

(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
2015 年 9 月 17 日 (17.09.2015)



(10) 国际公布号
WO 2015/135230 A1

- (51) 国际专利分类号:
G01N 21/31 (2006.01)
- (21) 国际申请号: PCT/CN2014/074265
- (22) 国际申请日: 2014 年 3 月 28 日 (28.03.2014)
- (25) 申请语言: 中文
- (26) 公布语言: 中文
- (30) 优先权:
201410091097.1 2014 年 3 月 12 日 (12.03.2014) 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)。 张维维 (ZHANG, Weiwei); 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: 深圳市顺天达专利商标代理有限公司 (SHENZHEN STANDARD PATENT & TRADE-MARK AGENT LTD.); 中国广东省深圳市福田区深南大道 1056 号银座国际大厦 810-815 室, Guangdong 518040 (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, IR, 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, SA, 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,

[见续页]

(54) Title: ETCHING SOLUTION CONCENTRATION MEASUREMENT APPARATUS AND METHOD

(54) 发明名称: 蚀刻液浓度测量装置及方法

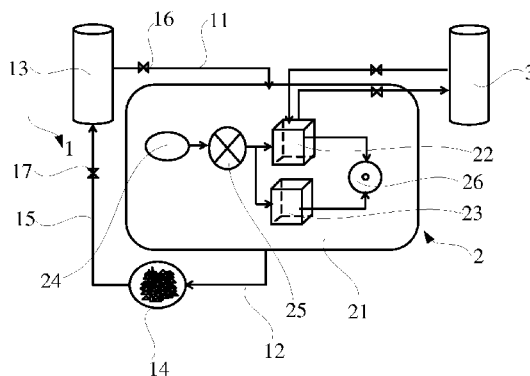


图 2 / FIG. 2

(57) Abstract: An etching solution concentration measurement apparatus and method. The measurement apparatus comprises a concentration measurement mechanism and an acid mist removing mechanism connected to the concentration measurement mechanism. The acid mist removing mechanism is used for removing acid mist inside the concentration measurement mechanism. The concentration measurement mechanism is used for receiving an etching solution in real time, measuring absorbance of acids in a mixed acid of the etching solution in a no-acid-mist environment, and calculating the concentrations of the acids in the mixed acid of the etching solution according to the absorbance. The concentration measurement apparatus overcomes the interference of the acid mist with the measurement of the acid concentration of the mixed acid of the etching solution, so as to rapidly and accurately measure the concentrations of the acids in the mixed acid of the etching solution in an online manner; dried gas is circularly used, and the objective of saving resources is achieved.

(57) 摘要: 一种蚀刻液浓度测量装置及方法, 其中所述测量装置包括浓度测量机构及与所述浓度测量机构相连的酸雾消除机构, 所述酸雾消除机构用于消除所述浓度测量机构内部的酸雾, 所述浓度测量机构用于实时接收蚀刻液并在无酸雾环境下测量所述蚀刻液混酸中各酸的吸光度, 并根据所述吸光度计算所述蚀刻液混酸中各酸的浓度。浓度测量装置克服了酸雾对蚀刻液混酸中酸浓度的测量干扰, 达到快速、准确地在线测定蚀刻液混酸中各种酸的浓度, 并实现干燥气体的循环使用, 达到了节约资源的目的。

WO 2015/135230 A1



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))。

蚀刻液浓度测量装置及方法

技术领域

- [1] 本发明涉及蚀刻液技术领域，更具体地说，涉及一种蚀刻液浓度测量装置及方法。

背景技术

- [2] 湿式蚀刻是 TFT 制造过程中用酸性腐蚀液对金属膜层进行图形化，进而形成栅极（Gate）、源漏极（Source-Drain）、像素（Indium Tin Oxides, ITO）电极的核心工艺。其中，铝和铝常作为导电材料来形成栅极，其蚀刻液可使用多种不同的酸，但大多都是利用强酸混合物（磷酸、硝酸和冰醋酸）对其进行溶解和氧化还原，从而实现栅极膜层的图形化。
- [3] 蚀刻液混酸的组成一般为磷酸（70~72%）、硝酸（1.8~2.0%）、醋酸（9.5~10.5%），其中，硝酸扮演提供 H_3O^+ 的角色，以氧化金属铝铝进行蚀刻；磷酸是提供磷酸根，并与氧化的金属形成络合物从而溶解金属氧化物；醋酸可附着于反应物表面，降低蚀刻液黏度以及提高其浸润性和调整蚀刻速率。在形成栅极和源漏极的蚀刻过程中，硝酸和醋酸会不断地消耗，导致酸的浓度逐渐降低，影响到蚀刻质量。为了避免蚀刻不良的发生，保持所需的蚀刻速度和蚀刻质量，控制硝酸和醋酸的浓度精确显得十分重要，因此在蚀刻过程中需要不断补加新的硝酸和醋酸以确保蚀刻液混酸中的酸组合配比。因此，在生产过程中需要一种混酸在线监测装置来控制各酸浓度，从而保证合适的蚀刻速率和良好的蚀刻质量。
- [4] 如图 1 所示，现有的在线监测装置，利用基于朗伯 - 比尔定律的在线光学式浓度测量机构来监测蚀刻过程中蚀刻液中各酸的浓度。其测量原理为：光源 210 发出多个波长的光，通过单色器 220 后产生特定波长的光，光线透过并行排列的参考池 240 和盛装混酸的样品池 230 后，检测器 250 检测出样品池 230 和参比池 240 的吸光度的差值，最后利用朗伯 - 比尔定律可计算出样品池中各酸的浓度。

