

(由本局填寫)

承辦人代碼：
大類：
IPC分類：

A6  
B6

本案已向：

國(地區) 申請專利，申請日期： 案號： ， 有 無主張優先權

美國 1999年6月11日 60/138,924 有 無主張優先權

有關微生物已寄存於： ，寄存日期： ，寄存號碼：

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

線

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

## 五、發明說明(1)

### 相關技藝之參考

本發明主張專利臨時申請案第60/138,924號之優先權。

### 發明領域

本發明係關於氣態無機鹵化物之純化。

### 發明背景

氣態無機鹵化物在商業上之應用相當廣泛。該化合物在化學技藝中已知悉數年。此等化合物廣泛的用作聚合物、製藥、精密化學合成中，以及電子及半導體裝置製造中之觸媒。特別是在電子工業之離子植入中及在半導體裝置中用作P-型摻雜物之三氟化硼。由於在許多上述應用中需要純度，特別是在電子及半導體領域中，因此持續的需要超高純度氣態無機鹵化物化合物。

大部分氣態無機鹵化物化合物對空氣及水均有高度反應性，因此需在沒有空氣、惰性氣體中處理。由於此種高反應性，因此此等化合物之製造及純化均相當不易。市場上最需要之特殊氣態無機鹵化物為三氟化硼。三氟化硼為與水、極性有機溶劑及至少具有一個未共用電子對之其他化合物錯合之強路易斯酸。三氟化硼之製備已揭示於USP 2,148,514及2,196,907中。三氟化硼為在濕空氣中會形成濃白色煙霧之無色氣體。其沸點為 $-100^{\circ}\text{C}$ ，熔點為 $-127^{\circ}\text{C}$ ，且其腐蝕性如同許多無機鹵化物般均相當高。市售三氟化硼之純度一般為99.7%。主要雜質為4000至1700 ppm之空氣及300至50 ppm之矽氧烷鹵化物(如四氟化矽)。以製造製程中之加工物存在之其他雜質包含硫酸鹽(10 ppm)、氟化氫

## 五、發明說明(2)

(25 ppm)、氯化氫(10 ppm)、及微量之二氧化硫及三氟化硼二水合物。雖然此等量為一般者，但任一單一批次之氣態無機鹵化物之雜質量，尤其是三氟化硼之量均可能改變。

一般而言，三氟化硼係經由蒸餾或吸附在沸石之上，移除部分污染物純化。使用此等技術可將大氣氣體，如氮、氧及二氧化碳之濃度降低至10~20 ppm。然而，需要純化裝置自氣態無機鹵化物移除留下之雜質，特別是三氟化硼，因此可使全部雜質之濃度降低至適合電子及半導體應用中所用之約20 ppm之濃度。然而應注意本發明所提供之純化氣體可用於需要高純度氣體之任一種用途。

本發明提供一種氣態無機鹵化物之改良純化方法，尤其是三氟化硼。依據本發明較佳之方法可符合現今電子及半導體需要之需求。依據本發明較佳之方法特別提供者為將總污染物濃度降低至低於20 ppm之方法。本發明亦提供執行純化方法之裝置。

### 發明概要

本發明一般提供一種氣態無機鹵化物化合物之純化方法。尤其是，本發明包含使粗、或不純之氣態無機鹵化物與可與雜質反應及/或吸附之材料接觸因而降低其濃度之方法。

本發明之一目的係提供一種將氣態無機鹵化物中之雜質降低或去除至高純度應用，如電子或半導體裝置使用上可接受之濃度之方法。該純化係藉由使氣態無機鹵化物與反應性物質接觸而達成。本發明之較佳具體例中，反應性物質為金屬。反應性金屬為細微狀態，或者可以以具有高表

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

### 五、發明說明( 3 )

面積之形式提供，如丸狀、金屬箔、片狀、珠粒或粉末。反應性金屬亦可為板狀或沉積在惰性支撐物之上或之中。另一較佳具體例中，反應性金屬充填在管柱中，使粗氣體可通過且與金屬接觸。本發明之又一另一具體例中，金屬係以粉末狀或片粒形式提供，且含於流體化床中，可使氣態無機鹵化物物質通過，因此與金屬接觸，且因此與雜質反應及/或吸附。

