



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 102271782 B

(45) 授权公告日 2014. 08. 20

(21) 申请号 200980149648. 2

(51) Int. Cl.

(22) 申请日 2009. 12. 09

B01D 39/16 (2006. 01)

(30) 优先权数据

(56) 对比文件

61/120995 2008. 12. 09 US

CN 101272840 A, 2008. 09. 24, 说明书第 1 页第 5 段至第 3 页第 3 段, 第 4 页第 5 段至第 6 页第 3 段.

(85) PCT 国际申请进入国家阶段日

2011. 06. 09

WO 02/089951 A1, 2002. 11. 04, 说明书第 1 页第 10-15 行, 第 3 页第 7-23 行, 第 7 页第 5-17 行, 权利要求 9, 图 2 和 3.

(86) PCT 国际申请的申请数据

PCT/US2009/067272 2009. 12. 09

US 2007/0017879 A1, 2007. 01. 25, 说明书第 [0003]-[0054] 段.

(87) PCT 国际申请的公布数据

W02010/077718 EN 2010. 07. 08

CN 87101633 A, 1987. 10. 21, 权利要求 1-10.

(73) 专利权人 纳幕尔杜邦公司

地址 美国特拉华州

审查员 公琳洁

(72) 发明人 Y·K·维尔卢 T·F·坎普顿

(74) 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司

司 72001

代理人 王伦伟 李炳爱

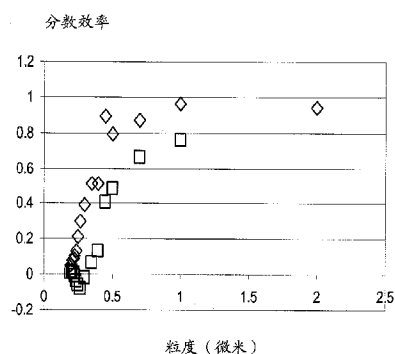
权利要求书1页 说明书7页 附图2页

(54) 发明名称

用于从颗粒浆液中选择性移除大颗粒的过滤器

(57) 摘要

本发明提供了用于移除浆液的粒度分布中的高粒度尾料并同时所需较小颗粒留在所述浆液中的方法。所述方法包括提供具有第一侧面和第二侧面并由至少一片织物形成的过滤介质, 所述织物具有至少一个包含聚合物纤维的层, 所述聚合物纤维具有小于 1000nm 的平均数均纤维直径。然后向所述织物的其中一面提供浆液流。向所述过滤介质的所述第一侧面提供的所述浆液流具有多种粒度, 所述浆液流包含最大尺寸小于 0.1 微米的第一组颗粒, 以及最大个体尺寸大于 0.45 微米的第二组颗粒。使所述浆液流通过所述过滤介质到达其所述第二侧面, 从而使所述浆液中所述较大颗粒的至少一部分保留在所述介质的所述第一侧面上。所述织物对所述第一组颗粒的过滤效率小于 0.05, 对所述第二组颗粒的过滤效率大于 0.8。



◇ 纳米纤维网 □ 膜

1. 用于移除浆液的粒度分布中的高粒度尾料并同时较小颗粒留在浆液中的方法,所述方法包括以下步骤:

(i) 提供具有第一侧面和第二侧面的过滤介质,并且所述过滤介质由至少一片具有第一表面和第二表面的织物形成,所述第一表面和所述第二表面限定位于其之间的所述织物的厚度尺寸,所述织物包含至少一个具有聚合物纤维的层,所述聚合物纤维具有小于1000nm的平均数均纤维直径;

(ii) 向所述过滤介质的所述第一侧面提供具有多种粒度的浆液流,所述浆液流包含最大尺寸小于0.2微米的第一组颗粒,以及最大个体尺寸大于0.45微米的第二组较大颗粒;以及

(iii) 使所述浆液流通过所述过滤介质到达其所述第二侧面,从而使所述浆液中的较大颗粒的至少一部分保留在所述介质的第一侧面上,

(iv) 当所述织物两端的压降为415kPa时,则停止通过所述织物的所述浆液流,

(v) 以与所述浆液流的方向相反的方向在所述织物两端施加流体背压,其中所述背压小于3kPa,持续时间小于300秒

(vi) 恢复所述浆液流以初始方向通过所述织物;

其中所述织物对所述第一组颗粒的所述过滤效率小于0.01,对所述第二组颗粒的所述过滤效率大于0.8,并且其中步骤(vi)之后所述织物两端的所述压降与步骤(iii)中所述浆液流开始时的压降相比,高出的压降值不超过25%。

