

## 明 細 書

発明の名称：

イソプロピルアルコール収容体及び該収容体の製造方法、並びにイソプロピルアルコール収容体の品質管理方法

### 技術分野

[0001] 本開示は、容器にイソプロピルアルコールが収容されたイソプロピルアルコール収容体及び該収容体の製造方法、並びにイソプロピルアルコール収容体の品質管理方法に関する。

### 背景技術

[0002] イソプロピルアルコール（２－プロパノールとも称される）は、様々な用途で使用される有機溶媒であり、特に、半導体デバイスの製造工程において洗浄液又は乾燥液として使用される。近年、半導体デバイスの高性能化が求められる中、素子及び配線の微細化及び高集積化が進んでおり、洗浄液又は乾燥液として使用されるイソプロピルアルコールについても金属不純物が極めて少ない高純度化が要求されるようになってきている。

[0003] 例えば、特許文献１には、長期保存によって不純物が増加したイソプロピルアルコールを半導体デバイスの製造工程において洗浄用途に使用すると、洗浄及び乾燥後にイソプロピルアルコール中の不純物に由来する残渣が半導体デバイスの表面に残ることがあり、半導体デバイスの欠陥発生の要因になることが記載されている。このことから分かるように、洗浄液又は乾燥液として使用されるイソプロピルアルコールの品質が半導体デバイスの歩留まりに与える影響が無視できなくなっており、イソプロピルアルコールの品質向上が強く要求されている。

[0004] また、イソプロピルアルコール中には不純物としてアセトン等の有機不純物が存在しており、イソプロピルアルコール中の溶存酸素濃度が高い場合に、イソプロピルアルコール中の有機不純物の含有量が増加することが知られている（例えば、特許文献２又は３参照）。イソプロピルアルコール中の溶

存酸素濃度を低減させる方法として、特許文献2には、イソプロピルアルコールの製造時の蒸留工程において、蒸留塔気相部の酸素分圧を制御する方法が提案されている。また、特許文献3には、イソプロピルアルコール中に窒素等の不活性ガスを吹き込んでバブリングすることで、溶存酸素を除去する方法が提案されている。

## 先行技術文献

### 特許文献

[0005] 特許文献1：国際公開第2020/071307号

特許文献2：国際公開第2018/135408号

特許文献3：特開2014-201524号公報

特許文献4：国際公開第2020/009225号

### 発明の概要

#### 発明が解決しようとする課題

[0006] 特許文献2又は3に記載された方法によれば、溶存酸素濃度が低減された高純度のイソプロピルアルコールを製造することができる。製造されたイソプロピルアルコールは、貯槽タンクに保存した後、製品として出荷する際にISO（国際標準化機構）タンクコンテナ、キャニスター缶等の容器に充填され、出荷及び納入される。特許文献4には、容器内に高純度の窒素ガスを封入することが記載されている。

[0007] ISOタンクコンテナ、キャニスター缶等の容器に充填されたイソプロピルアルコールは、半導体デバイスの製造工程において洗浄液又は乾燥液として使用されるまでに数十日から数か月の間隔が空く場合がある。本発明者が検討したところ、上記方法により製造された溶存酸素濃度の低いイソプロピルアルコールを容器に充填し、酸素濃度の低い窒素ガスで封入した場合においても、数十日から数か月の間隔が空いた後に該容器中のイソプロピルアルコールを分析すると、金属不純物やアセトン等の有機不純物の含有量が増加し、半導体洗浄用途に使用できない場合があることが判明した。

[0008] そこで、本開示は、長期保管後においても金属不純物やアセトン等の有機不純物の含有量の増加が抑制されるイソプロピルアルコール収容体、及びその製造方法を提供することを課題とする。

#### 課題を解決するための手段

[0009] 本発明者らは、上記課題を解決するために鋭意検討を重ねた。まず、金属不純物やアセトン等の有機不純物の含有量が高くなったコンテナを確認したところ、同じ貯槽タンクから供給されたイソプロピルアルコールを容器に充填し、同じ窒素ガスを使用して封入しても、金属不純物やアセトン等の有機不純物の含有量が高くなる場合があることが分かった。その際に使用したイソプロピルアルコールのロット中の溶存酸素濃度、及び封入に使用した窒素ガスの酸素濃度についても確認したが、いずれも問題となる酸素濃度ではなかった。また、同じコンテナに、同程度の溶存酸素濃度のイソプロピルアルコールを充填し、同程度の酸素濃度の窒素ガスを使用して封入し、長期保管しても、イソプロピルアルコール中の金属不純物やアセトン等の有機不純物の含有量の増加が抑制されている場合があることも確認した。これらのことから、使用したコンテナについても、容器の破損等はないことを確認した。その一方で、金属不純物やアセトン等の有機不純物の含有量が高いコンテナを確認すると、容器内の気相部の酸素濃度、及びイソプロピルアルコール中のクロムの含有率が高いことが分かった。

[0010] これらの知見から、長期保管時のアセトン等の有機不純物及びクロムの含有量が増加した原因は、何らかの理由で充填直後の酸素濃度が高くなり、容器内の酸素により、長期保管中にアセトン等の有機不純物及びクロムの含有率が増加したものと推測された。そして、イソプロピルアルコールを充填し、窒素等の不活性ガスを封入した後の容器内の気体の酸素濃度を所定の濃度以下とすることで、長期保管時におけるアセトン等の有機不純物の含有量の経時的な増加を抑制できることが分かり、本発明を完成させるに至った。

[0011] 上記課題を解決するための具体的な手段には、以下の実施態様が含まれる。

<1> 容器にイソプロピルアルコールが収容されたイソプロピルアルコール収容体であって、

前記容器中の酸素含有量が前記イソプロピルアルコールに対して0.001~0.100molppmであり、

前記イソプロピルアルコール中の不純物としてのアセトンの含有量が質量基準で10~200ppbであるイソプロピルアルコール収容体。

[0012] <2> 前記イソプロピルアルコール中の不純物としてのクロムの含有量が質量基準で0.01~2.50pptである、<1>に記載のイソプロピルアルコール収容体。

[0013] <3> 前記容器の容積が1000~1500000Lの範囲にある、<1>又は<2>に記載のイソプロピルアルコール収容体。

[0014] <4> 前記容器が、中間バルクコンテナ、タンクローリー、ISOタンクコンテナ、又は貯槽タンクである、<3>に記載のイソプロピルアルコール収容体。

[0015] <5> 容器にイソプロピルアルコールが収容されたイソプロピルアルコール収容体の製造方法であって、

前記容器にイソプロピルアルコールを収容した際の、該容器中の気体の酸素濃度を体積基準で0.1~10ppmとするイソプロピルアルコール収容体の製造方法。

[0016] <6> 前記容器に収容されるイソプロピルアルコール中の溶存酸素濃度が、大気下、25℃での酸素飽和溶解度に対して0.001~0.050%である、<5>に記載のイソプロピルアルコール収容体の製造方法。

[0017] <7> 前記容器に収容されるイソプロピルアルコール中の不純物としてのアセトンの含有量が質量基準で10~200ppbである、<5>又は<6>に記載のイソプロピルアルコール収容体の製造方法。

[0018] <8> 前記容器に収容されるイソプロピルアルコール中の不純物としてのクロムの含有量が質量基準で0.01~2.50pptである、<5>~<7>のいずれか1項に記載のイソプロピルアルコール収容体の製造方法。

