

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 200480013769.1

[51] Int. Cl.

G01N 1/34 (2006.01)

B29C 71/00 (2006.01)

[43] 公开日 2006 年 6 月 21 日

[11] 公开号 CN 1791792A

[22] 申请日 2004.5.14

[21] 申请号 200480013769.1

[30] 优先权

[32] 2003.5.20 [33] US [31] 60/471,990

[86] 国际申请 PCT/US2004/015268 2004.5.14

[87] 国际公布 WO2004/104558 英 2004.12.2

[85] 进入国家阶段日期 2005.11.21

[71] 申请人 纳幕尔杜邦公司

地址 美国特拉华州

[72] 发明人 D·W·约翰逊

[74] 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司

代理人 刘维升 段晓玲

权利要求书 1 页 说明书 9 页

[54] 发明名称

制造含氟聚合物制品的金属污染试验

[57] 摘要

本发明涉及将含氟聚合物熔融制造成可用于半导体制造和液体输送的制品，而不会被金属熔融制造装置带来的金属污染物污染半导体或液体。为了实现该目的，制品要具有以 RMS 粗糙度表征的不大于 $0.20\ \mu\text{m}$ 的光滑表面，以便不存留金属污染物。

1、 由含氟聚合物熔融制造的制品产生的金属污染的测定方法，所述方法包括（a）清洗所述制品，以除去所述制品表面存在的所述金属，（b）将所得清洗后的制品置于浸提溶液中，和（c）测定浸提
5 溶液中所述金属的浓度，所述制品表面具有用 RMS 粗糙度表征不大于约 $0.2\mu\text{m}$ 的光洁度，因此很容易通过所述清洗去除所述制品表面的金属污染，从而使步骤（c）中测定的所述金属的浓度不会受到所述制品表面存在的所述金属的影响。

2、 权利要求 1 的方法，其中所述表面具有用 RMS 粗糙度表征
10 不大于约 $0.1\mu\text{m}$ 的光洁度。

3、 将含氟聚合物熔融制造成制品的方法，包括进行所述熔融制造获得具有用 RMS 粗糙度表征不大于约 $0.2\mu\text{m}$ 的光洁度的所述制品，从而使所述制品通过 F57 试验。

4、 权利要求 3 的方法，其中所述进行的所述熔融制造是在模具
15 中注塑成型，并抛光所述模具表面，以提供所述表面光洁度。

5、 权利要求 3 的方法，其中所述进行的所述熔融制造是挤压，挤压速度和挤压温度的选择应避免形成熔体断裂并提供所述表面光洁度。

6、 权利要求 3 的方法，其中所述制品含有大于约 10ppb 的所述
20 金属。

制造含氟聚合物制品的金属污染试验

发明领域

- 5 本发明涉及以制品的金属污染最少的方式获得的熔融制造的含氟聚合物制品。

背景技术

- 10 尽管由各种含氟聚合物制造的制品具有广泛的用途，但当某些制品用于某些应用时会要求其不污染周围的金属物品。金属污染可以是金属元素或金属化合物。然而含氟聚合物的熔融制造涉及诸如注塑模具和挤压桶及型板的具有金属表面的设备的使用。即使所选择的熔体表面不会使其在熔融制造的高温下与热塑性树脂反应或被该树脂腐蚀，也会发生制造制品的某些金属污染。金属污染可存在于制品表面，
15 由制造装置的金属表面引起，或存在于制品本体中，由送入制造装置的热塑性树脂中存在的金属污染引起。例如，这种热塑性喂料在金属反应器中通过聚合获得，并在下游诸如熔融挤压的具有金属表面的装置中处理，形成模压颗粒。制品本体中存在的金属污染通过与制品接触的处理液从金属污染物中洗出。

- 20 含氟聚合物的熔融制造制品在半导体工业中常用于将半导体输送通过液体化学加工步骤，并储存和输送加工中所用的液体化学品。排除半导体和液体环境中的金属污染是很关键的。在熔融制造成为半导体工业服务的制品前，原料含氟聚合物中允许的金属污染水平（Ni、Cr 和 Fe 之和）应不超过 10ppb（10 亿分之 1 份），才能被半导体工业所接受。要获得这样的纯度是很昂贵的。US 6541588 B1 公开了含
25 氟聚合物在熔融挤压成颗粒前的氟化，否则这些颗粒的 Ni、Fe 和 Cr 含量会超过 200ppb。EP 1162212 公开了采用超高纯度材料，即低金属含量的含氟聚合物的形成。

