



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公開本

(11)公開編號：200914123

(43)公開日：中華民國98(2009)年4月1日

(21)申請案號：097125849

(22)申請日：中華民國97(2008)年7月9日

(51)Int. Cl.：

B01J19/00 (2006.01)

C07B61/00 (2006.01)

C07F7/30 (2006.01)

C07F5/06 (2006.01)

(30)優先權主張：2007/07/20

美國

60/961,370

(71)申請人：羅門哈斯公司 ROHM AND HAAS COMPANY

美國

(72)發明人：里皮耶基 法蘭西斯 喬瑟夫 LIPIECKI, FRANCIS JOSEPH；馬洛多 史帝分 吉瑞
MAROLDO, STEPHEN GERARD；雪奈卡卡提 德歐達塔 凡娜亞 SHENAI-KHATKHATE,
DEODATTA VINAYAK；韋恩 羅柏特 A WARE, ROBERT A.

(72)代理人：洪武雄；陳昭誠

申請實體審查：有 申請專利範圍項數：12 項 圖式數：0 共 34 頁

(54)名稱

製備有機金屬化合物之方法

METHOD OF PREPARING ORGANOMETALLIC COMPOUNDS

(57)摘要

一種製備超純有機金屬化合物的方法，包含於金屬鹵化物與烷化劑反應之合成中使用微通道裝置以產生用於例如化學氣相沉積等製程之超純烷基金屬化合物。



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公開本

(11)公開編號：200914123

(43)公開日：中華民國98(2009)年4月1日

(21)申請案號：097125849

(22)申請日：中華民國97(2008)年7月9日

(51)Int. Cl. : **B01J19/00 (2006.01)**
C07F7/30 (2006.01)

C07B61/00 (2006.01)
C07F5/06 (2006.01)

(30)優先權主張：2007/07/20 美國

60/961,370

(71)申請人：羅門哈斯公司 ROHM AND HAAS COMPANY
美國

(72)發明人：里皮耶基 法蘭西斯 喬瑟夫 LIPIECKI, FRANCIS JOSEPH；馬洛多 史帝分 吉瑞
MAROLDO, STEPHEN GERARD；雪奈卡卡提 德歐達塔 凡娜亞 SHENAI-KHATKHATE,
DEODATTA VINAYAK；韋恩 羅柏特 A WARE, ROBERT A.

(72)代理人：洪武雄；陳昭誠

申請實體審查：有 申請專利範圍項數：12 項 圖式數：0 共 34 頁

(54)名稱

製備有機金屬化合物之方法

METHOD OF PREPARING ORGANOMETALLIC COMPOUNDS

(57)摘要

一種製備超純有機金屬化合物的方法，包含於金屬鹵化物與烷化劑反應之合成中使用微通道裝置以產生用於例如化學氣相沉積等製程之超純烷基金屬化合物。

六、發明說明：

本申請案根據 35 U.S.C. § 119(e)主張於 2007 年 7 月 20 日申請之編號為 60/961, 370 之美國暫時專利申請案的優先權。

【發明所屬之技術領域】

本發明有關於製備有機金屬化合物(OMCs)之方法。更特定而言，本發明係針對製備用於例如化學氣相沉積等製程中之高純度有機金屬化合物的方法。

【先前技術】

金屬膜可以例如化學氣相沉積(“CVD”)，物理氣相沉積(“PVD”)及其他晶膜技術(如液相磊晶法(“LPE”)，分子束磊晶法(“MBE”)，化學束磊晶法(“CBE”)及原子層沉積(“ALD”))等各種方法沉積於例如非導電性(電子材料應用)表面等表面上。例如金屬有機化學氣相沉積(“MOCVD”)之化學氣相沉積製程係在升高之溫度中，即在大氣壓或減壓下超過室溫的溫度中，藉由分解有機金屬前驅物化合的方式沉積金屬層。多種金屬皆可以 CVD 或 MOCVD 製程沉積。

就半導體和電子設備應用來說，有機金屬前驅化合物必須為超純且實質上排除可偵測程度之例如矽和鋅之金屬雜質和其他雜質，包括碳氫化合物及含氧化合物。理想上，超純度為所製造之材料具有雜質<0.1 重量%，較佳雜質<1ppm，或甚至<1ppb。含氧雜質的來源通常為用來準備該等有機金屬化合物之溶劑，也可來自濕度或氧氣的其他外

在來源。當製備用於電子應用的材料包括用於 CVD 以產生用於 LEDs 及光電設備之化合物半導體的第 III 族及第 V 族 OMCs、或用於 ALD 以生長用於先進矽晶片之薄膜的有機金屬前驅物)時，達到超純度是很重要的。某些雜質和有機金屬前驅化合物有相似的沸點，因而造成難以利用傳統蒸餾技術達成高純度。

目前已進行許多工作來改良製備超純有機金屬前驅化合物的合成方法。以前使用批次製程來製備有機金屬前驅化合物，但如美國專利編號 6,495,707 及美國專利公開案編號 2004/0254389 所揭露，最近已有例如三甲基銦及三甲基鎵之有機金屬化合物的連續製造法。

儘管已有這些進展，有機金屬化合物的合成依舊困難。許多反應是放熱的，因此難以大量生產，特別是還需具有如此高純度。此外，按比例增減材料的產生以符合變動需求很困難，儲存有機金屬化合物也很不方便，因為可能會引入雜質和降解產物。

用來純化之傳統方法包括蒸餾法、結晶法、加成物純化法、質量選擇性超高速離心以及和蒸餾法結合之化學處理。儘管這些方法能減少雜質程度，產生超純有機金屬化合物以符合今日最先進之電子設備的性能要求之需求仍持續不斷。此外，以現有方法達到純度程度通常有經濟限制。過多的資金或操作花費會因雜質及有機金屬化合物的物理及/或化學性質產生之不能接受的產率損失、能量輸入、或製程循環時間而限制可達到之純度。

譬如，可使用范士祺方程式(Fenske Equation)依據成分的相對揮發性(α)及所需純度來估計蒸餾所需之最小平衡階數。為了消除最有問題之近沸點雜質($\alpha < 1.2$)，階數或理論等板高度(HETP)，可能超過 50、100 或甚至 200，就算以今天最先進的填充技術，要達到這些數值仍需要高度 >10 公尺的管柱(HETP=0.05 到 0.20 公尺(m))。試圖製備超純材料時，這個大小的管柱難以規模放大(scale-up)，且大量庫存起火性有機金屬化合物的會產生操作挑戰及安全考量。

