以舉出碳原子、氧原子、氮原子、氫原子、硫原子及磷原子等。

【0125】 作為金屬原子並不受特別限制，可以舉出 Fe 原子、Al 原子、Cr 原子、Ni 原子、Pb 原子、Zn 原子及 Ti 原子等。另外，含金屬粒子可以單獨含有 1 種上述金屬原子，亦可以同時含有 2 種以上。

【0126】 無機物可以添加到被純化液中，亦可以在製造製程中未意圖地混合到被純化液中。作為在藥液的製造製程中未意圖地被混合之情況，例如可以舉出無機物含於藥液的製造中所使用之原料（例如，有機溶劑）中之情況及在藥液的製造製程中混合（例如，污染物）等，但並不限於上述。

【0127】 （樹脂）

被純化液可以含有樹脂。

上述藥液還可以含有樹脂。作為樹脂，具有藉由酸的作用進行分解而產生極性基之基團之樹脂 P 為更佳。作為上述樹脂，藉由

酸的作用而對以有機溶劑為主成分之顯影液之溶解性減少之樹脂、亦即具有後述之式 (AI) 所表示之重複單元之樹脂為更佳。具有後述之式 (AI) 所表示之重複單元之樹脂具有藉由酸的作用進行分解而產生鹼可溶性基之基團 (以下，亦稱為“酸分解性基”)。

作為極性基，可以舉出鹼可溶性基。作為鹼可溶性基，例如可以舉出羧基、氟化醇基 (較佳為六氟異丙醇基)、酚性羥基及磺基。

【0128】 在酸分解性基中，極性基被在酸的作用下脫離之基團 (酸脫離性基) 保護。作為酸脫離性基，例如可以舉出  $-C(R_{36})(R_{37})(R_{38})$ 、 $-C(R_{36})(R_{37})(OR_{39})$  及  $-C(R_{01})(R_{02})(OR_{39})$  等。

【0129】 式中， $R_{36} \sim R_{39}$  分別獨立地表示烷基、環烷基、芳基、芳烷基或烯基。 $R_{36}$  與  $R_{37}$  可以相互鍵結而形成環。

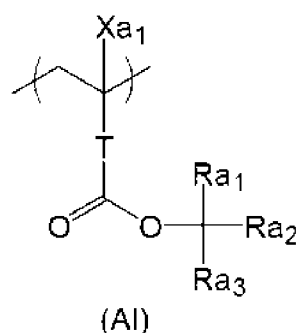
【0130】  $R_{01}$  及  $R_{02}$  各自獨立地表示氫原子、烷基、環烷基、芳基、芳烷基或烯基。

【0131】 以下，對藉由酸的作用而對以有機溶劑為主成分之顯影液之溶解性減少之樹脂 P 進行詳述。

【0132】 (式 (AI)：具有酸分解性基之重複單元)

樹脂 P 含有式 (AI) 所表示之重複單元為較佳。

【0133】 [化 1]



【0134】 式 (AI) 中，

$Xa_1$  表示氫原子或可以具有取代基之烷基。

T 表示單鍵或 2 價的連結基。

$Ra_1 \sim Ra_3$  分別獨立地表示烷基（直鏈狀或支鏈狀）或環烷基（單環或多環）。

$Ra_1 \sim Ra_3$  中的 2 個可以鍵結而形成環烷基（單環或多環）。

【0135】 作為由  $Xa_1$  表示之可以具有取代基之烷基，例如可以舉出甲基及  $-CH_2-R_{11}$  所表示之基團。 $R_{11}$  表示鹵素原子（氟原子等）、羥基或 1 價的有機基。

$Xa_1$  係氫原子、甲基、三氟甲基或羥基甲基為較佳。

【0136】 作為 T 的 2 價的連結基，可以舉出伸烷基、 $-COO-R_t$ -基及  $-O-R_t$ -基等。式中， $R_t$  表示伸烷基或伸環烷基。

T 係單鍵或  $-COO-R_t$ -基為較佳。 $R_t$  係碳數 1~5 的伸烷基為較佳， $-CH_2$ -基、 $-(CH_2)_2$ -基或  $-(CH_2)_3$ -基為更佳。

【0137】 作為  $Ra_1 \sim Ra_3$  的烷基，碳數 1~4 者為較佳。

【0138】 作為  $Ra_1 \sim Ra_3$  的環烷基，環戊基或環己基等單環的環烷基、或者降莖基、四環癸基、四環十二烷基或金剛烷基等多環的環烷基為較佳。

作為  $Ra_1 \sim Ra_3$  中的 2 個鍵結而形成之環烷基，環戊基或環己基等單環的環烷基、或者降莖基、四環癸基、四環十二烷基或金剛烷基等多環的環烷基為較佳。碳數 5~6 的單環的環烷基為更佳。

【0139】 關於  $Ra_1 \sim Ra_3$  中的 2 個鍵結而形成之上述環烷基，例如構成環之亞甲基中的 1 個可以經氧原子等雜原子或羰基等具有雜原子之基團取代。

【0140】 式 (AI) 所表示之重複單元例如係  $Ra_1$  為甲基或乙基、 $Ra_2$  與  $Ra_3$  鍵結而形成上述環烷基之態樣為較佳。

【0141】 上述各基團可以具有取代基，作為取代基，例如可以舉出烷基（碳數 1~4）、鹵素原子、羥基、烷氧基（碳數 1~4）、羧基及烷氧基羰基（碳數 2~6）等，碳數 8 以下為較佳。

【0142】 式 (AI) 所表示之重複單元的含量相對於樹脂 P 中的所有重複單元，係 20~90 莫耳%為較佳，25~85 莫耳%為更佳，30~80 莫耳%為進一步較佳。

【0143】 （具有內酯結構之重複單元）

又，樹脂 P 含有具有內酯結構之重複單元 Q 為較佳。

【0144】 具有內酯結構之重複單元 Q 在側鏈上具有內酯結構為較佳，來自於（甲基）丙烯酸衍生物單體之重複單元為更佳。

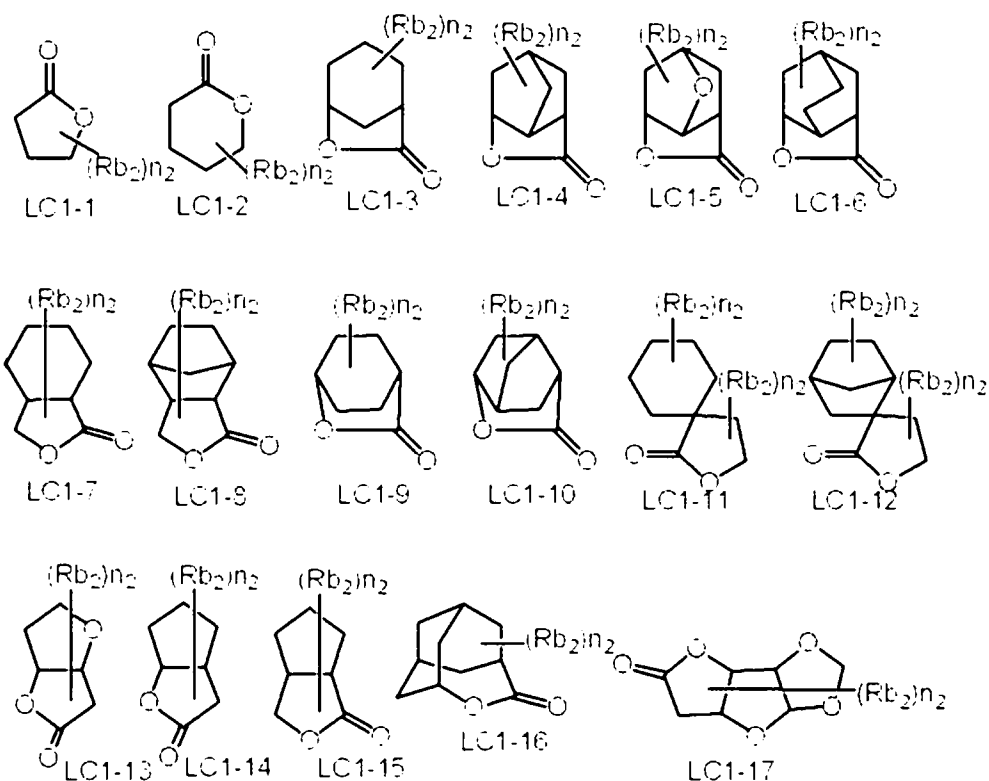
具有內酯結構之重複單元 Q 可以單獨使用 1 種，亦可以併用 2 種以上，但單獨使用 1 種為較佳。

具有內酯結構之重複單元 Q 的含量相對於樹脂 P 中的所有重複單元，係 3~80 莫耳%為較佳，3~60 莫耳%為更佳。

【0145】 作為內酯結構，5~7 員環的內酯結構為較佳，在 5~7 員環的內酯結構中以形成雙環結構或螺環結構之形態縮合有其他環結構之結構為更佳。

作為內酯結構，含有具有下述式（LC1-1）～（LC1-17）中的任一個所表示之內酯結構之重複單元為較佳。作為內酯結構，式（LC1-1）、式（LC1-4）、式（LC1-5）或式（LC1-8）所表示之內酯結構為較佳，式（LC1-4）所表示之內酯結構為更佳。

【0146】 [化 2]



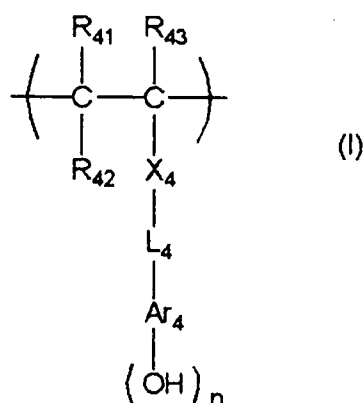
【0147】 內酯結構部分可以具有取代基（ $Rb_2$ ）。作為較佳的取代基（ $Rb_2$ ），可以舉出碳數 1～8 的烷基、碳數 4～7 的環烷基、碳數 1～8 的烷氧基、碳數 2～8 的烷氧基羰基、羧基、鹵素原子、羥基、氰基及酸分解性基等。 $n_2$  表示 0～4 的整數。當  $n_2$  為 2 以上時，存在複數個之取代基（ $Rb_2$ ）可以相同亦可以不同，又，存在複數個之取代基（ $Rb_2$ ）彼此可以鍵結而形成環。

【0148】 （具有酚性羥基之重複單元）

又，樹脂 P 可以含有具有酚性羥基之重複單元。

作為具有酚性羥基之重複單元，例如可以舉出下述通式 (I) 所表示之重複單元。

【0149】 [化 3]



【0150】 式中，

$R_{41}$ 、 $R_{42}$  及  $R_{43}$  各自獨立地表示氫原子、烷基、鹵素原子、氰基或烷氧基羰基。其中， $R_{42}$  可以與  $Ar_4$  鍵結而形成環，此時的  $R_{42}$  表示單鍵或伸烷基。

【0151】  $X_4$  表示單鍵、-COO-或-CONR<sub>64</sub>， $R_{64}$  表示氫原子或烷基。

$L_4$  表示單鍵或伸烷基。

$Ar_4$  表示 (n+1) 價的芳香環基，當與  $R_{42}$  鍵結而形成環時表示 (n+2) 價的芳香環基。

n 表示 1~5 的整數。

【0152】 作為通式 (I) 中之  $R_{41}$ 、 $R_{42}$  及  $R_{43}$  的烷基，可以具有取代基之甲基、乙基、丙基、異丙基、正丁基、第二丁基、己基、2-乙基己基、辛基及十二烷基等碳數 20 以下的烷基為較佳，碳數 8 以下的烷基為更佳，碳數 3 以下的烷基為進一步較佳。

【0153】 作為通式 (I) 中之  $R_{41}$ 、 $R_{42}$  及  $R_{43}$  的環烷基，可以為單環型，亦可以為多環型。作為環烷基，可以具有取代基之環丙基、環戊基及環己基等碳數 3~8 且單環型的環烷基為較佳。

【0154】 作為通式 (I) 中之  $R_{41}$ 、 $R_{42}$  及  $R_{43}$  的鹵素原子，可以舉出氟原子、氯原子、溴原子及碘原子，氟原子為較佳。

【0155】 作為通式 (I) 中之  $R_{41}$ 、 $R_{42}$  及  $R_{43}$  的烷氧基羰基中所包含之烷基，與上述  $R_{41}$ 、 $R_{42}$  及  $R_{43}$  中之烷基相同者為較佳。

【0156】 作為上述各基團中之取代基，例如可以舉出烷基、環烷基、芳基、胺基、醯胺基、脲基、胺基甲酸酯基、羥基、羧基、鹵素原子、烷氧基、硫醚基、醯基、醯氧基、烷氧基羰基、氰基及硝基等，取代基的碳數係 8 以下為較佳。

【0157】  $Ar_4$  表示  $(n+1)$  價的芳香環基。 $n$  為 1 時的 2 價的芳香環基可以具有取代基，例如可以舉出伸苯基、甲伸苯基、伸萘基及伸蒽基等碳數 6~18 的伸芳基、以及包含噻吩、呋喃、吡咯、苯并噻吩、苯并呋喃、苯并吡咯、三嗪、咪唑、苯并咪唑、三唑、噻二唑及噻唑等雜環之芳香環基。

【0158】 作為  $n$  為 2 以上的整數時的  $(n+1)$  價的芳香環基的具體例，可以舉出從 2 價的芳香環基的上述具體例中去除  $(n-1)$  個任意的氫原子而成之基團。

$(n+1)$  價的芳香環基可以進一步具有取代基。

【0159】 作為上述烷基、環烷基、烷氧基羰基、伸烷基及  $(n+1)$  價的芳香環基能夠具有之取代基，例如可以舉出在通式 (I) 中之

$R_{41}$ 、 $R_{42}$  及  $R_{43}$  中所舉出之烷基；甲氧基、乙氧基、羥基乙氧基、丙氧基、羥基丙氧基及丁氧基等烷氧基；苯基等芳基。

【0160】 作為由  $X_4$  表示之  $-\text{CONR}_{64}-$  ( $R_{64}$  表示氫原子或烷基) 中之  $R_{64}$  的烷基，可以舉出可以具有取代基之甲基、乙基、丙基、異丙基、正丁基、第二丁基、己基、2-乙基己基、辛基及十二烷基等碳數 20 以下的烷基，碳數 8 以下的烷基為更佳。

【0161】 作為  $X_4$ ，單鍵、 $-\text{COO}-$ 或 $-\text{CONH}-$ 為較佳，單鍵或 $-\text{COO}-$ 為更佳。

【0162】 作為  $L_4$  中之伸烷基，可以具有取代基之亞甲基、伸乙基、伸丙基、伸丁基、伸己基及伸辛基等碳數 1~8 的伸烷基為較佳。

【0163】 作為  $\text{Ar}_4$ ，可以具有取代基之碳數 6~18 的芳香環基為較佳，苯環基、萘環基或伸聯苯 (biphenylene) 環基為更佳。

【0164】 通式(I)所表示之重複單元具備羥基苯乙烯結構為較佳。亦即， $\text{Ar}_4$  係苯環基為較佳。

【0165】 具有酚性羥基之重複單元的含量相對於樹脂 P 中的所有重複單元，係 0~50 莫耳%為較佳，0~45 莫耳%為更佳，0~40 莫耳%為進一步較佳。

【0166】 (含有具有極性基之有機基之重複單元)

樹脂 P 可以進一步包含含有具有極性基之有機基之重複單元、尤其具有經極性基取代之脂環烴結構之重複單元。藉此，基板密接性、顯影液親和性得到提高。

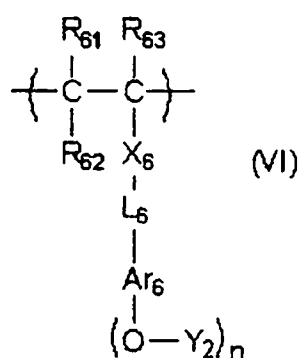
作為經極性基取代之脂環烴結構的脂環烴結構，金剛烷基、鑽石烷基或降苡烷基為較佳。作為極性基，羥基或氰基為較佳。

【0167】 當樹脂 P 包含含有具有極性基之有機基之重複單元時，其含量相對於樹脂 P 中的所有重複單元，係 1~50 莫耳%為較佳，1~30 莫耳%為更佳，5~25 莫耳%為進一步較佳，5~20 莫耳%為特佳。

【0168】 （通式（VI）所表示之重複單元）

樹脂 P 可以含有下述通式（VI）所表示之重複單元。

【0169】 [化 4]



【0170】 通式（VI）中，

$\text{R}_{61}$ 、 $\text{R}_{62}$  及  $\text{R}_{63}$  各自獨立地表示氫原子、烷基、環烷基、鹵素原子、氰基或烷氧基羰基。其中， $\text{R}_{62}$  可以與  $\text{Ar}_6$  鍵結而形成環，此時的  $\text{R}_{62}$  表示單鍵或伸烷基。

$\text{X}_6$  表示單鍵、 $-\text{COO}-$ 或 $-\text{CONR}_{64}-$ 。 $\text{R}_{64}$  表示氫原子或烷基。

$\text{L}_6$  表示單鍵或伸烷基。

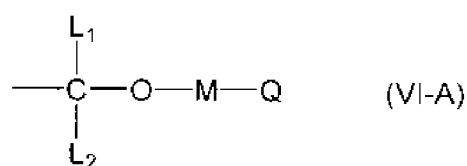
$\text{Ar}_6$  表示  $(n+1)$  價的芳香環基，當與  $\text{R}_{62}$  鍵結而形成環時表示  $(n+2)$  價的芳香環基。

當  $n \geq 2$  時， $Y_2$  各自獨立地表示氫原子或藉由酸的作用而脫離之基團。其中， $Y_2$  中的至少 1 個表示藉由酸的作用而脫離之基團。

$n$  表示 1~4 的整數。

【0171】 作為藉由酸的作用而脫離之基團  $Y_2$ ，下述通式 (VI-A) 所表示之結構為較佳。

【0172】 [化 5]



【0173】  $L_1$  及  $L_2$  各自獨立地表示氫原子、烷基、環烷基、芳基或將伸烷基和芳基組合而成之基團。

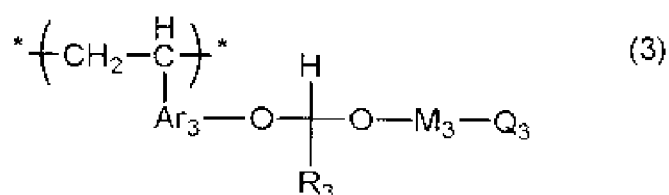
$M$  表示單鍵或 2 價的連結基。

$Q$  表示烷基、可以包含雜原子之環烷基、可以包含雜原子之芳基、胺基、銨基、巰基、氰基或醛基。

$Q$ 、 $M$ 、 $L_1$  中的至少 2 個可以鍵結而形成環（較佳為 5 員或 6 員環）。

【0174】 上述通式 (VI) 所表示之重複單元係下述通式 (3) 所表示之重複單元為較佳。

【0175】 [化 6]



【0176】 通式 (3) 中，

$\text{Ar}_3$  表示芳香環基。

$\text{R}_3$  表示氫原子、烷基、環烷基、芳基、芳烷基、烷氧基、鹵基或雜環基。

$\text{M}_3$  表示單鍵或 2 價的連結基。

$\text{Q}_3$  表示烷基、環烷基、芳基或雜環基。

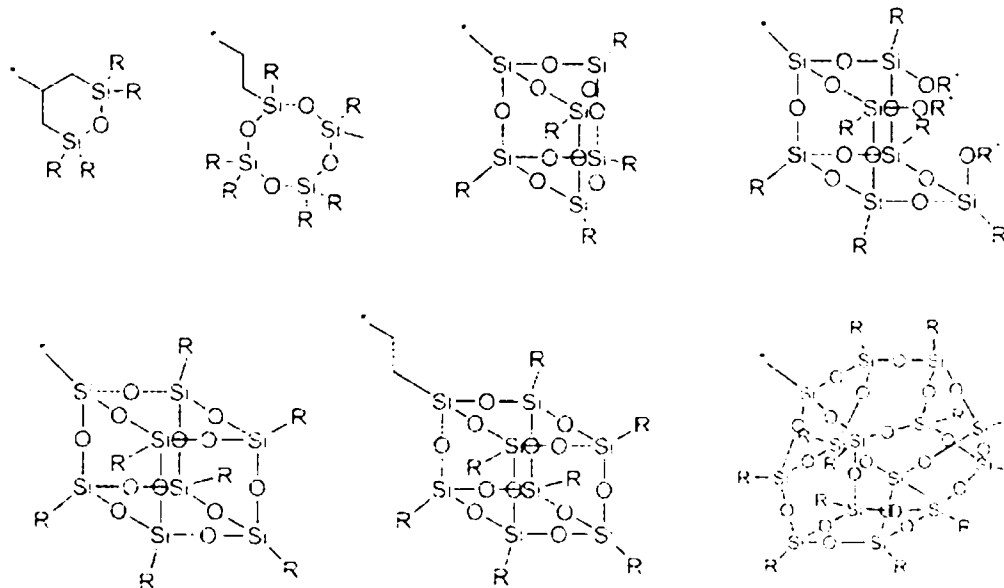
$\text{Q}_3$ 、 $\text{M}_3$  及  $\text{R}_3$  中的至少 2 個可以鍵結而形成環。

【0177】  $\text{Ar}_3$  所表示之芳香環基與上述通式 (VI) 中之  $n$  為 1 時的上述通式 (VI) 中之  $\text{Ar}_6$  相同，伸苯基或伸萘基為較佳，伸苯基為更佳。

【0178】 (在側鏈上具有矽原子之重複單元)

樹脂 P 可以進一步含有在側鏈上具有矽原子之重複單元。作為在側鏈上具有矽原子之重複單元，例如可以舉出具有矽原子之(甲基)丙烯酸酯系重複單元及具有矽原子之乙烯基系重複單元等。在側鏈上具有矽原子之重複單元典型地為含有在側鏈上具有矽原子之基團之重複單元，作為具有矽原子之基團，例如可以舉出三甲基矽基、三乙基矽基、三苯基矽基、三環己基矽基、三(三甲基矽氧基矽基)、三(三甲基矽基矽基)、甲基雙三甲基矽基矽基、甲基雙三甲基矽氧基矽基、二甲基三甲基矽基矽基、二甲基三甲基矽氧基矽基及如下述的環狀或直鏈狀聚矽氧烷、或籠型或梯型或無規型倍半矽氧烷結構等。式中， $\text{R}$  及  $\text{R}^1$  各自獨立地表示 1 價的取代基。\*表示連接鍵。