- [5] 但在实际生产中，由于在线光学式浓度测量机构是一个密封的容器，其与外部管路相比，在线光学式浓度测量机构始终处于负压状态，而通过外部管路输送到样品池 230 中的混酸在送酸管路和样品池 230 接触面上不可避免地会有少量挥发，尤其是低沸点的醋酸挥发比较严重。日积月累，在在线光学式浓度测量机构负压封闭系统内会形成一种挥之不去的酸雾，酸雾蒙在样品池 230 或参比池 240 的表面，就会影响光的吸收，进而影响酸浓度的测定值。即量测出的酸浓度会比实际偏低或偏高，造成补酸系统补酸过多或不足，最终使蚀刻液中酸的浓度偏大或偏小，从而造成蚀刻的大批次不良和返工修复，给生产造成重大损失。在实际运用中，为克服此雾化现象，需要定期对在线光学式浓度测量机构进行拆机或对测量池进行擦拭，不但破坏测量机构的精密度，重装后的在线光学式浓度测量机构还要重新校准才能投入使用，给实际生产造成诸多不便。
- 发明内容

- [6] 本发明要解决的技术问题在于，针对现有技术的在线光学式测量机构内部会形成酸雾，从而对混酸浓度测量造成干扰的缺陷，提供一种蚀刻液浓度测量装置及方法，以便在蚀刻中快速、经济、准确地测定蚀刻液中各酸浓度。
- [7] 本发明解决其技术问题所采用的技术方案是：构造一种蚀刻液浓度测量装置，包括浓度测量机构及与所述浓度测量机构相连的酸雾消除机构，所述酸雾消除机构用于消除所述浓度测量机构内部的酸雾，所述浓度测量机构用于实时接收蚀刻液并在无酸雾环境下测量所述蚀刻液混酸中各酸的吸光度，并根据所述吸光度计算所述蚀刻液混酸中各酸的浓度。
- [8] 在本发明所述的蚀刻液浓度测量装置中，还包括与所述浓度测量机构相连的盛装所述蚀刻液的供应槽，所述供应槽用于实时向所述浓度测量机构供应蚀刻液。
- [9] 在本发明所述的蚀刻液浓度测量装置中，所述酸雾消除机构内有干燥气体，且所述酸雾消除机构与所述浓度测量机构之间形成循环回路，所述酸雾消除机构内的干燥气体在将所述浓度测量机构内的酸雾带出并对带出的酸雾进行干燥处理后，所述处理后的干燥气体又循环至所述浓度测量机构内。
- [10] 在本发明所述的蚀刻液浓度测量装置中，所述酸雾消除机构包括：

- [11] 分别与所述浓度测量机构连接的进气管路和出气管路；
- [12] 与所述进气管路固定连接的储气罐，所述干燥气体装在所述储气罐内；
- [13] 设置在所述出气管路与所述储气罐之间的干燥罐，且所述储气罐、进气管路、浓度测量机构、出气管路和干燥罐形成所述循环回路，所述干燥罐内装有干燥剂。
- [14] 在本发明所述的蚀刻液浓度测量装置中，所述储气罐内装的干燥气体为空气或氮气。
- [15] 在本发明所述的蚀刻液浓度测量装置中，所述干燥剂为氧化钙和氢氧化钠的混合物。
- [16] 在本发明所述的蚀刻液浓度测量装置中，还包括用于连通所述干燥罐和储气罐的单向管路，所述干燥罐干燥后的干燥气体经所述单向管路回流至所述储气罐内。
- [17] 在本发明所述的蚀刻液浓度测量装置中，所述蚀刻液按重量百分含量包括：
70% ~ 72% 磷酸，1.8% ~ 2.0% 硝酸，9.5% ~ 10.5% 醋酸和余量的水。
- [18] 在本发明所述的蚀刻液浓度测量装置中，所述进气管路上设有用于调节所述储气罐内的干燥气体流量的第一阀门，所述单向管路上设有用于调节所述干燥罐内的干燥气体流量的第二阀门。
- [19] 本发明的另一方面，还提供了一种蚀刻液浓度测量装置，包括浓度测量机构、用于实时向所述浓度测量机构供应蚀刻液的供应槽及与所述浓度测量机构相连的酸雾消除机构，所述酸雾消除机构包括：
- [20] 分别与所述浓度测量机构连接的进气管路和出气管路；
- [21] 与所述进气管路固定连接的储气罐，所述储气罐内装有干燥气体；
- [22] 设置在所述出气管路与所述储气罐之间的干燥罐，且所述储气罐、进气管路、浓度测量机构、出气管路和干燥罐形成循环回路，所述干燥罐内装有干燥剂；
- [23] 所述干燥气体经进气管路进入所述浓度测量机构内并将所述浓度测量机构内的酸雾带出，经所述干燥罐进行干燥处理后，所述处理后的干燥气体又循环至所述浓度测量机构内；
- [24] 所述浓度测量机构用于实时接收蚀刻液并在无酸雾环境下测量所述蚀刻液混