- [0019] <9> 前記容器の容積が1000～1500000Lの範囲にある、<5>～<8>のいずれか1項に記載のイソプロピルアルコール収容体の製造方法。
- [0020] <10> 前記容器が、中間バルクコンテナ、タンクローリー、ISOタンクコンテナ、又は貯槽タンクである、<9>に記載のイソプロピルアルコール収容体の製造方法。
- [0021] <11> 容器にイソプロピルアルコールが収容されたイソプロピルアルコール収容体の製造方法であって、  
前記イソプロピルアルコールを前記容器の容積の2～98%となるように収容し、  
前記容器にイソプロピルアルコールを収容した際の、該容器中の気体の酸素濃度を体積基準で0.1～10ppmとするイソプロピルアルコール収容体の製造方法。
- [0022] <12> 前記容器に収容されるイソプロピルアルコール中の溶存酸素濃度が、大気下、25℃での酸素飽和溶解度に対して0.001～0.050%である、<11>に記載のイソプロピルアルコール収容体の製造方法。
- [0023] <13> 前記容器に収容されるイソプロピルアルコール中の不純物としてのアセトンの含有量が質量基準で10～200ppbである、<11>又は<12>に記載のイソプロピルアルコールの収容体の製造方法。
- [0024] <14> 前記容器に収容されるイソプロピルアルコール中の不純物としてのクロムの含有量が質量基準で0.01～2.50pptである、<11>～<13>のいずれか1項に記載のイソプロピルアルコール収容体の製造方法。
- [0025] <15> 前記容器の容積が1000～1500000Lの範囲にある、<11>～<14>のいずれか1項に記載のイソプロピルアルコール収容体の製造方法。
- [0026] <16> 前記容器が、中間バルクコンテナ、タンクローリー、ISOタンクコンテナ、又は貯槽タンクである、<15>に記載のイソプロピルアルコ

ール収容体の製造方法。

[0027] <17> 第一の容器に収容されたイソプロピルアルコールを第二の容器に収容するイソプロピルアルコール収容体の製造方法であって、

前記第二の容器にイソプロピルアルコールを収容した際の、該第二の容器中の気体の酸素濃度を体積基準で0.1～10ppmとするイソプロピルアルコール収容体の製造方法。

[0028] <18> 前記第二の容器に収容されるイソプロピルアルコール中の溶存酸素濃度が、大気下、25℃での酸素飽和溶解度に対して0.001～0.050%である、<17>に記載のイソプロピルアルコール収容体の製造方法。

[0029] <19> 前記第二の容器に収容されるイソプロピルアルコール中の不純物としてのアセトンの含有量が質量基準で10～200ppbである、<17>又は<18>に記載のイソプロピルアルコール収容体の製造方法。

[0030] <20> 前記第二の容器に収容されるイソプロピルアルコール中の不純物としてのクロムの含有量が質量基準で0.01～2.50pptである、<17>～<19>のいずれか1項に記載のイソプロピルアルコール収容体の製造方法。

[0031] <21> 前記容器の容積が1000～1500000Lの範囲にある、<17>～<20>のいずれか1項に記載のイソプロピルアルコール収容体の製造方法。

[0032] <22> 前記容器が、中間バルクコンテナ、タンクローリー、ISOタンクコンテナ、又は貯槽タンクである、<21>に記載のイソプロピルアルコール収容体の製造方法。

[0033] <23> 容器にイソプロピルアルコールが収容されたイソプロピルアルコール収容体の品質管理方法であって、

前記イソプロピルアルコール中の溶存酸素濃度を、大気下、25℃での酸素飽和溶解度に対して0.001～0.050%とし、かつ、前記容器中の気体の酸素濃度を体積基準で0.1～10ppmとするイソプロピルアルコ

ール収容体の品質管理方法。

### 発明の効果

- [0034] 本開示によれば、長期保管時のクロム等の金属不純物やアセトン等の有機不純物の含有量の増加を抑制することが可能なイソプロピルアルコール収容体を提供することができる。特に、本開示の製造方法は、ISOタンクコンテナや貯槽タンク等の内容積の大きな容器にイソプロピルアルコールを収容する場合にも適用が可能である。本開示のイソプロピルアルコール収容体は、数十日から数か月の長期保管が可能であり、収容されたイソプロピルアルコールを半導体デバイスの洗浄液又は乾燥液として好適に使用することができ、産業上の利用可能性が高い。

### 発明を実施するための形態

- [0035] 本明細書においては特に断らない限り、数値A及びBを用いた「A～B」という表記は「A以上B以下」を意味するものとする。かかる表記において数値Bのみに単位を付した場合には、当該単位が数値Aにも適用されるものとする。
- [0036] 以下の説明において、特に断らない限り、濃度を表す「%」、「ppm」、「ppb」、及び「ppt」は実施例も含めていずれも質量基準である。また、濃度を表す「vol%」及び「volppm」は実施例も含めていずれも体積分率を示し、「molppm」はモル分率を示す。
- [0037] <イソプロピルアルコール収容体>
- 本開示のイソプロピルアルコール収容体（以下、単に「収容体」ともいう。）は、容器にイソプロピルアルコールが収容された収容体であって、容器中の酸素含有量がイソプロピルアルコールに対して0.001～0.100molppmであり、イソプロピルアルコール中の不純物としてのアセトンの含有量が10～200ppbであることを特徴とする。該収容体の内部は、イソプロピルアルコールが充填された部分（以下、当該部分を「液相部」ともいう。）と、イソプロピルアルコールが充填されていない空間部分（以下、当該部分を「気相部」ともいう。）とで構成されている。

- [0038] このような収容体とすることで、長期保管時のクロム等の金属不純物やアセトン等の有機不純物の含有量の増加が抑制され、数十日から数か月の長期保管が可能となる。その理由は必ずしも明確ではないが、本発明者らは以下のとおり推測している。
- [0039] イソプロピルアルコール中に酸素が存在する場合、酸素とイソプロピルアルコールとが反応し、アセトンが副生される。このため、溶存酸素濃度の低いイソプロピルアルコールを容器に充填し、窒素ガス等の不活性ガスを封入することで、容器中のイソプロピルアルコール中のアセトン等の有機不純物の含有量の増加が抑制されるものと考えられた。しかし、貯槽タンクから容器に移液するための配管、窒素ガスを封入するための配管等に極僅かな隙間等があった場合には、極少量ながら酸素が混入することがある。また、ISOタンクコンテナ等の容器は、内部のイソプロピルアルコールが消費された後に返却され、同じ容器にイソプロピルアルコールを充填し再出荷されることが多い。通常、容器を十分に洗浄した後にイソプロピルアルコールの充填を行うが、その際の洗浄によって容器中に酸素が残存してしまうことが考えられる。
- [0040] かかる場合には、仮に溶存酸素濃度の低いイソプロピルアルコールを容器に充填し、窒素ガス等の不活性ガスを封入したとしても、収容体中には酸素が比較的多量に存在することとなる。酸素はイソプロピルアルコール中に一定量溶解するため、溶存する酸素がイソプロピルアルコールと反応して消費されると、容器内の気相部の酸素がイソプロピルアルコールに溶解し、イソプロピルアルコールと反応するものと推測される。そして、酸素とイソプロピルアルコールとの反応によってアセトンの他に過酸化水素も副生し、過酸化水素もイソプロピルアルコールと反応する。このため、長期保管により収容体中の酸素がほとんど消費されるまでアセトン等の有機不純物の含有量が増加するものと推測される。また、ISOタンクコンテナ等の容器の内部はステンレス鋼等で構成されるところ、ステンレス鋼には通常クロムが含有されている。容器中の酸素、及び副生する過酸化水素の影響によって、ステン

レス鋼に含有するクロムが極微量ながら溶出し、イソプロピルアルコール中のクロムの含有量も増加するものと推測される。そして、イソプロピルアルコール中に溶出したクロムは、酸素がイソプロピルアルコールと反応する際に触媒的に作用しているものと推測され、保管中のアセトン等の有機不純物の含有量の増加を促進する作用をもたらすものと推測される。

[0041] したがって、容器にイソプロピルアルコールを収容し、気相部に窒素ガス等の不活性ガスを充填した際の容器中の酸素含有量を所定の範囲とすることにより、長期保管時のクロム等の金属不純物やアセトン等の有機不純物の含有量の増加が抑制されるとともに、長期保管時のクロム等の金属不純物やアセトン等の有機不純物の含有量の制御が可能となり、数十日から数か月の長期保管が可能になるものと推測される。

[0042] (収容体中の酸素含有量)

本開示の収容体においては、容器中の酸素含有量を、イソプロピルアルコールに対して0.001~0.100molppmとする必要がある。長期保管時のクロム等の金属不純物やアセトン等の有機不純物の含有量の増加抑制効果の観点から、容器中の酸素含有量は、イソプロピルアルコールに対して0.001~0.050molppmであることが好ましく、0.001~0.010molppmであることがより好ましい。

