



(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 I611025 B

(45) 公告日：中華民國 107 (2018) 年 01 月 11 日

(21) 申請案號：104101358 (22) 申請日：中華民國 104 (2015) 年 01 月 15 日
(51) Int. Cl. : C22C27/02 (2006.01) B22F9/00 (2006.01)
(30) 優先權：2014/02/27 世界智慧財產權組織 PCT/CN2014/072597
(71) 申請人：寧夏東方鋁業股份有限公司 (中國大陸) (CN)
中國大陸
(72) 發明人：李仲香 (CN)；程越偉 (CN)；陳學清 (CN)；王葦 (CN)；師德軍 (CN)；童澤堃 (CN)；閔燕 (CN)；田小玉 (CN)；趙忠環 (CN)
(74) 代理人：蔡清福；蔡馭理
(56) 參考文獻：
CN 102909365A CN 103447544A
US 2009/0067121A1
審查人員：吳國宇
申請專利範圍項數：38 項 圖式數：0 共 15 頁

(54) 名稱

一種高純鋁粉及其製備方法

(57) 摘要

本發明涉及一種高純鋁粉及其製備方法，該鋁粉的 GDMS 分析純度大於 99.995%。較佳地，該鋁粉的氧含量不高於 1000ppm，氮含量不高於 50ppm，氫含量不高於 20ppm，鎂含量不大於 5ppm，且粒徑 $D_{50} < 25\mu\text{m}$ 。

發明專利說明書

(本說明書格式、順序，請勿任意更動)

【發明名稱】(中文/英文)

一種高純鉍粉及其製備方法

【技術領域】

【0001】 本發明涉及一種高純鉍粉及其製備方法。更特別的，該鉍粉的純度大於99.995%，平均粒徑 $D_{50} < 25 \mu m$ ，氧含量不高於1000ppm，氮含量不高於50ppm，氫含量不高於20ppm，鎂含量不高於5ppm。

【先前技術】

【0002】 近年來，半導體技術飛躍發展，用作濺鍍膜的鉍的需求量逐漸增加。在積體電路中，鉍作為擴散阻擋層置於在矽和銅導體之間。鉍濺鍍靶的生產方法包括錠冶金(I/M)法和粉末冶金(P/M)法。較低要求的鉍靶一般選用鉍錠製成。但在某些較高要求的情況下I/M法不能使用，只能用粉末冶金法生產鉍靶。例如，I/M法不能生產鉍矽合金靶，這是因為鉍和矽的熔點不同，及矽化合物的韌性低等原因。

【0003】 靶的性能直接影響到濺鍍膜的性能。在膜的形成中不能存在對半導體裝置有污染的物質。在濺鍍膜形成時，鉍(合金、化合物)靶中若有雜質存在，則在濺鍍腔內會引入雜質，導致粗大的粒子附在基片上，使薄膜回路發生短路。同時，雜質也會成為薄膜中突起物粒子增多的原因。特別地，靶中存在的氣體氧、碳、氫、氮等雜質更加有害，因為它們會引起異常放電，使形成的膜的均勻性出現問題。另外，對於粉末冶金方法，沉積膜的均勻性與靶中的晶粒尺寸成函數關係，靶中的晶粒越細，得到的膜越均勻。因此，現有技術中存在對於高品質鉍粉和鉍靶的需要。

【0004】 因此，爲了得到高品質鋇粉和鋇靶，必須首先降低鋇粉中的雜質含量，提高鋇粉的純度。然而，眾所周知，雖然金屬鋇性能比較穩定，但是粒徑比較細的金屬鋇粉末比較活潑，在常溫下與氧、氮等反應，使鋇粉中氧、氮等雜質含量提高。雖然一些金屬鋇製品例如一些可商購鋇錠的純度可以達到99.995%，甚至更高，但鋇粉越細，相應的活性越高，吸附氧、氮、氫、碳的能力也隨之增加，因而將鋇粉純度提高到99.99%以上一直被認爲是相當困難和難以實現的。甚至認爲進一步降低有害雜質氧、碳、氫、氮中的一種的含量都是困難的，同時降低這四種有害雜質的含量更是困難。

