

公告本

修正 88.12.27  
 年 月 日

申請日期: 88.12.27

案號: 88106740

修正

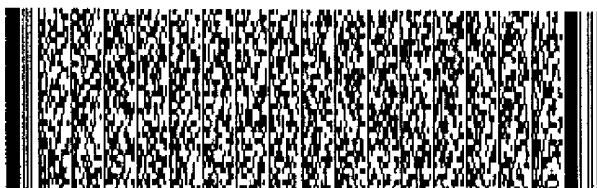
類別: B0/D53/60

(以上各欄由本局填註)

發明專利說明書

460310

|        |              |   |
|--------|--------------|---|
| 一、發明名稱 | 中文           | 除去選自三氟化氮氣體與氟氣體組成之群中溼氣之顆粒組合物，其方法與裝置  |
|        | 英文           | PARTICLE COMPOSITION, PROCESS AND APPARATUS THEREOF FOR REMOVING MOISTURE FROM GAS SELECTED FROM THE GROUP CONSISTING NITROGEN TRIFLUORIDE GAS AND FLUORINE GAS |
| 二、發明人  | 姓名 (中文)      | 1. 詹姆斯 T. 史諾  |
|        | 姓名 (英文)      | 1. JAMES T. SNOW  |
|        | 國籍           | 1. 美國   |
|        | 住、居所         | 1. 美國德州麥機尼市始佩客頓大道8604號  |
| 三、申請人  | 姓名 (名稱) (中文) | 1. 美商明尼坡公司  |
|        | 姓名 (名稱) (英文) | 1. MILLIPORE CORPORATION  |
|        | 國籍           | 1. 美國   |
|        | 住、居所 (事務所)   | 1. 美國麻州貝佛市艾須比路80號   |
|        | 代表人姓名 (中文)   | 1. 約翰 唐納 胡伯   |
|        | 代表人姓名 (英文)   | 1. JOHN DANA HUBBARD  |



本案已向

國(地區)申請專利

申請日期

案號

主張優先權

美國 US

1998/04/29 09/069,432

有

有關微生物已寄存於

寄存日期

寄存號碼

無



## 五、發明說明 (1)

發明背景1. 發明範疇

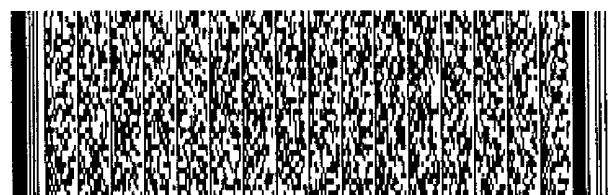
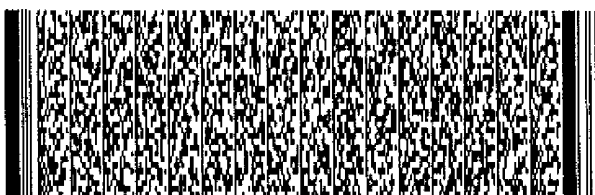
本發明係關於自含氟氣體去除不純物之反應性基質及方法。具體言之，本發明係關於自三氟化氮氣體或氟氣體去除溼氣之反應性基質與方法，同時可避免不希望發生之放熱反應。

2. 既往技藝說明

目前有多種反應性基質撐體被用來自三氟化氮氣體去除不純物。然而目前可用之反應性基質主要問題，在於某些三氟化氮中的不純物，如 $N_2F_2$ 與 $N_2F_4$ 等，並無法適應某些目前使用的撐體。這類不純物會分解放熱，催化分解 $NF_3$ ，其隨之造成階段連結反應，升高溫度到不當之高溫，而可能毀去反應性基質所用外殼。Broer等人在J. Mater. Res. 1988, 3(4)755 發表其觀察之 $NF_3$ 氣體成份與氧化鋁反應在到達 $650^\circ C$ 前不會發生。而由FTIR可看出三氟化氮與氧化鋁反應在高於 $650^\circ C$ 溫度下產生，其後可分析出產物亞硝酸(NOF)， $NO_2$ ，NO與 $AlF_3$ 。