【0179】 [化 7]



【0180】 作為具有上述基團之重複單元，例如來自於具有上述基團之丙烯酸酯化合物或甲基丙烯酸酯化合物之重複單元或者來自於具有上述基團和乙烯基之化合物之重複單元為較佳。

【0181】 當樹脂 P 含有上述在側鏈上具有矽原子之重複單元時，其含量相對於樹脂 P 中的所有重複單元，係 1~30 莫耳%為較佳，5~25 莫耳%為更佳，5~20 莫耳%為進一步較佳。

【0182】 作為基於 GPC (Gel permeation chromatography (凝膠滲透層析)) 法之聚苯乙烯換算值，樹脂 P 的重量平均分子量係 1,000~200,000 為較佳，3,000~20,000 為更佳，5,000~15,000 為進一步較佳。藉由將重量平均分子量設為 1,000~200,000，能夠防止耐熱性及乾式蝕刻耐性的劣化，且能夠防止顯影性劣化或黏度變高而製膜性劣化。

【0183】 分散度 (分子量分佈) 通常係 1~5，1~3 為較佳，1.2~3.0 為更佳，1.2~2.0 為進一步較佳。

【0184】 關於藥液中所包含之其他成分（例如酸產生劑、鹼性化合物、淬滅劑（**quencher**）、疏水性樹脂、界面活性劑及溶劑等），均能夠使用公知者。

【0185】 <水系>

水系被純化液相對於被純化液所含有之溶劑的總質量，含有超過 50 質量%的水，50～95 質量%為較佳。

上述水並不受特別限定，但使用半導體製造中所使用之超純水為較佳，使用對該超純水進一步純化而減少了無機陰離子及金屬離子等之水為更佳。純化方法並不受特別限定，但使用過濾膜或離子交換膜之純化以及基於蒸餾之純化為較佳。又，例如藉由日本特開 2007-254168 號公報中所記載之方法進行純化為較佳。

【0186】 （氧化劑）

水系被純化液可以含有氧化劑。作為氧化劑並不受特別限制，能夠使用公知的氧化劑。作為氧化劑，例如可以舉出過氧化氫、過氧化物、硝酸、硝酸鹽、碘酸鹽、過碘酸鹽、次亞氯酸鹽、亞氯酸鹽、氯酸鹽、過氯酸鹽、過硫酸鹽、重鉻酸鹽、高錳酸鹽、臭氧水、銀（II）鹽及鐵（III）鹽等。

【0187】 作為氧化劑的含量並不受特別限制，但相對於研磨液總質量，係 0.1 質量%以上為較佳，99.0 質量%以下為較佳。另外，氧化劑可以單獨使用 1 種，亦可以併用 2 種以上。當併用 2 種以上的氧化劑時，合計含量在上述範圍內為較佳。

【0188】 （無機酸）

水系被純化液可以含有無機酸。作為無機酸並不受特別限制，能夠使用公知的無機酸。作為無機酸，例如可以舉出硫酸、磷酸及鹽酸等。另外，無機酸不包含於上述氧化劑。

作為被純化液中的無機酸的含量並不受特別限制，但相對於被純化液的總質量，係 0.1 質量%以上為較佳，99.0 質量%以下為進一步較佳。

無機酸可以單獨使用 1 種，亦可以併用 2 種以上。當併用 2 種以上的無機酸時，合計含量在上述範圍內為較佳。

#### 【0189】（防腐劑）

水系被純化液可以含有防腐劑。作為防腐劑並不受特別限制，能夠使用公知的防腐劑。作為防腐劑，例如可以舉出 1,2,4-三唑（TAZ）、5-胺基四唑（ATA）、5-胺基-1,3,4-噁二唑-2-硫醇、3-胺基-1H-1,2,4 三唑、3,5-二胺基-1,2,4-三唑、甲苯基三唑、3-胺基-5-巰基-1,2,4-三唑、1-胺基-1,2,4-三唑、1-胺基-1,2,3-三唑、1-胺基-5-甲基-1,2,3-三唑、3-巰基-1,2,4-三唑、3-異丙基-1,2,4-三唑、萘并三唑、1H-四唑-5-乙酸、2-巰基萘并噁唑（2-MBT）、1-苯基-2-四唑啉-5-硫酮、2-巰基萘并咪唑（2-MBI）、4-甲基-2-苯基咪唑、2-巰基噁唑啉、2,4-二胺基-6-甲基-1,3,5-三嗪、噁唑、咪唑、萘并咪唑、三嗪、甲基四唑、試鉍硫醇 I、1,3-二甲基-2-咪唑啉酮、1,5-五亞甲基四唑、1-苯基-5-巰基四唑、二胺基甲基三嗪、咪唑啉硫酮、4-甲基-4H-1,2,4-三唑-3-硫醇、5-胺基-1,3,4-噁二唑-2-硫醇、萘并噁唑、磷酸三甲苯酯、吡啶、腺嘌呤、胞嘧啶、鳥嘌呤、胸腺

嘧啶、磷酸鹽抑制劑、胺類、吡唑類、丙硫醇、矽烷類、第 2 級胺類、苯并羧酸類、雜環式氮抑制劑、抗壞血酸、硫脲、1,1,3,3-四甲基脲、脲、脲衍生物類、脲酸、乙基黃原酸鉀、甘胺酸、十二烷基膦酸、亞胺基二乙酸、硼酸、丙二酸、琥珀酸、亞硝基三乙酸、環丁砜、2,3,5-三甲基吡嗪、2-乙基-3,5-二甲基吡嗪、喹喔啉、乙醯吡咯、噻嗪、組胺酸（histadine）、吡嗪、麩胱甘肽（還原型）、半胱胺酸、胱胺酸、噻吩、巰基吡啶 N-氧化物、硫胺 HCl、二硫化四乙胺硫甲醯基、2,5-二巰基-1,3-噻二唑抗壞血酸、鄰苯二酚、第三丁基鄰苯二酚、苯酚及五倍子酚。

【0190】 作為上述防腐劑，亦能夠使用十二烷酸、棕櫚酸、2-乙基己酸及環己烷酸等脂肪族羧酸；檸檬酸、蘋果酸、草酸、丙二酸、琥珀酸、衣康酸、順丁烯二酸、羥基乙酸、巰基乙酸、硫代乙酸、柳酸、磺柳酸、鄰胺苯甲酸、N-甲基鄰胺苯甲酸、3-胺基-2-萘甲酸、1-胺基-2-萘甲酸、2-胺基-1-萘甲酸、1-胺基蒽醌-2-羧酸、單寧酸及沒食子酸等具有螯合能力之羧酸；等。

【0191】 又，作為上述防腐劑，亦能夠使用椰子脂肪酸鹽、蓖麻硫酸化油鹽、月桂基硫酸鹽、聚氧伸烷基烯丙基苯基醚硫酸鹽、烷基苯磺酸、烷基苯磺酸鹽、烷基二苯基醚二磺酸鹽、烷基萘磺酸鹽、二烷基磺基琥珀酸鹽、異丙基磷酸鹽、聚氧伸乙基烷基醚磷酸鹽、聚氧伸乙基烯丙基苯基醚磷酸鹽等陰離子界面活性劑；油基胺乙酸鹽、月桂基氯化吡啶鎘、十六烷基氯化吡啶鎘、月桂基三甲基氯化銨、硬脂基三甲基氯化銨、二十二烷基三甲基氯化銨、二癸基二

甲基氯化銨等陽離子界面活性劑；椰子烷基二甲基氧化胺、脂肪酸醯胺丙基二甲基氧化胺、烷基聚胺基乙基甘胺酸鹽酸鹽、醯胺甜菜鹼型活性劑、丙胺酸型活性劑、月桂基亞胺基二丙酸等兩性界面活性劑；聚氧伸乙基辛基醚、聚氧伸乙基癸基醚、聚氧伸乙基月桂基醚、聚氧伸乙基月桂基胺、聚氧伸乙基油基胺、聚氧伸乙基聚苯乙烯基苯基醚、聚氧伸烷基聚苯乙烯基苯基醚等聚氧伸烷基一級烷基醚或聚氧伸烷基二級烷基醚的非離子界面活性劑、聚氧伸乙基二月桂酸酯、聚氧伸乙基月桂酸酯、聚氧伸乙基化蓖麻油、聚氧伸乙基硬化蓖麻油、脫水山梨糖醇月桂酸酯、聚氧伸乙基脫水山梨糖醇月桂酸酯、脂肪酸二乙醇醯胺等其他聚氧伸烷基系的非離子界面活性劑；硬脂酸辛酯、三羥甲基丙烷三癸酸酯等脂肪酸烷基酯；聚氧伸烷基丁基醚、聚氧伸烷基油基醚、三羥甲基丙烷三（聚氧伸烷基）醚等聚醚多元醇。

作為上述的市售品，例如可以舉出 NewKalgene FS-3PG（Takemoto Oil & Fat Co.,Ltd.製造）及 Hosten HLP-1（NIKKO CHEMICAL CO.,LTD.製造）等。

【0192】 又，作為防腐劑，亦能夠使用親水性聚合物。

作為親水性聚合物，例如可以舉出聚乙二醇等聚二醇類、聚二醇類的烷基醚、聚乙烯醇、聚乙烯基吡咯啉酮、海藻酸等多糖類、聚甲基丙烯酸及聚丙烯酸等含有羧酸之聚合物、聚丙烯醯胺、聚甲基丙烯酸醯胺及聚伸乙亞胺等。作為該種親水性聚合物的具體例，可

以舉出日本特開 2009-088243 號公報的 0042～0044 段落、日本特開 2007-194261 號公報的 0026 段落中所記載之水溶性聚合物。

【0193】 又，作為防腐劑，亦能夠使用銻鹽。

作為銻鹽並不受特別限制，能夠使用公知的銻鹽。

關於銻鹽，例如作為 3 價的銻鹽，可以舉出乙酸銻、硝酸銻、氯化銻、碳酸銻、草酸銻及硫酸銻等。又，作為 4 價的銻鹽，可以舉出硫酸銻、硫酸銻銨、硝酸銻銨、硝酸二銻銻及氫氧化銻等。

【0194】 防腐劑可以包含經取代或未經取代之苯并三唑。較佳的取代型苯并三唑並不限定於該等，包括經烷基、芳基、鹵素基、胺基、硝基、烷氧基或羥基取代之苯并三唑。取代型苯并三唑還包括由 1 個以上的芳基（例如，苯基）或雜芳基融合者。

【0195】 被純化液中的防腐劑的含量被調整為相對於藥液的總質量成為 0.01～5 質量%為較佳，被調整為成為 0.05～5 質量%為更佳，被調整為成為 0.1～3 質量%為進一步較佳。

防腐劑可以單獨使用 1 種，亦可以併用 2 種以上。當併用 2 種以上的防腐劑時，合計含量在上述範圍內為較佳。

【0196】 （有機溶劑）

水系被純化液可以含有有機溶劑。作為有機溶劑並不受特別限制，如作為有機溶劑系被純化液所含有之被純化液而已說明那樣。當含有有機溶劑時，相對於被純化液所含有之溶劑的總質量，有機溶劑的含量係 5～35 質量%為較佳。

【0197】 <被純化液的物性：pH>

作為被純化液的 pH 並不受特別限制，但在可得到具有更優異之缺陷抑制性能之藥液之觀點上，0~9 為較佳，0~7 為更佳。另外，在本說明書中，被純化液的 pH 係指使用調整為 25℃ 之被純化液藉由玻璃電極法而測定之值。

**【0198】 [過濾製程]**

本實施形態之藥液的製造方法具有使用已說明之過濾裝置對上述被純化液進行過濾而得到藥液之過濾製程。

上述過濾裝置具有由過濾器 A 和過濾器 B 串列配置而形成之流通路。作為對各過濾器之被純化液的供給壓力並不受特別限制，但一般係 0.00010~1.0 MPa 為較佳。

其中，在可得到具有更優異之缺陷抑制性能之藥液之觀點上，供給壓力  $P_2$  係 0.00050~0.090MPa 為較佳，0.0010~0.050MPa 為更佳，0.0050~0.040MPa 為進一步較佳。

又，從過濾壓力對過濾精度產生影響之角度來看，過濾時的壓力的脈動盡可能少為較佳。

**【0199】** 過濾速度並不受特別限定，但在可容易得到具有更優異之缺陷抑制性能之藥液之觀點上，1.0 L/分鐘/ $m^2$  以上為較佳，0.75 L/分鐘/ $m^2$  以上為更佳，0.6 L/分鐘/ $m^2$  以上為進一步較佳。

過濾器中設定有保障過濾器性能（過濾器不被破壞）之耐差壓，當該值大時，能夠藉由提高過濾壓力來提高過濾速度。亦即，上述過濾速度上限通常依賴於過濾器的耐差壓，但通常係 10.0 L/分鐘/ $m^2$  以下為較佳。

【0200】 作為使被純化液通過過濾器時的溫度並不受特別限制，但一般低於室溫為較佳。

【0201】 另外，過濾製程在潔淨的環境下實施為較佳。具體而言，在滿足美國聯邦標準(Fed.Std.209E)的 Class(等級)1000(ISO14644-1：2015 中為 Class(等級)6)之無塵室中實施為較佳，滿足 Class(等級)100(ISO14644-1：2015 中為 Class(等級)5)之無塵室為更佳，滿足 Class(等級)10(ISO14644-1：2015 中為 Class(等級)4)之無塵室為進一步較佳，具有 Class(等級)1(ISO14644-1：2015 中為 Class(等級)3)或其以上的清淨度(等級 2 或等級 1)之無塵室為特佳。

另外，後述之各製程亦在上述潔淨的環境下實施為較佳。

【0202】 又，當過濾裝置具有返送流通路時，過濾製程可以為循環過濾製程。循環過濾製程係指至少用過濾器 A 對被純化液進行過濾，將用過濾器 A 過濾之後之被純化液返送到相對於流通路為過濾器 A 的上游，再次用過濾器 A 進行過濾之製程。

作為循環過濾的次數並不受特別限制，但一般係 1~10 次為較佳。另外，在循環過濾中，只要將被純化液返送到過濾器 A 的上游以反覆進行基於過濾器 A 之過濾即可，此時，亦可以調整返送通路，以便除了反覆進行基於過濾器 A 之過濾以外，還同時反覆進行基於至少 1 個過濾器 B 之過濾。

【0203】 [其他製程]

本實施形態之藥液的製造方法可以具有上述以外的製程。作為上述以外的製程，例如可以舉出過濾器洗淨製程、裝置洗淨製程、除電製程及被純化液準備製程等。以下，對各製程進行詳述。

**【0204】** < 過濾器洗淨製程 >

過濾器洗淨製程係在過濾製程之前對過濾器 A 及過濾器 B 進行洗淨之製程。作為對過濾器進行洗淨之方法並不受特別限制，例如可以舉出將過濾器浸漬於浸漬液之方法、將洗淨液向過濾器通液而進行洗淨之方法及該等的組合等。

**【0205】** （將過濾器浸漬於浸漬液之方法）

作為將過濾器浸漬於浸漬液之方法，例如可以舉出用浸漬液填滿浸漬用容器，並在上述浸漬液中浸漬過濾器之方法。

**【0206】** ・浸漬液

作為浸漬液並不受特別限制，能夠使用公知的浸漬液。其中，在可得到更優異之本發明的效果之觀點上，作為浸漬液，含有水或有機溶劑作為主成分為較佳，含有有機溶劑作為主成分為更佳。在本說明書中，主成分係指相對於浸漬液的總質量含有 99.9 質量%以上之成分，含有 99.99 質量%以上為更佳。

**【0207】** 作為上述有機溶劑並不受特別限制，作為含有被純化液之有機溶劑，能夠使用已說明之有機溶劑。其中，在可得到更優異之本發明的效果之觀點上，作為洗淨液，含有選自包括酯系溶劑及酮系溶劑之群組中之至少 1 種有機溶劑為較佳。又，可以組合該等而使用。

【0208】 作為酯系溶劑，例如可以舉出乙酸乙酯、乙酸甲酯、乙酸丁酯、乙酸第二丁酯、乙酸甲氧基丁酯、乙酸戊酯、乙酸正丙酯、乙酸異丙酯、乳酸乙酯、乳酸甲酯及乳酸丁酯等，但並不限於上述。

作為酮系溶劑，例如可以舉出丙酮、2-庚酮（MAK）、甲乙酮（MEK）、甲基異丁基酮、二異丁基酮及環己酮、雙丙酮醇等，但並不限於上述。

【0209】 作為在浸漬液中浸漬過濾器之時間並不受特別限制，但在可得到更優異之本發明的效果之觀點上，7 天～1 年為較佳。

作為浸漬液的溫度並不受特別限制，但在可得到更優異之本發明的效果之觀點上，20℃以上為較佳。

【0210】 作為將過濾器浸漬於浸漬液中之方法，可以舉出在浸漬用容器中填滿浸漬液，並在上述浸漬液中浸漬過濾器之方法。

作為浸漬用容器，亦能夠使用在已說明之過濾裝置中過濾器單元所具有之殼體。亦即，可以舉出如下方法：以在過濾裝置所具有之殼體中容納過濾器（典型地為過濾器濾筒）之狀態在殼體內填滿浸漬液並以該狀態靜置。

又，除了上述以外，還可以舉出如下方法：與過濾裝置所具有之殼體獨立地另外準備浸漬用容器（亦即，在過濾裝置外準備浸漬用容器），在另外準備之浸漬用容器中填滿浸漬液並浸漬過濾器。

其中，在從過濾器溶出之雜質不會混入到過濾裝置內之觀點上，如下方法為較佳：在過濾裝置外準備之浸漬用容器中填滿浸漬液並在上述浸漬液中浸漬過濾器。

**【0211】** 浸漬用容器的形狀及大小等能夠根據所浸漬之過濾器的數量及大小等適當選擇，並不受特別限制。

作為浸漬用容器的材料並不受特別限制，但至少接液部由已說明之耐腐蝕材料形成為較佳。

又，作為浸漬用容器的材料，含有選自包括多氟烴(PTFE、PFA：全氟烷氧基烷烴及 PCTFE：聚氯三氟乙烯等)、PPS(聚伸苯基硫醚)、POM(聚甲醛)以及聚烯烴(PP 及 PE 等)之群組中之至少 1 種為較佳，含有選自包括多氟烴、PPS 及 POM 之群組中之至少 1 種為更佳，含有多氟烴為進一步較佳，含有選自包括 PTFE、PFA 及 PCTFE 之群組中之至少 1 種為特佳，含有 PTFE 為最佳。

又，浸漬用容器在使用前洗淨為較佳，在洗淨時使用浸漬液進行洗淨（所謂的預洗）為較佳。

**【0212】** （將洗淨液向過濾器通液而進行洗淨之方法）

作為將洗淨液向過濾器通液而進行洗淨之方法並不受特別限制，例如可以舉出如下方法：在已說明之過濾裝置的過濾器單元的過濾器殼體中容納過濾器（典型地為過濾器濾筒），藉由向上述過濾器殼體導入洗淨液來將洗淨液向過濾器通液。

**【0213】** 在進行洗淨時，附著於過濾器之雜質轉移（典型地，溶解）到洗淨液中，洗淨液中的雜質含量逐漸增加。因此，向過濾器通液

過一次之洗淨液不在洗淨中再次使用而排出至過濾裝置外為較佳。  
換言之，不進行循環洗淨為較佳。

【0214】 作為將洗淨液向過濾器通液而進行洗淨之方法的其他形態，可以舉出使用洗淨裝置對過濾器進行洗淨之方法。本說明書中，洗淨裝置係指與設置於過濾裝置外之過濾裝置不同之裝置。作為洗淨裝置的形態並不受特別限制，但能夠使用與過濾裝置相同之構成的裝置。

【0215】 ・洗淨液

作為將洗淨液向過濾器通液而進行洗淨時的洗淨液並不受特別限制，能夠使用公知的洗淨液。其中，在可得到更優異之本發明的效果之觀點上，作為洗淨液的形態，與已說明之浸漬液相同為較佳。

【0216】 <裝置洗淨製程>

裝置洗淨製程係在過濾製程之前對過濾裝置的接液部進行洗淨之製程。作為在過濾製程之前對過濾裝置的接液部進行洗淨之方法並不受特別限制，但以下，以過濾器為濾筒過濾器且上述濾筒過濾器容納於配置在流通路上的殼體內之過濾裝置為例進行說明。

【0217】 裝置洗淨製程具有在從殼體移除濾筒過濾器之狀態下使用洗淨液對過濾裝置的接液部進行洗淨之製程 A；及在製程 A 之後，將濾筒過濾器容納於殼體中並進一步使用洗淨液對過濾裝置的接液部進行洗淨之製程 B 為較佳。

【0218】 ・製程 A

製程 A 係在從殼體移除濾筒過濾器之狀態下使用洗淨液對過濾裝置的接液部進行洗淨之製程。在從殼體移除過濾器之狀態下係指從殼體移除過濾器濾筒、或者在殼體中容納過濾器濾筒之前使用洗淨液對過濾裝置的接液部進行洗淨。

使用洗淨液對在從殼體移除過濾器之狀態下之（以下，亦稱為“過濾器未容納的”。）過濾裝置的接液部進行洗淨之方法並不受特別限制。可以舉出從流入部導入洗淨液並從流出部回收之方法。

【0219】 其中，在可得到更優異之本發明的效果之觀點上，作為使用洗淨液對過濾器未容納的過濾裝置的接液部進行洗淨之方法，可以舉出用洗淨液填滿過濾器未容納的過濾裝置的內部之方法。藉由用洗淨液填滿過濾器未容納的過濾裝置的內部，過濾器未容納的過濾裝置的接液部與洗淨液接觸。藉此，附著於過濾裝置的接液部之雜質轉移（典型地，溶出）到洗淨液中。而且，洗淨後之洗淨液排出至過濾裝置外即可（典型地，從流出部排出即可）。

【0220】 ・ 洗淨液

作為洗淨液並不受特別限制，能夠使用公知的洗淨液。其中，在可得到更優異之本發明的效果之觀點上，作為洗淨液，含有水或有機溶劑作為主成分為較佳，含有有機溶劑作為主成分為更佳。在本說明書中，主成分係指相對於洗淨液的總質量含有 99.9 質量%以上之成分，含有 99.99 質量%以上為更佳。