酸中各酸的吸光度，并根据所述吸光度计算所述蚀刻液混酸中各酸的浓度。

[25] 在本发明所述的蚀刻液浓度测量装置中，所述储气罐内装的干燥气体为空气或氮气。

[26] 在本发明所述的蚀刻液浓度测量装置中，所述干燥剂为氧化钙和氢氧化钠的混合物。

[27] 在本发明所述的蚀刻液浓度测量装置中，还包括用于连通所述干燥罐和储气罐的单向管路，所述干燥罐干燥后的干燥气体经所述单向管路回流至所述储气罐内。

[28] 在本发明所述的蚀刻液浓度测量装置中，所述蚀刻液按重量百分含量包括：70% ~ 72% 磷酸，1.8% ~ 2.0% 硝酸，9.5% ~ 10.5% 醋酸和余量的水。

[29] 在本发明所述的蚀刻液浓度测量装置中，所述进气管路上设有用于调节所述储气罐内的干燥气体流量的第一阀门，所述单向管路上设有用于调节所述干燥罐内的干燥气体流量的第二阀门。

[30] 本发明还提供了一种蚀刻液浓度测量方法，利用蚀刻液浓度测量装置进行测量，所述蚀刻液浓度测量装置包括浓度测量机构、为所述浓度测量机构供应蚀刻液的供应槽及用于消除所述浓度测量机构内的酸雾的酸雾消除机构；所述测量方法包括以下步骤：

[31] 连接所述酸雾消除机构与浓度测量机构；

[32] 将所述供应槽与浓度测量机构在线连接起来；

[33] 所述供应槽内的蚀刻液流向所述浓度测量机构内，开启所述酸雾消除机构，使所述浓度测量机构内部的酸雾被带出并将带出的酸雾进行干燥处理后循环至所述浓度测量机构内再带出酸雾；

[34] 所述浓度测量机构在无酸雾环境下实时测量所述蚀刻液混酸中各酸的吸光度，并根据所述吸光度计算所述蚀刻液混酸中各酸的浓度。

[35] 实施本发明的蚀刻液浓度测量装置及方法，具有以下有益效果：通过设置与浓度测量机构相连通酸雾消除机构，且该酸雾消除机构与浓度测量机构之间形成循环回路，并用于消除浓度测量机构内的由于蚀刻液挥发所形成的酸雾，从而克服了酸雾对蚀刻液混酸中酸浓度的测量干扰，达到快速、准确地在线测定蚀

刻液混酸中各种酸的浓度，并实现干燥气体的循环使用，达到了节约资源的目的。

附图说明

[36] 下面将结合附图及实施例对本发明作进一步说明，附图中：

[37] 图 1 是现有的浓度测量机构的内部结构框图；

[38] 图 2 是本发明较佳实施例提供的蚀刻液浓度测量装置的结构框图。

具体实施方式

[39] 为了对本发明的技术特征、目的和效果有更加清楚的理解，现对照附图详细说明本发明的具体实施方式。

[40] 如图 1 所示，本发明较佳实施例提供的蚀刻液浓度测量装置，包括酸雾消除机构 1、浓度测量机构 2 和供应槽 3。其中供应槽 3 内盛装有蚀刻液，并用于为浓度测量机构 2 实时在线供应蚀刻液，酸雾消除机构 1 与浓度测量机构 2 相连，并用于消除浓度测量机构 2 内部的酸雾，以使浓度测量机构 2 在无酸雾环境下实时测量蚀刻液混酸中各酸的吸光度，并根据该吸光度计算蚀刻液混酸中各酸的浓度，使浓度测量更加精确，从而达到准确控制和监控蚀刻液混酸中各酸的浓度，提高蚀刻质量的目的。

[41] 进一步地，酸雾消除机构 1 内具有干燥气体，酸雾消除机构 1 与浓度测量机构 2 之间形成循环回路，酸雾消除机构 1 内的干燥气体在将浓度测量机构 2 内的酸雾带出后，并对带出的酸雾进行干燥处理，然后经干燥处理后的干燥气体又循环至浓度测量机构 2 内再次带出酸雾，如此反复在酸雾消除机构 1 与浓度测量机构 2 之间形成循环回路，实现资源的合理利用。

[42] 供应槽 3 用于盛装蚀刻液，且该供应槽 3 经过连接管线进入蚀刻机台（未示出），为 TFT 制造过程提供必需的蚀刻液。本实施例中，该供应槽 3 与浓度测量机构 2 双向在线连接，以使供应槽 3 中的蚀刻液流向浓度测量机构 2 内，完成对蚀刻液混酸中各酸浓度的测量，然后测量完毕的蚀刻液又通过管路流回至供应槽 3 内，实现蚀刻液的循环使用。优选地，供应槽 3 内的蚀刻液为铝蚀刻液，且蚀刻液按重量百分含量包括 70%～72% 磷酸，1.8%～2.0% 硝酸，9.5%～10.5% 醋酸和余量的水。