【0005】 其次，降低鋇粉的粒徑對於提高鋇粉和鋇靶的品質也可爲必要的。本領域希望得到平均粒徑 $D_{50} < 25\mu\text{m}$ 的高純鋇粉。

【0006】 很多技術人員進行了廣泛的研究以試圖得到更高純度和較細粒徑的高純鋇粉，但結果都不夠理想。

【0007】 例如，中國專利CN101182602A公開了一種粉末冶金用鋇粉及其製備方法，其特徵在於鋇粉的氧含量低於1500ppm，氮含量低於200ppm。但該粉末的金屬雜質含量、氫含量較高，且顆粒較粗，其細微性 D_{50} 均在 $70\mu\text{m}$ 左右。

【0008】 中國專利CN 102909365公開了一種醫用鋇粉，該鋇粉的氧含量 $\leq 1000\text{ppm}$ ，95%以上的細微性爲 $1-50.0\mu\text{m}$ 。但其採用脫氫去氧同時進行的方式，由於低溫不能有效脫除鋇粉中的氫含量，因此脫氫去氧同時進行時，其過程溫度比較高。而且，在脫氫去氧之前的鋇粉末經過高溫處理，其活性比較強，容易導致鎂或氧化鎂顆粒被包裹在鋇顆粒內部，在後續酸洗過程中不易除去，導致最終產品鎂含量偏高，且該發明在酸洗後

不再進行熱處理，其最終鉬粉中由於去氧後殘餘的金屬鎂、酸洗帶入的H、F等雜質不能被除去。因此，該方法很難達到氫含量小於20ppm，鎂含量小於5ppm的水準。據報導，該方法獲得的最高純度可為99.9%。

【0009】 中國專利CN103447544A公開了一種細微性分佈集中可控的高純鉬粉的製備方法，其特徵在於包括：將高純鉬錠氫化成鉬碎屑，依次進行粉碎、分級，再將分級後的鉬粉依次進行低溫真空乾燥和脫氫處理：其中至少在粉碎、分級過程中，與鉬粉接觸的器具均採用純度在99.99%以上的鉬製成。該方法的缺點在於，第一：由於其採用的設備為高純鉬製成，因此對設備要求高，同時成本昂貴。第二，由於其方法中沒有去氧的步驟，因而所得產品的氧含量極不穩定，差別很大，很難全部都小於1000ppm。第三，由於其採用分級處理，物料的可利用率大大降低，而且鉬粉的粒徑細化困難。

【0010】 目前，冶金級鉬粉的生產製程一般採用脫氫去氧同時進行的方式，這會造成設計製程參數的局限性。具體地，如果溫度設定過低，會造成脫氫不徹底，並導致最終產品氫含量偏高。同時，鉬在吸氫後發生的性質（如晶格常數、電阻、硬度等）變化不能完全消除。如果溫度設定過高，氫氣可以充分釋放，但會造成鉬顆粒的燒結長大，同時會造成鎂或氧化鎂顆粒被包裹在鉬顆粒內部，在後續酸洗過程中很難被除去，從而導致粒徑可控性差，很難達到氧含量低於1000ppm的同時確保其平均粒徑 $D_{50} < 25 \mu m$ 的要求。更遺憾的是，還會導致鎂含量過高。另外，目前的製程在脫氫去氧後鉬粉經過酸洗、烘乾、過篩後即為最終產品，而未進行後續的熱處理，這會導致去氧後殘餘的金屬鎂、酸洗帶入的H、F等雜質不能

被除去，使最終產品的鎂、氫等含量過高。

【0011】 顯然，現有技術難以滿足半導體技術中濺鍍膜的需求。

【0012】 針對以上方法存在的缺陷，提出了本發明。

【發明內容】

【0013】 本發明提供了一種高純鉬粉，其GDMS分析純度大於99.995%，較佳大於99.999%的鉬粉。

【0014】 在本發明的一個較佳實施方案中，該鉬粉還具有低的氧、氮、氫、和鎂的含量，例如氧含量不高於1000ppm；氮含量不高於50ppm，較佳不高於40ppm；氫含量不高於20ppm，較佳不高於15ppm，更佳不高於10ppm；鎂含量不高於5ppm。

