

**發明專利說明書**

200538422

(本申請書格式、順序及粗體字，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※申請案號：94105681

※申請日期：94年02月24日

※IPC分類：C07C 19/08

**一、發明名稱：**

(中) 去除水的方法以及去除水的裝置

(英) Process for removing water and apparatus for removing water

**二、申請人：(共 1 人)**

1. 姓名：(中) 旭硝子股份有限公司

(英) ASAHI GLASS COMPANY, LIMITED

代表人：(中) 1. 門松正宏

(英) 1. KADOMATSU, MASAHIRO

地址：(中) 日本國東京都千代田區有樂町一丁目二番一號

(英) 12-1, Yurakucho 1-chome, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8405 Japan

國籍：(中英) 日本 JAPAN

**三、發明人：(共 2 人)**

1. 姓名：(中) 津崎真彰

(英) TSUZAKI, MASAHIRO

國籍：(中) 日本

(英) JAPAN

2. 姓名：(中) 花田毅

(英) HANADA, TSUYOSHI

國籍：(中) 日本

(英) JAPAN

**四、聲明事項：**◎本案申請前已向下列國家(地區)申請專利  主張國際優先權：

【格式請依：受理國家(地區)；申請日；申請案號數 順序註記】

1. 日本 ; 2004/02/24 ; 2004-048427  有主張優先權

**發明專利說明書**

200538422

(本申請書格式、順序及粗體字，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※申請案號：94105681

※申請日期：94年02月24日

※IPC分類：C07C 19/08

**一、發明名稱：**

(中) 去除水的方法以及去除水的裝置

(英) Process for removing water and apparatus for removing water

**二、申請人：(共 1 人)**

1. 姓名：(中) 旭硝子股份有限公司

(英) ASAHI GLASS COMPANY, LIMITED

代表人：(中) 1. 門松正宏

(英) 1. KADOMATSU, MASAHIRO

地址：(中) 日本國東京都千代田區有樂町一丁目二番一號

(英) 12-1, Yurakucho 1-chome, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8405 Japan

國籍：(中英) 日本 JAPAN

**三、發明人：(共 2 人)**

1. 姓名：(中) 津崎真彰

(英) TSUZAKI, MASAHIRO

國籍：(中) 日本

(英) JAPAN

2. 姓名：(中) 花田毅

(英) HANADA, TSUYOSHI

國籍：(中) 日本

(英) JAPAN

**四、聲明事項：**◎本案申請前已向下列國家(地區)申請專利  主張國際優先權：

【格式請依：受理國家(地區)；申請日；申請案號數 順序註記】

1. 日本 ; 2004/02/24 ; 2004-048427  有主張優先權

(1)

## 九、發明說明

### 【發明所屬之技術領域】

本發明係關於去除水的方法，其可去除附著在物件表面之水份。在本專利說明書中，去除水係表示從表面上附著水份之物件中將水除去，並且可涵蓋如瀝乾、脫水及乾燥之操作模式。

### 【先前技術】

用於各種應用之物件，如用於半導體應用之晶圓、用於光刻法之光罩、電鍍產品、光學部件如透鏡、液晶顯示器之部件、或各種電子零件在其製程中經水性清潔劑或半水性清潔劑洗滌後，常需藉由水(如純水)之清洗或水(如純水)之沖洗來洗靜。在此情況下，若洗靜後水仍殘留在此類物件表面時，很可能會因污點之形成而在外觀上引起缺陷或因銹之生成而有性能缺失。據此，從物件表面上完全地去除水就顯得很重要。

關於去除此類水之方法已眾所周知，其中係將欲清潔之物件浸入能去除其表面上之水份的溶劑中，取出後再使溶劑乾燥。可用於此一方法之溶劑，已知有醇類如乙醇或異丙醇。然而，此種醇係為具有閃燃點之化合物，因此，需要注意工作環境。再者，關於此類溶劑，也已知悉一使醇或表面活性劑添加到氟氯碳化合物(本文以下稱為 CFC)的溶劑組合物。然而，自1996年以來，CFC 係一在開發中國家完全被禁止製造的化合物，因為經指出其對同溫層中

(2)

臭氧耗竭有所影響。

關於 CFC 之替代品，舉例之，已開發出氟氯碳氫化合物(本文以下稱爲 HCFC)、氟碳氫化合物(本文以下稱爲 HFC)或氟基氫醚(本文以下稱爲 HFE)，同時，也提出了將醇類添加到此類化合物的溶劑組合物，以應用在如上述之洗靜後的除水上。

此一組合物在最初階段顯示良好的除水性能，但經連續使用一長時間後就會產生問題，即水會帶入溶劑組合物內並懸浮著。也就是說，當欲洗靜之物件浸入溶劑組合物時，爲了能在短時間內去除水，可能就要提供藉由超音波洗靜、振動洗靜或噴射洗靜以強制攪動水的方法，或者爲了去除浮在脫水用浸漬槽之液面上的水，也可能需提供使溶劑組合物再循環的構件，藉此，水就會被強制地攪動而形成懸浮液。

若懸浮於溶劑組合物內之水的比例變大時，水將易於殘留在欲洗靜之物件表面上，因此導致了污點在欲洗靜物體上形成的問題。

關於解決此問題的方法，業已提出一方法，係將一可允許溶劑通過但不許水通過之多孔性氟樹脂紙放置在除水處理後的溶劑流動路徑中，以便防止懸浮在溶劑中的水通過，藉此分離水(日本專利 JP-A-2002-355502案號)。然而，此方法也有一問題，即懸浮於溶劑中之水比例太高的情況下，溶劑通過多孔性氟樹脂紙之速度會趨於緩慢，當溶劑組合物再循環時，就無法維持適當的再循環量。

(3)

**【發明內容】**

本發明之目標係提供去除水之方法以及去除水的裝置，藉此可連續且不變地維持良好的除水性能達一長時間，且不會有上述之問題。

也就是說，本發明係提供一種去除水之方法，其包括浸漬步驟，係將一表面上附著水份之物件浸入一含有選自氟氯碳氫化合物、氟碳氫化合物及氟基氫醚所組成群之至少一者，及一以醇類做為基本組份的溶劑組合物中，以進行水之去除；比重分離步驟，係藉由比重分離法從該含有由物件中所除去之水的溶劑組合物中將水分離出；以及過濾步驟，係透過一凝結器形式過濾器來過濾該已在比重分離步驟中除去水之溶劑組合物，以便進一步除去殘留於該溶劑組合物中的水份。

