



(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 I511816 B

(45) 公告日：中華民國 104 (2015) 年 12 月 11 日

(21) 申請案號：099119842

(22) 申請日：中華民國 99 (2010) 年 06 月 18 日

(51) Int. Cl. : **B22F5/10 (2006.01)****B01D69/00 (2006.01)****B01D71/02 (2006.01)**

(30) 優先權：2009/06/18 美國

61/218,310

(71) 申請人：恩特格林斯公司 (美國) ENTEGRIS, INC. (US)

美國

(72) 發明人：瑟勒 羅伯特 S ZELLER, ROBERT S. (US)

(74) 代理人：閻啟泰；林景郁

(56) 參考文獻：

TW 200424141A

TW 200815519A

US 2007/0157811A1

審查人員：熊正一

申請專利範圍項數：36 項 圖式數：9 共 39 頁

## (54) 名稱

包含不同平均尺寸之粒子之經燒結多孔材料、使用彼之氣體擴散器裝置以及使用彼純化氣流之方法  
 SINTERED POROUS MATERIAL COMPRISING PARTICLES OF DIFFERENT AVERAGE SIZES,  
 GAS DIFFUSER DEVICE USING THE SAME, AND METHOD OF PURIFYING A GAS STREAM  
 USING THE SAME

## (57) 摘要

本發明關於一種多孔薄膜，其包含第一平均尺寸之第一金屬粒子粉末與第二平均尺寸之第二金屬粒子粉末之摻合物，第一粉末與第二粉末經燒結在一起。第一平均尺寸比第二平均尺寸大 5 至 50 倍。多孔薄膜包含從 40 重量%至 60 重量%之第一粉末。

A porous membrane, comprising a blend of a first powder of metal particles of the first average size and a second powder of metal particles of a second average size, the first powder and the second powder sintered together. The first average size is five to fifty times greater than the second average size. The porous membrane comprises from 40% to 60% by weight of the first powder.

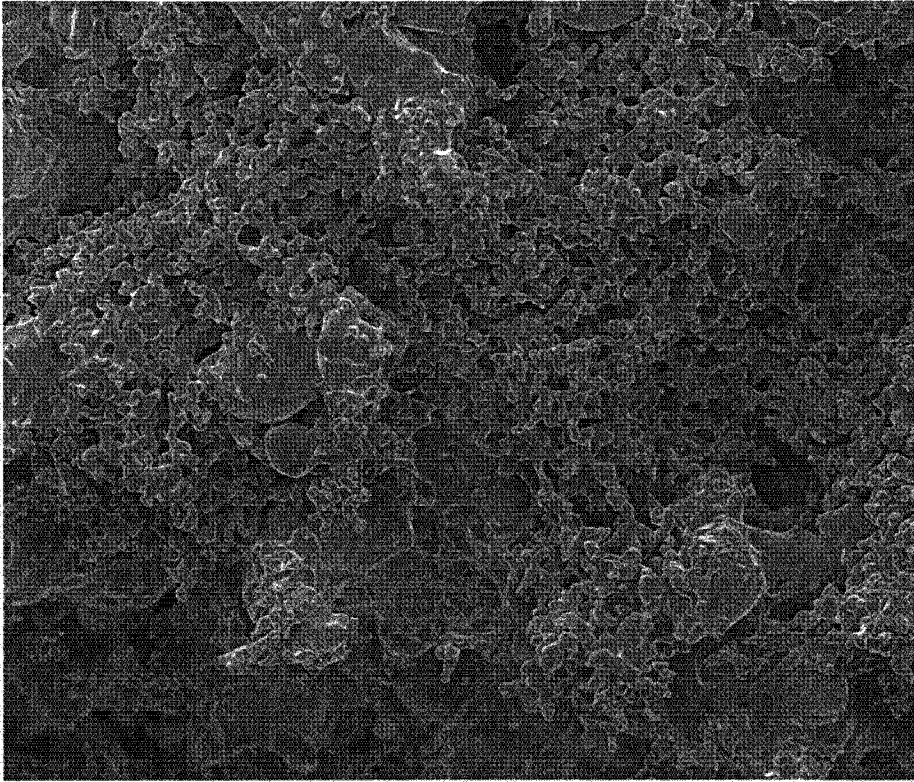


圖2

## 六、發明說明：

### 相關申請案

本申請案主張在 2009 年 6 月 18 日申請之美國臨時申請案第 61/218,310 號之權益，將上述申請案的整個教示以引用方式納入本文中。

### 【發明所屬之技術領域】

本發明關於一種多孔薄膜，其包含第一平均尺寸之第一金屬粒子粉末與第二平均尺寸之第二金屬粒子粉末之摻合物，第一粉末與第二粉末經燒結在一起。第一平均尺寸比第二平均尺寸大 5 至 50 倍。多孔薄膜包含從 40 重量% 至 60 重量% 之第一粉末。

### 【先前技術】

#### 發明背景

晶圓製程速度時常受到加工器具的承載互鎖 (loadlock) 中所花費之“排氣口向上 (vent up)”及“排氣口向下 (vent down)”時間的限制。此速度在 1990 年代隨著承載互鎖擴散器 (多孔薄膜) 的引入而大幅增加，此擴散器允許快速的室排氣而不產生紊亂的氣流型式，其可能擾亂粒子，因此污染工作件。該等擴散器的實例包括以鎳薄膜為基準之產品的 Entegris ChamberGard™ (取自 Entegris, Chaska, MN) 系列。由於此薄膜的本性，擴散器亦充當為粒子濾器，提供具有至多 9 之對數減少值 (LRV) (亦即 99.9999999% 之污染物移除率) 的 3 奈米過濾。

稱為 FV-50 之 ChamberGard™ 平板式擴散器 (薄膜) 係

經設計用於 45 psid 之最大操作壓力。在此壓力下，其具有 100,000 次循環的保固壽命。較高的循環次數可能有利於現今的單晶圓器具。FV-50 為藉由將 2-微米鎳粉末燒結成具有 0.100 吋厚度及 65% 孔隙度之板中而製得之產品。材料提供向下至 3 奈米粒子尺寸之 9LRV 值。材料理論上適合作為具有擴散氣體均勻遍佈於表面的細孔結構之擴散器（薄膜）。