【0015】 在本發明的一個較佳實施方案中，該鉬粉末的粒徑 $D_{50} < 25 \mu\text{m}$ ，較佳 $D_{50} < 20 \mu\text{m}$ 。

【0016】 除了半導體技術中的濺鍍膜，該鉬粉末也可以用於其它用途，例如醫用、表面噴塗等。

【0017】 本發明還提供了該鉬粉的製造方法，其依次包括如下步驟：

- 1) 將高純鉬錠進行氫化處理；
- 2) 將鉬錠氫化後所得的鉬屑進行破碎，並過篩，然後對其進行酸洗純化處理，以除去球磨過程帶入的雜質污染；
- 3) 對上一步驟得到鉬粉末進行高溫脫氫處理；
- 4) 對上一步驟得到的鉬粉末進行去氧處理；
- 5) 將上一步驟得到的鉬粉末進行酸洗、水洗、烘乾、過篩，
- 6) 將上一步驟得到的鉬粉末進行低溫熱處理，然後進行降溫、鈍化、

出爐、過篩得到成品鋁粉。

【0018】 在本文中，高純鋁錠是指鋁含量達到99.995%以上的鋁錠。目前可以以多種方法得到這種鋁錠，例如可以以各種製程生產的鋁粉為原料，通過高溫燒結除雜或電子轟擊除雜得到。這種鋁錠也可以從市場購得。

【0019】 對於氫化鋁屑的破碎方式沒有限制，例如可以通過氣流粉碎設備或球磨設備進行破碎，但是較佳破碎後的鋁粉顆粒應全部能通過400目或更高篩目的篩網，比如：500目、600目、700目。篩網目數越高、鋁粉越細，但是如果鋁粉太細，比如大於-700目，則較難以控制鋁粉的氧含量。因此，步驟2)中的過篩較佳是指過400-700目篩。出於說明而非限制的目的，在本發明實施例中採用的是球磨破碎。

【0020】 不同於本領域中為了節能而採用的低溫脫氫，本發明較佳通過如下方式進行高溫脫氫：將鋁粉在惰性氣體保護下加熱，在約800-1000℃（比如約900℃、約950℃、約980℃、約850℃、約880℃）下保溫約60-300分鐘（比如約120分鐘、約150分鐘、約240分鐘、約200分鐘），然後進行降溫、出爐、過篩得到脫氫的鋁粉。出乎意料地，發明人發現，採用所述的較高溫度進行脫氫，可以實現在脫氫的同時降低鋁粉表面活性。

【0021】 在本發明的一個較佳實施方案中，在步驟4)中對鋁粉進行低溫去氧處理，即過程最高溫度較佳不高於脫氫溫度，一般去氧處理過程最高溫度低於脫氫溫度約50-300℃（比如約100℃、約150℃、約180℃、約80℃、約200℃），能達到去氧目的的同時保證鋁顆粒不燒結不長大即可，以免鎂或氧化鎂顆粒被包裹在鋁顆粒內部，在後續酸洗過程中不易除去，導致成品鋁粉中鎂含量偏高。

【0022】 在本發明的一個較佳實施方案中，通過向鉬粉加入還原劑進行去氧。較佳地，所述的去氧處理通常在惰性氣體保護的情況下進行。一般來說，該還原劑與氧的親和力比鉬與氧的親和力更大。這樣的還原劑例如為鹼土金屬、稀土金屬及其氫化物，最常用的是鎂粉。作為一個具體的較佳實施方案，可以通過在鉬粉中混入以鉬粉重量計為0.2-2.0%的金屬鎂粉，採用中國專利CN 102120258A中所述的方法進行裝盤，然後在惰性氣體保護的情況下加熱，在約600-750°C（例如約700°C）保溫約2-4小時，然後再抽真空，在抽真空條件下再保溫約2-4小時，然後降溫、鈍化、出爐從而獲得去氧的鉬粉。

