



(21)申請案號：108129858

(22)申請日：中華民國 108 (2019) 年 08 月 21 日

(51)Int. Cl.：

B01D61/02 (2006.01)**B01D69/02 (2006.01)****B01D39/16 (2006.01)****B01D71/26 (2006.01)****B01D71/36 (2006.01)****B01D65/02 (2006.01)****B01J47/12 (2017.01)****B01J49/60 (2017.01)****C02F1/42 (2023.01)****B08B3/00 (2006.01)****H01L21/67 (2006.01)****H01L21/02 (2006.01)**

(30)優先權：2018/08/21 美國

62/720,890

(71)申請人：美商美國富士電子材料股份有限公司(美國) FUJIFILM ELECTRONIC MATERIALS
U.S.A., INC. (US)

美國

(72)發明人：克爾 約克姆 瑪西亞 COLE-YOCOM, MARCIA (US)；亨齊 布萊恩 HINZIE,
BRYAN (US)；巴克 麥可 BARKER, MICHAEL (US)；赫澤爾 傑克 HELZER,
JACK (US)；黃聖賓 HUANG, SHEN-PING (TW)；亞麥迪恩納米尼 佩吉曼
AHMADIANNAMINI, PEJMAN (IR)；陳媛 CHEN, YUAN (CN)

(74)代理人：卓俊傑

(56)參考文獻：

TW 201815731A

CN 103189965A

US 20160228823A1

審查人員：謝宏榮

申請專利範圍項數：18 項 圖式數：3 共 48 頁

(54)名稱

處理化學液體的方法及純化化學液體的方法

(57)摘要

提供一種處理化學液體方法。所述方法包括：至少提供具有至少一個過濾介質的系統；用鐵(Fe)及鈣(Ca)含量為約 10 十億分率或小於 10 十億分率的處置液體處置所述系統；以及在所述處置製程之後使用其中配置有所述系統的設備處理化學液體。

A method for process a chemical liquid is provided. The method includes at least providing a system having at least one filtration medium, treatment the system with a treatment liquid having a content of iron (Fe) and calcium (Ca) of about 10 ppb or less, and processing a chemical liquid using an apparatus having the system configured therein after the treatment process.



I887206

【發明摘要】**【中文發明名稱】** 處理化學液體的方法及純化化學液體的方法**【英文發明名稱】** METHOD FOR PROCESSING AND PURIFYING
CHEMICAL LIQUID

【中文】 提供一種處理化學液體方法。所述方法包括：至少提供具有至少一個過濾介質的系統；用鐵（Fe）及鈣（Ca）含量為約 10 十億分率或小於 10 十億分率的處置液體處置所述系統；以及在所述處置製程之後使用其中配置有所述系統的設備處理化學液體。

【英文】 A method for process a chemical liquid is provided. The method includes at least providing a system having at least one filtration medium, treatment the system with a treatment liquid having a content of iron (Fe) and calcium (Ca) of about 10 ppb or less, and processing a chemical liquid using an apparatus having the system configured therein after the treatment process.

【指定代表圖】 無。**【代表圖之符號簡單說明】**

無

【特徵化學式】

無

【發明說明書】

【中文發明名稱】處理化學液體的方法及純化化學液體的方法

【英文發明名稱】METHOD FOR PROCESSING AND PURIFYING
CHEMICAL LIQUID

【技術領域】

【0001】 本發明是有關於一種處理化學液體的方法，且更具體而言有關於一種純化在半導體製造中使用的化學液體的方法。

【先前技術】

【0002】 由於對如以大規模積體電路（large scale integrated circuit，LSI）（以下稱為「LSI」）等為代表的半導體裝置的更高積體度及更高效能的日益增長的需求，在 LSI 的製作中已開發並採用了新精度高解析度處理技術。

【0003】 在製造高解析度積體電路期間，各種處理液體將會接觸裸晶圓（bare wafer）或膜塗佈晶圓（film-coated wafer）。舉例而言，製作精細金屬互連通常涉及在利用複合液體塗佈基礎材料以形成抗蝕劑膜之前，利用預潤濕液體來塗佈基礎材料、將抗蝕劑膜曝光以具有圖案形狀、使用顯影劑實行顯影處置並使用漂洗溶液洗滌圖案化抗蝕劑膜的程序。包含恰當成分及各種添加劑的該些處理液體已知作為積體電路（integrated circuit，IC）晶圓的污染的來源。

【0004】 已表明，存在極低水準的金屬雜質（低至 1.0 萬億分率

(ppt))會降低半導體裝置的效能及穩定性。並且端視雜質的種類而定，氧化性質可能劣化，會形成不準確的圖案，半導體電路的電性效能會受到損害，此最終會對製造良率產生不利影響。

【0005】 在化學液體的生產製程的各個階段期間，該些污染物（例如金屬雜質、粗顆粒、有機雜質、水分等）可能會無意地引入化學液體中。舉例而言，化學液體會接觸未經恰當準備或處置的製造（處理）設備的一部分，且異物可能自製造設備的表面逃離或提取，從而導致化學液體中微量金屬、顆粒及/或有機污染物不需要地增加。

【0006】 因此，為形成在超精細高精度半導體電子電路的製作中不可缺少的高純度化學液體，必須顯著改善並嚴格控制化學液體生產製程及所述製程中所應用的製造設備的標準及品質。

【發明內容】

【0007】 因此，為形成高精度積體電路，對超純化學液體的需求以及對該些液體的品質改善及控制變得至關重要。針對品質改善及控制的具體關鍵參數包括：微量金屬減少、液體顆粒計數減少、晶圓上（on-wafer）缺陷減少、有機污染物減少等。所有該些關鍵參數均顯示出受到生產製程的恰當設計及製造設備的必要準備所影響。

【0008】 鑑於以上內容，本發明具體而言提供一種處理半導體製造中所採用的化學液體的方法，其中生產出高純度化學液體，所述化學液體中不需要的微粒數目以及金屬雜質量被管理處於預定

範圍內。因此，殘留物及/或顆粒缺陷的出現被抑制，且半導體晶圓的良率得到提高。

【0009】 根據本發明的一些實施例，一種處理化學液體的方法包括提供一種包括至少一個過濾介質的系統，所述至少一個過濾介質選自過濾器、離子交換膜及離子吸附膜；使用鐵（Fe）及鈣（Ca）含量被限制為約 10 十億分率（ppb）或小於 10 ppb 的處置液體對系統實行處置製程；以及在處置製程之後，用配置於設備中的系統處理化學液體。

【0010】 根據某些示例性實施例，所述方法包括在處置製程之後，在設備中配置系統。

【0011】 根據某些示例性實施例，所述方法包括在實行處置製程之前，在設備中配置系統。

【0012】 根據本發明的替代性實施例，一種處理化學液體的方法包括：提供包括至少一個第一過濾介質的第一純化系統，所述至少一個第一過濾介質選自第一過濾器、第一離子交換膜及第一離子吸附膜；用配置於生產設備中的第一純化系統對化學液體實行純化製程；以及在實行純化製程之前，將第一處置液體施加至所述至少一個第一過濾介質，其中第一處置液體中的鐵（Fe）及鈣（Ca）含量較佳地小於約 10 ppb。

【0013】 根據某些示例性實施例，所述方法更包括提供包括至少一個第二過濾介質的第二純化系統，所述至少一個第二過濾介質選自第二過濾器、第二離子交換膜及第二離子吸附膜；以及在實

行純化製程之前將第二處置液體施加至所述至少一個第二過濾介質，其中第二處置液體中的鐵（Fe）及鈣（Ca）含量較佳地小於約 10 ppb。

【0014】 根據本發明，一種處理化學液體的方法被有效地設計且恰當地準備，以避免在生產製程期間引入多種有機污染物及無機污染物，並生產適用於半導體製造的高純度化學液體。

【圖式簡單說明】

【0015】 結合附圖閱讀以下詳細說明，會最佳地理解本發明的態樣。注意到，根據本產業中的標準慣例，各種特徵未必按比例繪製。事實上，為清晰論述起見，可任意增大或減小各種特徵的尺寸。

【0016】 圖 1A 是根據本發明一些實施例的處理化學液體的示例性方法中的步驟的流程圖。

【0017】 圖 1B 是根據本發明一些實施例的處理化學液體的示例性方法中的步驟的流程圖。

【0018】 圖 2 是示出根據本發明一些實施例的處理化學液體的方法中所採用的示例性化學液體製造設備的示意圖。

【0019】 圖 3 示出晶圓上金屬計數（on wafer metal count，OWMC）的結果隨著洗滌循環變化而變化。

【實施方式】

【0020】 以下揭露內容提供用於實施所提供標的的不同特徵的諸多不同的實施例或實例。以下闡述組件及佈置的具體實例以簡

化本發明。當然，該些僅為實例而不旨在進行限制。舉例而言，當使用用語「溶劑」時，若未具體陳述（除非另外注明），否則其可指單一溶劑或者二或更多種溶劑的組合。另外，本發明可在各種實例中重覆參考編號及/或字母。此種重覆是出於簡單及清晰的目的，且其本身並不指示所論述的各種實施例及/或配置之間的關係。

【0021】 此外，為易於說明，本文中可能使用例如「位於...之下」、「位於...下方」、「下部的」、「位於...上方」、「上部的」等空間相對性用語來闡述圖中所示一個元件或特徵與另一（其他）元件或特徵的關係。空間相對性用語旨在囊括除圖中所繪示的定向外，裝置在使用或操作中的不同定向。設備可另外定向（旋轉 90 度或處於其他定向），且本文中所使用的空間相對性描述語可同樣相應地進行解釋。

【0022】 在本發明中，使用用語「至」所指示的數值範圍意謂包括在用語「至」之前及之後闡述的數值作為下限值及上限值的範圍。

【0023】 在本發明中，「ppm」意謂「百萬分率（ 10^{-6} ）」，「ppb」意謂「十億分率（ 10^{-9} ）」，且「ppt」意謂「萬億分率（ 10^{-12} ）」。

【0024】 在本發明中，1 埃（埃（angstrom））對應於 0.1 奈米（奈米（nanometer）），且 1 微米（微米（micron））對應於 1000 奈米。

【0025】 <化學液體>

【0026】 在本發明中，化學液體可包括例如預潤濕液體、顯影劑

溶液、漂洗溶液、清潔溶液、剝離溶液等晶圓處理溶液，或者用於其生產的原料溶劑。

【0027】 在經歷包括但不限於純化製程的本發明的處理之前，化學液體可能包含非期望量的污染物及雜質。在化學液體被本發明的化學液體製造設備處理之後，大量污染物及雜質被自化學液體移除。本發明中將處理後的化學液體稱為「經處理化學液體」。「經處理化學液體」可包含被控制並限制於預定範圍內的雜質。