[0043] 容器中の酸素含有量は、収容体の気相部の酸素量、及び液相部のイソプロピルアルコール中の溶存酸素量を測定し、その合計量を算出することで求めることができる。そして、算出した酸素含有量と、収容体中のイソプロピルアルコールの量とから、酸素含有量をイソプロピルアルコールに対するモル分率として求めることができる。

[0044] ここで、気相部の酸素量は、気相部をサンプリングし、サンプル中の酸素量を公知の酸素分析法によって測定した上で、サンプル中の酸素量と、収容体の気相部の容積及び内圧とから算出することができる。公知の酸素分析法としては、パルス放電型光イオン化検出器を用いたガスクロマトグラフィー(GC)法、ポーラログラフ法、光学式酸素分析法(蛍光物質の発光現象及

び消光現象を利用した分析方法）等が挙げられる。

[0045] また、液相部のイソプロピルアルコール中の溶存酸素量は、液相部のイソプロピルアルコールをサンプリングし、サンプル中の酸素量をポーラログラフ法又は光学式酸素分析法（蛍光物質の発光現象及び消光現象を利用した分析方法）によって測定した上で、サンプル中の溶存酸素量と、収容体中のイソプロピルアルコールの容積とから算出することができる。

[0046] （イソプロピルアルコール中の不純物としてのアセトンの含有量）

本開示の収容体において、イソプロピルアルコール中の不純物としてのアセトンの含有量は、10～200ppbである。イソプロピルアルコール中のアセトンの含有量を上記範囲とすることで、収容されたイソプロピルアルコールを半導体デバイスの洗浄液又は乾燥液として好適に使用することができる。収容されたイソプロピルアルコールを半導体デバイスの洗浄液又は乾燥液として使用する場合は、デバイスへの影響低減の観点から、イソプロピルアルコール中のアセトンの含有量は、10～200ppbであることが好ましく、10～100ppbであることがより好ましい。

[0047] ここで、イソプロピルアルコール中のアセトンの含有量は、収容体の液相部のイソプロピルアルコールをサンプリングした上で、ガスクロマトグラフィー質量分析（GC-MS）法によって測定することができる。

[0048] （イソプロピルアルコール中の不純物としてのクロムの含有量）

上述のとおり、イソプロピルアルコール中に溶出したクロムは、酸素がイソプロピルアルコールと反応する際に触媒的に作用しているものと推測される。長期保管時のアセトン等の有機不純物の含有量の増加抑制、及び有機不純物の含有量の制御の観点から、イソプロピルアルコール中のクロムの含有量は、0.01～2.50pptであることが好ましく、0.01～1.00pptであることがより好ましい。

[0049] ここで、イソプロピルアルコール中のクロムの含有量は、収容体の液相部のイソプロピルアルコールをサンプリングした上で、誘導結合プラズマ質量分析（ICP-MS）法によって測定することができる。

[0050] (イソプロピルアルコール)

容器に収容されるイソプロピルアルコールとしては、容器に収容された後に、上述したアセトンの含有量となるイソプロピルアルコールであれば特に制限されない。収容されたイソプロピルアルコールを半導体デバイスの洗浄液又は乾燥液として使用する場合のデバイスへの影響低減の観点から、イソプロピルアルコールの純度は、99.99%以上であることが好ましく、99.9999%以上であることがより好ましい。また、長期保管時のアセトン等の有機不純物の含有量の増加抑制効果の観点から、イソプロピルアルコールとしては、以下に示す溶存酸素濃度、アセトン含有量、及びクロム含有量の条件を満たすものが好ましい。

[0051] イソプロピルアルコール中の溶存酸素濃度としては、大気下、25℃での酸素飽和溶解度に対して0.001~0.050%であることが好ましく、0.001~0.025%であることがより好ましい。イソプロピルアルコール中の溶存酸素濃度は、収容体の液相部の溶存酸素量を上述した方法により測定し、大気下、25℃のイソプロピルアルコール中に存在する溶存酸素に対応した酸素分圧を測定し、その測定された酸素分圧を、大気下、25℃における酸素分圧で除した上で百分率に換算することで求めることができる。

[0052] ここで、大気下とは、1気圧の空気組成下を意味する。また、大気下、25℃における酸素分圧とは、25℃、1気圧の空気中の酸素分圧を意味し、21kPaである。また、本開示において、大気下、25℃での酸素飽和溶解度とは、1気圧、酸素分圧が21kPaの雰囲気下で、その溶存酸素が平衡となったときの酸素濃度である。

[0053] イソプロピルアルコールに対する酸素飽和溶解度は、文献によって値が異なる。例えば、参考文献（佐藤天ら、「有機溶媒への酸素の溶解度と酸素のハンセン溶解度パラメータの計算 (Solubility of Oxygen in Organic Solvents and Calculation of the Hansen Solubility Par

ameters of Oxygen)」、インダストリアル アンド エンジニアリング ケミストリー リサーチ (Ind. Eng. Chem. Res.)、2014年、第53巻、第19831-19337頁)によると、酸素分圧101.3 kPaの雰囲気下、25℃におけるイソプロピルアルコールに対する酸素飽和溶解度は、 $7.78 \times 10^{-4} \text{ mol/mol}$ である。イソプロピルアルコール中の溶存酸素濃度が、大気下、25℃での酸素飽和溶解度に対して0.001~0.050%である場合、イソプロピルアルコール中の溶存酸素濃度は、0.9~43.5 ppbと計算できる。

[0054] イソプロピルアルコール中に不純物として含まれるアセトンの含有量は、10~200 ppbであることが好ましく、10~100 ppbであることがより好ましい。イソプロピルアルコール中のアセトンの含有量は、収容体の液相部におけるアセトンの測定方法と同様の方法により測定することができる。

[0055] イソプロピルアルコール中に含まれる金属不純物のうち、クロムの含有量は、0.01~2.50 pptであることが好ましく、0.01~1.00 pptであることがより好ましい。イソプロピルアルコール中のクロムの含有量は、収容体の液相部におけるクロムの測定方法と同様の方法により測定することができる。

[0056] 容器に収容されるイソプロピルアルコールとしては、公知の製造方法で得られたイソプロピルアルコールを用いることができる。公知の製造方法としては、アセトン還元するアセトン還元法、固定床触媒法の気相法であるVeba Chemie法、固定床触媒法の気液混相法であるDeutsche Texaco法、直接水和法等が挙げられる。これらの製造方法の中でも、高純度のイソプロピルアルコールが得られ、精製が容易である点から、直接水和法が好ましい。

[0057] 上記方法で得られたイソプロピルアルコールの精製方法としては、公知の方法を採用することができる。具体的には、イソプロピルアルコールを蒸留により精製する方法、イソプロピルアルコールをフィルターで濾過する方法

、これらを組み合わせた方法等が挙げられる。半導体デバイスの洗浄液又は乾燥液に用いる場合、高純度で微粒子等を含まないイソプロピルアルコールとする必要があり、精製方法として、蒸留及び濾過を組み合わせた方法を採用することが好ましい。

[0058] (収容体の容器)

イソプロピルアルコールを収容する容器としては、有機薬液を収容する容器として公知の容器を特に制限なく用いることができる。これらの容器の容積は、例えば、10～1500000Lの範囲である。かかる容器として具体的には、キャニスター缶（容積：18～200L）、中間バルクコンテナ（IBC）（容積：1000～2000L）、タンクローリー（容積：2000～4000L）、ISOタンクコンテナ（容積：13000～26000L）、貯槽タンク（容積：100000～1500000L）等が挙げられる。特に、本開示の容器としては、容積が1000～1500000Lの範囲である容器（中間バルクコンテナ、タンクローリー、ISOタンクコンテナ、貯槽タンク等）が好ましい。かかる内容積の大きな容器は、イソプロピルアルコールを容器に充填した後、窒素ガス等の不活性ガスを封入した際に、気相部に酸素が残存してしまうことが多い。この点、本開示のように容器中の酸素含有量を所定の範囲に管理することにより、長期保管時のクロム等の金属不純物やアセトン等の有機不純物の含有量の増加が抑制されるとともに、長期保管時のクロム等の金属不純物やアセトン等の有機不純物の含有量の制御が可能となり、数十日から数か月の長期保管が可能となる。