- [43] 浓度测量机构 2 是基于朗伯 - 比尔定律定量测定蚀刻液混酸中各酸的浓度, 且该浓度测量机构 2 与供应槽 3 在线连接, 以实现对该供应槽 3 中的蚀刻液混酸中各种酸的吸光度和浓度进行实时在线测量。
- [44] 浓度测量机构 2 为一个密封的容器, 包括密封腔 21、以及容纳在密封腔 21 内的光源 24、单色器 25、样品池 22、参比池 23 和检测器 26。其中, 密封腔 21 与浓度测量机构 2 外部其它管路相比, 密封腔 21 始终处于负压状态, 以使外部供应槽 3 内的蚀刻液流入密封腔 21 内。样品池 22 和参比池 23 具有相同的光程且并行排列, 单色器 25 和检测器 26 设置在样品池 22 和参比池 23 的两侧, 该浓度测量机构 2 的测量原理为: 光源 24 发出的光经过单色器 25 后, 再分别经过平行排列的样品池 22 和参比池 23, 从而检测器 26 获得样品池 22 和参比池 23 中的吸光度的差值, 最后将得到的吸光度的差值进行计算, 从而获得样品池 22 和参比池 23 中的浓度差值, 具体的浓度测量机构 2 的工作原理为现有技术, 在此不再赘述。本实施例中, 样品池 22 与供应槽 3 之间双向连接, 以使供应槽 3 内的蚀刻液流入样品池 22 内, 完成对蚀刻液混酸中各酸浓度的实时在线监测, 且量测完毕后的蚀刻液混酸又通过管路流回至供应槽 3 内, 实现蚀刻液的循环使用。
- [45] 参比池 23 内装的是水溶液, 样品池 22 内是蚀刻液, 由此通过该浓度测量机构 2 测量出的浓度差值实际上就是样品池 22 内蚀刻液混酸中各酸的浓度, 也即该浓度测量机构 2 测量出的是蚀刻过程中蚀刻液中的硝酸、磷酸和醋酸各自的浓度。则在蚀刻过程中, 通过将测量的硝酸、磷酸和醋酸的浓度与在蚀刻过程中需要的标准的蚀刻液中各酸的浓度进行比较, 从而可以得出需要向蚀刻液中加入的硝酸、磷酸和醋酸的量, 以实现及时地向供应槽 3 内补充硝酸、磷酸和 / 或醋酸, 保证蚀刻速度和蚀刻质量。在其它实施例中, 参比池 23 也可为空的, 即在参比池 23 内不装任何溶液。
- [46] 同时在将供应槽 3 内的蚀刻液送入样品池 22 时, 外部送酸管路与样品池 22 的接触面上不可避免地会有少许酸挥发, 尤其是蚀刻液中低沸点的醋酸挥发比较严重。久而久之, 越来越多的酸雾弥漫在浓度测量机构 2 的内部, 即酸雾在浓度测量机构 2 内部不断扩散, 使密封腔 21 内形成挥之不去的酸雾, 且随着时间

的延长，密封腔 21 内的酸雾越来越多。

[47] 酸雾消除机构 1 与浓度测量机构 2 之间形成循环回路，并用于消除浓度测量机构 2 内的酸雾，该酸雾消除机构 1 包括进气管路 11、出气管路 12、储气罐 13、干燥罐 14 和单向管路 15。

[48] 进气管路 11 和出气管路 12 均设置在浓度测量机构 2 的外部，且进气管路 11 和出气管路 12 均与浓度测量机构 2 连接。储气罐 13 内装有干燥气体，且储气罐 13 与进气管路 11 连接；干燥罐 14 的一端与出气管路 12 连接，另一端通过单向管路 15 与储气罐 13 连接，即干燥罐 14 设置在出气管路 12 与储气罐 13 之间。由此，储气罐 13、进气管路 11、浓度测量机构 2、出气管路 12、干燥罐 14 和单向管路 15 依次连接，并形成了一个闭合的循环回路；且干燥罐 14 内装有能吸收酸雾和水汽的干燥剂，具体地干燥剂为氧化钙和氢氧化钠的混合物。

[49] 其中，储气罐 13 内装的干燥气体为空气或氮气，优选地干燥气体为惰性气体氮气。当储气罐 13 内的干燥气体经进气管路 11 流入密封腔 21 时，随着干燥气体的不断通入，密封腔 21 内部压强越来越大，当密封腔 21 的内部压强等于或大于外部压强时，密封腔 21 内的干燥气体会携带密封腔 21 内的酸雾通过出气管路 12 流入干燥罐 14 内；由于干燥罐 14 内装有干燥剂，则从密封腔 21 内流出的酸性物质和水汽被干燥罐 14 内的干燥剂吸附干燥，使从干燥罐 14 流出的气体仅为干燥气体（不包含酸雾和水汽），则该干燥气体进一步经单向管路 15 再流入储气罐 13 内，进而又可流入浓度测量机构 2 内携带酸雾，实现干燥气体的循环使用，达到节约资源的目的。具体地，当干燥气体携带密封腔 21 内的酸雾从出气管路 12 流至干燥罐 14 内时，干燥罐 14 内的氧化钙吸收混合气体中的水汽，氢氧化钠吸收其中的酸性物质，则从干燥罐 14 流出的气体只有干燥气体，实现了资源的合理利用；而且当干燥罐 14 内的干燥剂吸收水汽和酸性物质达到一定程度时，干燥剂会失效，此时可对干燥罐 14 内的干燥剂进行更换。

[50] 本实施例中，进气管路 11 和出气管路 12 与浓度测量机构 2 之间的连接方式可为焊接、铆接、螺纹连接等现有的常规方式，在此不做限定。而且为了控制储气罐 13 内的干燥气体的流量，在进气管路 11 上设有第一阀门 16，即第一阀门 16 用于调节储气罐 13 内的干燥气体的流量，则当浓度测量机构 2 内的酸雾

