



(19) 中華民國智慧財產局

(12) 發明說明書公告本

(11) 證書號數：TW I592204 B

(45) 公告日：中華民國 106 (2017) 年 07 月 21 日

(21) 申請案號：101116479

(22) 申請日：中華民國 101 (2012) 年 05 月 09 日

(51) Int. Cl. : **B01D39/16 (2006.01)****B01D69/02 (2006.01)****B01D69/12 (2006.01)**

(30) 優先權：2011/05/09 美國

61/483,820

(71) 申請人：恩特葛瑞斯股份有限公司 (美國) ENTEGRIS, INC. (US)

美國

(72) 發明人：拉米瑞茲 勞爾 RAMIREZ, RAUL (US) ; 蔡偉明 CHOI, WAI MING (US)

(74) 代理人：陳長文

(56) 參考文獻：

TW 201041643

Aiwen Wu, " A new dual-functionality filter for defect reduction of advanced lithography process" , 《Entegris》, P1~P7, 20091029

審查人員：楊謹璋

申請專利範圍項數：21 項 圖式數：4 共 40 頁

(54) 名稱

過濾構件、過濾器及自光阻劑移除凝膠之方法

FILTRATION MEMBER, FILTER AND METHOD OF REMOVING GEL FROM PHOTORESIST

(57) 摘要

本發明揭示一種過濾構件，其包含一個奈米纖維層及兩個奈米多孔膜層。該過濾構件可藉由篩分與非篩分粒子滯留機制之組合用於自光阻劑及其他流體移除粒子及凝膠。

A filtration member comprising a nanofiber layer and two nanoporous membrane layers is disclosed. The filtration member can be used to remove particles and gels from photoresist and other fluids by a combination of sieving and non-sieving particle retention mechanisms.

指定代表圖：

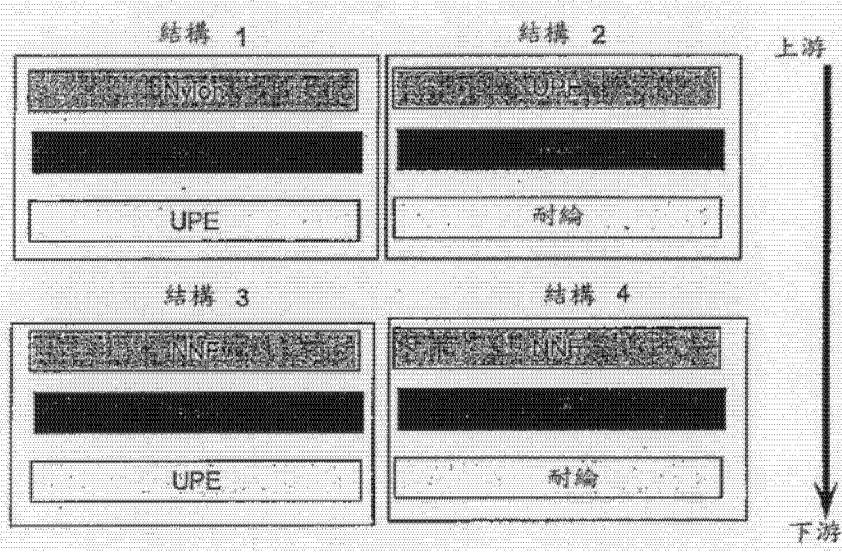


圖 1

發明專利說明書

(本說明書格式、順序，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※申請案號：101116479

※申請日：101年5月9日

※IPC 分類：B01D 39/16 (2006.01)  
B01D 69/02 (2006.01)  
B01D 69/12 (2006.01)

一、發明名稱：(中文/英文)

過濾構件、過濾器及自光阻劑移除凝膠之方法

FILTRATION MEMBER, FILTER AND METHOD OF  
REMOVING GEL FROM PHOTORESIST

二、中文發明摘要：

本發明揭示一種過濾構件，其包含一個奈米纖維層及兩個奈米多孔膜層。該過濾構件可藉由篩分與非篩分粒子滯留機制之組合用於自光阻劑及其他流體移除粒子及凝膠。

三、英文發明摘要：

A filtration member comprising a nanofiber layer and two nanoporous membrane layers is disclosed. The filtration member can be used to remove particles and gels from photoresist and other fluids by a combination of sieving and non-sieving particle retention mechanisms.

#### 四、指定代表圖：

(一)本案指定代表圖為：圖 1。

(二)本代表圖之元件符號簡單說明：

無

#### 五、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：

無

## 六、發明說明：

### 【相關申請案】

本申請案主張 2011 年 5 月 9 日申請之美國臨時申請案第 61/483,820 號之權益。以上申請案之全部教示以引用的方式併入本文中。

### 【發明所屬之技術領域】

揭示一種過濾構件，其包含一個奈米纖維層及兩個奈米多孔膜層。過濾構件可藉由篩分與非篩分粒子滯留機制之組合自光阻劑及其他流體移除粒子及凝膠。

### 【先前技術】

#### 發明背景

美國公開案第 2008/0217239 號揭示一種複合介質之液體過濾器，其具有鄰近於微孔膜且視情況黏結於微孔膜之奈米網。微孔膜在額定粒度下以 3.7 之 LRV 值（對數下降值，Log Reduction Value）表徵，且奈米網在微孔膜之額定粒度下具有大於 0.95 之分率過濾效率。根據此發明，奈米網可藉由電紡絲（electrospinning）或電噴法（electroblowing）製造。根據此發明，複合介質可以濾筒形式、平板或圓柱體單元形式使用，且可用於多種過濾法應用（諸如過濾氣體流及液體流兩者）、半導體製造及其他應用中。描述適用作濾膜之基於聚烯烴之微孔膜實例，且該說明書揭示電噴含聚醯胺-6,6 之甲酸形成奈米網。

美國專利第 7,008,465 號揭示一種層狀過濾介質，其使用包括至少一個高效基板及至少一個細纖維或奈米纖維層

之活性過濾層組合來有效移除粉塵、灰塵及其他粒子。該基板類型可包括 HEPA ( 高效微粒空氣, High Efficiency Particulate Air ) 介質、玻璃纖維 HEPA、ULPA ( 超低滲透空氣, Ultra Low Penetration Air ) 介質、95% DOP ( 鄰苯二甲酸二辛酯, Dioctylphthalate ) 介質、熔噴介質、駐極體介質、纖維素/熔噴層狀介質等。選擇奈米纖維層及高效基板, 以便獲得一組均衡性質, 允許使用者在相對較低壓降下有效移除次微米粒子。當根據 ASTM ( 美國材料試驗學會, American Society for Testing Materials ) 1215 檢驗時, 高效基板 ( 單層或層狀基板結構 ) 具有超過 80% 之微粒效率。根據此發明, 材料種類之細纖維可具有約 0.01 微米至 5 微米之直徑。該等微纖維可具有光滑表面, 該光滑表面包含添加劑材料之離散層或部分溶解或熔合於聚合物表面中之添加劑材料之外塗層或兩者。所揭示的用於摻合聚合體系之材料為耐綸 6; 耐綸 66; 耐綸 6-10; 耐綸 (6-66-610) 共聚物及其他直鏈 ( 通常脂族 ) 耐綸組成物。細纖維可藉由電紡絲製成。

WO 2004/112183 揭示一種用於諸如鋰二次電池之電化學裝置的複合膜。複合膜包括微孔聚烯烴膜及聯合於至少一側微孔聚烯烴膜且由奈米纖維構成之網相多孔膜。根據此發明, 微孔聚烯烴膜為具有至少一個由聚乙烯聚合物構成之層之膜, 且微孔聚烯烴膜較佳具有 5 微米至 50 微米之厚度及 30% 至 80% 之孔隙率。此外, 根據此發明, 奈米纖維較佳具有 50 nm 至 2,000 nm 之直徑。由奈米纖維製成之