【0221】 作為上述有機溶劑並不受特別限制，能夠使用作為藥液所含有之有機溶劑已說明之水、有機溶劑。作為有機溶劑，在可得

到更優異之本發明的效果之觀點上，選自包括 PGMEA、環己酮、乳酸乙酯、乙酸丁酯、MIBC、MMP (3-甲氧基丙酸甲酯)、MAK、乙酸正戊酯、乙二醇、乙酸異戊酯、PGME、MEK (甲乙酮)、1-己醇及癸烷之群組中之至少 1 種為較佳。

#### 【0222】 · 製程 B

製程 B 係在殼體中容納過濾器之狀態下使用洗淨液對過濾裝置進行洗淨之方法。

作為使用洗淨液對過濾裝置進行洗淨之方法，除了已說明之製程 A 中之洗淨方法以外，還能夠使用將洗淨液向過濾裝置通液之方法。作為將洗淨液向過濾裝置通液之方法並不受特別限制，只要從流入部導入洗淨液並從流出部排出即可。另外，作為在本製程中能夠使用之洗淨液並不受特別限制，能夠使用在製程 A 中所說明之洗淨液。

#### 【0223】 < 除電製程 >

除電製程係藉由對被純化液進行除電而降低被純化液的帶電電位之製程。作為除電方法並不受特別限制，能夠使用公知的除電方法。作為除電方法，例如可以舉出使被純化液與導電性材料接觸之方法。

作為使被純化液與導電性材料接觸之接觸時間係 0.001～60 秒為較佳，0.001～1 秒為更佳，0.01～0.1 秒為進一步較佳。作為導電性材料，可以舉出不銹鋼、金、鉑、金剛石及玻璃碳等。

作為使被純化液與導電性材料接觸之方法，例如可以舉出如下方法等：將由導電性材料形成之接地之網格（mesh）以橫穿流通路之方式進行配置並使被純化液在其中流通。

**【0224】** <被純化液準備製程>

被純化液準備製程係準備從過濾裝置的流入部流入之被純化液之製程。作為準備被純化液之方法並不受特別限制。典型地，可以舉出購入市售品（例如，亦被稱為“高純度級別品”者等）之方法、使 1 種或 2 種以上的原料進行反應而得到之方法及將各成分溶解於溶劑之方法等。

**【0225】** 作為使原料進行反應而得到被純化液（典型地，含有有機溶劑之被純化液）之方法並不受特別限制，能夠使用公知的方法。例如，可以舉出在觸媒的存在下，使 1 個或 2 個以上的原料進行反應而得到含有有機溶劑之被純化液之方法。

更具體而言，例如可以舉出使乙酸和正丁醇在硫酸的存在下進行反應而得到乙酸丁酯之方法；使乙烯、氧及水在  $\text{Al}(\text{C}_2\text{H}_5)_3$  的存在下進行反應而得到 1-己醇之方法；使順式-4-甲基-2-戊烯在  $\text{Ipc}_2\text{BH}$ （Diisopinocampheylborane（二異松莖基硼烷））的存在下進行反應而得到 4-甲基-2-戊醇之方法；使環氧丙烷、甲醇及乙酸在硫酸的存在下進行反應而得到 PGMEA（丙二醇 1-單甲醚 2-乙酸酯）之方法；使丙酮及氫在氧化銅-氧化鋅-氧化鋁的存在下進行反應而得到 IPA（isopropyl alcohol（異丙醇））之方法；使乳酸及乙醇進行反應而得到乳酸乙酯之方法；等。

【0226】 又，本製程可以在使被純化液流入到過濾裝置之前具有預先進行純化之預純化製程。作為預純化製程並不受特別限制，可以舉出使用蒸餾裝置對被純化液進行純化之方法。

【0227】 在預純化製程中，作為使用蒸餾裝置對被純化液進行純化之方法並不受特別限制，例如可以舉出使用與過濾裝置獨立地另外準備之蒸餾裝置預先對被純化液進行純化而得到已蒸餾被純化液，將其儲存在移動式罐中，並且搬運並導入到過濾裝置之方法；及使用後述之純化裝置之方法。

【0228】 首先，使用圖 11 對使用與過濾裝置獨立地另外準備之蒸餾裝置預先對被純化液進行純化之方法（預純化製程）進行說明。

圖 11 係表示使用預先用蒸餾器進行了純化之已蒸餾被純化液製造藥液時的各裝置的關係之示意圖。

在圖 11 中，過濾裝置 400 的形態與已說明之本發明的第三實施形態之過濾裝置相同，因此省略說明。

【0229】 在藥液的製造廠 1100 配置有過濾裝置 400 和蒸餾裝置 1101。蒸餾裝置 1101 具有罐 401（a）、蒸餾器 1102 及移動式罐 1103，各自由配管 1104 及配管 1105 連接，由罐 401（a）、配管 1104、蒸餾器 1102、配管 1105、移動式罐 1103 形成流通路 S11。

罐 401（a）及各配管的形態並不受特別限制，能夠使用與作為本發明的實施形態之過濾裝置所具有之罐及配管而說明者相同之形態的罐及配管。蒸餾器 1102 能夠使用與本發明的實施形態之純化裝置所具有之蒸餾器相同之蒸餾器，其形態在後面進行敘述。

【0230】 在蒸餾裝置 1101 中，導入到罐 401 (a) 之被純化液由蒸餾器 1102 進行蒸餾，所得到之已蒸餾被純化液儲存於移動式罐 1103 中。作為移動式罐的形態並不受特別限制，但接液部的至少一部分（較佳為接液部的表面積的 90%以上，更佳為接液部的表面積的 99%以上）由後述之耐腐蝕材料形成為較佳。

【0231】 暫且儲存於移動式罐 1103 中之已蒸餾被純化液由搬運機構 1106 搬運（圖 11 中的 F1 的流程），然後，已蒸餾被純化液從過濾裝置的流入部 101 導入到過濾裝置 400。

【0232】 另外，在圖 11 中，對在同一製造廠內配置有蒸餾裝置和過濾裝置之形態進行了說明，但蒸餾裝置和過濾裝置亦可以配置於不同之製造廠。

【0233】 接著，對使用具有蒸餾器和過濾裝置之純化裝置之預純化製程進行說明。首先，對本製程中所使用之純化裝置進行說明。

（純化裝置）

在本製程中所使用之純化裝置係具有已說明之過濾裝置之純化裝置。本發明的實施形態之純化裝置係具有已說明之過濾裝置、第 2 流入部、第 2 流出部及配置於第 2 流入部與第 2 流出部之間之至少 1 個蒸餾器，且上述第 2 流出部與已說明之過濾裝置所具有之流入部連接而形成有從上述第 2 流入部至上述過濾裝置所具有之流出部之流通路之純化裝置。以下，示出圖式對上述純化裝置進行說明。

另外，在下述說明中，與過濾裝置的構成有關之內容與已說明之內容相同，因此省略說明。

**【0234】**・純化裝置的第一實施形態

圖 12 係表示本發明的純化裝置的第一實施形態之示意圖。純化裝置 1200 具有第 2 流入部 1201、第 2 流出部 1202、配置於第 2 流入部 1201 與第 2 流出部 1202 之間之蒸餾器 1203，第 2 流出部 1202 與過濾裝置所具有之流入部 101 連接。藉此，在純化裝置 1200 中，由第 2 流入部 1201、蒸餾器 1203、第 2 流出部 1202、流入部 101、過濾器 103（過濾器 A）、配管 105、過濾器 104（過濾器 BD）及流出部 102 形成流通路 S12。

亦即，蒸餾器 1203 連接於過濾裝置 100 的流入部 101。

**【0235】** 從第 2 流入部 1201 流入到純化裝置 1200 內之被純化液在蒸餾器 1203 中被蒸餾之後，經過第 2 流出部 1202 從流入部 101 導入到過濾裝置 100。若使用本純化裝置進行預純化製程，則無需將已蒸餾被純化液排出至裝置外便能夠實施下一個製程（過濾製程），因此可得到具有更優異之缺陷抑制性能之藥液。

**【0236】** 另外，蒸餾器 1203 的形態並不受特別限制，能夠使用公知的蒸餾器（例如蒸餾塔）。另外，作為蒸餾器 1203 的材料，能夠使用與已說明之殼體相同之材料，尤其，蒸餾器 1203 的接液部的至少一部分由後述之耐腐蝕材料形成為較佳，接液部的面積的 90%以上由耐腐蝕材料形成為較佳，接液部的面積的 99%由耐腐蝕材料形成為更佳。

【0237】 作為蒸餾器並不受特別限制，能夠使用公知的蒸餾器。作為蒸餾器，可以為分批式，亦可以為連續式，但連續式為較佳。又，蒸餾器可以在內部具有填充物。作為填充物的形態並不受特別限制，但接液部的至少一部分由後述之耐腐蝕材料形成為較佳，接液部的面積的 90%以上由耐腐蝕材料形成為較佳，接液部的面積的 99%由耐腐蝕材料形成為更佳。

【0238】 另外，在圖 12 中，作為純化裝置 1200，具有在流入部與流出部之間依次串列配置有過濾器 A 和過濾器 BD 之形態（例如過濾裝置的第一實施形態）的過濾裝置，但取而代之，亦可以具有在流入部與流出部之間依次串列配置有過濾器 BU 和過濾器 A 之形態（例如第二實施形態）的過濾裝置及在流入部與流出部之間依次串列配置有過濾器 BU、過濾器 A 及過濾器 BD 之形態（例如第二實施形態的變形例）的過濾裝置。

【0239】 又，純化裝置可以形成有能夠從由第 2 流入部 1201、蒸餾器 1203、第 2 流出部 1202、流入部 101、過濾器 103、配管 105、過濾器 104、流出部 102 形成之流通路 S12 上的過濾器 103（過濾器 A）的下游側向流通路 S12 上的過濾器 103（過濾器 A）的上游返送被純化液之返送流通路。另外，作為返送流通路的形態並不受特別限制，與在過濾裝置的第五實施形態中所說明者相同。又，作為返送流通路的形態，亦可以與在過濾裝置的第六實施形態中所說明者相同。

【0240】 又，本實施形態之純化裝置可以在流通路 S12 上的過濾器 103 的上游側和/或下游側具有罐。作為罐的形態並不受特別限制，能夠使用與已說明者相同之罐。

【0241】 · 純化裝置的第二實施形態

圖 13 係表示純化裝置的第二實施形態之示意圖。純化裝置 1300 具有第 2 流入部 1301、第 2 流出部 1302、串列配置於第 2 流入部 1301 與第 2 流出部 1302 之間之蒸餾器 1303 及蒸餾器 1304，第 2 流出部 1302 與過濾裝置所具有之流入部 101 連接。藉此，在純化裝置 1300 中，由第 2 流入部 1301、蒸餾器 1303、配管 1305、蒸餾器 1304、第 2 流出部 1302、流入部 101、過濾器 103（過濾器 A）、配管 105、過濾器 104（過濾器 BD）及流出部 102 形成流通路 S13。

亦即，本實施形態之純化裝置包括串列連接之複數個蒸餾器。另外，當包括 3 個以上的串列連接之蒸餾器時，最後段的蒸餾器與過濾裝置連接。

【0242】 在純化裝置 1300 中，從第 2 流入部 1301 流入之被純化液由蒸餾器 1303 進行蒸餾，並在配管 1305 中流通而導入到蒸餾器 1304。另外，在圖 13 中示出了蒸餾器 1303 和蒸餾器 1304 由配管 1305 連接之形態，但作為本實施形態之純化裝置並不限於上述，亦可以另外具有能夠將蒸餾器 1304 的凝縮液再次返送到蒸餾器 1303 之配管。

【0243】 本實施形態之純化裝置具有 2 個蒸餾器，因此藉由適當控制 2 個蒸餾器的運行條件等，即使在被純化液含有沸點不同之 2 種以上的化合物之情況下，亦能夠將目標化合物（藥液）純化至更高純度。

【0244】 [耐腐蝕材料]

接著，對耐腐蝕材料進行說明。至今為止所說明之本發明的實施形態之過濾裝置及純化裝置，其接液部的至少一部分由耐腐蝕材料形成為較佳，接液部的 90%以上由耐腐蝕材料形成為更佳，接液部的 99%以上由耐腐蝕材料形成為進一步較佳。

【0245】 作為接液部由耐腐蝕材料形成之狀態並不受特別限制，典型地，可以舉出各構件（例如，至今為止所說明之罐等）由耐腐蝕材料形成者及各構件具有基材和配置於基材上的被覆層且上述被覆層由耐腐蝕材料形成者等。

【0246】 耐腐蝕材料係非金屬材料及經電解研磨之金屬材料。作為上述非金屬材料並不受特別限制，例如可以舉出聚乙烯樹脂、聚丙烯樹脂、聚乙烯-聚丙烯樹脂、四氟乙烯樹脂、四氟乙烯-全氟烷基乙烯基醚共聚合樹脂、四氟乙烯-六氟丙烯共聚合樹脂、四氟乙烯-乙烯共聚合樹脂、三氟氯乙烯-乙烯共聚合樹脂、偏二氟乙烯樹脂、三氟氯乙烯共聚合樹脂及氟乙烯樹脂等，但並不限於此。

【0247】 作為上述金屬材料並不受特別限制，例如可以舉出 Cr 及 Ni 的含量的合計相對於金屬材料總質量超過 25 質量%之金屬材料，其中，30 質量%以上為更佳。作為金屬材料中之 Cr 及 Ni 的

含量的合計的上限值並不受特別限制，但一般係 90 質量%以下為較佳。

作為金屬材料，例如可以舉出不銹鋼及 Ni-Cr 合金等。

【0248】 作為不銹鋼並不受特別限制，能夠使用公知的不銹鋼。其中，含有 8 質量%以上的 Ni 之合金為較佳，含有 8 質量%以上的 Ni 之奧氏體系不銹鋼為更佳。作為奧氏體系不銹鋼，例如可以舉出 SUS (Steel Use Stainless (鋼用不銹鋼)) 304 (Ni 含量 8 質量%、Cr 含量 18 質量%)、SUS304L (Ni 含量 9 質量%、Cr 含量 18 質量%)、SUS316 (Ni 含量 10 質量%、Cr 含量 16 質量%) 及 SUS316L (Ni 含量 12 質量%、Cr 含量 16 質量%) 等。

【0249】 作為 Ni-Cr 合金並不受特別限制，能夠使用公知的 Ni-Cr 合金。其中，Ni 含量為 40~75 質量%、Cr 含量為 1~30 質量%的 Ni-Cr 合金為較佳。

作為 Ni-Cr 合金，例如可以舉出赫史特合金 (商品名，以下相同。)、蒙乃爾合金 (商品名，以下相同) 及英高鎳合金 (商品名，以下相同) 等。更具體而言，可以舉出赫史特合金 C-276 (Ni 含量 63 質量%、Cr 含量 16 質量%)、赫史特合金-C (Ni 含量 60 質量%、Cr 含量 17 質量%)、赫史特合金 C-22 (Ni 含量 61 質量%、Cr 含量 22 質量%) 等。

又，Ni-Cr 合金中除了上述合金以外，根據需要還可以含有 B、Si、W、Mo、Cu 及 Co 等。

【0250】 作為對金屬材料進行電解研磨之方法並不受特別限制，能夠使用公知的方法。例如，能夠使用日本特開 2015-227501 號公報的 0011～0014 段落及日本特開 2008-264929 號公報的 0036～0042 段落等中所記載之方法。

【0251】 推測金屬材料係藉由進行電解研磨而表面的不動態層中之 Cr 的含量變得多於母相的 Cr 的含量者。因此，推測若使用接液部由經電解研磨之金屬材料形成之純化裝置，則含有金屬原子之金屬雜質難以流出到被純化液中。

另外，金屬材料亦可以進行拋光。拋光的方法並不受特別限制，能夠使用公知的方法。精拋中所使用之研磨粒的尺寸並不受特別限制，但在金屬材料的表面的凹凸容易變得更小之觀點上，#400 以下為較佳。另外，拋光在電解研磨之前進行為較佳。

【0252】 [藥液的製造方法（第二實施形態）]

本發明的第二實施形態之藥液的製造方法係對被純化液進行純化而得到藥液之藥液的製造方法，該藥液的製造方法具有使用包含選自包括第 1 多孔膜和第 2 多孔膜之群組中之至少 1 種的過濾器 A 和與過濾器 A 不同之過濾器 B 對被純化液進行過濾而得到藥液之製程，上述第 1 多孔膜具有聚四氟乙烯製多孔基材和含有以覆蓋基材的至少一部分之方式形成之全氟磺酸聚合物之非交聯塗層，上述第 2 多孔膜含有與全氟磺酸聚合物混合之聚四氟乙烯。

【0253】 以下，對第二實施形態之藥液的製造方法進行說明，關於以下未說明之材料、方法及條件等，與第一實施形態之藥液的製造方法相同。

本實施形態之藥液的製造方法使用過濾器 A 及與過濾器 A 不同之過濾器 B 對被純化液進行過濾。當對被純化液進行過濾時，可以以過濾器 A、過濾器 B 的順序通液，亦可以以過濾器 B、過濾器 A 的順序通液。

另外，作為本實施形態之藥液的製造方法，若使用過濾器 A 及過濾器 B，則並不受特別限制，可以依次使用複數個過濾器 A 和/或複數個過濾器 B 對被純化液進行過濾。

【0254】 在以過濾器 B、過濾器 A 的順序使用之情況下，作為過濾器 B 的形態並不受特別限制，但使用作為過濾器 BU 已說明之過濾器為較佳。又，在以過濾器 A、過濾器 B 的順序使用之情況下，作為過濾器 B 的形態並不受特別限制，但使用作為過濾器 BD 已說明之過濾器為較佳。

【0255】 [藥液]

使用上述過濾裝置製造之藥液用於半導體基板的製造為較佳。尤其，用於形成節點 10 nm 以下的微細圖案（例如，包括使用 EUV 之圖案形成之製程）為更佳。

換言之，上述過濾裝置用於半導體基板的製造用藥液的製造為較佳，具體而言，在包括微影製程、蝕刻製程、離子植入製程及剝離製程等之半導體器件的製造製程中，為了在各製程結束之後

或移到下一個製程之前處理無機物和/或有機物而使用，具體而言，用於洗淨液、蝕刻液、沖洗液、前處理液、抗蝕劑液、預濕液及顯影液等的製造為更佳，用於選自包括洗淨液、蝕刻液、沖洗液、前處理液及抗蝕劑液之群組中之至少 1 種的製造為較佳。

**【0256】** 又，上述過濾裝置亦能夠用於抗蝕劑塗佈前後的半導體基板的邊緣線的沖洗中所使用之藥液的製造。

又，上述過濾裝置亦能夠用於抗蝕劑液中所含有之樹脂的稀釋液、抗蝕劑液中所含有之溶劑的製造。

**【0257】** 又，上述過濾裝置亦能夠用於半導體基板的製造用途以外的其他用途中所使用之藥液的製造，亦能夠以聚醯亞胺、感測器用抗蝕劑、透鏡用抗蝕劑等顯影液及沖洗液等的製造用途而使用。

又，上述過濾裝置亦能夠用於醫療用途或洗淨用途的溶劑的製造。尤其，能夠用於容器、配管及基板（例如，晶圓及玻璃等）等的洗淨中所使用之藥液的製造。

其中，上述過濾裝置用於使用 EUV（極紫外線）進行圖案形成時的選自包括預濕液、顯影液及沖洗液之群組中之至少 1 種的製造為較佳。

**【0258】 [藥液收容體]**

利用上述過濾裝置製造之藥液可以收容於容器而保管至使用時為止。將該種容器和收容於容器中之藥液統稱為藥液收容體。從所保管之藥液收容體中取出藥液後進行使用。

【0259】 作為保管上述藥液之容器，用於半導體基板的製造且容器內的潔淨度高、在保管藥液之過程中雜質難以溶出於藥液中者為較佳。

作為能夠使用之容器並不受特別限制，例如可以舉出 AICELLO CHEMICAL CO., LTD.製造之“Clean Bottle”系列及 KODAMA PLASTICS CO., LTD.製造之“Pure Bottle”等，但並不限於該等。

【0260】 作為容器，以防止向藥液中之雜質混入（污染）為目的而使用將容器內壁設為基於 6 種樹脂之 6 層結構之多層瓶或設為基於 6 種樹脂之 7 層結構之多層瓶亦為較佳。作為該等容器，例如可以舉出日本特開 2015-123351 號公報中所記載之容器。

【0261】 該容器的接液部的至少一部分由已說明之耐腐蝕材料形成為較佳。在可得到更優異之本發明的效果之觀點上，接液部的面積的 90%以上由上述材料形成為較佳。

#### [實施例]

【0262】 以下，根據實施例對本發明進行進一步詳細的說明。以下實施例所示之材料成分、使用量、比例、處理內容及處理步驟等只要不脫離本發明的趣旨，則能夠適當進行變更。因此，本發明的範圍不應藉由以下所示之實施例進行限定性解釋。

【0263】 又，在製備實施例及比較例的藥液時，容器的處理、藥液的製備、填充、保管及分析測定全部在滿足 ISO 等級 2 或 1 之無塵室中進行。為了提高測定精度，在有機雜質的含量的測定及金屬

原子的含量的測定中，在進行通常的測定中為檢測極限以下者的測定時，將藥液以體積換算濃縮為 100 分之 1 而進行測定，並換算為濃縮前之溶液的濃度而計算出含量。另外，對於純化中所使用之裝置或過濾器、容器等器具，將藥液接液面用利用相同之方法預先進行了純化之藥液充分進行洗淨之後使用。

【0264】 [試驗例 1：有機溶劑系被純化液的純化及藥液的性能評價]

【0265】 [藥液 1 的製造]

使用圖 14 中所記載之純化裝置製造出藥液 1。圖 14 的純化裝置具有在流入部與流出部之間串列連接有過濾器 BU-1、罐 TU-1、過濾器 BU-2、過濾器 F-A、罐 TD-1、過濾器 BD-1 及過濾器 BD-2 之過濾裝置和連接於上述過濾裝置的前段之蒸餾器(D1 及 D2 的雙聯蒸餾器，在表 1 中記載為“雙聯式”)。各單元與配管一同形成流通路 S-14，並且在流通路 S-14 上形成有能夠從過濾器 F-A (過濾器 F-A 相當於已說明之過濾器 A)的下游側向罐 TU-1 返送被純化液之返送流通路 R-14-1，在流通路 S-14 上形成有能夠從過濾器 BD-2 的下游側向罐 TD-1 返送被純化液之返送流通路 R-14-2。