## 用于从颗粒浆液中选择性移除大颗粒的过滤器

### 发明领域

[0001] 本发明大体涉及用于从包含大颗粒和小颗粒的浆液中分离大尺寸颗粒部分的过滤器,具体地讲涉及化学机械抛光(CMP)浆液。

### [0002] 发明背景

[0003] 在半导体装置的一般大规模生产中,在单个半导体晶圆的若干层上对数百个相同的“集成”电路迹线进行光刻成像,然后将此半导体晶圆切割成数百个相同的裸片或芯片。在每个裸片中,电路迹线均与下一层通过绝缘材料实现绝缘。希望使所提供的绝缘层具有平滑的表面形貌。就这一点而言,相对粗糙的表面形貌可导致随后沉积的层覆盖不良,且层与层之间形成空隙。随着半导体裸片中的电路密度继续增大,任何此类缺陷都将是不可接受的,并且可使该电路不工作或达不到其最佳性能。

[0004] 为达到生产基本无缺陷的裸片所需的较高平面度,化学机械抛光(CMP)工艺逐渐普及起来。这种工艺涉及对晶圆表面进行化学蚀刻与机械抛光或碾磨相结合。化学和机械操作相结合可控制材料的移除。通过在受控的温度、压力和化学组成条件下,将半导体晶圆紧靠旋转的抛光表面固定,或换句话说讲相对于抛光表面移动晶圆而完成CMP。抛光表面可以是由较软和多孔的材料形成的平面垫,用化学反应性和研磨剂含水浆液将抛光表面浸湿。该含水浆液可以是酸性的或碱性的,其通常包含磨粒;诸如过渡金属螯合盐或氧化剂之类的反应性化学试剂;以及辅剂,如溶剂、缓冲液和钝化剂。在该浆液中,盐或其他试剂提供化学蚀刻作用,而磨粒则与抛光垫相配合地提供机械抛光作用。基本CMP工艺在以下美国专利中有进一步描述:5,709,593;5,707,274;5,705,435;5,700,383;5,665,201;5,658,185;5,655,954;5,650,039;5,645,682;5,643,406;5,643,053;5,637,185;5,618,227;5,607,718;5,607,341;5,597,443;5,407,526;5,395,801;5,314,843;5,232,875;和5,084,071。

[0005] 用于CMP的浆液在以下美国专利中有进一步描述:5,516,346;5,318,927;5,264,010;5,209,816;4,954,142,它可以是氧化物型(即陶瓷型)磨粒,或是金属型磨粒。常用的氧化物型颗粒包括二氧化硅( $\text{SiO}_2$ )、二氧化铈( $\text{CeO}_2$ )、碳化硅( $\text{SiC}$ )、氮化硅( $\text{Si}_3\text{N}_4$ )、氧化铁( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ )、氧化铝( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )等,常用的金属颗粒包括钨和铜。对于氧化物型浆液,该浆液可以具有低至介于约0.02至0.3 $\mu\text{m}$ 之间的平均磨粒粒度。

[0006] 由于暴露于空气,以及在其自身的平面化进程中出现的聚集和干燥,浆液中会形成较大的颗粒。虽然金属型浆液通常比氧化物型浆液更易聚集,但根据浆液的组成和环境条件,这两种类型中的任一种浆液都可能会存在此问题。如果CMP浆液中夹带有聚集的颗粒,将会严重损坏正在进行平面化的晶圆表面。此外,已知为实现低缺陷率和高晶圆产量,各连续晶圆基底都应在基本相似的条件下去进行抛光。

[0007] CMP工艺液流可在使用时进行过滤,以便从剩余的浆液中分离尺寸大于预定限值的聚集颗粒。最初,提出使用具有常规膜元件的过滤器,这些过滤器可为相转化类型或双向轴向拉伸类型,其通常具有介于0.3至0.65 $\mu\text{m}$ 之间的颗粒保留额定值。但在使用时观察到此类型的膜过滤器几乎瞬间就载满颗粒,随即判断其不适用于CMP工艺。常规膜

过滤介质的特性在以下美国专利中有更详细的描述 :5, 449, 917 ;4, 863, 604 ;4, 795, 559 ;4, 791, 144 ;4, 770, 785 ;4, 728, 394 和 3, 852, 134。