本發明之另一目的中，所用之反應性金屬較好為鹼金屬、鹼土金屬或此金屬之合金。本發明之較佳具體例中，所選用之反應性金屬為鋰或鈣。本發明之又一另一較佳具體例中，所選用之反應性金屬可為鋰或鈣與III族或IV族元素結合之合金，且較好為下列元素之一種或多種：矽、鋁、鍺、硼及鈣。本發明之另一較佳具體例中，氣態無機鹵化物係在超過室溫之溫度下與反應性金屬接觸。本發明之另一較佳具體例中，反應性金屬係加熱至比熔點低之溫度。本發明之另一較佳具體例中，氣體在反應性金屬上之接觸時間，或駐留時間較好在30秒至30分鐘之間，依其他變數而定，如反應器尺寸及形狀，所用之反應性金屬，所用之無機鹵化物及其純度。

本發明之另一目標係提供一種藉由使粗氣態無機鹵化物與反應性金屬接觸前先與吸收物質接觸或在吸收物質上蒸餾純化之方法。本發明之較佳具體例中，吸收物質可為分子篩。本發明之更佳具體例中，與反應性金屬接觸前係使用5埃分子篩與粗氣態無機鹵化物接觸。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

## 五、發明說明(5)

SbF<sub>3</sub>、SbF<sub>5</sub>、及其混合物)純化之方法，且其中BF<sub>3</sub>為較佳之化合物。本發明可用於純化任一純度等級之氣態無機鹵化物。然而，本發明較佳具體例係針對含約1.0至約0.5%雜質之已經純化無機鹵化物進一步之純化。

純化氣態無機鹵化物所用之反應性物質可為任一種可使氣態無機鹵化物之雜質多價螯合之物質。雖然該限制並不受操作理論之限制，但相信純化係藉由使粗氣體加熱作用達成，如同與雜質錯合且使雜質自氣態無機鹵化物脫偶合之傾向，因此游離脫偶合之雜質選擇性的與反應性物質反應，因而將其自氣相移除。

本發明中所用之反應性物質可選自任一種陶瓷、玻璃、金屬、可多價螯合雜質之半金屬物質。本發明之較佳具體例中，可使用含有包含鋰、鈉及鉀之任一種鹼金屬(第I族)、包含鈹、鎂、鈣、鋇及/或鋇之鹼土金屬(第II族)及合金。此等金屬可為純金屬或其合金。該合金可含第III及第IV族金屬，較好為作為伴隨合金金屬之矽、鋁、鍍、硼及/或鈣。較佳之金屬為鋰或鈣。

反應性金屬可以以任一種形式使用以執行本發明，然而最佳之形式為具有大表面積者。例如，切割之帶狀物或金屬箔之表面積比等體積之立方體高，因此以切割之帶狀物或金屬箔較佳。然而，執行本發明並不限於精確之表面積，只要可用足夠之反應性金屬表面與所有或大部分導入且與反應性金屬接觸之雜質反應即可。因此反應性金屬之用量並沒有標準。在較佳具體例中，反應性金屬之量將隨著

## 五、發明說明(6)

金屬之形式及表面積以及氣態無機鹵化物之純度而變。本發明之一較佳具體例中，可使用莫爾比約1:25之鋰與粗的三氟化硼。在更好之具體例中，鋰對粗三氟化硼之莫爾比約為1:10。在另一更佳態樣中，鋰對粗三氟化硼之莫爾比約為1:0.2。本發明之另一較佳具體例中，係使用等莫爾之鋰與粗三氟化硼。

本發明之一具體例中，係使用反應性金屬(如鋰)當作細粉末。其他較佳具體例中，反應性金屬係以金屬箔、片粒、珠狀、顆粒、棒狀或片狀提供。金屬亦可電鍍或沉積在惰性支撐物之上或之中。其一較佳具體例中，將經切割之鋰箔放在饋入粗氣態無機鹵化物之純化器槽中，使氣體與金屬接觸。本發明之其他較佳具體例中，反應性金屬充填於管柱、流體化床、或其他可提供氣態無機鹵化物與反應性金屬接觸機會之流經裝置中。反應性金屬可在足以使雜質自氣體脫偶合之溫度下與粗氣態無機鹵化物接觸，且因此造成反應性金屬與粗氣態無機鹵化物之雜質反應。本發明之一較佳具體例中，反應性金屬加熱至約25°C至約300°C之溫度。最佳具體例中，加熱之反應性金屬之溫度範圍在約50°C至約250°C之間。本發明之最佳具體例中，反應性金屬加熱至約100°C至約180°C之溫度，因此當使用鋰當作反應性金屬時，最佳之具體例為130°C。