在日本專利第01261209(1989)號中顯示，以初脫水氧化鋁在0到 $125^\circ C$ 溫度範圍純化 $NF_3$ ，可去除掉 $N_2O$ ， $CO_2$ ，與 $N_2F_2$ 。低溫使 $NF_3$ 被吸收到氧化鋁撐體降到最少。

日本專利第0203450 A2(1990)號揭示以分段純化 $NF_3$ ，避免任何溫度提升及隨之之爆炸。首先令 $NF_3$ 氣體通過 $150-300^\circ C$ 。金屬管，例如不銹鋼或Monel合金者，去除 $N_2F_2$ 與 $N_2F_4$ 。然後再將該氣體以氣泡通過含 $Na_2SO_3$ 與 $Na_2S$ 之水性溶液以去除 $OF_2$ 。純化後 $NF_3$ 流過已經活化氧化鋁層，以



## 五、發明說明 (2)

除去 $N_2O$ 與 $CO_2$ 。此兩項不純物存在濃度均大於水。

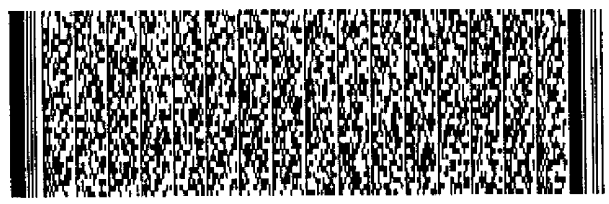
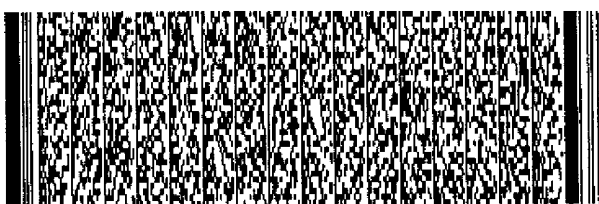
美國專利第4,853,148號及第4,925,646號揭示以使用氧化鋁撐體上的三氟化鋁除去鹵化氫氣體之溼氣。該三氟化鋁之形成，是部分或完全對應之烷化化合物與/或附屬功能基與對應之氣態鹵化氫反應而得。該部分或完全相當烷化化合物係作為有機溶劑之溶液。此法生成三氟化鋁或鋁原子，會產生微量有機分子部分或化合物於得到產物中。然而即使僅有微量有機物存在於用來純化 $NF_3$ 的物質當中亦為不宜，因其與 $NF_3$ 或 $NF_3$ 中不純物會產生放熱反量，造成足量熱能促生更多不欲發生之 $NF_3$ 反應。

除此之外，經由起始原料 $AlR_3$ ，R為有機分子部分，與氣態HF反應生成之 $AlF_3$ 亦不實際，因為氣態HF具低蒸氣壓，將過量未反應HF自撐體除去並非易事。另外，經由氫化鋁與HF氣體以HF在水溶液中生成 $AlF_3$ 並不可行，因為水與氫化鋁會反應。

因此，有需要提供一種除去 $NF_3$ 中溼氣的清除器具，其不與 $NF_3$ 或通常在 $NF_3$ 中存在不純物產生反應。此外，此項清除器具需不與會被該清除器具吸收之化合物反應。

發明摘要

本發明提供供除去含有氟氣體或含有三氟化氫氣體之氣體溼氣，且避免不當放熱反應之顆粒組合物，方法，與裝置。本發明之裝置包括含有顆粒組合物之外殼，為自 $NF_3$ 除去溼氣之活性清除器具。此外殼包括供進料 $NF_3$ 之入口及經處理的 $NF_3$ 之出口。該顆粒組合物包含以 $AlF_3$ 塗佈生成之粒子，而其又係以氧化鋁粒子與氟化氫(HF)水性溶液反