【0028】 <有機溶劑>

【0029】 在本發明中，化學液體包含有機溶劑。有機溶劑的類型不受特別限制，但可應用眾所習知的有機溶劑。化學液體中有機溶劑的含量不受特別限制，但包含有機溶劑作為主要組分。具體而言，以化學液體的總質量計，有機溶劑的含量等於或大於 98 質量% (mass%)。在某些實施例中，以化學液體的總質量計，有機溶劑的含量等於或大於 99 質量%。在其他實施例中，以化學液體的總質量計，有機溶劑的含量等於或大於 99.5 質量%。在另一些其他實施例中，以化學液體的總質量計，有機溶劑的含量等於或大於 99.8 質量%。其上限值不受特別限制，但一般而言其上限值等於或小於 99.999 質量%。

【0030】 有機溶劑可單獨使用，或者可以其兩種或更多種的組合形式使用。在其中使用兩種或更多種有機溶劑的組合的情形中，較佳地其總含量處於以上範圍內。

【0031】 化學液體中有機溶劑的含量可使用氣相層析質譜分析

(gas chromatography mass spectrometry, GCMS) 裝置來量測。

【0032】 有機溶劑的沸點不受特別限制。然而，就提高半導體晶片的製造良率而言，有機溶劑的沸點較佳地低於 200°C。在本發明中，沸點意謂在 1 個大氣壓 (atm) 下的沸點。

【0033】 有機溶劑不受特別限制。有機溶劑的實例包括甲醇、乙醇、1-丙醇、異丙醇、正丙醇、2-甲基-1-丙醇、正丁醇、2-丁醇、第三丁醇、1-戊醇、2-戊醇、3-戊醇、正己醇、環己醇、2-甲基-2-丁醇、3-甲基-2-丁醇、2-甲基-1-丁醇、3-甲基-1-丁醇、2-甲基-1-戊醇、2-甲基-2-戊醇、2-甲基-3-戊醇、3-甲基-1-戊醇、3-甲基-2-戊醇、3-甲基-3-戊醇、4-甲基-1-戊醇、4-甲基-2-戊醇、2-乙基-1-丁醇、2,2-二甲基-3-戊醇、2,3-二甲基-3-戊醇、2,4-二甲基-3-戊醇、4,4-二甲基-2-戊醇、3-乙基-3-庚醇、1-庚醇、2-庚醇、3-庚醇、2-甲基-2-己醇、2-甲基-3-己醇、5-甲基-1-己醇、5-甲基-2-己醇、2-乙基-1-己醇、甲基環己醇、三甲基環己醇、4-甲基-3-庚醇、6-甲基-2-庚醇、1-辛醇、2-辛醇、3-辛醇、2-丙基-1-戊醇、2,6-二甲基-4-庚醇、2-壬醇、3,7-二甲基-3-辛醇、乙二醇、丙二醇、二乙醚、二丙醚、二異丙醚、丁基甲醚、丁基乙醚、丁基丙醚、二丁醚、二異丁醚、第三丁基甲醚、第三丁基乙醚、第三丁基丙醚、二-第三丁醚、二戊醚、二異戊醚、環戊基甲醚、環己基甲醚、溴甲基甲醚、 α,α -二氯甲基甲醚、氯甲基乙醚、2-氯乙基甲醚、2-溴乙基甲醚、2,2-二氯乙基甲醚、2-氯乙基乙醚、2-溴乙基乙醚、 $(\pm)$ -1,2-二氯乙基乙醚、2,2,2-三氟乙醚、乙基乙烯基醚、丁基乙烯基醚、

烯丙基乙醚、烯丙基丙醚、烯丙基丁醚、二烯丙基醚、2-甲氧基丙烯、乙基-1-丙烯基醚、順-1-溴-2-乙氧基乙烯、2-氯乙基乙烯基醚、烯丙基-1,1,2,2-四氟乙醚、辛烷、異辛烷、壬烷、癸烷、甲基環己烷、十氫萘、二甲苯、乙苯、二乙苯、異丙苯、第二丁苯、異丙基甲苯、二戊烯、丙酮酸甲酯、丙二醇單甲醚(propylene glycol monomethyl ether, PGME)、丙二醇單乙醚(propylene glycol monoethyl ether, PGEE)、丙二醇單丙醚(propylene glycol monopropyl ether, PGPE)、丙二醇單甲醚乙酸酯(propylene glycol monomethyl ether acetate, PGMEA)、乳酸乙酯(ethyl lactate, EL)、甲氧基丙酸甲酯、環戊酮(cyclopentanone, CyPe)、環己酮(cyclohexanone, CyH)、乙酸丁酯、 γ -丁內酯、乙酸異戊酯、氯仿、二氯甲烷、1,4-二噁烷、己醇、2-庚酮、乙酸異戊酯及四氫呋喃。

【0034】 在本發明的某些實施例中，化學液體是預潤濕液體。預潤濕液體的類型不受特別限制。預潤濕液體的具體實例包括以下中的至少一者：環戊酮(CyPe)、環己酮(CyH)、丙二醇單甲醚(PGME)、丙二醇單乙醚(PGEE)、丙二醇單甲醚乙酸酯(PGMEA)、丙二醇單丙醚(PGPE)、乳酸乙酯(EL)。在其他實施例中，化學液體可為例如乙酸丁酯等顯影劑溶液或例如 4-甲基-2-戊醇(MIBC)等漂洗液體。

【0035】 <雜質>

【0036】 處理目標及/或化學液體中所包含的雜質包括金屬雜

質、顆粒以及例如有機雜質、水分等其他雜質。

【0037】 <金屬雜質>

【0038】 最常見的金屬雜質包括例如鐵(Fe)、鋁(Al)、鉻(Cr)、鎳(Ni)等重金屬以及例如鈉(Na)及鈣(Ca)等離子金屬。端視金屬的類型而定，金屬雜質會使氧化物完整性(oxide integrity)劣化，降低金屬氧化物半導體(Metal Oxide Semiconductor, MOS)閘極堆疊，縮短裝置的壽命等。在藉由本發明的處理方法生產出的化學液體中，以質量計，總微量金屬含量較佳地處於 0 ppt 至 150 ppt 的預定範圍內。

【0039】 在本發明中，金屬雜質是指以固體形式(金屬單形、含微粒金屬的化合物等)提供的金屬雜質。

【0040】 在本發明中，化學液體中的總微量金屬是藉由電感耦合電漿質譜分析(inductively coupled plasma mass spectrometry, ICP-MS)來量測。晶圓上金屬顆粒(on-wafer metal particle, OWMP)是藉由利用基於雷射的檢查系統與能量色散 x 射線(energy dispersive x-ray, EDX)檢查的組合對晶圓進行檢查來確定。在以下實例中闡述使用 ICP-MS 進行的總微量金屬的量測方法以及使用雷射及 EDX 進行的晶圓上金屬顆粒(OWMP)的量測方法。

【0041】 <顆粒>

【0042】 在本發明中，大小為 0.03 微米或大於 0.03 微米的計數目標被稱為「顆粒」。液體介質中的「顆粒」數目欲藉由光散射型液體中顆粒計數器來進行計數且被稱為液體顆粒計數(liquid

particle count，LPC)。

【0043】 顆粒的實例包括粉塵、污垢、有機固體物質及無機固體物質。顆粒亦可包括膠化金屬原子的雜質。易於膠化的金屬原子的類型不受特別限制，且可包括選自由 Na、K、Ca、Fe、Cu、Mg、Mn、Li、Al、Cr、Ni、Zn 及 Pb 組成的群組的至少一種金屬原子。在由本發明的化學液體製造設備製備的化學液體中，大小為 0.03 微米或大於 0.03 微米的顆粒的總含量較佳地處於每 1 毫升 (ml) 化學液體為 100 或小於 100 的預定範圍內。

【0044】 <有機雜質>

【0045】 有機雜質意指與作為主要組分而被提供於化學液體中的有機溶劑不同的化合物，且是指以化學液體的總質量計包含含量為 5000 質量 ppm 或小於 5000 質量 ppm、對應於有機雜質而不對應於有機溶劑的有機物質。

【0046】 即使在清潔室內的周圍環境空氣中，亦會存在揮發性有機化合物。有機雜質中的一些源自運輸及儲存裝備，而一些則自開始便存在於原料中。有機雜質的其他實例包括當合成有機溶劑時產生的副產物及/或未反應的反應物。

【0047】 化學液體中有機雜質的總含量不受特別限制。就提高半導體裝置的製造良率而言，以化學液體的總質量計，有機雜質的總含量較佳為 0.001 質量 ppm 至 5000 質量 ppm，更佳為 0.003 質量 ppm 至 2000 質量 ppm，進一步較佳為 0.005 質量 ppm 至 1000 質量 ppm，特別較佳為 0.008 質量 ppm 至 500 質量 ppm，且最佳

為 0.01 質量 ppm 至 100 質量 ppm。

【0048】 化學液體中有機雜質的含量可使用氣相層析質譜分析（GCMS）裝置來量測。

【0049】 在下文中，本發明的實施例闡述一種處理化學液體的示例性方法。所述處理化學液體的方法包括至少對可能接觸化學液體的化學液體製造設備的一部分實行處置製程，從而使得減輕或排除可能自製造設備的所述部分提取或洗脫至化學液體中的不需要的異物。處置製程是在藉由本發明的化學液體製造設備實施化學液體處理之前進行。因此，經處理化學液體被嚴格控制以滿足或超過超高純度標準，經處理化學液體中的微粒數目及金屬雜質量被有效地管理處於所期望的範圍內。最終，殘留物及/或顆粒缺陷的出現被抑制，且半導體晶圓的良率得到提高。

【0050】 <處理化學液體的方法>

【0051】 儘管處理化學液體的方法的步驟被示出並闡述為一系列動作或事件，然而要理解，此種動作或事件的所示次序不被解釋為限制性的。另外，實施本發明的一或多個實施例並不需要所有所示的製程或步驟。

【0052】 圖 1A 是根據本發明一些實施例的處理化學液體的示例性方法中的步驟的流程圖。圖 2 是示出根據一些實施例的處理化學液體的方法中所採用的示例性化學液體製造設備的示意圖。