氣態無機鹵化物對反應性金屬之接觸或駐留時間將依各種因子而定，如欲純化之氣態無機鹵化物及其純度。金屬及含金屬之槽之種類亦會影響接觸時間。針對逐批純化

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

## 五、發明說明( 7 )

之一般接觸時間應在約30秒至約30分鐘之間。使用鋰當作反應性金屬之一具體例中，適當之接觸時間約5至約15分鐘，且最好約8至約10分鐘。然而，若定流量之氣體以穩定狀態流經反應性金屬管柱，則此等時間可依氣體之流速及所用反應性金屬之量而定。使用反應性材料床或管柱之本發明中所用氣態無機鹵化物之流速可依據床或管柱之構造而變。本發明之一較佳具體例中，可使用之流速每分鐘約1毫升至約每分鐘約1000毫升。另一較佳具體例中，流速可在每分鐘約50毫升至每分鐘約100毫升之間。另一較佳具體例中，流速可在每分鐘約100毫升至每分鐘約500毫升之間。

本發明中，氣態無機鹵化物亦可以與吸收劑材料接觸，此種吸收劑材料之較佳實例為陶瓷、有機及無機化合物，包含鹽、聚合物材料、金屬及支撐金屬複合材以及分子篩。分子篩為一般包含無機材料如矽酸鋁、長石或其他灰石類材料之多孔性構造。分子篩之孔徑一般在約5至約10埃之間。

本發明之較佳具體例中，係使用5埃之分子篩(U.O.P. Inc., Des Plains, Illinois)。本發明中分子篩之功能(不受任一特殊理論之限制)為可能吸收二氧化碳及可能之其他雜質。本發明具體例中所用之分子篩可以與亦含在反應性金屬槽中之裝置串聯放在槽中。其一較佳具體例中之分子篩可在反應性金屬之前連線放置。其他較佳具體例中，分子篩槽亦可放置在反應性金屬槽之後，或反應性金屬槽管線之

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

## 五、發明說明( 8 )

前或之後可放置交錯之二分子篩。其一較佳具體例中，無機鹵化物可以在約-190至約0°C之溫度下與分子篩接觸，其中更好之範圍係在約-80至約0°C之間。另一較佳具體例中，無機鹵化物與分子篩之接觸時間約1至30分鐘。另一較佳接觸範圍可在約5至約10分鐘。每一情況中之粗氣態無機鹵化物係隨同反應金屬與分子篩接觸，產生純化之無機鹵化物。

吸收劑物質(包含分子篩)之正確量並無標準。其一較佳具體例中，係使用足量之5埃分子篩以吸收混合在粗無機鹵化物中之雜質。本發明之另一較佳具體例中，係使用約150克之5埃分子篩當作吸收劑。通常，如技藝中已知，分子篩之吸收與溫度及壓力無關。重要的是需注意許多吸收劑材料如分子篩應被活化。為敘述本發明，活化之分子篩經預處理，以移除水分，吸收之氣體及本發明之氣態無機鹵化物純化製程中會干擾吸附活性之其他化學品。

如圖1中說明之本發明中使用之裝置可為任一多歧管系統，因此粗氣態無機鹵化物可在粗及無水氣體中輸送至分子篩槽或反應金屬槽中，最後收集在反應槽中。裝置應可忍受減壓及數大氣壓之壓力，因為在操作本發明步驟之各階段中，氣態無機鹵化物可能經輸送、蒸餾或冷凝。裝置亦可具有抽取氣體以供分析之設備。此種設備可為包括與裝置連線固定之彈性隔板。裝置可由各種槽體組成，如玻璃瓶、陶瓷容器、金屬容器、或氣體圓柱體，或其他常用之非反應性化學反應槽。槽體可使用非反應性聚合物管、金