近年來，且特別隨著單晶圓加工而對進一步增加承載互鎖室排氣速度有需求。許多最終使用者增加承載互鎖室擴散器的惰性氣體供應壓力，以增加流速且減少排氣時間。結果，循環壽命次數亦戲劇性地增加。承載互鎖擴散器/濾器承受更高壓力及更多次循環，於是彼等係經設計以供操作。

目前的金屬擴散器（薄膜）亦充當高效率濾器。該等濾器具有藉由燒結細金屬粒子（不超過 10 微米平均尺寸）而達成的高表面積及高孔隙度物體。在與聚合物材料相比時，該等材料雖然強固且結實，但是有彼等的限制。此特別係在處理平板的情況時。因為單晶圓室經設計為非常淺，使體積減至最小，所以平板式擴散器（薄膜）的使用經證明比管狀元件極為卓越，以提供更平滑的氣流，同時緊縮成更小的室體積。

仍對可製成平板形式，可抵擋經數百萬次循而不於室內產生氣流紊亂的高氣體壓力，且全部提供高效率微粒過濾的濾器/擴散器有需求。

#### 【發明內容】

## 發明概要

在一個具體實例中，本發明為一種多孔薄膜，其包含第一平均尺寸之第一金屬粒子粉末與第二平均尺寸之第二金屬粒子粉末之摻合物，第一粉末與第二粉末經燒結在一起。第一平均尺寸比第二平均尺寸大 5 至 50 倍，且多孔薄膜包含從 40 重量% 至 60 重量% 之第一粉末。

在另一具體實例中，本發明為一種氣體擴散器裝置，其包含具有入口和出口的外殼及配置在外殼內與入口和出口以流體相通之多孔薄膜。多孔薄膜包含第一平均尺寸之第一金屬粒子粉末與第二平均尺寸之第二金屬粒子粉末之摻合物，第一粉末與第二粉末經燒結在一起。第一平均尺寸比第二平均尺寸大 5 至 50 倍，且多孔薄膜包含從 40 重量% 至 60 重量% 之第一粉末。

在另一具體實例中，本發明為一種氣體擴散器裝置，其包含具有入口和出口的外殼及配置在外殼內與入口和出口以流體相通之多孔薄膜。多孔薄膜為具有從 0.2 公分至 0.5 公分厚度、在 0.1 微米粒子和 3 slpm/平方公分之速度的氣體中具有至少 6 之對數減少值及每平方吋至少 300 磅之爆裂壓力的平板。多孔薄膜包含第一平均尺寸之第一金屬粒子粉末與第二平均尺寸之第二金屬粒子粉末之摻合物，第一粉末與第二粉末經燒結在一起，其中第一平均尺寸比第二平均尺寸大 5 至 50 倍，且多孔薄膜包含從 40 重量% 至 60 重量% 之第一粉末。

在另一具體實例中，本發明為一種純化氣流之方法。

此方法包含引導氣流經過多孔薄膜。多孔薄膜包含第一平均尺寸之第一金屬粒子粉末與第二平均尺寸之第二金屬粒子粉末之摻合物，第一粉末與第二粉末經燒結在一起。第一平均尺寸比第二平均尺寸大 5 至 50 倍，且多孔薄膜包含從 40 重量% 至 60 重量% 之第一粉末。

多孔薄膜最好具有比先前用於氣流純化之材料更高的爆裂強度，同時保留高流通量及過濾效率。

前述內容將從下列如伴隨圖式所說明之本發明的具體實例更特別的敘述顯而易見，圖中相同的參考符號係指在所有方面不同的觀點中的相同部件。

#### 【實施方式】

發明詳細敘述

詞彙

在敘述各種組成物及方法的同時，應瞭解本發明不受限於所述之特別分子、組成物、方法或議定，因為彼等可改變。亦應瞭解在說明書中所使用之術語只以敘述特別的變型或具體實例為目的而已，並不意欲限制本發明的範疇，其僅以所附申請專利範圍限制。

如本文及所附之申請專利範圍中所使用之單數形式“a”、“an”及“the”包括複數個指稱，除非上下文另有明確地指述。除非另有定義，否則在本文所使用之所有技術及科學術語皆具有與一般熟習所屬技術領域者共同瞭解的相同意義。與那些本文所述者類似或等同的方法及材料可用於本發明的具體實例之實施或測試。將本文述及之所

有刊物以引用方式納入本文中。本文沒有任何事物被解釋為承認由於先前的發明而使本發明沒有提前此等揭示的權利。“視需要的”或“視需要地”意謂隨後敘述之事件或情況可發生或可不發生，且敘述包括其中事件發生的場合及其中事件不發生的場合。所有數值在本文皆可以術語“約”或“實質上”修飾，不論是否明確地指述。術語“約”或“實質上”通常係指熟習所屬技術領域者認為等同於所引述之值的數量範圍（亦即具有相同的功能或結果）。在一些具體實例中，術語“約”或“實質上”係指 $\pm 10\%$ 之陳述值，在其他的具體實例中，術語“約”或“實質上”係指 $\pm 2\%$ 之陳述值。雖然組成物及方法係以“包含”各種組份或步驟為角度敘述（詮釋為“包括，但不限於此”的意義），但是組成物及方法亦可“基本上由各種組份及步驟所組成”或“由各種組份及步驟所組成”，此等術語應被詮釋為基本上限定封閉的成員群組。

如本文所使用之術語“LRV”係指“對數減少值”，其為在指定之流速（或氣體速度）下對指定之粒子尺寸及材料厚度的過濾效率之量度。1之LRV值意謂90%之污染物被濾器保留。2之LRV意謂99%之污染物被濾器保留。3之LRV意謂99.9%之污染物被濾器保留，等等。可選擇任何的流速（氣體速度）、粒子尺寸及材料厚度值來測量本發明的多孔薄膜之LRV。一般熟習所屬技術領域者可瞭解特定的值攸關方便性、實驗設置及/或意欲用途。例如，在一個具體實例中，LRV可在約3 slpm/平方公分之速度下以