【0053】 參照圖 1A 及圖 2，根據本發明一些實施例的處理化學液體的方法包括在步驟 10 中，提供用於生產經處理化學液體的化

學液體製造設備 210。根據本發明的示例性實施例，經處理化學液體中不需要的微粒（顆粒）的數目以及金屬雜質的量被限制在預定範圍內。在一些示例性實施例中，化學液體製造設備 210 包括至少第一純化系統 110。在某些示例性實施例中，除所述至少第一純化系統 110 以外或作為所述至少第一純化系統 110 的替代，化學液體製造設備 210 包括第二純化系統 120。

【0054】 仍然參照圖 1A 及圖 2，第一純化系統 110 包括一或多個過濾介質 114（純化構件），每一過濾介質 114 具有特定的純化功能（過濾單元的型式或介質）並提供特定的處置。舉例而言，純化系統 110 可包括選自顆粒移除過濾器、離子交換膜及離子吸附膜的至少一個過濾介質 114（114a、114b 或 114c）。此外，所述一或多個過濾介質 114 是可自供應商處商業購得的高品質等級產品。

【0055】 根據某些示例性實施例，所述一或多個過濾介質 114 可被分隔並分別容納於一或多個殼體 112 中。舉例而言，第一純化系統 110 可包括選自第一殼體 112a、第二殼體 112b、第三殼體 112c 的至少一個殼體 112，且所述至少一個殼體 112 包括並在其中容置過濾介質 114 的一或多個單元。換言之，根據以上實例，第一純化系統 110 可包括僅一個殼體 112（第一殼體 112a、第二殼體 112b 或第三殼體 112c 中的任一者）或者兩個殼體 112（第一殼體 112a、第二殼體 112b 及第三殼體 112c 中任何兩者的組合）或者三個殼體（第一殼體 112a、第二殼體 112b 及第三殼體 112c）。注意到以

上實例是用於說明性目的，且殼體的數目不限於所示實例。在其他示例性實施例中，除以上第一殼體、第二殼體及第三殼體（112a、112b、112c）以外，第一純化系統 110 可包括更多殼體 112，例如再包括一個、兩個、三個、六個或十個殼體。在替代性示例性實施例中，可不存在單獨的殼體 112，且所述一或多個過濾介質 114 在第一純化系統 110 中被配置成未經分隔。在又一些其他替代性示例性實施例中，除所述一或多個過濾介質 114 以外，第一純化系統 110 亦可包括其他純化模組（未示出）。

【0056】 如圖 2 中所示，第一殼體 112a 可包括第一過濾介質 114a 的一或多個單元，第二殼體 112b 可包括第二過濾介質 114b 的一或多個單元，第三殼體 112c 可包括第三過濾介質 114c 的一或多個單元，其中第一過濾介質 114a、第二過濾介質 114b 及第三過濾介質 114c 在功能或性質上可不同，且提供不同的純化處置，而分別容置於所選擇殼體 112（112a、112b、112c）中的每一者中的過濾介質 114（114a、114b、114c）的所述一或多個單元具有相同或相似的純化功能、物理化學性質（physiochemical property）、孔徑及/或構造材料等。作為實例，第一純化系統 110 可包括分別容置於第一殼體 112a、第二殼體 112b 及第三殼體 112c 中的一或多個顆粒移除過濾器、一或多個離子交換膜以及一或多個離子吸附膜。在另一實例中，第一純化系統 110 可包括分別容置於第一殼體 112a 及第二殼體 112b 中的一或多個顆粒移除過濾器以及一或多個離子交換膜。在又一實例中，第一純化系統 110 可包括分別容置於第

一殼體 112a 及第二殼體 112b 中的一或多個顆粒移除過濾器以及一或多個離子吸附膜。注意到以上實例是用於說明性目的，且並非旨在進行限制。

【0057】 分別容置於所選擇殼體 112（112a、112b、112c）中的每一者中的過濾介質 114（114a、114b、114c）的單元數目不受限制。在一些實施例中，容置於所選擇殼體 112 中的每一者中的過濾介質 114 的單元數目可介於一至三十個範圍內（包括一及三十），例如為一個、兩個、十個、十五個、二十個、三十個或者介於前述單元數目中任意兩者之間的任何範圍。在替代性實施例中，過濾介質 114 的單元數目可大於三十個。注意到容置於所選擇殼體 112 中的每一者中的過濾介質 114 的單元數目不限於所示實例。

【0058】 重新參照圖 1A 及圖 2，處理化學液體的方法包括在步驟 20a 中，在將化學液體 220 輸送至第一純化系統 110 以由化學液體製造設備 210 的第一純化系統 110 處理之前，用處置液體對具有一或多個過濾介質 114 的第一純化系統 110 實行處置製程。在一些示例性實施例中，處置製程包括洗滌製程，其中嵌入於過濾介質 114 中的固有雜質可被移除。更具體而言，用洗滌液體 230 洗滌容置於所選擇殼體 112（112a、112b、112c）中的每一者中的過濾介質 114（114a、114b、114c）的所述一或多個單元。注意到對第一純化系統 110 進行的處置製程並不限於此。

【0059】 根據本發明的一些示例性實施例，步驟 20a 中的處置製

程可藉由將過濾介質 114 (114a、114b、114c) 浸漬於處置液體中達預定時間週期來施行。在又一些其他示例性實施例中，處置製程可涉及將浸漬與洗滌加以組合，以減少過濾介質 114 中的濕顆粒的量並提高處置效率。

【0060】 根據本發明，洗滌製程中所使用的洗滌液體不受特別限制，且可使用眾所習知的洗滌液體。舉例而言，可使用水及有機溶劑，其中微粒（顆粒）、金屬雜質及有機雜質在水及有機溶劑中充分減少。在某些實施例中，化學液體本身或藉由稀釋化學液體獲得的液體可用作洗滌液體。根據一些示例性實施例，洗滌液體與待處理的化學液體中所包含的有機溶劑中的至少一者相同，條件是有機溶劑中的所述至少一者是僅包含少量雜質的高純度產品。作為本發明的洗滌液體（30、40）的基準，在洗滌製程中應用的洗滌液體中的鐵（Fe）及鈣（Ca）含量被限制為約 10 ppb 或小於 10 ppb。

【0061】 在本發明中用作洗滌液體的可機溶劑的實例包括但不限於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、烷基醇、烷氧基丙酸烷基酯、環狀內酯（較佳為 4 至 10 個碳原子）、可具有環的單酮化合物（較佳為 4 至 10 個碳原子）、碳酸伸烷基酯、乙酸烷氧基烷基酯及丙酮酸烷基酯。

【0062】 更具體而言，洗滌液體的實例包括但不限於異丙醇、丙二醇單甲醚（PGME）、丙二醇單甲醚乙酸酯（PGMEA）、丙二醇單乙醚（PGEE）、丙二醇單丙醚（PGPE）、乳酸乙酯（EL）、二甲

基亞砜（dimethyl sulfoxide，DMSO）、n-甲基吡咯烷酮（n-methyl pyrrolidone，NMP）、二乙二醇（diethylene glycol，DEG）、乙二醇（ethylene glycol，EG）、二丙二醇（dipropylene glycol，DPG）、丙二醇、碳酸仲丙仲乙酯、碳酸仲丙酯、環丁砜、環己烷、環己酮（cyclohexanone，CyH）、環庚酮（cycloheptanone，CyHe）、環戊酮（cyclopentanone，CyPe）、2-庚酮、 γ -丁內酯。此外，該些有機溶劑中的二種或更多種不同的類型可混合並用作清潔液體，或者可在不混合的條件下使用。

【0063】 仍然參照圖 1A 及圖 2 兩者，洗滌方法不受特別限制。在一些示例性實施例中，洗滌製程包括用大量流體沖洗或漂洗。更具體而言，用洗滌液體 230 沖洗容置於所選擇殼體 112（112a、112b、112c）中的每一者中的過濾介質 114（114a、114b、114c）的所述一或多個單元。

【0064】 在洗滌製程包括沖洗的背景下，將預定量的洗滌液體 230 分配至序連於一起的所選擇殼體 112（112a、112b、112c）中的第一殼體中，並使洗滌液體 230 流動或傾瀉穿過所選擇殼體 112（112a、112b、112c）中的每一者中的過濾介質 114，以使過濾介質 114 的每一單元將完全接觸洗滌液體，且滯留於或嵌入於過濾介質 114 中的任何固有雜質將被洗滌液體帶走。洗滌液體 230 接著離開所選擇殼體 112 中的最末殼體（例如第三殼體 112c），並被收集於排放罐 130 中。在以上示例性實施例中，洗滌液體 230 經由與用於將化學液體 220 輸送至化學液體製造設備 210 進行處理

的導管分離的導管傳送至第一純化系統 110 中的第一殼體。然而，注意到以上實例是用於說明性目的，且並非旨在進行限制。在替代性實施例中，洗滌液體 230 與化學液體 220 可經由相同的導管輸送至化學液體製造設備 210 的第一純化系統 110。

【0065】 洗滌或沖洗製程中所使用的洗滌液體的量不受特別限制。在本發明的一些實施例中，在洗滌或沖洗製程中所採用的洗滌液體的實際量可介於每一洗滌循環（一次洗滌）每一殼體 112 為 5 加侖至 500 加侖（包括 5 加侖及 500 加侖）範圍內；舉例而言，洗滌液體的量可每洗滌循環每殼體 112 為約 5、10、20、50、100、200、300、400、500 加侖（包括前述量中任意兩者之間的任何範圍）。

【0066】 作為實例，當施加約 10 加侖的洗滌液體來洗滌或沖洗過濾介質 114 的每一殼體 112 時，且在欲洗滌或沖洗如圖 2 中所例示的具有過濾介質 114（114a、114b、114c）的三個殼體（112a、112b、112c）的純化系統 110 的情境中，對於每一洗滌循環，總共有 30 加侖的洗滌液體 230 被分配至第一純化系統 110 中。更具體而言，約三十加侖的洗滌液體 230 被分配至第一殼體 112a 中。洗滌液體 230 接著在向前流動方向自第一殼體 112a 行進至第二殼體 112b，且最終自第三殼體 112c 排放至排放罐 130 中，以使殼體（112a、112b、112c）中的每一者中的過濾介質（114a、114b、114c）的每一單元被洗滌液體 230 沖洗及洗滌。