網相多孔膜可藉助於電紡絲直接使聚合物溶液紡絲而形成於微孔膜之一個表面上。

Entegris 公司於 2008 年 8 月 18 日申請之日本專利申請案第 2008-210063 號揭示並主張一種使用電紡絲法製造的聚醯胺非編織物，其中纖維直徑為 50 奈米至 200 奈米，如說明書中所定義之 500 mL 流動時間為 2-20 秒，且如說明書中所定義之 0.144 微米 PSL（聚苯乙烯，polystyrene）移除率為 40-100%。主張具有此非編織物之過濾器元件。

日本公開案第 2007-301436 號摘要揭示一種空氣過濾介質，其裝備有奈米纖維三維纏結之薄片樣奈米纖維結構層、整體上覆於奈米纖維結構層過濾上游側表面之上游側多孔材料層及整體層壓於奈米纖維結構層過濾下游側表面上之下游側多孔材料層。與上游側多孔材料層及下游側多孔材料層之奈米纖維結構層一起整體層壓之面層平坦且平滑，無蓬鬆凸出。下游側多孔材料層具有透氣性，其在 1 m/s 之氣流速率下壓力損失為 100 Pa 或 100 Pa 以下。

日本公開案第 2006-326579 號摘要揭示一種過濾介質，其包括聚四氟乙烯（PTFE）多孔膜、可透氣的支撐材料及藉由電紡絲法（電荷感應紡絲法或靜電紡絲法）形成之由聚合物纖維構成的網層。在該發明之過濾介質中，可鄰近於網層提供可透氣的黏著層。舉例而言，PTFE 多孔膜之平均孔徑範圍為 0.01 微米至 5 微米。揭示耐綸、聚乙烯及聚丙烯電紡纖維。

日本公開案第 2007-075739 號摘要揭示一種過濾器元

件，其具有捕獲待過濾氣體中所含之粒子的過濾介質及支撐過濾介質之支撐框架。過濾介質具有 PTFE 多孔膜、經配置以使 PTFE 膜固持在過濾介質與可透氣支撐材料之間的纖維過濾介質。構成纖維過濾介質之纖維具有 0.02-15  $\mu\text{m}$ （微米）之平均纖維直徑，且可透氣支撐材料由平均纖維直徑大於 15  $\mu\text{m}$  之纖維構成。用支撐框架支撐過濾介質，以使纖維過濾介質相對於 PTFE 膜位於待過濾氣流之下游。根據此發明，纖維過濾介質可經電紡絲。

WO/2004/069959 揭示粗樹脂溶液之過濾，該粗樹脂溶液為具有酸產生劑組分之化學增幅型光阻劑組成物。根據此發明，濾膜材料之特定實例包括氟樹脂，諸如 PTFE；聚烯烴樹脂，諸如聚丙烯及聚乙烯；及聚醯胺樹脂，諸如耐綸 6 及耐綸 66。該說明書亦揭示粗樹脂溶液通過使用濾膜之兩級過濾器以實現聚合物及寡聚物副產物之移除。在過濾法之一個特定實例中，經由耐綸過濾器過濾稀釋的粗樹脂溶液作為第一過濾步驟，且接著經由聚丙烯過濾器過濾所得濾液作為第二過濾步驟。亦揭示用於此第二過濾步驟之聚乙烯過濾器。

美國專利案第 2010/0038307 號揭示過濾介質，其包括至少一層具有小於 1000 奈米之平均直徑的奈米纖維及視情況選用之多孔基板（亦稱為紗布層）。所揭示之多孔基板為紡黏非編織物、熔噴非編織物、針刺非編織物、高噴水非編織物、濕法非編織物、樹脂黏結非編織物、編織物、針織物、孔膜、紙及其組合。揭示過濾介質，其具有約 0.5 微

米至約 5 微米之平均流量孔徑，且用於過濾液體中之微粒物質。該介質據報導在相對較高固體含量下具有至少 0.055 L/min/cm<sup>2</sup> 之流率且當差壓在 2 psi (14 kPa) 與 15 psi (100 kPa) 之間增加時具有不減小的流率。

光微影為半導體裝置製造中最具挑戰的步驟之一。其使用光學曝光將圖案自光罩轉移於塗有光敏化學品（稱為光阻劑）之矽晶圓上。在塗佈機系統中過濾光阻劑移除粒子及凝膠為微影法中之關鍵步驟。無數公開案已展示過濾可減少與微影法相關之瑕疵。自光阻劑過濾凝膠粒子尤其具有難度，這是因為凝膠粒子可改變形式且穿過傳統篩分過濾器。

因此，需要一種具有經改良之凝膠粒子滯留之過濾構件以便提供經改良之光阻劑過濾。

發明之技術內容

#### 【發明內容】

本發明係關於一種用於光阻劑過濾之過濾構件，其具有經改良之凝膠滯留。在一個具體實例中，過濾構件包含具有約 10 奈米至約 50 奈米之孔徑等級之非篩膜層；具有約 2 奈米至約 50 奈米之孔徑等級之篩膜層；及具有大於非篩膜層及篩膜層之孔徑等級之孔徑等級、每平方公尺約 20 公克至每平方公尺約 35 公克之基本重量及每平方吋約 3.5 磅至每平方吋約 5 磅之平均異丙醇（IPA）起泡點的耐綸奈米纖維層。

在本發明之一些具體實例中，耐綸奈米纖維層插入非

篩膜層與篩膜層之間。在其他具體實例中，非篩膜層插入篩膜層與耐綸奈米纖維層之間。在其他具體實例中，篩膜層插入非篩膜層與耐綸奈米纖維層之間。

在一些具體實例中，過濾構件進一步包含一或多層多孔支撐材料。

在一些具體實例中，過濾構件包含至少一個耐綸奈米纖維層。特定言之，過濾構件包含三個耐綸奈米纖維層。

在一些具體實例中，非篩膜層為耐綸膜層。特定言之，耐綸奈米纖維層及耐綸膜層各獨立地為耐綸-6 或耐綸-6,6。更特定言之，耐綸奈米纖維層及聚醯胺膜層各為耐綸-6。

在一些具體實例中，過濾構件具有上游端及下游端，且非篩膜層、篩膜層及耐綸奈米纖維層經排列以形成上游滯留層、中心滯留層及下游滯留層，其中該耐綸奈米纖維層不形成下游滯留層。特定言之，耐綸奈米纖維層形成上游滯留層。更特定言之，非篩膜層形成中心滯留層且耐綸奈米纖維層形成上游滯留層。或者，篩膜層形成下游滯留層。或者，非篩膜層形成上游滯留層且耐綸奈米纖維層形成中心滯留層。或者，篩膜層形成上游滯留層。

在一個具體實例中，過濾構件包含具有約 10 奈米至約 50 奈米之孔徑等級的聚醯胺膜層；具有約 3 奈米至約 50 奈米之孔徑等級的超高分子量聚乙烯（UHMWPE）膜層；及具有大於聚醯胺膜層及 UHMWPE 膜層之孔徑等級的孔徑等級、每平方公尺約 20 公克至每平方公尺約 35 公克之基本

重量及每平方吋約 3.5 磅至每平方吋約 5 磅之平均異丙醇 (IPA) 起泡點的耐綸奈米纖維層。

在本發明之一些具體實例中，耐綸奈米纖維層插入聚醯胺膜層與 UHMWPE 膜層之間。在其他具體實例中，聚醯胺膜層插入 UHMWPE 膜層與耐綸奈米纖維層之間。在其他具體實例中，UHMWPE 膜層插入聚醯胺膜層與耐綸奈米纖維層之間。

在一些具體實例中，過濾構件具有上游端及下游端，且聚醯胺膜層、UHMWPE 膜層及耐綸奈米纖維層經排列以形成上游滯留層、中心滯留層及下游滯留層，其中該耐綸奈米纖維層不形成下游滯留層。特定言之，耐綸奈米纖維層形成上游滯留層。更特定言之，聚醯胺膜層形成中心滯留層且耐綸奈米纖維層形成上游滯留層。或者，UHMWPE 膜層形成下游滯留層。或者，聚醯胺膜層形成上游滯留層且耐綸奈米纖維層形成中心滯留層。或者，UHMWPE 膜層形成上游滯留層。