因此，持續需要製備用來作為 CVD 前驅物之超純有機金屬化合物的新方法。

因憑藉著微通道裝置的優點，本發明符合前述需求。微通道裝置提供對流程條件更好的控制、改良的安全性、及提升由實驗室發展到商業製造的上市速度。微通道裝置之一例，連續流動微反應器，可經由優異的熱及質量傳遞以控制反應條件及透過低存量材料而減少反應失控或有害物溢出的風險，而有助於達到改良之合成產率和純度。微通道裝置還可進一步以“數目放大”多重裝置而使生產規模放大以在無性能損失及明顯節省時間及花費且不需傳統製程規模放大研究的狀況下符合市場需求。

對試劑、溶劑、中間物或最終產物的分離及純化步驟來說，微通道裝置也可用於該等步驟而具有類似的優點。微通道技術的優點來自於裝置中提供大表面積而使相間能達到高交換率。微通道結構尺寸(典型地為 1 至 1000 微米

(micron))經由提高界面現象的重要性及減少熱和質量傳遞距離來達成分離度的增加。這些裝置中優異的熱與質量傳遞提供相間的高交換率及更佳的溫度控制，以達到更有效分離階段或更低的理論等板高度(HETP)。在固定的分離裝置幾何學中，這允許為達較高純度的更多階段。這也經由較佳熱交換整合改良能量效率而有益於較低資金密集度或較低操作花費。

微通道裝置可用於多種分離應用，包括蒸餾，吸附，萃取以及脫氣技術。

憑藉微通道技術的優點，本發明成功地製備超純有機金屬前驅化合物。

【發明內容】

本發明之一態樣係提供一種製備超高純度有機金屬化合物的製程，此製程包括：

在微通道裝置中使用例如金屬鹵化物之金屬鹽及例如烷基金屬之烷化劑進行反應以產生有機金屬化合物，其中產生之化合物擁有化學氣相沉積製程所需之最小純度。

本發明之第二態樣係提供一種製備超高純度有機金屬化合物的方法，其包括在微通道裝置中純化含有雜質的有機金屬化合物，以將具有相對揮發性(α)且 $0.8 < \alpha < 1.5$ 的雜質程度降低到適用於電子材料應用的程度。

【實施方式】

如於此處使用，術語“金屬鹵化物”意指包含金屬及與該金屬結合之至少一鹵素的化合物。此金屬也可能有其

他非鹵化物取代基。

如於此處所使用，術語“電子材料應用”意指包含但不侷限於化學氣相沉積(“CVD”)，物理氣相沉積(“PVD”)，及例如液相磊晶法(“LPE”)、分子束磊晶法(“MBE”)、化學束之應用磊晶法(“CBE”)及原子層沉積(“ALD”)之其他磊晶技術之應用。在電子材料應用中，具有相對揮發性(α)且 $0.8 < \alpha < 1.5$ 之雜質的程度通常必須低於 100ppm，或低於 1ppm。

“鹵素”意指氟、氯、溴及碘，而“鹵基”意指氟基、氯基、溴基及碘基。同樣地，“鹵化”意指氟化、氯化、溴化及碘化。“烷基”意指直鏈、支鏈及環狀烷基。同樣地，“烯基”及“炔基”分別意指直鏈、支鏈及環狀之烯基及炔基。術語“第 IV 族金屬”並不意圖包含例如碳之非金屬第 IV 族元素。同樣地，術語“第 VI 族金屬”並不包含例如氧及硫之非金屬第 VI 族元素。“芳基”意指任何芳香族部份，較佳為芳香族碳氫化合物。

冠詞“a”及“an”意指單數及複數。

如於此處所使用，“CVD”試圖包含所有形式的化學氣相沉積，譬如：金屬有機化學氣相沉積(MOCVD)、金屬有機氣相磊晶法(MOVPE)、有機金屬氣相磊晶法(OMVPE)、有機金屬化學氣相沉積及(OMCVD)及遠端電漿化學氣相沉積(RPCVD)。在 CVD 製程中，為了符合以這些有機金屬化合物製備的半導體裝置的電子或光電性能之嚴格要求，有機金屬化合物必須至少有 99.9999% 的純度。

除非另外註明，否則所有量都為重量百分比，所有比率都為莫耳比率。所有數值範圍皆包含上、下限值，除了此等數值範圍顯然受到總合至多 100%之限制外，餘皆可以任何順序組合使用。

微通道裝置提供化學合成及純化的新機會。微通道裝置之通道橫剖面尺寸(寬度)為 0.1 到 5,000 微米 (micrometer)，1 到 1,000 微米更佳，或 1 到 100 微米則更好。微通道裝置通常包含與主要流動方向平行之液體流動多重通道。因為通道橫剖面尺寸很小，微通道裝置之表面積對體積的比率很高，因此造成高效率的質量和熱傳遞。更特定而言，質量傳遞係在分子規模，而熱傳遞係數可高達 25 千瓦/平方公尺·絕對溫度(kilowatts/square meter·Kelvin)或更高。作為比較，傳統夾套反應器之熱傳遞係數通常為 0.1 到 0.2 千瓦/平方公尺·絕對溫度。微通道裝置的高效率質量與熱傳遞能更緊密地控制例如溫度、反應物濃度及滯留時間之反應條件。對於製備高純度有機金屬產物來說，溫度控制特別重要。偏離吸熱或放熱反應之等溫條件會導致不需要之副產物量的增加，因而造成低產率及純度。在製備高純度產物時之準確溫度控制將減少，或在某些情況中免除後續純化的需求，因而減少產生有機金屬化合物的所需總資源量。

通常每個微通道裝置產生小量的有機金屬前驅物，所以可併用多個微通道裝置。可在任何特定時間點以增加或減少使用之微通道裝置總數來控制一系列微通道裝置產生

之總體積，因此減少或免除產物儲存的需求。

可以任何包括但不侷限於金屬、聚合物、陶瓷、矽或玻璃之傳統材料製備微通道裝置。金屬的範例包括但不侷限於例如可輕易由哈氏合金國際公司(Haynes International, Inc.)購得之哈氏(Hastelloy™)合金之金屬合金；以及例如 304, 312 及 316 不銹鋼之奧氏體不銹鋼(austenitic stainless steel)。製造方法包括但不侷限於機械微加工、鑄模、流延成型、蝕刻、雷射圖案化、噴砂、熱壓成型、光微影術以及微立體光微影術。可以平滑通道壁及/或在通道壁具有增加熱及質量傳遞的結構特徵之通道來建構微通道裝置。微反應器是微通道裝置其中一例。

在某些用來進行反應的微通道裝置實施例中，微反應器含有每個試劑的入口。在使用三種或更多種試劑的反應中，在進入微反應區前所有試劑無法結合在一起的條件下，可結合兩種或更多種試劑然後經由單一入口饋入微反應器中。譬如反應中使用三種試劑時，彼等試劑中之兩種可經由相同入口一起饋入微反應器中，第三種試劑則可經由第二入口饋入。