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

## 五、發明說明( 9 )

屬管線、或玻璃管連接。裝置可以使用任一類型之閥阻塞活栓或夾箝分段，依管線之組合物而定。

氣態無機鹵化物係以蒸餾或壓差在槽間傳送。例如，氣體可低溫移送至空槽中，如技藝中已知，接著抽高真空，以移除未冷凝之氣體如氮或氧。本發明之較佳具體例中，當氣態無機鹵化物可在約 $-190$ 至約 $-78^{\circ}\text{C}$ 之溫度下冷凝時，可進行蒸餾。之後，冷凝之氣體可加溫至氣相且蒸餾至另一槽中，且與所需之分子篩或反應性物質接觸。本發明之較佳具體例中，氣態無機鹵化物可加溫至約 $-50$ 至約 $-10^{\circ}\text{C}$ 之溫度。一旦純化，氣體可低溫輸送至反應槽中。

圖1中說明之裝置僅為一可能之構造。較好將槽維持在某些較低之溫度下，以抑制分子篩污染之解吸附及後續輸送至純化槽(p)中。若需要可使用任一種構造以輸送及取樣氣體，依本發明中所用純化步驟之數目而定。如技藝中已知者，管線及槽壓力將隨本發明裝置之構造、冷凝溫度、真空泵浦強度及裝置之總體積而改變。

較佳具體例中，氣態無機鹵化物可為 $\text{BF}_3$ ，且反應性金屬可為鋰或鋰之合金，且金屬接觸步驟可在約 $100^{\circ}\text{C}$ 至約 $180^{\circ}\text{C}$ 之溫度下進行，接著進一步執行與5埃分子篩接觸之接觸步驟。

### 實例

下列實例敘述本發明之較佳具體例。所述之槽及純化器說明於圖1中。

### 實例1

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

## 五、發明說明 ( 10 )

在液態氮溫度下，將市售三氟化硼(8.0克)冷凝入含5埃分子篩(50克)之槽C1中。同時將槽溫維持在液態氮溫度，槽之上部空間經歧管以真空泵浦抽真空，移除未冷凝之氣體如氮及氧。接著封閉連接槽體之閥，且使槽體恢復至室溫。再冷卻至液態氮溫度，接著將上部空間抽真空，以確定未冷凝之氣體已經移除。再關閉槽體之閥。較好，槽之溫度應冷卻至不高於無機鹵化物之熔點溫度，且維持在該溫度下同時抽真空。槽體再恢復至乾冰溫度，且使其靜置數分鐘，隨後使槽加溫至室溫，將3.3克之BF<sub>3</sub>收集入接收器R中且分析。

氮、氧、二氧化硫及硫酸鹽之所有濃度均低於20 ppm。四氟化矽經測量為44 ppm。將含鋰金屬(4.0克)之純化器P槽插入槽C1及接收器R之間。將純化器P加熱至125°C。維持在0°C之槽C1中之三氟化硼(15克)以五部分輸送至純化器P中。每次之輸送過程中，三氟化硼均在收集入液態氮冷卻接收器R之前與鋰金屬接觸5分鐘。關閉純化器上之閥，且將接收器R之上部空間抽真空。收集全部8.5克之三氟化硼且分析。經發現四氟化矽低於1 ppm。

所用之分析方法係針對有欲分析之雜質。氮、氧及二氧化碳係以氣體層析分析。硫酸鹽及二氧化硫雜質係以層析及比重計法分析。四氟化矽係以氣體層析及還原之B-矽鉬酸(矽鉬藍)之光度計評估分析，其偵測極限低於0.05 mg/L。