【0023】 本行業一般技術人員認為，鉬粉的熱處理又稱之為熱團聚，主要目的是為了改善鉬粉物理性能，提高鉬粉粒徑、鬆裝密度，改善流動性、細微性分佈等作用。但是，不束縛於一般理論，認為本發明的熱處理在確保避免鉬粉粒徑、鬆裝密度增大的同時，還具有更重要的作用，即：盡可能除去去氧後殘餘的金屬鎂、酸洗帶入的H、F等雜質。本發明在真空熱處理爐中進行，過程要求真空度較高，尤其是在熱處理溫度高於約600°C以後，要求真空度為約 1.0×10^{-3} Pa或更高，熱處理溫度採用約600-1200°C的較低溫度，比如約800°C、約950°C、約1000°C、約850°C、約1100°C），熱處理最高保溫時間約15-90分鐘，例如60分鐘。例如，可採用中國專利CN 102120258A中所述的方法進行。

【0024】 本發明的方法的優勢在於採用高溫脫氫、低溫去氧和低溫熱處理的組合方式。由於鉬粉原料中含有因不可避免地吸收氫氣而生成的氫化物，因此其性質（如晶格常數、電阻、硬度）等發生了變化，而採用常

規的低溫脫氫尚不能完全消除這些變化。不束縛於一般理論，認為這裡採用的高溫脫氫在使氫氣充分釋放的同時，還完全消除鉍性質的變化，使鉍粉恢復到原來的狀態。採用低溫去氧的目的在於避免去氧溫度過高造成的顆粒燒結長大。

【0025】 發明人出人意料地發現，採用上述的高溫脫氫、低溫去氧和低溫熱處理的方式，既避免了傳統製程（即脫氫去氧同時進行）中由於溫度過高而帶來的鉍粉顆粒燒結、長大，同時使鎂或氧化鎂的顆粒被包裹在鉍顆粒內部，從而造成的最終產品細微性可控性差，鎂含量偏高的問題；又避免了因為溫度過低而導致的脫氫不徹底造成的氫含量偏高的問題。低溫熱處理主要是除去去氧後殘餘的金屬鎂、酸洗帶入的H、F等雜質，同時確保顆粒不長大，在達到細微性要求的同時，使雜質含量得到了很好的控制。最終，本發明的方法得到了GDMS分析純度大於99.995%的高純鉍粉。

【圖式簡單說明】

無

【實施方式】

【0026】 出於說明而非限制性目的，提供如下實施例。

【0027】 在各實施例中均採用鈉還原氟鉍酸鉀製程得到的鉍粉為原料（簡稱為“鈉還原鉍粉”）。然而，應當理解，採用其它製程得到的鉍粉也能滿足本發明的目的。

【0028】 如本領域技術人員所理解的那樣，下文所述的“壓條”是指將鉍粉末通過等靜壓的方式壓制成鉍坯條。

【0029】 實施例1：選用鈉還原鉍粉為原料，進行壓條、燒結、電子

束熔煉成鉬錠，將鉬錠進行氫化處理。將鉬錠氫化後所得的鉬屑經球磨破碎，並過500目篩。將球磨過篩後的鉬粉用HNO₃和HF的混合酸（HNO₃、HF和水的體積比是4:1:20）酸洗去除金屬雜質，烘乾過篩（將上述鉬粉末放置在密閉爐裡充氫加熱到900°C保溫180分鐘，然後冷卻出爐後過篩。過篩後進行氧含量分析，分析結果見表1。然後將鉬粉與以鉬粉重量計的1%的鎂粉混合，然後在密閉爐裡充氫氣加熱到700°C，保溫2小時，然後冷卻出爐，用硝酸洗滌去掉多餘的鎂及氧化鎂，然後用去離子水洗到中性，將鉬粉烘乾過篩。再將上述鉬粉在10⁻³ Pa真空下加熱到700°C保溫60分鐘、冷卻、鈍化、出爐、過篩得到樣品A，用輝光放電質譜儀(Glow Discharge Mass Spectrometry, GDMS)進行分析，用瑪律文鐳射細微性儀對其進行細微性分佈測試，結果見表1。