## 五、發明說明 (3)

應生成。另外，該 $\text{AlF}_3$ 塗佈之氧化鋁粒子，亦可以控制下之氧化鋁粒子與氣態 $\text{HF}$ 或 $\text{HF}$ /惰性氣體混合物反應生成。以此法生成之 $\text{AlF}_3$ 粒子不含分子部分，如對 $\text{F}_2$ ， $\text{NF}_3$ ，或一般 $\text{F}_2$ 或 $\text{NF}_3$ 中不純物呈活性之有機分子部分。

自 $\text{F}_2$ 或 $\text{NF}_3$ 除去溼氣方法，是令 $\text{F}_2$ 或 $\text{NF}_3$ 在可有效吸收 $\text{NF}_3$ 溼氣條件下，通過粒子床而達成。被吸收的溼氣是以與三氟化鋁化學鍵結為水合物成型。氧化鋁粒子在碳的氧化物存在氣體內時，亦即一氧化碳或二氧化碳等，同時吸收這些氧化物。氧化鋁粒子另外可以化學吸附除去少量 $\text{NF}_3$ 中的 $\text{HF}$ 氣體，產生額外之 $\text{AlF}_3$ 與水份。所生成的水蒸汽會被反應性基質清除。由於依本發明製備之粒子並不會與 $\text{NF}_3$ 氣體中常存在之化合物作放熱反應，故可有效除去 $\text{NF}_3$ 溼氣，不造成溫度或壓力顯著的增加。

附圖簡述

圖1為依本發明之一裝置示意圖。

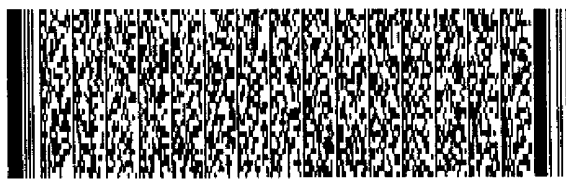
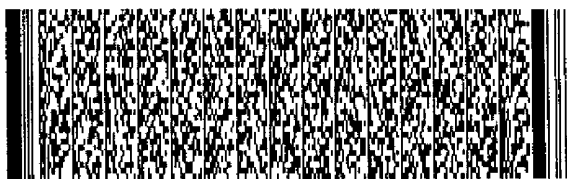
圖2為以本發明裝置處理 $\text{NF}_3$ 除去溼氣時間內之溫度與壓力變化表示。

附圖元件簡述

|    |        |    |         |
|----|--------|----|---------|
| 10 | 表示一裝置； | 12 | 表示一入口；  |
| 14 | 表示一出口； | 16 | 表示一外殼；及 |
| 18 | 表示一顆粒。 |    |         |

具體實例敘述

根據本發明方法，含有氟氣體或 $\text{NF}_3$ 氣體之氣體接觸塗



## 五、發明說明 (4)

佈三氟化鋁之氧化鋁撐體顆粒，該三氟化鋁係以平均尺寸在介於約0.1與約10 mm，較佳為介於1.0與5.0 mm之氧化鋁顆粒與氟化氫水性溶液反應，直到鋁顆粒全部表面塗佈有 $\text{AlF}_3$ 而成。反應是以含介於約1%到約10%，較佳為介於約3%與5%之氟化氫水性溶液，在溫度介於約0℃與約40℃，較佳為介於約20℃與約30℃下進行。顆粒經取出乾燥以除去任何其中的溼氣。一般乾燥條件包括在100℃以上的溫度，較佳在200℃以上。