微通道裝置可包含經由外在冷或熱源來控制溫度的獨立通道系統。系統的範例包括但不侷限於熱油、熱水、熱蒸氣、冷油、冷水、冷水浴及冷藏單元。此處所使用之“熱”表示高於室溫的溫度，通常超過 35°C。此處所使用之“冷”表示低於室溫的溫度，通常低於 15°C。在微反應

器的案例中，會在特定合成反應之適合溫度下操作裝置。

微通道裝置可進一步包含用於混合進料流的微混合器。

根據製程需求或裝置的製造方法，微通道裝置的長度可介於 1 微米到 1 公尺或是更長。若需要達到所需之總長度，可依序使用多重微通道裝置。在微反應器的案例中，除了流速及溫度，所欲進行特定反應的動力學也決定了微通道裝置的長度。較慢的反應需要在微反應器中較長的滯留時間，因此需要較長的微反應器。此外，欲進行序列反應時，微反應器於延著裝置的管長上或於裝置間可含有額外試劑之額外入口。

微通道裝置包含用以移去產物之出口。某些實施例中，微通道裝置包含兩個出口，一個用於液流，一個用於氣流。可使用傳統純化方式、微通道純化或兩者併用來純化微反應器產生之產物流。

美國專利第 6,537,506 號揭露了一種微反應器範例，其描述一含有熱傳遞流體路徑、反應物流體路徑、產物路徑、混合室及反應室的堆積式承載板多重通道反應器。

微通道裝置可視需要地含有用來控制液體膜厚度及增強界面現象之芯或膜構造。微通道裝置可用來進行包括蒸餾之流體分離。把乙烷與乙烯分離之 C_2 分離器是一個將微通道裝置應用在商業上重要蒸餾方法的應用。微通道蒸餾製程可減少乙烯製備之能量消耗及資金花費。

本發明提供一種在微通道裝置中藉由使金屬鹽及烷

化劑進行反應以產生用在例如化學氣相沉積等製程中之超純烷基金屬化合物的有機金屬化合物製程。此外，本發明之烷化劑本身也可被純化。

金屬鹽及烷化劑的組合範例包括但不侷限於在例如微反應器等微通道裝置中將金屬鹵化物與三烷基鋁溶液反應、將金屬鹵化物溶液與鹵化烷基鎂反應、或將金屬鹵化物溶液與烷化鋰溶液反應，以產生烷基金屬化合物。在某些實施例中，烷化劑對金屬鹽的莫耳比率大於或等於 1。在某些實施例中，莫耳比率大於或等於 2。在某些實施例中，莫耳比率大於或等於 3。

金屬鹵化物可包含第 II 族、第 III 族、第 IV 族或第 V 族金屬。在金屬鹵化物中有足夠數量的鹵素以形成中性化合物。金屬鹵化物之範例包括但不侷限於 ZnCl_2 、 GaCl_3 、 InCl_3 、 InBr_3 、 InI_3 、 GeCl_4 、 SiCl_4 、 SnCl_4 、 PCl_3 、 AsCl_3 、 SbCl_3 及 BiCl_3 。

三烷基鋁溶液包含三個烷基，這三個烷基可以相同也可以不同。每個烷基包含 1 到 8 個碳。烷基可為直鏈、支鏈或環狀。鹵化烷基鎂及烷基鋰化合物包含具有 1 到 8 個碳的單一烷基。同樣地，烷基可為直鏈、支鏈或環狀。

金屬鹽溶液及烷化劑溶液可包含對兩組成分間之反應呈惰性，也對反應產生之任何產物呈惰性之任何有機溶劑。在某些實施例中，金屬鹽溶液中沒有溶劑，即金屬鹽已經是液態形式，可在“不摻有其他物質(neat)”之狀況下加入。應選擇提供足夠溶解度以利反應進行之溶劑。金

屬鹽溶液及烷化劑溶液可使用相同或不同溶劑。特別適合之有機溶液包括但不侷限於碳氫化合物及芳香族碳氫化合物。有機溶劑之範例包括但不限制於苯；經烷基取代之苯：譬如甲苯、二甲苯及例如(C₁₀-C₁₂)烷基苯及(C₁₀-C₁₂)烷基聯苯之(C₄-C₂₀)烷基苯；以及例如戊烷、己烷、庚烷、辛烷、癸烷、十二烷、鯊烷、環戊烷、環己烷以及環庚烷之脂肪族碳氫化合物；以及其混合物。若有機溶劑為苯、甲苯、二甲苯、(C₄-C₂₀)烷基苯、己烷、庚烷、環戊烷或環己烷則更好。應理解可有利地使用超過一種有機溶劑。這些有機溶劑通常可由各種來源購得，譬如奧瑞奇化學(Aldrich Chemicals)(威斯康辛州密爾瓦基市(Milwaukee, Wis.))。可照原樣使用購得之溶劑或較佳在使用前先純化。

較佳在使用前對有機溶劑進行乾燥及去氧。可以多種方法使溶劑去氧，譬如以惰性氣體淨化、在真空中使溶劑脫氣、或結合以上方法。適合的惰性氣體包括氫、氮及氬，使用氫和氮較好。

在另一個實施例中，可將離子液體當作不會與考慮中的有機金屬合成進行交互作用的溶劑使用，並提供對環境友善之“綠色溶劑”。離子液體通常是在低溫下是液體，熔點低於100°C之鹽類。許多離子液體在室溫下還是液相，這些液體被稱為室溫離子液體。離子液體完全由離子組成，且通常由巨大有機陽離子及無機陰離子組成。因為這些化合物中有高庫倫力(Coulombic force)，離子液體實質上並無蒸氣壓。

本發明可使用任何適合的離子液體。用於離子液體中的陽離子範例包括但不侷限於烴基銨陽離子、烴基磷陽離子、烴基吡啶鎘陽離子以及二烴基咪唑鎘陽離子。用於本案離子液體中的陰離子範例包括但不侷限於氯金屬酸-陰離子；例如四氯硼酸陰離子及經烴基取代之氯硼酸陰離子之氯硼酸陰離子；以及例如六氯磷酸陰離子及經烴基取代之氯磷酸陰離子之氯磷酸陰離子。氯金屬酸陰離子的範例包括但不侷限於例如四氯鋁酸陰離子及氯三烷基鋁酸陰離子之氯鋁酸陰離子；例如氯三甲基沒食子酸及四氯沒食子酸之氯沒食子酸陰離子；例如四氯鉬酸及氯三甲基鉬酸之氯鉬酸陰離子。

