

(12) 按照专利合作条约所公布的国际申请

(19) 世界知识产权组织
国际局

(43) 国际公布日
2014 年 12 月 18 日 (18.12.2014)



(10) 国际公布号
WO 2014/198078 A1

- (51) 国际专利分类号:
G01N 33/00 (2006.01)
- (21) 国际申请号: PCT/CN2013/078542
- (22) 国际申请日: 2013 年 6 月 30 日 (30.06.2013)
- (25) 申请语言: 中文
- (26) 公布语言: 中文
- (30) 优先权:
201310232747.5 2013 年 6 月 13 日 (13.06.2013) CN
- (71) 申请人: 深圳市华星光电技术有限公司 (SHENZHEN CHINA STAR OPTOELECTRONICS TECHNOLOGY CO., LTD) [CN/CN]; 中国广东省深圳市光明新区塘明大道 9-2 号, Guangdong 518132 (CN)。
- (72) 发明人: 徐蕊 (XU, Rui); 中国广东省深圳市光明新区塘明大道 9-2 号, Guangdong 518132 (CN)。
- (74) 代理人: 广东广和律师事务所等 (GUANGDONG GUANGHE LAW FIRM et al.) 等; 中国广东省深圳市福田区福虹路世贸广场 A 座 20 层, Guangdong 518033 (CN)。

- (81) 指定国 (除另有指明, 要求每一种可提供的国家保护): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW。
- (84) 指定国 (除另有指明, 要求每一种可提供的地区保护): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), 欧亚 (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), 欧洲 (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG)。

本国际公布:

— 包括国际检索报告(条约第 21 条(3))。

(54) Title: SOLUTION FOR TESTING MOISTURE CONTENT IN PHOTORESIST STRIPPING SOLUTION AND TESTING METHOD

(54) 发明名称: 用于测试光阻剥离液中水分含量的溶液及测试方法

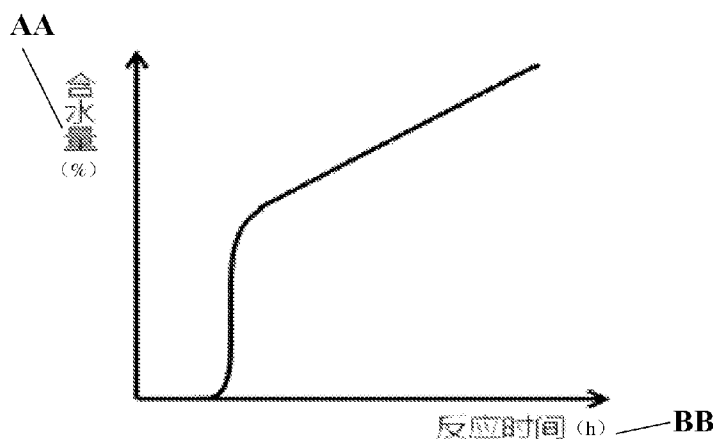


图 1 / FIG. 1

AA Moisture content
BB Reaction time

(57) Abstract: Provided is a solution for testing moisture content in photoresist stripping solution, the photoresist stripping solution comprising organic fatty amine, and the test solution being aromatic organic acid; the aromatic organic acid neutralizes the organic fatty amine to make the photoresist stripping solution weakly acidic; the mass of the aromatic organic acid is 1.2-1.5 times the mass of an equivalent thereof; the organic fatty amine is monoethanolamine; the aromatic organic acid is benzoic acid or salicylic acid. Adding excess aromatic organic acid to the stripping solution of the organic fatty amine, controlling the proportion of the aromatic organic acid to the stripping solution, and pre-neutralizing the organic fatty amine in an inert solvent ensures complete reaction between the organic fatty amine and the aromatic organic acid, and prevents the PH value of the solution from being affected by the excess aromatic organic acid; the excess aromatic organic acid will not upset system balance, thus avoiding side reaction, ensuring accurate and quick measurement and easy and quick operation, and saving cost and improving test timeliness.

(57) 摘要:

[见续页]



WO 2014/198078 A1



本发明提供了一种用于测试光阻剥离液中水分含量的溶液，所述光阻剥离液中包含有有机脂肪胺，所述测试溶液为芳香族有机酸，其中，通过芳香族有机酸中和有机脂肪胺，使得光阻剥离液呈弱酸性。芳香族有机酸的质量为其当量质量的 1.2~1.5 倍，所述有机脂肪胺为单乙醇胺，所述芳香族有机酸为苯甲酸或水杨酸。在有机脂肪胺类的剥离液中加入过量的芳香族有机酸类，控制芳香族有机酸与剥离液的比例，在惰性溶剂中预先中和有机脂肪胺，既能保证有机脂肪胺与芳香族有机酸能完全反应，又不会使得芳香族有机酸过量太多以至于影响溶液的 PH 值，过量的芳香族有机酸不会破坏体系的平衡，避免副反应的发生，量测准确快速，操作简便快速，能节约测试成本和测试时效。