在一些具體實例中，耐綸膜層具有約 10 奈米之孔徑等級且 UPE (ultra high molecular weight polyethylene, 超高分子量聚乙烯) 膜層具有約 50 奈米之孔徑等級。或者，耐綸膜層具有約 50 奈米之孔徑等級且 UPE 膜層具有約 2 奈米至約 5 奈米之孔徑等級。

本發明之另一具體實例為包含外殼及本發明之過濾構件的過濾器。

本發明之另一具體實例為本發明之過濾構件或包含本

發明之過濾構件的過濾器自光阻劑移除凝膠之用途。

本發明之另一具體實例為一種自光阻劑移除凝膠之方法，該方法包含使光阻劑流通過本發明之過濾構件或包含本發明之過濾構件的過濾器，藉此自光阻劑移除凝膠。

存在若干與本發明之過濾構件相關的優勢。舉例而言，奈米纖維層增加過濾構件之厚度且使光阻劑之滯留時間得以改良以及藉由過濾構件使凝膠滯留得以改良。藉由在奈米纖維層及微孔膜層中使用耐綸，改良過濾構件之非篩分滯留，由此減少微影製程中之缺陷（尤其是基於凝膠之缺陷）且延長含有該過濾構件之過濾器的使用壽命。出乎意料的是，耐綸奈米纖維層亦減少藉由使用多個過濾層所引起之壓降，其可改良粒子及凝膠滯留，減少光微影製程中之缺陷，減少產量損失，且提供較大操作窗用於旋塗製程。

### 【實施方式】

#### 發明之詳細說明

雖然描述多種組成物及方法，但應瞭解本發明不限於所述具體分子、組成物、設計、方法或方案，因為其可能變化。亦應瞭解，在描述中使用之術語僅為了描述具體型式或具體實例之目的，且並不意欲限制將僅由隨附申請專利範圍限制的本發明之範疇。

如本文及隨附申請專利範圍中所用，除非上下文另外明確規定，否則單數形式「一」、「一種」及「該」包括複數個提及物。因此，舉例而言，「奈米纖維」為熟習此項技

術者已知的一或多種奈米纖維及其等效物，諸如此類。除非另作定義，否則本文中所用之所有技術與科學術語具有與一般技術者通常所瞭解之相同含義。與本文所述之方法及材料類似或等效的方法及材料可用於本發明之具體實例的實踐或檢驗中。本文中提及的所有公開案以全文引用的方式併入本文中。不應將本文中之任何內容解釋為承認本發明無權先於根據先前發明之此揭示內容。「視情況選用」或「視情況」意謂後續所述事件或情況可能發生或可能不發生，且該描述包括其中該事件發生之情形及其並未發生之情形。不論是否明確指示，本文中之所有數值均可由術語「約」修飾。術語「約」泛指熟習此項技術者視為與列舉值等效（亦即具有相同功能或結果）之數字範圍。在一些具體實例中，術語「約」係指所述值 $\pm 10\%$ ，在其他具體實例中，術語「約」係指所述值 $\pm 2\%$ 。雖然組成物及方法以「包含」多種組分或步驟（解釋為意指「包括（但不限於）」）之形式來描述，但組成物及方法亦可「基本上由」或「由」多種組分及步驟「組成」，該術語應解釋為限定基本上封閉或封閉成員組。

雖然已根據一或多個具體實例展示及描述本發明，但其他熟習此項技術者應基於閱讀及理解本說明書及附帶圖式進行等效變動及修改。本發明包括所有該等修改及變動且僅由下列申請專利範圍之範疇限制。另外，雖然本發明之具體特徵或態樣僅根據若干具體實例之一者來揭示，但該特徵或態樣可與可對於任何給定或具體應用所需且有利

的其他具體實例之一或多個其他特徵或態樣組合。此外，就用於實施方式或申請專利範圍之術語「包括」、「具有」或其變化形式而言，該等術語意欲以類似於術語「包含」之方式呈包括在內的。術語「例示性」亦僅意指實施例，而非最佳的。亦應瞭解，本文描述之特徵、層及/或元件出於簡明性及容易理解之目的以具體尺寸及/或相對於彼此之方向說明，且實際尺寸及/或方向可能實質上與本文所說明之尺寸及/或方向不同。

當結合下列描述及隨附圖式考慮時，將較佳瞭解及理解本發明之此等態樣及其他態樣。雖然指示本發明之各種具體實例及其許多詳情，但下列描述係為了說明而給出並非為了限制。可在本發明之範疇內進行許多替代、修改、添加或重排，且本發明包括所有該等替代、修改、添加或重排。

接著為本發明之例示性具體實例之描述。

本文中所引用之所有專利、公開申請案及參考文獻之教示以全文引用的方式併入本文中。

雖然本發明已參照其例示性具體實例特定展示及描述，但熟習此項技術者應理解，在不脫離由隨附申請專利範圍涵蓋的本發明之範疇之情況下，可在其中進行形式及細節之各種改變。

過濾器之效能取決於多種屬性，諸如篩分滯留效能、非篩分滯留效能、膜厚度、流體於濾膜中之滯留時間、流體穿過膜之路徑（層流或擾流）及膜流動效能或流動時間。

另一重要過濾器屬性為液體在膜之邊界層（液體界面）的厚度，其為剪切速率之函數；此界面影響液流之流動分佈（通道）。

本發明之一個型式為過濾器構件（亦可稱為過濾構件或複合膜），其包含具有如藉由 IPA 或 HFE-7200（乙氧基九氟丁烷以商品名 HFE-7200 出售）起泡點所測定之約 2 奈米至約 50 奈米之孔徑等級的篩分微孔或奈米多孔膜、具有如藉由 IPA 或 HFE-7200 起泡點所測定之約 10 奈米至約 50 奈米之孔徑等級的非篩分微孔或奈米多孔膜、及具有大於篩分微孔或奈米多孔膜及非篩分微孔或奈米多孔膜之孔徑等級的孔徑等級的奈米纖維層。在一些具體實例中，奈米纖維層具有如藉由 IPA 起泡點所測定之約 1.75 微米至約 2.5 微米之孔徑等級。在一些具體實例中，奈米纖維層具有每平方公尺約 20 公克至每平方公尺約 35 公克之基本重量。在一些具體實例中，奈米纖維層具有每平方吋約 3.5 磅至每平方吋約 5 磅之平均異丙醇（IPA）起泡點。

如本文中所示，「篩膜」係指主要經由篩分滯留機制捕獲粒子或經最佳化以捕獲粒子之膜。例示性篩膜包括（但不限於）鐵氟龍膜及 UHMWPE 膜。

如本文中所示，「篩分滯留機制」係指結果為粒子大於過濾器或微孔膜之孔的滯留。篩分滯留可藉由形成濾餅（粒子在過濾器或膜之表面上聚結）來增強，其有效充當二次過濾器。

如本文所用，「非篩膜」係指主要經由非篩分滯留機制

捕獲粒子或經最佳化以捕獲粒子之膜。在常帶負電荷之凝膠過濾中，耐綸膜充當非篩膜。例示性非篩膜包括（但不限於）耐綸膜，諸如耐綸-6 或耐綸-6,6 膜。

如本文所用，「非篩分滯留機制」係指藉由諸如截留、擴散及吸附之機制進行且不與過濾器或微孔膜之壓降或起泡點相關的滯留。

應瞭解，膜可經由篩分滯留機制及非篩分滯留機制之任一者或兩者來操作，取決於過濾條件。此等術語參照在光阻劑過濾期間存在的典型條件在本文中使用的。

藉由起泡點所測定之篩分微孔膜與非篩分微孔膜之孔徑比可為 10 比 1、約 10 比約 1、5 比 1、約 5 比約 1、3 比 1 或約 3 比約 1。舉例而言，在本發明之一個具體實例中，奈米纖維層插入具有如藉由起泡點所測定之 50 ( $\pm 20\%$ ) 奈米孔徑等級之微孔 UHMWPE 膜與具有如藉由起泡點所測定之 10 ( $\pm 20\%$ ) 奈米孔徑等級之耐綸微孔膜之間。此組合有利於使非篩分滯留（凝膠/聚結）最佳化，同時維持良好流動。