【0030】 實施例2：選用鈉還原鉬粉為原料進行壓條、燒結、電子束熔煉成鉬錠，再將鉬錠進行氫化處理。將鉬錠氫化後所得的鉬屑經球磨破碎，並過500目篩。球磨過篩後的粉用HNO₃和HF的混合酸（HNO₃、HF和水的體積比是4:1:20）酸洗去除金屬雜質，烘乾過篩。將上述鉬粉末放置在密閉爐裡充氫加熱到900°C保溫180分鐘，然後冷卻出爐後過篩。過篩後進行氧含量分析，分析結果見表1。然後將鉬粉與鉬粉重量的1%的鎂粉混合，然後在密閉爐裡充氫氣加熱到750°C，保溫2小時，然後冷卻出爐，用硝酸洗滌去掉多餘的鎂及氧化鎂，然後用去離子水洗到中性，將鉬粉烘乾過篩。再將上述鉬粉在10⁻³ Pa真空下加熱到800°C保溫60分鐘、冷卻、鈍化、出爐、過篩得到樣品B，用輝光放電質譜儀(Glow Discharge Mass Spectrometry, GDMS)進行分析，用瑪律文鐳射細微性儀對其進行細微性分

佈測試，結果見表1。

【0031】 實施例3：選用鈉還原鉍粉為原料進行壓條、燒結、電子束熔煉成鉍錠，再將鉍錠進行氫化處理。將鉍錠氫化後所得的鉍屑經球磨破碎，並過500目篩。球磨過篩後的粉用HNO₃和HF的混合酸（HNO₃、HF和水的體積比是4:1:20）酸洗去除金屬雜質，烘乾過篩。將上述鉍粉末放置在密閉爐裡充氫加熱到900°C保溫180分鐘，然後冷卻出爐後過篩。過篩後進行氧含量分析，分析結果見表1。然後將鉍粉與鉍粉重量的1%的鎂粉混合，然後在密閉爐裡充氫氣加熱到700°C，保溫2小時，然後冷卻出爐，用硝酸洗滌去掉多餘的鎂及氧化鎂，然後用去離子水洗到中性，將鉍粉烘乾過篩。再將上述鉍粉在10⁻³ Pa真空下加熱到1100°C保溫30分鐘、冷卻、鈍化、出爐、過篩得到樣品C，用輝光放電質譜儀(Glow Discharge Mass Spectrometry, GDMS)進行分析，用瑪律文鐳射細微性儀對其進行細微性分佈測試，結果見表1。

【0032】 對比例：選用鈉還原鉍粉為原料進行壓條、燒結、電子束熔煉成鉍錠，再將鉍錠進行氫化處理。將鉍錠氫化後所得的鉍屑經球磨破碎，並過500目篩。球磨過篩後的粉用HNO₃和HF的混合酸（HNO₃、HF和水的體積比是4:1:20）酸洗去除金屬雜質，烘乾過篩。將上述鉍粉與鉍粉重量的1%的鎂粉混合，然後在密閉爐裡充氫氣加熱到850°C，保溫2小時，然後冷卻出爐，用硝酸洗滌去掉多餘的鎂及氧化鎂，然後用去離子水洗到中性，將鉍粉烘乾過篩得到樣品D，用輝光放電質譜儀(Glow Discharge Mass Spectrometry, GDMS)進行分析，用瑪律文鐳射細微性儀對其進行細微性分佈測試，結果見表1。

編號	去氧前 O (ppm)	去氧後 O (ppm)	N (ppm)	H (ppm)	Mg (ppm)	純度 (%)	細微性 D50 μm
A	1280	650	30	10	1.2	>99.999	10.425
B	950	450	35	10	0.8	>99.999	13.05
C	1300	700	30	10	0.12	>99.999	15.17
D	--	1200	36	70	33	99.992	13.49