[0059] 容器に収容されるイソプロピルアルコール中の不純物の増加抑制効果の観点から、容器のイソプロピルアルコールとの接液部における材質は、樹脂（ポリオレフィン樹脂、フッ素樹脂等）、ガラス、及び金属（ステンレス鋼、ハステロイ、インコネル、モネル等）からなる群より選択される少なくとも1種であることが好ましく、ステンレス鋼であることがより好ましい。ステンレス鋼としては、例えば、SUS304（Cr含有率：18～20%、Ni含有率：8～10.5%）、SUS304L（Cr含有率：18～20%

、Ni含有率：9～13%）、SUS316（Cr含有率：16～18%、Ni含有率：10～14%）、SUS316L（Cr含有率：16～18%、Ni含有率：12～15%）等のオーステナイト系ステンレス鋼が挙げられる。

[0060] 上述のとおり、イソプロピルアルコール中に溶出したクロムは、酸素がイソプロピルアルコールと反応する際に触媒的に作用しているものと推測される。容器の材質にSUS304等のステンレス鋼を用いる場合、クロム等の金属分がイソプロピルアルコールへ溶出するのを抑制するため、ステンレス鋼の表面に不動態層を形成する不動態化処理を施しておくことが好ましい。イソプロピルアルコールとの接液部に不動態化処理を施しておくことにより、貯蔵、充填、又は輸送工程においてイソプロピルアルコール中の金属不純物の含有量が増加するのを抑制することができる。不動態化処理としては、公知の方法を用いることができる。

[0061] 容器に収容するイソプロピルアルコールの量については、収容の目的等を勘案して適宜決定すればよい。イソプロピルアルコールが揮発性である点、輸送コスト等を勘案して、イソプロピルアルコールを該容器の容積の2～8%の範囲で収容することが好ましく、80～98%の範囲で収容することがより好ましい。

[0062] <収容体の製造方法>

本開示の収容体の製造方法は、容器にイソプロピルアルコールを収容した際の、容器中の気体の酸素濃度を0.1～10volppmとすることが特徴である。このような製造方法により、長期保管時のクロム等の金属不純物やアセトン等の有機不純物の含有量の制御が可能となり、数十日から数か月の長期保管が可能な収容体を製造することが可能である。長期保管時のクロム等の金属不純物やアセトン等の有機不純物の含有量の制御の観点から、容器にイソプロピルアルコールを収容した際の、容器中の気体の酸素濃度は、0.1～5volppmとすることが好ましく、0.1～1volppmとすることがより好ましく、0.1～0.5volppmとすることがさらに

好ましい。

[0063] また、一旦イソプロピルアルコールを貯槽タンク（第一の容器）に収容し、さらにＩＳＯタンクコンテナ等（第二の容器）に収容する場合もある。第二の容器にイソプロピルアルコールを収容する際にも、上述した本開示の製造方法を実施することにより、第二の容器に収容されたイソプロピルアルコールについても長期保管時のクロム等の金属不純物やアセトン等の有機不純物の含有量の制御が可能となり、数十日から数か月の長期保管が可能となる。

[0064] 以下、本開示の製造方法の一例として、精製工程を経たイソプロピルアルコールを貯槽タンクに収容し、収容されたイソプロピルアルコールをさらにＩＳＯタンクコンテナに収容する方法について説明する。

[0065] （貯槽タンクへのイソプロピルアルコールの収容）

本開示の製造方法において、貯槽タンクには、貯槽タンクに精製工程からのイソプロピルアルコールを送液する送液ラインと、貯槽タンクに不活性ガスを供給するガス供給ラインとが接続される。貯槽タンクへは、送液ラインを介してイソプロピルアルコールが収容され、ガス供給ラインを介して不活性ガスが封入される。

[0066] 不活性ガスとしては、窒素ガス、アルゴンガス等の安定な不活性ガスを用いることができ、工業的に高純度の不活性ガスが安価に入手可能な点で窒素ガスを用いることが好ましい。不活性ガスの純度は、９９．９９９％以上であることが好ましい。不活性ガス中の酸素濃度は、５ｖｏｌｐｐｍ以下であることが好ましく、０．５ｖｏｌｐｐｍ以下であることがより好ましく、０．１ｖｏｌｐｐｍ以下であることがさらに好ましい。

[0067] 本開示の製造方法において、イソプロピルアルコール中の不純物の増加抑制の観点から、送液ライン及びガス供給ラインに用いられる移送管の材質は、上述した容器の材質と同様であることが好ましい。具体的には、ステンレス鋼又はフッ素樹脂（ＰＦＡ、ＰＴＦＥ等）であることが好ましい。ステンレス鋼としては、例えば、ＳＵＳ３０４、ＳＵＳ３０４Ｌ、ＳＵＳ３１６、

SUS316L等が挙げられる。ステンレス鋼には、上述のように、不動態化処理を施しておくことができる。

[0068] 貯槽タンクに最初にイソプロピルアルコールを送液する前には、貯槽タンク内の気相部を不活性ガスで置換し、不活性ガスで充満させた際の不活性ガス中の酸素濃度を測定し、該酸素濃度が0.1～10volppmであることを確認した後、貯槽タンク内へイソプロピルアルコールを収容することが好ましい。

[0069] 送液ラインを介して貯槽タンク内へイソプロピルアルコールを収容する際のイソプロピルアルコール中の溶存酸素濃度、アセトン含有量、及びクロム含有量としては、上述した収容体中のイソプロピルアルコールの溶存酸素濃度等と同様の好ましい範囲にあることが好ましい。

[0070] 貯槽タンク内に収容するイソプロピルアルコールの量としては、容積の2～98%とすることが好ましい。

[0071] 次に、イソプロピルアルコールを収容した貯槽タンク内の気相部へ不活性ガスを封入する。不活性ガス封入後の貯槽タンク内の気相部の内圧は、特に限定されないが、0.0001～0.30MPaであることが好ましい。

[0072] 不活性ガスの封入後、貯槽タンク内の気相部をサンプリングして酸素濃度を測定し、酸素濃度が0.1～10volppmであれば、本開示の収容体とすることができる。気相部の酸素濃度が上記範囲にない場合には、気相部の酸素濃度が上記範囲となるまで、不活性ガスを供給して気相部の置換を行うことにより、本開示の収容体を製造することができる。あるいは、収容したイソプロピルアルコールを排出し、貯槽タンク内を洗浄し、配管（送液ライン、ガス供給ライン、その他設備）の気密性を確認し、イソプロピルアルコールを再度収容することにより、本開示の収容体を製造することができる。

[0073] 収容体中でイソプロピルアルコールを保管する際の温度は、特に制限されないが、長期保存時の不純物含有量の増加抑制の観点から、通常－20～50℃の範囲で適宜設定すればよい。

[0074] (貯槽タンク中のイソプロピルアルコールのISOタンクコンテナへの収容)

次いで、貯槽タンク中のイソプロピルアルコールをISOタンクコンテナへ収容し、本開示の収容体を製造する方法について説明する。

[0075] ISOタンクコンテナとしては、使用済みのISOタンクコンテナが再度使用されることがある。かかる場合には、イソプロピルアルコールを収容する前に、ISOタンクコンテナをイソプロピルアルコールにより共洗洗浄することが好ましい。

[0076] 通常、貯槽タンクとISOタンクコンテナとは接続されておらず、それぞれ独立している。そのため、貯槽タンクからISOタンクコンテナへイソプロピルアルコールを送液するためには、ISOタンクコンテナに対して、貯槽タンク内のイソプロピルアルコールを送液するための送液ライン、及びISOタンクコンテナに不活性ガスを供給するガス供給ラインの移送管を接続する。

[0077] ISOタンクコンテナと、送液ライン及びガス供給ラインの移送管との接続は、公知の方法を用いることができる。ISOタンクコンテナは、送液ライン及びガス供給ラインの移送管と接続するために、継手を備える。ISOタンクコンテナに設けられた継手に対して、送液ライン及びガス供給ラインの移送管に設けられた継手を接続する。継手の種類としては、レバー式継手、迅速流体継手等が挙げられる。送液ライン及びガス供給ラインには、フレキシブルホースが使用されてもよい。