另外，將藥液 1 的製造中所使用之各過濾器所含有之材料成分及孔徑示於表 1。

【0266】 與表 1 的過濾器的材料成分有關之略號如下。

• PFSA/PTFE：

將市售品的 Entegris,inc.,製 Fluoroguard AT (孔徑 20 nm 或 200 nm),在甲醇水溶劑中製備出 0.25%的 PFSA 溶液(AQUIVION PFSA 24:D83-24B Solvay Plastics)之聚合物溶液中直至充分潤濕為止進行浸漬之後進行脫水,然後,使其乾燥並使用超純水洗淨 24 小時而得到者。另外,過濾器的臨界潤濕表面張力係控制 PFSA 溶液中之 PFSA 的含量而進行了調整。

- PP: 聚丙烯
- IEX: 在聚乙烯製的基材中導入陽離子交換基而得到之過濾器
- Nylon: 尼龍
- UPE: 超高分子量聚乙烯
- PTFE: 聚四氟乙烯
- PFSA/PTFE 混合物

將 PFSA 添加劑(AQUIVION PFSA 24:D83-24B SolvayPlastics)與適量的 PTFE 樹脂進行混合,在使其平衡化之後進行加壓而製作坯料,藉由擠出成形而製作片狀 PTFE,以成為既定的孔徑之方式延伸而得到者。另外,過濾器的臨界潤濕表面張力藉由控制 PFSA 添加劑的量而進行了調整。

【0267】 與表 1 的被純化液有關之略號如下。

- CHN: 環己酮
- PGMEA/PGME (7:3): PGMEA 與 PGME 的 7:3 (體積基準)的混合物

- nBA：乙酸丁酯
- PC/PGMEA（1:9）：PC 與 PGMEA 的 1:9（體積基準）的混合物
- EL：乳酸乙酯
- MIBC：4-甲基-2-戊醇
- IPA：異丙醇

【0268】被純化液購入市售的高純度級別的“環己酮”，使用上述純化裝置進行了純化。在進行純化時，使用返送流通路 R-14-1 及 R-14-2 對各返送流通路進行 3 次循環過濾而得到了藥液 1。

【0269】[藥液 2～48 的製造]

使用表 1 中所記載之純化裝置(或過濾裝置)對表 1 中所記載之各被純化液進行純化而得到了藥液。另外，將各純化裝置(或過濾裝置)示於圖 15～圖 27。過濾器 F-A、過濾器 BU-1～BU-3、過濾器 BD-1～BD-2 的材料成分及孔徑如表 1 所示。另外，在進行被純化液的純化時，關於所使用之過濾裝置中形成有以 R-(數字)表示之返送流通路，對各自的返送流通路進行了 3 次循環過濾。

又，表 1 中還一併記載有過濾器 F-A 的臨界潤濕表面張力（CWST）。另外，表中，“-”表示未使用該過濾器，關於本申請說明書中之其他表亦相同。

【0270】[評價 1：藥液的殘渣缺陷抑制性能及污點狀缺陷抑制性能的评价]

在直徑約 300 mm 的矽晶圓（Bare-Si）上旋塗藥液 1 而得到

了已塗佈藥液晶圓。所使用之裝置為 Lithius ProZ，塗佈條件如下。

【0271】 · 塗佈中所使用之藥液的量：各 2 ml

· 塗佈時的矽晶圓的轉速：2,200 rpm、60 sec

【0272】 接著，使用 KLA-Tencor Corporation 製造之晶圓檢查裝置“SP-5”和 Applied Materials, Inc.的全自動缺陷評審分類裝置“SEMVision G6”，調查了存在於晶圓的全面之 19 nm 以上尺寸的缺陷中的藥液塗佈前後的增加數量及其組成。

將利用 SP-5 計測之總缺陷的增加數量作為殘渣缺陷數而計入，並利用 G6 進行形狀觀測，將非粒子狀者（污點狀）的缺陷作為污點狀缺陷而計入。利用以下基準對結果進行評價，並示於表 1。

另外，存在於晶圓上的缺陷的數量越少，藥液越具有更優異之缺陷抑制性能。另外，在以下評價中，“缺陷數”分別表示殘渣缺陷數及污點狀缺陷數。藉由與上述相同之方法，對藥液 2～48 亦進行了評價。將結果示於表 1。

【0273】 AA 缺陷數為 30 個/晶圓以下。

A 缺陷數為超過 30 個/晶圓且 50 個/晶圓以下。

B 缺陷數為超過 50 個/晶圓且 100 個/晶圓以下。

C 缺陷數為超過 100 個/晶圓且 200 個/晶圓以下。

D 缺陷數為超過 200 個/晶圓且 500 個/晶圓以下。

E 缺陷數超過 500 個/晶圓。

【0274】 [評價 2：橋接缺陷抑制性能]

將藥液 1 用作預濕液而評價了藥液的橋接缺陷抑制性能。首

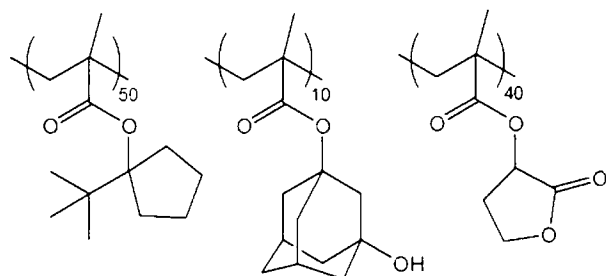
先，對所使用之抗蝕劑組成物進行說明。

【0275】 · 抗蝕劑樹脂組成物

抗蝕劑樹脂組成物係將以下的各成分進行混合而得到。

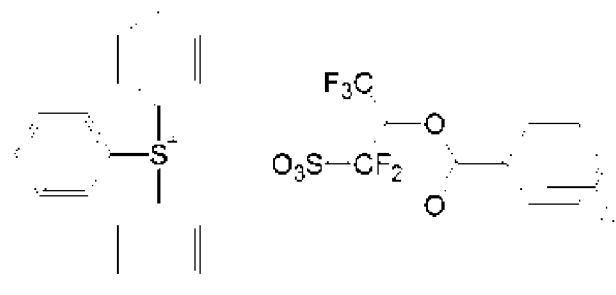
【0276】 酸分解性樹脂（下述式所表示之樹脂（重量平均分子量（ $M_w$ ）7500）：各重複單元中所記載之數值表示莫耳%。）：100 質量份

【0277】 [化 8]



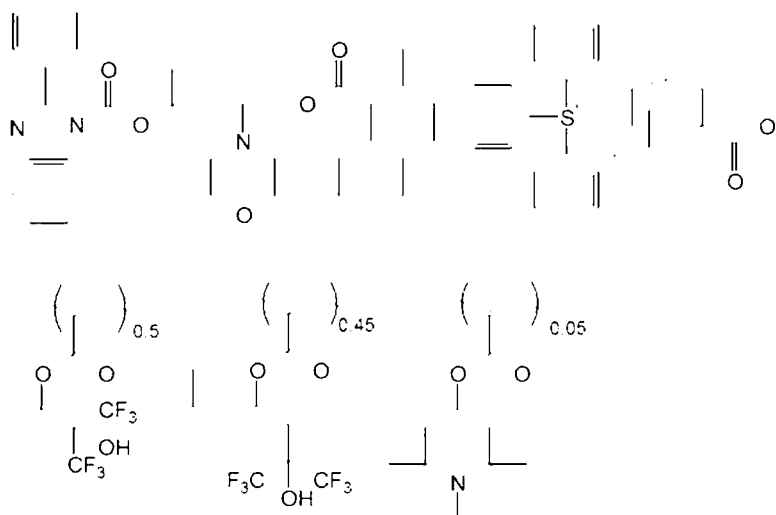
【0278】 下述所示之光酸產生劑：8 質量份

【0279】 [化 9]



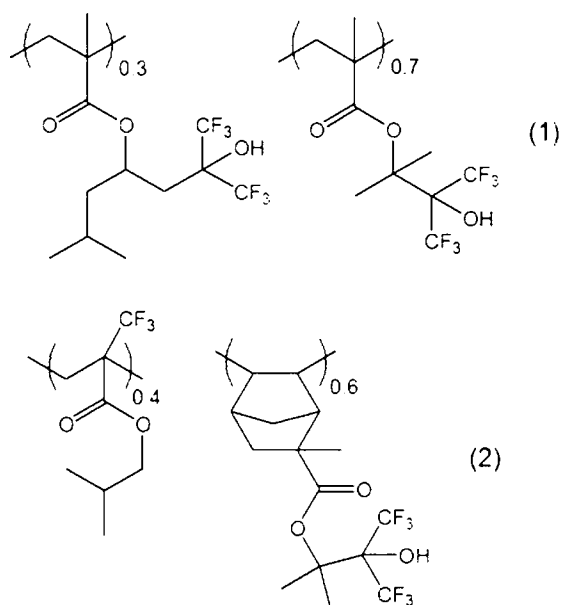
【0280】 下述所示之淬滅劑：5 質量份（質量比從左依次設為 0.1:0.3:0.3:0.2。）。另外，在下述淬滅劑中，聚合物類型者的重量平均分子量（ $M_w$ ）為 5000。又，各重複單元中所記載之數值表示莫耳比。

【0281】 [化 10]



【0282】 下述所示之疏水性樹脂：4 質量份（質量比設為（1）：（2）=0.5:0.5。）。另外，在下述疏水性樹脂中，（1）式的疏水性樹脂的重量平均分子量（ $M_w$ ）為 7000，（2）式的疏水性樹脂的重量平均分子量（ $M_w$ ）為 8000。另外，在各疏水性樹脂中，各重複單元中所記載之數值表示莫耳比。

【0283】 [化 11]



【0284】 溶劑：

PGMEA（丙二醇單甲醚乙酸酯）：3 質量份

環己酮：600 質量份

$\gamma$ -BL（ $\gamma$ -丁內酯）：100 質量份

**【0285】** · 試驗方法

接著，對試驗方法進行說明。首先，用藥液 1 對約 300 mm 的矽晶圓進行預濕，接著，將上述抗蝕劑樹脂組成物旋轉塗佈於上述已預濕矽晶圓上。然後，在加熱板上於 150℃ 下進行 90 秒鐘加熱乾燥而形成了 9  $\mu\text{m}$  厚度的抗蝕劑膜。

使用 ArF 準分子雷射掃描器（ASML 製造，PAS5500/850C 波長 248 nm），介隔具有使縮小投影曝光及顯影後所形成之圖案的線寬成為 30 nm、間隙寬度成為 30 nm 之線與間隙圖案之遮罩以 NA=0.60、 $\sigma=0.75$  的曝光條件對該抗蝕劑膜進行了圖案曝光。照射後，於 120℃ 下烘烤 60 秒鐘，然後進行顯影及沖洗，並於 110℃ 下烘烤 60 秒鐘而形成了線寬為 30 nm、間隙寬度為 30 nm 的抗蝕劑圖案。

**【0286】** 對於上述抗蝕劑圖案，利用測長 SEM（CG4600，Hitach-HighTech）獲取 100 幅（shot）量的圖案，計測圖案彼此的交聯狀的缺陷（橋接缺陷）的數量，求出了每單位面積的缺陷數。利用以下基準對結果進行評價，並示於表 1。另外，圖案彼此的交聯狀的缺陷數越少，表示藥液越具有更優異之橋接缺陷抑制性能。另外，藉由與上述相同的方法評價了藥液 2～48 的橋接缺陷抑制性能。將結果示於表 1。

**【0287】** AA 橋接缺陷數小於 1 個/ $\text{cm}^2$ 。

- A 橋接缺陷數為 1 個/cm<sup>2</sup> 以上且小於 2 個/cm<sup>2</sup>。
- B 橋接缺陷數為 2 個/cm<sup>2</sup> 以上且小於 5 個/cm<sup>2</sup>。
- C 橋接缺陷數為 5 個/cm<sup>2</sup> 以上且小於 10 個/cm<sup>2</sup>。
- D 橋接缺陷數為 10 個/cm<sup>2</sup> 以上且小於 15 個/cm<sup>2</sup>。
- E 橋接缺陷數為 15 個/cm<sup>2</sup> 以上。

**【0288】** [評價 3：圖案寬度的均勻性能]

對於上述抗蝕劑圖案，利用測長 SEM（CG4600，Hitach-HighTech）獲取 100 幅量的圖案，求出了 LWR（Line Width Roughness（線寬粗糙度））的平均值與最大（或最小）線寬之差。利用以下基準對結果進行評價，並示於表 1。另外，上述“差”越小，藥液越具有更優異之圖案寬度的均勻性能。另外，“LWR 的平均值與最大（或最小）線寬之差”在 LWR 的平均值與最大線寬之差和 LWR 的平均值與最小線寬之差中採用了絕對值大的值。

**【0289】** AA 線寬的平均值與最大（最小）之差相對於平均值小於 ±2%。

- A 線寬的平均值與最大（最小）之差相對於平均值為小於 ±5%。
- B 線寬的平均值與最大（最小）之差相對於平均值為小於 ±10%。
- C 線寬的平均值與最大（最小）之差相對於平均值為小於 ±20%。
- D 線寬的平均值與最大（最小）之差相對於平均值為 ±20%

以上。

E 包含無法進行線寬的測定之幅。

**【0290】 [評價 4：過濾器的壽命的評價]**

使用表 1 中所記載之各純化裝置（或過濾裝置）對被純化液連續進行了純化。將被純化液通液而使純化裝置（或過濾裝置）的狀態變穩定之後，立即回收所得到之藥液作為試驗用（初期樣品），然後按每 10000 kg 的通液量，回收純化後所得到之藥液作為試驗用（經時樣品）。以試驗用回收之藥液，藉由在“評價 1”中所說明之藥液的殘渣缺陷抑制性能的評價法進行評價，將每單位面積的缺陷數與初期樣品進行比較，將經時樣品的缺陷數成為 2 倍時的通液量作為過濾器的“壽命”。將使用圖 26 中所記載之過濾裝置時的壽命設為 1，利用比評價了各裝置的過濾器的壽命。利用以下基準對結果進行評價，並示於表 1。另外，關於圖 26 的裝置，在評價結果中標記為“基準”。

**【0291】 AA 壽命為 10 倍以上。**

A 壽命為 5 倍以上且小於 10 倍。

B 壽命為 2 倍以上且小於 5 倍。

C 壽命為 1 倍以上且小於 2 倍。

D 壽命為小於 1 倍。

**【0292】 [評價 5：生產性成本的評價]**

使用表 1 中所記載之各純化裝置（或過濾裝置）對被純化液連續進行了純化。將被純化液通液而使純化裝置（或過濾裝置）的

狀態穩定之後，將每單位時間的被純化液的流量（流動速率）設為恆定，將對各純化裝置（或過濾裝置）所具有之過濾器中的至少 1 個過濾器施加之差壓超過初始值的 1.1 倍的時間設為過濾器的更換時間。

依據以下基準評價了為了製造總計 5,000 ton 的藥液所需要之所有過濾器的更換次數，並記載於表 1 的“生產性成本”欄中。另外，更換次數越少，生產性成本越低，因此較佳。換言之，更換次數越少，過濾裝置具有越優異之生產性。

【0293】 A：更換次數為 2 次以下。

B：更換次數為 3 次以上且 6 次以下。

C：更換次數為 7 次以上。

【0294】 [試驗例 2：水系被純化液的純化及藥液的性能評價]

【0295】 [藥液 50、51 及 54 的製造]

作為被純化液，購入 SPM（Sulfuric acid-Hydrogen Peroxide Mixture（硫酸-過氧化氫混合物））、磷酸水溶液（磷酸含量 85 質量%）及 2.38%四甲基氫氧化銨水溶液（表 2 中記載為“TMAH”。）而進行了準備。

接著，使用圖 28 中所記載之過濾裝置製造出藥液 50、51。圖 28 的過濾裝置係在流入部與流出部之間串列連接有過濾器 BU-1、過濾器 BU-2、過濾器 F-A、過濾器 BD-1 及過濾器 BD-2 而形成有流通路 S-28 之過濾裝置。另外，圖 28 的過濾裝置中之各過濾器所含有之材料成分及孔徑示於表 2。

另外，與表 2 中之過濾器的材料成分有關之略號與表 1 相同，因此省略說明。

**【0296】 [藥液 52、藥液 53 的製造]**

使用圖 29 中所記載之過濾裝置（具有過濾器 F-A 且形成有流通路 S-29）來代替圖 28 中所記載之過濾裝置，除此以外，以與藥液 50 及藥液 51 相同之方式製造出藥液 52 及藥液 53。關於過濾器 F-A 的材料成分等，示於表 2。

**【0297】 [評價 1：藥液的缺陷抑制性能的評價]**

準備直徑約 300 mm 的成對（pair）矽晶圓，使用各藥液處理了 3 分鐘而得到已處理晶圓。接著，使用 KLA-Tencor Corporation 製造之晶圓檢查裝置“SP-5”和 Applied Materials, Inc. 的全自動缺陷評審分類裝置“SEMVision G6”調查了存在於已塗佈藥液之晶圓的全面之 30 nm 以上尺寸的缺陷的數量及其組成。

將所計測之缺陷中的檢測出金屬原子之缺陷作為金屬殘渣缺陷而計入，求出相對於殘渣缺陷數整體之金屬缺陷數的數量比。依據以下基準對結果進行評價，並將結果與缺陷數一同示於表 2。

**【0298】 A 金屬缺陷數/殘渣缺陷數為 1.5%以下。**

B 金屬缺陷數/殘渣缺陷數超過 1.5%且 2.0%以下。

C 金屬缺陷數/殘渣缺陷數超過 2.0%且 3.0%以下。

D 金屬缺陷數/殘渣缺陷數超過 3.0%且 4.0%以下。

E 金屬缺陷數/殘渣缺陷數超過 4.0%。

【0299】 [試驗例 3：抗蝕劑樹脂組成物的藥液的製造及藥液的性能評價]

【0300】 [藥液 60 的製造]

作為被純化液，準備了含有以下成分之抗蝕劑樹脂組成物 2。

【0301】 <抗蝕劑樹脂組成物 2>

抗蝕劑樹脂組成物 2 係分別混合以下各成分者。

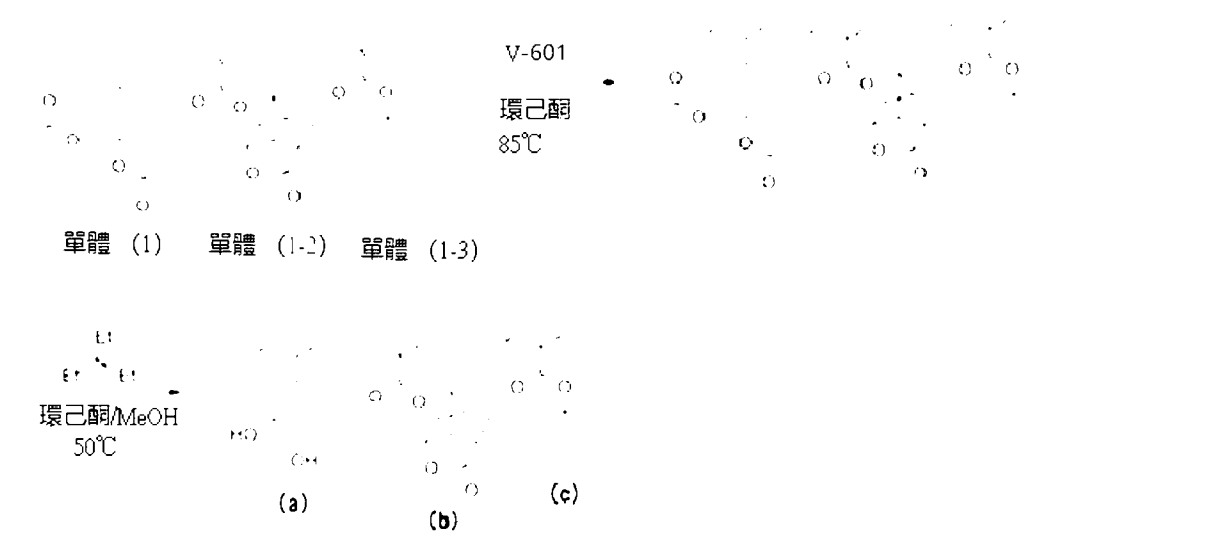
【0302】 ・藉由下述方法合成之樹脂：0.77 g

【0303】 如下述合成方案，使 11.9 g 的單體（1）、8.0 g 的單體（1-2）、15.1 g 的單體（1-3）、1.12 g 的聚合起始劑 V-601（Wako Pure Chemical Industries, Ltd.製造）溶解於 129.0 g 的環己酮中而得到混合液。

接著，在反應容器中放入 69.5 g 的環己酮，在氮氣環境下，在保持為 85℃之反應容器中的環己酮中經 4 小時滴加混合液而得到反應液。一邊經 2 小時加熱反應液，一邊進行攪拌之後，將反應液冷卻至室溫。接著，在反應液中加入甲醇 49.6 g 和 4.9 g 的三乙基胺，在 50℃下經 18 小時加熱並攪拌之後，將反應液冷卻至室溫。接著，在反應液中加入乙酸乙酯 200 g 和水 200 g，進行分液操作並回收了有機層。用水將有機層洗淨 3 次之後，減壓蒸餾去除了溶劑。將殘留之固體溶解於 PGMEA（丙二醇單甲醚乙酸酯）200 g 中，藉由減壓蒸餾去除溶劑而進行共沸脫水之後，加入環己酮 198.5 g 而得到溶液。接著，將溶液滴加到 2336 g 的正庚烷及乙酸乙酯的混合溶液（正庚烷/乙酸乙酯=9/1（質量比））中，使固

體沉澱並進行了過濾。接著，使用 701 g 的正庚烷及乙酸乙酯的混合溶液（正庚烷/乙酸乙酯=9/1（質量比））對已過濾固體進行了潤洗。然後，對洗淨後的固體進行減壓乾燥而得到 23.8 g 的樹脂（A-1）。根據 <sup>1</sup>H-NMR 及 <sup>13</sup>C-NMR 算出樹脂中的組成比係重複單元（a）/重複單元（c）/重複單元（b）=30/20/50（莫耳比）。另外，方案中簡化表示了樹脂的合成方法。