$\text{NF}_3$ 或 $\text{F}_2$ 可以單獨處理，或是與如氫，氮，或氬氣等惰氣混合。

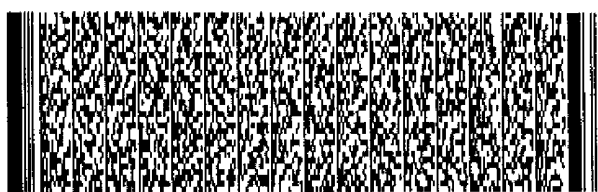
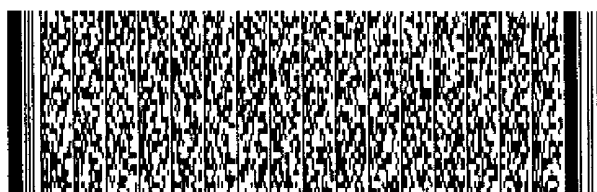
此活性清除器具除去溼氣之溼氣除去能力，並不會受到其它不純物存在之影響，如碳的氧化物可與溼氣競相與撐體鍵結者。此外，如本發明製備之三氟化鋁塗佈之氧化鋁顆粒，能夠自 $\text{F}_2$ 或 $\text{NF}_3$ 氣體除去溼氣，但不與 $\text{NF}_3$ 或 $\text{F}_2$ 中常見不純物反應。

圖1所示為本發明之應用。參考圖1，本發明之一裝置10包括入口12，出口14，與外殼16。顆粒18包含以氧化鋁粒子與氟化氫水性溶液反應製得之 $\text{AlF}_3$ 塗佈之氧化鋁粒子。

以下範例說明本發明，但用意並非為其限制。

範例1

依下列程序製備50-cc上有三氟化鋁之氧化鋁樣品。取49%水性HF(4.1 ml)於去離子水(50 ml)之稀釋溶液，加入在PFA瓶中之氧化鋁(32.5克)。三小時後，傾出液體，剩餘覆有三氟化鋁之氧化鋁於煙櫃中留置過夜以風乾。該原料移置到樣品瓶，以400℃3小時，3.0 slpm流率之氮氣對



## 五、發明說明 (5)

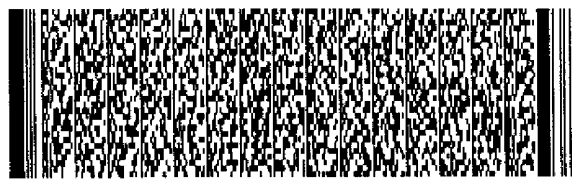
三氟化鋁進一步乾燥與脫水。

範例2

依以下程序，測定在氧化鋁上三氟化鋁清除器具除去水汽之能力。在50-cc樣品瓶內盛入範例1製得之 $\text{AlF}_3$ /氧化鋁清除器具。取含480 ppm  $\text{H}_2\text{O}$  氮氣之測試氣體混合物，以1.0 slpm流率通過樣品管。下游之 $\text{H}_2\text{O}$ 濃度以Ametek 5700溼氣分析儀測量。2760分鐘後， $\text{H}_2\text{O}$ 完成量經測定在該無機清除器具之水容量為26 L  $\text{H}_2\text{O}$ /L床。

範例3

依以下範例測出三氟化鋁在氧化鋁之清除器具對 $\text{NF}_3$ 氣體之能力。50 cc樣品瓶內盛入範例1製得之 $\text{AlF}_3$ /氧化鋁清除器具。該樣品瓶附有經密閉壓著附件插入之熱電偶，以測量清除器具內部溫度。該樣品瓶裝於一組分歧管，具有繞過樣品之選擇性旁通管路圈。以200-sccm流率之 $\text{NF}_3$  (CP等級)通過樣品瓶或選擇性繞過(以提供對照程度)。 $\text{NF}_3$ 流經起動，然後通過樣品，如圖2所示，未發現顯著溫度上升。下游經旁路繞過，經純化 $\text{NF}_3$ 氣體光譜以FTIR測量，觀測到為相同。樣品經加壓到43.30 psia閥關閉，維持靜止隔夜。壓力過夜後未增加，FTIR分析樣品頂部空間，顯示沒有不純物生成。

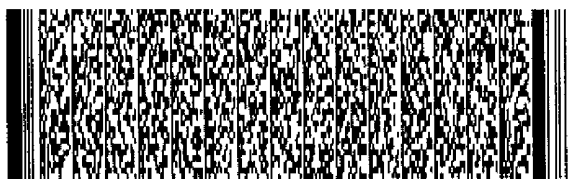


四、中文發明摘要 (發明之名稱：除去選自三氟化氮氣體與氟氣體組成之群中溼氣之顆粒組合物，其方法與裝置)