[0078] ISOタンクコンテナに充填されたイソプロピルアルコールの酸素濃度が増加する要因として、ISOタンクコンテナに設けられた継手と、送液ライン及びガス供給ラインの移送管に設けられた継手とを接続する際や、継手の接続が密閉できておらず隙間がある際等に、空気がライン中に混入し、容器内のイソプロピルアルコール中へ酸素が溶解する可能性が考えられる。そのため、ガス供給ライン中にベント用の排気ラインを設けて、不活性ガスの加圧によってライン内のパージを行い、酸素濃度が所定の範囲になるまで、ガ

ス供給ライン及びISOタンクコンテナ内の雰囲気を十分に置換することが好ましい。

[0079] ISOタンクコンテナヘイソプロピルアルコールを充填する前に、ISOタンクコンテナ中のイソプロピルアルコールの残液は、ガス供給ラインからの不活性ガスの加圧によって、ISOタンクコンテナ外へ排出することが好ましい。

[0080] そして、送液ラインを介して、貯槽タンク内のイソプロピルアルコールをISOタンクコンテナ内へ送液する。このとき、ISOタンクコンテナ内に収容するイソプロピルアルコールの量としては、容積の2～98%であることが好ましい。

[0081] 次に、イソプロピルアルコールを充填したISOタンクコンテナ内の気相部に不活性ガスを封入する。不活性ガスの封入後のISOタンクコンテナ内の気相部は、内圧が0.01～0.30MPaであることが好ましく、0.02～0.12MPaであることがより好ましく、0.02～0.07MPaであることがさらに好ましい。

[0082] 不活性ガスの封入後、ISOタンクコンテナ内の気相部をサンプリングして酸素濃度を測定し、酸素濃度が0.1～10volppmであれば、本開示の収容体とすることができる。該気相部の酸素濃度が上記範囲にない場合には、気相部の酸素濃度が上記範囲となるまで、不活性ガスを供給して気相部の置換を行うことにより、本開示の収容体を製造することができる。あるいは、収容したイソプロピルアルコールを排出し、ISOタンクコンテナ内を洗浄し、配管（送液ライン、ガス供給ライン、その他設備）の気密性を確認し、イソプロピルアルコールを再度収容することにより、本開示の収容体を製造することができる。排出したイソプロピルアルコールは、溶存酸素濃度、アセトン含有量、及びクロム含有量を分析し、いずれも好ましい範囲にあれば、ISOタンクコンテナに再度収容するためのイソプロピルアルコールとして使用することができる。一方、好ましい範囲にない場合には、公知の精製方法にて精製した後、ISOタンクコンテナに収容するイソプロピル

アルコールとして使用することができる。

[0083] 以上、貯槽タンク中のイソプロピルアルコールをISOタンクコンテナへ送液する方法について説明したが、本開示の製造方法はこれらの態様に限られるものではなく、容器としてキャニスター缶等を用いることも可能である。

[0084] キャニスター缶の共洗洗浄は以下の手順で実施することができる。すなわち、容器内へ、送液ラインからイソプロピルアルコールを容積の1～10%となるように充填して共洗洗浄を行い、共洗洗浄後、容器内にあるイソプロピルアルコールの残液を、ガス供給ラインからの不活性ガスの加圧によって、容器外へ排出することにより実施することができる。共洗洗浄は1回に限らず複数回実施してもよい。

[0085] また、中間バルクコンテナ、タンクローリー、及びISOタンクコンテナの共洗洗浄は以下の手順で実施することができる。まず、容器内へ、フィルターを通した純水を供給し、容器からオーバーフローするまで充填して純水洗浄を行う。15分間放置後、容器内にある純水は、ガス供給ラインからの不活性ガスの加圧によって容器外に排出する。容器内へ、送液ラインからイソプロピルアルコールを容積の1～10%となるように充填して共洗洗浄を行い、共洗洗浄後、容器内に存在するイソプロピルアルコールの残液を、ガス供給ラインからの不活性ガスの加圧によって容器外へ排出する。共洗洗浄は1回に限らず複数回実施してもよい。ただし、容器の共洗洗浄を複数回行った後に、容器内へイソプロピルアルコールのみが充填され、不活性ガスで封入されている場合、容器の純水洗浄及び共洗洗浄は必ずしも行わなくてもよい。

[0086] <収容体の品質管理方法>

上述のとおり、収容体の気相部に酸素が存在すると、長期保管により収容体中の酸素がほとんど消費されるまでクロム等の金属不純物やアセトン等の有機不純物の含有量が増加するものと推測される。このため、収容体の気相部の酸素濃度、及び液相部のイソプロピルアルコール中の溶存酸素濃度を測

定し、所定の範囲内となるよう管理することで、長期保管時のクロム等の金属不純物やアセトン等の有機不純物の含有量の増加が抑制されるとともに、長期保管時のクロム等の金属不純物やアセトン等の有機不純物の含有量の制御が可能となり、数十日から数か月の長期保管が可能となる。

[0087] 収容体の気相部の酸素濃度測定で、酸素濃度が0.1～10 vol ppmの範囲ではない場合、あるいは液相部のイソプロピルアルコール中の溶存酸素濃度測定で、溶存酸素濃度が、大気下、25℃での酸素飽和溶解度に対して0.001～0.050%の範囲ではない場合、品質管理方法として、以下の方法を行う。まず、容器内のイソプロピルアルコールを排出し、容器内を不活性ガスでパージを行う。その際、容器と移送管との継手に漏れがないことを確認する。次に、容器内の気相部の酸素濃度を測定し、酸素濃度が0.1～10 vol ppmの範囲であることを確認した後、再度容器内に上述の方法で精製されたイソプロピルアルコールを充填する。充填後、容器内の気相部の酸素濃度を測定し、酸素濃度が0.1～10 vol ppmの範囲であること、及び容器内のイソプロピルアルコール中の溶存酸素濃度を測定し、溶存酸素濃度が大気下、25℃での酸素飽和溶解度に対して0.001～0.050%であることを確認する。

[0088] 以上の手順により、イソプロピルアルコール収容体の酸素濃度を管理することができる。上記収容体は、保管時又は輸送時においても、イソプロピルアルコール中の有機不純物、及びクロム含有量の増加を抑制することが可能である。上記収容体中のイソプロピルアルコールは、長期の保管が可能であり、半導体デバイスの洗浄液又は乾燥液として好適に使用することができる。

[0089] なお、収容体中のイソプロピルアルコールでは、有機不純物のうち、アセトン含有量のみならず、有機酸等の含有量の増加を抑制することもできる。

## 実施例

[0090] 以下、本発明について実施例を用いて詳細に説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

## [0091] &lt;イソプロピルアルコール収容体中の酸素含有量&gt;

イソプロピルアルコール収容体の気相部の酸素含有量の算出は、以下のとおり実施した。まず、光学式酸素濃度計（PreSens社製、Fibox 4 trace（センサー：Pst6））を用いて、純度99.999%以上、酸素濃度が1 vol ppm以下の窒素、及び酸素濃度が1000 vol ppmに調整された窒素の測定を行い、予め校正を行った。次に、収容体に設置された圧力計から、収容体の気相部の内圧の値を確認し、収容体の気相部の内圧によって収容体の気相部を光学式酸素濃度計へ圧送し、パージを1分間行い、収容体の気相部の酸素濃度の測定を実施した。最後に、収容体の気相部の酸素量を、 $(\text{収容体の気相部の酸素濃度} \times (\text{大気圧} + \text{内圧}) \div \text{大気圧} \times \text{気体のモル体積} \times \text{気相部の容積})$ の式から算出した。