【0067】 注意到以上實例是用於說明性目的，且待處置或洗滌的

過濾介質 114 的殼體 112 的數目不限於所示實例。在其他示例性實施例中，待處理或洗滌的過濾介質 114 的殼體 112 的數目可為例如 1、2、5 或 10，且每一洗滌循環所使用的洗滌液體的量對應地為約 10、20、50 或 100 加侖。此外，每洗滌循環每殼體 10 加侖洗滌液體的以上示例性量是用於說明性目的，且並非旨在進行限制。每洗滌循環每殼體所使用的洗滌液體的量可隨著過濾介質 114（114a、114b、114c）的來源、類型及初始條件而變化，舉例而言，每洗滌循環每殼體可採用 30 加侖、55 加侖、150 加侖或 400 加侖的洗滌液體。過濾介質 114 的初始條件是例如自供應商處獲得過濾介質 114 的條件。

【0068】 實行洗滌或沖洗的循環數目（次數）不受特別限制，且可隨著過濾介質 114（114a、114b、114c）的來源、類型及初始條件而變化。在本發明的某些實施例中，過濾介質 114 的洗滌或沖洗是單一製程（1X），且化學液體 220 在單一洗滌或沖洗製程完成之後被輸送至第一純化系統 110 進行處理。在一些替代性實施例中，洗滌或沖洗可實行多個循環（次），例如兩個（2X）、三個（3X）、四個（4X）、六個（6X）或八個（8X）循環，其中對於每一循環使用一批新鮮洗滌液體。在本發明中，「一批新鮮洗滌液體（fresh batch of washing liquid）」意謂先前未在洗滌或沖洗製程中使用過的洗滌液體，且所述洗滌液體中的鐵（Fe）及鈣（Ca）含量為約 10 ppb 或小於 10 ppb。

【0069】 作為實例，根據以上所示施加 10 加侖的洗滌液體來洗

滌或沖洗所述三個殼體（112a、112b、112c）中的每一殼體 112 中的過濾介質 114（114a、114b、114c）的實例，在為兩個循環（2X）的洗滌或沖洗製程中將消耗總共六十加侖（30+30）的洗滌液體。在此背景下，在洗滌或沖洗的第一循環（第一次洗滌或沖洗）期間使用一批三十加侖的新鮮洗滌液體，且在洗滌或沖洗的第二循環（第二次洗滌或沖洗）期間使用另一批三十加侖的新鮮洗滌液體。注意到以上實例是用於說明性目的，且殼體的數目、每循環每殼體施加的洗滌液體的量以及洗滌循環的數目不限於所示實例。

【0070】 在其他實施例中，為達成為多個循環的洗滌或沖洗效果，共同地施加旨在用於加起來的所有洗滌循環的全部洗滌液體以洗滌或沖洗殼體 112 中的過濾介質 114。舉例而言，如以上所例示的為兩個循環的洗滌或沖洗製程可藉由將總共六十加侖的洗滌液體 230 作為整體施加以洗滌或沖洗所述三個殼體（112a、112b、112c）中的每一殼體 112 中的過濾介質 114（114a、114b、114c）來達成。

【0071】 參照圖 2，化學液體製造設備 210 可更包括第二純化系統 120，第二純化系統 120 直接或間接地與第一純化系統 110 連通，其中第二純化系統 120 包括一或多個過濾介質 124。在如圖 2 中所示的示例性實施例中，第二純化系統 120 配置於第一純化系統 110 下游；然而，注意到第一純化系統 110 與第二純化系統 120 的相對配置不限於以上所示實例。

【0072】 與第一純化系統 110 相似，第二純化系統 120 中的所述一或多個過濾介質 124 可被分隔並分別包含於一或多個殼體 122 中。舉例而言，第二純化系統 120 可包括選自第四殼體 122a、第五殼體 122b 及第六殼體 122c 的至少一個殼體 122，且所述至少一個殼體 122 包括並在其中容置過濾介質 124 的一或多個單元。換言之，根據以上實例，第二純化系統 120 可包括一個、兩個或三個殼體 122。注意到，在其他示例性實施例中，除第四殼體 122a、第五殼體 122b 及第六殼體 122c 以外，第二純化系統 120 亦可包括更多殼體 122，例如再包括一個、兩個、五個或十個殼體。此外，可不存在單獨的殼體 122，且所述一或多個過濾介質 124 被配置成在第二純化系統 120 中未經分隔。在又一些其他示例性實施例中，除所述一或多個過濾介質 124 以外，第二純化系統 120 亦可包括其他未示出的材料處置模組。

【0073】 第四殼體 122a 可包括第四過濾介質 124a 的一或多個單元，第五殼體 122b 可包括第五過濾介質 124b 的一或多個單元，第六殼體 122c 可包括第六過濾介質 124c 的一或多個單元，其中第四過濾介質 124a、第五過濾介質 124b 及第六過濾介質 124c 在功能或性質方面可不同，且提供不同的純化處置，而分別容置於所選擇殼體 122（122a、122b、122c）中的每一者中的過濾介質 124（124a、124b、124c）的所述一或多個單元具有相同或相似的純化功能、物理化學性質、孔徑及/或構造材料等。在一些示例性實施例中，第二純化系統 120 可包括選自顆粒移除過濾器、離子

交換膜及吸附膜的至少一個過濾介質 124 (124a、124b、124c)。

作為實例，第二純化系統 120 可包括容置於第四殼體 122a 中的三個顆粒移除過濾器以及容置於第五殼體 122b 中的三個離子交換膜或三個離子吸附膜。在另一實例中，第二純化系統 120 可包括容置於第四殼體 122a 中的兩個、三個或四個顆粒移除過濾器以及容置於第五殼體 122b 中的另外的兩個、三個或四個顆粒移除過濾器，其中所述兩個殼體 122a、122b 中的顆粒移除過濾器在孔徑及/或構造材料方面是不同的。此外，所述一或多個過濾介質 124 是可自供應商處商業購得和獲得的新鮮高純度等級產品。

【0074】 分別容置於所選擇殼體 122 (122a、122b、122c) 中的每一者中的過濾介質 124 (124a、124b、124c) 的單元數目不受限制。在一些實施例中，容置於所選擇殼體 122 中的每一者中的過濾介質 124 的單元數目可介於一至三十個範圍內 (包括一及三十)，例如為一個、兩個、十個、十五個、二十個、三十個或者介於前述單元數目中任意兩者之間的任何數目。在替代性實施例中，過濾介質 124 的單元數目可大於三十個。注意到容置於所選擇殼體 122 中的每一者中的過濾介質 124 的單元數目不限於所示實例。

【0075】 重新參照圖 1A，處理化學液體的方法亦包括，在步驟 20b 中，在用本發明的化學液體製造設備 210 處理化學液體之前，用處置液體對具有一或多個過濾介質 124 的第二純化系統 120 實行處置製程。

【0076】 應用於第二純化系統 120 的處置製程的原理與如段落 [0053]至[0070]中所例示應用於第一純化系統 110 的處置製程的原理相似。舉例而言，對第二純化系統 120 實行的處置製程可包括洗滌製程。更具體而言，在步驟 20b 中，用洗滌液體 40 洗滌容置於第二純化系統 20 的所選擇殼體 122（122a、122b、122c）中的每一者中的過濾介質 124（124a、124b、124c）的所述一或多個單元。

【0077】 此外，在洗滌製程包括沖洗的背景下，將預定量的洗滌液體 40 分配至第二純化系統 120 中的所選擇殼體 122 的第一殼體中，以洗滌或沖洗容置於在第二純化系統 120 中序連於一起的所選擇殼體 122（122a、122b、122c）中的每一者中的過濾介質 124（124a、124b、124c）的所述一或多個單元。使洗滌液體 40 流動或傾瀉穿過所選擇殼體 122 中的每一者中的過濾介質 124，以使過濾介質 124 的每一單元完全接觸洗滌液體，且嵌入於或滯留於過濾介質 124 中的固有雜質將被洗滌液體 40 漂洗掉。洗滌液體 40 接著離開所選擇殼體 122 中的最末殼體（例如，第六殼體 122c），並被收集於排放罐 150 中。注意到應用於第二純化系統 120 的以上示例性處置製程是用於說明性目的，且並非旨在進行限制。

【0078】 仍然參照圖 1A，在步驟 20a 中完成對第一純化系統 110 的處置製程及/或在步驟 20b 中完成對第二純化系統 120 的處置製程之後，在步驟 30 中藉由採用本發明的化學液體製造設備 210 實施對化學液體 220 的處理。步驟 30 中對化學液體的處理包括例如

使用安裝於化學液體製造設備 210 中的經處置後的第一純化系統 110 及/或經處置後的第二純化系統 120 對化學液體 220 實行純化製程。

【0079】 根據一些實施例，第一純化系統 110 的處置與第二純化系統 120 的處置是各別地且單獨地執行，但可同時地或依序地實行。更具體而言，端視過濾介質 114 及 124 的來源、類型及條件以及欲在相應純化系統 10、20 中處置的所選擇殼體 112 及 122 的數目而定，應用於處置第一純化系統 110 的過濾介質 114 的處置液體的類型、處置條件、所使用處置液體的量、處置循環的數目、處置方法（沖洗、浸漬或兩者兼有）等與應用於處置第二純化系統 120 的過濾介質 124 的處置液體的類型、處置條件、所使用處置液體的量、處置循環的數目、處置方法（沖洗、浸漬或兩者兼有）等可彼此相同、相似或者可彼此不同。

【0080】 作為實例，環己酮可用作處置第一純化系統 110 的過濾介質 114 的處置液體 30，以及用作處置第二純化系統 120 的過濾介質 124 的處置液體 40；然而，被要求用於處置過濾介質 114 的處置條件及處置循環數目可不同於被要求用於處置過濾介質 124 的處置條件及處置循環數目。此外，第一純化系統 110 的處置可在第二純化系統 120 的處置之前、之後實行或與第二純化系統 120 的處置同時實行。此外，要理解，對第一純化系統 110 及第二純化系統分別施加幾批新鮮環己酮，且對於純化系統 110 及 120 的處置的每一處置循環分別施加一批新鮮環己酮。注意到以上實例

是用於說明性目的，且並非旨在進行限制。

【0081】 對於過濾介質 114 及 124 中的大部分以及在處置製程中施加的處置液體，在周圍環境條件（室溫及大氣壓）下實行處置製程。然而，在一些示例性實施例中，處置條件是過濾介質（114、124）及/或用於處置過濾介質的處置液體的函數。基於某些示例性實施方案，處置條件被控制在低於或高於周圍環境條件。舉例而言，特定離子交換膜或離子吸附膜的洗滌或沖洗是在室溫以下執行（例如當使用某些環狀脂族酮有機溶劑作為洗滌液體時，在 80°F 以下或 77°F 以下執行）。作為實例，當施加環己酮（CyH）作為洗滌液體時，離子交換膜的洗滌或沖洗是在 70°F 以下執行。