再者，本發明係提供一種去除水的裝置，彼包括供儲存一溶劑組合物，及供將表面上附著水份之物件浸入該溶劑組合物中以進行水之去除的浸漬槽，該溶劑組合物含有選自氟氯碳氫化合物、氟碳氫化合物及氟基氫醚所組成群之至少一者，及一醇類以做為基本組份；供藉由比重分離法從該含有由物件中所除去之水的溶劑組合物中將水分離出的比重分離槽；以及供過濾該已在比重分離步驟中除去水之溶劑組合物，以便進一步除去殘留於該溶劑組合物中之水份的凝結器形式過濾器。

本文中，凝結器形式係表示一其中之油/水混合液體

(4)

是與由極精細纖維製成之膜表面接觸以捕獲分散於此混合液體中之凝聚物及粗糙水份或油的形式。在本發明中，經由凝結器形式過濾器的過濾步驟係在比重分離步驟之後進行，藉此，可使以分散分式殘留在溶劑組合物中的水份減至低量。

根據本發明，去除水之方法中所使用的除水用溶劑組合物係含有選自 HCFC、HFC 及 HFE 所組成群之至少一者，及一醇類以做為基本組份，並可連續且不變地維持良好的除水性能達一長時間。

#### 【實施方式】

本發明之溶劑組合物含有選自 HCFC、HFC 及 HFE 所組成群之至少一者，及一醇類以做為基本組份。

特定舉例之，HCFC 包括 2,2-二氯基-1,1,1-三氟乙烷、1,1-二氯基-1-氟基乙烷、3,3-二氯基-1,1,1,2,2-五氟丙烷及 1,3-二氯基-1,1,2,2,3-五氟丙烷。在這些當中，以 1,1-二氯基-1-氟基乙烷、3,3-二氯基-1,1,1,2,2-五氟丙烷及 1,3-二氯基-1,1,2,2,3-五氟丙烷為較佳。彼等可單獨使用或以其中二或三個之混合物組合物方式使用。

HFC 包括如下化學式所表示之化合物： $C_4F_5H_5$ 、 $C_4F_5H_5$ 、 $C_4F_6H_4$ 、 $C_4F_7H_3$ 、 $C_4F_8H_2$ 、 $C_4F_9H$ 、 $C_5F_6H_6$ 、 $C_5F_7H_5$ 、 $C_5F_8H_4$ 、 $C_5F_9H_3$ 、 $C_5F_{10}H_2$ 、 $C_5F_{11}H$ 、 $C_6F_7H_7$ 、 $C_6F_8H_6$ 、 $C_6F_9H_5$ 、 $C_6F_{10}H_4$ 、 $C_6F_{11}H_3$ 、 $C_6F_{12}H_2$ 及  $C_6F_{13}H$ 、以及環狀  $C_5F_7H_3$ 。

(5)

特定舉例之，HFC 包括下列之化合物：

1,1,1,3,3-五氟丁烷、1,1,2,3,4,4-六氟丁烷、2-甲基-1,1,1,3,3,3-六氟丙烷、1,2,2,3,3,4-六氟丁烷、1,1,1,2,3,3,4-七氟丁烷、1,1,2,2,3,4,4-七氟丁烷、1,1,1,2,3,4,4-七氟丁烷、1,1,2,2,3,3,4-七氟丁烷、1,1,1,2,3,3,4,4-八氟丁烷、1,1,1,2,2,3,3,4-八氟丁烷、1,1,2,2,3,3,4,4-八氟丁烷、1,1,1,2,2,3,3,4,4-九氟丁烷及1,1,1,2,2,3,4,4,4-九氟丁烷。

1,1,2,3,3,4,5,5-八氟戊烷、1,1,1,2,2,5,5,5-八氟戊烷、1,1,2,2,3,3,4,4,5-九氟戊烷、1,1,1,2,3,3,4,4,5-九氟戊烷、1,1,1,2,2,4,5,5,5-九氟戊烷、1,1,1,2,2,3,5,5,5-九氟戊烷、1,1,1,2,3,3,4,4,5,5-十氟戊烷、1,1,1,2,2,3,3,4,5,5-十氟戊烷、1,1,1,2,2,3,4,5,5,5-十氟戊烷、1,1,1,2,2,4,4,5,5,5-十氟戊烷、1,1,1,2,2,3,3,4,4,5,5-十一氟戊烷、1,1,1,2,2,3,3,4,5,5,5-十一氟戊烷以及1,1,1,2,2,3,3,4,4-九氟基己烷。

2-三氟甲基-1,1,1,2,4,4-六氟丁烷、1,1,1,2,2,5,5,6,6,6-十氟己烷、2-三氟甲基-1,1,1,3,4,5,5-七氟戊烷、2-三氟甲基-1,1,1,2,3,4,5-七氟戊烷、2-三氟甲基-1,1,1,2,3,3,4,4-八氟丁烷、2-三氟甲基-1,1,1,3,4,5,5,5-八氟戊烷、2-三氟甲基-1,1,1,2,3,4,5,5-八氟戊烷及2-三氟甲基-1,1,1,2,3,5,5,5-八氟戊烷。

1,1,2,2,3,3,4,4,5,5,6,6-十二氟己烷、2-三氟甲基-1,1,1,3,4,4,5,5,5-九氟戊烷、2-三氟甲基-

(6)

1,1,1,2,3,4,5,5,5-九氟戊烷、1,1,1,2,2,3,3,4,4,5,5,6,6-十三氟己烷、1,1,1,2,2,3,3,4,4,5,6,6,6-十三氟己烷及1,1,2,2,3,3,4-七氟環戊烷。