【0033】 由上述資料可以看出，採用本發明的方法所處理鋁粉末的粒徑 $D_{50} < 25 \mu\text{m}$ ，純度至少達到99.999%以上。

【0034】 本申請中所涉及各個參數的分析設備及型號如下表所示。

分析項目	分析設備名稱	規格型號	生產廠家
平均粒徑 (μm)	瑪律文鐳射細微性儀	Mastersizer 2000	英國瑪律文儀器有限公司
O、N、H	氧氮分析儀	LECO CS-436	美國力可公司
Mg(ppm)/純度	輝光放電質譜儀	Element GD	Thermo Fisher Scientific

【符號說明】

無

【生物材料寄存】

國內寄存資訊【請依寄存機構、日期、號碼順序註記】

國外寄存資訊【請依寄存國家、機構、日期、號碼順序註記】

【序列表】(請換頁單獨記載)

發明摘要

※ 申請案號：104101358

※ 申請日：104.1.15

※IPC 分類：C22 C 27/02 (2006.01)
B22 F 9/00 (2006.01)

【發明名稱】(中文/英文)

一種高純鉬粉及其製備方法

【中文】

本發明涉及一種高純鉬粉及其製備方法，該鉬粉的GDMS分析純度大於99.995%。較佳地，該鉬粉的氧含量不高於1000ppm，氮含量不高於50ppm，氫含量不高於20ppm，鎂含量不大於5ppm，且粒徑D50<25 μm。

【英文】

申請專利範圍

1. 一種高純冶金級鉬粉，GDMS 分析純度大於 99.995%，其中該鉬粉的氧含量不高於 1000ppm，鎂含量不高於 5ppm，氫含量不高於 20ppm，且該鉬粉的粒徑 $D_{50} < 25 \mu\text{m}$ 。
2. 如申請專利範圍第 1 項所述高純冶金級鉬粉，其中該鉬粉氮含量不高於 50ppm。
3. 如申請專利範圍第 2 項所述高純冶金級鉬粉，其中該鉬粉氮含量不高於 40ppm。
4. 如申請專利範圍第 1-3 項中任一項所述高純冶金級鉬粉，其中氫含量不高於 15ppm。
5. 如申請專利範圍第 4 項所述高純冶金級鉬粉，其中氫含量不高於 10ppm。
6. 如申請專利範圍第 1-3 項及第 5 項中任一項所述高純冶金級鉬粉，其中該鉬粉的粒徑 $D_{50} < 20\mu\text{m}$ 。
7. 一種製備如申請專利範圍第 1-6 項中任一項所述的高純冶金級鉬粉的方法，該方法依次包括如下步驟：
 - 1) 將高純鉬錠進行氫化處理；
 - 2) 將鉬錠氫化後所得的鉬屑進行破碎，然後對其進行酸洗純化處理，以除去球磨過程帶入的雜質污染；
 - 3) 對步驟 2) 得到鉬粉末進行高溫脫氫處理；
 - 4) 對步驟 3) 得到的鉬粉末進行去氧處理，其中去氧處理溫度低於脫氫處理溫度；
 - 5) 將步驟 4) 得到的鉬粉末進行酸洗、水洗、烘乾、過篩。
 - 6) 將步驟 5) 得到的鉬粉末進行低溫熱處理，然後進行降溫、鈍化、出爐、過篩得到成品鉬粉。
8. 如申請專利範圍第 7 項所述的方法，其中高純鉬錠是指鉬含量達到 99.995% 以上的鉬錠。
9. 如申請專利範圍第 7 項所述的方法，其中通過如下方式進行高溫脫氫：將鉬粉在 800-1000°C 下保溫 60-300 分鐘，然後進行降溫、出爐、過篩得到脫氫的鉬粉。
10. 如申請專利範圍第 7 項所述的方法，其中通過如下方式進行高溫脫氫：