【0082】 當過濾介質 114、124 經歷洗滌或沖洗置程時，當處理化學液體 220 時，流動或通過過濾介質 114、124 的洗滌液體的流速通常被控制為較約 10 加侖/分鐘至 12 加侖/分鐘的正常操作流速慢。舉例而言，在洗滌或沖洗製程期間，洗滌液體的流速可介於低至約 1 加侖/分鐘至約 10 加侖/分鐘範圍內，例如為約 1、2、5 或 8 加侖/分鐘。當然，該些僅為實例，且並非旨在進行限制。在其他實施例中，流速可超過 10 加侖/分鐘，例如 18 加侖/分鐘至 20 加侖/分鐘。

【0083】 此外，根據如圖 1A 中所示的本發明的一些實施例，對已安裝於化學液體製造設備 210 中的純化系統（110、120）中所配置的所選擇殼體（112、122）中的每一者中的過濾介質（114、124）的所述一或多個單元原位實行處置製程。在替代性實施例

中，可施行離線處置製程。如圖 1B 中所示，離線處置製程實質上等效於以上論述的原位處置製程，主要差異在於，其中容置有過濾介質（114、124）的所述一或多個單元的所選擇殼體（112、122）中的每一者在所選擇殼體（112、122）分別配置於純化系統（110、120）中並安裝於化學液體製造設備 210 中之前經歷如以上在段落 [0058]至[0070]及[0075]至[0077]中例示的處置製程。更具體而言，如圖 1B 中所示，在步驟 10a 中，對其中具有過濾介質 114 的一或多個單元的所選擇殼體（112）中的每一者實行處置製程，其中對於所選擇殼體（112）中的每一者，處置製程可相同或不同。相似地，在步驟 10b 中，對其中具有過濾介質 124 的一或多個單元的所選擇殼體（122）中的每一者實行處置製程，其中對於所選擇殼體（122）中的每一者，處置製程可相同或不同。在如步驟 10a、步驟 10b 中的處置製程完成之後，所推選殼體 112 被一起配置為經處置後的第一純化系統 110，而所推選殼體 122 被一起配置為經處置後的第二純化系統 120，經處置後的第一純化系統 110 及經處置後的第二純化系統 120 欲在步驟 20 中安裝於化學液體製造設備 210 中。此後，在步驟 30 中藉由採用配置於本發明的化學液體製造設備 210 中的經處置後的第一純化系統 110 及經處置後的第二純化系統 120 實施對化學液體 220 的處理。

【0084】 [顆粒移除過濾器]

【0085】 顆粒移除製程是使用顆粒移除過濾器來移除處理目標（例如化學液體）中的顆粒及/或金屬雜質（固體形式的金屬雜質）

的製程。顆粒移除過濾器不受特別限制，且可使用眾所習知的顆粒移除過濾器。

【0086】 儘管過濾器的平均孔徑（孔隙直徑）不受特別限制，然而其合適地為約 0.001 微米至 1.0 微米（1 奈米至 1000 奈米），較佳為約 0.003 微米至 0.5 微米（3 奈米至 500 奈米），且更佳為約 0.005 微米至 0.1 微米（5 奈米至 100 奈米）。在此範圍內，可在抑制阻塞過濾器的同時可靠地移除精製產品中所包含的例如雜質或聚集體等異物。在本發明的某些實施例中，第一純化系統 110 可包括平均孔徑小至 2 奈米的顆粒移除過濾器（例如，孔徑為 2 奈米或大於 2 奈米的微過濾膜），且可介於 0.002 微米（2 奈米）以上至約 1.0 微米（1000 奈米）以下範圍內。在其中除包括例如鐵或鋁等金屬原子的膠化雜質外在處理目標中提供細顆粒的情形中，在使用平均孔徑小至 20 奈米或 15 奈米的過濾器實行過濾來移除更細顆粒之前，使用平均孔徑小至 50 奈米的過濾器對處理目標進行過濾以移除顆粒。因此，過濾效率得到提高，且移除顆粒的效能得到進一步改善。

【0087】 在本發明的一些實施例中，第二純化系統 120 可包括孔徑小至 0.001 微米（1 奈米）的顆粒移除過濾器，且可介於約 0.001 微米（1 奈米）以上至約 0.015 微米（15 奈米）以下範圍內。在某些實施例中，第二純化系統 120 可包括孔徑小至 1 奈米的超高分子量聚乙烯膜（ultra-high molecular weight polyethylene membrane，UPE）過濾器。另外在其他實施例中，第二純化系統

120 可包括孔徑為約 5 奈米的尼龍或改質聚四氟乙烯 (modified polytetrafluoroethylene, MPTFE) 過濾器。此處，平均孔徑可指過濾器製造商的標稱值。

【0088】 用於顆粒移除的過濾器的材料的實例包括氟樹脂，例如聚四氟乙烯 (polytetrafluoroethylene, PTFE)；聚醯胺樹脂，例如尼龍等；聚烯烴樹脂 (包括高密度及超高分子量)，例如聚乙烯及聚丙烯 (polypropylene, PP) 等；全氟烷氧 (perfluoroalkoxy, PFA) 樹脂等；或改質聚四氟乙烯 (MPTFE)。慮及高效地移除化學液體中所包含的例如雜質及/或聚集體等細異物，用於本發明的顆粒移除的過濾器是由選自由以下組成的群組的至少一者製成：尼龍、聚丙烯 (包括高密度聚丙烯)、聚乙烯、聚四氟乙烯、四氟乙烯-全氟烷基乙烯基醚共聚物、聚醯亞胺及聚醯胺醯亞胺。根據由以上材料製成的過濾器，可有效地移除具有高極性且可能造成殘留物缺陷及/或顆粒缺陷的異物，且可高效地減少化學液體中金屬組分的含量。

【0089】 聚醯亞胺及/或聚醯胺醯亞胺可具有選自由羧基、鹽型羧基及-NH-鍵組成的群組的至少一者。就耐溶劑性而言，氟樹脂、聚醯亞胺及/或聚醯胺醯亞胺是優異的。

【0090】 作為商業過濾器，舉例而言，可自欲提供的各種過濾器選擇由頗爾公司 (Pall Corporation)、愛多邦得科東洋濾紙有限公司 (ADVANTEC Toyo Roshi Kaisha, Ltd.)、恩特格裡斯日本有限公司 (Entegris Japan Co., Ltd.) (前日本微晶公司 (Nihon microlith

Corporation))及開茲微過濾器公司(KITZ MICRO FILTER CORPORATION)製造的過濾器。另外,可使用由聚醯胺製成的「P-尼龍過濾器(孔徑為 0.02 微米且臨界表面張力為 77 毫牛/米(mN/m))」(頗爾公司製造);由高密度聚乙烯製成的「PE-清潔過濾器(孔徑為 0.02 微米)」(頗爾公司製造);由高密度聚乙烯製成的「PE-清潔過濾器(孔徑為 0.01 微米)」(頗爾公司製造);以及由超高分子量聚乙烯膜製成的「UPE(孔徑為 3 奈米)」(恩特格裡斯製造)。

【0091】[離子交換樹脂膜(離子交換膜)]

【0092】 在本實施例中使用的離子交換樹脂膜不受特別限制,且可使用包含離子交換樹脂的過濾器,所述離子交換樹脂包含被固定化於樹脂膜的合適的離子交換基。此類離子交換樹脂膜的實例包括包含例如磺酸基等陽離子交換基的強酸性陽離子交換樹脂,所述陽離子交換基對樹脂膜進行化學改質,且此類離子交換樹脂膜的實例包括纖維素、矽藻土、尼龍(具有醯胺基的樹脂)、聚乙烯、聚丙烯、聚苯乙烯、具有醯亞胺基的樹脂、具有醯胺基及醯亞胺基的樹脂、氟樹脂或具有顆粒移除膜的高密度聚乙烯膜以及離子交換樹脂膜,其是具有顆粒移除膜及離子交換樹脂膜的整體結構的膜。較佳為具有對其進行化學改質的離子交換基的聚烯烴膜。聚烯烴(polyalkylene)包括例如聚乙烯及聚丙烯,且較佳為聚丙烯。較佳為陽離子交換基作為離子交換基。本實施例中使用的離子交換樹脂膜可為具有金屬離子移除功能的可商業購得的過

濾器。該些過濾器是基於離子交換效率來推選，且過濾器的所估計孔徑小至約 0.2 微米（200 奈米）。

【0093】 [離子吸附膜]

【0094】 離子吸附膜具有多孔膜材料，且具有離子交換功能。此種離子吸附膜不受特別限制，只要其具有 100 微米或小於 100 微米的孔隙直徑且具有離子交換功能即可。離子吸附膜的材料、類型等不受特別限制。構成離子吸附膜的基礎材料的材料的實例包括但不限於纖維素、矽藻土、微過濾膜的膜材料（例如尼龍（具有醯胺基的樹脂））、聚乙烯、聚丙烯、聚苯乙烯、具有醯亞胺基的樹脂、具有醯胺基及醯亞胺基的樹脂、氟樹脂或高密度聚乙烯樹脂、其中引入有離子交換能力官能基的膜材料等。膜材料的形狀的實例包括褶皺型、平膜型、中空纖維型、在 JP-A 第 2003-112060 號中闡述的多孔本體等。作為待被引入至膜材料中的離子交換基，較佳地使用陽離子交換基、螯合物交換基及陰離子交換基中的至少兩者的組合，以將對待移除的組分的洗脫及選擇性最佳化。由於離子吸附膜具有多孔性，因此亦可移除細顆粒的一部分。在本發明的某些實施例中，離子吸附膜是例如孔隙直徑小至 0.02 微米（20 奈米）的尼龍膜。

【0095】 [實例]

【0096】 將在下文中基於以下實例更具體地闡述本發明。將在以下實例中闡述的材料、用量、比率、處置細節、處置程序等可在不背離本發明的主旨的範圍內作出適當改變。因此，本發明的範

圍不應藉由以下實例進行限制性地解釋。

【0097】 調節了對第一純化系統 110 中過濾介質 114 的選擇、洗滌循環的數目以及應用於處置所選擇過濾介質的洗滌液體的量，以在每一洗滌循環結束時在樣品中的每一者中獲得具有組成物的處置後洗滌液體。以下實驗中所使用的過濾介質是自供應商處獲得的全新高品質等級產品。在所述實驗中的一些實驗中，一次沖洗了過濾器的多個單元，但以下呈現的資料在數學上被歸一化為單一單元。