在這些當中，以1,1,1,3,3-五氟丁烷、1,1,1,2,2,3,4,5,5,5-十氟戊烷、1,1,1,2,2,3,3,4,4-九氟己烷、2-三氟甲基-1,1,1,2,3,4,5,5,5-九氟戊烷及1,1,1,2,2,3,3,4,4,5,5,6,6-十三氟己烷為較佳。彼等可單獨使用或者以其中二或三個之混合物組合物方式使用。

至於HFE，則以化學式1所示之化合物為較佳。



在上述化學式1中，每一 $R^1$ 及 $R^2$ 係互相獨立且表示為烷基或氟化烷基。內含於 $R^1$ 及 $R^2$ 之氟原子數目並不同時為0，且內含於 $R^1$ 及 $R^2$ 之碳原子總數係4至8。

在這些當中，以1,1,2,2-四氟乙基-2,2,2-三氟乙基醚、2,2,3,3-四氟基-1-(1,1,2,2-四氟乙氧基)丙烷、(全氟丁氧基)甲烷及(全氟丁氧基)乙烷為較佳。彼等可單獨使用或者以其中二或三個之混合物組合物方式使用。

至於醇類，舉例之，可使用烯丙醇或鏈烷醇。在這些當中，以 $C_{1-4}$ 鏈烷醇較佳，而甲醇、乙醇或異丙醇更佳。彼等可單獨使用或者以其中二或三個之混合物組合物方式使用。

在本發明中，若溶劑組合物的醇含量太少時，則難以

(7)

從表面上附著水份之物件中去除水，當物件浸入此溶劑組合物後欲取出時，水易於殘留在其表面上，因而導致污點形成。另一方面，若醇含量太大時，此溶劑組合物易趨於變成具有閃燃點之組合物，藉此處理上就較麻煩。再者，內含於從物件表面所除去之浮水上的醇濃度將易於變高，在此同時，在溶劑組合物內之醇含量就會減低，藉此就難以維持除水性能。而且，若內含於欲排出之水的醇濃度變得太高時，水處理的負荷量也將增加。從此一觀點來看，本發明之溶劑組合物中的醇含量較佳地係1至20質量百分比，而以3至15質量百分比更佳。

更進一步地，就醇含量而論，在 HCFC、HFC 或 HFE 與醇將形成共沸組合物的情況中，在蒸發期間欲控制組成份之變化就顯得可行。據此，最佳的是使用此一共沸組合物以做為溶劑組合物。

前述中，喜用做為本發明之溶劑組合物的特定較佳實例將顯示於表1中。

(8)

表 1

溶劑混合物之組成份，括弧內係表示為質量百分比	沸點 (°C)
1,1-二氯基-1-氟基乙烷(96.1)/甲醇(3.3)	30
1,3-二氯基-1,1,2,2,3-五氟丙烷(95.6)/乙醇(4.4)	55
3,3-二氯基-1,1,1,2,2-五氟丙烷(41.1)/1,3-二氯基-1,1,2,2,3-五氟丙烷(54.4)/乙醇(4.5)	52
1,1,1,2,2,3,4,5,5,5-十氟戊烷(94)/甲醇(6)	48
1,1,1,2,2,3,4,5,5,5-十氟戊烷(96)/乙醇(4)	52
1,1,1,2,2,3,4,5,5,5-十氟戊烷(97)/2-丙醇(3)	52
1,1,1,2,2,3,3,4,4-九氟己烷(88)/甲醇(12)	49
1,1,1,2,2,3,3,4,4-九氟己烷(91)/乙醇(9)	58
1,1,1,2,2,3,3,4,4-九氟己烷(90)/2-丙醇(10)	60
1,1,1,2,2,3,3,4,4,5,5,6,6-十三氟己烷(89)/甲醇(11)	52
1,1,1,2,2,3,3,4,4,5,5,6,6-十三氟己烷(91)/乙醇(9)	61
1,1,1,2,2,3,3,4,4,5,5,6,6-十三氟己烷(91)/2-丙醇(9)	64
1,1,2,2-四氟乙基-2,2,2-三氟乙基醚(92)/甲醇(8)	46
1,1,2,2-四氟乙基-2,2,2-三氟乙基醚(94)/乙醇(6)	54
1,1,2,2-四氟乙基-2,2,2-三氟乙基醚(96)/2-丙醇(4)	55
(全氟丁氧基)甲烷(95)/2-丙醇(5)	55

對本發明之溶劑組合物而言，視各個目的而定，也可含有其他組份。舉例說明之，為了增加溶解度或欲控制蒸發速度，也可包含非 HCFC、HFC 或 HFE 及醇之有機溶劑

(9)

(本文以下乃稱之為另一有機溶劑)。

至於此另一有機溶劑，可使用選自烴類、酮類、不含鹵素原子之醚類、酯類及非 HCFC 和 HFC 之鹵化烴所組成群之至少一者。此另一有機溶劑之含量較佳地係在不削弱溶劑組合物之除水性能的範圍內而能達成其目的之含量，特別是 1 至 20 質量百分比(以溶劑組合物計)，而以 2 至 10 質量百分比更佳。

至於烴類，以 C<sub>5-15</sub>直鏈或環狀飽和或不飽和烴類為較佳，例如正-戊烷、2-甲基丁烷、正-己烷、2-甲基戊烷、2,2-二甲基丁烷、2,3-二甲基丁烷、正-庚烷、2-甲基己烷、3-甲基己烷、2,4-二甲基戊烷、正-辛烷、2-甲基庚烷、3-甲基庚烷、4-甲基庚烷、2,2-二甲基己烷、2,5-二甲基己烷、3,3-二甲基己烷、2-甲基-3-乙基戊烷、3-甲基-3-乙基戊烷、2,3,3-三甲基戊烷、2,3,4-三甲基戊烷、2,2,3-三甲基戊烷、2-甲基庚烷、2,2,4-三甲基戊烷、正-壬烷、2,2,5-三甲基己烷、正-癸烷、正-十二烷、1-戊烯、2-戊烯、1-己烯、1-辛烯、1-壬烯、1-癸烯、環戊烷、甲基環戊烷、環己烷、甲基環己烷、乙基環己烷、二環己烷、環己烯、 $\alpha$ -蒎烯、二環戊烯、十氫化萘、四氫化萘以及戊基萘。舉例之，更佳的是正-戊烷、環戊烷、正-戊烷、環己烷或正-庚烷。