[0008] 更符合 CMP 工艺要求的可供选择的过滤元件采用纤维介质, 如无规取向的纤维网。实际上, 不同于依靠表面式过滤的膜, 这些纤维介质采用了弯曲通道、深度型过滤机构。但为了延长使用寿命, 选择的纤维介质必须具有额定值例如约 40 至约 100  $\mu\text{m}$  绝对值或 5 至 30  $\mu\text{m}$  标称值的相对开放和可渗透的结构。此额定值可确保基本不保留 0.5 至 2  $\mu\text{m}$  范围内的颗粒, 这些颗粒会导致形成块状物, 并最终过早地阻塞过滤元件。更加开放和可渗透的结构缺点是允许一些较大的颗粒通过, 这可能会损坏正在进行平面化的基底。也就是说, 纤维介质一般会特征性地表现出随着粒度的减小而具有逐渐降低的保留分布, 这与膜式和其他表面式介质所表现出的更锐利粒度阻隔性相反。深度型和其他过滤介质在以下美国专利中有进一步描述 :5, 637, 271 ;5, 225, 014 ;5, 130, 134 ;4, 225, 642 和 4, 025, 679。

[0009] 希望过滤元件能够表现出与表面过滤膜相当的颗粒保留分布, 而使用寿命与深度型过滤介质更相近。具体地讲, 具有可使直径小于约 0.1 微米的颗粒通过的保留分布, 而其粒度相对过滤效率的曲线具有陡斜部分, 从而可有效移除大于约 0.5 微米的颗粒。

#### [0010] 附图简述

[0011] 图 1 示出了本发明和比较样品所用过滤介质的粒度相对于过滤效率的曲线图。

[0012] 图 2 示出了用以说明本发明介质再生能力的曲线图。

#### [0013] 发明概述

[0014] 一种用于移除浆液的粒度分布中的高粒度尾料并同时较小颗粒留在浆液中的方法, 该方法包括以下步骤:

[0015] (i) 提供具有第一侧面和第二侧面的过滤介质, 并且该过滤介质由至少一片具有第一表面和第二表面的织物形成, 该第一表面和第二表面限定位于其之间的所述织物的厚度尺寸, 所述织物包含至少一个具有聚合物纤维的层, 这些聚合物纤维具有小于 1000nm 的数均纤维直径,

[0016] (ii) 向所述过滤介质的第一侧面提供具有多种粒度的浆液流, 该浆液流包含最大尺寸小于 0.2 微米的第一组颗粒, 以及最大个体尺寸大于 0.45 微米的第二组较大颗粒, 以及

[0017] (iii) 使浆液流通过所述过滤介质到达其第二侧面, 从而使浆液中较大颗粒的至少一部分保留在所述介质的第一侧面上,

[0018] 其中该织物对第一组颗粒的过滤效率小于 0.01, 对第二组颗粒的过滤效率大于 0.8。

[0019] 在该方法的一个实施方案中, 聚合物纤维形成纳米纤维网。步骤 (i) 中所述织物的聚合物纤维优选地具有介于 200 和 1000nm 之间的数均纤维直径, 更优选地介于 150 和 600nm 之间。该聚合物纤维还可任选地通过选自静电纺纱、电吹法、纺粘法和熔喷法的方法进行制备。

[0020] 在该方法的另一个实施方案中, 颗粒包含选自陶瓷、金属或金属氧化物材料或它们的混合物的材料。

[0021] 在该方法的另一个实施方案中, 步骤 (i) 中所述织物的厚度尺寸可以介于约 150-200  $\mu\text{m}$  之间。

[0022] 在另一个实施方案中,步骤(i)中所述织物进行了有效压延处理,以减小所述织物的孔径,使其比压延前所述织物的第一孔径小约 20 至 50%。

[0023] 在另一个实施方案中,步骤(i)中所述织物的孔径介于约 0.5 至 10  $\mu\text{m}$  之间。

[0024] 本发明还涉及用于移除浆液的粒度分布中的高粒度尾料并同时较小颗粒留在浆液中的方法,该方法包括以下步骤;

[0025] (i) 提供具有第一侧面和第二侧面的过滤介质,并且该过滤介质由至少一片具有第一表面和第二表面的织物形成,该第一表面和第二表面限定位于其之间的所述织物的厚度尺寸,所述织物包含至少一个具有聚合物纤维的层,该聚合物纤维具有小于 1000nm 的平均数均纤维直径;