较多时，相应地可通过第一阀门加大干燥气体的流量；同理，在单向管路 15 上也设有用于调节干燥气体流量的第二阀门 17，即通过第二阀门 17 来调节经干燥罐 14 流入储气罐 13 内的干燥气体流量。

[51] 本发明的蚀刻液浓度测量装置，通过设置与浓度测量机构 2 相连通酸雾消除机构 1，且该酸雾消除机构 1 与浓度测量机构 2 之间形成循环回路，并用于消除浓度测量机构 2 内的由于蚀刻液挥发所形成的酸雾，从而克服了酸雾对蚀刻液混酸中酸浓度的测量干扰，达到准确控制和监控蚀刻液混酸中各酸浓度的目的。具体地 储气罐 13、进气管路 11、浓度测量机构 2、出气管路 12 和干燥罐 14 形成所述循环回路，使储气罐 13 内的干燥气体经进气管路 11 流入浓度测量机构 2 内，并携带浓度测量机构 2 内的酸雾从出气管路 12 流出至干燥罐 14 内，并经干燥罐 14 内的干燥剂将酸雾干燥吸收后，干燥气体又经单向回路循环流至储气罐 13 内，克服了酸雾对蚀刻液混酸浓度测量的干扰，达到快速、准确地在线测定蚀刻液混酸中各种酸的浓度，并实现干燥气体的循环使用，达到了节约资源的目的；且无需对浓度测量机构 2 进行拆机和擦拭，提高了浓度测量机构 2 的使用寿命。

[52] 本发明的另一方面，还提供了一种蚀刻液浓度的测量方法，该测量方法是利用上述的蚀刻液浓度测量装置完成的，该浓度测量装置包括浓度测量机构 2、为浓度测量机构 2 供应蚀刻液的供应槽 3 及用于消除浓度测量机构 2 内的酸雾的酸雾消除机构 1，且酸雾消除机构 1 与浓度测量机构 2 之间形成循环回路，具体地酸雾消除机构 1、浓度测量机构 2 和供应槽 3 的连接关系在上述测量装置中已经详述过，在此不再赘述。

[53] 该蚀刻液浓度测量方法包括以下步骤：

[54] 连接所述酸雾消除机构 1 与浓度测量机构 2；

[55] 将所述供应槽 3 与浓度测量机构 2 在线连接起来；

[56] 所述供应槽 1 内的蚀刻液流向所述浓度测量机构 2 内，开启所述酸雾消除机构 1，使所述浓度测量机构 2 内部的酸雾被带出并将带出的酸雾进行干燥处理后循环至所述浓度测量机构 2 内再带出酸雾；

[57] 所述浓度测量机构 2 在无酸雾环境下实时测量所述蚀刻液混酸中各酸的吸光度

，并根据所述吸光度计算所述蚀刻液混酸中各酸的浓度。

[58] 本发明的蚀刻液浓度测量方法，首先将储气罐 13、进气管路 11、浓度测量机构 2、出气管路 12、干燥罐 14 和单向管路 15 依次连接起来，形成一个循环回路；然后在参比池 23 内装入参比溶液水，将装有蚀刻液的供应槽 3 与浓度测量机构 2 双向连接起来，具体地是将供应槽 3 与样品池 22 在线双向连接，以实现供应槽 3 内的蚀刻液在线流向样品池 22 内；接着打开进气管路 11 上的第一阀门 16 和单向管路 15 上的第二阀门 17，使储气罐 13 内的干燥气体流入浓度测量机构 2 内部并将浓度测量机构 2 内的酸雾带出，并实现干燥气体的循环使用；最后浓度测量机构 2 测量出样品池 22 中的蚀刻液与参比池 23 中的水溶液之间的吸光度之差，该吸光度之差也即样品池 22 中蚀刻液混酸中各酸的吸光度，然后根据该吸光度就可计算出蚀刻液中各酸的浓度。具体地根据吸光度计算浓度的方法为现有技术，在此不再详述。完成对蚀刻液混酸中各酸浓度的测量后，样品池 22 内的蚀刻液混酸又通过管路流回至供应槽 3 内，实现蚀刻液的循环使用。

[59] 本发明的蚀刻液浓度的测量方法，能够及时将浓度测量机构 2 内的酸雾带出，克服了酸雾对蚀刻液浓度测量的干扰，从而达到准确控制和监控蚀刻液混酸中各酸浓度的目的；且能够实时在线测量蚀刻液混酸中各酸的浓度，在蚀刻过程中及时补加新的硝酸、醋酸和 / 或磷酸并保证准确的酸组合配比，保证获得高精度的蚀刻图像。

[60] 上面结合附图对本发明的实施例进行了描述，但是本发明并不局限于上述的具体实施方式，上述的具体实施方式仅仅是示意性的，而不是限制性的，本领域的普通技术人员在本发明的启示下，在不脱离本发明宗旨和权利要求所保护的范围情况下，还可做出很多形式，这些均属于本发明的保护之内。