[0092] また、収容体中の液相部の酸素量の算出は、以下のとおり実施した。まず、光学式酸素濃度計（PreSens社製、Fibox 4 trace（センサー：Pst6））を用いて、純度99.999%以上、酸素濃度が1 vol ppm以下の窒素、及び酸素濃度が1000 vol ppmに調整された窒素の測定を行い、予め校正を行った。次に、収容体の気相部の内圧によって収容体の液相部を光学式酸素濃度計へ圧送し、パージを1分間行い、収容体の液相部の酸素濃度の測定を実施した。最後に、収容体の液相部の酸素量を、 $(\text{収容体の液相部の酸素濃度} \div \text{酸素のモル質量} \times \text{液相部の重量})$ の式から算出した。

[0093] 収容体の気相部及び液相部の酸素量の合計を容器中の酸素含有量とした。容器中の酸素含有量のイソプロピルアルコールに対するモル分率は、 $(\text{容器中の酸素含有量} \div \text{液相部の重量} \times \text{イソプロピルアルコールのモル質量})$ の式から算出した。

## [0094] &lt;イソプロピルアルコール収容体中のアセトン含有量&gt;

イソプロピルアルコール収容体中のアセトン含有量は、GC-MS（ガスクロマトグラフィー質量分析法）を用い、選択イオン検出法（SIM）にて以下に示した測定条件で測定した。予め、同測定条件によるアセトン含有量

の検量線を作成し、検量線に基づき、測定したサンプル中のアセトン含有量を決定し、収容体中のイソプロピルアルコールの量に換算して、イソプロピルアルコール収容体中のアセトン含有量とした。

－測定条件－

装置：GCMS-QP2010 Ultra（（株）島津製作所製）

カラム：CP-WAX 52CB（60m×0.25mm、0.50μm）

キャリアガス：ヘリウム

キャリアガス流量：0.98mL／分

注入口温度：150℃

カラム温度：75℃

検出器温度：230℃

注入モード：スプリット法

スプリット比：1対10

SIMモードセットイオン：m/Z=43

[0095] ＜イソプロピルアルコール収容体中のクロム含有量＞

イソプロピルアルコール中に含まれる金属不純物は、ICP-MS（誘導結合プラズマ質量分析計）を用いて以下のように定量した。イソプロピルアルコール約500mLをナス型フラスコに採取し、ロータリーエバポレーターで濃縮及び乾固させた後、0.1N硝酸約25mLで2回に分けて回収した。回収した0.1N硝酸溶液について、ICP-MS（アジレント・テクノロジー社製、Agilent 8900）を用いて金属溶出量を定量した。このとき、濃縮前のイソプロピルアルコールの重量と回収後の0.1N硝酸溶液の重量との比から濃縮倍率を算出し、イソプロピルアルコール重量当たりの金属不純物量に換算した。

[0096] ＜実施例1＞

精製工程を経たイソプロピルアルコールを、貯槽タンク内へ以下の方法で収容した。まず、貯槽タンクへイソプロピルアルコールを送液する前に、ガ

ス供給ラインを介して貯槽タンク内を窒素で気相置換した。このとき使用した窒素の純度は99.999%以上であり、酸素濃度は5 v o l p p m以下であった。気相置換後、収容体中の酸素含有量を測定したところ、貯槽タンク内の気相部の酸素濃度は1 v o l p p m以下であった。次に、送液ラインを介して、貯槽タンク内に精製工程を経たイソプロピルアルコールを収容した。貯槽タンク内に収容するイソプロピルアルコールの収容量は、内容積の80%とした。次に、イソプロピルアルコールを収容した貯槽タンク中の気相部に、ガス供給ラインを介して窒素を封入した。窒素封入後の貯槽タンク中の気相部の内圧は0.0005 MP aであった。

[0097] 貯槽タンク中の気相部に窒素を封入し、イソプロピルアルコール収容体とした後、収容体中の酸素含有量を測定したところ、収容体の気相部の酸素濃度は1.0 v o l p p mであり、収容体中のイソプロピルアルコールの溶存酸素濃度は、大気下、25℃での酸素飽和溶解度に対して0.024%であり、収容体中の酸素含有量のイソプロピルアルコールに対するモル分率は0.040 m o l p p mであった。また、収容体中のアセトン含有量は10 p p bであり、クロム含有量は0.19 p p tであった。

[0098] このように製造された収容体を、15～30℃の温度範囲で30日間保管した。保管後、収容体中の酸素含有量を測定したところ、収容体中の気相部の酸素濃度は0.7 v o l p p mであり、容器中のイソプロピルアルコールの溶存酸素濃度は、大気下、25℃での酸素飽和溶解度に対して0.016%であり、収容体中の酸素含有量のイソプロピルアルコールに対するモル分率は0.027 m o l p p mであった。また、収容体中のアセトン含有量は46 p p bであり、クロム含有量は0.64 p p tであった。

[0099] <比較例1>

精製工程を経たイソプロピルアルコールを、貯槽タンク内へ以下の方法で収容した。まず、送液ラインを介して、貯槽タンク内に精製工程を経たイソプロピルアルコールを収容した。貯槽タンク内に収容するイソプロピルアルコールの収容量は、内容積の80%とした。次に、イソプロピルアルコール

を収容した貯槽タンク中の気相部に、ガス供給ラインを介して窒素を封入した。このとき使用した窒素の純度は99.999%以上であり、酸素濃度は5 v o l p p m以下であった。窒素封入後の貯槽タンク中の気相部の内圧は0.0005 MP aであった。

[0100] このように製造された収容体を、15～30℃の温度範囲で51日間保管した。収容体の保管条件を表1に示し、保管前後における、収容体中の酸素含有量、アセトン含有量、及びクロム含有量を表2に示す。

[0101] <実施例2>

貯槽タンク内のイソプロピルアルコールを、ISOタンクコンテナ内へ以下の方法で収容した。まず、ISOタンクコンテナの継手に対して、貯槽タンクと接続された送液ライン及びガス供給ラインの移送管に設けられた継手を接続した。ガス供給ライン内のベント用の排気ラインへの窒素加圧によってライン内のパージを5分間行った。このとき使用した窒素の純度は99.999%以上であり、酸素濃度は5 v o l p p m以下であった。また、移送管の継手部分に漏れがないことを確認した。気相置換後、ガス供給ライン内の酸素濃度が1 v o l p p m以下であることを確認した。次に、ISOタンクコンテナへイソプロピルアルコールを送液する前に、ISOタンクコンテナのイソプロピルアルコールの残液を、ガス供給ラインからの窒素加圧によって、ISOタンクコンテナ外へ排出した。イソプロピルアルコールの排出後、ISOタンクコンテナ中の気相部の酸素濃度が1 v o l p p m以下であることを確認した。次に、ISOタンクコンテナ内に、送液ラインを介して、貯槽タンク中のイソプロピルアルコールを収容した。ISOタンクコンテナ内に収容するイソプロピルアルコールの収容量は、内容積の87%とした。次に、イソプロピルアルコールを収容したISOタンクコンテナ中の気相部に、ガス供給ラインを介して窒素を封入した。窒素封入後のISOタンクコンテナ中の気相部の内圧は0.07 MP aであった。

[0102] このように製造された収容体を、15～30℃の温度範囲で20日間保管した。収容体の保管条件を表1に示し、保管前後における、収容体中の酸素

含有量、アセトン含有量、及びクロム含有量を表2に示す。

[0103] <比較例2>

貯槽タンク内のイソプロピルアルコールを、ISOタンクコンテナ内へ以下の方法で収容した。まず、ISOタンクコンテナの継手に対して、貯槽タンクと接続された送液ライン及びガス供給ラインの移送管に設けられた継手を接続した。ただし、窒素加圧によるライン内のパージは行わなかった。次に、ISOタンクコンテナへイソプロピルアルコールを送液する前に、ISOタンクコンテナのイソプロピルアルコールの残液を、ガス供給ラインからの窒素加圧によって、ISOタンクコンテナ外へ1分間排出した。このとき使用した窒素の純度は99.999%以上であり、酸素濃度は5 v o l p p m以下であった。次に、ISOタンクコンテナ内に、送液ラインを介して、貯槽タンク中のイソプロピルアルコールを収容した。ISOタンクコンテナ内に収容するイソプロピルアルコールの収容量は、内容積の87%とした。次に、イソプロピルアルコールを収容したISOタンクコンテナ中の気相部に、ガス供給ラインを介して窒素を封入した。窒素封入後のISOタンクコンテナ中の気相部の内圧は0.06 MP aであった。