酮類較佳地係 C<sub>3-9</sub>直鏈或環狀飽和或不飽和酮。特定地，其包括丙酮、甲基乙基酮、2-戊酮、3-戊酮、2-己酮、甲基異丁基酮、2-庚酮、3-庚酮、4-庚酮、二異丁基酮

(10)

、莢基化氧、佛爾酮、2-辛酮、環己酮、甲基環己酮、異佛爾酮、2,4-戊二酮、2,5-己二酮、雙丙酮醇及苯乙酮。舉例之，更佳的是丙酮或甲基乙基酮。

不含鹵素原子之醚類較佳地為  $C_{2-8}$  直鏈或環狀飽和或不飽和醚，例如乙醚、丙醚、異丙醚、丁醚、乙基乙烯基醚、丁基乙烯基醚、茴香醚、苯乙醚、甲基茴香醚、二噁烷、呋喃、甲基呋喃及四氫呋喃。舉例之，更佳的是乙醚、異丙醚、二噁烷或四氫呋喃。

酯類較佳地係  $C_{2-9}$  直鏈或環狀飽和或不飽和酯。特定地，其包括甲酸甲酯、甲酸乙酯、甲酸丙酯、甲酸丁酯、甲酸異丁酯、甲酸戊酯、醋酸甲酯、醋酸乙酯、醋酸丙酯、醋酸異丙酯、醋酸丁酯、醋酸異丁酯、醋酸第二-丁酯、醋酸戊酯、醋酸甲氧基丁酯、醋酸第二-己酯、醋酸2-乙基丁酯、醋酸2-乙基己酯、醋酸環己酯、醋酸苜酯、丙酸甲酯、丙酸乙酯、丙酸丁酯、丁酸甲酯、丁酸乙酯、丁酸丁酯、異丁酸異丁酯、2-羥基-2-甲基丙酸乙酯、苯甲酸甲酯、苯甲酸乙酯、苯甲酸丙酯、苯甲酸丁酯、苯甲酸苜酯、 $\gamma$ -丁內酯、草酸二乙酯、草酸二丁酯、草酸二戊酯、丙二酸二乙酯、馬來酸二甲酯、馬來酸二乙酯、馬來酸二丁酯、酒石酸二丁酯、檸檬酸三丁酯、癸二酸二丁酯、苯二甲酸二甲酯、苯二甲酸二乙酯、及苯二甲酸二丁酯。舉例之，更佳的是醋酸甲酯或醋酸乙酯。

非 HCFC 和 HFC 之鹵化烴較佳地係  $C_{1-6}$  飽和或不飽和鹵化烴，例如二氯甲烷、1,1-二氯乙烷、1,2-二氯乙烷

(11)

、1,1,2-三氯乙烷、1,1,1,2-四氯乙烷、1,1,2,2-四氯乙烷、五氯乙烷、1,1-二氯乙烯、1,2-二氯乙烯、三氯乙烯、四氯乙烯及1,2-二氯丙烷。

此刻，將特別地說明本發明去除水之方法。

本發明去除水之方法包括浸漬步驟，係將一表面上附著水份之物件浸入溶劑組合物中以進行水之去除，比重分離步驟，係藉由比重分離法從該含有由物件中所除去之水的溶劑組合物中將水分離出，以及過濾步驟，係透過一凝結器形式過濾器來過濾該已在比重分離步驟中除去水之溶劑組合物，以便進一步除去殘留於該溶劑組合物中的水份。

在浸漬步驟中，係將表面上附著水份之物件浸入含有溶劑組合物之浸漬槽內。大部份附著在物件上之水將會從該物件表面上剝離，並會從溶劑組合物中上升而到達液面。在浸漬時，可結合超音波洗靜、振動洗靜或噴射洗靜中至少一者以便加速從物件表面上去除水，藉此縮短去除水所需時間。在許多例子中，物件在溶劑組合物中之浸漬時間通常是30秒至10分鐘。

若物件浸漬期間浮著的水仍停留在液體表面，則此水在物件欲從溶劑組合物中取出時可能會再沉積於物件表面上，因而引起乾燥後的污點。據此，必需將浮著的水從浸漬步驟中除去。

在本發明中，較佳地係藉由允許溶劑組合物溢流以便從浸漬步驟中取出含有由物件中所除去之水的溶劑組合物

(12)

。 至於特定之方法，可提及的係將溶劑組合物之液體流動從液面的一側導向另一側以便將浮著之水與溶劑組合物的混合物從浸漬步驟中推出去，或者另一方法係將溶劑組合物之液體流動從浸漬槽底部導向頂端而藉此將浮著之水與溶劑組合物的混合物從浸漬步驟中推出去。

再者，在浸漬步驟中使用超音波洗靜、振動洗靜或噴射洗靜之例子中，從物件上分離之水會變成精細之水珠，並懸浮包含於溶劑組合物中。此類溶劑組合物之懸浮液係不為人所喜歡的，因為在除水乾燥後物件表面上會引起污點。

在本發明中，浸漬步驟時溶劑組合物的溫度較佳地係在低於該溶劑組合物之沸點 $10^{\circ}\text{C}$ 至小於該沸點的範圍內，而以低於沸點 $5^{\circ}\text{C}$ 至小於該沸點的範圍更佳。本文中，在溶劑組合物係共沸組合物或似共沸組合物的情況下，沸點是共沸點。另外地，若在溶劑組合物非共沸組合物的情況下，沸點則是選自 HCFC、HFC 及 HFE 之沸點中至少一者。

經由將溶劑組合物之溫度控制在上述範圍內，就可抑制此溶劑組合物之懸浮液，即使曾懸浮過，懸浮液也可分解。抑制懸浮液之效果或分解懸浮液之效果在升高溫度時更顯著。

再者，在只經由控制溶劑組合物之溫度也難以完全地防止水之懸浮的例子中，較佳地係供應新鮮的溶劑組合物

(13)

到浸漬槽內以便將該已懸浮之溶劑組合物從浸漬槽中推出去，藉此就可能完全地消除浸漬步驟中的懸浮液或使之維持在較低量。至於欲供應之新鮮溶劑組合物，較地係再使用已經由比重分離步驟或過濾步驟充份去除水的溶劑組合物。