【0098】 <OWPC、OWMC、SP5>

【0099】 收集了各處置後洗滌液體樣品並接著插入至晶圓塗佈工具中。在以樣品塗佈裸晶圓之後，將晶圓傳輸至基於雷射的檢查系統並由基於雷射的檢查系統進行檢查。基於雷射的檢查系統使用雷射光在 19 奈米的偵測極限下對晶圓上的每一顆粒的位置及大小進行了偵測、計數、記錄。更具體而言，計數目標包括大小為 19 奈米或大於 19 奈米的顆粒。使用所述資料來形成晶圓圖（wafer map）並提供總晶圓上顆粒計數（on-wafer particle count，OWPC），OWPC 包括大小為 1000 奈米或小於 1000 奈米的所有顆粒。SP5 是 OWPC 的子集，其包括大小為約 19 奈米至約 23 奈米的顆粒。

【0100】 接著對晶圓進行傳輸以由能量色散 x 射線（EDX）進行檢查。由基於雷射的檢查系統報告的各顆粒是由能量色散 x 射線（EDX）進行檢查以提供元素資訊。將被發現產生任何金屬訊號

的任何顆粒視為金屬顆粒。總計具有金屬簽名的顆粒的總數以報告為晶圓上金屬顆粒 (OWMP) 或晶圓上金屬計數 (on-wafer metal count, OWMC)。

【0101】 <評價結果>

【0102】 在表 1 中，對包括孔徑為 3 奈米的超高分子量聚乙烯顆粒 (UPE) 移除過濾器的第一純化系統實行了根據本發明的沖洗製程。所使用的洗滌液體是環己酮，每次沖洗的量為約 10 加侖至 50 加侖，且周圍環境溫度及高達 50 磅/平方英吋 (pounds per square inch, psig) 的入口壓力使洗滌液體沖洗或通過 UPE 過濾器。在所述四個沖洗循環 (第一次沖洗、第二次沖洗、第三次沖洗及第四次沖洗) 中的每一者結束時收集了樣品。量測了每一樣品中的 OWPC、OWMC (或 OWMP) 及所選擇金屬元素計數，且經歸一化的資料總結於表 1 中。圖 3 亦用圖表示出 OWMC 結果。

【0103】 <表 1>

洗滌液體：環己酮

每一沖洗中的洗滌液體量：10 加侖

過濾器類型：超高分子量聚乙烯 (UPE)

孔徑：3 奈米

	第一次沖洗	第二次沖洗	第三次沖洗	第四次沖洗
洗滌液體的量（加侖）	10 加侖	10 加侖	10 加侖	10 加侖
OWMC	45	71	18	11
Ti	1	0	0	1
Fe	8	9	12	1
Mg	6	5	4	0
Al	27	13	1	1
Zn	3	41	0	6

【0104】 如表 1 及圖 3 中所示，本申請案的處置製程顯示出已達成顯著降低 UPE 過濾器的 OWMC 及所選擇金屬元素計數的所期望優點。資料亦指示，在第三次沖洗之後，處置製程的效果甚至更加明顯。在第四次沖洗結束時，相較於第一次沖洗之後的 OWMC，OWMC 減少了四倍。此外，在第四次沖洗結束時，例如 Al、Fe、Mg 等各種所選擇金屬元素的計數亦顯著減少。

【0105】 <表 2>

洗滌液體：環己酮

每一沖洗的洗滌液體量：50 加侖至 400 加侖

過濾器類型：PTFE

孔徑：7 奈米

	第一次沖洗		第二次沖洗		第三次沖洗		第四次沖洗	
	測試 1	測試 2	測試 1	測試 2	測試 1	測試 2	測試 1	測試 2
OWPC	457	459	407	366	327	272	183	235
OWMC	0	10	65	8	7	5	2	3
Ti	0	1	1	1	1	3	0	1
Fe	0	1	24	3	1	0	1	0
Mg	0	2	0	2	1	0	1	1
Al	0	4	23	0	3	2	0	1
Zn	0	0	0	0	0	0	0	0

【0106】 在表 2 中，對包括孔徑為 7 奈米的高密度聚乙烯顆粒移

除過濾器的第一純化系統實行了根據本發明的相似沖洗製程。此處置製程中所使用的洗滌液體是環己酮且每次沖洗的量為 50 加侖至 400 加侖。周圍環境溫度及高達 50 psig 的入口壓力使洗滌液體沖洗或通過 HDPE 過濾器。對每一沖洗循環進行了兩次單獨的但相同的測試，其中在所述四個沖洗循環（第一次沖洗、第二次沖洗、第三次沖洗及第四次沖洗）中的每一者結束時自所述兩次測試中的每一者收集了樣品。量測了每一樣品中的 OWPC、OWMC 及所選擇金屬元素計數，且經歸一化的資料總結於表 2 中。圖 3 亦用圖表示出來自所述兩次測試的 OWMC 結果的平均值。

【0107】 總結於表 2 中且示出於圖 3 中的資料表明，本申請案的處置製程在改善 PTFE 過濾器的受測試屬性方面是有效的。如表 2 中所示，隨著沖洗循環的數目增加，OWPC 繼續減少。資料亦反映出，在第三次沖洗之後，OWPC、OWMC 及所選擇金屬元素計數得到所期望的改善。

【0108】 <表 3>

洗滌液體：環己酮

過濾器類型：高密度聚乙烯（HDPE）

孔徑：2 奈米

沖洗測試	測試 1 初始沖洗（1X）	測試 2 4 倍沖洗（4X）
沖洗量（加侖/20”介質）	31	126
OWPC（1000 奈米及以下）	2763	559
SP5（19 奈米至 23 奈米）	1422	276
OWMC（總計）	496	28
Al	96	5
Ti	192	9
Fe	48	5
Ni	48	6
Co	32	1
Cu	16	2

【0109】 在表 3 中，在周圍環境溫度及高達 50 psig 的入口壓力下對包括孔徑為 2 奈米的高密度聚乙烯（HDPE）顆粒移除過濾器的純化系統實行了根據本發明的沖洗製程。此沖洗製程中所使用的洗滌液體是環己酮。實行了兩次單獨的測試，其中在第二次測試中，所使用的洗滌液體的量是第一次測試中所使用的量的四倍。在第一次測試及第二次測試中的每一者的沖洗結束時收集了樣品。量測了每一樣品中的 OWPC、SP5、OWMC 及所選擇金屬元素計數，且經歸一化的資料總結於表 3 中。

【0110】 如表 3 中所示的結果證實，本申請案的處置製程達成了減少 HDPE 過濾器的 OWPC、SP5、OWMC、所有所選擇金屬元素計數的所期望優點。在將沖洗量（或沖洗循環）自約 30 加侖增加至約 125 加侖（或自單一沖洗循環增加至四個沖洗循環）之後，所述減少甚至更加明顯。來自第二次測試的樣品顯示出，隨著洗

滌液體的量（洗滌循環的數目）增加四倍，OWPC 及 SP5 計數兩者均減少了五倍，且 OWMC 減少了十八倍。通常，來自經預處置的 HDPE 過濾器的大小為約 19 奈米至約 23 奈米的顆粒的計數大於 10000。

【0111】 <表 4>

洗滌液體：丙二醇單甲醚乙酸酯（PGMEA）

過濾器類型：聚四氟乙烯（PTFE）

孔徑：10 奈米

沖洗測試	測試 1 初始沖洗（1X）	測試 2 8 倍沖洗（8X）
沖洗量（加侖/20”介質）		406
OWPC（1000 奈米及以下）	>500,000	1354
SP5（19 奈米至 23 奈米）		
OWMC（總計）	飽和	6
Al		
Ti		
Fe	飽和	4
Ni		
Co		
Cu		

【0112】 在表 4 中，除使用了丙二醇單甲醚乙酸酯（PGMEA）沖洗孔徑為 10 奈米的聚四氟乙烯（PTFE）顆粒過濾器以外，實行了相似的沖洗製程。實行了兩次單獨的測試，其中在第二次測試中，所使用的洗滌液體的量是第一次測試中所使用的量的八倍。在第一次測試及第二次測試中的每一者的沖洗結束時收集了樣品。量測了每一樣品中的 OWPC、SP5、OWMC 及所選擇金屬元素計數，且經歸一化的資料總結於表 4 中。

【0113】 如表 4 中所示的資料進一步證實在對 PTFE 過濾器實行

本發明的處置製程之後，OWPC 及 OWMC 實質降低的顯著效果。更具體而言，在將洗滌液體的量自約 50 加侖增加至 400 加侖（或自單個沖洗循環增加至 8 個沖洗循環）之後，OWPC 自於 500,000 顯著減少至略高於 1000。所述資料亦指示，在將沖洗液體的量增加八倍之後，OWMC 及 Fe 計數自在晶圓上飽和大幅減少至單位數（分別為 6 及 4）。

【0114】 表 5

過濾器類型	OWPC<31 （接納時）	OWPC<31 （處置後）	OWMC（接 納時）	OWMC （處置後）	OWPC<31 改善	OWMC 改善
<10 奈米 UPE	77346	446	4854	5	99.4%	99.9%
< 10 奈米功 能化 UPE	8666	293	214	75	96.6%	65.0%
<250 奈米功 能化 UPE	2038	387	364	43	81.0%	88.2%

【0115】 表 5 中獲得的資料是使用處置液體丙二醇單甲醚乙酸酯（PGMEA）而獲得。此表中的資料表明將過濾介質浸泡於處置液體中達約 16 小時的時間週期、隨後用 50 千克（kg）的處置液體進行沖洗的效果。更具體而言，過濾介質在周圍環境條件下浸沒於處置液體中過夜。此後，將過濾介質放置於過濾器殼體中，並用新鮮處置液體進行了沖洗。顯而易見，在沖洗過濾介質之前浸泡會明顯改善 OWPC <31(< 31 奈米倉大小顆粒(bin size particle)) 及 OWMC。

【0116】 在一些實施例中，可將浸泡製程實行多於一個時間週

期，例如 2、3、4 或 5 個週期，其中每一週期可介於約 12 小時至 18 小時範圍內。更具體而言，將過濾介質放置於容器中，並浸沒於欲用於後續處置製程的相同類型的處置液體中。在每一浸泡週期結束時，排出處置液體，並為下一浸泡週期提供新鮮處置液體。在浸泡製程完成之後，處置製程開始沖洗過濾介質。