### 實例2

實例2及3中，所用之三氟化硼(99.8%)含下列雜質：2000

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂  
線

## 五、發明說明 ( 11 )

ppm之空氣；1 ppm之二氧化硫；10 ppm之硫酸鹽及17 ppm之 $\text{SiF}_4$ 。

含5埃分子篩(150克)之槽C1以抽真空歧管串聯連接至含鋰金屬(4.0克)之不銹鋼容器(純化器P)中。純化器P經抽真空，且加熱至120至130°C之溫度。槽C1以乾冰浴冷卻，接著移除乾冰浴。在-20°C下，將槽C1之三氟化硼(22.8克)藉由開啓每一容器之閥，以五部分輸送至純化器P中，接著關閉槽C1上之閥。在每一輸送過程中，三氟化硼均會在收集入具有液態氮浴之冷卻接收器不銹鋼圓筒R之前與鋰金屬接觸十分鐘。接著將液態氮冷卻接收器抽真空以移除未冷凝之氣體。收集全部15.9克之 $\text{BF}_3$ 。純化器之操作溫度為130°C。需注意，針對除 $\text{BF}_3$ 外之無機鹵化物，純化器之溫度及接觸時間需調整以達到無機鹵化物之最適純度，且避免無機鹵化物劣化，或在純化器中產生過高之溫度或壓力。

分析接收器圓筒R之樣品。氣體層析之分析顯示所含氮及氧之總濃度為6 ppm，二氧化碳為1 ppm，且四氟化矽之濃度為1 ppm。此證明本發明之方法對移除無機鹵化物中之雜質比一般之方法更有效。且對於自三氟化硼移除四氟化矽特別有效。

### 實例3

本實例中，在純化器P及最後接收器R間串聯加入具有5埃分子篩之(150 g)另一槽R1。在液態氮溫度下，約61克之三氟化硼冷凝在槽C1中，且將槽之上部空間抽真空。關閉通至槽之閥，且使槽加溫至室溫。再以液態氮冷凝，且抽

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

## 五、發明說明 ( 12 )

除未冷凝之氣體。純化器P加熱至約125°C。使槽C1加溫，且將其中之三氟化硼以數步驟移到純化器P中。各步驟中，三氟化硼在移入含5埃分子篩之槽R1中且冷凝至液態氮溫度前，均與純化器P中之熱鋰(4.0克)接觸約5分鐘。所需量之C1中之三氟化硼通過純化器後，關閉純化器P上之閥。再將冷卻之槽R1抽真空，以移除任一未冷凝之氣態雜質。在使槽R1加溫至約0°C，同時將其中之三氟化硼移入液態氮冷卻之接收器R中。關閉槽R1上之閥，且抽除接收器R之上部空間。接收器R中收集全部約23克之三氟化硼且分析。經發現二氧化碳、二氧化硫、氮及四氟化矽雜質之全部濃度低於7 ppm。

雖然本發明在此處已參照特殊之具體例敘述，但需了解此等具體例僅用於說明本發明之原理及應用。因此，需了解說明之具體例可進行許多的改善及其他排列，均不脫離如附屬申請專利範圍中所定義之本發明之精神及範圍。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