【0304】 [化 12]



【0305】 下述所示之酸產生劑：0.23g

【0306】 [化 13]



【0307】 下述所示之酸擴散控制劑：0.03g

【0308】 [化 14]



【0309】 溶劑：

- PGMEA（丙二醇單甲醚乙酸酯）：60 g
- PGME（丙二醇單甲醚）：15 g

【0310】 使用圖 30 中所記載之過濾裝置製造出藥液 60。圖 30 的過濾裝置在流入部與流出部之間串列連接有過濾器 BU-1、過濾器 BU-2、過濾器 BU-3、過濾器 F-A 及過濾器 BD-2。各單元與配管一同形成流通路 S-30。另外，在下述表 3 中示出藥液 60 的純化中所使用之各過濾器所含有之材料成分及孔徑。

【0311】 [藥液 61、62 的製造]

除了使用了表 3 中所記載之各過濾器以外，以與藥液 60 相同之方法製造出藥液 61、藥液 62。

【0312】 [藥液 63 的製造]

使用圖 29 中所記載之過濾裝置來代替圖 30 中所記載之過濾裝置，除此以外，以與藥液 60 相同之方法製造出藥液 63。另外，使用於過濾之過濾器如表 3 中所記載。

【0313】 [藥液的缺陷抑制性能的評價 1：浮渣缺陷抑制性能的評價]

關於所得到之藥液，使用 Agilent Technologies, Inc. 製造的 ICP-

MS 8900 測定出金屬成分的含量。將結果示於表 3。另外，表 3 中一併記載有特定的金屬成分相對於藥液總質量之含量（質量 ppb）和金屬成分的總合計量（質量 ppb）。另外，表 3 中，“< 0.01”表示結果小於檢測臨界值。

【0314】 接著，藉由以下方法評價了浮渣缺陷抑制性能。首先，在約 300 mm 的矽晶圓上旋轉塗佈了上述抗蝕劑樹脂組成物。然後，在加熱板上於 120℃ 下進行 60 秒鐘加熱乾燥而形成了 40 nm 厚度的抗蝕劑膜。

接著，使用 EUV 曝光裝置（Exitech Co.,Ltd.製造，Micro Exposure Tool、NA0.3、Quadrupole、外西格瑪 0.68、內西格瑪 0.36），並使用曝光遮罩（具有線/間隙=1/1 之間隙寬度（透光部的寬度）=10 nm 遮罩），對具備抗蝕劑膜之矽晶圓進行了圖案曝光。在圖案曝光之後，在已加熱之加熱板上，將具備曝光後的抗蝕劑膜之矽晶圓以矽晶圓面朝下的方式進行載置，並在 90℃ 下烘烤了 60 秒鐘。將烘烤後的抗蝕劑膜在顯影液中浸置 30 秒鐘而進行顯影，然後，進行了沖洗。接著，使晶圓以 2000 rpm 的轉速旋轉 30 秒鐘而得到 1：1 線與間隙圖案。

【0315】 接著，對於上述抗蝕劑圖案，利用測長 SEM（CG4600，Hitach-HighTech）獲取 100 幅（shot）量的圖案，測定浮渣狀缺陷的數量，求出每單位面積的缺陷數。依據以下基準對結果進行評價，並示於表 3。另外，浮渣狀缺陷數越少，表示藥液具有更優異之浮渣缺陷抑制性能。

【0316】 AA 浮渣缺陷數小於 1 個/cm<sup>2</sup>。

- A 浮渣缺陷數為 1 個/cm<sup>2</sup> 以上且小於 2 個/cm<sup>2</sup>。
- B 浮渣缺陷數為 2 個/cm<sup>2</sup> 以上且小於 5 個/cm<sup>2</sup>。
- C 浮渣缺陷數為 5 個/cm<sup>2</sup> 以上且小於 10 個/cm<sup>2</sup>。
- D 浮渣缺陷數為 10 個/cm<sup>2</sup> 以上且小於 20 個/cm<sup>2</sup>。
- E 浮渣缺陷數為 20 個/cm<sup>2</sup> 以上。

【0317】 [表 1]

| 表 1<br>(1-1) | 純化裝置<br>(或過濾裝置) | 被純化液 | 過濾器的事先洗淨      | 蒸餾器 |
|--------------|-----------------|------|---------------|-----|
| 藥液 1         | 圖 14            | CHN  | PGMEA 1day 浸漬 | 雙聯式 |
| 藥液 2         | 圖 15            | CHN  | PGMEA 1day 浸漬 | 雙聯式 |
| 藥液 3         | 圖 16            | CHN  | PGMEA 1day 浸漬 | 雙聯式 |
| 藥液 4         | 圖 14            | CHN  | PGMEA 1day 浸漬 | 雙聯式 |
| 藥液 5         | 圖 17            | CHN  | PGMEA 1day 浸漬 | 雙聯式 |
| 藥液 6         | 圖 14            | CHN  | PGMEA 1day 浸漬 | 雙聯式 |
| 藥液 7         | 圖 14            | CHN  | PGMEA 1day 浸漬 | 雙聯式 |
| 藥液 8         | 圖 14            | CHN  | PGMEA 1day 浸漬 | 雙聯式 |
| 藥液 9         | 圖 14            | CHN  | PGMEA 1day 浸漬 | 雙聯式 |
| 藥液 10        | 圖 14            | CHN  | PGMEA 1day 浸漬 | 雙聯式 |
| 藥液 11        | 圖 14            | CHN  | PGMEA 1day 浸漬 | 雙聯式 |
| 藥液 12        | 圖 18            | CHN  | PGMEA 1day 浸漬 | 雙聯式 |
| 藥液 13        | 圖 14            | CHN  | PGMEA 1day 浸漬 | 雙聯式 |
| 藥液 14        | 圖 19            | CHN  | PGMEA 1day 浸漬 | 雙聯式 |
| 藥液 15        | 圖 14            | CHN  | -             | 雙聯式 |
| 藥液 16        | 圖 20            | CHN  | PGMEA 1day 浸漬 | -   |
| 藥液 17        | 圖 21            | CHN  | PGMEA 1day 浸漬 | -   |
| 藥液 18        | 圖 22            | CHN  | PGMEA 1day 浸漬 | -   |
| 藥液 19        | 圖 20            | CHN  | PGMEA 1day 浸漬 | -   |
| 藥液 20        | 圖 23            | CHN  | PGMEA 1day 浸漬 | -   |
| 藥液 21        | 圖 20            | CHN  | PGMEA 1day 浸漬 | -   |
| 藥液 22        | 圖 20            | CHN  | PGMEA 1day 浸漬 | -   |
| 藥液 23        | 圖 20            | CHN  | PGMEA 1day 浸漬 | -   |
| 藥液 24        | 圖 20            | CHN  | PGMEA 1day 浸漬 | -   |
| 藥液 25        | 圖 20            | CHN  | PGMEA 1day 浸漬 | -   |
| 藥液 26        | 圖 20            | CHN  | PGMEA 1day 浸漬 | -   |
| 藥液 27        | 圖 24            | CHN  | PGMEA 1day 浸漬 | -   |
| 藥液 28        | 圖 20            | CHN  | PGMEA 1day 浸漬 | -   |
| 藥液 29        | 圖 25            | CHN  | PGMEA 1day 浸漬 | -   |
| 藥液 30        | 圖 20            | CHN  | -             | -   |

【0318】 [表 2]

| 表 1<br>(1-2) | BU-1 |            | BU-2 |            | BU-3  |            | 罐    |
|--------------|------|------------|------|------------|-------|------------|------|
|              | 材料成分 | 孔徑<br>(nm) | 材料成分 | 孔徑<br>(nm) | 材料成分  | 孔徑<br>(nm) | TU-1 |
| 藥液 1         | PP   | 200        | IEX  | 15         | -     | -          | 有    |
| 藥液 2         | IEX  | 15         | -    | -          | -     | -          | 有    |
| 藥液 3         | PP   | 200        | IEX  | 15         | Nylon | 10         | 有    |
| 藥液 4         | PP   | 200        | IEX  | 200        | -     | -          | 有    |
| 藥液 5         | PP   | 200        | IEX  | 15         | -     | -          | -    |
| 藥液 6         | PTFE | 10         | IEX  | 15         | -     | -          | 有    |
| 藥液 7         | PP   | 200        | IEX  | 15         | -     | -          | 有    |
| 藥液 8         | PP   | 200        | IEX  | 15         | -     | -          | 有    |
| 藥液 9         | PP   | 200        | IEX  | 15         | -     | -          | 有    |
| 藥液 10        | PP   | 200        | IEX  | 15         | -     | -          | 有    |
| 藥液 11        | PP   | 200        | IEX  | 15         | -     | -          | 有    |
| 藥液 12        | PP   | 200        | PP   | 20         | -     | -          | 有    |
| 藥液 13        | PP   | 200        | IEX  | 15         | -     | -          | 有    |
| 藥液 14        | PP   | 200        | IEX  | 15         | -     | -          | 有    |
| 藥液 15        | PP   | 200        | IEX  | 15         | -     | -          | 有    |
| 藥液 16        | PP   | 200        | IEX  | 15         | -     | -          | 有    |
| 藥液 17        | IEX  | 15         | -    | -          | -     | -          | 有    |
| 藥液 18        | PP   | 200        | IEX  | 15         | Nylon | 10         | 有    |
| 藥液 19        | PP   | 200        | IEX  | 200        | -     | -          | 有    |
| 藥液 20        | PP   | 200        | IEX  | 15         | -     | -          | -    |
| 藥液 21        | PTFE | 10         | IEX  | 15         | -     | -          | 有    |
| 藥液 22        | PP   | 200        | IEX  | 15         | -     | -          | 有    |
| 藥液 23        | PP   | 200        | IEX  | 15         | -     | -          | 有    |
| 藥液 24        | PP   | 200        | IEX  | 15         | -     | -          | 有    |
| 藥液 25        | PP   | 200        | IEX  | 15         | -     | -          | 有    |
| 藥液 26        | PP   | 200        | IEX  | 15         | -     | -          | 有    |
| 藥液 27        | PP   | 200        | -    | -          | -     | -          | 有    |
| 藥液 28        | PP   | 200        | IEX  | 15         | -     | -          | 有    |
| 藥液 29        | PP   | 200        | IEX  | 15         | -     | -          | 有    |
| 藥液 30        | PP   | 200        | IEX  | 15         | -     | -          | 有    |

【0319】 [表 3]

| 表 1<br>(1-3) | F-A       |            |                                 | BD-1  |            | BD-2  |            |
|--------------|-----------|------------|---------------------------------|-------|------------|-------|------------|
|              | 材料成分      | 孔徑<br>(nm) | CWST<br>(10 <sup>-5</sup> N/cm) | 材料成分  | 孔徑<br>(nm) | 材料成分  | 孔徑<br>(nm) |
| 藥液 1         | PFSA/PTFE | 20         | 35                              | Nylon | 10         | UPE   | 3          |
| 藥液 2         | PFSA/PTFE | 20         | 35                              | Nylon | 10         | UPE   | 3          |
| 藥液 3         | PFSA/PTFE | 20         | 35                              | -     | -          | -     | -          |
| 藥液 4         | PFSA/PTFE | 20         | 35                              | Nylon | 10         | UPE   | 3          |
| 藥液 5         | PFSA/PTFE | 20         | 35                              | Nylon | 10         | UPE   | 3          |
| 藥液 6         | PFSA/PTFE | 20         | 35                              | Nylon | 10         | UPE   | 3          |
| 藥液 7         | PFSA/PTFE | 20         | 35                              | Nylon | 10         | PTFE  | 20         |
| 藥液 8         | PFSA/PTFE | 20         | 35                              | Nylon | 10         | PTFE  | 7          |
| 藥液 9         | PFSA/PTFE | 20         | 35                              | Nylon | 10         | Nylon | 5          |
| 藥液 10        | PFSA/PTFE | 20         | 35                              | Nylon | 10         | UPE   | 7          |
| 藥液 11        | PFSA/PTFE | 20         | 35                              | Nylon | 10         | UPE   | 1          |
| 藥液 12        | PFSA/PTFE | 20         | 35                              | Nylon | 10         | UPE   | 3          |
| 藥液 13        | PFSA/PTFE | 20         | 35                              | PTFE  | 10         | UPE   | 3          |
| 藥液 14        | PFSA/PTFE | 20         | 35                              | Nylon | 10         | UPE   | 3          |
| 藥液 15        | PFSA/PTFE | 20         | 35                              | Nylon | 10         | UPE   | 3          |
| 藥液 16        | PFSA/PTFE | 20         | 35                              | Nylon | 10         | UPE   | 3          |
| 藥液 17        | PFSA/PTFE | 20         | 35                              | Nylon | 10         | UPE   | 3          |
| 藥液 18        | PFSA/PTFE | 20         | 35                              | -     | -          | -     | -          |
| 藥液 19        | PFSA/PTFE | 20         | 35                              | Nylon | 10         | UPE   | 3          |
| 藥液 20        | PFSA/PTFE | 20         | 35                              | Nylon | 10         | UPE   | 3          |
| 藥液 21        | PFSA/PTFE | 20         | 35                              | Nylon | 10         | UPE   | 3          |
| 藥液 22        | PFSA/PTFE | 20         | 35                              | Nylon | 10         | PTFE  | 20         |
| 藥液 23        | PFSA/PTFE | 20         | 35                              | Nylon | 10         | PTFE  | 7          |
| 藥液 24        | PFSA/PTFE | 20         | 35                              | Nylon | 10         | Nylon | 5          |
| 藥液 25        | PFSA/PTFE | 20         | 35                              | Nylon | 10         | UPE   | 7          |
| 藥液 26        | PFSA/PTFE | 20         | 35                              | Nylon | 10         | UPE   | 1          |
| 藥液 27        | PFSA/PTFE | 20         | 35                              | Nylon | 10         | UPE   | 3          |
| 藥液 28        | PFSA/PTFE | 20         | 35                              | PTFE  | 10         | UPE   | 3          |
| 藥液 29        | PFSA/PTFE | 20         | 35                              | Nylon | 10         | UPE   | 3          |
| 藥液 30        | PFSA/PTFE | 20         | 35                              | Nylon | 10         | UPE   | 3          |

【0320】 [表 4]

| 表 1<br>(1-4) | 罐    | 評價 1         |               | 評價 2         | 評價 3          | 評價 4 | 評價 5      |
|--------------|------|--------------|---------------|--------------|---------------|------|-----------|
|              | TD-1 | 殘渣缺陷<br>抑制性能 | 污點狀缺陷<br>抑制性能 | 橋接缺陷<br>抑制性能 | 圖案寬度的<br>均勻性能 | 壽命   | 生產性<br>成本 |
| 藥液 1         | 有    | AA           | AA            | AA           | AA            | AA   | A         |
| 藥液 2         | 有    | A            | AA            | AA           | A             | B    | C         |
| 藥液 3         | 有    | C            | AA            | A            | A             | AA   | A         |
| 藥液 4         | 有    | A            | AA            | AA           | B             | B    | B         |
| 藥液 5         | 有    | A            | AA            | A            | A             | A    | A         |
| 藥液 6         | 有    | AA           | AA            | AA           | AA            | AA   | C         |
| 藥液 7         | 有    | B            | AA            | B            | A             | AA   | A         |
| 藥液 8         | 有    | A            | AA            | A            | A             | AA   | A         |
| 藥液 9         | 有    | A            | AA            | AA           | A             | AA   | A         |
| 藥液 10        | 有    | A            | AA            | AA           | AA            | AA   | A         |
| 藥液 11        | 有    | AA           | AA            | AA           | AA            | AA   | A         |
| 藥液 12        | 有    | B            | AA            | A            | C             | B    | B         |
| 藥液 13        | 有    | B            | AA            | A            | A             | AA   | A         |
| 藥液 14        | -    | B            | AA            | B            | A             | AA   | A         |
| 藥液 15        | 有    | C            | B             | AA           | A             | AA   | A         |
| 藥液 16        | 有    | A            | B             | AA           | AA            | A    | A         |
| 藥液 17        | 有    | B            | B             | AA           | A             | B    | C         |
| 藥液 18        | 有    | C            | B             | A            | A             | A    | A         |
| 藥液 19        | 有    | B            | B             | AA           | B             | B    | B         |
| 藥液 20        | 有    | B            | B             | A            | A             | A    | A         |
| 藥液 21        | 有    | B            | B             | AA           | AA            | A    | C         |
| 藥液 22        | 有    | C            | B             | B            | A             | A    | A         |
| 藥液 23        | 有    | B            | B             | A            | A             | A    | A         |
| 藥液 24        | 有    | B            | B             | AA           | A             | A    | A         |
| 藥液 25        | 有    | B            | B             | AA           | AA            | A    | A         |
| 藥液 26        | 有    | A            | B             | AA           | AA            | A    | A         |
| 藥液 27        | 有    | B            | B             | A            | C             | B    | B         |
| 藥液 28        | 有    | B            | B             | A            | A             | A    | A         |
| 藥液 29        | -    | C            | B             | B            | A             | A    | A         |
| 藥液 30        | 有    | C            | D             | AA           | A             | A    | A         |

【0321】 [表 5]

| 表 1<br>(2-1) | 純化裝置<br>(或過濾裝置) | 被純化液            | 過濾器的事先洗淨      | 蒸餾器 |
|--------------|-----------------|-----------------|---------------|-----|
| 藥液 31        | 圖 14            | PGMEA/PGME(7:3) | PGMEA 1day 浸漬 | 雙聯式 |
| 藥液 32        | 圖 14            | PC/PGMEA(1:9)   | PGMEA 1day 浸漬 | 雙聯式 |
| 藥液 33        | 圖 14            | PGMEA           | PGMEA 1day 浸漬 | 雙聯式 |
| 藥液 34        | 圖 14            | nBA             | PGMEA 1day 浸漬 | 雙聯式 |
| 藥液 35        | 圖 14            | EL              | PGMEA 1day 浸漬 | 雙聯式 |
| 藥液 36        | 圖 14            | MIBC            | PGMEA 1day 浸漬 | 雙聯式 |
| 藥液 37        | 圖 14            | IPA             | PGMEA 1day 浸漬 | 雙聯式 |
| 藥液 38        | 圖 26            | CHN             | PGMEA 1day 浸漬 | 雙聯式 |
| 藥液 39        | 圖 14            | CHN             | PGMEA 1day 浸漬 | 雙聯式 |
| 藥液 40        | 圖 14            | CHN             | PGMEA 1day 浸漬 | 雙聯式 |
| 藥液 41        | 圖 14            | CHN             | PGMEA 1day 浸漬 | 雙聯式 |
| 藥液 42        | 圖 14            | CHN             | PGMEA 1day 浸漬 | 雙聯式 |
| 藥液 43        | 圖 14            | CHN             | PGMEA 1day 浸漬 | 雙聯式 |
| 藥液 44        | 圖 14            | CHN             | PGMEA 1day 浸漬 | 雙聯式 |
| 藥液 45        | 圖 14            | CHN             | PGMEA 1day 浸漬 | 雙聯式 |
| 藥液 46        | 圖 14            | CHN             | PGMEA 1day 浸漬 | 雙聯式 |
| 藥液 47        | 圖 27            | CHN             | PGMEA 1day 浸漬 | 雙聯式 |
| 藥液 48        | 圖 14            | CHN             | PGMEA 1day 浸漬 | 雙聯式 |

【0322】 [表 6]

| 表 1<br>(2-2) | BU-1 |            | BU-2          |            | BU-3 |            | 罐    |
|--------------|------|------------|---------------|------------|------|------------|------|
|              | 材料成分 | 孔徑<br>(nm) | 材料成分          | 孔徑<br>(nm) | 材料成分 | 孔徑<br>(nm) | TU-1 |
| 藥液 31        | PP   | 200        | IEX           | 15         | -    | -          | 有    |
| 藥液 32        | PP   | 200        | IEX           | 15         | -    | -          | 有    |
| 藥液 33        | PP   | 200        | IEX           | 15         | -    | -          | 有    |
| 藥液 34        | PP   | 200        | IEX           | 15         | -    | -          | 有    |
| 藥液 35        | PP   | 200        | IEX           | 15         | -    | -          | 有    |
| 藥液 36        | PP   | 200        | IEX           | 15         | -    | -          | 有    |
| 藥液 37        | PP   | 200        | IEX           | 15         | -    | -          | 有    |
| 藥液 38        | -    | -          | -             | -          | -    | -          | -    |
| 藥液 39        | PP   | 200        | IEX           | 15         | -    | -          | 有    |
| 藥液 40        | PP   | 20         | PFSA/PTFE     | 200        | -    | -          | 有    |
| 藥液 41        | PP   | 20         | PFSA/PTFE     | 200        | -    | -          | 有    |
| 藥液 42        | PP   | 20         | PFSA/PTFE 混合物 | 200        | -    | -          | 有    |
| 藥液 43        | PP   | 200        | IEX           | 15         | -    | -          | 有    |
| 藥液 44        | PP   | 200        | IEX           | 15         | -    | -          | 有    |
| 藥液 45        | PP   | 200        | IEX           | 15         | -    | -          | 有    |
| 藥液 46        | PP   | 200        | IEX           | 15         | -    | -          | 有    |
| 藥液 47        | -    | -          | -             | -          | -    | -          | 有    |
| 藥液 48        | PTFE | 7          | UPE           | 5          | -    | -          | 有    |