一種自 $\text{NF}_3$ 或 $\text{F}_2$ 氣體去除溼氣之方法與組合物，其中該氣體係與塗佈有三氟化鋁之氧化鋁顆粒接觸。該三氟化鋁係利用氧化鋁顆粒與一種氟化氫水性溶液反應生成。

英文發明摘要 (發明之名稱：PARTICLE COMPOSITION, PROCESS AND APPARATUS THEREOF FOR REMOVING MOISTURE FROM GAS SELECTED FROM THE GROUP CONSISTING NITROGEN TRIFLUORIDE GAS AND FLUORINE GAS)

A process and composition for removing moisture from a  $\text{NF}_3$  or  $\text{F}_2$  gas wherein the gas is contacted with alumina particles coated with aluminum trifluoride. The aluminum trifluoride is formed by reacting alumina particles with an aqueous solution of hydrogen fluoride.



## 六、申請專利範圍

1. 一種適合除去選自三氟化氮氣體與氟氣體組成之群中溼氣之顆粒組合物，其包含：

具有三氟化鋁塗層與0.1至10公釐大小之氧化鋁粒，該塗層係以氧化鋁粒子與含1至10%量的氟化氫水性溶液在介於0至40°C的溫度下反應後，再乾燥該塗佈三氟化鋁之氧化鋁粒子生成。

2. 一種除去選自三氟化氮氣體與氟氣體組成之群中溼氣之方法，其包括以申請專利範圍第1項之組合物密切接觸該氣體，再於接觸該申請專利範圍第1項組合物後，回收該氣體。

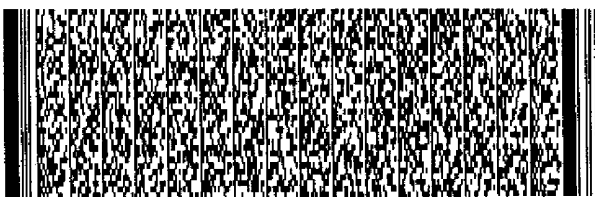
3. 一種除去選自三氟化氮氣體與氟氣體組成之群中溼氣之裝置，其包括含申請專利範圍第1項組合物之外殼，通入該外殼之入口，與自該外殼而出之出口。