在比重分離步驟中，從浸漬槽卸下之含有水的溶劑組合物將藉由比重分離法而分開為水和溶劑組合物。本發明之溶劑組合物其比重大於水，水是幾乎不溶解於 HCFC、HFC 及 HFE 中。據此，若讓導入比重分離步驟中之含水溶劑組合物靜置，將可分離出由水(具有醇溶解其內)組成的上層，及由溶劑組合物組成之下層。靜置之時間通常係 1 至 30 分鐘。待分離成兩層後，將下層送至過濾步驟，而上層則排出。

本文中，上層主要係由水所組成，且除了醇外還含有非常少量之 HCFC、HFC 及 HFE。此類組份可藉由如蒸餾或全蒸發之構件來回收，並可再使用。

再者，以簡易且快速地進行分離為目的時，比重分離步驟中溶劑組合物之溫度較佳地係在低於該溶劑組合物之沸點 10°C 至小於該沸點的範圍內，而以低於沸點 5°C 至小於該沸點的範圍更佳。本文中，在溶劑組合物係為共沸組合物或似共沸組合物的情況下，沸點即是共沸點。另外，若當溶劑組合物是非共沸組合物時，沸點則是選自 HCFC、HFC 及 HFE 之沸點中至少一者。

接著，在過濾步驟中，係透過一凝結器形式過濾器來

(14)

過濾已在比重分離步驟中分離水之溶劑組合物，藉此被溶劑組合物吸收而未在比重分離步驟中分離的水將可聚集，如此便可藉由比重分離法分開並除去。

在本發明中，從有效地利用溶劑組合物觀之，較佳地係將由過濾步驟所得之溶劑組合物返回至浸漬步驟。更佳地係以液體流動方式導入以便在浸漬步驟中除去浮在液面的水。

再者，較佳地係將從溶劑組合物分離並於過濾步驟中聚集之水送到比重分離步驟，再從比重分離步驟中排出。如此就不需要在過濾步驟後面進一步提供一分離步驟，藉此便可達成縮小裝置規模。

在本發明中，表面上附著水份之物件係浸入溶劑組合物內，在水被分離並從浸漬槽之液面去除後再從浸漬槽中取出物件。物件在去除水後的表面上僅附著用來除水之溶劑組合物，而其將可輕易乾燥。

然而，在物件之熱容量很少且浸漬步驟之溫度並不十分高的情況下，物件的溫度將會因該附著在物件表面之溶劑組合物蒸發所損失的熱量而減低。結果，若物件表面上的溫度變得比常溫低時，就會有一現象，即大氣中的濕氣會冷凝，或附著在物件表面之溶劑組合物在蒸發前會吸收大氣中之濕氣，因而有時污點會在物件表面形成。

所以，爲了防止此一問題，本發明去除水的方法還包括了曝露該浸漬步驟後欲蒸發掉溶劑組合物之物件的曝露步驟。

(15)

在曝露步驟中，爲了去除水，溶劑組合物之蒸氣會冷凝以進行物件表面之沖洗達一段時間直到此物件表面之溫度到達該溶劑組合物之沸點爲止，同時此物件的溫度也提高。待物件表面之溫度到達溶劑組合物之沸點後，從曝露步驟中取出該物件，藉此除去液態之溶劑組合物的情形也可減至最低。據此，欲洗靜之物件表面在從曝露步驟中取出後，將可輕易且快速地呈現乾燥狀態。

從浸漬步驟到曝露步驟之傳送較佳地係在溶劑組合物的蒸氣氣氛下進行以便防止運送期間的部份乾燥，或是防止污點形成的原因，例如，因吸收常溫濕氣之故。

舉例之，可用於曝露步驟之溶劑組合物係通過比重分離步驟後所組成之下層的溶劑組合物，或是通過過濾分離步驟之溶劑組合物。溶劑組合物之蒸氣供應可爲連續的或間歇性。

最終地，附著在物件之水份主要係從比重分離中排出，但此欲排出之水含有相當量的醇。所以，醇在溶劑組合物中之含量會逐漸減低。據此，爲了連續地進行本發明，就必需在浸漬步驟中將該醇適當地補充至溶劑組合物內。

基於此一目的，就必需在溶劑組合物中抓住醇含量。本文中，醇的比重係0.8，而本發明所用之 HCFC、HFC 或 HFE 的比重超過1，較大者是約1.6。所以，可視情況需要，藉由測量比重而定出醇含量。在經由比重測量而確定醇濃度減少的情況中，可藉由添加新鮮醇或回收之醇而輕易地調整醇含量。

(16)

本發明去除水之方法可利用去除水的裝置來操作，該裝置包括一供儲存溶劑組合物，及供將一表面上附著水份之物品浸入此溶劑組合物中以進行水之去除的浸漬槽，該溶劑組合物含有選自氟氯碳氫化合物、氟碳氫化合物及氟基氫醚所組成群之至少一者及一醇類以做為基本組份；供藉由比重分離法從該含有由物品中所除去之水的溶劑組合物中將水分離出的比重分離槽；以及供過濾該已在比重分離步驟中除去水之溶劑組合物，以便進一步除去殘留於該溶劑組合物中之水份的凝結器形式過濾器。

著眼於有效地利用溶劑組合物，此一裝置較佳地係具有可將透過凝結器形式過濾器之過濾所得的溶劑組合物返回浸漬槽之再循環構件。再者，為了使裝置縮小規模，此一裝置較佳地係具有可將透過凝結器形式過濾器之過濾而從溶劑組合物分離之水返回比重分離槽的構件。

此刻，本發明將參考實施例而更詳細地說明。實施例 1 至實施例 6 係本發明之工作實施例，而實施例 7 及 8 係比較性實施例。

在實施例 1 至 6 中去除水的洗靜試驗係利用圖 1 所示的裝置進行。此裝置係由如下構件所組成：供應有超音波震動器 7 以進行浸漬步驟之浸漬槽 1、進行比重分離步驟之比重分離槽 2、產生可用於曝露步驟之蒸氣的蒸氣產生槽 4、及配備凝結器形式過濾器之過濾分離器 3，且各個槽之容量係為，浸漬槽 1 有 18 公升容量，比重分離槽 2 有 15 公升容量，及蒸氣產生槽 4 有 10 至 20 公升容量。