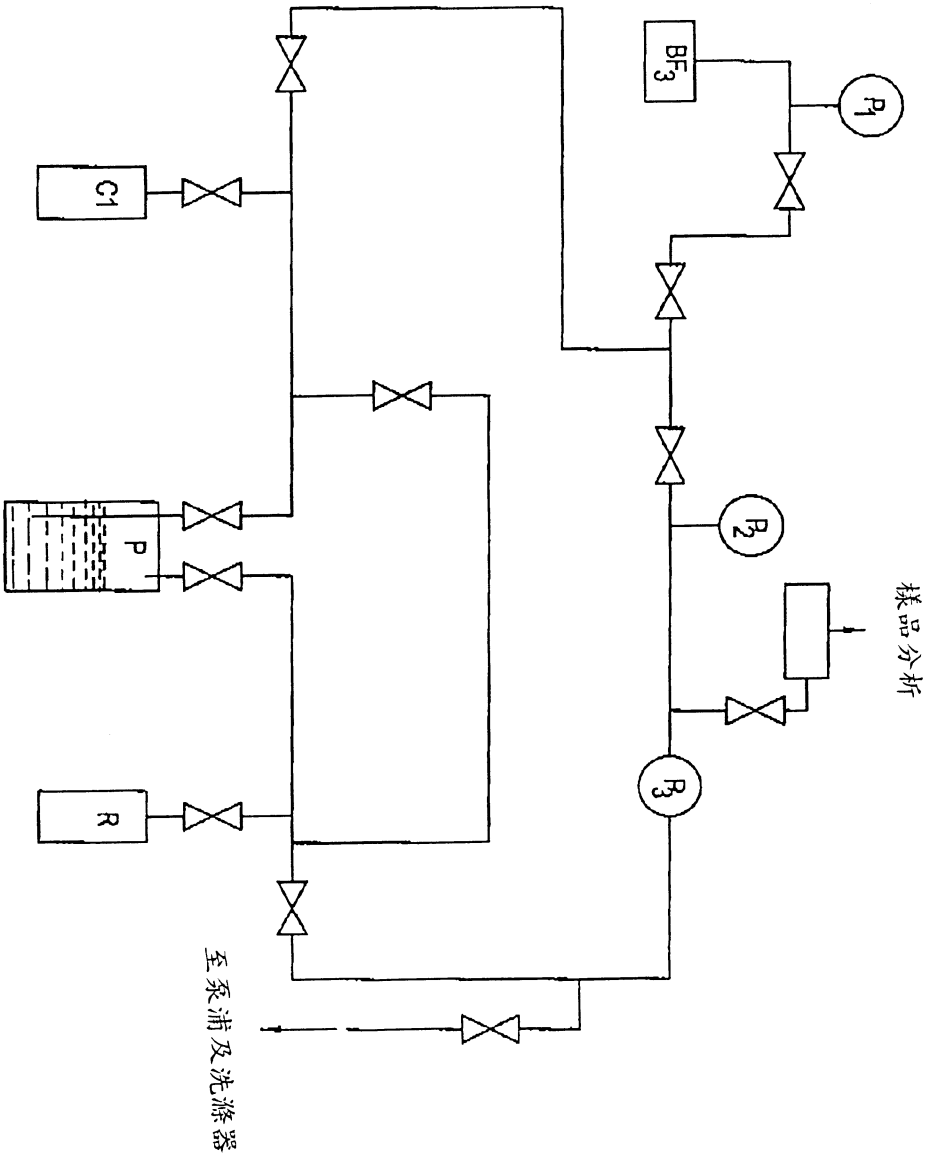


圖 1

申請日期	89.6.12
案 號	89111420
類 別	BcID53/4, 53/4, 5/0, C01B 9/08, 25/10, 33/10, 35/26

A4  
C4

91.11.25

中文說明書修正頁(91年11月)

(以上各欄由本局填註)

## 發 明 專 利 說 明 書

### 新 型

一、發明名稱	中 文	純化氣態無機鹵化物之方法
	英 文	PROCESS FOR PURIFYING GASEOUS INORGANIC HALIDES
二、發明人	姓 名	德貝爾 S. 拉裘里亞
	國 籍	美國
	住、居所	美國紐澤西州格林葛尼爾市狐跑路12號
三、申請人	姓 名 (名稱)	美商哈尼威爾智慧財產公司
	國 籍	美國
	住、居所 (事務所)	美國亞歷桑那州
	代 表 人 姓 名	大衛 那塔辛

## 五、發明說明( 4 )

本發明之另一目標中，粗氣態無機鹵化物係經蒸餾。本發明之一較佳具體例中，無機鹵化物可在沒有任一種吸收劑或反應性物質下蒸餾。本發明之另一具體例中，粗無機鹵化物之蒸餾係在其與分子篩或反應性金屬接觸之前、接觸過程中或接觸後進行。本發明之較佳具體例中，蒸餾步驟較好包含在無機鹵化物熔點之溫度下或以下使氣態無機鹵化物低溫冷凝，接著抽除或泵浦掉未冷凝之氣體。本發明又另一目標中，純化之氣態無機鹵化物可為 $\text{BF}_3$ 、 $\text{BCl}_3$ 、 $\text{SiF}_4$ 、 $\text{GeF}_4$ 、 $\text{PF}_3$ 、 $\text{PF}_5$ 、 $\text{AsF}_3$ 、 $\text{AsF}_5$ 、 $\text{SbF}_3$ 、 $\text{SbF}_5$ 、及其混合物。