- 30 由各种含氟聚合物熔融制造的制品的试验已经不能确定，这种高纯度含氟聚合物减少了来自由该含氟聚合物熔融制造的制品的金属污染，即使用高纯度含氟聚合物并没有减少由半导体制造中的含氟聚合物制品产生的金属污染。半导体工业近来发展了一种测定含氟聚合物

挤压制品的金属污染的试验。该试验称为 SEMI F57-0301, 本发明中用 F57 表示。该试验协议首先解决了挤压制品的清洗, 然后浸泡清洗后的挤压制品, 接着测定浸泡液体中的金属浓度。清洗步骤往往除去了制品表面的金属污染, 因此在将含氟聚合物制品置于半导体制造装置中之前要进行清洗, 而浸泡步骤往往除去制品本体 (主体) 中的金属, 即浸出制品中的金属。下面将更详细地描述这些步骤。根据 F57, 浸泡液体中 Ni、Cr 和 Fe (它们都是至少在熔融制造操作中与熔融含氟聚合物接触的最常见的金属) 的浓度要求不超过每平米制品表面 1 微克 ($\mu\text{g}/\text{m}^2$) 的 Ni 和 Cr, 以及不超过 $5\mu\text{g}/\text{m}^2$ 的 Fe。

清洗步骤包括将超纯水 (金属浓度低于 0.1ppb) 注入制品 (管) 中并搅拌水 10 分钟, 然后将水倒掉, 重复该清洗步骤 10 次, 每次都使用新鲜的超纯水。浸泡 (浸出) 步骤包括将装有超纯水的制品在 $85\pm 5^\circ\text{C}$ 下加热 7 天。这种约定的前提是浸出步骤仅去除制品主体中的金属污染, 而表面金属污染已经被去除。

发明概述

我们发现, 尽管在熔融制造的制品上重复和剧烈地进行了 F57 试验中的清洗步骤, 也没有完全除去制品表面存在的金属污染。因此, 来自浸泡步骤的残余表面金属污染就使浸出污染增加, 从而得到了错误的高主体污染读数, 甚至在这样供应的含氟聚合物具有相当低的金属污染时也如此。我们知道, 熔融制造制品的光滑表面减少了杂质的捕集, 但本领域中的熔融制造实践并没有制造出微细光滑的制品表面。例如在熔融挤压中, 挤压速度, 也就是生产率, 受到挤压制品表面形成熔体断裂的限制。挤压速度要降低到制品表面没有肉眼可见的熔体断裂为止, 即表面洁净有光泽。我们发现这种方法还不够好; 虽然熔融挤压制品表面没有肉眼可见的表面熔体断裂, 但仍有微观表面缺陷来捕集金属污染, 这种金属污染不能通过 F57 污染试验的清洗步骤完全除去。当清洗液变成诸如稀硝酸时, 情况也如此。令人吃惊的是, 虽然水性清洗介质确实彻底清洗了模压制品表面光滑而有光泽的外表部分, 但清洗介质并没有渗入作为制品表面中的微观缺陷存在的断裂和裂缝深部, 以除去所有的表面金属污染, 从而使浸出步骤中暴露出残余表面金属污染, 错误地得到了高数值的可浸出金属污染物。

本发明的上述意想不到的发现导致了对具有改进的表面光洁度的表面的熔融制造制品进行屈辱试验，使清洗步骤除去了所有的表面金属污染，而浸出步骤得到了真实的模压制品本体的金属污染读数。

本发明的一个实施方案可描述成由含氟聚合物熔融制造的制品产生的金属污染的测定方法，所述方法包括（a）清洗所述制品，以除去所述制品表面存在的所述金属，（b）将所得清洗后的制品置于浸提溶液中，和（c）测定浸提溶液中所述金属的浓度，所述制品表面用 RMS（均方根）粗糙度表征的光洁度不大于约 $0.2\mu\text{m}$ ，因此很容易通过所述清洗去除所述制品表面的金属污染，从而使步骤（c）中测定的所述金属的浓度不会受到所述制品表面存在的所述金属的影响。