[0104] このように製造された収容体を、15～30℃の温度範囲で21日間保管した。収容体の保管条件を表1に示し、保管前後における、収容体中の酸素含有量、アセトン含有量、及びクロム含有量を表2に示す。

[0105] <実施例3>

貯槽タンク内のイソプロピルアルコールを、キャニスター缶内へ以下の方法で収容した。まず、キャニスター缶の継手に対して、貯槽タンクと接続された送液ライン及びガス供給ラインの移送管に設けられた継手を接続した。送液ラインを介して、キャニスター缶内へ、イソプロピルアルコールを容積の1～10%となるように充填して共洗洗浄を行い、共洗洗浄後、キャニスター缶内にあるイソプロピルアルコールの残液を、ガス供給ラインからの窒素加圧によって容器外へ排出した。共洗洗浄は3回実施した。このとき使用した窒素の純度は99.999%以上であり、酸素濃度は5 v o l p p m以

下であった。また、移送管の継手部分に漏れがないことを確認した。共洗洗浄後、キャニスター缶内の酸素濃度が1 v o l p p m以下であることを確認した。次に、キャニスター缶内に、送液ラインを介して、貯槽タンク中のイソプロピルアルコールを収容した。キャニスター缶内に収容するイソプロピルアルコールの収容量は、内容積の82%とした。次に、イソプロピルアルコールを収容したキャニスター缶中の気相部に、ガス供給ラインを介して窒素を封入した。窒素封入後のキャニスター缶中の気相部の内圧は0.20 MPaであった。

[0106] このように製造された収容体を、15～30℃の温度範囲で59日間保管した。収容体の保管条件を表1に示し、保管前後における、収容体中の酸素含有量、アセトン含有量、及びクロム含有量を表2に示す。

[0107] <比較例3>

貯槽タンク内のイソプロピルアルコールを、キャニスター缶内へ以下の方法で収容した。まず、キャニスター缶の継手に対して、貯槽タンクと接続された送液ライン及びガス供給ラインの移送管に設けられた継手を接続した。送液ラインを介して、キャニスター缶内へ、イソプロピルアルコールを容積の1～10%となるように充填して共洗洗浄を行い、共洗洗浄後、キャニスター缶内にあるイソプロピルアルコールの残液を、ガス供給ラインからの窒素加圧によって容器外へ排出した。共洗洗浄は3回実施した。このとき使用した窒素の純度は99.999%以上であり、酸素濃度は5 v o l p p m以下であった。また、移送管の継手部分に漏れがないことを確認した。共洗洗浄後、キャニスター缶内の酸素濃度が1 v o l p p m以下であることを確認した。次に、キャニスター缶内に、送液ラインを介して、貯槽タンク中のイソプロピルアルコールを収容した。キャニスター缶内に収容するイソプロピルアルコールの収容量は、内容積の82%とした。次に、イソプロピルアルコールを収容したキャニスター缶中の気相部に、ガス供給ラインを介して窒素を封入し、キャニスター缶内の内圧を0.05 MPaとした。さらに、酸素濃度が1000 v o l p p mである窒素を封入し、窒素封入後のキャニ

ター缶中の気相部の内圧を0.20MPaとした。

[0108] このように製造された収容体を、15～30℃の温度範囲で59日間保管した。収容体の保管条件を表1に示し、保管前後における、収容体中の酸素含有量、アセトン含有量、及びクロム含有量を表2に示す。

[0109] <実施例4>

貯槽タンク内のイソプロピルアルコールを、ISOタンクコンテナ内へ以下の方法で収容した。まず、ISOタンクコンテナの継手に対して、貯槽タンクと接続された送液ライン及びガス供給ラインの移送管に設けられた継手を接続した。ガス供給ライン内のベント用の排気ラインへの窒素加圧によってライン内のパージを5分間行った。このとき使用した窒素の純度は99.999%以上であり、酸素濃度は5volppm以下であった。また、移送管の継手部分に漏れがないことを確認した。気相置換後、ガス供給ライン内の酸素濃度が1volppm以下であることを確認した。次に、ISOタンクコンテナへイソプロピルアルコールを送液する前に、ISOタンクコンテナのイソプロピルアルコールの残液を、ガス供給ラインからの窒素加圧によって、ISOタンクコンテナ外へ排出した。イソプロピルアルコールの排出後、ISOタンクコンテナ中の気相部の酸素濃度が1volppm以下であることを確認した。次に、ISOタンクコンテナ内に、送液ラインを介して、貯槽タンク中のイソプロピルアルコールを収容した。ISOタンクコンテナ内に収容するイソプロピルアルコールの収容量は、内容積の87%とした。次に、イソプロピルアルコールを収容したISOタンクコンテナ中の気相部に、ガス供給ラインを介して窒素を封入した。窒素封入後のISOタンクコンテナ中の気相部の内圧は0.05MPaであった。

[0110] このように製造された収容体を、15～30℃の温度範囲で98日間保管した。収容体の保管条件を表1に示し、保管前後における、収容体中の酸素含有量、アセトン含有量、及びクロム含有量を表2に示す。

[0111] <実施例5>

貯槽タンク内のイソプロピルアルコールを、ISOタンクコンテナ内へ以

下の方法で収容した。まず、ISOタンクコンテナの継手に対して、貯槽タンクと接続された送液ライン及びガス供給ラインの移送管に設けられた継手を接続した。ガス供給ライン内のベント用の排気ラインへの窒素加圧によってライン内のパージを5分間行った。このとき使用した窒素の純度は99.999%以上であり、酸素濃度は5 v o l p p m以下であった。また、移送管の継手部分に漏れがないことを確認した。気相置換後、ガス供給ライン内の酸素濃度が5 v o l p p m以下であることを確認した。次に、ISOタンクコンテナヘイソプロピルアルコールを送液する前に、ISOタンクコンテナのイソプロピルアルコールの残液を、ガス供給ラインからの窒素加圧によって、ISOタンクコンテナ外へ排出した。イソプロピルアルコールの排出後、ISOタンクコンテナ中の気相部の酸素濃度が5 v o l p p m以下であることを確認した。次に、ISOタンクコンテナ内に、送液ラインを介して、貯槽タンク中のイソプロピルアルコールを収容した。ISOタンクコンテナ内に収容するイソプロピルアルコールの収容量は、内容積の87%とした。次に、イソプロピルアルコールを収容したISOタンクコンテナ中の気相部に、ガス供給ラインを介して窒素を封入した。窒素封入後のISOタンクコンテナ中の気相部の内圧は0.05 MP aであった。

[0112] このように製造された収容体を、15～30℃の温度範囲で35日間保管した。収容体の保管条件を表1に示し、保管前後における、収容体中の酸素含有量、アセトン含有量、及びクロム含有量を表2に示す。

[0113]

[表1]

|      | 保管条件       |            |             |             |
|------|------------|------------|-------------|-------------|
|      | 容器         | 収容量<br>(%) | 保管日数<br>(日) | 内圧<br>(MPa) |
| 実施例1 | 貯槽タンク      | 80         | 30          | 0.0005      |
| 比較例1 | 貯槽タンク      | 80         | 51          | 0.0005      |
| 実施例2 | ISOタンクコンテナ | 87         | 20          | 0.07        |
| 比較例2 | ISOタンクコンテナ | 87         | 21          | 0.06        |
| 実施例3 | キャニスター缶    | 82         | 59          | 0.20        |
| 比較例3 | キャニスター缶    | 82         | 59          | 0.20        |
| 実施例4 | ISOタンクコンテナ | 87         | 98          | 0.05        |
| 実施例5 | ISOタンクコンテナ | 87         | 35          | 0.05        |