具有 100 奈米平均尺寸之粒子及約 0.4 公分（例如，0.44 公分）之材料厚度測量。另一選擇地，LRV 可在約 3 slpm/平方公分之速度下以具有 10 奈米平均尺寸之粒子及約 0.4 公分（例如，0.44 公分）之材料厚度測量。另一選擇地，LRV 可在約 3 slpm/平方公分之速度下以具有 3 奈米平均尺寸之粒子及約 0.4 公分（例如，0.44 公分）之材料厚度測量。

如本文所使用之濾器（例如，多孔薄膜）材料的“強度”係指材料將爆裂的氣體壓力，其係在薄膜經裝配成以固定的平板方式在圓周上熔接之圓盤時。測量強度的典型壓力為 300 psi。

如本文所使用之術語“流通量”係指在固定壓力下經過濾器的固定橫截面之流速。

如本文所使用之單位材料的總內部表面積為以 Brunauer-Emmett-Teller (BET) 法所測量之值。總之，可使用藉由氣體分子的物理吸附之 BET 法計算固體表面積。一般熟習所屬技術領域者或表面物理技術者能夠使用 BET 法而無不當的實驗測量本發明的多孔材料之總內部表面積。

如本文所使用之術語“起泡點”係指藉由起泡點壓力試驗所獲得的壓力值。起泡點壓力試驗測量強迫氣體（例如，空氣）經過事先以液體弄濕之多孔薄膜的孔所必要之壓力。液體可為水、異丙醇 (IPA)、甲醇、乙醇或任何其他適合的液體。

如本文所使用之每平方吋 1 磅等於 6,894.8 帕斯卡。100 千帕斯卡等於 1 巴。



如本文所使用之“slpm”為在 0°C 及 1.01 巴壓力下使用氮氣流所測量之流動單位，每分鐘之標準公升。

本發明的多孔薄膜

已發展出併入具有高強度及長壽命循環能力之細孔結構之材料。此係藉由將至少一種細金屬粒子粉末與至少一種粗金屬粒子粉末摻合，接著將摻合物燒結在一起而實現。當此材料併入例如現有擴散器（薄膜）設計時，諸如（但不限於此）由 Entegris, Inc. 所製造之 FV-50，此材料能夠操縱每平方吋至多 75 磅微差壓力之壓力（psi 微差或“psid”）及大於 1,000,000 次壽命循環，同時對氣體中的 0.003 微米粒子提供至多 6 對數粒子減少值。另外，經燒結薄膜保留單獨使用細鎳粉末所製得之經燒結多孔薄膜的流動輪廓。

據此，在各種具體實例中，本發明包含燒結在一起的至少一種細金屬粉末與至少粗金屬粉末之摻合物的平板薄膜，每個粉末包含金屬粒子。細及粗粒子具有可差別約 5 至約 50 倍之不同的平均尺寸，在一些具體實例中，細及粗粒子具有可差別 50 或更多倍之不同的平均尺寸。

在一個具體實例中，本發明為一種多孔薄膜，其包含第一平均尺寸之第一金屬粒子粉末與第二平均尺寸之第二金屬粒子粉末之摻合物，第一粉末與第二粉末經燒結在一起。在某些具體實例中，可使用額外的粉末（第三、第四等）。

較佳地，第一平均尺寸比第二平均尺寸大 5 至 50 倍。

在一些具體實例中，多孔薄膜包含從 40 重量%至 60 重量%之第一粉末，多孔薄膜的孔隙度較佳從 37 體積%至 50 體積%，多孔薄膜的孔隙度更佳從 42 體積%至 48 體積%。

在某些具體實例中，第一平均尺寸係從約 40 微米至約 60 微米，而第二平均尺寸不超過約 2 微米，較佳地，第一平均尺寸為約 50 微米，而第二平均尺寸為約 2 微米。

在本發明的多孔薄膜中所使用之金屬粒子可包括適合於需求應用的任何可燒結之金屬的粒子，如進一步敘述如下者。例如，金屬可選自鐵、鉻、鎳、含有鎳與鋼之合金。另一選擇地，金屬可為耐火金屬，諸如鈮或鉬，貴金屬，諸如金或銀，或超合金，諸如 Inconel® (可取自 Special Metals Corporation, New York, U.S.A.的鎳-鉻合金系列) 或 Hastalloy® (可取自 Haynes International Inc., Indiana, USA 的以鎳為主之合金系列)。第一粉末之金屬粒子及第二粉末之金屬粒子較佳地各自獨立選自鎳或不銹鋼。在一些具體實例中，第一粉末之金屬粒子及第二粉末之金屬粒子係各自選自鎳。

在例示性具體實例中，本發明的多孔薄膜對 0.1 微米粒子、3 slpm/平方公分之氣體速度及 0.4 公分厚度薄膜顯出從 4 至 6 之對數減少值 (LRV)。較佳地，多孔薄膜對 0.1 微米粒子、3 slpm/平方公分之氣體速度及 0.4 公分厚度薄膜具有 6 或更高之對數減少值 (LRV)。另一選擇地，本發明的多孔薄膜對 0.003 微米粒子、3 slpm/平方公分之氣體速度及 0.4 公分厚度薄膜顯出從 4 至 6 之對數減少值 (LRV)。較

佳地，多孔薄膜對 0.003 微米粒子、3 slpm/平方公分之氣體速度及 0.4 公分厚度薄膜具有 6 或更高之對數減少值 (LRV)。

在例示性具體實例中，本發明的多孔薄膜顯出從 4 至 8 psi 之水起泡點。

本發明的一個具體實例為一種多孔擴散器 (薄膜)，其包含約 40 重量%至約 60 重量%之具有第一平均尺寸之第一組金屬粒子與擴散器 (薄膜) 剩餘部分構成之第二組金屬粒子之摻合物，該第二組金屬粒子具有比第一組金屬粒子更小的第二平均尺寸。第一組金屬粒子經燒結在一起，將第二組金屬粒子彼此燒結且與第一組金屬粒子燒結。擴散器 (薄膜) 具有在約 37 體積%至約 50 體積%之範圍內的孔隙度且擴散器 (薄膜) 的孔分佈於整個擴散器 (薄膜) 物體中。擴散器 (薄膜) 對 0.1 微米粒子和 3 slpm/平方公分之氣體速度具有 4 之 LRV 至 6 之 LRV。薄膜可具有從 0.2 公分至 0.5 公分厚度。例如，薄膜可為約 0.4 公分厚的擴散器。擴散器 (薄膜) 可具有任何直徑。例如，薄膜可具有 5.2 公分直徑。擴散器 (薄膜) 具有每平方吋至少 300 磅 (psi) 之爆裂壓力，較佳為大於 350 psi。另一選擇地，LRV 係在除了粒子具有 0.003 微米平均尺寸以外的相同條件下測量。