藉由起泡點所測定之非篩分微孔膜與篩分微孔膜之孔徑比可為 5-25 比 1、10-25 比 1、5-10 比 1、約 5-25 比約 1、約 10-25 比約 1 或約 5-10 比約 1。舉例而言，本發明之型式中可用於使篩分滯留最大化之膜組合包括插入具有藉由起泡點所測定之 50 ( $\pm 20\%$ ) 奈米孔徑等級之耐綸微孔膜與具有藉由起泡點所測定之 5 ( $\pm 20\%$ ) 奈米孔徑等級或藉由起泡點所測定之 2 ( $\pm 20\%$ ) 奈米孔徑等級的微孔 UHMWPE

膜之間的耐綸奈米纖維層。

本發明之一個具體實例為包含三層之過濾構件。一層為具有約 10 奈米至約 50 奈米之孔徑等級的非篩分（例如耐綸）膜層。第二層為具有約 2 奈米至約 50 奈米之孔徑等級的篩分（例如 UHMWPE）膜層。第三層為具有大於聚醯胺膜層及 UHMWPE 膜層之孔徑等級的孔徑等級的耐綸奈米纖維層。

該三層可參照流體流動預期方向來命名。在此等具體實例中，該三層可稱為上游滯留層、中心滯留層及下游滯留層。

出於描述及申請專利範圍之目的，術語「微孔膜」將用以包括亦可由諸如超多孔膜、奈米多孔膜及微孔膜之術語描述的多孔膜。此等微孔膜滯留進料流組分（滯留物），諸如（但不限於）凝膠、粒子、膠體、細胞、聚寡聚物，同時實質上小於孔之組分穿過孔至滲透蒸汽中。藉由微孔膜滯留進料流中之組分可取決於操作條件，例如面速度及界面活性劑之使用、pH 值及其組合，且可依賴於相對於微孔膜孔之尺寸、結構及分佈的粒子之尺寸及結構（硬粒子或凝膠）。在一個較佳具體實例中，微孔膜為奈米多孔膜。

如本文所用之「滯留百分比」係指藉由置放於液流路徑中之過濾構件自液流移除之粒子的百分比。奈米尺寸之螢光聚苯乙烯膠乳（PSL）珠粒可用於利用「Sub-30 nm Particle Retention Test by Fluorescence Spectroscopy,」Yaowu, Xiao, 等人, Semicon China; 2009 年 3 月 19-20 日,

Shanghai, China (其內容以全文引用的方式併入本文中)中所揭示之方法及材料量測本發明之過濾器構件及微孔膜之滯留百分比。在本發明之一些型式中，螢光奈米粒子為 G25 粒子。G25 粒子由列出粒子在 25 奈米下之標稱直徑的杜克科學 (Duke Scientific) 分佈。然而，可使用在 20 奈米至 30 奈米、在一些情況下 21 奈米至 24 奈米範圍內之粒子。用以評估過濾器構件之螢光粒子單層覆蓋百分比可在 1% 與 30% 之間，但亦可使用其他單層覆蓋百分比。

滯留效率或對數下降值 (LRV) 為過濾器構件或微孔膜效率之另一量度。過濾器構件或微孔膜之 LRV 可例如由使用螢光 PSL 珠粒之實驗來計算。對數下降值 (LRV) 定義如下：

$$\text{LRV} = \text{Log}_{10} (\text{入口濃度} / \text{出口濃度})。$$

篩分滯留百分比或在篩分或本質篩分條件下之滯留百分比可使用多種界面活性劑來評估。導致篩分滯留是因為粒子大於過濾器或微孔膜中之孔。篩分滯留可藉由形成濾餅 (粒子在過濾器或膜之表面上聚結) 來增強，其有效充當二次過濾器。使用界面活性劑使微孔膜、奈米纖維層及視情況選用之支撐材料的非篩分效應減至最小且提供粒子滯留測試之篩分或本質篩分條件。預期在如微孔膜之過濾器構件或組件之粒子滯留可與過濾器構件在有機液體中之粒子滯留性質有關的該等篩分條件 (或本質篩分條件) 下，當過濾時如含有有機液體及其他類似液體之光阻劑及抗反射塗料之組成物受過濾器構件或微孔膜之篩分過濾性質支

配。在本發明之一些具體實例中，過濾器或微孔膜在篩分條件下具有約 90%至約 99.99%、約 95%至約 99.99%、約 98%至約 99.99%或約 99%至約 99.99%之滯留百分比。在一些具體實例中，過濾器或微孔膜在篩分條件下具有至少約 90%、至少約 95%、至少約 98%或至少約 99%之滯留百分比。

在本發明之一些型式中，界面活性劑為十二烷基硫酸鈉 (SDS) 或 Triton X-100 $[(C_{14}H_{22}O(C_2H_4O)_n]$ ，亦即一種具有親水性聚氧化乙烯基團 (平均 9.5 個氧化乙烯單元) 及煙親脂性或疏水性基團之非離子界面活性劑。煙基為 4-(1,1,3,3-四甲基丁基)-苯基。可選擇超過臨界微胞濃度 (critical micelle concentration, CMC) 之所用界面活性劑之量。可使用表面張力計量測超過 CMC 之界面活性劑濃度以便監測流體之表面張力。在本發明之一些型式中，界面活性劑範圍介於 0.1% (w/w) 與 0.3% (w/w) 之間，其提供篩分或本質篩分條件。

微孔或奈米多孔非篩膜層可具有以異丙醇 (IPA) (或等效物，如 HFE 7200) 孔率測定法起泡點計 5 奈米至 100 奈米、5 奈米至 50 奈米或 10 奈米至 50 奈米之孔徑等級。微孔或奈米多孔篩膜層可具有以 IPA (或等效物，如 HFE 7200) 孔率測定法起泡點計 2 奈米至 200 奈米、2 奈米至 100 奈米、2 奈米至 50 奈米、10 奈米至 50 奈米或 3 奈米至 50 奈米之孔徑等級。

非篩分滯留包括諸如截留、擴散及吸附之在與過濾器或微孔膜之壓降或起泡點無關的情況下自液流移除粒子之

滯留機制。粒子吸附於膜表面可由例如分子間凡得瓦爾力 (Van Der Waals) 及靜電力介導。當行進穿過繚繞膜之粒子不能足夠快地改變方向以避免與膜接觸時發生截留。粒子輸送係歸因於由主要為小粒子之無規則或布朗運動 (Brownian motion) 引起之擴散，其製造粒子與過濾介質碰撞之一定機率。當粒子與過濾器或膜之間不存在排斥力時，非篩分滯留機制可為有效的。因此，在本發明之一些具體實例中，可在中性條件 (例如處於或接近膜或過濾器之等電點) 下評估非篩分滯留百分比。

凝膠可帶負電荷。因此，具有一具有正電荷密度之微孔膜 (例如聚醯胺膜或耐綸膜) 之過濾器構件可適用於經由非篩分滯留機制自液流移除凝膠。在本發明之其他具體實例中，可在酸性條件下 (例如在低於膜或過濾器等電點之 pH 值下) 評估非篩分滯留百分比。可使用例如金奈米粒子評估非篩分滯留百分比。