本發明之另一目的係提供一種使欲純化之氣態無機鹵化物置於惰性、無水環境中之裝置。

## 附圖之簡要敘述

圖1為依據本發明之用於純化氣態無機鹵化物之裝置之簡圖。

## 圖式符號簡單說明

CI 表示一含分子篩之槽；

P 表示一純化器；

R 表示一接收器；

P1 表示一第一泵；

P2 表示一第二泵；及

P3 表示一第三泵。

## 發明之詳細敘述

本發明提供氣態無機鹵化物純化之方法及裝置。本發明

## 五、發明說明 ( 4a )

之方法一般係用於欲導入惰性氣體中之氣態無機鹵化物，因此氣態無機鹵化物係與反應性物質接觸。反應性物質可為金屬或視情況之吸收物質(二者均可移除雜質)。本發明亦藉由抽真空或泵浦掉佔據頂部空間之氣體，同時冷凝在液相或固相中，以移除未冷凝氣體，如氮、氧等。

本發明提供一種將屬於一般類型氣態無機鹵化物之化合物(如  $\text{BF}_3$ 、 $\text{SiF}_4$ 、 $\text{BCl}_3$ 、 $\text{GeF}_4$ 、 $\text{PF}_3$ 、 $\text{PF}_5$ 、 $\text{AsF}_3$ 、 $\text{AsF}_5$ 、

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

線

四、中文發明摘要 (發明之名稱： 純化氣態無機鹵化物之方法 )

本發明係提供一種使用反應性金屬及分子篩，以移除雜質之氣態無機鹵化物之純化裝置及方法。

英文發明摘要 (發明之名稱： )

PROCESS FOR PURIFYING GASEOUS INORGANIC HALIDES

ABSTRACT OF THE DISCLOSURE

The present invention provides an apparatus and method for the purification of gaseous inorganic halides utilizing a reactive metal and molecular sieves to remove impurities.

258520\_1

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

## 六、申請專利範圍

1. 一種純化氣態無機鹵化物之方法，包括在 $25^{\circ}\text{C}$ 至 $300^{\circ}\text{C}$ 間之溫度歷時30秒至30分鐘之間使粗製氣態無機鹵化物與含反應性材料之物質接觸，其中該反應性材料係與粗製氣態無機鹵化物中之不純物反應，藉以自氣態無機鹵化物中移除不純物，其中該氣態無機鹵化物係選自由 $\text{BF}_3$ 、 $\text{BCl}_3$ 、 $\text{GeF}_4$ 、 $\text{PF}_3$ 、 $\text{PF}_5$ 、 $\text{AsF}_3$ 、 $\text{AsF}_5$ 、 $\text{SbF}_3$ 、 $\text{SbF}_5$ 、及其混合物所構成之組群。
2. 根據申請專利範圍第1項之方法，其中之反應性材料包括反應性金屬。
3. 根據申請專利範圍第2項之方法，其中之反應性金屬具有高的表面積對體積之比值。
4. 根據申請專利範圍第2項之方法，其中反應性金屬包括鹼金屬、鹼土金屬或此等金屬與第III族或第IV族元素之合金。
5. 根據申請專利範圍第2項之方法，其中反應性金屬係選自由鋰及鋰與一種或多種元素矽、鋁、鍺、硼及鈣之合金所組成之群。
6. 根據申請專利範圍第2項之方法，其中之反應性金屬係選自由鈣及鈣與一種或多種元素矽、鋁、鍺及硼之合金所組成之群。
7. 根據申請專利範圍第1項之方法，其中粗製氣態無機鹵化物與反應性物質接觸5分鐘至15分鐘的時間。
8. 根據申請專利範圍第1項之方法，其中粗製氣態無機鹵化物與反應性物質接觸8分鐘至10分鐘的時間。

## 六、申請專利範圍

9. 根據申請專利範圍第1項之方法，其中粗製氣態無機鹵化物與反應性材料接觸前係在吸收劑材料上蒸餾純化。
10. 根據申請專利範圍第9項之方法，其中之吸收劑材料為分子篩。
11. 根據申請專利範圍第9項之方法，其中之吸收劑為5埃分子篩。
12. 根據申請專利範圍第9項之方法，其中該蒸餾步驟包含在其熔點溫度或低於該溫度下冷凝粗製無機鹵化物，且抽除未冷凝之氣體。
13. 根據申請專利範圍第1項之方法，其中該方法尚包括與反應性材料接觸後，以蒸餾純化氣態無機鹵化物。
14. 根據申請專利範圍第13項之方法，其中該蒸餾係在吸收劑材料上進行。
15. 根據申請專利範圍第14項之方法，其中吸收劑材料為分子篩。
16. 根據申請專利範圍第13項之方法，其中該蒸餾步驟係在該無機鹵化物之熔點或低於其熔點之溫度下進行，且視情況抽除未冷凝之氣體。
17. 根據申請專利範圍第1項之方法，其中該接觸步驟係在該經純化氣體無機鹵化物之消耗位置處進行。
18. 根據申請專利範圍第1項之方法，其中該氣態無機鹵化係 $\text{BF}_3$ 。
19. 一種純化 $\text{BF}_3$ 之方法，包括在 $25^\circ\text{C}$ 至 $300^\circ\text{C}$ 間之溫度歷時30秒至30分鐘之間，使粗製 $\text{BF}_3$ 與選自由鋰及鋰與一