说明书

用于测试光阻剥离液中水分含量的溶液及测试方法

技术领域

本发明涉及 TFT 技术，尤其是指在水 TFT 应用中，测试光阻剥离液中水分含量的溶液及其测试方法。

背景技术

TFT 技术是采用新材料和新工艺的大规模半导体集成电路技术，它是在玻璃或塑料基板等非单晶片上，通过溅射、化学沉积等多部工艺构造极微细的各种膜，并通过蚀刻、剥离等对膜加工制造集成电路。先于基板上通过溅射或者化学沉积形成氧化物绝缘膜或铝合金等导电膜，再在以上膜层上均匀涂上光刻胶，把光刻胶曝光/显影形成给定的图案后，以光刻胶作为掩膜，通过湿法刻蚀或者干法刻蚀，在膜层上得到所需要的图案，然后用剥离液去除作为掩膜的光刻胶图案。

为去除光刻胶图案，在水 TFT 产业发展初期，采用了由苯酚及其衍生物和烷基苯磺酸及氯化物系列有机溶剂所构成的溶液，但是这种剥离剂含有苯酚系列化合物及氯系列有机溶剂，因此具有毒性，而且会腐蚀其下的金属层，且其废液难以处理，而且由于非水溶性而难免使剥离后的清洗工程变得复杂。为解决以上问题的不足，目前多采用由有机脂肪胺和溶剂构成的水溶性剥离剂，其中，有机脂肪胺类的单乙醇胺（MEA）为主要组分的剥离液组合物已被广泛使用。

剥离液配方的组成主要根据采用的光刻胶性质来决定，但基本原则有两个，一个是剥离性，要求剥离后没有光刻胶残留，另一个是要求与图形膜层不能发生化学反应，防止金属电极被腐蚀。单乙醇胺的作用是浸透光刻胶/膜的界面，使光刻胶脱离并溶解。但剥离液中单乙醇胺溶于水，生成碱性物质，容易发生栅极配线中铝被腐蚀的反应，造成该点配线阻抗变大，使用中会由于发热引起断线。另外，铝腐蚀也会导致栅极形状变差，影响下一道工序中成膜的台阶覆盖性，造成点缺陷和线缺陷等残次品。因此，量测并监控好剥离液中的含水量对剥离工艺的质量和 TFT 的制造起着至关重要的作用。

在实际生产中，有采用在线式红外分析仪对剥离液中的水分含量进行量测和监控。但这种方法条件控制严格，结果准确性和可靠性差，而且易受其它挥发组分的影响，常常不能真正满足实际生产中对剥离液中水分含量的实际要求。卡尔费休方法（简称 KF）是一种专属测定水分含量的化学方法，其测量检出限极低，测量结果的准确度高和重现性好，使得其在剥离液这种需要精确测定方面微量水分的领域有很大的应用空间。

传统的卡氏试剂的组成为 SO_2 、 I_2 、有机碱和醇类溶剂，其反应原理如下所示：



$RN = \text{有机碱}$ ，如吡啶，咪唑

根据上述反应式， I_2 和体系中的 H_2O 定量地发生反应，该化学关系是体系中水分测试的定量基础。大量的研究表明，只有量测系统的 PH 在 5~7 之间，KF 反应快速且符合化学计量关系。但剥离液中的单乙醇胺是一种较强的有机碱，随着反应中单乙醇胺的加入，会使反应体系的 PH 值增大，当 PH 值大于 7 时，会破坏体系的平衡和计量关系，引起副反应的发生，同时也会引起测试的无限延迟，甚至不能准确找出测试终点，如图 1 所示。

因此，有必要提供一种测试准确度高、可降低测试成本的用于测试光阻剥离液中的水分含量的测试溶液和测试方法。

发明内容

本发明提供了一种用于测试光阻剥离液中水分含量的溶液，所述光阻剥离液中包含有有机脂肪胺，所述测试溶液为芳香族有机酸，其中，通过芳香族有机酸中和有机脂肪胺，使得光阻剥离液呈弱酸性。