本發明之另一型式為包括微孔聚醯胺膜層、微孔超高分子量聚乙烯 (UHMWPE) 膜層及聚合耐綸奈米纖維層之過濾構件。微孔或奈米多孔聚醯胺膜層可具有以異丙醇 (IPA) (或等效物，如 HFE 7200) 孔率測定法起泡點計 5 奈米至 100 奈米、5 奈米至 50 奈米或 10 奈米至 50 奈米之孔徑等級。微孔或奈米多孔 UHMWPE 膜層可具有以 IPA (或等效物，如 HFE 7200) 孔率測定法起泡點計 2 奈米至 200 奈米、2 奈米至 100 奈米、2 奈米至 50 奈米、10 奈米至 50 奈米或 3 奈米至 50 奈米之孔徑等級。奈米纖維層可具有大

於聚醯胺膜層之孔徑等級或 UHMWPE 膜層之孔徑等級的孔徑等級、每平方公尺 20 公克至每平方公尺 35 公克之基本重量及每平方吋 3.5 磅至每平方吋 5 磅之平均 IPA 起泡點。

非篩膜層或篩膜層可為流體路徑中過濾構件之上游層或下游層，取決於支撐框架或外殼內之過濾器組態。在本發明之其他型式中，聚合耐綸奈米纖維層可為流體路徑之上游層，或聚合耐綸奈米纖維層可插入篩膜層與非篩膜層之間，取決於過濾構件組態。

奈米纖維、微孔膜及奈米多孔膜與其表徵方法揭示於國際專利案第 WO 2010/120668 號中，其內容以全文引用的方式併入本文中。

本發明之奈米纖維由聚合物形成。在本發明之一些型式中，用以形成奈米纖維材料之聚合物與用以形成微孔膜滯留層中之一者的聚合物相同。在本發明之型式中，聚醯胺、聚烯烴、聚醯亞胺、聚乙烯醇及聚酯可用於奈米纖維層。可使用的聚醯胺縮聚物（耐綸材料）包括（但不限於）耐綸-6、耐綸-6,6、耐綸 6,6-6,10 及其類似物。當本發明之聚合物奈米纖維層藉由熔噴形成時，可使用能夠熔噴成奈米纖維之任何熱塑性聚合物，包括聚烯烴，諸如聚乙烯、聚丙烯及聚丁烯；聚酯，諸如聚(對苯二甲酸伸乙酯)；及聚醯胺，諸如上文列舉之耐綸聚合物。在一個較佳具體實例中，聚合奈米纖維為聚合耐綸奈米纖維。特定言之，聚合耐綸奈米纖維為耐綸-6 或耐綸-6,6 奈米纖維。更特定言之，聚合耐綸奈米纖維為耐綸-6。或者，聚合耐綸奈米纖維包括

或由金奈米粒子吸附在耐綸-6 之金奈米粒子吸附的約 25%、約 10%或約 5%內之任何耐綸奈米纖維組成。

奈米纖維層可包含或由可藉由電紡絲（諸如經典電紡絲或電噴）及在特定情況中藉由熔噴或其他該等合適製程生產之奈米纖維組成。經典電紡絲為美國專利第 4,127,706 號中所說明之技術，其教示以全文引用的方式併入本文中，其中將高電壓施加於溶解狀態下之聚合物上以製造奈米纖維及非編織墊。在本發明之型式中，奈米纖維可為電紡奈米纖維，或可包括例如熔噴奈米纖維及電紡奈米纖維之組合。

在本發明之型式中，藉由 IPA 或 3M® HFE-7200 起泡點或等效物測定之奈米纖維層之孔徑等級大於複合膜中亦藉由起泡點測定之微孔膜層之尺寸等級。因此，奈米纖維層將具有低於過濾器構件中任一微孔膜的於 IPA 中之起泡點。在本發明之一些型式中，奈米纖維層之平均 IPA 起泡點（藉由孔率測定法測定）為每平方吋約 3.5 磅至每平方吋約 5 磅。

在過濾構件之一些型式中，奈米纖維層厚度可在約 110 微米至約 170 微米、約 120 微米至約 150 微米、約 110 微米至約 130 微米或約 135 微米至約 170 微米之範圍內。纖維直徑（藉由 SEM 分析測定）可在約 350 奈米至 1200 奈米之間變化，平均直徑在約 500 奈米至 800 奈米範圍內。奈米纖維樣品之纖維直徑可使用例如 FEI 掃描電子顯微鏡（3000 放大倍率至 5000 放大倍率）及 Soft Image 系統軟體對代表

樣品（忽略極大或極小直徑纖維，例如大於或小於 95%之其他纖維的纖維）進行量測且基於 10 至 20 個數據點計算纖維直徑及平均值。在本發明之一些型式中，平均纖維直徑為約 750 奈米。在本發明之其他型式中，平均纖維直徑為約 700 奈米至約 800 奈米。在本發明之一些型式中，奈米纖維層之基本重量可為每平方公尺約 20 公克至每平方公尺約 35 公克，奈米纖維層之密度可為每立方公分 0.2 ( $\pm 10\%$ ) 公克，且透氣性在 6 (秒/200 毫升) 與 10.5 (秒/200 毫升) 之間。

在本發明中，過濾構件中之奈米纖維層在篩分條件（0.1% Triton X-100 界面活性劑添加至 PSL 珠粒及去離子水溶液中）下滯留約 25 奈米尺寸的螢光奈米粒子。在本發明之一些型式中，當用含有螢光 PSL 珠粒之約 8 ppb 溶液（w/w）（當 100 毫升 8 ppb 螢光珠粒溶液穿過樣品膜表面 90 毫米膜片時，8 ppb 濃度之 PSL 珠粒可用於沈積 1% 單層 25 nm 螢光 PSL 珠粒於該膜片上）測試過濾構件中之奈米纖維層時，該奈米纖維層在篩分條件（0.1% Triton X-100 界面活性劑添加至 PSL 珠粒及去離子水溶液中）下對於 25 奈米（標稱）螢光 PSL 珠粒之滯留量為單層螢光 PSL 珠粒之 85 ( $\pm 5$ ) % 至 98 ( $\pm 5$ ) % 或 98 ( $\pm 5$ ) % 以上。在本發明之一些型式中，當在篩分條件下反覆用 8 ppb 25 nm 螢光 PSL 珠粒之溶液測試膜時，過濾構件中奈米纖維層對於 25 奈米（標稱）螢光 PSL 珠粒之滯留量為過濾器構件上五個或五個以下單層螢光 PSL 珠粒之 90 ( $\pm 5$ ) % 或 90 ( $\pm 5$ ) % 以上。在

本發明之一些型式中，對於 28.6 毫米直徑之測試樣品，奈米纖維層之格力數 (Gurley Number) 可在每 100 毫升約 5.75 秒至每 100 毫升約 10.75 秒之範圍內。

在本發明之一些型式中，奈米纖維層進一步包括與奈米纖維層接觸之支撐材料。特定言之，支撐材料為非編織支撐材料。奈米纖維層之例示性非編織支撐材料包括（但不限於）非編織耐綸、非編織聚醚砜 (PES) 或非編織 UHMWPE。

在本發明之一些型式中，過濾構件包含至少一個耐綸奈米纖維層。特定言之，過濾構件包含至少兩個、至少三個或至少四個耐綸奈米纖維層。或者，過濾構件包含一個、兩個、三個、四個或五個耐綸奈米纖維層。

在本發明之一些型式中，微孔篩膜為超高分子量聚乙烯 (UHMWPE 或 UPE) 膜。UPE 為熱塑性聚乙烯之一個型式，其具有極長鏈及以百萬計數之分子量，例如 1 百萬或 1 百萬以上，一般 2 百萬至 6 百萬。在本發明之一些型式中，篩分微孔膜包含或由 UPE 組成。或者，篩分微孔膜為含氟聚合物或全氟聚合物，諸如 PTFE。特定言之，篩分微孔膜為 PTFE。