## 六、申請專利範圍

種或多種元素矽、鋁、鍺、硼及鈣之合金所組成之群之反應性金屬接觸。

20. 根據申請專利範圍第19項之方法，其中該接觸包括使粗製BF<sub>3</sub>通過以該反應性金屬充填之管柱。
21. 根據申請專利範圍第19項之方法，其中之反應性金屬具有高的表面積對體積之比值。
22. 根據申請專利範圍第19項之方法，其中之接觸步驟係在50至250°C間之溫度下進行。
23. 根據申請專利範圍第19項之方法，其中之粗製BF<sub>3</sub>與加熱之反應性金屬接觸5分鐘至15分鐘的時間。
24. 根據申請專利範圍第19項之方法，其中之粗製BF<sub>3</sub>與加熱之反應性金屬接觸8分鐘至10分鐘的時間。
25. 根據申請專利範圍第19項之方法，其中該方法尚包括粗製BF<sub>3</sub>與加熱之反應性金屬接觸前在吸收劑材料上蒸餾純化。
26. 根據申請專利範圍第25項之方法，其中吸收劑材料為分子篩。
27. 根據申請專利範圍第25項之方法，其中吸收劑材料為5埃分子篩。
28. 根據申請專利範圍第25項之方法，其中該蒸餾步驟係在BF<sub>3</sub>之熔點或低於該熔點下進行，且視情況抽除未冷凝之氣體。
29. 根據申請專利範圍第26或27項之方法，其中之BF<sub>3</sub>在該蒸餾步驟中係在-78°C至-190°C之溫度下冷凝，接著視

## 六、申請專利範圍

情況抽除未冷凝之氣體。

30. 根據申請專利範圍第26或27項之方法，其中與吸收劑材料接觸後之 $\text{BF}_3$ 與反應性金屬接觸前均維持在 $-190$ 至 $0^\circ\text{C}$ 之間溫度。
31. 根據申請專利範圍第19項之方法，尚包括之步驟為其中 $\text{BF}_3$ 與反應性金屬接觸後，以蒸餾純化。
32. 根據申請專利範圍第31項之方法，其中與加熱之反應性金屬接觸後之該蒸餾包含在吸收劑材料上蒸餾。
33. 根據申請專利範圍第32項之方法，其中之吸收劑為分子篩。
34. 根據申請專利範圍第31項之方法，其中該蒸餾步驟中之 $\text{BF}_3$ 係在其熔點溫度或低於該溫度之溫度下冷凝，且抽除未冷凝之氣體。
35. 根據申請專利範圍第19項之方法，尚包括之步驟為在消耗位置處利用經純化之 $\text{BF}_3$ ，且該接觸步驟係在該消耗位置處進行。
36. 一種純化三氟化硼之方法，包括之步驟為：
  - (a) 在液態氮溫度下，於槽中冷凝粗的三氟化硼；
  - (b) 抽除任何未冷凝之氣體；
  - (c) 使冷凝之三氟化硼加溫至室溫；
  - (d) 在至少一額外時間下重複冷凝及抽除步驟(a)、(b)及(c)；
  - (e) 在冷卻至 $-80$ 至 $-20^\circ\text{C}$ 溫度之槽中使三氟化硼與分子篩接觸；

## 六、申請專利範圍

- (f) 使三氟化硼與加熱至100至180°C間之溫度之鋰接觸  
；且
- (g) 視情況將三氟化硼收集到冷卻至液態氮溫度之槽中  
。