在本發明的一些具體實例中，第一組粗金屬粒子具有約 40 微米至約 60 微米平均尺寸，而該第二組金屬粒子具有約 2 微米或更小之平均尺寸。在一些變型中，第二組金

屬粒子具有約 2 微米平均尺寸。

在本發明變型中的擴散器（薄膜）可具有介於約 42 體積%與約 48 體積%之間的孔隙度及對氣體中的 0.1 微米粒子具有 6 或更高之 LRV。另一選擇地，在本發明變型中的擴散器（薄膜）可具有介於約 42 體積%與約 48 體積%之間的孔隙度及對氣體中的 0.003 微米粒子具有 6 或更高之 LRV。

擴散器（薄膜）在 75 psid 的 1 百萬次壓力循環之後維持完整，其中壓力循環具有約 2 秒持續期。

在本發明的一個變型中，第一組金屬粒子為具有約 50 微米尺寸之鎳及第二組金屬粒子為具有 2 微米尺寸之鎳。從該等粒子製成為具有 5 公分直徑之平板的 0.44 公分厚的擴散器（薄膜）可以對氣體中的 0.1 微米粒子具有至少 6 之 LRV 特徵化，擴散器（薄膜）具有介於每平方吋 4 磅與 8 磅之間的水起泡點、5 slpm/平方公分之每單位面積的氮氣流（在每平方吋 18 磅之壓力出口下）及大於 350 psi 之爆裂壓力。另一選擇地，LRV 係在除了粒子具有 0.003 微米平均尺寸以外的相同條件下測量。

在本發明的變型中，可將兩種不同尺寸（在一些變型中超過兩種）的可燒結之粉末燒結在一起。在本發明的一些變型中，可燒結之粉末包括抗蝕性材料，諸如（但不限於此）鎳、含有鎳的那些合金、如不銹鋼的合金及類似物，諸如在美國專利第 5,487,771 號中所揭示者，將其全文以引用方式納入本文中。在一些變型中，金屬粒子為鎳。在摻

合物中的小金屬粒子粉末之尺寸係經選擇以提供 0.003 微米試驗粒子在用於僅由小粒子所製成之經燒結濾器的標準粒子減少條件下（例如，用於 Entegris FV-50 濾器之試驗條件）約 9 或更高之 LRV 的氣體粒子減少值之表面積。大或粗金屬粒子之尺寸可經選擇，使得彼等與小粒子混合時可在介於每平方吋 800 磅與每平方吋 1500 磅之間的壓力下壓製成凝聚之壓坯（亦即未經燒結之壓實粉末）。粗粒子可具有在與 40 重量%至 60 重量%之小粒子量混合時提供具有下列孔隙度及壓力降的經燒結多孔薄膜之尺寸：在 40 體積%至 60 體積%之範圍內的孔隙度及在約 $\pm 20\%$ 之由單獨的小粒子所製成之濾器的壓力降內的壓力降。在本發明的一些變型中，粗粒子可具有在與 40 重量%至 60 重量%之小粒子量混合時提供具有下列孔隙度及壓力降的經燒結多孔薄膜之尺寸：在 40 體積%至 60 體積%之範圍內的孔隙度及在約 $\pm 10\%$ 之由單獨的小粒子所製成之濾器的壓力降內的壓力降。

可燒結之小或細粒子具有 10 微米或更小之尺寸。可燒結之粗或大粒子可具有 10 微米或更大之尺寸。

在本發明的變型中，經燒結多孔薄膜具有不取決或不太取決於總孔隙度及粉末摻合物百分比之 LRV。當然，為了達到最大的 LRV，將材料厚度增加。

本發明的多孔薄膜之外觀可參考圖 1、圖 2 和圖 3 進一步瞭解。圖 1 為顯示先前技術領域的多孔薄膜之 SEM 顯微照片，其包含燒結在一起的經單分散（單一尺寸）金屬粒

子粉末。圖 2 和圖 3 分別為本發明的多孔薄膜之 SEM 顯微照片（在不同的放大率下），其包含具有 50 微米平均尺寸之第一鎳粒子粉末及具有 2 微米平均尺寸之第二鎳粒子粉末。

#### 包含多孔薄膜之氣體擴散器裝置

參考圖 4，在一個具體實例中，本發明為氣體擴散器裝置 100，其包含具有入口 104 和出口 106 之外殼 102。本發明的多孔薄膜 108 係配置於外殼 102 內，與入口 104 和出口 106 以流體相通。本文所述之任何多孔薄膜可用於裝置 100 中。

在例示性具體實例中，裝置 100 包含製造成具有 0.1 吋或更多厚度的平板之多孔薄膜 108。在一個具體實例中，裝置 100 包含製造成具有從約 0.2 公分至約 0.5 公分厚度 (h) 的平板之多孔薄膜 108。例如，薄膜 108 可具有約 0.40 公分或 0.44 公分厚度。薄膜 108 可具有任何直徑。例如，薄膜 108 可具有 5.2 公分直徑 (D)。在另一具體實例中，多孔薄膜的對數減少值對氣體中的 0.1 微米粒子為至少 6。另一選擇地，LRV 係在除了具有 0.003 微米平均尺寸之粒子以外的相同條件下測量。在例示性具體實例中，氣體擴散器裝置 100 之多孔薄膜顯出每平方吋至少 300 磅 (psi) 之爆裂壓力，較佳為大於 350 psi。