合適之氯鋁酸系離子液體包括但不限制於具有經烴基取代之銨鹵化物、經烴基取代之磷鹵化物、經烴基取代之吡啶鎘鹵化物或經烴基取代之咪唑鎘鹵化物者。氯鋁酸系離子液體的範例包括但不限制於氯鋁酸三甲基苯基銨(“TMPACA”)，氯鋁酸苯甲基三甲基銨(“BTMACA”)，氯鋁酸苯甲基三乙基銨(“BTEACA”)，氯鋁酸苯甲基三丁基銨(“BTBACA”)，氯鋁酸三甲基苯基磷(“TMPPCA”)，氯鋁酸苯甲基三甲基磷(“BTMPCA”)，氯鋁酸苯甲基三乙基磷(“BTEPCA”)，氯鋁酸苯甲基三丁基磷(“BTBPCA”)，氯鋁酸 1-丁基-4-甲基-吡啶鎘(“BMPYCA”)，氯鋁酸 1-丁基-吡啶鎘(“BPYCA”)，氯鋁酸 3-甲基-1-丙基-吡啶鎘(“MPPYCA”)，氯鋁酸 1-丁基-3-甲基-咪唑鎘(“BMIMCA”)，氯鋁酸 1-乙基-3-甲基-咪唑鎘

(“EMIMCA”)，溴-三氯鋁酸 1-乙基-3-甲基-咪唑鎗
 (“EMIMBTCA”)，氯鋁酸 1-己基-3-甲基咪唑鎗
 (“HMIMCA”)，氯三甲基鋁酸苯甲基三甲基鎰
 (“BTMACTMA”)以及氯鋁酸 1-甲基-3-辛基-咪唑鎗
 (“MOIMCA”)。

其他合適之離子液體包含具有氟硼酸陰離子或氟磷酸陰離子者，譬如但不侷限於氟硼酸三甲基苯基鎰
 (“TMPAFB”)，氟硼酸苯甲基三甲基鎰 (“BTMAFB”)，氟
 硼酸苯甲基三乙基鎰 (“BTEAFB”)，氟硼酸苯甲基三丁基
 鎰 (“BTBAFB”)，氟硼酸三甲基苯基鎰 (“TMPPFB”)，氟
 硼酸苯甲基三甲基鎰 (“BTMPFB”)，氟硼酸苯甲基三乙基
 鎰 (“BTEPFB”)，氟硼酸苯甲基三丁基鎰 (“BTBPFB”)，
 氟硼酸 1-丁基-4-甲基-吡啶鎗 (“BMPFB”)，氟硼酸 1-丁
 基-吡啶鎗 (“BPFB”)，氟硼酸 3-甲基-1-丙基-吡啶鎗
 (“MPPFB”)，氟硼酸 1-丁基-3-甲基-咪唑鎗
 (“BMIMFB”)，氟硼酸 1-乙基-3-甲基-咪唑鎗
 (“EMIMFB”)，溴-三氟硼酸 1-乙基-3-甲基-咪唑鎗
 (“EMIMBTFB”)，氟硼酸 1-己基-3-甲基-咪唑鎗
 (“HMIMFB”)，氟硼酸 1-甲基-3-辛基-咪唑鎗 (“MOIMFB”) 以及
 氟磷酸苯甲基三甲基鎰 (“BTMAFP”)。

離子液體通常可由市面上購得或可以本技術領域中
 已知方法製備。可照原樣使用這些化合物或在使用前進一步
 純化。

所選擇之溶液濃度及量使烷化劑化合物對金屬鹽的

莫耳比率大於或等於特定烷化反應所需之化學當量需求。

具有三烷基鋁之金屬鹵化物溶液反應可於-10 到 100 °C 進行。可用之壓力為 1 到 10 巴(bar)。

具有烷基鎂鹵化物或烷基鋰溶液之金屬鹵化物溶液反應可於-50 到 50°C 進行。可用之壓力為 1 到 10 巴。

本發明之另一個實施例提供了一種製備適合作為原子層沉積(ALD)來源的金屬脒類化合物(metal amidinate compound)之方法。金屬脒類組成物是適合作為 ALD 前驅物的有機金屬化合物，其化學式為 $(R^1NCR^2NR^3)_nM^{+m}L^1_{(m-n)}L^2_p$ ，其中 R^1 ， R^2 以及 R^3 分別獨立地選自：H， (C_1-C_6) 烷基， (C_2-C_6) 烯基， (C_2-C_6) 炔基，二烷基氨基，二(經矽烷基取代之烷基)氨基，二矽烷基氨基，二(經烷基取代之矽烷基)氨基，以及芳基；M=金屬； L^1 =陰離子配位基； L^2 =中性配位基；m=M 的價數；n=0 至 6；p=0 至 3；其中 $m \geq n$ 。在自然界中金屬脒類可為全對稱(homoleptic)或半對稱(heteroleptic)，即可包含不同脒類配位基或脒類及其他陰離子配位基之組合。此化合物適合用於多種氣相沉積法中，譬如化學氣相沉積(“CVD”)，且特別適合用於原子層沉積(“ALD”)中。亦提供含有上述化合物及有機溶劑之組成物。此組成物特別適合用在 ALD 及直接液體注射(“DLI”)製程中。

製備有機金屬脒類化合物的方法包括使金屬鹵化物溶液和脒基鋰(amidinato lithium)溶液在例如微反應器等微通道裝置中反應以產生金屬烷基脒類化合物，其中脒基鋰化合物相對於金屬鹵化物的莫耳比率大於或等於 1。

在某些實施例中，莫耳比率大於或等於 2。在某些實施例中，莫耳比率大於或等於 3。

金屬鹵化物可包含第 II 族到第 VIII 族的金屬。在金屬鹵化物中有足夠數目的鹵素以形成中性化合物。金屬鹵化物之範例包括但不侷限於 ZnCl_2 ， GaCl_3 ， InBr_3 ， AlCl_3 ， HfCl_4 ， ZrCl_4 ， GeCl_4 ， SiCl_4 ， TaCl_5 ， WCl_6 ， SbCl_3 以及 RuCl_3 。

脒基鋰化合物包含具有 1 到 8 個碳的烷基或芳基或環狀基的單一脒基。烷基可為直鏈，支鏈或環狀的。

金屬鹵化物溶液及脒基鋰溶液可包含對金屬鹵化物及脒基鋰溶液間之反應呈惰性，也對反應產生之任何產物呈惰性之任何溶劑。必須對溶劑及試劑進行乾燥及去氧。應選擇提供足夠溶解度之溶劑以利反應進行。金屬鹵化物溶液及脒基鋰溶液可使用相同或不同溶劑。溶劑範例包括但不侷限於前述溶劑。