我们发现，即使含氟聚合物具有大于 10ppb 的金属（Ni、Cr 和 Fe 之和）污染，浸出步骤也揭示了浸提溶液中可接受的金属污染水平，即不大于约 $1\mu\text{g}/\text{m}^2$ 的 Ni 和 Cr，以及不超过约 $5\mu\text{g}/\text{m}^2$ 的 Fe。因此，根据本发明，不必进行制造超纯含氟聚合物的额外含氟聚合物制造费用。只需要用含氟聚合物制成并用于半导体制造中的制品具有以上指出的表面光洁度即可。

通过该污染试验的熔融制造制品有把握使以相同方式，优选地用小球粒含氟聚合物熔融制造的制品提供无污染的制品，用于例如半导体加工或液体输送的用途。在这方面，本发明也可定义为将含氟聚合物熔融制造成制品的方法，包括进行所述熔融制造，获得具有用 RMS 粗糙度表征的不大于约 $0.2\mu\text{m}$ 的光洁度的所述制品，从而使所述制品通过 F57 试验。由于 Ni、Cr 和 Fe 是含氟聚合物中最常见的金属污染物，如果这些金属的浓度不超过上述数值，就可认为该制品能通过 F57 试验。我们发现，由于接触熔融含氟聚合物的区域通常用 Inconel® Ni 合金制成的熔融制造装置（挤压机和注塑成型机）中 Ni 的含量最高，因此当浸提溶液中 Ni 的含量不超过约 $1\mu\text{g}/\text{m}^2$ 时，该制品就能通过 F57 试验。

在本发明又一个实施方案中，我们发现，通常以粒状供应以熔融制造成制品的含氟聚合物可具有大于约 10ppb 的这些金属之和，而该模压制品仍将能通过 F57 试验。根据该实施方案，不必进行过分的（而且昂贵的）步骤来获得纯含氟聚合物，就能使由其熔融制造的制品满意地用于半导体加工服务。

详细描述

用于本发明的含氟聚合物优选地部分结晶，即具有一个熔点（温度），而且可熔融制造，即能以熔融状态制造，以形成具有足够粗糙度的制品用于半导体工业服务。优选的含氟聚合物还有全氟化聚合物，即四氟乙烯（TFE）与全氟化单体的共聚物。该共聚物可包含一个或多个这种全氟化共聚单体。全氟化单体的实例包括含有 3-8 个碳原子的全氟烯烃，例如六氟丙烯（HFP），以及全氟（烷基乙烯基醚）（PAVE），其中烷基含有 1-5 个碳原子。这种乙烯基醚的实例包括全氟（甲基、乙基和丙基乙烯基醚）。TFE 与 PAVE 的共聚物通常作为 PFA 共聚物获得，包括 MFA 共聚物，它是 TFE 与全氟（甲基乙烯基醚）和至少一种其他乙烯基醚，例如全氟（丙基乙烯基醚）的共聚物。优选的是 TFE/全氟（乙基乙烯基醚）共聚物，因为它从熔融状态固化时结晶得到小球粒。TFE 与 HFP 的共聚物通常作为 FEP 共聚物获得。该共聚物的 HFP 含量一般用约 2.0-5.3 的六氟丙烯指数（HFPI）表征。HFPI 是在共聚物膜上测量的两个红外吸光度的比值，乘以 3.2 后可转换成 wt% HFP，如 US 5703185 的跨越段落 cols. 3 和 4 中所描述的。优选的是 TFE/HFP 共聚物含有诸如 PAVE 的至少一种其他共聚单体，其含量应有效地使共聚物表现出至少约 2000 周期，优选至少约 4000 周期的 MIT 抗挠寿命（MIT flex life）。MIT 抗挠寿命的测量公开在 US 5703185 中。这种其他单体的含量通常为共聚物总重的约 0.2-3wt%。一种优选的 PAVE 是全氟（丙基乙烯基醚），最优选的 PAVE 是全氟（乙基乙烯基醚）。FEP 共聚物的 MFR 根据 ASTM D2116-91a 测定。PFA 共聚物的 MFR 根据 ASTM D3307-93 测定。这些共聚物的 MFR 通常为 1-50g/10 分钟，更典型的是 2-35g/10 分钟。

这些含氟聚合物通常以模压颗粒供应，其中含氟聚合物已经作为熔融聚合物挤压成薄的含氟聚物流，并切成例如 1-3mm 长的短长度。优选的是将这些颗粒进行诸如 US 4743658 中公开的氟处理，将不稳定的端基转化成稳定的 $-\text{CF}_3$ 端基。通过氟处理这样改变的不稳定端基的实例是 $-\text{CF}_2\text{CH}_2\text{OH}$ 、 $-\text{CONH}_2$ 、 $-\text{COF}$ 和 $-\text{COOH}$ 。优选的是这些不稳定端基在氟处理后的总和不超过 $20/10^6$ 碳原子，至于前三种端基，优选的是少于 6 个这种端基/ 10^6 碳原子。如 US 4743658 中公开的