【0323】 [表 7]

| 表 1<br>(2-3) | F-A           |            |                                 | BD-1  |            | BD-2 |            |
|--------------|---------------|------------|---------------------------------|-------|------------|------|------------|
|              | 材料成分          | 孔徑<br>(nm) | CWST<br>(10 <sup>-5</sup> N/cm) | 材料成分  | 孔徑<br>(nm) | 材料成分 | 孔徑<br>(nm) |
| 藥液 31        | PFSA/PTFE     | 20         | 35                              | Nylon | 10         | UPE  | 3          |
| 藥液 32        | PFSA/PTFE     | 20         | 35                              | Nylon | 10         | UPE  | 3          |
| 藥液 33        | PFSA/PTFE     | 20         | 35                              | Nylon | 10         | UPE  | 3          |
| 藥液 34        | PFSA/PTFE     | 20         | 35                              | Nylon | 10         | UPE  | 3          |
| 藥液 35        | PFSA/PTFE     | 20         | 35                              | Nylon | 10         | UPE  | 3          |
| 藥液 36        | PFSA/PTFE     | 20         | 35                              | Nylon | 10         | UPE  | 3          |
| 藥液 37        | PFSA/PTFE     | 20         | 35                              | Nylon | 10         | UPE  | 3          |
| 藥液 38        | PFSA/PTFE     | 20         | 35                              | -     | -          | -    | -          |
| 藥液 39        | PFSA/PTFE 混合物 | 20         | 33                              | Nylon | 10         | UPE  | 3          |
| 藥液 40        | PFSA/PTFE     | 20         | 35                              | Nylon | 10         | UPE  | 3          |
| 藥液 41        | PFSA/PTFE 混合物 | 20         | 33                              | Nylon | 10         | UPE  | 3          |
| 藥液 42        | PFSA/PTFE 混合物 | 20         | 35                              | Nylon | 10         | UPE  | 3          |
| 藥液 43        | PFSA/PTFE     | 20         | 29                              | Nylon | 10         | UPE  | 3          |
| 藥液 44        | PFSA/PTFE     | 20         | 35                              | Nylon | 150        | UPE  | 200        |
| 藥液 45        | PFSA/PTFE     | 20         | 35                              | Nylon | 150        | UPE  | 3          |
| 藥液 46        | PFSA/PTFE     | 20         | 35                              | Nylon | 10         | UPE  | 200        |
| 藥液 47        | PFSA/PTFE     | 20         | 35                              | Nylon | 10         | UPE  | 3          |
| 藥液 48        | PFSA/PTFE     | 20         | 35                              | Nylon | 10         | UPE  | 3          |

【0324】 [表 8]

| 表 1<br>(2-4) | 罐    | 評價 1         |               | 評價 2         | 評價 3          | 評價 4 | 評價 5      |
|--------------|------|--------------|---------------|--------------|---------------|------|-----------|
|              | TD-1 | 殘渣缺陷<br>抑制性能 | 污點狀缺陷<br>抑制性能 | 橋接缺陷<br>抑制性能 | 圖案寬度的<br>均勻性能 | 壽命   | 生產性<br>成本 |
| 藥液 31        | 有    | AA           | AA            | AA           | AA            | AA   | A         |
| 藥液 32        | 有    | AA           | AA            | AA           | AA            | A    | A         |
| 藥液 33        | 有    | AA           | AA            | AA           | AA            | AA   | A         |
| 藥液 34        | 有    | AA           | AA            | AA           | AA            | AA   | A         |
| 藥液 35        | 有    | AA           | AA            | AA           | AA            | AA   | A         |
| 藥液 36        | 有    | AA           | AA            | AA           | AA            | AA   | A         |
| 藥液 37        | 有    | AA           | AA            | AA           | AA            | AA   | A         |
| 藥液 38        | -    | E            | E             | E            | E             | 基準   | C         |
| 藥液 39        | 有    | AA           | AA            | AA           | AA            | AA   | A         |
| 藥液 40        | 有    | A            | AA            | AA           | AA            | A    | C         |
| 藥液 41        | 有    | A            | AA            | AA           | AA            | A    | C         |
| 藥液 42        | 有    | A            | AA            | AA           | AA            | A    | C         |
| 藥液 43        | 有    | AA           | AA            | AA           | A             | AA   | A         |
| 藥液 44        | 有    | C            | A             | A            | A             | AA   | A         |
| 藥液 45        | 有    | A            | A             | AA           | A             | AA   | A         |
| 藥液 46        | 有    | B            | A             | B            | A             | AA   | A         |
| 藥液 47        | 有    | C            | A             | A            | A             | C    | C         |
| 藥液 48        | 有    | A            | AA            | AA           | AA            | AA   | C         |

【0325】 表 1 被分割為第 1 群組：表 1（1-1）～表 1（1-4）及第 2 群組：表 1（2-1）～表 1（2-4）。

在表 1 中，在各群組的 4 個分割表的對應之所有行記載有各

藥液的純化中所使用之過濾裝置(或純化裝置)所具有之過濾器及  
所得到之藥液的評價結果。

例如，在表 1 的第 1 群組：表 1 (1-1)～表 1 (1-4) 各自的  
第 1 行，對藥液 1 進行了記載。

其表示藥液 1 由圖 14 中所記載之純化裝置製造，並且表示藥  
液 1 的製造中所使用之被純化液含有 CHN (環己酮)。又，表示  
藥液 1 的製造中所使用之純化裝置的過濾器在“PGMEA 1day 浸漬”  
的條件下事先洗淨。又，表示純化裝置具有雙聯式蒸餾器和 BU-1  
(配置於流通路的最上游側之含有 PP 之孔徑 200 nm 的過濾器)  
和 BU-2 (配置於 BU-1 的下游側之孔徑 15 nm 的 IEX 過濾器)，  
在過濾器 A (F-A) 的上游側具有罐 TU-1，作為 F-A (過濾器 A)，  
具有孔徑 20 nm 的 PFSA/PTFE 過濾器，其 CWST 為  $35 \times 10^{-5}$  N/cm，  
在過濾器 F-A 的下游側具有 BD-1 (含有尼龍之孔徑 10 nm 的過濾  
器) 和 BD-2 (含有 UPE 之孔徑 3 nm 過濾器)，進而在過濾器 F-  
A 的下游側具有罐 TD-1。

另外，表示藥液 1 的殘渣缺陷抑制性能為 AA，污點狀缺陷抑  
制性能為 AA，橋接缺陷抑制性能為 AA，圖案寬度的均勻性能為  
AA，而且，純化裝置的過濾器的壽命為 AA，生產性成本為 A。

關於藥液 2～30，同樣在第 1 群組的各表中記載有結果，關於  
藥液 31～48，在第 2 群組的各表中記載有結果。

【0326】 [表 9]

| 表 2<br>(1-1) | 純化裝置<br>(或過濾裝置) | 被純化液     |        | 過濾器的事先洗淨      | 蒸餾器 |
|--------------|-----------------|----------|--------|---------------|-----|
|              |                 | 種類       | pH     |               |     |
| 藥液 50        | 圖 28            | SPM(4:1) | 1.0 以下 | PGMEA 1day 浸漬 | 無   |
| 藥液 51        | 圖 28            | 85%磷酸    | 1.0 以下 | PGMEA 1day 浸漬 | 無   |
| 藥液 52        | 圖 29            | SPM(4:1) | 1.0 以下 | PGMEA 1day 浸漬 | 無   |
| 藥液 53        | 圖 29            | 85%磷酸    | 1.0 以下 | PGMEA 1day 浸漬 | 無   |
| 藥液 54        | 圖 28            | TMAH     | 11.5   | PGMEA 1day 浸漬 | 無   |

【0327】 [表 10]

| 表 2<br>(1-2) | BU-1 |            | BU-2 |            | F-A       |            |                                 | BD-1 |            |
|--------------|------|------------|------|------------|-----------|------------|---------------------------------|------|------------|
|              | 材料成分 | 孔徑<br>(nm) | 材料成分 | 孔徑<br>(nm) | 材料成分      | 孔徑<br>(nm) | CWST<br>(10 <sup>-5</sup> N/cm) | 材料成分 | 孔徑<br>(nm) |
| 藥液 50        | PTFE | 200        | PTFE | 20         | PFSA/PTFE | 20         | 35                              | PTFE | 10         |
| 藥液 51        | PTFE | 200        | PTFE | 20         | PFSA/PTFE | 20         | 35                              | PTFE | 10         |
| 藥液 52        | -    | -          | -    | -          | PFSA/PTFE | 20         | 35                              | -    | -          |
| 藥液 53        | -    | -          | -    | -          | PFSA/PTFE | 20         | 35                              | -    | -          |
| 藥液 54        | PTFE | 200        | PTFE | 20         | PFSA/PTFE | 20         | 35                              | PTFE | 10         |

【0328】 [表 11]

| 表 2<br>(1-3) | BD-2 |            | 評價 1            |                   |      |    |
|--------------|------|------------|-----------------|-------------------|------|----|
|              | 材料成分 | 孔徑<br>(nm) | 殘渣缺陷數<br>(個/晶圓) | 金屬殘渣缺陷數<br>(個/晶圓) | 比率   | 判定 |
| 藥液 50        | PTFE | 10         | 2932            | 36                | 1.2% | A  |
| 藥液 51        | PTFE | 10         | 5129            | 103               | 2.0% | B  |
| 藥液 52        | -    | -          | 3658            | 329               | 9.0% | E  |
| 藥液 53        | -    | -          | 8064            | 518               | 6.4% | E  |
| 藥液 54        | PTFE | 10         | 3822            | 116               | 3.0% | C  |

【0329】 表 2 被分割為表 2（1-1）～表 2（1-3）。在表 2 中，在各分割表的對應之所有行記載有各藥液的純化中所使用之過濾裝置及所得到之藥液的評價結果。

例如，在各分割表的各自的第 1 行，對藥液 50 進行了記載。

其表示藥液 50 由圖 28 中所記載之過濾裝置製造，並且表示藥液 50 的製造中所使用之被純化液為 SPM（4:1）。又，表示 SPM（4:1）的 pH 為 1.0 以下。又，表示藥液 50 的製造中所使用之過濾裝置的過濾器在“PGMEA 1day 浸漬”的條件下事先洗淨。又，表示過濾裝置具有 BU-1（含有 PTFE 之孔徑 200 nm 的過濾器）和

BU-2（含有 PTFE 之孔徑 20 nm 的過濾器），作為 F-A（過濾器 A），具有孔徑 20 nm 的 PFSA/PTFE 過濾器( CWST:35×10<sup>-5</sup> N/cm )，在其下游側具有 BD-1（含有 PTFE 之孔徑 10 nm 的過濾器）、BD-2（含有 PTFE 之孔徑 10 nm 的過濾器）。

藥液 50 的評價表示：殘渣缺陷數為 2932 個/晶圓，其中，金屬殘渣缺陷數為 36 個/晶圓，比率為 1.2%，評價為 A。

關於藥液 51～藥液 54，同樣地，在表 2 的各表中記載有結果。

【0330】 [表 12]

| 表 3<br>(1-1) | 純化裝置<br>(或過濾裝置) | 被純化液       | 過濾器的事先洗淨      | 蒸餾器 |
|--------------|-----------------|------------|---------------|-----|
| 藥液 60        | 圖 30            | 抗蝕劑樹脂組成物 2 | PGMEA 1day 浸漬 | -   |
| 藥液 61        | 圖 30            | 抗蝕劑樹脂組成物 2 | PGMEA 1day 浸漬 | -   |
| 藥液 62        | 圖 30            | 抗蝕劑樹脂組成物 2 | PGMEA 1day 浸漬 | -   |
| 藥液 63        | 圖 29            | 抗蝕劑樹脂組成物 2 | PGMEA 1day 浸漬 | -   |

【0331】 [表 13]

| 表 3<br>(1-2) | BU-1 |            | BU-2  |            | BU-3  |            | F-A       |            |                                 |
|--------------|------|------------|-------|------------|-------|------------|-----------|------------|---------------------------------|
|              | 材料成分 | 孔徑<br>(nm) | 材料成分  | 孔徑<br>(nm) | 材料成分  | 孔徑<br>(nm) | 材料成分      | 孔徑<br>(nm) | CWST<br>(10 <sup>-5</sup> N/cm) |
| 藥液 60        | PTFE | 20         | UPE   | 2          | Nylon | 10         | PFSA/PTFE | 20         | 35                              |
| 藥液 61        | PTFE | 20         | Nylon | 10         | UPE   | 2          | PFSA/PTFE | 20         | 35                              |
| 藥液 62        | PTFE | 20         | UPE   | 2          | Nylon | 10         | PFSA/PTFE | 20         | 35                              |
| 藥液 63        | -    | -          | -     | -          | -     | -          | PFSA/PTFE | 20         | 35                              |

【0332】 [表 14]

| 表 3<br>(1-3) | BD-1 |            | 金屬成分含量(質量 ppb) |      |       |      |       |              | 評價 1 |
|--------------|------|------------|----------------|------|-------|------|-------|--------------|------|
|              | 材料成分 | 孔徑<br>(nm) | Mg             | Ca   | Cr    | Fe   | Ni    | 金屬成分的<br>合計量 |      |
| 藥液 60        | UPE  | 2          | 0.09           | 0.37 | <0.01 | 0.15 | <0.01 | 0.61         | AA   |
| 藥液 61        | UPE  | 2          | 0.12           | 0.49 | 0.04  | 0.19 | 0.03  | 0.87         | AA   |
| 藥液 62        | PTFE | 10         | 0.23           | 0.64 | 0.05  | 0.25 | 0.04  | 1.21         | B    |
| 藥液 63        | -    | -          | 0.29           | 0.86 | <0.01 | 0.38 | <0.01 | 1.53         | E    |

【0333】 表 3 被分割為表 3（1-1）～表 3（1-3）。在表 3 中，在各分割表的對應之所有行記載有各藥液的純化中所使用之過濾裝置及所得到之藥液的評價結果。

例如，在各分割表的各自的第 1 行，對藥液 60 進行了記載。

其表示藥液 60 由圖 30 中所記載之過濾裝置製造，並且表示藥液 60 的製造中所使用之被純化液為抗蝕劑樹脂組成物 2。又，表示藥液 60 的製造中所使用之過濾裝置的過濾器在“PGMEA 1day 浸漬”的條件下事先洗淨。又，表示過濾裝置具有 BU-1（含有 PTFE 之孔徑 20 nm 的過濾器）、BU-2（含有 UPE 之孔徑 2 nm 的過濾器）、BU-3（含有 Nylon（尼龍）之孔徑 10 nm 的過濾器），作為 F-A（過濾器 A），具有孔徑 20 nm 的 PFSA/PTFE（CWST:35×10<sup>-5</sup> N/cm）的過濾器，在其下游側具有 BD-1（含有 UPE 之孔徑 2 nm 的過濾器）。

表示藥液 60 相對於藥液的總質量含有 0.09 質量 ppb 的 Mg，含有 0.37 質量 ppb 的 Ca，Cr 的含量小於檢測臨界值，含有 0.15 質量 ppb 的 Fe，Ni 的含量小於檢測臨界值，作為金屬成分的合計含量，相對於藥液的總質量為 0.61 質量 ppb。

又，表示藥液 60 的浮渣缺陷抑制性能為 AA。

【0334】根據表 1～表 3 中所記載之結果，使用本發明的實施形態之過濾裝置（或純化裝置）製造之藥液 1～37、藥液 39～48、藥液 50～51、藥液 54、藥液 60～62 依據各藥液的種類具有（預濕液、顯影液、沖洗液、剝離液、抗蝕劑樹脂組成物等）所要求之優異之缺陷抑制性能。另一方面，使用以往技術之過濾裝置（或純化裝置）製造之藥液 38、藥液 52～53、藥液 104、藥液 63 不具有所期望之缺陷抑制性能。

【0335】 又，使用過濾器 B 包含配置於過濾器 A 的下游側之過濾器 BD 之過濾裝置（包含之純化裝置）製造之藥液 1，與藥液 3 相比，具有更優異之殘渣缺陷抑制性能、更優異之橋接缺陷抑制性能及更優異之圖案寬度的均勻性能。

又，使用包含過濾器 BD 具有 20 nm 以下的孔徑之過濾器之過濾裝置（包含之純化裝置）製造之藥液 45，與藥液 44 相比，具有更優異之殘渣缺陷抑制性能及更優異之橋接缺陷抑制性能。

又，使用配置於最下游側之過濾器 BD 具有 10 nm 以下的孔徑之過濾裝置（包含之純化裝置）製造之藥液 1，與藥液 7 相比，具有更優異之缺陷抑制性能、更優異之橋接缺陷抑制性能及更優異之圖案寬度的均勻性能。又，與藥液 46 相比，相同地，藥液 1 具有更優異之殘渣缺陷抑制性能、更優異之污點狀缺陷抑制性能、更優異之橋接缺陷抑制性能及更優異之圖案寬度的均勻性能。

又，使用具有能夠從由至少 1 個過濾器 BD 中的任一個過濾器 BD 構成之基準過濾器的下游側向上述基準過濾器的上游側返送被純化液之返送流通路之過濾裝置（包含之純化裝置）製造之藥液 1，與藥液 14 相比，具有更優異之殘渣缺陷抑制性能、更優異之橋接缺陷抑制性能及更優異之圖案寬度的均勻性能。

又，使用過濾器 B 包含在流通路上配置於過濾器 A 的上游側之過濾器 BU 之過濾裝置（包含之純化裝置）製造之藥液 1，與藥液 47 相比，具有更優異之殘渣缺陷抑制性能、更優異之污點狀缺陷抑制性能、更優異之橋接缺陷抑制性能、更優異之圖案寬度的均

勻性能。

又，使用過濾器 BU 的至少 1 個具有 10 nm 以上的孔徑之過濾裝置（包含之純化裝置）製造之藥液 1，與藥液 48 相比，具有更優異之殘渣缺陷抑制性能。又，藥液 1 的製造中所使用之過濾裝置（包含之純化裝置），與藥液 48 的製造裝置的製造中所使用之過濾裝置（包含之純化裝置）相比，生產性成本更低（具有更優異之生產性）。

又，至少 1 個過濾器 BU 的孔徑為 20 nm 以上之、藥液 1 的製造中所使用之過濾裝置（包含之純化裝置），與藥液 2 及藥液 6 的製造中所使用之過濾裝置相比，生產性成本更低（具有更優異之生產性）。

又，使用過濾器 BU 含有具有離子交換基之樹脂之過濾裝置（包含之純化裝置）製造之藥液 1，與藥液 12 相比，具有更優異之殘渣缺陷抑制性能、更優異之橋接缺陷抑制性能、更優異之圖案寬度的均勻性能。又，藥液 1 的製造中所使用之過濾裝置（包含之純化裝置），與藥液 12 的製造中所使用之過濾裝置（包含之純化裝置）相比，過濾器的壽命更長，又，生產性成本更低（具有更優異之生產性）。

又，使用具有在相對於罐的流通路的上游側與罐串列配置之孔徑為 10 nm 以上的過濾器之過濾裝置（包含之純化裝置）製造之藥液 1，與藥液 48 相比，具有更優異之殘渣缺陷抑制性能。又，藥液 1 的製造中所使用之過濾裝置（包含之純化裝置），與藥液 48

的製造中所使用之過濾裝置（包含之純化裝置）相比，生產性成本更低（具有更優異之生產性）。

又，對 pH 在 0~9 的範圍內之被純化液進行純化而得到之藥液 50，與藥液 54 相比，具有更優異之缺陷抑制性能。其表示本發明的實施形態之過濾裝置作為 pH 在 0~9 的範圍內之被純化液的純化用過濾裝置具有更優異之效果。

### 【符號說明】

#### 【0336】

100、200、300、400、500、600、700、800、900、1000：過濾裝置

101：流入部

102：流出部

103、104、201、601、104-1、104-2、BU-1~BU-3、F-A、BD-1、BD-2：過濾器

105、202、301、302、402、501、502、602、701、801、802、803、804、901、1001、1002、1104、1105、1305：配管

401、401（a）、401（b）、TU-1、TD-1：罐

1100：製造廠

1101：蒸餾裝置

1102、1203、1303、1304、D1、D2：蒸餾器

1103：移動式罐

1106：搬運機構

1200、1300：純化裝置

1201、1301：第 2 流入部

1202、1302：第 2 流出部

S1~S12、S-14~S-30：流通路

R1~R4、R-14-1、R-14-2、R-15-1、R-15-2、R-16、R-17、R-18-  
1、R-18-2、R-19、R-20-1、R-20-2、R-21-1、R-21-2、R-22、R-23、  
R-24-1、R-24-2、R-25、R-27-1、R-27-2：返送流通路

J1、J2：連接部

F1：流程

## 【發明申請專利範圍】

【第1項】 一種過濾裝置，其用於對被純化液進行純化而得到藥液，該過濾裝置具有：

流入部；

流出部；

過濾器 A；及

與該過濾器 A 不同之至少 1 個過濾器 B，

該過濾器 A 及該過濾器 B 串列配置於該流入部及該流出部之間，並具備從該流入部至該流出部之流通路，其中

該過濾器 A 包含選自包括第 1 多孔膜和第 2 多孔膜之群組中之至少 1 種，

該第 1 多孔膜具有聚四氟乙烯製多孔基材和含有以覆蓋該多孔基材之方式形成之全氟磺酸聚合物之非交聯塗層，

該第 2 多孔膜含有與全氟磺酸聚合物混合之聚四氟乙烯，

該過濾器 B 包含至少 1 個在該流通路上配置於該過濾器 A 的上游側之過濾器 BU，

該過濾器 BU 含有具有陰離子交換基之樹脂。

【第2項】 如申請專利範圍第 1 項所述之過濾裝置，其中

該過濾器 B 包含至少 1 個在該流通路上配置於該過濾器 A 的下游側之過濾器 BD。

【第3項】 如申請專利範圍第 2 項所述之過濾裝置，其中

至少 1 個該過濾器 BD 具有 20 nm 以下的孔徑。

【第4項】 如申請專利範圍第 2 項所述之過濾裝置，其中

至少 1 個該過濾器 BD 含有選自包括聚烯烴、聚醯胺、多氟烯、聚苯乙烯、聚砜及聚醚砜之群組中之至少 1 種。

【第5項】 如申請專利範圍第 2 項所述之過濾裝置，其中

在該流通路上配置於最下游側之該過濾器 BD 具有 10 nm 以下的孔徑，並含有選自包括聚四氟乙烯、聚乙烯及尼龍之群組中之至少 1 種。

【第6項】 如申請專利範圍第 2 項至第 5 項中任一項所述之過濾裝置，其具有能夠從包含至少 1 個該過濾器 BD 中的任一過濾器 BD 之基準過濾器的下游側向該基準過濾器的上游側返送該被純化液之返送流通路。