在某些實施例中金屬鹵化物溶液中沒有溶劑，即金屬鹵化物已經是液態形式，可在“不摻有其他物質”之狀況下加入。所選擇之溶液濃度及量使脒基鋰化合物對金屬鹵化物的莫耳比率大於或等於所欲反應所需之化學當量需求。

反應可於 -50 到 50°C 進行。可用之壓力為 1 到 10 巴。

在另一個實施例中，製備有機金屬化合物的方法包含於三級胺、三級膦或三級胺及三級膦之混合物存在時讓金屬鹵化物溶液在例如微反應器等微通道裝置中與烷基金屬溶液反應。

特定而言，此方法包含於三級胺、三級膦或三級胺及三級膦之混合物存在時使化學式為 R_mMX_{4-m} 的金屬鹵化物與化學式為 $R^nM^1X^{1}_{3-n}$ 的第 III 族化合物在有機溶劑中反應，以產生烷基金屬化合物，其中每個 R 分別獨立地選自：H，烷基，烯基，炔基以及芳基；M 選自第 IV 族金屬及第 VI 族金屬；每個 X 獨立地為鹵素；每個 R^4 獨立地選自 (C_1-C_6) 烷基； M^1 則為第 III 族金屬；每個 X^1 獨立地為鹵素； $m=0$ 至 3；及 $n=1$ 至 3。第 IV 族金屬鹵化物及第 VI 族金屬鹵化物通常可由例如基利斯特公司(Gelest, Inc.)(賓州圖萊鎮(Tullytown, Pa.))購得或以文獻中之已知方法製備。可照原樣使用溶劑或較佳在使用前先純化。熟知此技術者將瞭解，可使用超過一種金屬鹵化物，超過一種第 III 族化合物以及其組合。

第 IV 族金屬的範例包括但不侷限於矽、鍺以及錫。第 VI 族金屬範例包括但不限制於碲及硒。M 為矽、鍺或錫較好，較佳為鍺。X 可以為任何鹵素。每個 X 可以相同或可以不同。在一個實施例中， $m=0$ 。 $m=0$ 時使用第 IV 族金屬或第 VI 族金屬的四鹵化物。在另一個實施例中 m 可為 1，2 或 3。

多種烷基、烯基及炔基可用來作為 R。適合的烷基包括但不侷限於 (C_1-C_{12}) 烷基，通常為 (C_1-C_6) 烷基，更常為 (C_1-C_4) 烷基。在一個實施例中，烷基為巨大烷基(bulky alkyl group)。“巨大烷基”表示任何具有立體障礙的烷基。此巨大烷基至少有三個碳，此基中之碳數並無特別上

限。每個巨大烷基擁有 3 至 6 個碳較好，具有 3 至 5 個碳更好。此等巨大烷基較佳為非直鏈，更佳為環狀或支鏈。烷基的範例包括甲基，乙基，正丙基，異丙基，正丁基，異丁基，第二丁基，第三丁基，戊基，環戊基，己基以及環己基。通常適合的烷基包括乙基，異丙基以及第三丁基。合適的烷基包括但不侷限於(C₂-C₁₂)烯基，通常為(C₂-C₆)烯基，更常為(C₂-C₄)烯基。烯基的範例包括乙烯基，烯丙基，甲基烯丙基以及巴豆基(crotyl)。典型的炔基包括但不限制於(C₂-C₁₂)炔基，通常為(C₂-C₆)炔基，更常為(C₂-C₄)炔基。合適的芳基為(C₆-C₁₀)芳基，包括但不侷限於苯基，甲苯基，二甲苯基，苯甲基以及苯乙基。存在有兩個或更多個烷基時，烯基及炔基時，這些基可以相同也可以不同。

上述 R 之任何烷基、烯基、炔基或芳基可視需要經例如鹵素或二烷基胺基取代。“取代”表示以一個或多個鹵素或二烷基胺基置換烷基、烯基、炔基或芳基上的一個或多個氫。

可使用多種第 III 族化合物。在本發明中適用之第 III 族化合物之化學式通常為 $R^4_n M^I X^I_{3-n}$ ，其中每個 R^4 獨立地選自(C₁-C₆)烷基； M^I 是第 IIIA 族的金屬； X^I 為鹵素；n 則是 1 到 3 的整數。合適的 M^I 為硼，鋁，鎵，銦及鉈，較佳為鋁。 X^I 較佳係選自氟，氯或溴。適合 R^4 的烷基包括但不侷限於甲基，乙基，正丙基，異丙基，正丁基，異丁基以及第三丁基。較佳之烷基包括甲基，乙基，正丙基及異丙基。在一個實施例中，n 為 3。這些 n 為 3 之第 III 族化合物包

括三烷基硼，三烷基鋁，三烷基鎂，三烷基銦以及三烷基鉍，其中三烷基鋁較佳。在另一個實施例中， n 為 1 或 2。這些 n 為 1 至 2 的第 IIIA 族化合物包括例如氯化二甲基鋁之二甲基鋁鹵化物。第 III 族化合物通常可由各種來源購得，譬如基利斯特公司，或以文獻中之已知方法製備。可照原樣使用購得之第 III 族化合物或較佳在使用前先純化。

合適之三級胺包括但不侷限於通式為 $\text{NR}^5\text{R}^6\text{R}^7$ 者，其中 R^5 ， R^6 及 R^7 獨立地選自 $(\text{C}_1\text{-C}_6)$ 烷基，經二 $(\text{C}_1\text{-C}_6)$ 烷基胺基取代之 $(\text{C}_1\text{-C}_6)$ 烷基以及苯基，其中 R^5 及 R^6 可和其所附接的氮共同形成 5 至 7 員雜環。此雜環可為芳香族環或非芳香族環。特別合適之三級胺包括但不侷限於三甲基胺，三乙基胺，三正丙基胺，三正丁基胺，三異丙基胺，三異丁基胺，二甲基胺基環己烷，二乙基胺基環己烷，二甲基胺基環戊烷，二乙基胺基環戊烷， N -甲基四氫吡咯， N -乙基四氫吡咯， N -正丙基四氫吡咯， N -異丙基四氫吡咯， N -甲基哌啶， N -乙基哌啶， N -正丙基哌啶， N -異丙基哌啶， N, N' -二甲基哌啶， N, N' -二乙基哌啶， N, N' -二丙基哌啶， $\text{N}, \text{N}, \text{N}'$ ， N' -四甲基-1,2-二胺基乙烷，吡啶，吡啶，嘧啶以及其混合物。較佳之胺包括三甲基胺，三乙基胺，三正丙基胺，三異丙基胺以及三正丁基胺。在一實施例中三級胺為三乙基胺或三正丙基胺。