权利要求书

- [权利要求 1] 一种蚀刻液浓度测量装置，其中，包括浓度测量机构及与所述浓度测量机构相连的酸雾消除机构，所述酸雾消除机构用于消除所述浓度测量机构内部的酸雾，所述浓度测量机构用于实时接收蚀刻液并在无酸雾环境下测量所述蚀刻液混酸中各酸的吸光度，并根据所述吸光度计算所述蚀刻液混酸中各酸的浓度。
- [权利要求 2] 根据权利要求 1 所述的蚀刻液浓度测量装置，其中，还包括与所述浓度测量机构相连的盛装所述蚀刻液的供应槽，所述供应槽用于实时向所述浓度测量机构供应蚀刻液。
- [权利要求 3] 根据权利要求 1 所述的蚀刻液浓度测量装置，其中，所述酸雾消除机构内有干燥气体，且所述酸雾消除机构与所述浓度测量机构之间形成循环回路，所述酸雾消除机构内的干燥气体在将所述浓度测量机构内的酸雾带出并对带出的酸雾进行干燥处理后，所述处理后的干燥气体又循环至所述浓度测量机构内。
- [权利要求 4] 根据权利要求 3 所述的蚀刻液浓度测量装置，其中，所述酸雾消除机构包括：
分别与所述浓度测量机构连接的进气管路和出气管路；
与所述进气管路固定连接的储气罐，所述干燥气体装在所述储气罐内；
设置在所述出气管路与所述储气罐之间的干燥罐，且所述储气罐、进气管路、浓度测量机构、出气管路和干燥罐形成所述循环回路，所述干燥罐内装有干燥剂。
- [权利要求 5] 根据权利要求 4 所述的蚀刻液浓度测量装置，其中，所述储气罐内装的干燥气体为空气或氮气。
- [权利要求 6] 根据权利要求 4 所述的蚀刻液浓度测量装置，其中，所述干燥剂为氧化钙和氢氧化钠的混合物。
- [权利要求 7] 根据权利要求 4 所述的蚀刻液浓度测量装置，其中，还包括用于连通所述干燥罐和储气罐的单向管路，所述干燥罐干燥后的干燥

气体经所述单向管路回流至所述储气罐内。

[权利要求 8] 根据权利要求 1 所述的蚀刻液浓度测量装置，其中，所述蚀刻液按重量百分含量包括：70% ~ 72% 磷酸，1.8% ~ 2.0% 硝酸，9.5% ~ 10.5% 醋酸和余量的水。

[权利要求 9] 根据权利要求 7 所述的蚀刻液浓度测量装置，其中，所述进气管路上设有用于调节所述储气罐内的干燥气体流量的第一阀门，所述单向管路上设有用于调节所述干燥罐内的干燥气体流量的第二阀门。

[权利要求 10] 一种蚀刻液浓度测量装置，其中，包括浓度测量机构、用于实时向所述浓度测量机构供应蚀刻液的供应槽及与所述浓度测量机构相连的酸雾消除机构，所述酸雾消除机构包括：
分别与所述浓度测量机构连接的进气管路和出气管路；
与所述进气管路固定连接的储气罐，所述储气罐内装有干燥气体；
；
设置在所述出气管路与所述储气罐之间的干燥罐，且所述储气罐、进气管路、浓度测量机构、出气管路和干燥罐形成循环回路，所述干燥罐内装有干燥剂；
所述干燥气体经进气管路进入所述浓度测量机构内并将所述浓度测量机构内的酸雾带出，经所述干燥罐进行干燥处理后，所述处理后的干燥气体又循环至所述浓度测量机构内；
所述浓度测量机构用于实时接收蚀刻液并在无酸雾环境下测量所述蚀刻液混酸中各酸的吸光度，并根据所述吸光度计算所述蚀刻液混酸中各酸的浓度。

[权利要求 11] 根据权利要求 10 所述的蚀刻液浓度测量装置，其中，所述储气罐内装的干燥气体为空气或氮气。

[权利要求 12] 根据权利要求 10 所述的蚀刻液浓度测量装置，其中，所述干燥剂为氧化钙和氢氧化钠的混合物。

[权利要求 13] 根据权利要求 10 所述的蚀刻液浓度测量装置，其中，还包括用于

连通所述干燥罐和储气罐的单向管路，所述干燥罐干燥后的干燥气体经所述单向管路回流至所述储气罐内。

[权利要求 14] 根据权利要求 10 所述的 蚀刻液浓度测量装置，其中，所述蚀刻液按重量百分含量包括：70% ~ 72% 磷酸，1.8% ~ 2.0% 硝酸，9.5% ~ 10.5% 醋酸和余量的水。

[权利要求 15] 根据权利要求 10 所述的 蚀刻液浓度测量装置，其中，所述进气管路上设有用于调节所述储气罐内的干燥气体流量的第一阀门，所述单向管路上设有用于调节所述干燥罐内的干燥气体流量的第二阀门。

[权利要求 16] 一种 蚀刻液浓度测量方法，利用蚀刻液浓度测量装置进行测量，其中，所述蚀刻液浓度测量装置包括浓度测量机构、为所述浓度测量机构供应蚀刻液的供应槽及用于消除所述浓度测量机构内的酸雾的酸雾消除机构；所述测量方法 包括以下步骤：

连接 所述 酸雾消除机构与浓度测量机构；

将 所述 供应槽与浓度测量机构在线连接起来；

所述供应槽内的蚀刻液流向所述浓度测量机构内，开启所述酸雾消除机构，使所述浓度测量机构内部的酸雾被带出并将带出的酸雾进行 干燥 处理后循环至所述浓度测量机构内 再带出酸雾；