在本發明之一些型式中，非篩分微孔膜或具有非篩分性質之微孔膜包含或由耐綸（在本文中亦稱為聚醯胺）組成。更特定言之，耐綸微孔膜為耐綸-6 或耐綸-6,6 微孔膜。更特定言之，耐綸微孔膜為耐綸-6 微孔膜。或者，非篩分耐綸微孔膜包括或由金奈米粒子吸附在耐綸-6 之金奈米粒

子吸附的約 25%、約 10%或約 5%內之任何耐綸組成。

篩分及非篩分微孔膜可各獨立地具有大於約 20 psig，在一些情況下，大於 30 psig 且在其他情況下大於約 50 psig 之平均 IPA 起泡點，亦即使用另一溶劑（諸如 3M®之 HFE-7200）且補償表面張力之等效起泡點。在一些型式中，篩分及非篩分微孔膜各獨立地具有 20 psig 至 150 psig 之平均 IPA 起泡點或使用另一溶劑（諸如 3M®之 HFE-7200）且補償表面張力之等效起泡點。

在本發明之型式中，篩分及非篩分微孔膜各獨立地具有在 3M®之液體 HFE-7200 中 75 psi 至 90 psi 之平均起泡點，在一些情況下，在 HFE-7200 中約 85 psi (586,054 Pa) 之平均起泡點。在本發明之一些型式中，篩分及非篩分微孔膜各具有在 3M®之 HFE-7200 中 95 psi 至 110 psi 之平均起泡點，在一些情況下，約 100 psi (689,476 Pa) 之平均起泡點。在本發明之一些型式中，篩分及非篩分微孔膜各具有在 3M®之 HFE-7200 中 115 psi 至 125 psi 之平均起泡點，在一些情況下，約 120 psi (827,371 Pa) 之平均起泡點。在本發明之其他型式中，篩分及非篩分微孔膜各具有在 3M®之液體 HFE-7200 中 140 psi 至 160 psi 之平均起泡點。篩分及非篩分微孔膜可各獨立地為對稱或不對稱微孔膜。

在本發明之一些型式中，篩分微孔膜可為由 Entegris 公司製造的稱為 10 奈米不對稱等級膜之不對稱 UPE 膜，其具有在 3M®之液體 HFE-7200 中 75 psi 至 90 psi 之平均起泡點，在一些情況下，約 85 psi (586,054 Pa) 之平均起泡

點。在本發明之一些型式中，篩分微孔膜可為由 Entegris 公司製造的稱為 5 奈米不對稱等級膜之不對稱 UPE 膜，其具有在 3M®之液體 HFE-7200 中 95 psi 至 110 psi 之平均起泡點，在一些情況下，約 100 psi (689,476 Pa) 之平均起泡點。在本發明之一些型式中，篩分微孔膜可為由 Entegris 公司製造的稱為 3 奈米等級不對稱膜之不對稱 UPE 膜，其具有在 3M®之 HFE-7200 中 115 psi 至 125 psi 之平均起泡點，在一些情況下，約 120 psi (827,371 Pa) 之平均起泡點。

在本發明之一些型式中，篩分及非篩分微孔膜之特徵為在 0.10 MPa 之壓力及 21°C 之溫度下，500 毫升 IPA 在 350 秒至 6500 秒，在一些情況下，500 秒至 6500 秒範圍內之 IPA 流動時間。具有在 3M®之液體 HFE-7200 中 75 psi 至 90 psi 之平均起泡點的不對稱 0.005 微米 (5 nm) UPE 膜之 IPA 流動時間可為在 0.1 MPa 壓力及 21°C 下 500 mL IPA 在 5000 秒至 7000 秒之範圍。

IPA 流動時間為 500 毫升異丙醇在 21°C 之溫度及 97,900 Pa (約 0.1 MPa 或約 14.2 psid) 之壓力下流動穿過單獨 47 毫米微孔膜片或過濾器構件 (例如具有 12.5 cm<sup>2</sup> 面積之微孔膜、奈米纖維層及視情況選用之支撐物) 的時間。

起泡點係指使用氣流孔率測定法之平均 IPA 起泡點。在一些情況下，微孔膜起泡點係指在 HFE-7200 (可購自 3M®, St. Paul, MN) 中量測之平均起泡點。HFE-7200 起泡點可藉由 HFE 7200 量測之起泡點乘以 1.5 或約 1.5 而轉化為 IPA 起泡點值。3M® HFE-7200 為乙氧基-九氟丁烷且具有在 25

°C 下所記錄之 13.6 mN/m 之表面張力。

在過濾器構件中，篩分及非篩分微孔膜可具有對稱多孔結構、不對稱多孔結構或此等多孔結構之組合（例如在過濾構件中，一個微孔膜可為對稱的且另一微孔膜不對稱）。對稱微孔膜具有孔徑分佈以具有整個膜實質上相同之平均尺寸的孔徑表徵的多孔結構。在不對稱微孔膜中，孔徑在整個膜中變化，一般尺寸自一個表面（緊邊）至另一膜表面（開邊）增加。在本發明之一些型式中，微孔膜可為去皮膜，其中膜之去皮側可滲透液體。已知其他類型不對稱性。舉例而言，孔徑在膜厚度內之位置處通過最小孔徑之類型（沙漏形狀）。與具有相同等級孔徑及厚度之對稱微孔膜相比，不對稱微孔膜傾向於具有較大通量。亦可在面向所過濾之液流的較大孔側下使用不對稱微孔膜，產生預過濾效應。在本發明之型式中，微孔膜可具有選自由對稱型、不對稱型及沙漏型組成之群之多孔結構。在本發明之一些型式中，微孔膜之多孔結構為不對稱的。

過濾構件可進一步包含一或多層支撐材料。支撐材料可置於過濾構件中滯留層之一或多個側面上。支撐材料包括（但不限於）各種網狀材料、非編織多孔材料、紡絲黏結材料及其類似物。支撐物可滲透液體且在本發明之一些型式中，經選擇以便過濾器構件之流動時間與僅微孔膜之流動時間基本上相同或小於僅微孔膜之流動時間。支撐物可提供強度以便在褶層/濾筒組裝製程中處理奈米纖維及/或膜。由於支撐物可為厚介質，故其亦可充當過濾器介質。

在本發明之一些型式中，支撐物為非編織材料。支撐物或非編織支撐物與最終施用液體在化學上相容。非編織支撐物之非限制性實例包括由聚醯胺（PA）製成之非編織支撐物且可包括多種耐綸，諸如（但不限於）耐綸 6、耐綸 6,6；及芳族聚醯胺；聚（對苯二甲酸伸乙酯）（PET）；PES（聚醚砜）及其類似物。PA6 係指聚醯胺 6，亦稱為耐綸 6 或耐綸 6,6。在本發明之一些型式中，非編織支撐物包含耐綸 6 樹脂，其經熱黏結以降低其他不希望有的材料（污染）經由其他製程引入網中之幾率。在本發明之一個型式中，支撐物為可購自 Asahi Kasei 之耐綸 NO5040，其不影響或實質上不影響過濾器構件之流動時間。非編織物之基本重量與其厚度有關且可經選擇以使壓力損失最小，且亦可經選擇以提供正確數目之褶層用於組裝成過濾器封包。隨著非編織物變厚，其減少可裝入濾筒之固定直徑中心管組態中之褶層數目。在本發明之一些型式中，非編織支撐物具有每平方公尺約 40 公克至每平方公尺約 30 公克之基本重量。在本發明之其他型式中，非編織支撐物具有每平方公尺約（ $40\pm 5$ ）公克之基本重量。

圖 1 說明本發明之過濾構件之一些非限制性型式，其包括三個不同膜層，亦即兩個微孔或奈米多孔膜層及一個奈米纖維（nanofiber, NNF）層。舉例而言，結構 1 展示微孔耐綸膜作為上游滯留層、耐綸（Nylon）奈米纖維作為中心滯留層且微孔 UHMWPE 膜作為下游滯留層之複合膜。結構 2 展示微孔耐綸膜作為下游滯留層、耐綸奈米纖維作為