(17)

比重分離槽 2 內之溶劑組合物係經由泵 5 從該槽 2 底部抽吸再送至過濾分離器 3。經過過濾分離器 3 且已除去水之溶劑組合物將以 2 公升 / 分鐘之速率返回到浸漬槽 1，而含水之溶劑組合物則從過濾分離器 3 的側表面上端以 1 公升 / 分鐘的速率返回到比重分離槽 2。從過濾分離器 3 中供應溶劑組合物，藉此溶劑組合物將從浸漬槽 1 溢流到凹槽 6，再從凹槽 6 之底部流到比重分離槽 2。在將表面上附著水份之物件實際地浸入浸漬槽 1 的例子中，水將浮在溶劑組合物之液面上，藉此，溢流到凹槽 6 之液體將係一由浮著之水與溶劑組合物所組成的混合液體。在此裝置的上面部份，有冷卻管 8 及凹槽 9 以接收冷凝之溶劑組合物，而進入凹槽 9 之溶劑將供應到比重分離槽 2。

經由控制供應到加熱器 10 或 11 之電流可調整浸漬槽 1 或比重分離槽 2 內溶劑組合物之溫度。再者，在欲進行蒸氣之曝露步驟的例子中，可將電流供應到蒸氣產生槽 4 的加熱器 12 中以使溶劑組合物在煮沸狀態下藉此產生蒸氣。所產生之蒸氣會與冷卻管 8 接觸並冷凝，而冷凝之組合物係進入凹槽 9，然後返回到比重分離槽 2。

#### 實施例 1

將備好在不銹鋼吊籃中的五片 50 公釐 x 50 公釐 x 5 公釐之玻璃板浸入純水中再取出，以充當為表面上附著水份之物件。至於溶劑組合物，可使用含有 95.6 質量百分比之 1,3-二氨基-1,1,2,2,3-五氟丙烷及 4.4 質量百分比乙醇之溶

(18)

劑混合物(沸點：55℃，本文以下稱為溶劑混合物 A)，在下列條件下以每一次10分鐘的速率洗靜此等玻璃板以去除水，共進行48次(總共：8小時)：

浸漬槽1中溶劑混合物 A 之溫度： 46至51℃

浸漬槽1中使用超音波振動器 7： 是

物件在浸漬槽1內之浸漬時間： 2分鐘

在比重分離槽2中溶劑混合物 A 之溫度： 46至51℃

曝露於蒸氣中： 1分鐘

待從浸漬槽1取出玻璃板後，立即使已進行最後洗靜以去除水之玻璃板乾燥，藉此並沒有觀察到任何污點。而且，在浸漬槽1中也沒觀察到水懸浮於溶劑組合物中。

#### 實施例 2

將備好在不銹鋼吊籃中的十片25公釐 x30公釐 x2公釐之黃銅板浸入純水中再取出，以充當為表面上附著水份之物件。至於溶劑組合物，可使用含有41.1質量百分比之3,3-二氯基-1,1,1,2,2-五氟丙烷、54.4質量百分比之1,3-二氯基-1,1,2,2,3-五氟丙烷及4.5質量百分比乙醇之溶劑混合物(沸點：52℃，本文以下稱為溶劑混合物 B)，在下列條件下以每一次10分鐘的速率洗靜此等黃銅板以去除水，共進行48次(總共：8小時)：

浸漬槽1中溶劑混合物 B 之溫度： 45℃

浸漬槽1中使用超音波振動器 7： 是

物件在浸漬槽1內之浸漬時間： 2分鐘

在比重分離槽2中溶劑混合物 B 之溫度： 45℃

(19)

曝露於蒸氣中： 2分鐘

待從浸漬槽 1 取出黃銅板後，立即使已進行最後洗靜以去除水之黃銅板乾燥，藉此並沒有觀察到任何污點。而且，在浸漬槽 1 中也沒觀察到水懸浮於溶劑組合物中。

### 實施例 3

將備好在不銹鋼吊籃中的五片 50 公釐 x 50 公釐 x 5 公釐之丙烯酸類樹脂板浸入純水中再取出，以充當為表面上附著水份之物件。至於溶劑組合物，可使用含有 97 質量百分比之 1,1,1,2,2,3,4,5,5,5-十氟戊烷及 3 質量百分比 2-丙醇之溶劑混合物（沸點：52℃，本文以下稱為溶劑混合物 C），在下列條件下以每一次 10 分鐘的速率洗靜此等丙烯酸類樹脂板以去除水，共進行 48 次（總共：8 小時）：

浸漬槽 1 中溶劑混合物 C 之溫度： 45℃

浸漬槽 1 中使用超音波振動器 7： 否

物件在浸漬槽 1 內之浸漬時間： 2分鐘

在比重分離槽 2 中溶劑混合物 C 之溫度： 45℃

曝露於蒸氣中： 1分鐘

待從浸漬槽 1 取出丙烯酸類樹脂板後，立即使已進行最後洗靜以去除水之丙烯酸類樹脂板乾燥，藉此並沒有觀察到任何污點。而且，在浸漬槽 1 中也沒觀察到水懸浮於溶劑組合物中。

### 實施例 4

(20)

將備好在不銹鋼吊籃中的五片 50公釐 x 50公釐 x 5公釐之玻璃板浸入純水中再取出，以充當為表面上附著水份之物件。至於溶劑組合物，可使用含有 94 質量百分比之 1,1,1,2,2,3,4,5,5,5-十氟戊烷及 6 質量百分比甲醇之溶劑混合物(沸點：48℃，本文以下稱為溶劑混合物 D)，在下列條件下以每一次 10分鐘的速率洗靜此等丙烯酸類樹脂板以去除水，共進行 48次(總共：8小時)：