[0114] [表2]

| 収容体中の酸素濃度、アセトン含有量、クロム含有量 <sup>※1</sup> |                          |                                     |                                          |                  |                 |
|----------------------------------------|--------------------------|-------------------------------------|------------------------------------------|------------------|-----------------|
|                                        | 気相部の<br>酸素濃度<br>(volppm) | 液相部の<br>溶存酸素濃度 <sup>※2</sup><br>(%) | 収容体中の<br>酸素含有量 <sup>※3</sup><br>(molppm) | アセトン含有量<br>(ppb) | クロム含有量<br>(ppt) |
| 実施例1                                   | 1.0                      | 0.024                               | 0.040                                    | 10               | 0.19            |
|                                        | 0.7                      | 0.016                               | 0.027                                    | 46               | 0.64            |
| 比較例1                                   | 420                      | 0.227                               | 0.736                                    | 70               | 0.21            |
|                                        | 1.0                      | 0.019                               | 0.033                                    | 2140             | 36.10           |
| 実施例2                                   | 0.5                      | 0.024                               | 0.040                                    | 30               | 0.05            |
|                                        | 0.1                      | 0.005                               | 0.009                                    | 90               | 0.10            |
| 比較例2                                   | 52                       | 0.040                               | 0.109                                    | 40               | 0.10            |
|                                        | 8.4                      | 0.006                               | 0.018                                    | 210              | 1.20            |
| 実施例3                                   | 0.5                      | 0.048                               | 0.080                                    | 30               | 0.55            |
|                                        | 0.1                      | 0.024                               | 0.041                                    | 160              | 0.98            |
| 比較例3                                   | 500                      | 0.048                               | 1.220                                    | 50               | 0.53            |
|                                        | 0.1                      | 0.024                               | 0.042                                    | 2200             | 2.32            |
| 実施例4                                   | 1.0                      | 0.058                               | 0.095                                    | 20               | 0.60            |
|                                        | 0.1                      | 0.005                               | 0.008                                    | 120              | 1.50            |
| 実施例5                                   | 5.0                      | 0.037                               | 0.066                                    | 60               | 0.50            |
|                                        | 0.3                      | 0.005                               | 0.008                                    | 170              | 1.20            |

※1: 上段は保管開始時、下段は保管終了時の値を示す。

※2: 25℃における溶存酸素の飽和溶解度に対するイソプロピルアルコール中の溶存酸素濃度(%)

※3: 容器中の酸素含有量のイソプロピルアルコールに対するモル分率(molppm)

[0115] 表2に示すとおり、収容体中の酸素含有量をイソプロピルアルコールに対して0.001~0.100molppmとし、イソプロピルアルコール中の不純物としてのアセトンの含有量を質量基準で10~200ppbとした

実施例 1 ～ 5 の収容体は、比較例 1 ～ 3 の収容体に比べて、数十日から数か月の長期保管後におけるアセトン含有量及びクロム含有量の増加が抑制された。

### 請求の範囲

- [請求項1]            容器にイソプロピルアルコールが収容されたイソプロピルアルコール収容体であって、
- 前記容器中の酸素含有量が前記イソプロピルアルコールに対して0.001～0.100molppmであり、
- 前記イソプロピルアルコール中の不純物としてのアセトンの含有量が質量基準で10～200ppbであるイソプロピルアルコール収容体。
- [請求項2]            前記イソプロピルアルコール中の不純物としてのクロムの含有量が質量基準で0.01～2.50pptである、請求項1に記載のイソプロピルアルコール収容体。
- [請求項3]            前記容器の容積が1000～1500000Lの範囲にある、請求項1又は2に記載のイソプロピルアルコール収容体。
- [請求項4]            前記容器が、中間バルクコンテナ、タンクローリー、ISOタンクコンテナ、又は貯槽タンクである、請求項3に記載のイソプロピルアルコール収容体。
- [請求項5]            容器にイソプロピルアルコールが収容されたイソプロピルアルコール収容体の製造方法であって、
- 前記容器にイソプロピルアルコールを収容した際の、該容器中の気体の酸素濃度を体積基準で0.1～10ppmとするイソプロピルアルコール収容体の製造方法。
- [請求項6]            前記容器に収容されるイソプロピルアルコール中の溶存酸素濃度が、大気下、25℃での酸素飽和溶解度に対して0.001～0.050％である、請求項5に記載のイソプロピルアルコール収容体の製造方法。
- [請求項7]            前記容器に収容されるイソプロピルアルコール中の不純物としてのアセトンの含有量が質量基準で10～200ppbである、請求項5又は6に記載のイソプロピルアルコール収容体の製造方法。

- [請求項8] 前記容器に収容されるイソプロピルアルコール中の不純物としてのクロムの含有量が質量基準で0.01～2.50ppmである、請求項5又は6に記載のイソプロピルアルコール収容体の製造方法。
- [請求項9] 前記容器の容積が1000～1500000Lの範囲にある、請求項5又は6に記載のイソプロピルアルコール収容体の製造方法。
- [請求項10] 前記容器が、中間バルクコンテナ、タンクローリー、ISOタンクコンテナ、又は貯槽タンクである、請求項9に記載のイソプロピルアルコール収容体の製造方法。
- [請求項11] 容器にイソプロピルアルコールが収容されたイソプロピルアルコール収容体の製造方法であって、  
前記イソプロピルアルコールを前記容器の容積の2～98%となるように収容し、  
前記容器にイソプロピルアルコールを収容した際の、該容器中の気体の酸素濃度を体積基準で0.1～10ppmとするイソプロピルアルコール収容体の製造方法。
- [請求項12] 前記容器に収容されるイソプロピルアルコール中の溶存酸素濃度が、大気下、25℃での酸素飽和溶解度に対して0.001～0.050%である、請求項11に記載のイソプロピルアルコール収容体の製造方法。
- [請求項13] 前記容器に収容されるイソプロピルアルコール中の不純物としてのアセトンの含有量が質量基準で10～200ppbである、請求項11又は12に記載のイソプロピルアルコールの収容体の製造方法。
- [請求項14] 前記容器に収容されるイソプロピルアルコール中の不純物としてのクロムの含有量が質量基準で0.01～2.50ppmである、請求項11又は12に記載のイソプロピルアルコール収容体の製造方法。
- [請求項15] 前記容器の容積が1000～1500000Lの範囲にある、請求項11又は12に記載のイソプロピルアルコール収容体の製造方法。
- [請求項16] 前記容器が、中間バルクコンテナ、タンクローリー、ISOタンク

コンテナ、又は貯槽タンクである、請求項 15 に記載のイソプロピルアルコール収容体の製造方法。

[請求項17] 第一の容器に収容されたイソプロピルアルコールを第二の容器に収容するイソプロピルアルコール収容体の製造方法であって、

前記第二の容器にイソプロピルアルコールを収容した際の、該第二の容器中の気体の酸素濃度を体積基準で 0.1～10ppm とするイソプロピルアルコール収容体の製造方法。

[請求項18] 前記第二の容器に収容されるイソプロピルアルコール中の溶存酸素濃度が、大気下、25℃での酸素飽和溶解度に対して 0.001～0.050% である、請求項 17 に記載のイソプロピルアルコール収容体の製造方法。

[請求項19] 前記第二の容器に収容されるイソプロピルアルコール中の不純物としてのアセトンの含有量が質量基準で 10～200ppb である、請求項 17 又は 18 に記載のイソプロピルアルコール収容体の製造方法。

[請求項20] 前記第二の容器に収容されるイソプロピルアルコール中の不純物としてのクロムの含有量が質量基準で 0.01～2.50ppt である、請求項 17 又は 18 に記載のイソプロピルアルコール収容体の製造方法。

[請求項21] 前記容器の容積が 1000～1500000L の範囲にある、請求項 17 又は 18 に記載のイソプロピルアルコール収容体の製造方法。

[請求項22] 前記容器が、中間バルクコンテナ、タンクローリー、ISOタンクコンテナ、又は貯槽タンクである、請求項 21 に記載のイソプロピルアルコール収容体の製造方法。

[請求項23] 容器にイソプロピルアルコールが収容されたイソプロピルアルコール収容体の品質管理方法であって、

前記イソプロピルアルコール中の溶存酸素濃度を、大気下、25℃での酸素飽和溶解度に対して 0.001～0.050% とし、かつ、

前記容器中の気体の酸素濃度を体積基準で0.1～10ppmとする  
イソプロピルアルコール収容体の品質管理方法。