【0117】 表 1 至表 5 中總結的總體結果證實，本申請案的處置製程達成了以下所期望優點：在各種類型的過濾介質應用於化學液體處理之前，顯著減少各種類型的過濾介質中的 OWPC 及 OWMC。該些資料證明，本發明的處置製程會阻止不需要的污染物的引入，不需要的污染物源於設計效率低下且準備不恰當的處理方法。因此，本發明的處理化學液體的方法提供生產超高純度化學液體、避免電路圖案及半導體裝置上出現缺陷以及降低維修成本的競爭優勢。

【0118】 以上概述了若干實施例的特徵以使得熟習此項技術者可更佳地理解本發明的態樣。熟習此項技術者應理解，他們可容易使用本發明作為設計或修改其他製程及結構的基礎來施行與本文所介紹的實施例相同的目的及/或達成與本文所介紹的實施例相同的優點。熟習此項技術者亦應認識到此類等效構造並不背離本發明的精神及範圍，且他們可在不背離本發明的精神及範圍的條件下在本文中作出各種改變、取代及變更。

【符號說明】

【0119】

10、10a、10b、20、20a、20b、30：步驟

40、230：洗滌液體

110：純化系統/第一純化系統

112、122：殼體

112a：第一殼體

112b：第二殼體

112c：第三殼體

114、124：過濾介質

114a：第一過濾介質

114b：第二過濾介質

114c：第三過濾介質

120：純化系統/第二純化系統

122a：第四殼體

122b：第五殼體

122c：第六殼體

124a：第四過濾介質

124b：第五過濾介質

124c：第六過濾介質

130、150：排放罐

210：化學液體製造設備

220：化學液體

【發明申請專利範圍】

【第1項】 一種處理化學液體的方法，包括：

提供包括至少一個過濾介質的系統，所述至少一個過濾介質選自過濾器、離子交換膜及離子吸附膜；

在設備中配置所述系統；

使用鐵（Fe）及鈣（Ca）含量被限制為 10 十億分率或小於 10 十億分率的用於洗滌所述過濾介質的處置液體對所述系統實行處置製程，所述處置製程是藉由將所述處置液體沖洗到所述系統中三次以上來實行；

在使所述處置液體沖洗包括所述至少一個過濾介質的所述系統之前，實行浸泡製程以將所述至少一個過濾介質浸泡於與所述處置液體相同類型的液體中，所述浸泡製程具有 1 至 5 個浸泡週期的其中之一，且每個浸泡週期為 12 小時至 18 小時；以及

在所述處置製程之後，將所述化學液體導入所述設備並通過所述系統以得到經處理化學液體。

【第2項】 如申請專利範圍第 1 項所述的處理化學液體的方法，其中在對所述系統實行所述處置製程之後，在所述設備中配置所述系統。

【第3項】 如申請專利範圍第 1 項所述的處理化學液體的方法，其中在對所述系統實行所述處置製程之前，在所述設備中配置所述系統。

【第4項】 如申請專利範圍第 1 項所述的處理化學液體的方法，其

中所述處置液體與所述化學液體中所包含的至少一種有機溶劑相同。

【第5項】 如申請專利範圍第 1 項所述的處理化學液體的方法，其中對包括至少兩個過濾介質的所述系統實行所述處置製程，所述至少兩個過濾介質選自所述過濾器、所述離子交換膜及所述離子吸附膜。

【第6項】 如申請專利範圍第 1 項所述的處理化學液體的方法，其中對包括所述過濾器及所述離子交換膜或所述離子吸附膜中的一者的所述系統實行所述處置製程。

【第7項】 如申請專利範圍第 1 項所述的處理化學液體的方法，其中所述至少一個過濾介質包括孔徑為 50 奈米或小於 50 奈米的聚四氟乙烯（PTFE）過濾器。

【第8項】 如申請專利範圍第 1 項所述的處理化學液體的方法，其中所述至少一個過濾介質包括孔徑為 10 奈米或小於 10 奈米的聚四氟乙烯（PTFE）過濾器。

【第9項】 如申請專利範圍第 1 項所述的處理化學液體的方法，其中所述處置製程的處置條件取決於所述至少一個過濾介質與所述處置液體的組合。

【第10項】 如申請專利範圍第 1 項所述的處理化學液體的方法，其中所述處理所述化學液體包括純化製程。

【第11項】 一種純化化學液體的方法，包括：

提供包括至少一個第一過濾介質的第一純化系統，所述至少

一個第一過濾介質選自第一過濾器、第一離子交換膜及第一離子吸附膜；

在生產設備中配置所述第一純化系統；

對所述化學液體實行純化製程，所述純化製程是將所述化學液體導入所述生產設備並通過所述第一純化系統以得到經處理化學液體；

在實行所述純化製程之前，將用於洗滌所述第一過濾介質的第一處置液體施加至所述至少一個第一過濾介質，其中所述第一處置液體中的鐵（Fe）原子及鈣（Ca）含量小於 10 十億分率，施加所述第一處置液體的步驟是藉由將所述第一處置液體沖洗到所述第一純化系統中三次以上來實行；以及

在使所述第一處置液體通過包括所述至少一個第一過濾介質的所述第一純化系統之前，實行浸泡製程以將所述至少一個第一過濾介質浸泡於與所述第一處置液體相同類型的液體中，所述浸泡製程具有 1 至 5 個浸泡週期的其中之一，且每個浸泡週期為 12 小時至 18 小時。

【第12項】如申請專利範圍第 11 項所述的純化化學液體的方法，更包括：

提供包括至少一個第二過濾介質的第二純化系統，所述至少一個第二過濾介質選自第二過濾器、第二離子交換膜及第二離子吸附膜；

在所述生產設備中配置所述第二純化系統；以及

在實行所述純化製程之前，將用於洗滌所述第二過濾介質的第二處置液體施加至所述至少一個第二過濾介質，其中所述第二處置液體中的鐵（Fe）及鈣（Ca）含量小於 10 十億分率，

所述純化製程是將所述化學液體導入所述生產設備並通過所述第一純化系統以及所述第二純化系統以得到經處理化學液體。

【第13項】 如申請專利範圍第 12 項所述的純化化學液體的方法，其中施加所述第二處置液體的步驟包括將所述第二處置液體沖洗至所述第二純化系統中。

【第14項】 如申請專利範圍第 12 項所述的純化化學液體的方法，其中用配置於所述生產設備中的所述第二純化系統對所述化學液體實行所述純化製程。

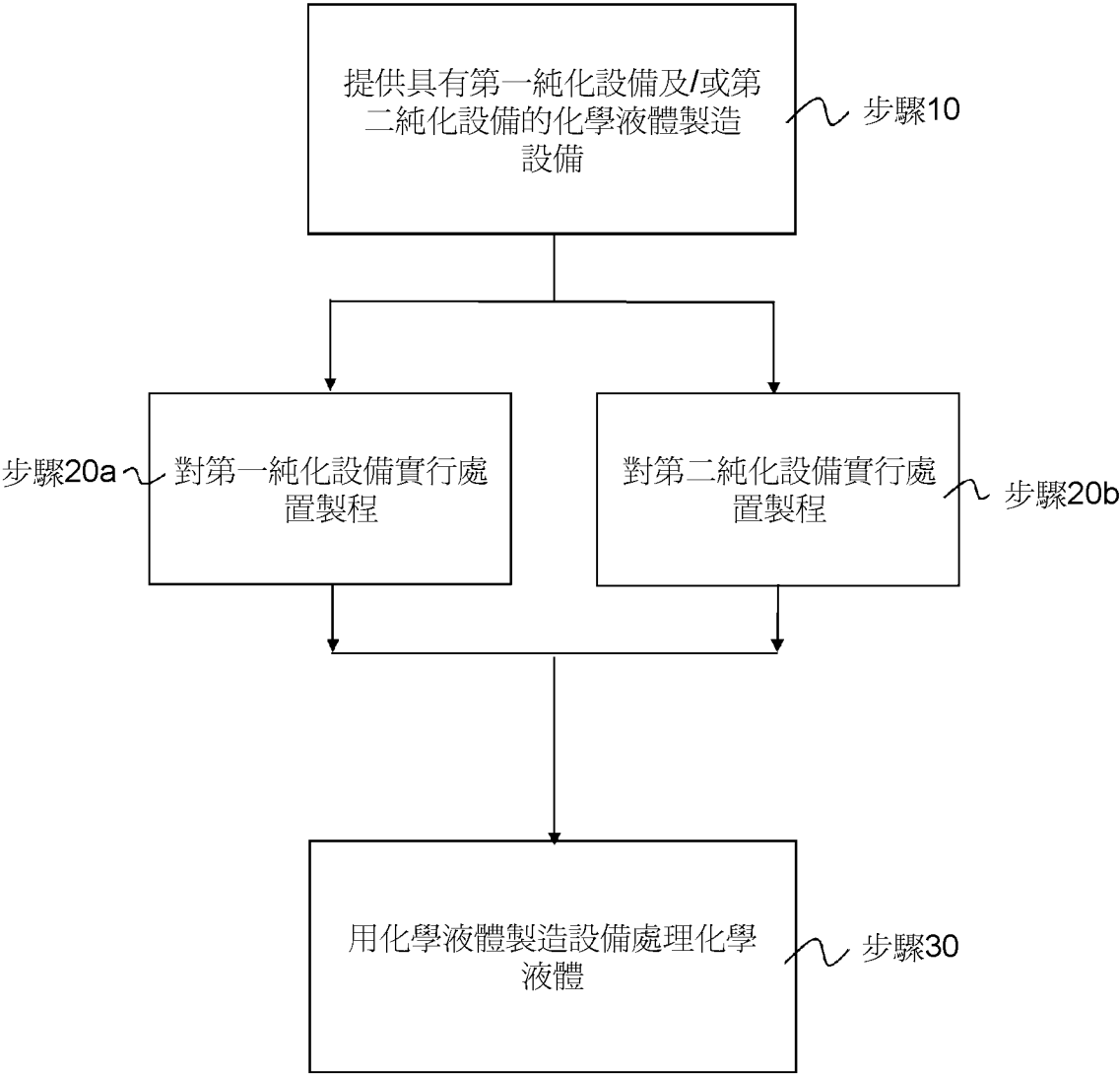
【第15項】 如申請專利範圍第 12 項所述的純化化學液體的方法，其中在對所述第一過濾介質施加所述第一處置液體的步驟及對所述第二過濾介質施加所述第二處置液體的步驟之後，在所述生產設備中配置所述第一純化系統及所述第二純化系統。