#### 本發明的方法

在一個具體實例中，本發明為一種純化氣流之方法。此方法包含引導氣流經過本發明的多孔薄膜。可使用本文

所述之任何多孔薄膜。在一個具體實例中，可使用圖 4 中所示之裝置 100 純化氣流。

例示本發明的多孔薄膜係使用本文所述之方法製備。本發明的多孔薄膜之 LRV 值與起始粒子粉末的總孔隙度及組成物無關。在 LRV 與起始粉末組成物及薄膜孔隙度之間未發現可測量的關係。本發明的多孔薄膜之 LRV 係隨最終經燒結多孔薄膜的生長厚度而增加。起始粉末的孔隙度及組成物可經修改而就所欲壓力降裁製經燒結多孔薄膜。

在下述的實驗中，本發明的多孔薄膜係使用 Vale Inco 255 型鎳粉末（取自 Novamet Specialty Products, New Jersey, USA 之 2 微米絲狀鎳粉末）與“粗的”50 微米 Ametek® 200 鎳粉末（取自 Ametek® Specialty Metal Product Division, Pennsylvania, USA 之鎳粉末）之摻合物作為起始材料而製備。應注意 Vale Inco 255 型鎳粉末係用於製造多孔薄膜的 Entegris WaferGuard® NF 系列。NF 薄膜係藉由燒結 Vale Inco 255 型粉末而製造。

#### 實施例 1：樣品的製備

許多含有細粉末及粗粉末之薄膜係以下列表 1 中所示之比例製得。

表 1

圓盤#	所欲孔隙度%	粗粉末%
1	40.00	40.00
2	50.00	50.00
3	60.00	60.00
4	40.00	60.00
5	50.00	40.00
6	60.00	50.00
7	40.00	50.00
8	50.00	60.00
9	60.00	40.00

使用 2.9 吋模具製得生坯形式，該製得係使用下列表 2 中所提供之施力（以磅計）及粗粉末百分比。估計以公分計之生坯形式厚度。亦提供以公克計之粗 Ni 粉末質量及以公克計之 2 微米粉末之細 Vale Inco 255 型質量：

表 2

圓盤#	所欲孔隙度%	粗粉末%	所需質量	粗粉末質量-公克	255 型粉末質量-公克	估計之模具厚度-公分	壓力 (磅)
1	40.00	40.00	52.4	21.0	31.4	1.000	15,000
2	50.00	50.00	43.0	21.5	21.5	0.723	10,000
3	60.00	60.00	33.4	20.0	13.4	0.488	4,000
4	40.00	60.00	52.4	31.4	21.0	0.767	14,000
5	50.00	40.00	43.0	17.0	26.0	0.819	10,000
6	60.00	50.00	33.4	16.7	16.7	0.563	5,000
7	40.00	50.00	52.4	26.2	26.3	0.884	15,000
8	50.00	60.00	43.0	26.0	17.0	0.628	12,000
9	60.00	40.00	33.4	13.4	20.0	0.637	5,000

所有圓盤係在 1050°C 下於氫氣中燒結 1 小時。



在 1050°C 下燒結造成在 Vale Inco 255 型粉末中的燒結黏合大於在較低溫度下燒結。在大於 1050°C 之溫度下燒結可導致表面積損失，接著降低本發明的多孔薄膜之 LRV 值。

孔隙度係從約 37 至 51% 為範圍。先前實驗顯示在低於 1050°C 之溫度下燒結造成經燒結多孔薄膜強度的大量損失。

最終的切割圓盤（47 毫米）具有表 3 中所列之特性。（在表 3 中，質量係以公克（g）計，“Od”係以公分（cm）計之圓盤外直徑，“t”係以公分（cm）計之圓盤厚度， $\rho$ 係以公克/立方公分（g/cc）計之圓盤密度，Po 係以百分比計之孔隙度，及 ID 係指總孔隙度和粗粉末百分比。例如，“37/40”係指 37% 之總孔隙度及 40 重量% 之 50 微米粉末。）

表 3

圓盤 #	質量-公克	Od-公分	t-公分	v-毫升	$\rho$ -公克/立方公分	%Po	ID
1	27.90	4.740	0.285	5.028	5.548744	37.51	37/40
2	18.26	4.740	0.220	3.881	4.704500	47.02	47/50
3	19.35	4.740	0.250	4.411	4.387088	50.60	50/60
4	28.10	4.740	0.310	5.446	5.159581	41.90	42/60
5	19.90	4.740	0.220	3.881	5.127029	42.26	42/40
6	19.10	4.740	0.235	4.146	4.606816	48.12	48/50
7	27.47	4.740	0.285	5.028	5.463226	38.48	38/50
8	21.70	4.740	0.240	4.234	5.124882	42.29	42/60
9	17.20	4.735	0.200	3.521	4.884842	44.99	45/40

因為厚度改變及後燒結壓製可使結果偏斜，所以將所

有的測量值皆調整至 2.54 毫米的標準厚度。一般熟習所屬技術領域者可理解雖然在此實施例中的薄膜厚度係從約 0.2 公分改變至約 0.31 公分，但是不同的厚度可以方便性、意欲應用及所欲結果為基準予以選擇。例如，薄膜厚度可從約 0.2 公分至約 0.5 公分之範圍內選擇。在一個實例中，厚度可採取在表 3 中所列之任何值。在另一實例中，厚度可為 0.4 公分。在又另一實例中，厚度可為 0.44 公分。

#### 實施例 2：壓力降的測量

測量以表 3 中所列之多孔薄膜所產生之壓力降(以“ID”識別)且將結果顯示於圖 5 中。在圖 5 中，Y-軸為流速( $q$ )/面積( $a$ ) (單位為公升/分鐘/平方公分)，而 X-軸為壓力(以磅/平方吋計)。將壓力降調整至 2.54 毫米的標準厚度。

“NF 薄膜”係指由 Entegris, Inc. 使用單一尺寸 Ni 粉末 Vale Inco 255 型所製造之平板多孔薄膜。

在圖 5 中所呈現之數據顯示具有最接近於 NF 薄膜之壓力降的多孔薄膜為具有 60% 之 50 微米粉末、40% 之 Vale Inco 255 型及 42% 之總孔隙度之材料。該等結果顯示有可能減低以起始的經摻合粉末之組成物為基準之現有薄膜上的壓力降。此結論係藉由測量以起始粉末摻合物的三種不同組成物之孔隙度為函數的壓力降而進一步確認。將結果呈現於圖 6 中。