【第7項】 如申請專利範圍第 1 項所述之過濾裝置，其中

至少 1 個該過濾器 BU 具有 10 nm 以上的孔徑。

【第8項】 如申請專利範圍第 1 項所述之過濾裝置，其中

至少 1 個該過濾器 BU 具有 20 nm 以上的孔徑。

【第9項】 如申請專利範圍第 1 項至第 5 項中任一項所述之過濾裝置，其在該流通路上，還具有與該過濾器 A 串列配置之罐。

【第10項】 如申請專利範圍第 9 項所述之過濾裝置，其在相對於該罐的該流通路的上游側，還具有與該罐串列配置之孔徑 10 nm 以上的過濾器 C。

【第11項】 如申請專利範圍第 9 項所述之過濾裝置，其在相對於該罐的流通路的上游側，還具有與該罐串列配置之孔徑 20 nm 以

上的過濾器 C。

【第12項】 如申請專利範圍第 1 項至第 5 項中任一項所述之過濾裝置，其具有能夠從該流通路上之該過濾器 A 的下游側向該過濾器 A 的上游側返送該被純化液之返送流通路。

【第13項】 如申請專利範圍第 1 項至第 5 項中任一項所述之過濾裝置，其中

該被純化液的 pH 為 0～9。

【第14項】 如申請專利範圍第 1 項至第 5 項中任一項所述之過濾裝置，其中

該藥液為選自包括洗淨液、蝕刻液、沖洗液、前處理液及抗蝕劑液之群組中之至少 1 種。

【第15項】 如申請專利範圍第 1 項至第 5 項中任一項所述之過濾裝置，其中

該過濾器 A 的臨界潤濕表面張力為  $27 \times 10^{-5}$  N/cm 以上。

【第16項】 如申請專利範圍第 1 項至第 5 項中任一項所述之過濾裝置，其中

該過濾器 A 的臨界潤濕表面張力為  $30 \times 10^{-5}$  N/cm 以上。

【第17項】 一種過濾裝置，其用於對被純化液進行純化而製造半導體基板製造用藥液，該過濾裝置具有：

流入部；

流出部；

過濾器 A；及

與該過濾器 A 不同之至少 1 個過濾器 B，

該過濾器 A 及該過濾器 B 串列配置於該流入部及該流出部之間，並具有從該流入部至該流出部之流通路，其中

該過濾器 A 包含選自包括第 1 多孔膜和第 2 多孔膜之群組中之至少 1 種，

該第 1 多孔膜具有聚四氟乙烯製多孔基材和含有以覆蓋該多孔基材的至少一部分之方式形成之全氟磺酸聚合物之非交聯塗層，

該第 2 多孔膜含有與全氟磺酸聚合物混合之聚四氟乙烯，

該過濾器 B 包含至少 1 個在該流通路上配置於該過濾器 A 的上游側之過濾器 BU，

該過濾器 BU 含有具有陰離子交換基之樹脂。

【第18項】一種過濾裝置，其用於對被純化液進行純化而得到藥液，該過濾裝置具有：

流入部；

流出部；

過濾器 A；及

與該過濾器 A 不同之至少 1 個過濾器 B，

該過濾器 A 及該過濾器 B 串列配置於該流入部及該流出部之間，並具備從該流入部至該流出部之流通路，其中

該被純化液的 pH 為 0～9，

該被純化液為水系被純化液，

該過濾器 A 包含選自包括第 1 多孔膜和第 2 多孔膜之群組中

之至少 1 種，

該第 1 多孔膜具有聚四氟乙烯製多孔基材和含有以覆蓋該多孔基材之方式形成之全氟磺酸聚合物之非交聯塗層，

該第 2 多孔膜含有與全氟磺酸聚合物混合之聚四氟乙烯。

【第19項】一種過濾裝置，其用於對被純化液進行純化而製造半導體基板製造用藥液，該過濾裝置具有：

流入部；

流出部；

過濾器 A；及

與該過濾器 A 不同之至少 1 個過濾器 B，

該過濾器 A 及該過濾器 B 串列配置於該流入部及該流出部之間，並具有從該流入部至該流出部之流通路，其中

該被純化液的 pH 為 0～9，

該被純化液為水系被純化液，

該過濾器 A 包含選自包括第 1 多孔膜和第 2 多孔膜之群組中之至少 1 種，

該第 1 多孔膜具有聚四氟乙烯製多孔基材和含有以覆蓋該多孔基材的至少一部分之方式形成之全氟磺酸聚合物之非交聯塗層，

該第 2 多孔膜含有與全氟磺酸聚合物混合之聚四氟乙烯。

【第20項】一種純化裝置，其具有：

如申請專利範圍第 1 項至第 19 項中任一項所述之過濾裝置；  
及

至少 1 個蒸餾器，與該過濾裝置的該流入部連接。

【第21項】 如申請專利範圍第 20 項所述之純化裝置，其中

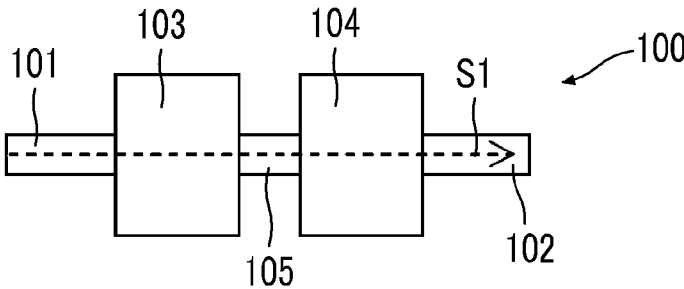
該至少 1 個蒸餾器包括串列連接之複數個蒸餾器。

【第22項】 一種藥液的製造方法，其對被純化液進行純化而得到藥液，

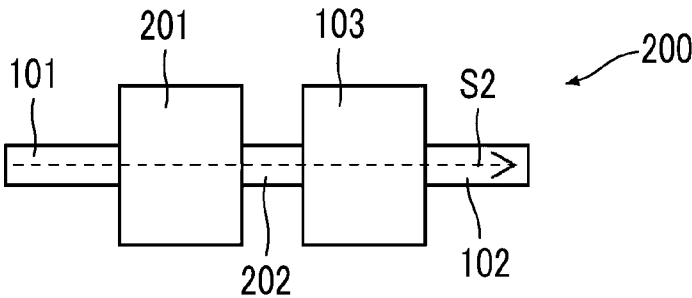
該藥液的製造方法具有使用如申請專利範圍第 1 項至第 19 項中任一項所述之過濾裝置對被純化液進行純化而得到藥液之過濾製程。

【第23項】 如申請專利範圍第 22 項所述之藥液的製造方法，其在該過濾製程之前還具有對該過濾器 A 及該過濾器 B 進行洗淨之過濾器洗淨製程。

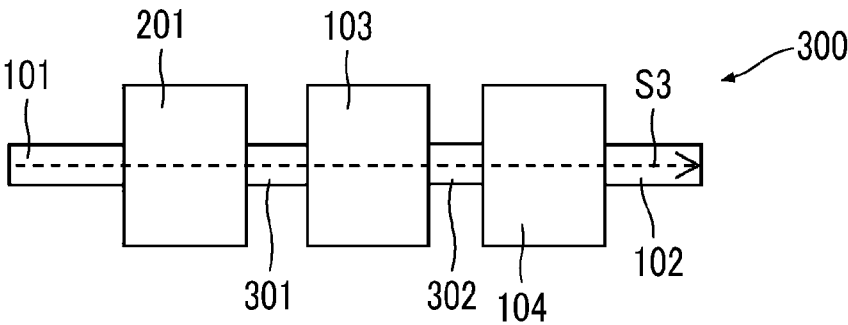
【第24項】 如申請專利範圍第 22 項或第 23 項所述之藥液的製造方法，其在該過濾製程之前還具有對該過濾裝置的接液部進行洗淨之裝置洗淨製程。