三級磷的範例包括但不侷限於通式為 $\text{R}^8\text{R}^9\text{R}^{10}\text{P}$ 者，其中 R^8 ， R^9 以及 R^{10} 獨立地選自 $(\text{C}_1\text{-C}_6)$ 烷基，苯基以及經 $(\text{C}_1\text{-C}_6)$

烷基取代之苯基。合適之三級磷包括三乙基磷，三丙基磷，三丁基磷，苯基二甲基磷，苯基二乙基磷以及丁基二乙基磷。

熟知此技術者將瞭解，可使用超過一種三級胺或三級磷。也可使用三級胺和三級磷的混合物。這些三級胺及三級磷通常可由各種來源購得。可照原樣使用購得之三級胺及三級磷或較佳在使用前先純化。

可使用多種有機溶劑。通常這些有機溶劑不包括例如醚鍵聯等含氧物，較佳為沒有氧。有機溶劑的範例包括但不侷限於碳氫化合物以及芳香族碳氫化合物。合適的有機溶劑包括但不限制於苯，甲苯，二甲苯，戊烷，己烷，庚烷，辛烷，癸烷，十二烷，鯊烷，環戊烷，環己烷，環庚烷，及其混合物。應瞭解可有利地在本發明中使用超過一種有機溶劑。在另一個實施例中，三級胺可用作有機溶劑。這些有機溶劑通常可由各種來源購得，譬如奧瑞奇化學(Aldrich chemicals)(威斯康辛州密爾瓦基市)(Milwaukee, Wis.)。可照原樣使用購得之溶劑或較佳在使用前先純化。

較佳在使用前對有機溶劑進行去氧。可以多種方法使溶劑去氧，譬如以惰性氣體淨化，在真空中使溶劑去氣，或結合以上方法。適合的惰性氣體包括氫，氮及氬，使用氫和氮較佳。

所使用之特定三級胺、三級磷以及有機溶劑係取決於所需之特定烷基金屬化合物。譬如可根據具有比所需之烷基金屬化合物更高或更低的揮發性來選擇有機溶劑和三級

胺。揮發性的不同使烷基金屬化合物更容易由胺及有機溶劑中分離出來。熟知技術者具有選擇三級胺和有機溶劑的能力。

一般來說，三級胺及/或三級磷以其相對第 IIIA 族化合物之化學當量存在。金屬鹵化物相對第 IIIA 族化合物的莫耳比率可在一大範圍內變動，譬如由 1:0.1 到 1:5，依據所需烷基金屬化合物而有特定之莫耳比率。另一個適合之莫耳比率範圍係由 1:0.5 到 1:2。大於 1:5 的莫耳比率也被認定是有效率的。

由本方法所得之特定烷基金屬化合物可以選擇金屬鹵化物及第 IIIA 族化合物的莫耳比率來控制，即可以第 III 族化合物的莫耳數來控制金屬鹵化物中被置換的鹵素數目。譬如在例如四氯化鎔等第 IV 族金屬四鹵化物(A)與例如三甲基鋁等三烷基鋁(B)的反應中，1:0.5(A:B)的莫耳比率產生烷基第 IV 族金屬三鹵化物；1:1(A:B)的莫耳比率產生二烷基第 IV 族金屬二鹵化物；1:1.5(A:B)的莫耳比率產生三烷基第 IV 族金屬鹵化物；1:2(A:B)的莫耳比率則產生四烷基第 IV 族金屬。因此根據本方法可置換金屬鹵化物化合物中一，二，三或四個鹵素。

在一個實施例中，與金屬鹵化物反應前，第 III 族化合物，三級胺及/或三級磷以及有機溶劑可以任何順序結合。在更進一步的實施例中，第 III 族化合物先與三級胺及/或三級磷結合以產生胺-第 III 族加成物或磷-第 III 族加成物。通常可在很大的溫度範圍內形成胺-第 III 族加成

物。形成加成物的合適溫度由周圍溫度到 90°C。接著使金屬鹵化物與胺-第 III 族加成物反應以產生所需之烷基金屬化合物。將不摻其他物質或呈碳氫化合物溶液形式的金屬鹵化物逐滴加入胺-第 III 族加成物中較佳。也可將胺-第 III 族加成物逐滴加入不摻其他物質或呈碳氫化合物溶液形式的金屬鹵化物中。形成烷基金屬化合物之合適溫度由周圍溫度到 80°C。因此在一實施例中，本發明提供製備烷基金屬化合物之方法，其包含：在無含氧物之有機溶劑中使第 III 族化合物與三級胺反應以形成胺-第 III 族加成物；以及在有機溶劑中使胺-第 III 族加成物和第 IV 族金屬鹵化物、第 VIA 族金屬鹵化物或其混合物反應。在上述反應中使用三級磷時，則形成磷-第 III 族加成物。

在另一個實施例中，金屬鹵化物可在和三級胺及/或三級磷混合前與第 III 族化合物以及視需要地與有機溶劑結合。然後使用微通道裝置中適合的混合區域或傳統外在震動技術將三級胺及/或三級磷以及視需要的有機溶劑與金屬鹵化物-第 IIIA 族化合物混合物結合。另外，金屬鹵化物-第 IIIA 族化合物可加到三級胺及/或三級磷及視需要的有機溶劑中。不想被理論限制的同時，我們相信直到金屬鹵化物、第 III 族化合物以及三級胺結合後才開始轉烷化反應(transalkylation reaction)。

另外也可以連續方式製備烷基金屬化合物。譬如金屬鹵化物及第 III 族化合物可獨立地以連續方式加入微通道反應器中，然後在例如芳香族或脂肪族碳氫化合物等合適

溶劑中與三級胺及/或三級膦接觸。可以各種適合的方式控制金屬鹵化物及第 III 族化合物的加入，譬如使用質量流量控制器。在這樣的連續製程中，在將金屬鹵化物及第 III 族化合物加到反應區中的同時，可例如使用蒸餾等方法得到所需之烷基金屬化合物。在進一步的其他方法中，金屬鹵化物及第 III 族化合物之混合物可在合適溶劑中與三級胺及/或三級膦結合。在這樣的連續製程中，在將金屬鹵化物及第 III 族化合物加到反應區中的同時，可例如使用蒸餾等方法得到所需之烷基金屬化合物。