[0026] (ii) 向所述过滤介质的第一侧面提供具有多种粒度的浆液流,该浆液流包含最大尺寸小于 0.2 微米 ( $\mu\text{m}$ ) 的第一组颗粒,以及最大个体尺寸大于 0.45 微米的第二组较大颗粒;以及

[0027] (iii) 使浆液流通过所述过滤介质到达其第二侧面,从而使浆液中较大颗粒的至少一部分保留在所述介质的第一侧面上,

[0028] (iv) 当织物两端的压降为 415kPa 时,则停止通过织物的浆液流,

[0029] (v) 以与浆液流的方向相反的方向在织物两端施加流体背压,其中该背压小于约 3kPa,持续时间小于 5 秒

[0030] (vi) 恢复浆液流以初始方向通过该织物;

[0031] 其中该织物对第一组颗粒的过滤效率与对第二组颗粒的过滤效率的比率小于 0.01,该织物对第一组颗粒的过滤效率小于 1%,并且其中步骤(vi)之后该织物两端的压降与步骤(iii)中浆液流开始时的压降相比,高出的压降值不超过 25%。

[0032] 本发明还涉及用于从浆液中移除大粒度尾料并同时较小颗粒保留在浆液中的装置。该装置包括具有第一侧面和第二侧面并由至少一片织物形成的过滤介质,所述织物具有至少一个包含聚合物纤维的层,该聚合物纤维具有小于 1000nm 的平均数均纤维直径,其中该织物对最大尺寸小于 0.1 微米的第一组颗粒的过滤效率小于 0.05,而对最大个体尺寸大于 0.45 微米的第二组较大颗粒的过滤效率大于 0.8。

[0033] 优选实施方案的详细描述

[0034] 如本文所用,“纳米纤维”是指具有小于约 1000nm、甚至小于约 800nm、甚至介于约 50nm 和 500nm 之间、以及甚至介于约 100nm 和 400nm 之间或甚至 150nm 和 600nm 之间的数均直径或横截面的纤维。如本文所用,术语直径包括非圆形形状的最大横截面。

[0035] 术语“非织造材料”是指包括许多无规分布的纤维的纤维网。纤维通常可以彼此粘结,或者可以不粘结。纤维可以是短纤维或连续纤维。纤维可包含一种材料或多种材料,也可以是不同纤维的组合或者是分别由不同材料构成的类似纤维的组合。“纳米纤维网”是包含纳米纤维的非织造纤维网。如本文所用,术语“纳米纤维网(nanoweb)”与术语“纳米纤维网(nanofiber web)”是同义的。

[0036] 例如,本发明的过滤介质是结合其在常规筒式过滤器组件内用作过滤元件而进行描述的,该常规的筒式过滤器组件可与化学机械抛光(CMP)浆液流形成流体连通。此类组件及其构造在共同转让的美国专利 5,154,827 以及美国专利 4,056,476;4,104,170;4,663,041;5,154,827 和 5,543,047 中有进一步描述。但应认识到,本发明的各个方面可

应用于其他过滤器组件中,例如应用于具有完整介质、外壳、配件等的囊式过滤器中。因此,在此类其他应用中的用途应视为明确地包含在本发明的范围内。

[0037] 本发明涉及用于从浆液中过滤大颗粒的方法,该方法包括使浆液通过具有纳米纤维网的过滤介质的步骤。具体地讲,在一个实施方案中,该方法包括以下步骤:

[0038] (i) 提供具有第一侧面和第二侧面的过滤介质,并且该过滤介质由至少一片具有第一表面和第二表面的织物形成,该第一表面和第二表面限定位于其之间的所述织物的厚度尺寸,所述织物包含至少一个具有纳米纤维的层,该纳米纤维具有小于 1000nm 的平均数均纤维直径,

[0039] (ii) 向所述过滤介质的第一侧面提供具有多种粒度的浆液流,该浆液流包含最大尺寸小于 0.2 微米的第一组颗粒,以及最大个体尺寸大于 0.45 微米的第二组颗粒,以及

[0040] (iii) 使浆液流通过所述过滤介质到达其第二侧面,从而使浆液中较大颗粒的至少一部分保留在所述介质的第一侧面上,

[0041] 其中该织物对第一组颗粒的过滤效率小于 0.01,对第二组颗粒的过滤效率大于 0.8。

[0042] 在 CMP 浆液中,大多数颗粒属于第一组颗粒,它们通常小于 0.1 微米。然而,本发明并不限于这种情况,任何符合权利要求范围的粒度分布都可以使用本发明的方法进行过滤。