所述芳香族有机酸的当量质量为 $W_{\text{有机脂肪胺}} \% * m_{\text{剥离液}} * \frac{M_{\text{芳香族有机酸}}}{M_{\text{有机脂肪胺}}}$ ， $W_{\text{有机脂肪胺}} \%$ 为有机脂肪胺的质量浓度， $m_{\text{剥离液}}$ 为剥离液的质量， $M_{\text{芳香族有机酸}}$ 为芳香族有机酸的摩尔质量， $M_{\text{有机脂肪胺}}$ 为有机脂肪胺的摩尔质量， $m_{\text{芳香族有机酸}}$ 为芳香族有机酸的质量，优选地， $m_{\text{芳香族有机酸}}$ 为其当量质量的 1.2~1.5 倍， $m_{\text{芳香族有机酸}}$ 为其当量质量的 1.3 倍。

优选地，所述有机脂肪胺为单乙醇胺，所述芳香族有机酸为苯甲酸或水杨酸。

本发明还提供了一种采用溶液测试光阻剥离液中的水分含量的方法，其包括以下步骤：

步骤 1) 取样，量取 $V_1 \text{ml}$ 剥离液，其中，剥离液中有机脂肪胺类的质量浓度为 $W_{\text{有机脂肪胺}} \%$ ，质量为 $m_{\text{剥离液}} \text{g}$ ；

步骤 2) 量取适量体积无水甲醇加入剥离液中，所述无水甲醇的体积为所述剥离液体积 V_1 的 2~3 倍；

步骤 3) 向步骤 2) 中稀释后的剥离液中加入芳香族有机酸，芳香族有机酸的质量为 $m_{\text{芳香族有机酸}} \text{g}$ ，搅拌均匀，其中，芳香族有机酸的当量质量为

$W_{\text{有机脂肪胺}} \% * m_{\text{剥离液}} * \frac{M_{\text{芳香族有机酸}}}{M_{\text{有机脂肪胺}}}$ ， $m_{\text{芳香族有机酸}}$ 为其当量质量的 1.2~1.5 倍， $W_{\text{有机脂肪胺}} \%$ 为剥离液的质量浓度， $m_{\text{剥离液}}$ 为剥离液的质量， $M_{\text{芳香族有机酸}}$ 为芳香族有机酸的摩尔质量， $M_{\text{有机脂肪胺}}$ 为有机脂肪胺的摩尔质量；

步骤 4) 将步骤 3) 中所获取的溶液转移至体积为 $V_2 \text{ml}$ 的容量瓶中，采用无水甲醇润洗，

并将所述溶液定容至 $V_2\text{ml}$;

步骤 5) 通过卡氏进样针从上述溶液中取 $V_3\text{ml}$ 体积的溶液, 于卡氏水分分析仪上测试出其中的水分的绝对含量为 $m_3\text{g}$;

步骤 6) 采取步骤 1) 一步骤 5) 的相同方法测量出无水甲醇溶剂中水分的绝对质量 $m_4\text{g}$, 用于扣除空白, 以扣除无水甲醇中水分背景值;

步骤 7) 用以下计算公式计算出剥离液中的水分含量:

$$\frac{m_3 - m_4}{\frac{m_{\text{剥离液}}}{V_2} * V_3} * 100\%$$

优选地, 所述苯甲酸的纯度大于 99.5%。

在步骤 3) 之前, 将所述苯甲酸在 105°C 的烘箱中加热 20-24h, 然后置于干燥器中冷却至少 1 小时。在步骤 2) 中, 无水甲醇的体积小于步骤 4) 定容容量瓶体积 V_2 的 $2/3$ 。

所述剥离液中的水分含量测定时的 PH 值为 5-7。剥离液中的二甲基亚砷和单乙醇胺的比例为 3: 7。

与现有技术相比, 在针对有机脂肪胺类剥离液中的水分含量测试, 通过本发明的光阻剥离液中水分含量的测量方法采用了预先中和的测量方法, 替代了原有的在线式红外量测方法或直接卡尔费休方法, 在含有有机脂肪胺类的剥离液中加入过量的芳香族有机酸类, 如苯甲酸或水杨酸, 控制芳香族有机酸与剥离液的比例, 在惰性溶剂中预先中和有机脂肪胺, 既能保证有机脂肪胺与芳香族有机酸能完全反应, 又不会使得芳香族有机酸过量太多以至于影响溶液的 PH 值, 将 PH 值控制在弱酸性 5-7 之间, 过量的芳香族有机酸不会破坏体系的平衡, 避免副反应的发生, 量测准确快速, 操作简便快速, 能节约测试成本和测试时效, 不必频繁地更换卡氏试剂, 可大大节约测试的成本, 提高测试的准确性和可重复性, 可在 TFT 行业中大力推广应用。

附图说明

图 1 为现有一种用于测试光阻剥离液中水分含量的溶液的反应曲线;