那样，在氟处理后接着喷射经过氟处理的颗粒，从含氟聚合物中消除了半导体制造中存在的湿润化学品下可能从由这种颗粒熔融制造的制品中浸出的可提取氟化物，这种氟化物会对半导体生产带来负面影响。

- 5 获得诸如篮子或管的制品的熔融制造条件应使该制品表面具有以 RMS 粗糙度表征的不大于 $0.2\mu\text{m}$ 的光洁度。表面光洁度用实施例 10 中描述的方法测定。优选的是所述表面具有以 RMS 粗糙度表征的不大于 $0.1\mu\text{m}$ 的光洁度。熔融制造条件将取决于所用的具体含氟聚合物、其 MFR 和具体的熔融制造方法。优选的是 TFE/PEVE 共聚物，因为用这种共聚物最容易获得所需的光滑表面。

- 当通过注塑成型进行熔融制造时，对于所用熔体温度和含氟聚合物的 MFR，其成型周期应使该含氟聚合物与成型表面紧密接触，且成型制品中的晶体生长最少。优选的是将模具表面抛光，以获得成型制品期望的表面光洁度。模具表面的光洁度可用与制品本身的表面光洁度 15 相同的方法测量；实施例中公开了采用 Zygo[®]外形仪。

- 获得具有期望的表面光洁度的压出物的挤压条件随着设备、待压出的制品和树脂而不同。然而，可描述下面的常用方法。在经验表明压出物中将观察到某些熔体断裂的条件下开始挤压。这一点表现在感兴趣表面，当压出物为管时通常是内表面，粗糙和缺少光泽。然后升高 20 聚合物熔体温度和/或降低线速度，直到肉眼看不到熔体断裂，即感兴趣表面从任何角度观察都有光泽。这里取压出物的试样进行观察。然后将聚合物熔体温度升高约 5°F (3°C)，并取另一个试样。该步骤可重复一次或多次。测量试样的感兴趣表面的 RMS 粗糙度，并通过例如图表确定 RMS 粗糙度与温度之间的关系。然后选择能获得 RMS 25 光洁度约 $0.2\mu\text{m}$ 或更低的压出物的条件，并用于制造本发明的压出物。

在压出管情况下，其中只有管内表面与半导体液体加工化学品接触，仅要求内表面具有这种表面光洁度。形成该内表面的挤压口型中的心轴应至少抛光到管内表面所要求的光洁度。

- 30 一旦建立了光洁度与 SEM 外观和 F57 试验结果间的关系，压出物期望表面的光洁度就可通过扫描电子显微镜 (SEM) 观察确定。

实施例

在以下实施例中，通过以下方法测定各种含氟聚合物的聚合物喂料颗粒和压出管的金属污染和表面粗糙度：

- 5 管的 F57 试验：管先用超纯水 (UPW) 预洗，然后用 UPW 在 85 ± 5 °C 下浸出 7 天。通过感应耦合等离子体质谱学 (ICP-MS) 分析浸出物，金属的量借助被浸出物溶液润湿的面积来表达。这些实施例中报导的金属是 Ni、Cr 和 Fe，检测限值分别为 0.31、0.36、 $0.75\mu\text{g}/\text{m}^2$ 。该试验在 SEMI F57-0301，SEMATECH 中有详细描述。

- 10 对来自树脂颗粒的自体可浸出金属的硝酸浸出方法：将聚合物颗粒以每 1g 酸 2g 颗粒的比例浸泡在 12% 超纯硝酸中。颗粒暴露于浸出酸之前不清洗。在 60 ± 5 °C 下浸出该颗粒 24 小时。浸出到酸介质中的金属通过 ICP-MS 分析，结果以相对于聚合物的 ppb 表示，Ni、Cr 和 Fe 的检测限值为 0.1ppb。浸出法的结果表示模压制品的聚合物本体中发现的最低金属含量。