[0043] 初生纳米纤维网主要包含或仅包含纳米纤维,该纳米纤维有利地通过静电纺纱来制备,例如传统的静电纺纱或电吹法,还可以通过熔喷法或其他此类合适的方法制成。传统的静电纺纱是在全文并入本文中的美国专利 4,127,706 中所述的技术,其中向聚合物溶液施加高电压以生成纳米纤维和非织造垫。然而,静电纺纱方法中的总生产能力太低,因此无法商业化生产基重较重的纤维网。

[0044] “电吹法”方法在世界专利公布 WO 03/080905 中有所公开,其全文以引用方式并入本文。将包含聚合物和溶剂的聚合物溶液流从储罐送至喷丝头内的一系列纺丝喷嘴中,向喷丝头施加高电压,聚合物溶液经喷丝头排出。同时,任选地被加热的压缩空气由空气喷嘴排出,该空气喷嘴设置在纺丝喷嘴的侧面或周边。通常向下引导空气,以形成吹气流,吹气流包裹住新排出的聚合物溶液并使其向前,并且有助于形成纤维网,纤维网被收集于真空室上方的接地的多孔收集带上。电吹法使得可在相对短的时间周期内形成基重超过约 1gsm,甚至高达约 40gsm 或更高的商用尺寸和数量的纳米纤维网。

[0045] 可将基底或稀松布布置在收集器上以便收集和混合在基底上纺成的纳米纤维网,使得可将混合的纤维网用作高性能过滤器、擦拭物等。基底的实例可包括多种非织造布,例如熔喷非织造布、针刺或水刺非织造布、织造布、针织布、纸材等,对其使用并无限制,只要能将纳米纤维层添加到基底上即可。非织造布可包含纺粘纤维、干法成网或湿法成网纤维、纤维素纤维、熔喷纤维、玻璃纤维或它们的共混物。

[0046] 对可用于形成本发明的纳米纤维网的聚合物材料没有具体限制,其包括加聚物和缩聚物材料,例如聚缩醛、聚酰胺、聚酯、聚烯烃、纤维素醚和酯、聚硫化亚烃、聚亚芳基氧化物、聚砜、改性的聚砜聚合物,以及它们的混合物。这些种类中优选的材料包括交联和非交联形式的、不同水解程度(87%至 99.5%)的聚(氯乙烯)、聚甲基丙烯酸甲酯(和其他丙烯酸类树脂)、聚苯乙烯,以及它们的共聚物(包括 ABA 型嵌段共聚物)、聚(偏二氟乙烯)、

聚(偏二氯乙烯)、聚乙烯醇。优选的加聚物趋于是玻璃状的( $T_g$  大于室温)。聚氯乙烯和聚甲基丙烯酸甲酯、聚苯乙烯聚合物的组合物或合金或低结晶度的聚偏氟乙烯和聚乙烯醇材料便是如此。一类优选的聚酰胺缩聚物为尼龙材料,例如尼龙-6、尼龙-6,6、尼龙6,6-6,10等。当通过熔喷法形成本发明的聚合物纳米纤维网时,可使用能够熔喷形成纳米纤维的任何热塑性聚合物,包括聚烯烃,例如聚乙烯、聚丙烯和聚丁烯;聚酯,例如聚对苯二甲酸乙二醇酯;以及聚酰胺,例如上述尼龙聚合物。

[0047] 可能有利的是,向上述多种聚合物中加入本领域已知的增塑剂以降低纤维聚合物的 $T_g$ 。适合的增塑剂取决于将被静电纺纱或电吹的聚合物,并且取决于纳米纤维网具体的最终应用。例如,尼龙聚合物可用水或甚至用静电纺纱或电吹工艺中的残余溶剂来增塑。可用于降低聚合物 $T_g$ 的本领域已知的其他增塑剂包括但不限于脂族二元醇类、芳族磺胺类、邻苯二甲酸酯类。邻苯二甲酸酯类包括但不限于选自下列的那些:邻苯二甲酸二丁酯、邻苯二甲酸二己酯、邻苯二甲酸二环己酯、邻苯二甲酸二辛酯、邻苯二甲酸二异癸酯、邻苯二甲酸双十一酯、邻苯二甲酸双十二酯,以及邻苯二甲酸二苯酯等。“Handbook of Plasticizers”(增塑剂手册)(George Wypych 编辑,2004 Chemtec Publishing)公开了可用于本发明的其他聚合物/增塑剂组合,该文献以引用方式并入本文。