#### 實施例 3：粒子減少及對數減少值的測量

本發明的薄膜之粒子減少及 LRV 係以 Semi F38-0699 “Test Method for Efficiency Qualification of Point of Use

Gas Filter”為基準予以測量，將其全文以引用方式納入本文中。下列表 4 陳列以 “ID” 所列之經選擇薄膜的 LRV 值。

表 4

圓盤#	LRV <sup>1</sup>	ID
1	3.24	37/40
2	4.31	47/50
3	3.39	50/60
4	3.38	42/60
5	4.31	42/40
6	3.72	48/50
7	4.81	38/50
8	3.22	42/60
9	4.49	45/40

<sup>1</sup> 在具有 4.74 公分直徑的 2.54 毫米厚度圓盤上以 0.1 毫米粒子在 40 slpm/平方公分下所測量。

那些一般熟習所屬技術領域者以前公認具有最小的孔隙度及最低的粗粉末百分比之樣品可具有最高的 LRV。意外地發現未測量出本發明的薄膜之 LRV 受到孔隙度及起始摻合物中的粗粉末百分比的衝擊。該結果係以圖 7 中所示之圖形說明。

在圖 7 中所示之結果暗示對流動性能最優化之薄膜厚度增加（藉由例如調整孔隙度及/或起始的經摻合粉末之組成物）將造成較高的 LRV。例如，關於從 60% 之 50 微米粒子之起始摻合物所製造且具有 50% 孔隙度之本發明的多孔薄膜（在表 3 中的 50/60 之 ID），6 之 LRV 值可以 0.4 公分厚度獲得，且以 5 slpm/平方公分之氣體速度對 47 毫米圓

盤直徑具有 18 psi 之壓力降。此流動可與經由以 Entegris, Inc. 所製造之現有 NF 薄膜比較。

應注意本發明的多孔薄膜顯出接近於 6 之 LRV 值。該等值被認為是足以提供高效率過濾 (99.99999% 之效率) 的高值。為了具有高 LRV 的材料，可增加材料的厚度，此亦增加強度。例如，從單一尺寸之 2 微米鎳粉末 Vale Inco 255 型所製備之 0.180 吋厚度薄膜顯出每單位面積之質量為 0.8 公克/平方公分。

#### 實施例 4：強度的測量

本發明的多孔薄膜之強度係以氣體壓力測量，當薄膜經裝配成以固定的平板方式在圓周上熔接之圓盤時，使材料爆裂的壓力。以 Entegris, Inc. 所製造之 FV-50 產品 (從單一尺寸之 50 微米 Ni 粒子所製造之多孔薄膜) 的具有 2.05 吋直徑及 0.100 吋厚度之圓盤通常在介於 75-100 psi 之間破裂。不可能以至多 350 psi 之壓力使相同尺寸之具有 60% 之 50 微米粉末的 42% 之孔隙度的圓盤破裂。

#### 實施例 5、6 及 7

在實施例 5 至 7 中所述 (及以圖 8 和圖 9 之圖形所說明) 之所有測量皆使用圖 4 中所示之裝置進行。該裝置的多孔薄膜係從 ID: 42/60 之材料 (如表 3 中所述) 製造，具有 0.44 公分厚度及 5.2 公分直徑之圓盤形狀。

#### 實施例 5：偏差的測量

將本發明的兩個多孔薄膜樣品 (稱為 FV-50DXL#1 及 FV-50DXL#2) 與兩個對照樣品 (稱為 FV-50D#1 及

FV-50D#2) 比較。"FV-50D" 為 Entegris Inc. 所製造之產品 (從 50 微米 Ni 粒子所製造之多孔薄膜), 而 FV-50DXL 為從 ID: 42/60 之材料 (如上所述) 所製造之裝置。

薄膜材料的偏差 (由於壓力而移動) 係以施力為函數而測量。將結果顯示於圖 8 中。

就相同直徑的圓盤而言, 試驗結果顯示在對圓盤以每平方吋 50 磅之入口壓力下及以正常大氣壓力下的出口壓力使本發明的多孔薄膜具有少於 0.002 吋之偏差, 甚至少於 0.001 吋。

#### 實施例 6: 起泡點的測量

起泡點測試表明本發明的多孔薄膜具有比藉由燒結單一尺寸之 Vale Inco 255 型粉末所製備之多孔薄膜更大的孔尺寸。藉由燒結單一尺寸之 Vale Inco 255 型粉末所製造之多孔薄膜在水中具有約 10 psi 之起泡點, 而經測試之本發明的多孔薄膜在約 6 psi 下具有起泡點。

#### 實施例 7: 以微差壓力為函數之流速的測量

將本發明的多孔薄膜樣品 (稱為 FV-50DXL) 與對照樣品 (稱為 FV-50D) 比較。"FV-50D" 為 Entegris Inc. 所製造之產品 (從 50 微米 Ni 粒子所製造之多孔薄膜), 而 FV-50DXL 為從 ID: 42/60 之材料 (如上所述) 所製造之裝置。

經過本發明的多孔薄膜之流速係以穿過薄膜的微差壓力為函數測量。將結果與從具有各種平均粒子尺寸的單一尺寸之金屬粉末所製造之多孔薄膜比較。實驗係以如下方

式進行。將氣體（空氣）引入在已知壓力下的裝置入口中。將出口壓力維持固定在大氣壓力下。此氣體的體積質量流速係以質量流量計測量。此測量係在數個不同的入口壓力下進行。製作體積質量流速對入口壓力之圖形。

將結果呈現於圖 9 中。如圖可見，本發明的多孔薄膜之流動特性顯示與從單一尺寸之粉末所製造之薄膜的密切相關性。

#### 實施例 8：經選擇之多孔薄膜的性質總結

在下列表 5 中提供藉由燒結 Vale Inco 255 型鎳粉末（2 微米）及具有 50 微米平均粒子尺寸之“粗”鎳粉末所製造之本發明的多孔薄膜的一個具體實例之性質總結。亦提供與藉由燒結單一尺寸之 Vale Inco 255 型鎳粉末所製造之多孔薄膜的性質之比較。