- 15 激光烧蚀自体金属：用于树脂颗粒或管的激光烧蚀 - ICP-MS 方法提供聚合物基质中表面下金属的相对浓度。结果基于相对值表示，因为该仪器用玻璃标准物，而不是用相同聚合物基质制成的标准物校准。该分析方法采用 Cetac LSX-100 Nd:YAG 激光蒸发聚合物的下列深度。每次烧蚀 $175\mu\text{m}$ 宽和 $100\mu\text{m}$ 深。将蒸发的聚合物和金属扫过
20 感应耦合等离子体火炬并雾化。通过质谱学确定和测量雾化的组分。忽略部分表面的第一次烧灼，因为在试样制备期间受到了表面污染。对下面的第二和第三次烧灼取平均，测定聚合物基质本体中存在的金属相对含量。

- 25 表面光洁度根据下面描述的方法通过 Zygo® 外形仪测量。外形仪测量管表面的波动，其结果以 RMS 粗糙度值表示作为表面粗糙度测量值。校正管表面的曲率，使 RMS 粗糙度值不包括该曲率。RMS 粗糙度测量通过扫描电子显微镜 (SEM) 校验，即观察进行 Zygo 测量的管表面，可见 RMS 粗糙度值越低，SEM 观察的表面越光滑。

- 30 Zygo 粗糙度分析：所提及管的表面粗糙度定量测量用 Zygo Corporation, Middlefield CT, USA 的 Zygo NewView 5000 进行。用该仪器的 50 倍物镜和 2 倍放大提供管内壁 $72\mu\text{m} \times 54\mu\text{m}$ 的视野，最小像素尺寸为 $0.11\mu\text{m}$ 。采集三个不同区域的典型图像，并将粗糙度参

数一起平均。由试样表面发出的反射光产生的光学干涉图案形成了粗糙度测量的基础。用于数据分析的软件是 Zygo Corporation 的 MetroPro 7.9.0。由于所有试样都由管切下，图像中存在的曲率必须去除，否则会影响粗糙度参数。只要图像中的特征比曲率小，比如在这种情况下，圆柱表面的背景提取就能成功去除曲率，而不会对粗糙度测量产生显著影响。这些粗糙度测量中提及的粗糙度量是曲率校正后管表面的 RMS 或均方根粗糙度。RMS 以每个像素处的表面高度相对于整个表面平均值的标准偏差计算。

用于制备试样管的挤出机是长径比 24:1、压缩比 3:1 和混合机头的 1/5 英寸单螺杆挤出机。采用 0.848 英寸 (21.5mm) 口型和 0.626 英寸 (15.9mm) 管尖的 1 英寸在线模体。熔体锥长度为 1.75 英寸 (44.5mm)，分级套管为 0.343 英寸 (8.71mm)。真空盒包含 85°F (30 °C) 的水，并在 102 - 111 英寸水 (25 - 27.6kPa) 水下运行。管外径为 0.5 英寸 (12.7mm)、内径为 3/8 英寸 (0.95mm)。

用于实施例中的含氟聚合物都以颗粒形式经过氟处理，使上述四种不稳定端基之和不超过 20/10⁶ 碳原子。

实施例 1

本实施例所用含氟聚合物是根据 ASTM D3307-93 测定的熔体 MFR 为 14.3g/10 分钟的四氟乙烯 (TFE) 与全氟(乙基乙烯基醚) (PEVE) 的共聚物。挤压前的含氟聚合物，即含氟聚合物为模压颗粒形式，通过硝酸浸出方法测定的金属污染分析如下：Ni 7.2ppb、Cr 3.4ppb 和 Fe 6.0ppb。

挤压温度为 600°F (315°C)、线速度为 3.9 英尺/分钟 (1.2m/min)、收缩(比)为 7。以 RMS 粗糙度表征的挤压管的表面光洁度为 0.04μm。管表面的 F57 分析表明在浸提溶液中不能检测出 Ni 和 Cr，浸提溶液中检测出的 Fe 的量为 0.81μg/m²。因此，尽管本体含氟聚合物中存在可观的金属污染，但该金属污染实际上固锁在管本体中，因此在半导体使用中不存在金属污染问题。

管挤出方法涉及熔融含氟聚合物与 Ni 合金 (Inconel®) 挤出机表面 (挤出机机筒、挤压口型和挤出机螺杆) 间的接触，使管表面受到金属污染。浸提溶液分析揭示实际上不存在表面的金属污染，表明清

洗步骤在去除表面金属污染上的有效性，允许表面具有高光洁度。

喂料颗粒和管的激光烧蚀分析证实，挤压期间管本体聚合物中的 Ni 含量增加：树脂 0.23、管 0.57。这进一步表明，埋在聚合物基质中的金属并不明显参与管的 F57 浸出。