浸漬槽 1 中溶劑混合物 D 之溫度：	40℃
浸漬槽 1 中使用超音波振動器 7：	是
物件在浸漬槽 1 內之浸漬時間：	2分鐘
在比重分離槽 2 中溶劑混合物 D 之溫度：	40℃
曝露於蒸氣中：	1分鐘

待從浸漬槽 1 取出玻璃板後，立即使已進行最後洗靜以去除水之玻璃板乾燥，藉此並沒有觀察到任何污點。而且，在浸漬槽 1 中也沒觀察到水懸浮於溶劑組合物中。

#### 實施例 5

進行如實施例 4 之相同方法洗靜玻璃板以去除水，但除外的是以含有 94 質量百分比之 1,1,2,2-四氟乙基-2,2,2-三氟乙基醚及 6 質量百分比乙醇之溶劑混合物(沸點：54℃，本文以下稱為溶劑混合物 E)做為去除水之溶劑組合物，溶劑混合物 E 在浸漬槽 1 及在比重分離槽 2 之溫度各別為 45℃。

待從浸漬槽 1 取出後，立即使已進行最後洗靜以去除

(21)

水之玻璃板乾燥，藉此並沒有觀察到任何污點。而且，在浸漬槽 1 中也沒觀察到水懸浮於溶劑組合物中。

#### 實施例 6

進行如實施例 4 之相同方法洗靜玻璃板以去除水，但除外的是以含有 95 質量百分比之(全氟丁氧基)甲烷及 5 質量百分比 2-丙醇之溶劑混合物(沸點：55℃，本文以下稱為溶劑混合物 F)做為去除水之溶劑組合物，溶劑混合物 F 在浸漬槽 1 及在比重分離槽 2 之溫度各別為 48℃。

待從浸漬槽 1 取出後，立即使已進行最後洗靜以去除水之玻璃板乾燥，藉此並沒有觀察到任何污點。而且，在浸漬槽 1 中也沒觀察到水懸浮於溶劑組合物中。

#### 實施例 7(比較性實施例)

進行如實施例 5 之相同方法洗靜玻璃板以去除水，但除外的是卸下圖 1 中的過濾分離器 3，並且從比重分離槽 2 底部所取出之溶劑混合物 E 將依此而返回到浸漬槽 1。在剛啟動洗靜之後，當玻璃板從浸漬槽 1 取出後立即乾燥，並沒有觀察到任何污點，但一旦從洗靜啟動後終止約 2 小時，就開始會在浸漬槽 1 中看到水懸浮於溶劑混組合物 E 中，且幾乎同時地，在去除水後之玻璃板上也開始形成污點。

#### 實施例 8(比較性實施例)

(22)

進行如實施例 6 之相同方法洗靜玻璃板以去除水，但除外的是卸下圖 1 中的過濾分離器 3，並且從比重分離槽 2 底部所取出之溶劑混合物 E 將依此而返回到浸漬槽 1。在剛啟動洗靜之後，當玻璃板從浸漬槽 1 取出後立即乾燥，並沒有觀察到任何污點，但一旦從洗靜啟動後終止約 1 小時，就開始會在浸漬槽 1 中看到水懸浮於溶劑混組合物 E 中，且幾乎同時地，在去除水後之玻璃板上也開始形成污點。

#### 工業應用

本發明可應用在由金屬、塑膠、玻璃、陶瓷等所製成之物件的洗靜上，這些物件可用於各種應用上，例如用於製造如 IC、LSI 等之半導體的晶圓，用於光刻法之光罩，電鍍產品，如透鏡之光學部件，液晶顯示器之部件及各種電子零件。

#### 【圖式簡單說明】

圖 1 係表示利用本發明去除水之方法而用在去除水試驗之裝置的示意圖。

在圖 1 中，參考數字 1 表示為浸漬槽，2 表示比重分離槽，3 表示凝結器形式過濾器，4 為蒸氣產生槽，5 為泵，6、9 表示凹槽，7 是超音波振動器，8 為冷卻管，以及 10、11、12 係表示加熱器。

(23)

【 主要元件符號說明 】

- 1 浸漬槽
- 2 比重分離槽
- 3 凝結器形式過濾器
- 4 蒸氣產生槽
- 5 泵
- 6 凹槽
- 7 超音波振動器
- 8 冷卻管
- 9 凹槽
- 10 加熱器
- 11 加熱器
- 12 加熱器

## 五、中文發明摘要

發明之名稱：去除水的方法以及去除水的裝置

本發明係提供去除水的方法，彼能連續且不變地維持良好的除水性能達一長時間。

本發明去除水的方法包括浸漬步驟，係將一表面上附著水份之物件浸入一含有選自氟氯碳氫化合物、氟碳氫化合物及氟基氫醚所組成群之至少一者，及一以醇類做為基本組份的溶劑組合物中，以進行水之去除；比重分離步驟，係藉由比重分離法從該含有由物件中所除去之水的溶劑組合物中將水分離出；以及過濾步驟，係透過一凝結器形式過濾器來過濾該已在比重分離步驟中除去水之溶劑組合物，以便進一步除去殘留於該溶劑組合物中的水份。

## 六、英文發明摘要

發明之名稱：Process for removing water and apparatus for removing water

To provide a process for removing water, capable of maintaining good water removal performance for a long time continuously and constantly.

A process for removing water, which comprises a dipping step of dipping an article having water attached on its surface, in a solvent composition comprising at least one member selected from a hydrochlorofluorocarbon, a hydrofluorocarbon and a hydrofluoroether, and an alcohol, as the essential components, to carry out removal of water, a specific gravity separation step of separating water from the solvent composition containing the water removed from the article, by a specific gravity separation method, and a filtration step of filtering the solvent composition having the water removed in the specific gravity separation step, through a coalescer type filter to further remove water remaining in the solvent composition.