中心滯留層且微孔 UHMWPE 膜作為上游滯留層之複合膜。結構 3 展示微孔耐綸膜作為中心滯留層、耐綸奈米纖維作為上游滯留層且微孔 UHMWPE 膜作為下游滯留層之複合膜。結構 4 展示微孔耐綸膜作為下游滯留層、耐綸奈米纖維層作為上游滯留層且微孔 UHMWPE 膜作為中心滯留層之複合膜。宜視過濾應用及待移除之目標缺陷（例如粒子、凝膠、其組合）而定修改層順序及材料類型。

外殼（核心、機殼及端帽）以及用以使膜封接於端帽之灌注/黏結材料之所用材料可包括用於灌注之聚乙烯及用於殼、核心、機殼及其他支撐物之高密度聚乙烯材料。其他可使用的灌注材料為熟習此項技術者所知。

本發明之另一具體實例為包含外殼及本發明之過濾構件的過濾器。

本發明之另一具體實例為本發明之過濾構件或包含本發明之過濾構件的過濾器自光阻劑移除凝膠之用途。本發明之過濾構件之奈米纖維層有利地增加過濾構件之厚度，由此提供光阻劑之經改良的滯留時間以及經改良之凝膠滯留。藉由在奈米纖維層中使用耐綸，改良過濾構件之非篩分滯留，其減少微影製程中之缺陷（尤其是基於凝膠之缺陷）且延長含有該過濾構件之過濾器的使用壽命。出乎意料的是，耐綸奈米纖維層亦減少藉由使用多個過濾器層所引起之壓降，其可改良粒子及凝膠滯留，減少光微影製程中之缺陷，減少產量損失，且提供較大操作窗用於旋塗製程。

本發明之另一具體實例為一種自光阻劑移除凝膠之方法，該方法包含使光阻劑流通過本發明之過濾構件或包含本發明之過濾構件的過濾器，由此自光阻劑移除凝膠。在一些具體實例中，光阻劑之流率為約 0.2 cc/min 至約 3 cc/min。在一些具體實例中，過濾構件之壓降小於或等於約 1 psi。

#### 例證

##### 實施例 1. 滲漏試驗、起泡點及流率

本發明之例示性過濾器構件以滲漏試驗、起泡點及流率表徵。例示性過濾器構件包括 Delnet III 非編織層；具有每平方公尺約 30 公克之基本重量、每平方吋 4.5 ( $\pm 10\%$ ) 磅之平均 IPA 起泡點、約 165 ( $\pm 2\%$ ) 微米之厚度及約 750 奈米之平均纖維直徑（例如藉由 SEM 分析測定）的奈米纖維層；來自 Entegris 之 0.05 微米孔徑等級之微孔 UPE 膜；Delnet III 非編織層；來自 Entegris 之 0.01 微米孔徑等級之微孔耐綸膜；及 Delnet 非編織層。使用天平量測過濾器構件之重量。滲漏試驗係藉由將過濾器構件浸沒於水箱中，對過濾器構件加壓至 0.35 MPa 維持 60 秒，且檢查過濾器構件是否滲漏來進行。起泡點係藉由用含 60% IPA 之水溶液預濕潤過濾器構件約 20 秒，接著隨著壓力增加在過濾器構件下游端觀察可見氣泡來量測。流率係藉由在含 60% IPA 之水溶液中預濕潤過濾器構件約 20 秒，使過濾器構件加壓至  $0.6 \text{ kg/cm}^2$  且在約 1 分鐘後量測液體流率來量測。此過濾構件之起泡點大於每平方吋 42 磅，且過濾構件在  $0.6 \text{ kg/cm}^2$

之壓力下具有每分鐘 0.22 公升至 0.46 公升之水流率(在 0.6 kg/cm<sup>2</sup> 之壓力下的平均水流率為 0.4 公升/分鐘)。

此過濾構件(或過濾器構件)之流率與 10 奈米孔徑等級(藉由 IPA 或 HFE 7200 起泡點測定)之不對稱 UPE 微孔膜類似。

表 1. 滲漏試驗、起泡點 (B.P.) 及流動試驗之結果。

樣品編號	重量	滲漏試驗	手動 B.P.	預濕潤流率[L/min]
	[g]	0.34 Mpa x 60 sec	平均值[psi]	0.6 kg/cm <sup>2</sup>
1	120.22	OK	>42.0	0.43
2	120.02	OK	>42.0	0.38
3	120.06	OK	>42.0	0.43
4	119.88	OK	>42.0	0.46
5	119.71	OK	>42.0	0.40
6	119.58	OK	>42.0	0.43
7	119.40	OK	>42.0	0.39
8	120.30	OK	>42.0	0.42
9	119.41	OK	>42.0	0.42
11	120.05	OK	>42.0	0.34
12	119.95	OK	>42.0	0.22
13	120.17	OK	>42.0	0.46
14	119.69	OK	>42.0	0.41
15	120.01	OK	>42.0	0.45
平均值				0.40

清潔樣品且在 70°C 下烘乾。接著使用 RION KS-40 粒子計數器在 10 mL/min 之流率下評估自上述過濾器構件脫落之粒子。在 5 分鐘沖洗後開始數據收集。

表 2 展示如上所述進行的粒子脫落試驗之結果。實施

例之複合過濾器可進行清潔且可沖洗以便在每分鐘 10 毫升流率之 DI 水沖洗 10 分鐘後具有 5 個或 5 個以下大於或等於 0.3 微米之粒子。

表 2. 此實施例之一個樣品濾筒的粒子脫落試驗結果。

	1 min	2 min	3 min	4 min	5 min	6 min	7 min	8 min	9 min	10 min
≥0.1 μm	66	14	11	8	13	2	5	2	2	2
≥0.15 μm	15	3	0	2	6	1	2	0	0	1
≥0.2 μm	4	0	0	1	2	0	1	0	0	1
≥0.3 μm	0	0	0	0	1	0	0	0	0	1
≥0.5 μm	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0

### 實施例 2. 螢光 PSL 珠粒之滯留

在此實驗中，用懸浮於界面活性劑溶液（含 0.06% Triton X-100 之 DI 水溶液）中之 25-nm 螢光粒子（杜克科學 (Duke Scientific) G25）測試七個 47 毫米（mm）圓片膜試樣。在約 0.75 公升/分鐘之恆定流率下進行滯留試驗。使用分析天平量測膜上自 1% 至 6% 單層覆蓋率之裝載值。

在 Hitachi F-7000 螢光分光計上進行螢光光譜法。G25 粒子之激發/發射波長選為 468/506 nm，且安裝 cuton 濾光器以使發射光譜中出現的干涉激發光減至最小。在試驗期間收集濾液之螢光光譜。

1 號樣品對應於過濾器構件 Impact 2 Duo（可購自 Entegris 公司之 5 nm UPE 及耐綸奈米纖維）。2 號樣品對應

於過濾器構件 Impact 2 Duo (可購自 Entegris 公司之 3 nm UPE、耐綸奈米纖維及 Kalrez O 形環)。3 號樣品對應於過濾器構件 Impact 2 Duo (可購自 Entegris 公司之 V2 OM、5 nm UPE 及耐綸奈米纖維)。4 號樣品對應於過濾器構件，其包括具有  $1250\text{ cm}^2$  之表面積的 3 nm 不對稱 UHMWPE 膜(可購自 Entegris 公司)。5 號樣品對應於過濾器構件，其包括耐綸奈米纖維膜、50-nm UHMWPE 膜及具有  $600\text{ cm}^2$  之表面積的 10 nm 耐綸膜。6 號樣品對應於過濾器構件，其包括耐綸奈米纖維膜、50-nm UHMWPE 膜及具有  $600\text{ cm}^2$  之表面積的 10 nm 耐綸膜。5 號及 6 號樣品為本發明之例示性過濾器構件。