- 5 为了比较，通过与上述 TFE/PEVE 共聚物所用相同的方法将 MFR 为 13.6g/10 分钟的 TFE 与全氟(丙基乙烯基醚) (PPVE) 的共聚物挤压成管。该 TFE/PPVE 共聚物(颗粒形式)具有高于通过硝酸浸出法测定的共聚物的本体纯度：Ni 3.5ppb、Cr 1ppb 和 Fe 3.8ppb。挤压温度为 600°F (315°C)、线速度为 3.2 英尺/分钟 (0.98m/min)、收缩
- 10 为 7。挤出管表面具有与 TFE/PEVE 共聚物管相同的外观，即表面光滑和外观有光泽。TFE/PPVE 管表面以 RMS 粗糙度表征的光洁度为 0.31 μ m。管表面的 F57 分析表明浸提溶液中的 Ni 污染为 1.3 μ g/m²，超过了对于该金属的限值。该污染超过了 TFE/PEVE 共聚物管 Ni 污染的 4 倍，尽管 TFE/PPVE 共聚物管由初始 Ni 污染物含量为喂料树脂颗粒中含量的
- 15 一半的共聚物制成。激光烧蚀的 TFE/PPVE 管的分析表明，在挤压期间的本体 Ni 金属污染有类似的增加，并且仍然在聚合物本体中获得了较低的 Ni 金属污染水平：树脂 0.13 和管 0.43。较低的 TFE/PPVE 共聚物本体污染导致了较低的挤出管的本体污染。TFE/PPVE 共聚物管没有通过 F57 浸出污染试验应归因于 TFE/PPVE
- 20 共聚物管更粗糙的表面。

- 当采用 MFR 为 13.0g/10 分钟的不同 TFE/PPVE 共聚物时获得了类似结果，该共聚物的本体纯度甚至比上述 TFE/PPVE 共聚物更高，即含有由硝酸浸出法测定的以下：Ni 2.8ppb、Cr 1.2ppb 和 Fe 3.2ppb。挤压温度为 600°F (315°C)、线速度为 3.2 英尺/分钟 (0.98m/min)、
- 25 收缩为 7。以 RMS 粗糙度表征的管表面光洁度为 0.27 μ m，F57 分析表明浸提溶液中存在 3 μ g/m²，远远超过这种金属允许的限值。此时挤压方法没有明显增加管表面下的 Ni，由激光烧蚀测定为：树脂 0.13 和管 0.13。由 F57 测定的 Ni 的增加是由于作为表面污染物的 Ni 的增加与由于表面粗糙而不能清洗表面的结合。

- 30 我们发现，当表面光洁度约 0.2 μ m、浸提溶液中的 Ni 含量约 1 μ g/m² 时，F57 就受到 Ni 的限制。又一种 0.1 μ m RMS 粗糙度及以下的更光滑表面更容易清洗，并将 F57 可浸出的 Ni 舒服地降低到 F57 管限值

以下。

实施例 2

在本实施例中，含氟聚合物是 MFR 为 2.1g/10 分钟的 TFE/PPVE 共聚物。挤压温度为 600°F (315℃)、线速度为 0.8 英尺/分钟 (0.24m/min)、收缩为 7，提供了以 RMS 粗糙度表征为 0.09μm 的挤出管的表面光洁度，并提供了 F57 浸提溶液中的以下金属浓度：Ni 0.6μg/m²、Cr 未检测出、Fe 2.2μg/m²。由硝酸浸出法测定的该共聚物的本体金属污染如下：Ni 5.5ppb、Cr 2.0ppb 和 Fe 8.0ppb。

10 在与具有 2.09g/10 分钟的 MFR 的 TFE/PPVE 共聚物（类似的本体金属污染）相同的挤压条件下获得了类似结果（浸提溶液中为 0.61μg/m² Ni），所得管具有以 RMS 粗糙度表征为 0.10μm 的表面光洁度。

15 在与具有 1.97g/10 分钟的 MFR，且本体金属污染为 Ni 0.3ppb、Cr 0.2ppb 和 Fe 1.0ppb 的 TFE/PPVE 共聚物相同的挤压条件下获得了类似结果（浸提溶液中为 0.52μg/m² Ni），所得管具有以 RMS 粗糙度表征为 0.17μm 的表面光洁度。