可照原樣使用有機金屬化合物或以例如蒸餾、昇華或再結晶法等各種技術適當地純化之。本方法提供實質上不含有例如鋁，鎵，銦，鎘，汞和鋅等金屬雜質之有機金屬化合物。有機金屬化合物也實質上不含有例如醚類溶劑 (ethereal solvent) 等含氧雜質，不含這些含氧雜質更好。“實質上不含有”表示本化合物含有少於 0.5ppm 的雜質。本有機金屬化合物之純度至少為 99.99 重量%或 99.9999 重量%。更明確而言，本發明之有機金屬化合物包含以重量計為少於 100ppm 到少於 1ppm 的雜質程度。

可進一步使用微通道裝置純化用在電子材料應用上之具有超高純度的有機金屬化合物。微通道裝置可用來純化反應物，中間物，或最終產物或其混合物，以得到可用在電子應用上的超高純度化合物。可如上述在微通道反應器中或在傳統反應器(包括：批次式攪拌槽，半批次式連續流動攪拌槽，連續流動管狀反應器，反應性蒸餾反應器以及

其他已知方法)製備有機金屬化合物。由於低濃度驅動力，通常很難以例如蒸餾及昇華等傳統熱分離法或例如萃取、吸收及吸附等質量傳遞分離法來得到用於電子應用之超高純度材料。

特別難以利用傳統填充料的階段式蒸餾製程來純化含有具近沸點之雜質(相對揮發性， $0.8 < \alpha < 1.5$ ，其中 α = 雜質的蒸氣壓/所需純化合物的蒸氣壓)的有機金屬化合物。可能需要具有 >50 ， >100 ，有時 >200 的大階數，或是 >10 ， >20 ，有時 >50 的高回流比，或兩者兼具的管柱，這增加了投資及操作花費以及製程的複雜性。對於此等問題，微通道裝置提供改良的解決方法。小通道尺寸產生更高的傳送梯度以強化熱和質量傳遞，且在固定的幾何結構中表面相對於體積的增加產生更高效率的交換區域。兩個因素都使純化能更有效地分離(更小的理論等板高度，HETP)，對得到高純度特別有利。

也能在微通道裝置中以例如加成物純化等吸附或化學純化技術製備超高純度有機金屬化合物。可在微通道表面支撐選擇性吸附劑或例如胺、膦或醚等形成加成物的路易斯鹼(Lewis base)以提供非常高的交換區域來和含有雜質之流接觸。也可提供其他微通道以用於熱傳遞流體的流動以精確控制裝置的溫度，如此才能有效調控吸附及去吸附步驟以及在其中循環。

根據微通道技術，例如蒸餾、汽提、萃取以及吸附等分離製程可提供達到超純產物(ppm, ppb)所需的經強化熱

和質量傳遞。另外這些分離製程還提供解決分離具有類似沸點(相對揮發性, $0.8 < \alpha < 1.5$)之流體混合物的問題時所需之傳遞階段的強化以達到高純度。有利的操作條件包括其中一種或多種流體成分為液態且能進行相轉換成蒸氣狀態或是在吸附劑上的吸附狀態之溫度和壓力。這可包括 -25°C 到 250°C 的溫度以及0.1 帕(Pa)到10 兆帕(MPa)的壓力。饋入的雜質程度範圍可為1ppm至高達流體混合物的10 重量%或50 重量%。

本發明之有機金屬化合物特別適合作為在例如 LPE, MBE, CBE, ALD, CVD, MOCVD 以及 MOVPE 等所有氣相沉積方法之前驅物。本發明化合物有利於沉積包含一種或多種第 IV 族、第 VI 族或第 IV 族及第 VI 族兩者的金屬之膜。這些膜在製造例如但不限於積體電路、光電裝置以及發光二極體等電子裝置時很有用。

通常先在具有和沉積室連結的出口之輸送裝置(例如圓筒)中放置所需烷基金屬化合物(即來源化合物或前驅化合物)而沉積第 IV 族及/或第 VI 族金屬膜。根據所使用特定沉積設備, 可使用多種圓筒。當前驅化合物是固體時, 可使用美國專利編號 6,444,038(Rangarajan 等人)以及美國專利編號 6,607,785(Timmons 等人)所揭示的圓筒, 也可使用其他設計。若為液體前驅化合物, 可使用美國專利編號 4,506,815(Melas 等人)以及美國專利編號 5,755,885(Mikoshiba 等人)所揭示的圓筒以及其他液體前驅物圓筒。在圓筒中來源化合物維持為液體或固體。通常在輸送

到沉積室前先使固體來源化合物氣化或昇華。

來源化合物通常係藉由使載體氣體通過圓筒而輸送到沉積室中。合適的載體氣體包括氮，氫及其混合物。一般來說，載體氣體由來源化合物表面下引入，然後通過來源化合物到其上的頂部空間中，夾帶或載送載體氣體中之來源化合物的蒸氣。所夾帶或載送之蒸氣接著進到沉積室中。

沉積室通常為一加熱容器，在其中沉積至少一種基材，也可能沉積多種基材。沉積室具有通常與真空泵連接的出口，以由室中抽出副產物以及在合適處提供減壓。可在大氣壓力或減壓下進行 MOCVD。將沉積室維持在高到足以引發來源化合物分解的溫度中。沉積室溫度由 200 到 1200°C，將會調整選擇之精確溫度到理想化以提供有效的沉積。如果將基材維持在高溫狀態，或例如由射頻(RF)源產生 RF 能量等其他能量時，可視需要地降低沉積室中的溫度。

在電子裝置製造案例中，合適的沉積基材可為矽，砷化鎵，磷化銦及類似物。這些基材可包含一或多種其他材料層，譬如但不侷限於介電層以及例如金屬等導電層。這些基材在製造積體電路、光電裝置以及發光二極體時特別有用。

可依需要持續長時間沉積以產生具有所需性質的膜。沉積停止時，膜的厚度為數百埃(angstrom)到數十奈米(nanometer)到數百微米或更厚。

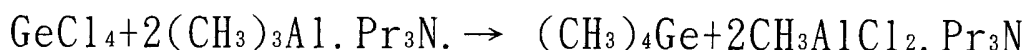
預期以下實施例可進一步說明本發明之各個態樣，但

並不企圖在任何方面限制本發明的範圍。所有操作都在惰性氣體中，通常在乾燥氮氣下進行。

實施例

比較例 #1

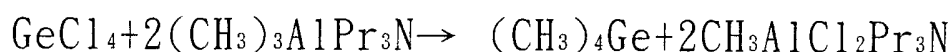
根據以下方程式合成四甲基鍺烷：



在氮氣中將三甲基鋁(40 克, 0.554 莫耳)加入內有 150 克高沸點直鏈烷基苯的三頸圓底燒瓶中。然後在室溫逐滴將正丙基胺(79.5 克, 0.554 莫耳)加到前述燒瓶中。添加持續 30 分鐘，混合物在這段時間內溫度升高(約 50°C)。添加完成後讓混合物冷卻到室溫，在室溫逐滴將不摻雜質的氯化鍺(40 克, 0.186 莫耳)加到形成之加成物中。添加需要 1 個小時，在這段時間內反應混合物的溫度再一次提升到約 60°C。冷卻到室溫後，將反應物料加熱到 160 到 170 °C(油浴溫度)，在這段時間內，經由 U 形管將 20 克的粗產物，四甲基鍺烷，蒸餾到以乾冰冷卻的接受器中。以 ^1H 核磁共振儀確認產物的特性($-\text{CH}_3$ 共振在 0.1 ppm)，並顯示其含有一些三丙基胺(<5%)。粗產物的產率為 81.6%。罐中剩餘物的 ^1H 核磁共振儀分析結果指出仍有更多未被分離出來的四甲基鍺烷存在。