图 2 为本发明一种用于测试光阻剥离液中水分含量的溶液的反应曲线。

具体实施方式

针对有机脂肪胺类剥离液中水分含量量测时, 有机脂肪胺的加入会破坏卡氏试剂平衡导致测试不准确和测试延迟的现象, 本发明提供了一种用于测试光阻剥离液中水分含量的溶液, 其中, 包含有有机脂肪胺和芳香族有机酸, 其中, 所述芳香族有机酸的质量大于有机脂肪胺。本发明采用在反应前加入过量的芳香族有机酸类, 于惰性溶剂 (如甲醇) 中预先中和

有机脂肪胺类的方法，来克服由于量测体系 PH 的改变导致量测困难的不足，该方法量测准确快速，过量的芳香族有机酸不会破坏体系的平衡，同时操作简便快速，能节约测试成本和测试时效。优选地，所述有机脂肪胺为单乙醇胺，所述芳香族有机酸为苯甲酸或水杨酸。其中，通过芳香族有机酸中和有机脂肪胺，使得光阻剥离液呈弱酸性。

芳香族有机酸以苯甲酸为例，有机脂肪胺以单乙醇胺 MEA 为例，化学反应式如下：



通过过量的苯甲酸中和单乙醇胺 MEA，使其测试反应前的 PH 值为 5-7，使得体系保持平衡和计量关系。

其中，所述芳香族有机酸的当量质量为
$$W_{\text{有机脂肪胺}} \% * m_{\text{剥离液}} * \frac{M_{\text{芳香族有机酸}}}{M_{\text{有机脂肪胺}}}$$
， $W_{\text{有机脂肪胺}} \%$ 为有机脂肪胺的质量浓度， $m_{\text{剥离液}}$ 为剥离液的质量， $M_{\text{芳香族有机酸}}$ 为芳香族有机酸的摩尔质量， $M_{\text{有机脂肪胺}}$ 为有机脂肪胺的摩尔质量。优选地， $m_{\text{芳香族有机酸}}$ 为其当量质量的 1.2~1.5 倍， $m_{\text{芳香族有机酸}}$ 为芳香族有机酸的质量，即芳香族有机酸的质量为其当量质量的 1.2~1.5 倍，通过过量的芳香族有机酸对有机脂肪胺进行中和，既能够保证有机脂肪胺和芳香族有机酸完全反应，又不会使得芳香族有机酸的量过量太多以至于影响剥离液的 PH 值。

参照图 2 所示，通过预先中和的量测方法，控制光阻剥离液中的 PH 值后，进行水分含量的测试，使得测试的反应终点可控，避免了经常性地更换卡氏试剂，造成测试成本的提高。

本发明还提供了一种采用溶液测试光阻剥离液中的水分含量的方法，其包括以下步骤：

以 TFT 行业中最常用的剥离液和最常用的芳香族有机酸苯甲酸为例，其中，剥离液中的主要配方二甲基亚砷（Dimethyl sulfoxide 或 DMSO）和单乙醇胺 MEA 的比例为 DMSO: MEA=3: 7，所述单乙醇胺 MEA 为有机脂肪胺的一种。

步骤 1) 取样，采用移液枪准确量取 $V_1\text{ml}$ 剥离液，其中，有机脂肪胺类单乙醇胺 MEA 的质量浓度为 $W_{\text{MEA}}\%$ ，称取所述剥离液投入 100ml 小烧杯中，并用电子级分析天平准确称其质量为 $m_{\text{剥离液}} \text{ g}$ ；

步骤 2) 量取适量无水甲醇加入剥离液中并搅拌均匀，加入甲醇溶剂反应介质，同时起稀释作用，使得剥离液稀释均匀，所述无水甲醇的体积视步骤 1) 中的剥离液体积而定，优选地，所述无水甲醇的体积为所述剥离液体积 $V_1\text{ml}$ 的 2~3 倍，其中，无水甲醇的水分含量 $\leq 0.05\%$ ；

步骤 3) 向步骤 2) 中稀释后的剥离液中加入芳香族有机酸苯甲酸，芳香族有机酸的质

量为 $m_{\text{苯甲酸}}$ g, 搅拌均匀, 其中, 所述芳香族有机酸的当量质量为 $W_{\text{MEA}}\% * m_{\text{剥离液}} * \frac{M_{\text{苯甲酸}}}{M_{\text{MEA}}}$, $W_{\text{MEA}}\%$ 为单乙醇胺 MEA 的质量浓度, $M_{\text{苯甲酸}}$ 为苯甲酸的摩尔质量, M_{MEA} 为单乙醇胺 MEA 的摩尔质量。优选地, $m_{\text{苯甲酸}}$ 为其当量质量的 1.2~1.5 倍, $m_{\text{苯甲酸}}$ 为苯甲酸的质量, $m_{\text{剥离液}}$ 为剥离液的质量, 加入苯甲酸, 和剥离液中单乙醇胺 MEA 反应, 相当于中和碱, 降低溶液的 PH 值。