表 5

	對照的薄膜	本發明的薄膜
2 微米 Vale Inco 255 型之質量，公克	14.2	14.4
500 微米 AMETEK 200 之質量，公克	0	21.6
總質量，公克	14.2	36
壓實壓力，psi	<1000	1000
厚度，公分	0.254	0.4445
直徑，公分	5.0	5.0
孔隙度，%	65	42
爆裂，psi	110	>350
流速/面積@ 18 psi-slp/平方公分	5	5
LRV @ 3 slpm/平方公分	9	6
起泡點-水	10	6

雖然本發明已參考其實施例的具體實例予以證明及敘述，但是那些熟習所屬技術領域者應瞭解可於其中進行各種形式及細節的改變而不違背由所附申請專利範圍所包含之本發明範疇。

#### 【圖式簡單說明】

圖 1 為顯示先前技術領域的多孔薄膜之掃描電子顯微照片 (SEM, 2000 倍放大)。

圖 2 和圖 3 分別為本發明的多孔薄膜之 SEM (圖 2 係 1000 倍放大, 圖 3 係 200 倍放大), 該多孔薄膜包含具有 50 微米平均尺寸之第一鎳粒子粉末及具有 2 微米平均尺寸之第二鎳粒子粉末。

圖 4 為本發明的裝置之例示性具體實例的示意圖。

圖 5 為以穿過本發明不同的多孔薄膜之壓力為函數的壓力降 (可調整之  $T$ ) 之圖形。

圖 6 為以本發明不同的多孔薄膜所測量之孔隙度為函數之 100 slpm 下的壓力降 (可調整之  $T$ ) 之圖形。

圖 7 為以本發明不同的多孔薄膜所產生之孔隙度為函數的對數減少值 (LRV) 之圖形。

圖 8 為以施力為函數所測量之本發明的各種薄膜的偏差 (由於壓力而移動) 之圖形。

圖 9 為以穿過薄膜的微差壓力為函數所測量之經過本發明的各種多孔薄膜的流速 (出口維持在大氣壓力下) 之圖形。

#### 【主要元件符號說明】

在圖 4 中的參考編號

100	擴散器裝置
102	外殼
104	入口
106	出口
108	多孔薄膜
D	多孔薄膜 108 的直徑
H	多孔薄膜 108 的厚度























# 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：099119842

※申請日：99.6.18

※IPC 分類：B22F 5/10 (2006.01)

B01D 69/00 (2006.01)

B01D 71/02 (2006.01)

公告本

一、發明名稱：(中文/英文)

包含不同平均尺寸之粒子之經燒結多孔材料、使用彼之氣體擴散器裝置  
以及使用彼純化氣流之方法

SINTERED POROUS MATERIAL COMPRISING PARTICLES OF  
DIFFERENT AVERAGE SIZES, GAS DIFFUSER DEVICE USING THE  
SAME, AND METHOD OF PURIFYING A GAS STREAM USING THE  
SAME

二、中文發明摘要：

本發明關於一種多孔薄膜，其包含第一平均尺寸之第一金屬粒子粉末與第二平均尺寸之第二金屬粒子粉末之摻合物，第一粉末與第二粉末經燒結在一起。第一平均尺寸比第二平均尺寸大 5 至 50 倍。多孔薄膜包含從 40 重量% 至 60 重量% 之第一粉末。

三、英文發明摘要：

A porous membrane, comprising a blend of a first powder of metal particles of the first average size and a second powder of metal particles of a second average size, the first powder and the second powder sintered together. The first average size is five to fifty times greater than the second average size. The porous membrane comprises from 40% to 60% by weight of the first powder.

## 七、申請專利範圍：

1.一種多孔薄膜，其包含第一平均尺寸之第一金屬粒子粉末與第二平均尺寸之第二金屬粒子粉末之摻合物，第一粉末與第二粉末經燒結在一起，

其中第一平均尺寸比第二平均尺寸大 5 至 50 倍，

其中該多孔薄膜包含從 40 重量%至 60 重量%之第一粉末，且

其中該多孔薄膜之水起泡點係從 4 至 8 psi。

2.根據申請專利範圍第 1 項之多孔薄膜，其中該多孔薄膜之孔隙度係從 37 體積%至 50 體積%。

3.根據申請專利範圍第 1 項之多孔薄膜，其中該多孔薄膜之孔隙度係從 42 體積%至 48 體積%。

4.根據申請專利範圍第 1 項之多孔薄膜，其中該第一平均尺寸係從約 40 微米至約 60 微米，而該第二平均尺寸不超過約 2 微米。

5.根據申請專利範圍第 1 項之多孔薄膜，其中該第一平均尺寸為約 50 微米，而該第二平均尺寸為約 2 微米。

6.根據申請專利範圍第 1 項之多孔薄膜，其中該第一粉末之金屬粒子及該第二粉末之金屬粒子係各自獨立選自鎳或不銹鋼。

7.根據申請專利範圍第 1 項之多孔薄膜，其中該第一粉末之金屬粒子及該第二粉末之金屬粒子係各自選自鎳。

8.根據申請專利範圍第 1 項之多孔薄膜，其中該多孔薄膜對在具有 3 slpm/平方公分之速度的氣體中的 0.1 微米粒

子具有在 0.4 公分厚度薄膜上所測量之從 4 至 6 之對數減少值 (LRV)。

9. 根據申請專利範圍第 1 項之多孔薄膜，其中該多孔薄膜對在具有 3 slpm/平方公分之速度的氣體中的 0.1 微米粒子具有在 0.4 公分厚度薄膜上所測量之 6 或更高之對數減少值 (LRV)。