圖 2 展示 5 號及 6 號樣品與雙層過濾器構件 (1-3 號樣品) 相比具有相當的螢光 PSL 珠粒之篩分滯留。圖 2 亦展示 5 號及 6 號樣品具有與單層 3-nm UHMWPE 膜(4 號樣品) 相比經改良之螢光 PSL 珠粒的篩分滯留。

### 實施例 3. 金奈米粒子之吸附

在此實驗中，用 5-nm 金奈米粒子於 DI 水中之 200 ppb 溶液以 15 毫升/分鐘之流率測試五種過濾器構件。金奈米粒子為檸檬酸鹽穩定型且用以表示凝膠。金粒子吸附百分比經量測隨液體體積 (以 mL 為單位) 變化。結果描繪於圖 3 中。

圖 3 展示在 200 ppb 重量於去離子水中之濃度下吸附 5 奈米金奈米粒子時，耐綸 6 奈米纖維層或片 (1 層為 1 片 47 毫米直徑之樣品) 相比耐綸 6,6 奈米纖維層更佳。耐綸 6

奈米纖維層相比耐綸 6,6 奈米纖維層吸附增加可能歸因於耐綸 6 奈米纖維層中之非篩分滯留量增加。圖 3 亦展示包括三層每平方公尺 30 公克基本重量之耐綸 6 奈米纖維的過濾器構件與單層耐綸 6 奈米纖維相比具有將近四倍大的吸附。另外，20 奈米孔徑等級之耐綸 6 微孔膜與 20 奈米孔徑等級之耐綸 6,6 微孔膜相比對金粒子具有好得多的吸附。根據圖 3，發現三片耐綸 6 奈米纖維及一層 20 奈米耐綸 6 膜具有極高的 5 奈米金粒子吸附量。

#### 實施例 4. 鄰苯二甲酸之吸附

亦測試耐綸 6、耐綸 6,6 及 UPE 材料對於含百萬分率含量之鄰苯二甲酸的去離子水之吸附性。使含百萬分率含量之鄰苯二甲酸之水溶液通過過濾器構件，且偵測並量測樣品下游的鄰苯二甲酸之量（y 軸）。較高 y 軸值意指較多鄰苯二甲酸通過樣品且較少鄰苯二甲酸由樣品所吸附。圖形展示耐綸 6 微孔膜比耐綸 6,6 微孔膜吸附更多鄰苯二甲酸（兩種膜均為 20-nm 尺寸等級之材料），且兩種耐綸微孔膜比耐綸奈米纖維過濾器構件吸附更多鄰苯二甲酸。結果亦展示隨著耐綸 6 奈米纖維層數目增加，通過樣品之鄰苯二甲酸的量減少。結果亦展示平均起來所有耐綸膜比 UPE 微孔膜吸附更多鄰苯二甲酸。

雖然本發明已參照其特定具體實例進行相當詳細的描述，但其他型式亦為可能的。因此，隨附申請專利範圍之精神及範疇不應侷限於本說明書內所含之描述及型式。

#### 【圖式簡單說明】

圖 1 說明本發明之過濾構件之一些非限制性型式，其包括兩個微孔膜層或奈米孔膜層及奈米纖維層。

圖 2 為本發明之例示性過濾構件之滯留百分比隨單層覆蓋百分比變化之圖形。

圖 3 為各種耐綸膜之金粒子吸附百分比隨 5-nm 金粒子於去離子水中之 200 ppb 溶液體積（毫升）變化的圖形。

圖 4 為各種過濾構件下游所量測之鄰苯二甲酸重量（ $\mu\text{g}$ ）隨鄰苯二甲酸於水中之溶液的過濾體積變化之圖形。

【主要元件符號說明】

無

## 七、申請專利範圍：

### 1. 一種過濾構件，其包含：

具有 10 奈米至 50 奈米之孔徑等級之聚合微孔非篩膜層；

具有 2 奈米至 50 奈米之孔徑等級之聚合微孔篩膜層；

具有大於該等聚合微孔非篩膜層及聚合微孔篩膜層之孔徑等級之孔徑等級、每平方公尺 20 公克至每平方公尺 35 公克之基本重量及每平方吋 3.5 磅至每平方吋 5 磅之平均異丙醇 (IPA) 起泡點的耐綸奈米纖維層；及

該聚合微孔非篩膜層和該聚合物微孔篩膜層之特徵在於：在 1% 和 30% 之間之該螢光奈米顆粒之一螢光單層覆蓋度且在 0.1% (w/w) 和 0.3% (w/w) 之間之十二烷基硫酸鈉的濃度下測量，在篩分條件下對於具有尺寸為 20 奈米至 30 奈米之間之螢光奈米顆粒的百分比保留率為 90% 至 99.99%。

2. 如申請專利範圍第 1 項之過濾構件，其中該耐綸奈米纖維層插入該聚合微孔非篩膜層與該聚合微孔篩膜層之間。

3. 如申請專利範圍第 1 項之過濾構件，其中該聚合微孔非篩膜層插入該聚合微孔篩膜層與該耐綸奈米纖維層之間。

4. 如申請專利範圍第 1 項之過濾構件，其中該聚合微孔篩膜層插入該聚合微孔非篩膜層與該耐綸奈米纖維層之間。

5.如申請專利範圍第 1 項之過濾構件，其進一步包含一或多層多孔支撐材料。

6.如申請專利範圍第 1 項之過濾構件，其中該過濾構件具有上游端及下游端，且該聚合微孔非篩膜層、該聚合微孔篩膜層及該耐綸奈米纖維層經排列以形成上游滯留層、中心滯留層及下游滯留層，其中該耐綸奈米纖維層不形成該下游滯留層。

7.如申請專利範圍第 6 項之過濾構件，其中該耐綸奈米纖維層形成該上游滯留層。

8.如申請專利範圍第 6 項之過濾構件，其中該聚合微孔篩膜層形成該下游滯留層。

9.如申請專利範圍第 8 項之過濾構件，其中該聚合微孔非篩膜層形成該上游滯留層且該耐綸奈米纖維層形成該中心滯留層。

10.如申請專利範圍第 8 項之過濾構件，其中該聚合微孔非篩膜層形成該中心滯留層且該耐綸奈米纖維層形成該上游滯留層。

11.如申請專利範圍第 6 項之過濾構件，其中該聚合微孔篩膜層形成該上游滯留層。

12.如申請專利範圍第 1 項之過濾構件，其中該聚合微孔非篩膜層為耐綸膜層。

13.如申請專利範圍第 12 項之過濾構件，其中該耐綸膜層及該耐綸奈米纖維層各包括耐綸-6。

14.如申請專利範圍第 1 項之過濾構件，其中該過濾構

件包含至少一個耐綸奈米纖維層。

15.如申請專利範圍第 14 項之過濾構件，其中該過濾構件包含三個耐綸奈米纖維層。

16.如申請專利範圍第 1 項之過濾構件，其中該聚合微孔篩膜層為超高分子量聚乙烯 (UPE) 膜層。

17.如申請專利範圍第 1 項之過濾構件，其中該聚合微孔篩膜層為 UPE 膜層且該聚合微孔非篩膜層為耐綸膜層。

18.如申請專利範圍第 17 項之過濾構件，其中該耐綸膜層具有 10 奈米之孔徑等級且該 UPE 膜層具有 50 奈米之孔徑等級。

19.如申請專利範圍第 17 項之過濾構件，其中該耐綸膜層具有 50 奈米之孔徑等級且該 UPE 膜層具有 2 奈米至 5 奈米之孔徑等級。

20.一種過濾器，其包含外殼及如申請專利範圍第 1 項至第 19 項中任一項之過濾構件。

21.一種自光阻劑移除凝膠之方法，該方法包含使光阻劑流通過如申請專利範圍第 1 項至第 19 項中任一項之過濾構件或如申請專利範圍第 20 項之過濾器，藉此自該光阻劑移除凝膠。

## 八、圖式：

(如次頁)