[0048] 有利的是,可以通过任选地压延织物片材而针对具体的应用来定制本发明过滤介质的保留分布,例如在辊磨机等的经加热的旋转辊之间进行压缩。对于热塑性织物片材而言,辊的温度可以保持在树脂的熔点以下。本文中所用的“熔点”是广义的意思,它包括表示材料从稳定形式的晶体或玻璃状固相转化为可流动液体、半液体或其他粘稠相或熔融物(其通常可以被表征为表现出分子间的链旋转)的温度或温度范围。

[0049] 预期用于本发明过滤介质的树脂通常表现出介于约 150 至约 280°C 之间的峰值熔点,该值通过示差扫描量热计(DSC)或差热分析(DTA)进行测定。对于无明确界定的熔融峰值的无定形热塑性树脂或其他热塑性树脂而言,术语“熔点”可与玻璃化转变点或软化点互换使用。

[0050] 因此,阐述一种可提供独特收敛性能的过滤介质,其尤其适用于 CMP 浆液。此类介质出乎意料地表现出与表面过滤膜相当的颗粒保留分布,而使用寿命与深度型过滤介质更相近。

[0051] 本发明还涉及以上任何实施方案中所述的方法,该方法包括对介质进行脉冲反吹的步骤。本发明的介质具有所期望的特性,即通过施加非常低的背压可使膜两端的压降降至非常接近于过滤开始时的初始值。因此,本发明的方法还任选地包括以下步骤:当织物两端的压降为 415kPa 时停止通过该织物的浆液流,以在与浆液流的方向相反的方向在织物两端施加流体背压,其中该背压小于约 3kPa 并且持续时间小于 5 秒,然后恢复浆液流以初始方向通过该织物。浆液恢复流动后该织物两端的压降与最初流动开始时的压降相比,高出值不超过 25%。

## 实施例

[0052] 通过 WO 03/080905 中所述的电吹法对 24% 的聚酰胺-6,6 甲酸溶液进行纺丝。实施例 1 的数均纤维直径为约 420nm。将实施例 1 中的初生介质在两块用于支撑的纺粘介质稀松布之间进行联合打褶。将打褶后的介质转换为具有大约 7 平方英尺介质表面积的标准

22210 英寸滤筒。

[0053] 实施例 2 的介质自实施例 1 压延而得。通过将纳米纤维片材从退绕装置送入双辊压延机辊隙压延实施例 1 的纳米纤维片材。在送入辊隙之前,使用用于铺展片材的装置来使片材在进入辊隙后保持平坦、无皱纹。硬辊是 16.04 英寸 (40.74cm) 直径的钢辊,软辊是棉绒复合材料辊,该软辊具有约 78 的肖氏 D 硬度和约 20.67 英寸 (52.50cm) 的直径。使用加热至 150°C 的钢辊以 45 英尺 / 分钟的生产线速度压延该介质。辊隙压力为 916.2 磅 / 线英寸。然后使该介质与纺粘介质的两块支撑稀松布进行联合打褶,形成标准 222 10 英寸滤筒。

[0054] 对比较过滤器进行了测试。该过滤器得自 Pall Corporation (East Hills, NY)。Pall Corp. NXA 系列过滤器采用 CoLD 纤维熔喷技术制造而得,该过滤器可将协同定位的大直径 (Co-Located Large Diameter) 纤维整合在细旦纤维基质中,以生成滤筒的刚性结构网络。

[0055] Syton® HT50 CMP 浆液得自 DuPont Air Products Nanomaterials LLC (Tempe, AZ)。通过在罐中将原样 50% 固体浆液与 0.1 微米的已过滤去离子水混合而制备 380 升的 10% 固体浆液。收集浆液样品进行未过滤颗粒计数以及固体 % 测量。然后使用闭环过滤系统以 19L/min 的流速过滤该浆液,该闭环过滤系统由储罐、Levitronix LLC (Waltham, MA) BPS-4 离心泵系统、流量计、具有 10 英寸滤筒的 10 英寸过滤器外壳,以及紧接在过滤器外壳前后的压力传感器组成。20 分钟 (有 380 升通过过滤器) 之后收集浆液样品,进行颗粒计数和固体 % 测量,然后可得出过滤测试的结论。采用 Mettler Toledo (Columbus, OH) HR83P 水分分析仪测量未过滤和已过滤样品的固体 %。采用 Particle Measuring Systems Inc. (Boulder, CO) Liquilaz S02 和 Liquilaz S05 液体光学颗粒计数器来测定未过滤和已过滤样品的颗粒计数。为测量颗粒计数,用 0.1 微米已过滤去离子水将 10% 的固体浆液稀释至用颗粒计数传感器测得 0.000075% 固体的最终浓度 (稀释因子 133333.3)。