將鉬粉在 800-900°C 下保溫 60-300 分鐘。

11. 如申請專利範圍第 7 項所述的方法，其中通過如下方式進行高溫脫氫：
將鉬粉在約 900-1000°C 下保溫 60-300 分鐘。
12. 如申請專利範圍第 7 項所述的方法，其中通過如下方式進行高溫脫氫：
將鉬粉在 800-950°C 下保溫 60-300 分鐘。
13. 如申請專利範圍第 7 項所述的方法，其中通過如下方式進行高溫脫氫：
將鉬粉在 800-980°C 下保溫 60-300 分鐘。
14. 如申請專利範圍第 7 項所述的方法，其中通過如下方式進行高溫脫氫：
將鉬粉在 880-1000°C 下保溫 60-300 分鐘。
15. 如申請專利範圍第 9-14 項中任一項所述的方法，其中將鉬粉保溫 60-120 分鐘。
16. 如申請專利範圍第 15 項所述的方法，其中將鉬粉保溫 60-150 分鐘。
17. 如申請專利範圍第 15 項所述的方法，其中將鉬粉保溫 60-200 分鐘。
18. 如申請專利範圍第 15 項所述的方法，其中將鉬粉保溫 60-240 分鐘。
19. 如申請專利範圍第 15 項所述的方法，其中將鉬粉保溫 120-300 分鐘。
20. 如申請專利範圍第 15 項所述的方法，其中將鉬粉保溫 150-300 分鐘。
21. 如申請專利範圍第 15 項所述的方法，其中將鉬粉保溫 200-300 分鐘。
22. 如申請專利範圍第 15 項所述的方法，其中將鉬粉保溫 240-300 分鐘。
23. 如申請專利範圍第 7-14 項及第 16-22 項所述的方法，其中去氧處理的溫度比脫氫溫度低 50-300°C。
24. 如申請專利範圍第 23 項所述的方法，其中去氧處理的溫度比脫氫溫度低 100-300°C。
25. 如申請專利範圍第 23 項所述的方法，其中去氧處理的溫度比脫氫溫度低 150-300°C。
26. 如申請專利範圍第 23 項所述的方法，其中去氧處理的溫度比脫氫溫度低 180-300°C。
27. 如申請專利範圍第 23 項所述的方法，其中去氧處理的溫度比脫氫溫度低 80-300°C。
28. 如申請專利範圍第 23 項所述的方法，其中去氧處理的溫度比脫氫溫度低 200-300°C。

29. 如申請專利範圍第 23 項所述的方法，其中去氧處理的溫度比脫氫溫度低 50-100°C。
30. 如申請專利範圍第 23 項所述的方法，其中去氧處理的溫度比脫氫溫度低 50-150°C。
31. 如申請專利範圍第 23 項所述的方法，其中去氧處理的溫度比脫氫溫度低 50-180°C。
32. 如申請專利範圍第 23 項所述的方法，其中去氧處理的溫度比脫氫溫度低 50-200°C。
33. 如申請專利範圍第 7-14 項、第 16-22 項以及第 24-32 項中任一項所述的方法，其中所述的低溫熱處理溫度通過在 600-1200°C 保溫 15-90 分鐘進行。
34. 如申請專利範圍第 33 項所述的方法，其中低溫熱處理時的真空度為 10^{-3} Pa 或更高。
35. 如申請專利範圍第 33 項所述的方法，其中所述的低溫熱處理通過在 600-1200°C 保溫 15-60 分鐘進行。
36. 如申請專利範圍第 33 項所述的方法，其中所述的低溫熱處理通過在 600-1200°C 保溫 60-90 分鐘進行。
37. 如申請專利範圍第 7-14、16-22、24-32 以及 34-36 項中任一項所述的方法，其中在步驟 2) 中將鉬屑破碎到通過 400 目-700 目篩網。
38. 一種如申請專利範圍第 1-6 項中任一項所述的鉬粉，在半導體、醫藥和/或表面噴塗中的用途。

【代表圖】

【本案指定代表圖】：無

【本代表圖之符號簡單說明】：

無

【本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式】：

無