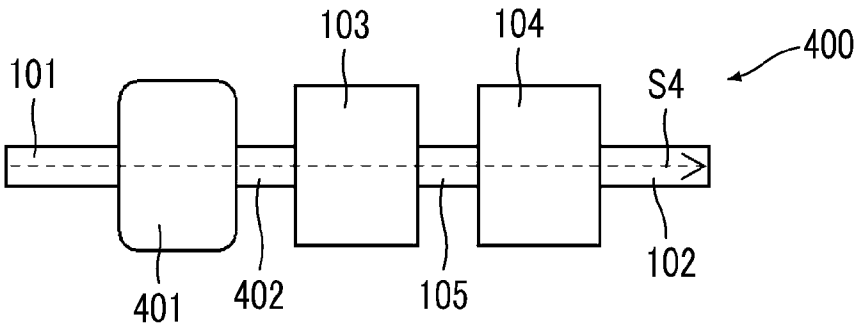
【圖 1】



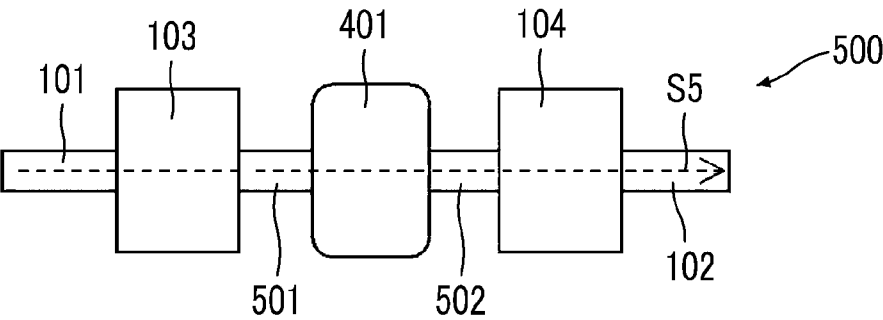
【圖 2】



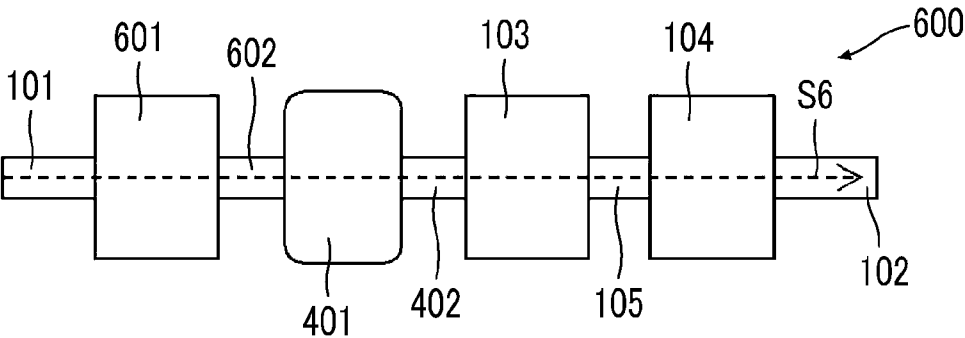
【圖 3】



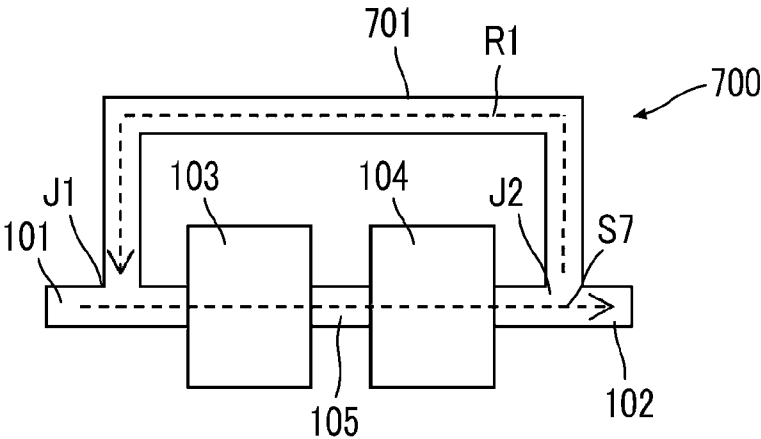
【圖 4】



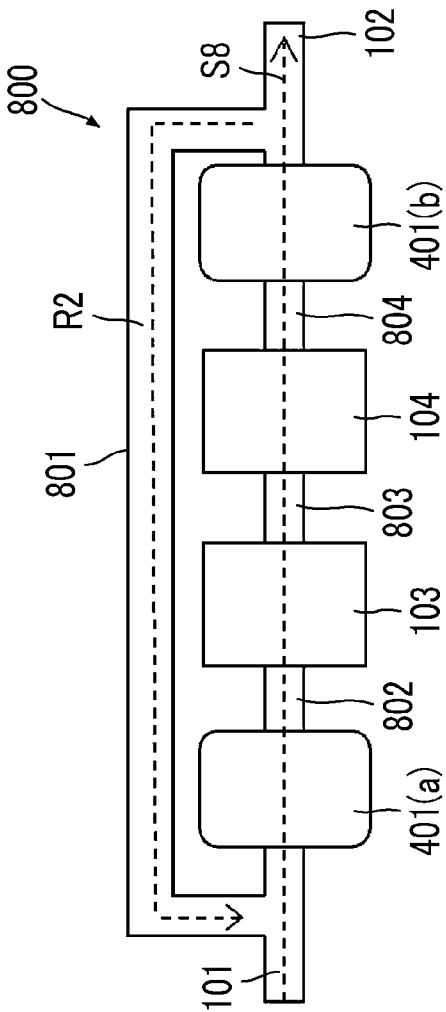
【圖 5】



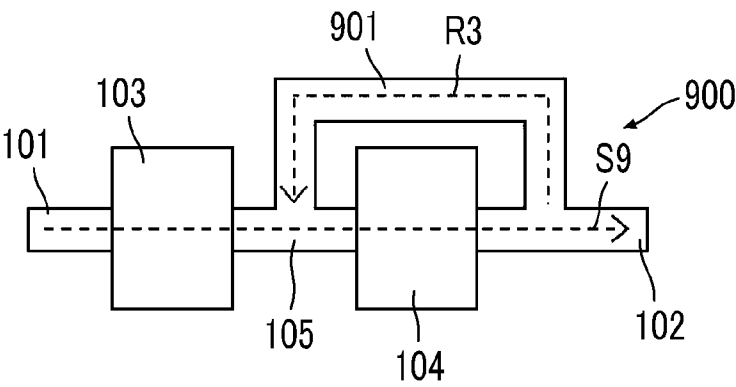
【圖 6】



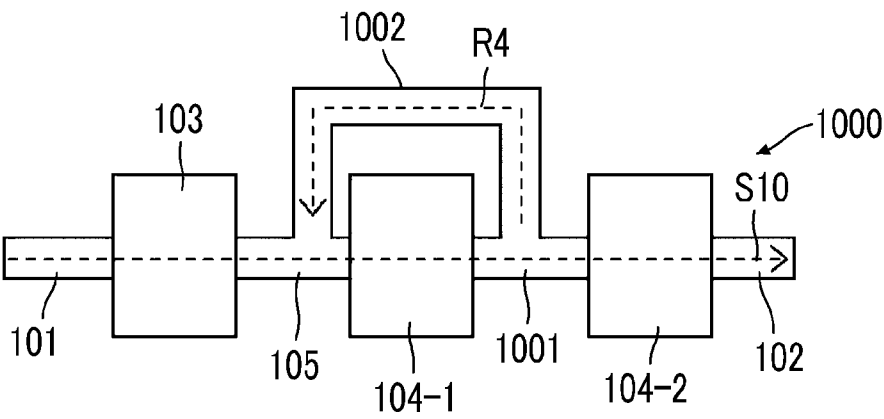
【圖 7】



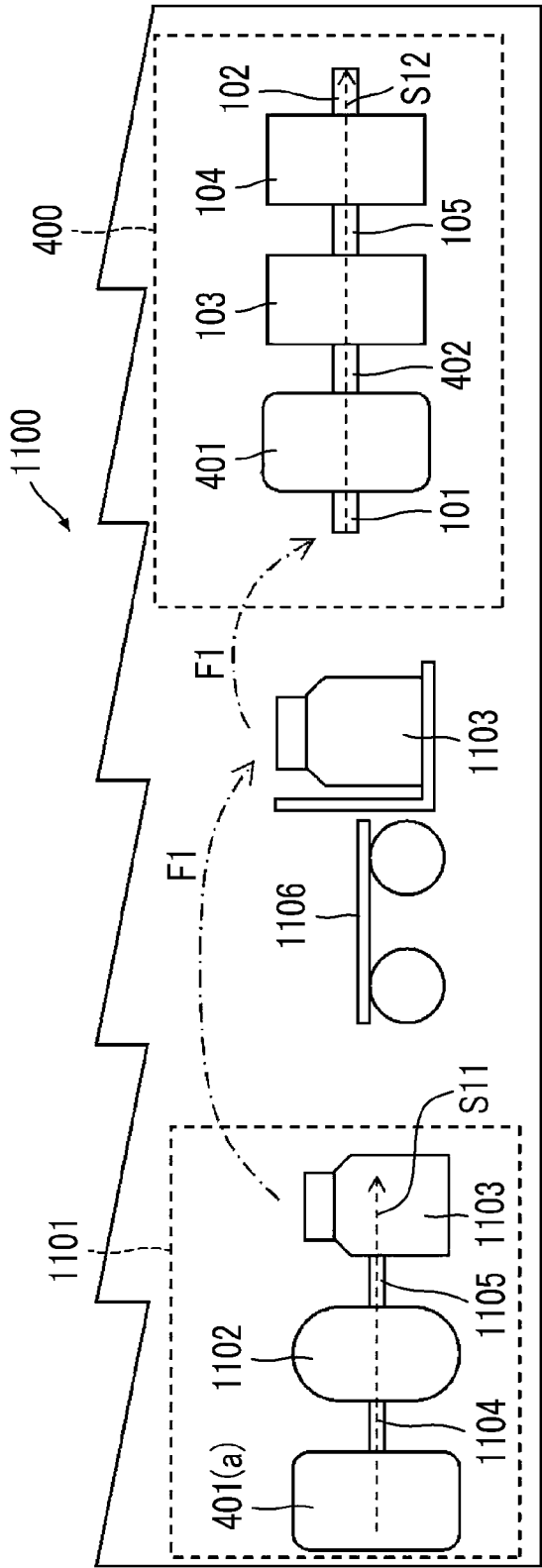
【圖 8】



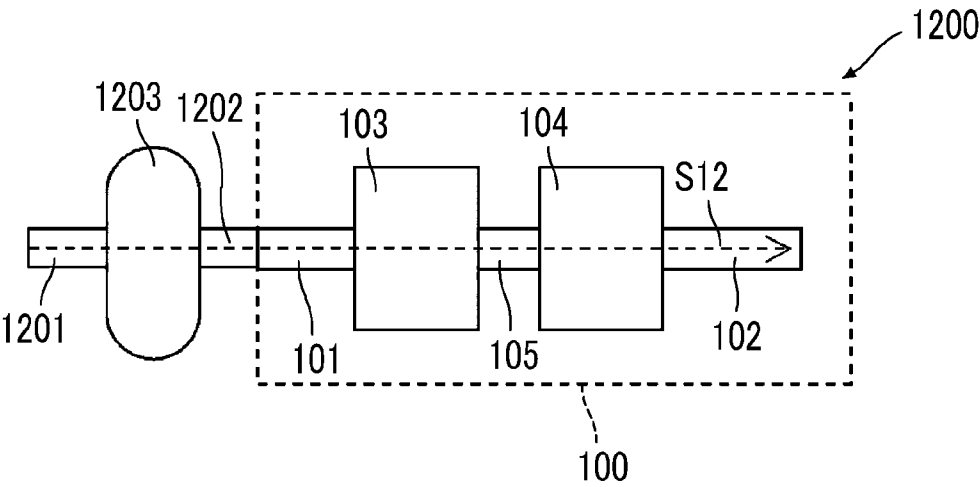
【圖 9】



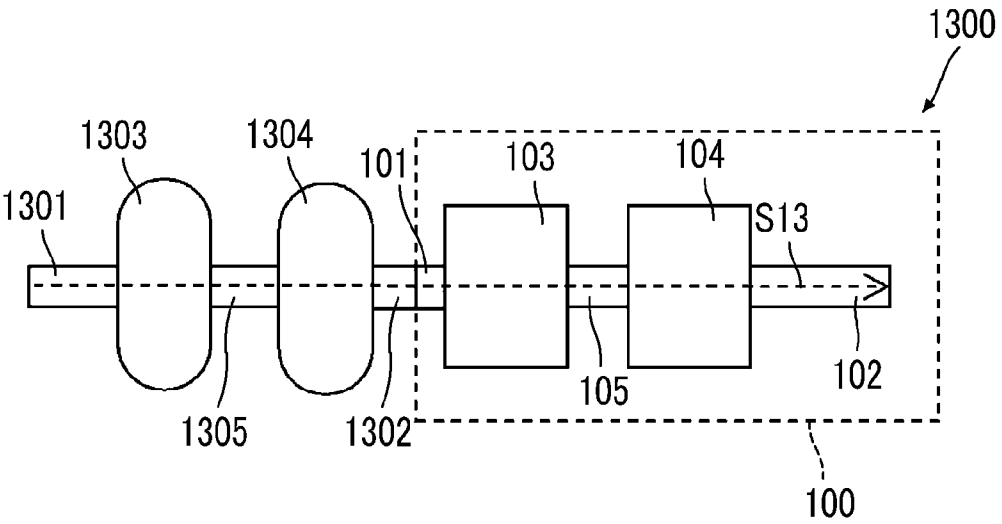
【圖 10】



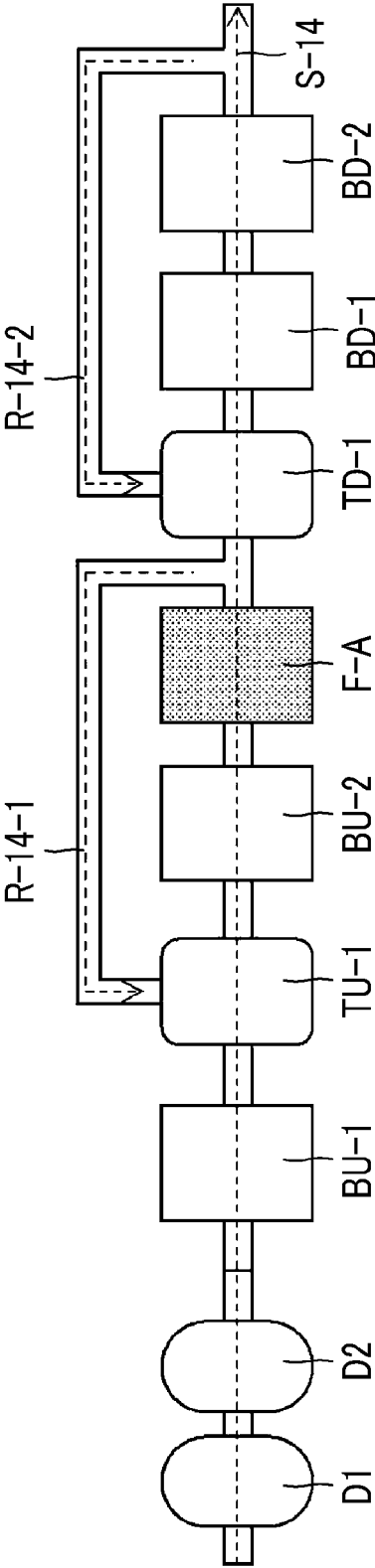
【圖 11】



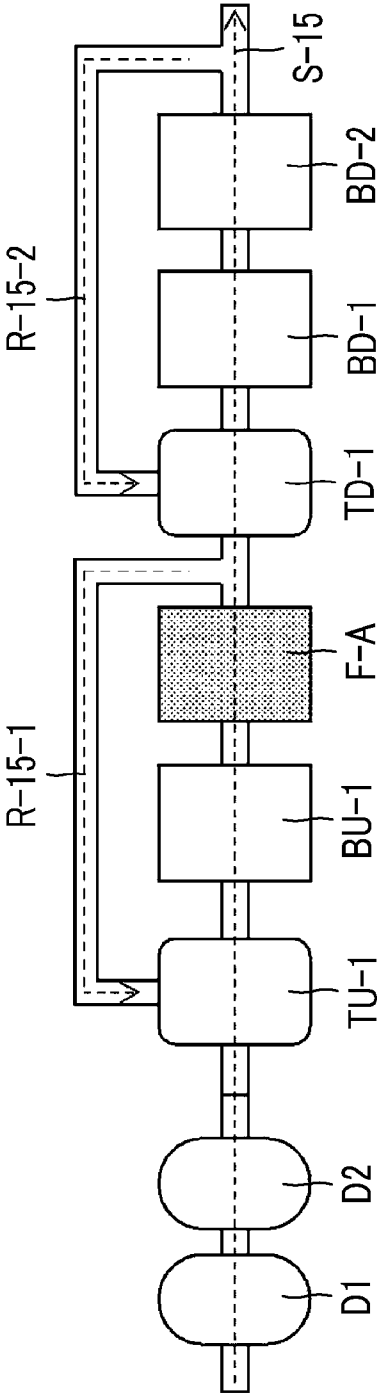
【圖 12】



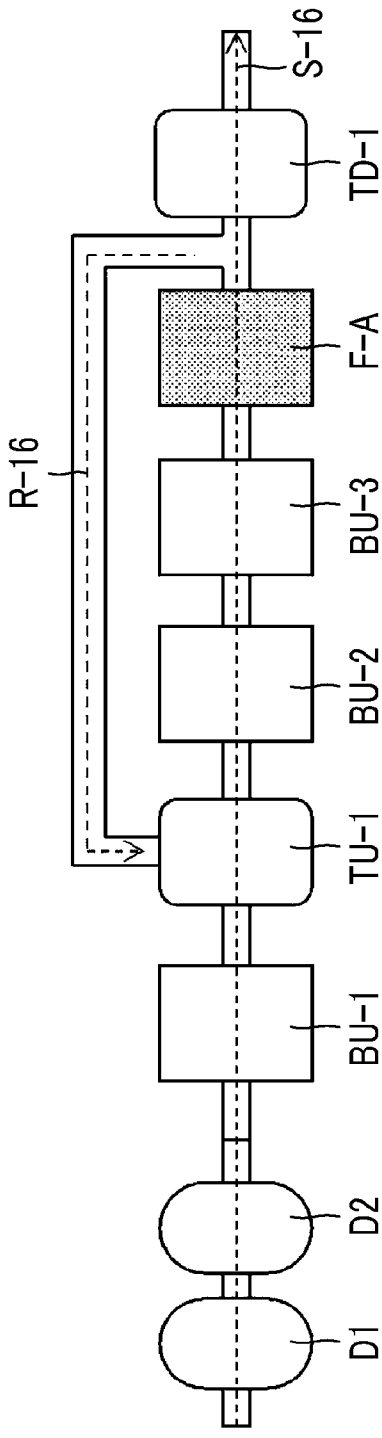
【圖 13】



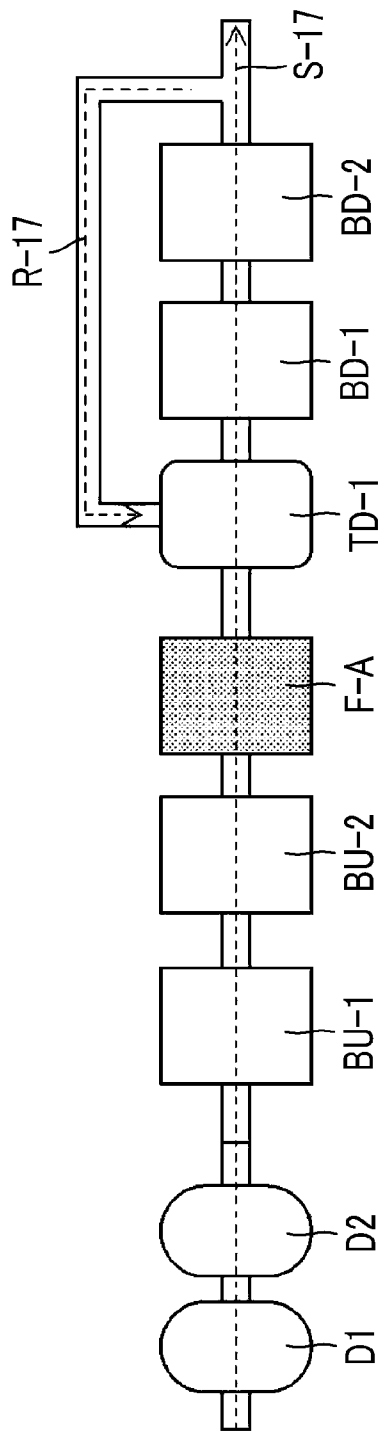
【圖 14】



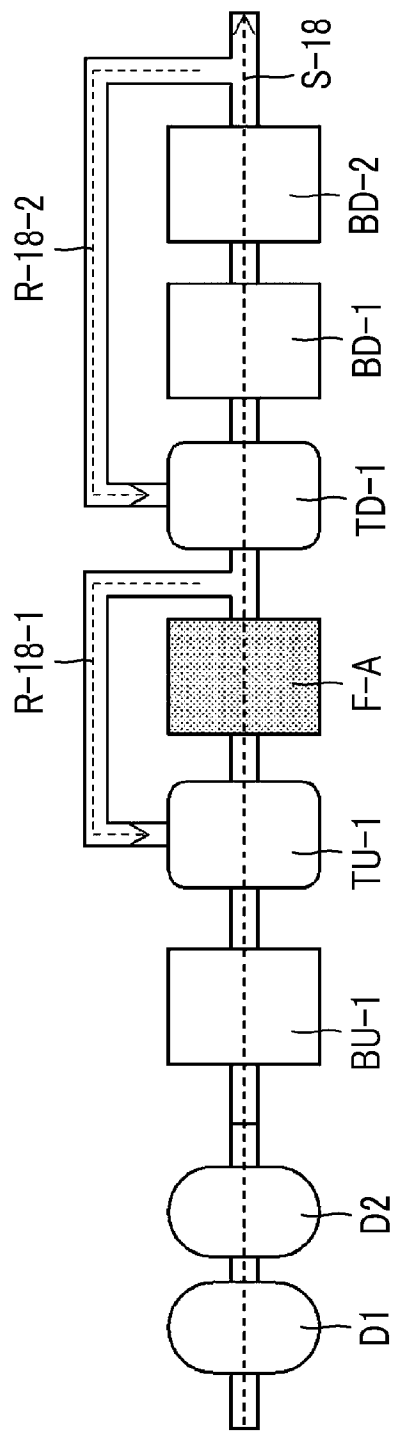
【圖 15】



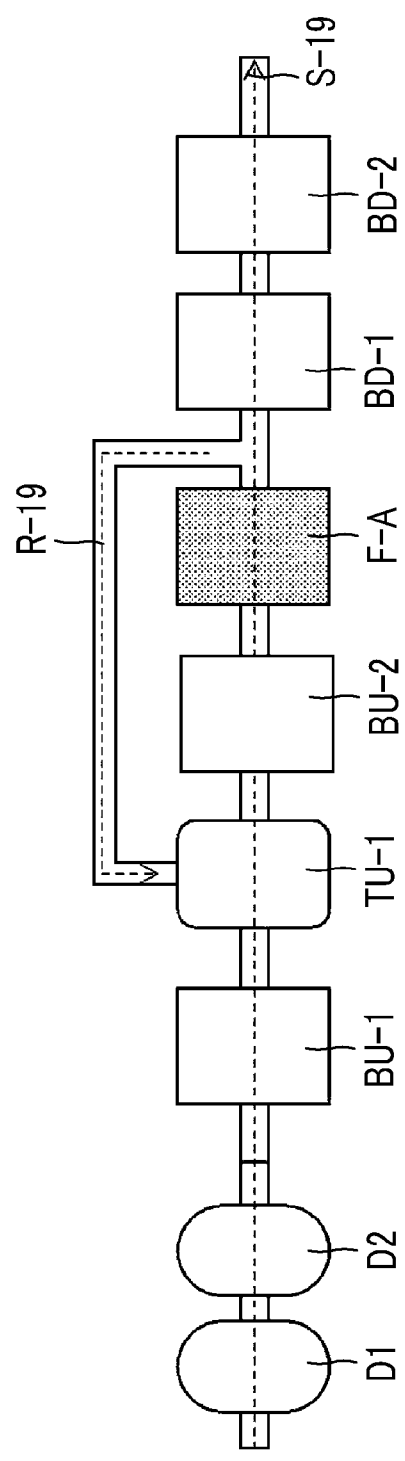
【圖 16】



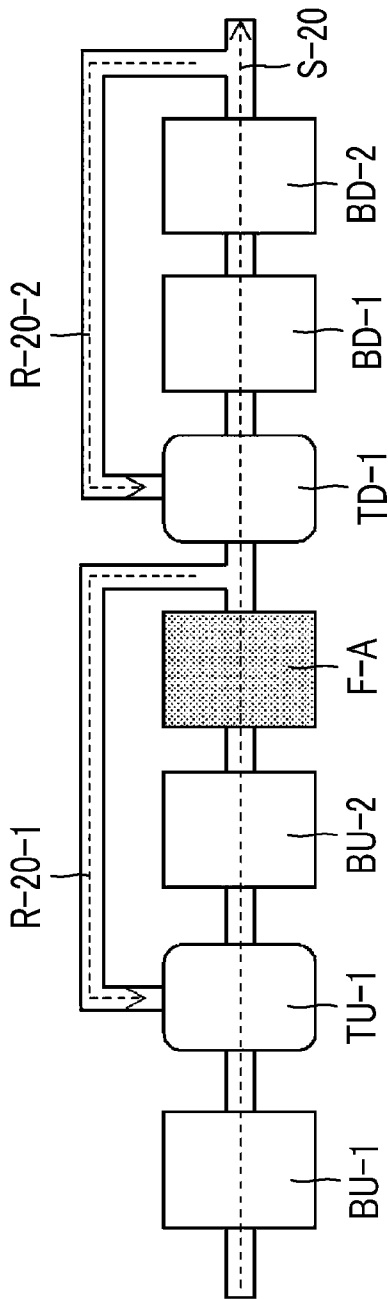
【圖 17】



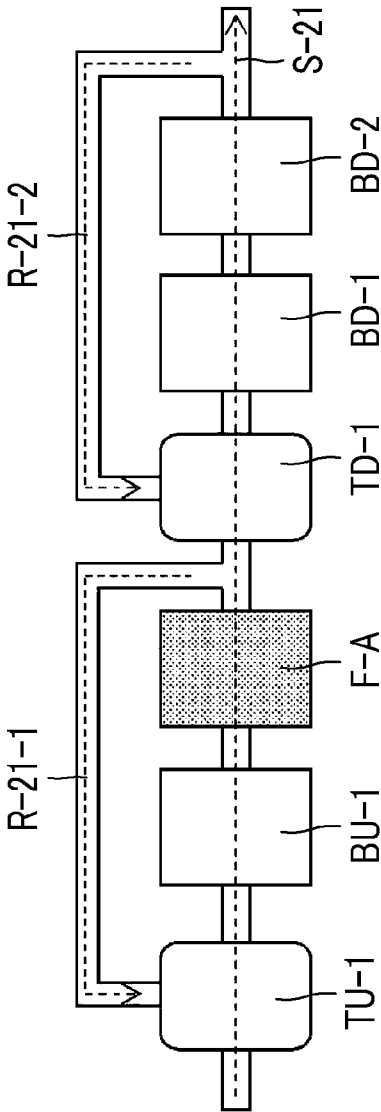
【圖 18】



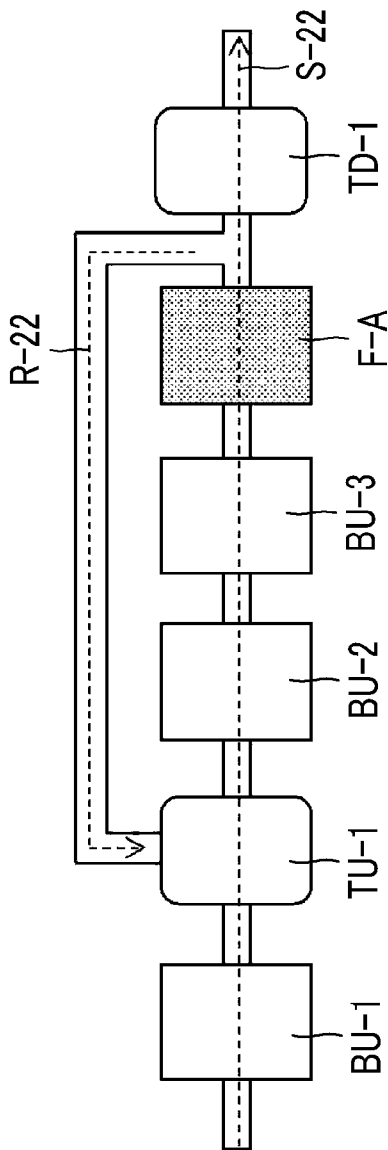
【圖 19】



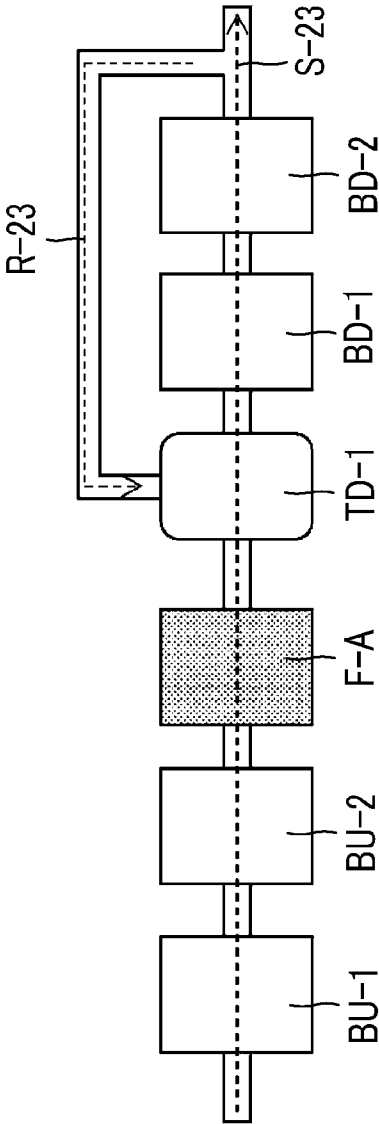
【圖 20】



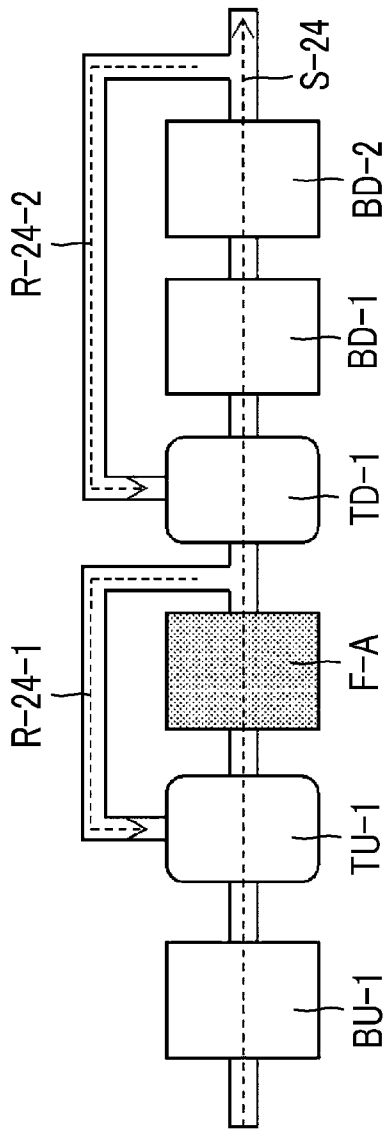
【圖 21】



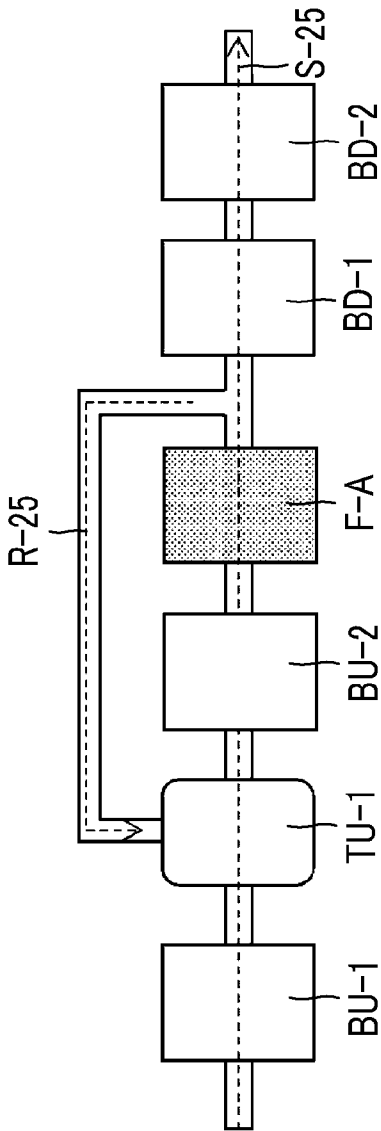
【圖 22】



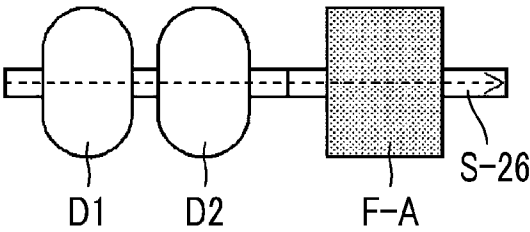
【圖 23】



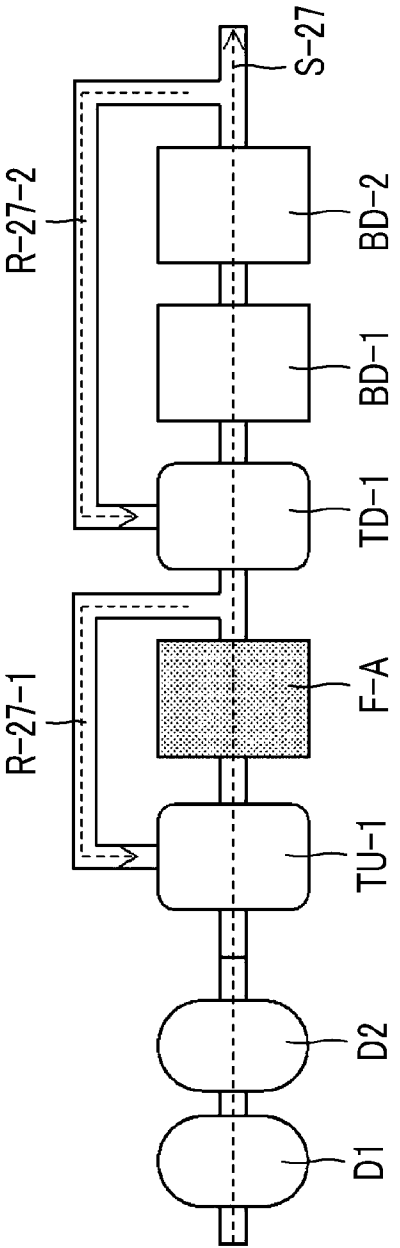
【圖 24】



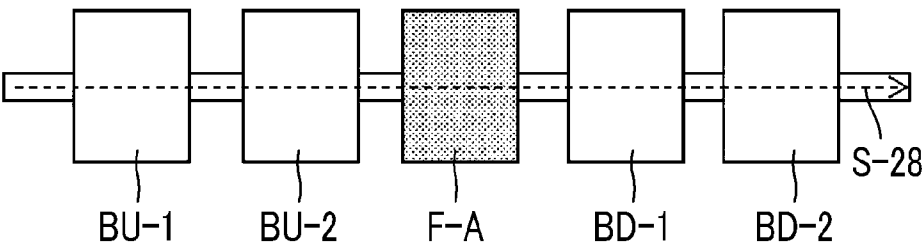
【圖 25】



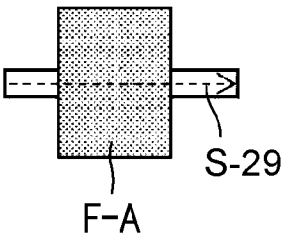
【圖 26】



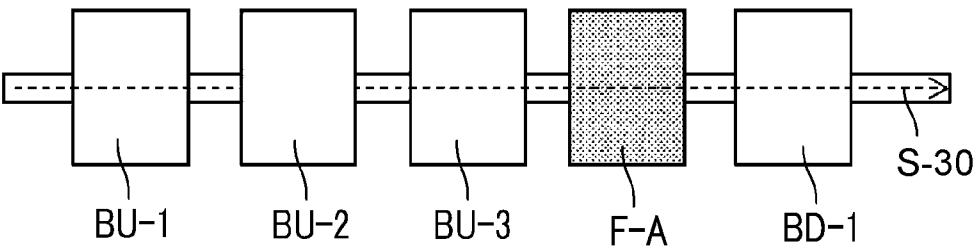
【圖 27】



【圖 28】



【圖 29】



【圖 30】