[0056] 由通过所述介质的颗粒数浓度与撞击在介质上的对应于 0.01 微米颗粒“面元”尺寸范围的颗粒浓度的比率可计算给定粒度的过滤效率。将通过介质的固体重量百分比除以撞击在介质上的固体重量百分比可计算总体效率。

[0057] 表 1 示出了由纳米纤维网构造和用于比较的熔喷构造所过滤的样品的固体含量。由过滤器从胶态悬浮液中移除的实际固体量较低,大约为 0.02%,仅相当于大约 0.2% 的过滤效率。

[0058] 表 1

[0059] 未过滤和已过滤样品的固体含量

[0060]

样品	固体 %
未过滤 (纳米纤维网之前)	9.69
已过滤 (纳米纤维网)	9.67
未过滤 (熔喷纤维之前)	9.72
已过滤 (熔喷纤维)	9.7

[0061] 图 1 示出了被分离成 0.01 微米面元的颗粒的分数过滤效率相对于粒度的结果。对于直径小于约 0.2 微米的颗粒而言,基于熔喷纤维和纳米纤维网的过滤器都具有接近于零的效率。然而,基于纳米纤维网的过滤器在粒度增大时具有所期望的较陡峭的曲线,而基于熔喷纤维的构造则无法获得。

[0062] 表 1 和图 1 证明纳米纤维网样本对于较大的、非期望的颗粒具有高过滤效率,而主要由较小、亚 0.2 微米颗粒组成的总颗粒数中至少有大约 99.98% 仍可通过。

[0063] 图 2 示出了基于纳米纤维网的介质的再生能力。

[0064] Syton®HT50 CMP 浆液得自 DuPont Air Products Nanomaterials LLC(Tempe, AZ)。通过在罐中将原样 50% 固体浆液与 0.1 微米的已过滤去离子水混合而制备 380 升的 10% 固体浆液。然后使用闭环过滤系统以 19L/min 的流速过滤该浆液,该闭环过滤系统由储罐、Levitronix LLC(Waltham, MA)BPS-4 离心泵系统、流量计、具有 10 英寸滤筒的 10 英寸过滤器外壳,以及紧接在过滤器外壳前后的压力传感器组成。保持 19L/min 的流速,同时根据时间记录位于过滤器外壳前后的压力传感器之间的差值。60 分钟后(有 1140 升通过过滤器)第一次重复结束,同时最大泵输出压力为大约 415kPa。因为 10 英寸过滤器外壳的顶部位于储罐上方大约 1 英尺处,当泵因高度差异而停止时,过滤器外壳的入口处将产生 -3kPa 的反脉冲压力。泵停止后 5 秒内过滤器外壳入口处的负压将解除,从过滤器外壳入口部分的底部可收集样品,用于测量固体%。产生反脉冲时,从过滤器外壳的底部会另外排出大约 100ml,以便帮助移除从滤筒排出的任何污染物。重新启动泵,再次将流速保持在 19L/min,同时记录压力传感器之间的差值随时间的变化。再过 60 分钟后第二次重复结束。从过滤器外壳入口部分的底部收集样品,用于测量固体%。从过滤器外壳的底部再排出大约 100ml。重新启动泵,流速保持在 19L/min,同时记录压力传感器之间的差值随时间的变化。再过 20 分钟后第三次重复结束。从过滤器外壳入口部分的底部收集样品,用于测量固体%。采用 Mettler Toledo(Columbus, OH)HR83P 水分分析仪测量从过滤器外壳底部所收集样品的固体%。