苯甲酸当量质量计算说明: 苯甲酸 $\text{C}_6\text{H}_5\text{-COOH}$ 和单乙醇胺 $\text{MEA OHCH}_2\text{-CH}_2\text{NH}_2$ 反应, 反应系数为 1:1 的关系, $M_{\text{苯甲酸}}$ 和 M_{MEA} 分别代表苯甲酸和单乙醇胺 MEA 的摩尔质量, 两者在反应时的相对质量比和绝对质量比值应该相同。剥离液的质量为 $m_{\text{剥离液}}$, 其中单乙醇胺 MEA 的质量浓度为 $w_{\text{MEA}}\%$, $m_{\text{剥离液}} * w_{\text{MEA}}\%$ 为剥离液中单乙醇胺 MEA 的质量。苯甲酸的当量质量为待求未知数, 设为 x , 列方程为:

$$M_{\text{苯甲酸}} : M_{\text{MEA}} = x : (m_{\text{剥离液}} * W_{\text{MEA}}\%), \text{解方程, 得到 } x = \frac{W_{\text{MEA}}\% * m_{\text{剥离液}} * \frac{M_{\text{苯甲酸}}}{M_{\text{MEA}}}}{1};$$

步骤 4) 将步骤 3) 中所获取的溶液转移至体积为 $V_2\text{ml}$ 的容量瓶中, 采用无水甲醇润洗上述称量小烧杯和搅拌剥离棒至少 3 次, 润洗液也转入同一容量瓶中, 并将所述溶液定容至 $V_2\text{ml}$, 将以上溶液转移至容量瓶中并摇匀, 容量瓶的体积 V_2 为已知, 能准确知道溶液的总质量, 为下一步作准备;

步骤 5) 从容量瓶中取一部分样品上机测试, 通过卡氏进样针从上述溶液中取 $V_3\text{ml}$ 体积的溶液, 于卡氏水分分析仪上测试出其中的水分的绝对含量为 $m_3\text{g}$;

步骤 6) 因无水甲醇中也含有微量的水分, 需要扣除甲醇中水分背景值, 采取步骤 1) 一步骤 5) 的相同方法测量出无水甲醇溶剂中水分的绝对质量 $m_4\text{g}$, 用于扣除空白;

步骤 7) 用以下计算公式计算出剥离液中的水分含量:

$$\frac{m_3 - m_4}{\frac{m_{\text{剥离液}}}{V_2} * V_3} * 100\%$$

计算说明:

m_3 为 V_3 体积剥离液中的总含水量, m_4 为同样体积无水甲醇中的含水量, $m_3 - m_4$ 为 V_3 体积剥离液的净含水量。剥离液总质量为 m_1 , 在容量瓶中定容到 V_2 体积, $\frac{m_1}{V_2}$ 相当于单位体积中剥离液质量, 用单位体积中剥离液质量 $\frac{m_1}{V_2}$ 乘以取样体积 V_3 , 即得到步骤 5 中用

于上机测试的剥离液的总质量 $\frac{m_1}{V_2} * V_3$ 。将 V_3 体积剥离液中的净含水量除以取样总质量，即得剥离液中的水分含量百分比。

其中，所述有机脂肪胺为单乙醇胺，所述芳香族有机酸为苯甲酸或水杨酸。所述苯甲酸的纯度大于 99.5%。

在步骤 2) 中，无水甲醇的体积小于步骤 4) 定容容量瓶体积 V_2 的 $2/3$ 。

在步骤 3) 之前，将所述苯甲酸在 105 °C 的烘箱中加热 20-24h，然后置于干燥器中冷却至少 1 小时。

所述剥离液中的水分含量测定时的 PH 值为 5-7。

在针对有机脂肪胺类剥离液中的水分含量测试，通过本发明的光阻剥离液中水分含量的测量方法采用了预先中和的测量方法，替代了原有的在线式红外量测方法或直接卡尔费休方法，在有机脂肪胺类的剥离液中加入过量的芳香族有机酸类，如苯甲酸或水杨酸，控制芳香族有机酸与剥离液的比例，在惰性溶剂中预先中和有机脂肪胺，既能保证有机脂肪胺与芳香族有机酸能完全反应，又不会使得芳香族有机酸过量太多以至于影响溶液的 PH 值，将 PH 值控制在弱酸性 5-7 之间，过量的芳香族有机酸不会破坏体系的平衡，避免副反应的发生，量测准确快速，操作简便快速，能节约测试成本和测试时效，不必频繁地更换卡氏试剂，可大大节约测试的成本，提高测试的准确性和可重复性，可在 TFT 行业中大力推广应用。