4. 根據申請專利範圍第2項之方法，其中該氣體為三氟化氮。

5. 根據申請專利範圍第2項之方法，其中該氣體為氟氣體。

6. 根據申請專利範圍第4項之方法，其中該氣體包含一種惰性氣體。

7. 根據申請專利範圍第5項之方法，其中該氣體包含有一種惰性氣體。



圖式

公告本

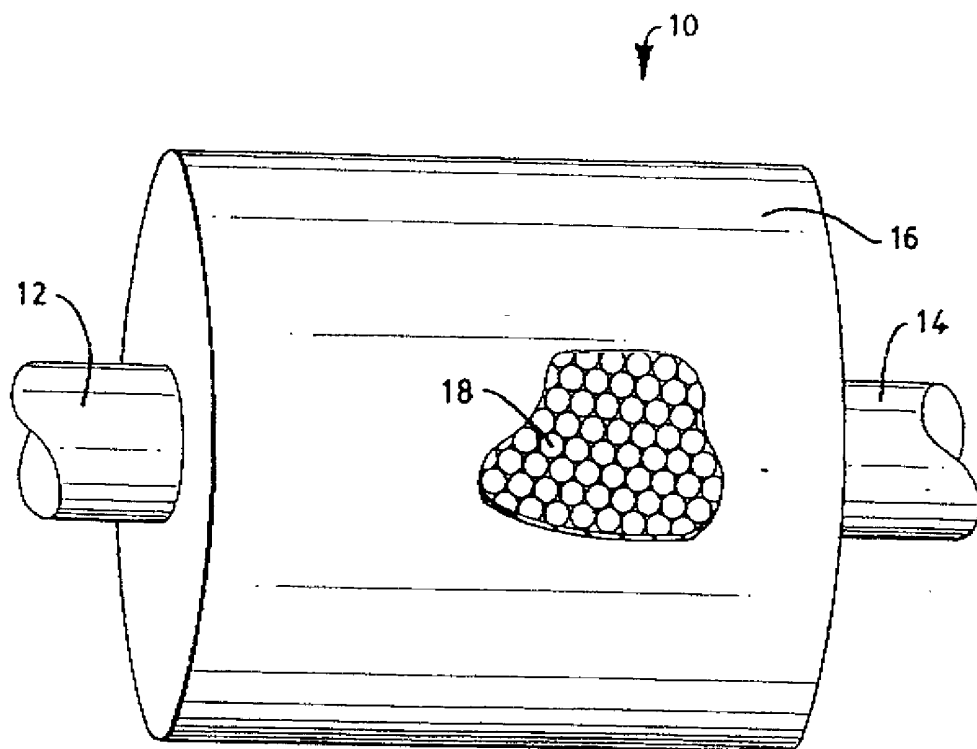


圖 1

圖式

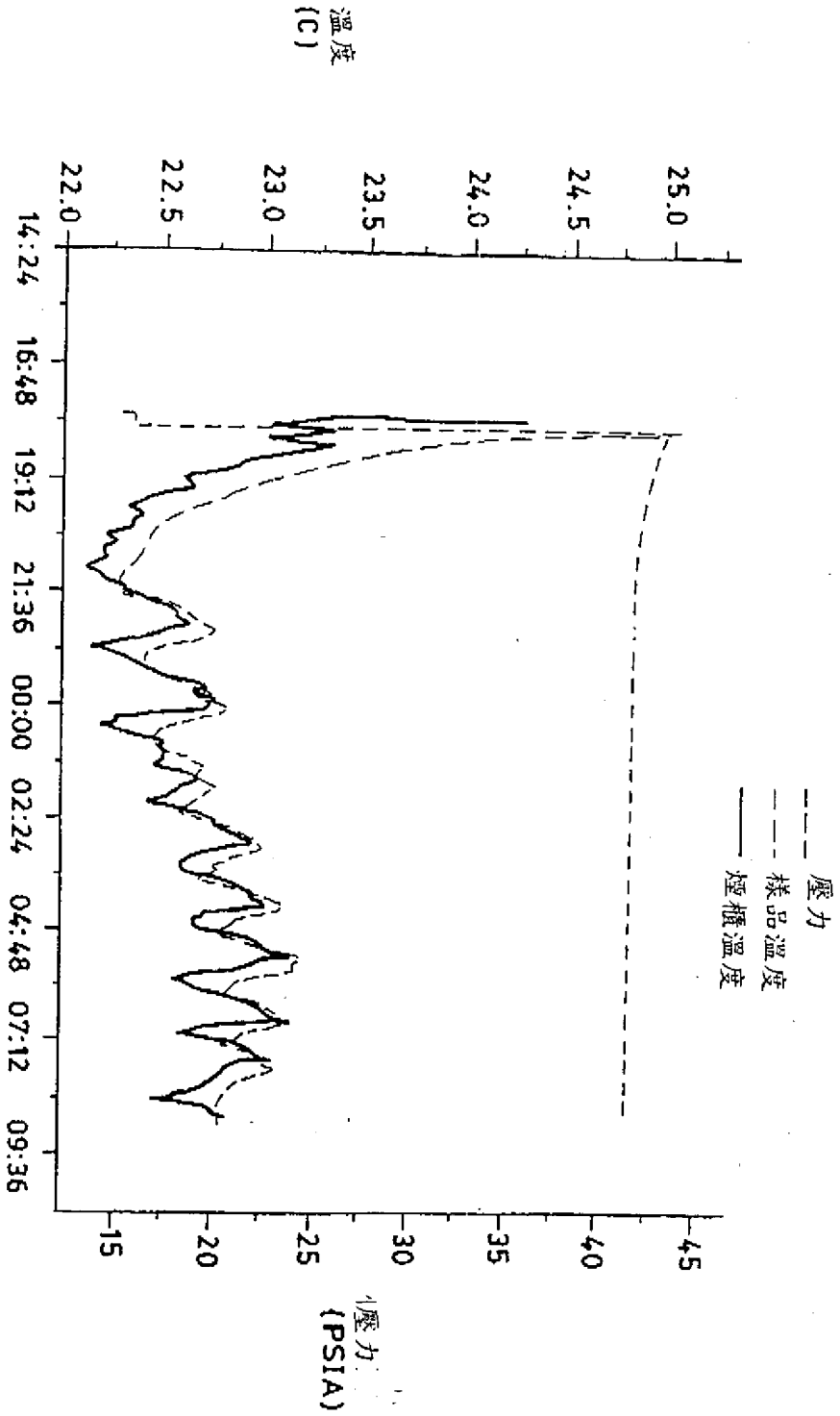


圖 2

公告本

修正 88.12.27  
 年 月 日

申請日期: 88.12.27

案號: 88106740

修正

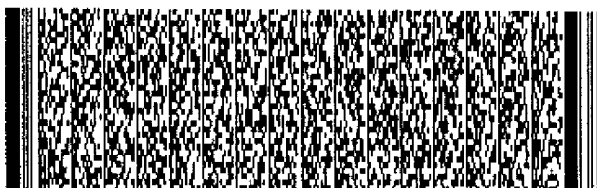
類別: B0/D53/60

(以上各欄由本局填註)

發明專利說明書

460310

|        |              |   |
|--------|--------------|---|
| 一、發明名稱 | 中文           | 除去選自三氟化氮氣體與氟氣體組成之群中溼氣之顆粒組合物，其方法與裝置  |
|        | 英文           | PARTICLE COMPOSITION, PROCESS AND APPARATUS THEREOF FOR REMOVING MOISTURE FROM GAS SELECTED FROM THE GROUP CONSISTING NITROGEN TRIFLUORIDE GAS AND FLUORINE GAS |
| 二、發明人  | 姓名 (中文)      | 1. 詹姆斯 T. 史諾  |
|        | 姓名 (英文)      | 1. JAMES T. SNOW  |