[0065] 由于预期在不脱离本文所涉及的规则的情况下,本发明可作出某些变化,因此认为前文描述中所包含的所有内容都应理解为例证性的,而非限制性的。

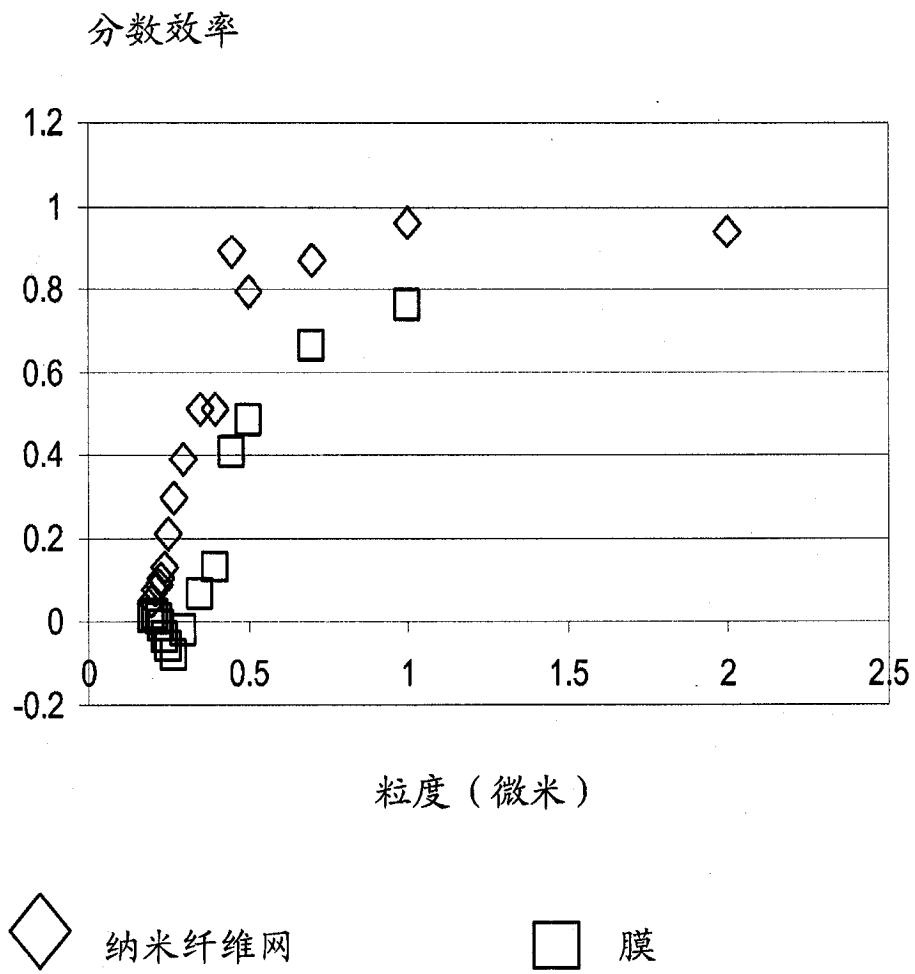
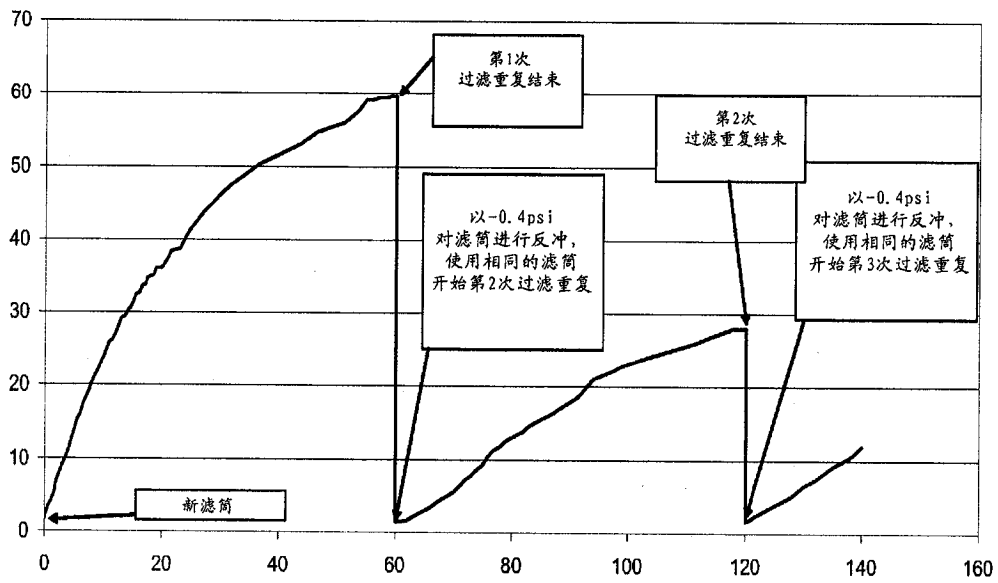


图 1

膜两端的压力 psi



累计过滤时间 (min)

图 2