【第16項】 如申請專利範圍第 12 項所述的純化化學液體的方法，其中在對所述第一過濾介質施加所述第一處置液體的步驟及對所述第二過濾介質施加所述第二處置液體的步驟之前，在所述生產設備中配置所述第一純化系統及所述第二純化系統。

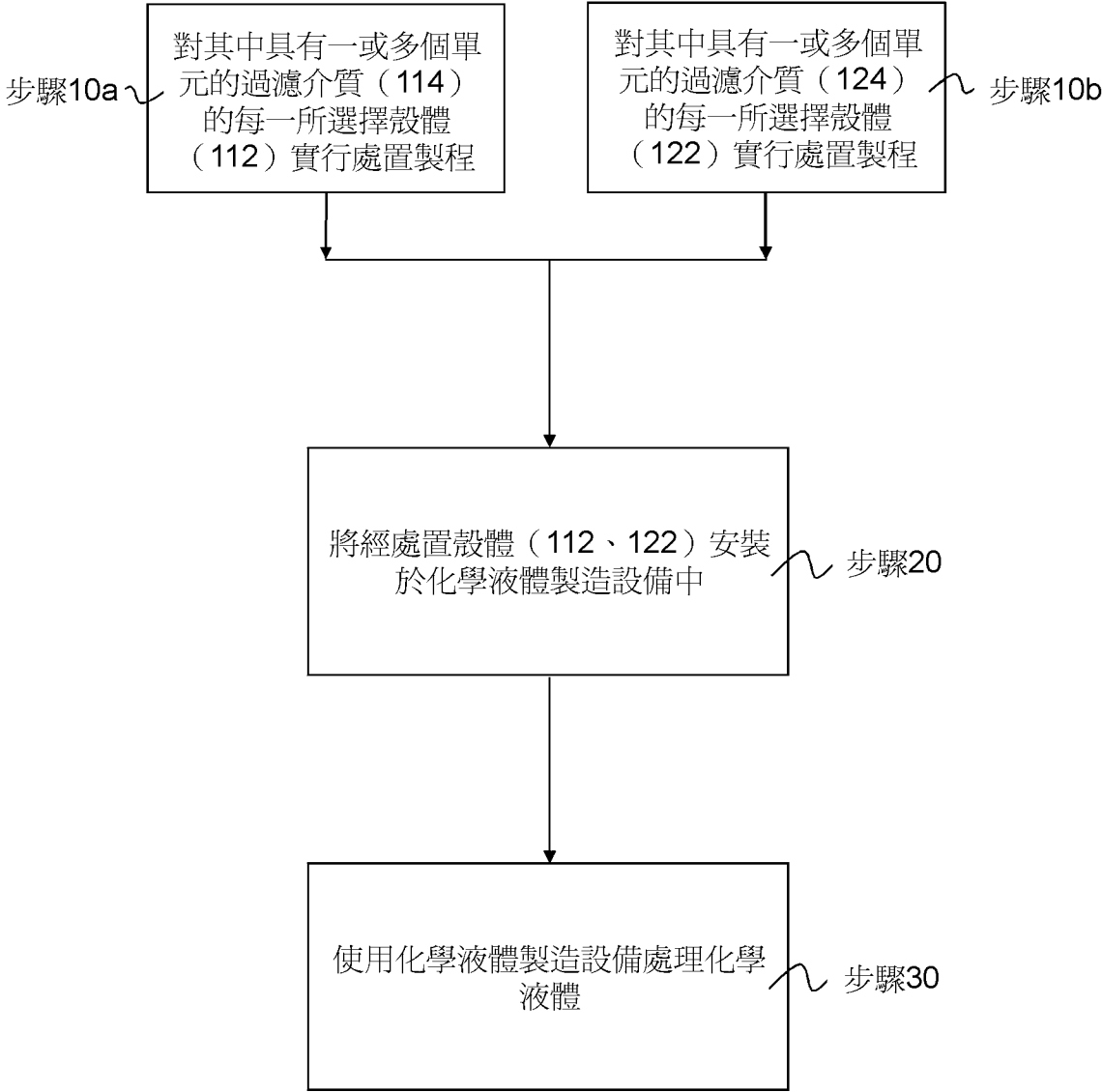
【第17項】 如申請專利範圍第 12 項所述的純化化學液體的方法，其中施加所述第二處置液體的步驟被實行一次。

【第18項】 如申請專利範圍第 12 項所述的純化化學液體的方法

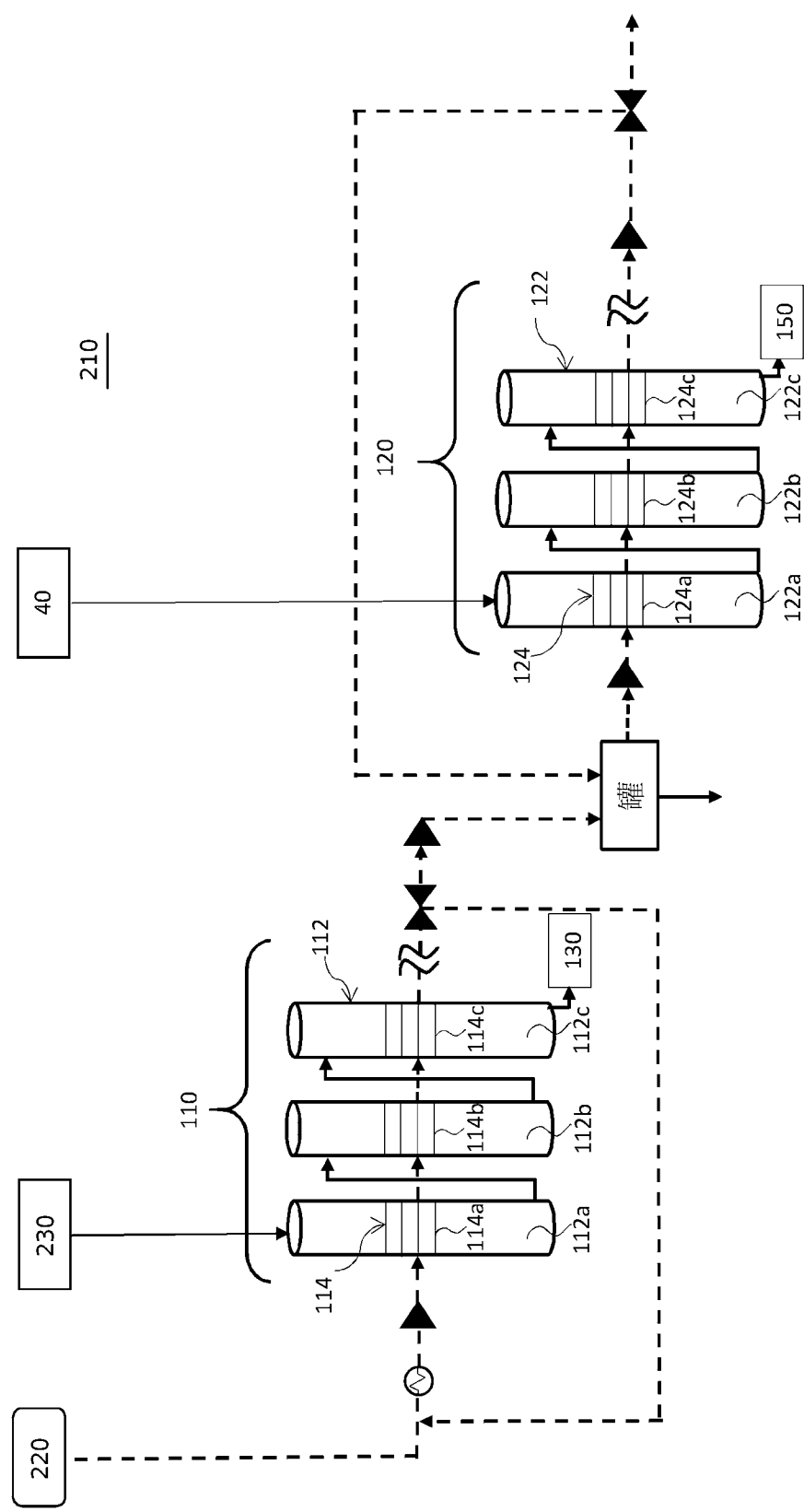
法，其中施加所述第一處置液體的次數不同於施加所述第二處置液體的次數。



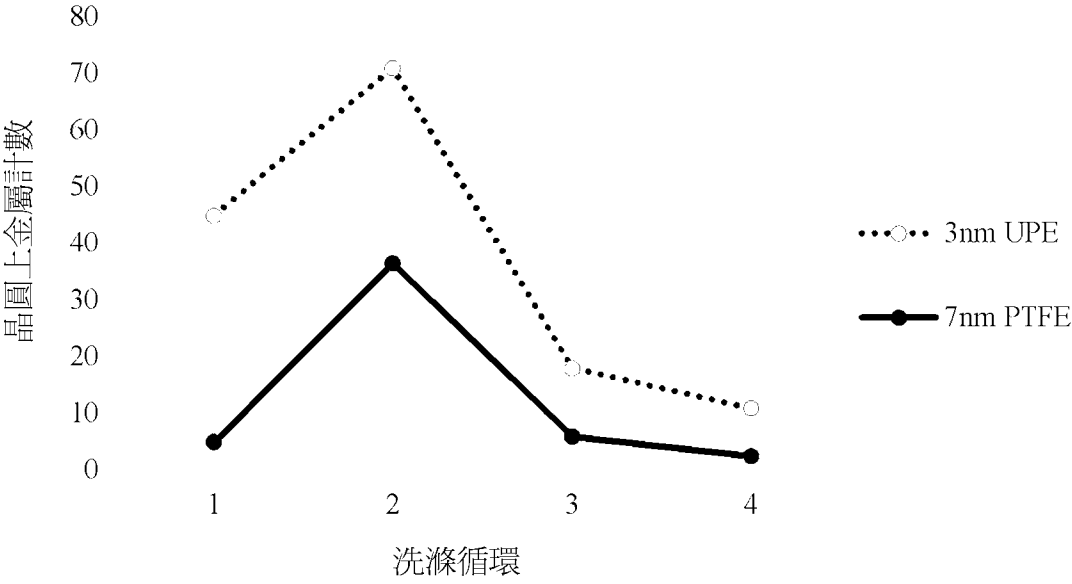
【圖1A】



【圖1B】



【圖2】



【圖3】