权 利 要 求 书

- 1、一种用于测试光阻剥离液中水分含量的溶液，所述光阻剥离液中包含有有机脂肪胺，其中：所述测试溶液为芳香族有机酸，通过芳香族有机酸中和有机脂肪胺，使得光阻剥离液呈弱酸性，所述芳香族有机酸的当量质量为

$$W_{\text{有机脂肪胺}} \% * m_{\text{剥离液}} * \frac{M_{\text{芳香族有机酸}}}{M_{\text{有机脂肪胺}}}$$

， $W_{\text{有机脂肪胺}}$ 为有机脂肪胺的质量浓度， $m_{\text{剥离液}}$ 为剥离液的质量， $M_{\text{芳香族有机酸}}$ 为芳香族有机酸的摩尔质量， $M_{\text{有机脂肪胺}}$ 为有机脂肪胺的摩尔质量， $m_{\text{芳香族有机酸}}$ 为其当量质量的1.2~1.5倍， $m_{\text{芳香族有机酸}}$ 为芳香族有机酸的质量。

- 2、根据权利要求1所述的用于测试光阻剥离液中水分含量的溶液，其中：所述有机脂肪胺为单乙醇胺，所述芳香族有机酸为苯甲酸或水杨酸。

- 3、一种采用如权利要求1所述的溶液测试光阻剥离液中的水分含量的方法，其中包括以下步骤：
步骤1) 取样，量取 $V_1\text{ml}$ 剥离液，其中，剥离液中有机脂肪胺类的质量浓度为 $W_{\text{有机脂肪胺}}\%$ ，质量为 $m_{\text{剥离液}}\text{g}$ ；

步骤2) 量取适量体积无水甲醇加入剥离液中，所述无水甲醇的体积为所述剥离液体积 V_1 的2~3倍；

步骤3) 向步骤2) 中稀释后的剥离液中加入芳香族有机酸，芳香族有机酸的质量为 $m_{\text{芳香族有机酸}}\text{g}$ ，搅拌均匀，其中，芳香族有机酸的当量质量为

$$W_{\text{有机脂肪胺}} \% * m_{\text{剥离液}} * \frac{M_{\text{芳香族有机酸}}}{M_{\text{有机脂肪胺}}}$$

， $m_{\text{芳香族有机酸}}$ 为其当量质量的1.2~1.5倍， $W_{\text{有机脂肪胺}}\%$ 为剥离液的质量浓度， $m_{\text{剥离液}}$ 为剥离液的质量， $M_{\text{芳香族有机酸}}$ 为芳香族有机酸的摩尔质量， $M_{\text{有机脂肪胺}}$ 为有机脂肪胺的摩尔质量；

步骤4) 将步骤3) 中所获取的溶液转移至体积为 $V_2\text{ml}$ 的容量瓶中，采用无水甲醇润洗，并将所述溶液定容至 $V_2\text{ml}$ ；

步骤5) 通过卡氏进样针从上述溶液中取 $V_3\text{ml}$ 体积的溶液，于卡氏水分分析仪上测试出其中的水分的绝对含量为 $m_3\text{g}$ ；

步骤6) 采取步骤1) 一步骤5) 的相同方法测量出无水甲醇溶剂中水分的绝对质量 $m_4\text{g}$ ，用于扣除空白，以扣除无水甲醇中水分背景值；

步骤7) 用以下计算公式计算出剥离液中的水分含量：

$$\frac{m_3 - m_4}{\frac{m_{\text{剥离液}}}{V_2} * V_3} * 100\%$$

- 4、根据权利要求 3 中所述的溶液测试光阻剥离液中的水分含量的方法，其中：所述 $m_{\text{芳香族有机酸}}$ 为其当量质量的 1.3 倍， $m_{\text{芳香族有机酸}}$ 为芳香族有机酸的质量。
- 5、根据权利要求 4 中所述的溶液测试光阻剥离液中的水分含量的方法，其中：所述有机脂肪胺为单乙醇胺，所述芳香族有机酸为苯甲酸或水杨酸。
- 6、根据权利要求 5 中所述的溶液测试光阻剥离液中的水分含量的方法，其中：所述苯甲酸的纯度大于 99.5%。
- 7、根据权利要求 6 中所述的溶液测试光阻剥离液中的水分含量的方法，其中：在步骤 3) 之前，将所述苯甲酸在 105 °C 的烘箱中加热 20-24 小时，然后置于干燥器中冷却至少 1 小时。
- 8、根据权利要求 4 中所述的溶液测试光阻剥离液中的水分含量的方法，其中：在步骤 2) 中，无水甲醇的体积小于步骤 4) 定容容量瓶体积 V_2 的 2/3。
- 9、根据权利要求 3 中所述的溶液测试光阻剥离液中的水分含量的方法，其中：所述剥离液中的水分含量测定时的 PH 值为 5-7。
- 10、根据权利要求 5 中所述的溶液测试光阻剥离液中的水分含量的方法，其中：剥离液中的二甲基亚砷和单乙醇胺的比例为 3：7。