所述浓度测量机构在无酸雾环境下实时测量所述蚀刻液混酸中各酸的吸光度，并根据所述吸光度计算所述蚀刻液混酸中各酸的浓度。

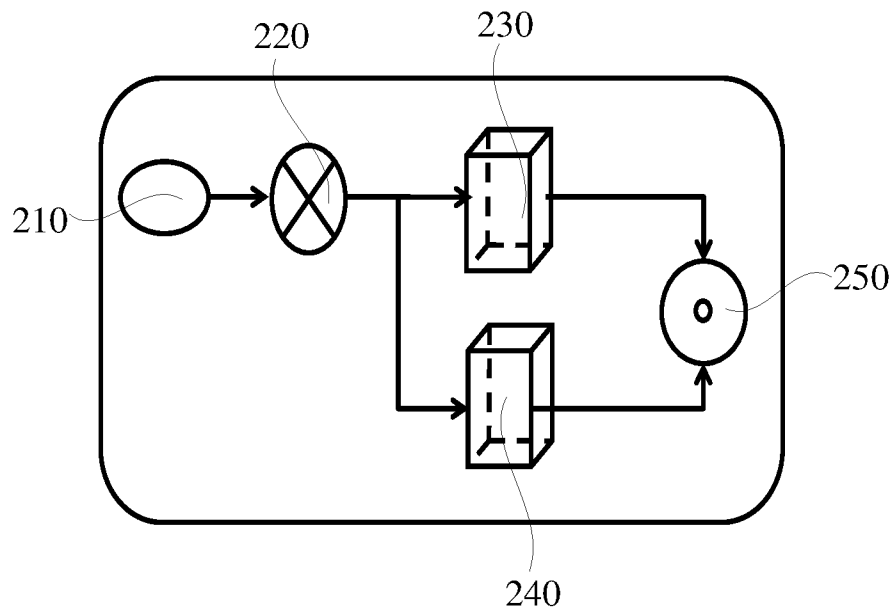


图 1

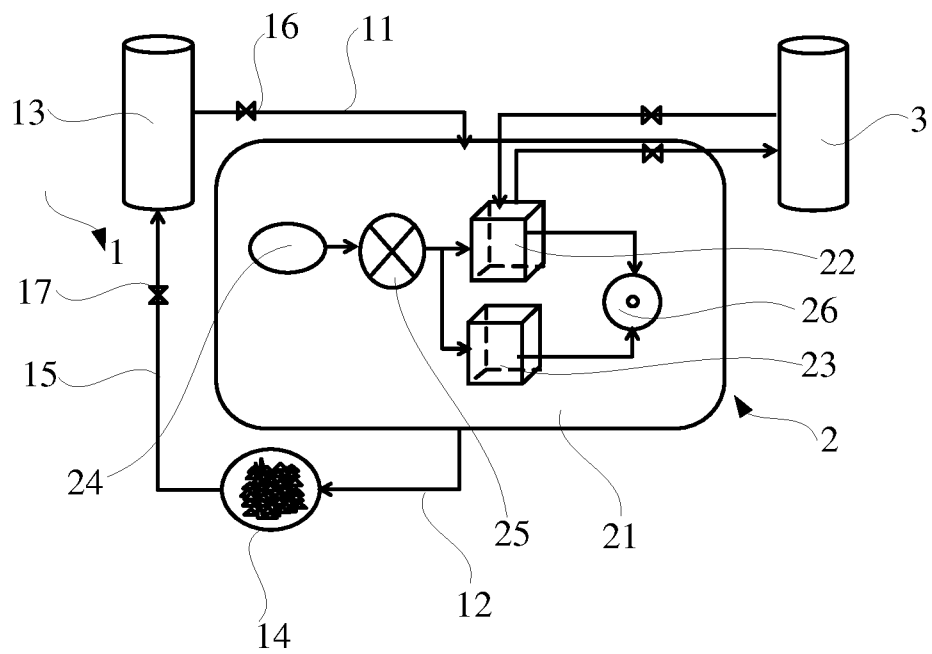


图 2

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/CN2014/074265

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

G01N 21/31(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)

G01N

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, CNKI, CNPAT, CA: XU, Rui; ZHANG, Weiwei; CHINA STAR OPTOELECTRONICS, concentration, cycle, dry, gas, acid mist, ETCH, ACID, CONCENTRATE, MEASURE, MIST, ELIMINATE, ABSORBENCY

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	CN 1667514 A (DONGJIN SEMICHEM CO., LTD.), 14 September 2005 (14.09.2005), description, page 2, lines 16-30, and figures 1-2	1-16
Y	CN 103180029 A (SOLVAY S.A.), 26 June 2013 (26.06.2013), description, paragraphs 0005, 0026 and 0066	1-16
Y	CN 101567309 A (HIRAMA LABORATORIES CO., LTD.), 28 October 2009 (28.10.2009), description, page 6, paragraph 3 to page 7, paragraph 4, and figure 1	1-16
A	CN 102778532 A (SHENZHEN CHINA STAR OPTOELECTRONICS TECHNOLOGY CO., LTD.), 14 November 2012 (14.11.2012), description, paragraphs 0007-0031	1-16
A	CN 202683059 U (CHENGDU HONHUA ENVIRONMENTAL TECHNOLOGY CO., LTD.), 23 January 2013 (23.01.2013), description, paragraphs 0015-0021	1-16
A	US 5897378 A (MATSUSHITA ELECTRIC IND. CO., LTD.), 27 April 1999 (27.04.1999), description, column 9, last 65 lines to column 10, line 53, and figure 1	1-16

☐ 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 20 November 2014 (20.11.2014)	Date of mailing of the international search report 17 December 2014 (17.12.2014)
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 WANG, Chunhui Telephone No.: (86-10) 82245415

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.