10. 一種氣體擴散器裝置，其包含：

具有入口和出口的外殼；及

配置在該外殼內與該入口和該出口以流體相通之多孔薄膜，

其中該多孔薄膜包含第一平均尺寸之第一金屬粒子粉末與第二平均尺寸之第二金屬粒子粉末之摻合物，第一粉末與第二粉末經燒結在一起，

其中第一平均尺寸比第二平均尺寸大 5 至 50 倍，

其中該多孔薄膜包含從 40 重量% 至 60 重量% 之第一粉末，且

其中該多孔薄膜之水起泡點係從 4 至 8 psi。

11. 根據申請專利範圍第 10 項之裝置，其中該多孔薄膜之孔隙度係從 37 體積% 至 50 體積%。

12. 根據申請專利範圍第 10 項之裝置，其中該多孔薄膜之孔隙度係從 42 體積% 至 48 體積%。

13. 根據申請專利範圍第 10 項之裝置，其中該第一平均尺寸係從約 40 微米至約 60 微米，而該第二平均尺寸不超過約 2 微米。

14.根據申請專利範圍第 10 項之裝置，其中該第一平均尺寸為約 50 微米，而該第二平均尺寸為約 2 微米。

15.根據申請專利範圍第 10 項之裝置，其中該第一粉末之金屬粒子及該第二粉末之金屬粒子係各自獨立選自鎳或不銹鋼。

16.根據申請專利範圍第 10 項之裝置，其中該第一粉末之金屬粒子及該第二粉末之金屬粒子係各自選自鎳。

17.根據申請專利範圍第 10 項之裝置，其中該多孔薄膜對在具有 3 slpm/平方公分之速度的氣體中的 0.1 微米粒子具有在 0.4 公分厚度薄膜上所測量之從 4 至 6 之對數減少值 (LRV)。

18.根據申請專利範圍第 10 項之裝置，其中該多孔薄膜對在具有 3 slpm/平方公分之速度的氣體中的 0.1 微米粒子具有在 0.4 公分厚度薄膜上所測量之 6 或更高之對數減少值 (LRV)。

19.根據申請專利範圍第 10 項之裝置，其中該多孔薄膜為具有 0.1 吋或更多厚度之平板。

20.根據申請專利範圍第 10 項之裝置，其中該多孔薄膜為具有從 0.2 公分至 0.5 公分厚度的平板，且進一步其中該多孔薄膜之對數減少值在 0.1 微米粒子和 3 slpm/平方公分之速度的氣體中為至少 6。

21.根據申請專利範圍第 20 項之裝置，其中該多孔薄膜具有每平方吋至少 300 磅之爆裂壓力。

22.根據申請專利範圍第 20 項之裝置，其中該多孔薄膜

具有每平方吋大於 350 磅之爆裂壓力。

23.一種純化氣流之方法，其包含：

引導氣流經過多孔薄膜，該多孔薄膜包含第一平均尺寸之第一金屬粒子粉末與第二平均尺寸之第二金屬粒子粉末之摻合物，第一粉末與第二粉末經燒結在一起，

其中第一平均尺寸比第二平均尺寸大 5 至 50 倍，且其中該多孔薄膜包含從 40 重量%至 60 重量%之第一粉末，且

其中該多孔薄膜之水起泡點係從 4 至 8 psi，

藉此純化該氣流。

24.根據申請專利範圍第 23 項之方法，其中該多孔薄膜之孔隙度係從 37 體積%至 50 體積%。

25.根據申請專利範圍第 23 項之方法，其中該多孔薄膜之孔隙度係從 42 體積%至 48 體積%。

26.根據申請專利範圍第 23 項之方法，其中該第一平均尺寸係從約 40 微米至約 60 微米，而該第二平均尺寸不超過約 2 微米。

27.根據申請專利範圍第 23 項之方法，其中該第一平均尺寸為約 50 微米，而該第二平均尺寸為約 2 微米。

28.根據申請專利範圍第 23 項之方法，其中該第一粉末之金屬粒子及該第二粉末之金屬粒子係各自獨立選自鎳或不銹鋼。

29.根據申請專利範圍第 23 項之方法，其中該第一粉末之金屬粒子及該第二粉末之金屬粒子係各自選自鎳。

30.根據申請專利範圍第 23 項之方法，其中該多孔薄膜對在具有 3 slpm/平方公分之速度的氣體中的 0.1 微米粒子具有在 0.4 公分厚度薄膜上所測量之從 4 至 6 之對數減少值 (LRV)。

31.根據申請專利範圍第 23 項之方法，其中該多孔薄膜對在具有 3 slpm/平方公分之速度的氣體中的 0.1 微米粒子具有在 0.4 公分厚度薄膜上所測量之 6 或更高之對數減少值 (LRV)。

32.根據申請專利範圍第 23 項之方法，其中該多孔薄膜為具有 0.1 吋或更多厚度之平板。

33.根據申請專利範圍第 23 項之方法，其中該多孔薄膜為具有從 0.2 公分至 0.5 公分厚度的平板，且進一步其中該多孔薄膜的對數減少值在 0.1 微米粒子和 3 slpm/平方公分之速度的氣體中為至少 6。

34.根據申請專利範圍第 33 項之方法，其中該多孔薄膜具有每平方吋至少 300 磅之爆裂壓力。

35.根據申請專利範圍第 33 項之方法，其中該多孔薄膜具有每平方吋大於 350 磅之爆裂壓力。

36.一種氣體擴散器裝置，其包含：

具有入口和出口的外殼；及

配置在該外殼內與該入口和該出口以流體相通之多孔薄膜，

其中該多孔薄膜為具有從 0.2 公分至 0.5 公分厚度、在 0.1 微米粒子和 3 slpm/平方公分之速度的氣體中具有至少 6

之對數減少值及每平方吋至少 300 磅之爆裂壓力的平板，

其中該多孔薄膜包含第一平均尺寸之第一金屬粒子粉末與第二平均尺寸之第二金屬粒子粉末之摻合物，第一粉末與第二粉末經燒結在一起，其中第一平均尺寸比第二平均尺寸大 5 至 50 倍，該多孔薄膜包含從 40 重量%至 60 重量%之第一粉末，且該多孔薄膜之水起泡點係從 4 至 8 psi。

八、圖式：

(如次頁)



四、指定代表圖：

(一)本案指定代表圖為：第( 2 )圖。

(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