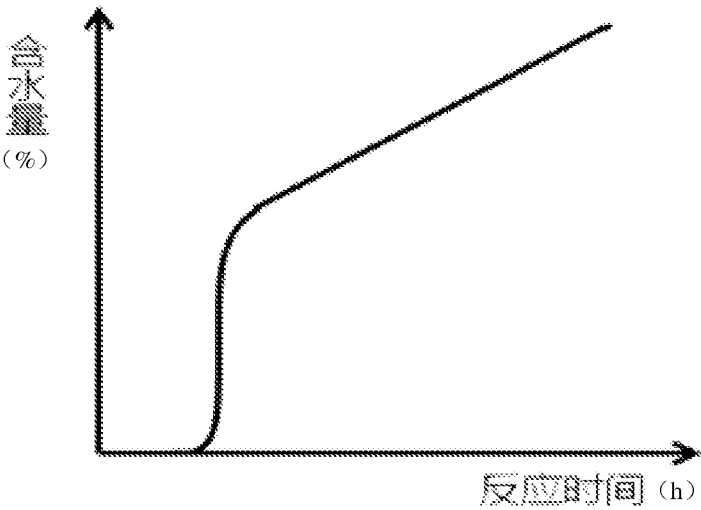


图 1

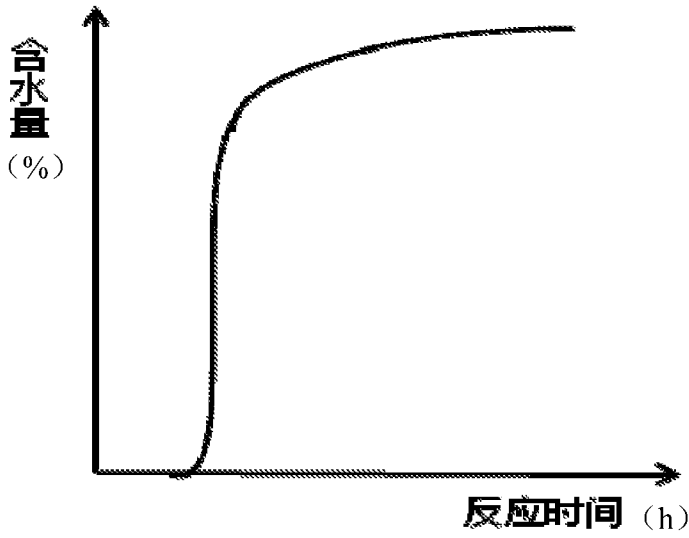


图 2

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/CN2013/078542

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

G01N 33/00 (2006.01) i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC: G01N 33/-, G03F 7/-, H01L 21/-

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

WPI, EPODOC, CNPAT, CNTXT, CNKI: stripper, monitor, aroma s organic acid, alicyclic amine, monoethanolamine, benzoic acid, salicylic acid, measur+, moistur+, content+, photo w resist+, solute+, organic+, fatty+, amin+, acid+, aromatic+, strip+, liquid+

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	CN 1403877 A (HIRAMA LABORATORIES CO., LTD. et al.), 19 March 2003 (19.03.2003), claims 1-6, and description, page 5, paragraph 4	1-10
A	CN 1174343 A (HIRAMA LABORATORIES CO., LTD. et al.), 25 February 1998 (25.02.1998), description, page 10, paragraphs 3-7, and figure 1	1-10
A	CN 101030046 A (DONGJIN SEMICHEM CO., LTD.), 05 September 2007 (05.09.2007), claims 1-5	1-10

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☒ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date	"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	"&" document member of the same patent family
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	

Date of the actual completion of the international search 10 January 2014 (10.01.2014)	Date of mailing of the international search report 13 March 2014 (13.03.2014)
Name and mailing address of the ISA/CN: State Intellectual Property Office of the P. R. China No. 6, Xitucheng Road, Jimenqiao Haidian District, Beijing 100088, China Facsimile No.: (86-10) 62019451	Authorized officer WU, Ruobing Telephone No.: (86-10) 82245318

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.