實施例 1

根據以下方程式合成四甲基鍺烷。



在氮氣下於高沸點直鏈烷基苯溶劑中製造三甲基鋁

及正丙基胺之等莫耳溶液。在室溫連續將三甲基鋁/正丙基胺溶液以及不摻雜質的氯化鋇加到微通道裝置中。微通道裝置提供各試劑分開之流動路徑，該流動路徑在混合區中彼此交流以使試劑彼此接觸。控制試劑的流動以將三甲基鋁相對氯化鋇的莫耳比例維持在 3。混合物進入微通道裝置的反應區導致試劑間發生烷化反應。所述之反應區垂直於流動方向的寬度範圍為 1 到 100 微米。所述之反應區之(流動方向的)長度範圍為 1 微米到 1 公尺，其為以烷化反應的動力學決定之理想長度，用以達到藉由調整流速而設定的適合之滯留時間(1 秒到 10 分鐘)，並提供至少 80%的轉換化率。例如導熱油(Therminol)等熱傳遞液體於微通道裝置中分開之流動通道至反應通道的流動將反應溫度控制在 $\pm 1^{\circ}\text{C}$ 內。反應產物流存在於微通道反應器中，在 160 到 170°C 收集並蒸餾以產生所需之 Me_4Ge 產物。FT-NMR 及 ICP-AES 量測到的 Me_4Ge 產物純度預期為 99.9999%。

實施例 2

根據以下方程式使用微通道裝置合成高純度的三甲基鋁-三丙基胺加成物。



使用包含以橫剖面為約 1x3 毫米(mm)及長度大於 1 公尺的 316 SS 建構之多重平行通道的微通道反應器來製備經純化之有機鋁-三級胺加成物。每個微通道裝置的通道都與熱交換區接觸。將在室溫含有 31.6ppm 矽(以 ICP 技術偵測)的三甲基鋁饋料流以每小時 2.5 公斤饋入連續流動反應器

中。在室溫將三丙基胺饋料流經由另一注入口以每小時 5.0 公斤共同饋入反應器。兩種饋料在流動通道中內部混合。以循環到反應器熱交換通道的降溫油(40℃)控制反應器溫度以將製程出口溫度穩定地維持在約 50℃。將反應器流出物(每小時 7.5 公斤)饋入連續薄膜蒸發器以純化加成物。以旋轉葉連續擦拭蒸氣器表面，並在 2 托(torr)及 80℃之夾層溫度操作。收集到產率大於 98 重量%之經純化之 TMA：加成物，並取樣分析之。ICP 分析顯示相較於起始材料，產物之矽雜質顯著減少，如 Si=31.6ppm 減少至 Si=0.7ppm 所示。

【圖式簡單說明】

無

【主要元件符號說明】

無

發明專利說明書

(本說明書格式、順序，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※申請案號：97125849

※申請日：97.7.9

※IPC 分類：51J19/00 (2006.01)

一、發明名稱：(中文/英文)

ω7B 61/00 (2006.01)

製備有機金屬化合物之方法

ω7F 7/30 (2006.01)

METHOD OF PREPARING ORGANOMETALLIC COMPOUNDS

5/00 (2006.01)

二、中文發明摘要：

一種製備超純有機金屬化合物的方法，包含於金屬鹵化物與烷化劑反應之合成中使用微通道裝置以產生用於例如化學氣相沉積等製程之超純烷基金屬化合物。

三、英文發明摘要：

A method of preparing an ultra-pure organometallic compound comprising using a microchannel device for synthesis in reacting a metal halide with an alkylating agent to produce an ultra-pure alkylmetal compound for processes such as chemical vapor deposition.

七、申請專利範圍：

1. 一種製備超高純度有機金屬化合物的製程，包括：

在微通道裝置中使金屬鹽和烷化劑反應以產生有機金屬化合物，其中產生之化合物具有化學氣相沉積製程所需之最小純度。

2. 如申請專利範圍第 1 項之製程，其中該化合物的純度範圍為至少 99.99%。

3. 如申請專利範圍第 1 項之製程，其中該金屬鹽為金屬鹵化物。

4. 如申請專利範圍第 1 項之製程，其中該反應在溶劑的存在中進行。

5. 如申請專利範圍第 1 項之製程，復包含純化該烷化劑。

6. 如申請專利範圍第 5 項之製程，其中更進一步使用微通道裝置純化該烷化劑。

7. 如申請專利範圍第 1 項之製程，其中該烷化劑包含三烷基鋁化合物、烷基鎂鹵化物化合物、或烷基鋰化合物，且其中該烷化劑相對於金屬鹵化物的莫耳比率大於或等於 1。

8. 如申請專利範圍第 7 項之製程，其中該烷化劑為三烷基鋁化合物，該三烷基鋁係位於存在有三級胺、三級磷、或三級胺及三級磷之混合物的微通道裝置中。

9. 一種製備超高純度有機金屬化合物的方法，包含在微通道裝置中純化含有雜質的有機金屬化合物，以將具有相對揮發性(α)且 $0.8 < \alpha < 1.5$ 的雜質程度降低到適用於

電子材料應用的程度。

10. 如申請專利範圍第 9 項之方法，包含在微通道裝置中純化包含雜質之有機金屬化合物，以將具有相對揮發性 (α) 且 $0.8 < \alpha < 1.5$ 的雜質程度降低到小於 1ppm。
11. 如申請專利範圍第 9 項之方法，包含在微通道裝置中使用變溫吸附來純化包含雜質之有機金屬化合物，以經由加成物形成而減少雜質的程度。
12. 如申請專利範圍第 9 項之方法，其中該微通道裝置復包含低於 5 公分的理論等板高度(HETP)。

四、指定代表圖：本案無圖式

(一)本案指定代表圖為：第()圖。

(二)本代表圖之元件符號簡單說明：

五、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：

本案無代表化學式