PCT/CN2014/074265

Patent Documents referred in the Report	Publication Date	Patent Family	Publication Date
CN 1667514 A	14 September 2005	US 7307259 B2	11 December 2007
		EP 1577662 B1	06 May 2009
		CN 100510969 C	08 July 2009
		DE 602005014302 D1	18 June 2009
		JP 2005260238 A	22 September 2005
		US 2005202564 A1	15 September 2005
		EP 1577662 A2	21 September 2005
		KR 100909184 B1	23 July 2009
		EP 1577662 A3	11 October 2006
		KR 20050091288 A	15 September 2005
		JP 4775937 B2	21 September 2011
CN 103180029 A	26 June 2013	KR 20130111554 A	10 October 2013
		WO 2012035000 A1	22 March 2012
		JP 2013539717 A	28 October 2013
CN 101567309 A	28 October 2009	JP 2009266893 A	12 November 2009
		JP 5405042 B2	05 February 2014
		CN 101567309 B	31 October 2012
		TW 201003348 A	16 January 2010
CN 102778532 A	14 November 2012	WO 2014023045 A1	13 February 2014
CN 202683059 U	23 January 2013	None	
US 5897378 A	27 April 1999	KR 100402202 B1	24 December 2003
		US 5985032 A	16 November 1999

国际检索报告

国际申请号

PCT/CN2014/074265

A. 主题的分类 G01N 21/31 (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) G01N 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, EPDOC, CNKI, CNPAT, CA: 徐蕊, 张维维, 华星光电, 蚀刻, 浓度, 循环, 酸, 吸光度, 干燥, 气体, 酸雾, 除, ETCH, ACID, CONCENTRATE, MEASURE, MIST, ELIMINATE, ABSORBENCY		
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
Y	CN 1667514 A (株式会社东进世美肯) 2005年 9月 14日 (2005 - 09 - 14) 说明书2页第16-30行和附图1-2	1-16
Y	CN 103180029 A (索尔维公司) 2013年 6月 26日 (2013 - 06 - 26) 说明书0005, 0026和0066段	1-16
Y	CN 101567309 A (株式会社平间理化研究所) 2009年 10月 28日 (2009 - 10 - 28) 说明书第6页第3段至第7页第4段和附图1	1-16
A	CN 102778532 A (深圳市华星光电技术有限公司) 2012年 11月 14日 (2012 - 11 - 14) 说明书第0007-0031段	1-16
A	CN 202683059 U (成都虹华环保科技有限公司) 2013年 1月 23日 (2013 - 01 - 23) 说明书第0015-0021段	1-16
A	US 5897378 A (MATSUSHITA ELECTRIC IND. CO., LTD.) 1999年 4月 27日 (1999 - 04 - 27) 说明书第9栏最后65行至第10栏第53行和附图1	1-16
☐ 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 2014年 11月 20日		国际检索报告邮寄日期 2014年 12月 17日
ISA/CN的名称和邮寄地址 中华人民共和国国家知识产权局 (ISA/CN) 北京市海淀区蓟门桥西土城路6号 100088 中国 传真号 (86-10)62019451		授权官员 王春晖 电话号码 (86-10)82245415

国际检索报告
关于同族专利的信息

国际申请号

PCT/CN2014/074265

检索报告引用的专利文件			公布日 (年/月/日)	同族专利			公布日 (年/月/日)
CN	1667514	A	2005年 9月 14日	US	7307259	B2	2007年 12月 11日
				EP	1577662	B1	2009年 5月 06日
				CN	100510969	C	2009年 7月 08日
				DE	602005014302	D1	2009年 6月 18日
				JP	2005260238	A	2005年 9月 22日
				US	2005202564	A1	2005年 9月 15日
				EP	1577662	A2	2005年 9月 21日
				KR	100909184	B1	2009年 7月 23日
				EP	1577662	A3	2006年 10月 11日
				KR	20050091288	A	2005年 9月 15日
				JP	4775937	B2	2011年 9月 21日
CN	103180029	A	2013年 6月 26日	KR	20130111554	A	2013年 10月 10日
				WO	2012035000	A1	2012年 3月 22日
				JP	2013539717	A	2013年 10月 28日
CN	101567309	A	2009年 10月 28日	JP	2009266893	A	2009年 11月 12日
				JP	5405042	B2	2014年 2月 05日
				CN	101567309	B	2012年 10月 31日
				TW	201003348	A	2010年 1月 16日
CN	102778532	A	2012年 11月 14日	WO	2014023045	A1	2014年 2月 13日
CN	202683059	U	2013年 1月 23日	无			
US	5897378	A	1999年 4月 27日	KR	100402202	B1	2003年 12月 24日
				US	5985032	A	1999年 11月 16日

表 PCT/ISA/210 (同族专利附件) (2009年7月)