|        | 國籍           | 1. 美國   |
|        | 住、居所         | 1. 美國德州麥機尼市始佩客頓大道8604號  |
| 三、申請人  | 姓名 (名稱) (中文) | 1. 美商明尼坡公司  |
|        | 姓名 (名稱) (英文) | 1. MILLIPORE CORPORATION  |
|        | 國籍           | 1. 美國   |
|        | 住、居所 (事務所)   | 1. 美國麻州貝佛市艾須比路80號   |
|        | 代表人姓名 (中文)   | 1. 約翰 唐納 胡伯   |
|        | 代表人姓名 (英文)   | 1. JOHN DANA HUBBARD  |



## 六、申請專利範圍

1. 一種適合除去選自三氟化氮氣體與氟氣體組成之群中溼氣之顆粒組合物，其包含：

具有三氟化鋁塗層與0.1至10公釐大小之氧化鋁粒，該塗層係以氧化鋁粒子與含1至10%量的氟化氫水性溶液在介於0至40°C的溫度下反應後，再乾燥該塗佈三氟化鋁之氧化鋁粒子生成。

2. 一種除去選自三氟化氮氣體與氟氣體組成之群中溼氣之方法，其包括以申請專利範圍第1項之組合物密切接觸該氣體，再於接觸該申請專利範圍第1項組合物後，回收該氣體。

3. 一種除去選自三氟化氮氣體與氟氣體組成之群中溼氣之裝置，其包括含申請專利範圍第1項組合物之外殼，通入該外殼之入口，與自該外殼而出之出口。

4. 根據申請專利範圍第2項之方法，其中該氣體為三氟化氮。

5. 根據申請專利範圍第2項之方法，其中該氣體為氟氣體。

6. 根據申請專利範圍第4項之方法，其中該氣體包含一種惰性氣體。

7. 根據申請專利範圍第5項之方法，其中該氣體包含有一種惰性氣體。