PCT/CN2013/078542

Patent Documents referred in the Report	Publication Date	Patent Family	Publication Date
CN 1403877 A	19.03.2003	US 2002197079 A1	26.12.2002
		JP 2003005386 A	08.01.2003
		KR 20030001335 A	06.01.2003
		TWI 224243 B	21.11.2004
		CN 1230719 C	07.12.2005
		KR 100489469 B	16.05.2005
CN 1174343 A	25.02.1998	JP 3914721 B2	16.05.2007
		JPH 1022261 A	23.01.1998
		TW 332902 A	01.06.1998
		KR 980011722 A	30.04.1998
		US 5896874 A	27.04.1999
		JP 3093975 B2	03.10.2000
CN 101030046 A	05.09.2007	KR 100248500 B1	15.03.2000
		CN 1078359 C	23.01.2002
		JP 2007241277 A	20.09.2007
		KR 20070090573 A	06.09.2007
		TW 200745785 A	16.12.2007
		CN 101030046 B	24.08.2011
		JP 4833113 B2	07.12.2011

国际检索报告

国际申请号

PCT/CN2013/078542

A. 主题的分类

G01N 33/00 (2006.01)i

按照国际专利分类(IPC)或者同时按照国家分类和 IPC 两种分类

B. 检索领域

检索的最低限度文献(标明分类系统和分类号)

IPC: G01N 33/-, G03F 7/-, H01L 21/-

包含在检索领域中的除最低限度文献以外的检索文献

在国际检索时查阅的电子数据库(数据库的名称, 和使用的检索词(如使用))

WPI, EPODOC, CNPAT, CNTXT, CNKI: 剥离液, 测试, 测量, 监测, 水份, 水分, 芳香 s 有机酸, 脂肪胺, 单乙醇胺, 苯甲酸, 水杨酸, measur+, moistur+, content+, photo w resist+, solute+, organic+, fatty+, amin+, acid+, aromatic+, strip+, liquid+

C. 相关文件

类 型*	引用文件, 必要时, 指明相关段落	相关的权利要求
A	CN 1403877 A (株式会社平间理化研究所等) 19.3 月 2003 (19.03.2003) 权利要求 1-6, 说明书第 5 页第 4 段	1-10
A	CN 1174343 A (株式会社平间理化研究所等) 25.2 月 1998 (25.02.1998) 说明书第 10 页第 3-7 段、附图 1	1-10
A	CN 101030046 A (东进世美肯株式会社) 05.9 月 2007 (05.09.2007) 权利 要求 1-5	1-10

☐ 其余文件在 C 栏的续页中列出。

☒ 见同族专利附件。

* 引用文件的具体类型:

“A” 认为不特别相关的表示了现有技术一般状态的文件

“E” 在国际申请日的当天或之后公布的在先申请或专利

“L” 可能对优先权要求构成怀疑的文件, 或为确定另一篇
引用文件的公布日而引用的或者因其他特殊理由而引
用的文件(如具体说明的)

“O” 涉及口头公开、使用、展览或其他方式公开的文件

“P” 公布日先于国际申请日但迟于所要求的优先权日的文件

“T” 在申请日或优先权日之后公布, 与申请不相抵触, 但为了
理解发明之理论或原理的在后文件

“X” 特别相关的文件, 单独考虑该文件, 认定要求保护的
发明不是新颖的或不具有创造性

“Y” 特别相关的文件, 当该文件与另一篇或者多篇该类文件
结合并且这种结合对于本领域技术人员为显而易见时,
要求保护的发明不具有创造性

“&” 同族专利的文件

国际检索实际完成的日期

10.1 月 2014 (10.01.2014)

国际检索报告邮寄日期

13.3 月 2014 (13.03.2014)

ISA/CN 的名称和邮寄地址:

中华人民共和国国家知识产权局

中国北京市海淀区蓟门桥西土城路 6 号 100088

传真号: (86-10)62019451

授权官员

武若冰

电话号码: (86-10) **82245318**

国际检索报告

关于同族专利的信息

国际申请号

PCT/CN2013/078542

检索报告中引用的 专利文件	公布日期	同族专利	公布日期
CN 1403877 A	19.03.2003	US 2002197079 A1	26.12.2002
		JP 2003005386 A	08.01.2003
		KR 20030001335 A	06.01.2003
		TW I224243 B	21.11.2004
		CN 1230719 C	07.12.2005
		KR 100489469 B	16.05.2005
		JP 3914721 B2	16.05.2007
CN 1174343 A	25.02.1998	JP H1022261 A	23.01.1998
		TW 332902 A	01.06.1998
		KR 980011722 A	30.04.1998
		US 5896874 A	27.04.1999
		JP 3093975 B2	03.10.2000
		KR 100248500 B1	15.03.2000
		CN 1078359 C	23.01.2002
CN 101030046 A	05.09.2007	JP 2007241277 A	20.09.2007
		KR 20070090573 A	06.09.2007
		TW 200745785 A	16.12.2007
		CN 101030046 B	24.08.2011
		JP 4833113 B2	07.12.2011