(1)

## 十、申請專利範圍

1.一種去除水的方法，其包括浸漬步驟，係將一表面上附著水份之物件浸入一含有選自氟氯碳氫化合物、氟碳氫化合物及氟基氫醚所組成群之至少一者，及一醇類以做為基本組份的溶劑組合物中，以進行水之去除；比重分離步驟，係藉由比重分離法從該含有由物件中所除去之水的溶劑組合物中將水分離出；以及過濾步驟，係透過一凝結器形式過濾器來過濾該已在比重分離步驟中除去水之溶劑組合物，以便進一步除去殘留於該溶劑組合物中的水份。

2.如申請專利範圍第1項之去除水的方法，彼包括藉由使該溶劑組合物溢流，以便從浸漬步驟中取出該含有從物品中所除去之水的溶劑組合物之步驟。

3.如申請專利範圍第1項之去除水的方法，彼包括將該經由過濾步驟所獲得之溶劑組合物返回至浸漬步驟的步驟。

4.如申請專利範圍第1項之去除水的方法，其中在比重分離法中，該含有從物品中所除去之水的溶劑組合物之溫度係在比該溶劑組合物之沸點低 $10^{\circ}\text{C}$ 之溫度至小於該沸點的範圍。

5.如申請專利範圍第1項之去除水的方法，其中該氟氯碳氫化合物係選自1,1-二氯基-1-氟基乙烷、3,3-二氯基-1,1,1,2,2-五氟丙烷及1,3-二氯基-1,1,2,2,3-五氟丙烷所組成群之至少一者。

6.如申請專利範圍第1項之去除水的方法，其中該氟碳

(2)

氫化合物係選自 1,1,1,3,3-五氟丁烷、1,1,1,2,2,3,4,5,5,5-十氟戊烷、1,1,1,2,2,3,3,4,4-九氟己烷、2-三氟甲基-1,1,1,2,3,4,5,5,5-九氟戊烷及 1,1,1,2,2,3,3,4,4,5,5,6,6-十三氟己烷所組成群之至少一者。

7.如申請專利範圍第1項之去除水的方法，其中該氟基氫醚係選自 1,1,2,2-四氟乙基-2,2,2-三氟乙基醚、2,2,3,3-四氟基-1-(1,1,2,2-四氟乙氧基)丙烷、(全氟丁氧基)甲烷及(全氟丁氧基)乙烷所組成群之至少一者。

8.如申請專利範圍第1項之去除水的方法，其中該醇類係一 C<sub>1-4</sub> 烷醇。

9.一種去除水的裝置，彼包括一供儲存溶劑組合物，及供將一表面上附著水份之物品浸入此溶劑組合物中以進行水之去除的浸漬槽，該溶劑組合物含有選自氟氫碳氫化合物、氟碳氫化合物及氟基氫醚所組成群之至少一者及一醇類以做為基本組份；供藉由比重分離法從該含有由物品中所除去之水的溶劑組合物中將水分離出的比重分離槽；以及供過濾該已在比重分離步驟中除去水之溶劑組合物，以便進一步除去殘留於該溶劑組合物中之水份的凝結器形式過濾器。

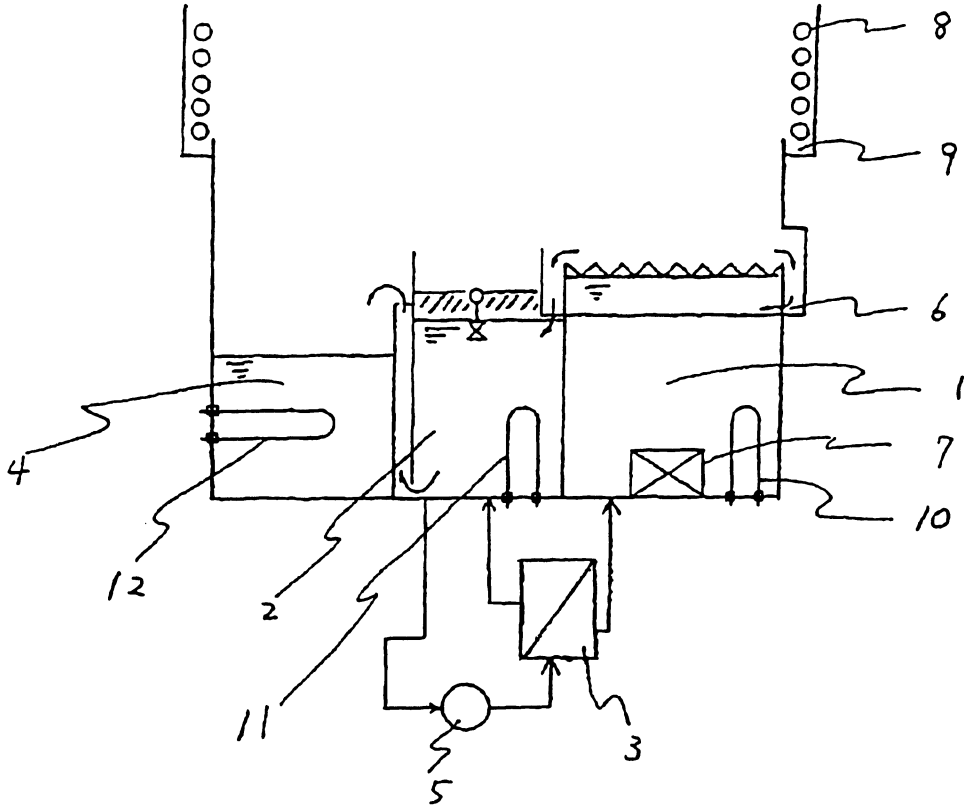
10.如申請專利範圍第9項之去除水的裝置，彼具有可使該經由凝結器形式過濾器過濾後所得之溶劑組合物返回至浸漬槽的再循環構件。

11.如申請專利範圍第9項之去除水的裝置，彼具有可使經由凝結器形式過濾器過濾後從該溶劑組合物中分離出

(3)

之水返回至比重分離槽的構件。

圖 1



七、指定代表圖：

(一)、本案指定代表圖為：第(1)圖

(二)、本代表圖之元件符號簡單說明：

- |    |          |
|----|----------|
| 1  | 浸漬槽      |
| 2  | 比重分離槽    |
| 3  | 凝結器形式過濾器 |
| 4  | 蒸氣產生槽    |
| 5  | 泵        |
| 6  | 凹槽       |
| 7  | 超音波振動器   |
| 8  | 冷卻管      |
| 9  | 凹槽       |
| 10 | 加熱器      |
| 11 | 加熱器      |
| 12 | 加熱器      |

八、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：