

【公報種別】特許法第 17 条の 2 の規定による補正の掲載

【部門区分】第 3 部門第 1 区分

【発行日】平成 27 年 1 月 29 日 (2015.1.29)

【公表番号】特表 2012-509236 (P2012-509236A)

【公表日】平成 24 年 4 月 19 日 (2012.4.19)

【年通号数】公開・登録公報 2012-016

【出願番号】特願 2011-536552 (P2011-536552)

【国際特許分類】

C 0 1 G 17/00 (2006.01)

B 0 1 J 20/18 (2006.01)

B 0 1 D 53/02 (2006.01)

B 0 1 J 20/30 (2006.01)

【F I】

C 0 1 G 17/00

B 0 1 J 20/18 B

B 0 1 D 53/02 Z

B 0 1 J 20/30

【誤訳訂正書】

【提出日】平成 26 年 11 月 20 日 (2014.11.20)

【誤訳訂正 1】

【訂正対象書類名】特許請求の範囲

【訂正対象項目名】全文

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

ホスフィンを含むゲルマンガスを準備すること；

吸収剤を乾燥すること；

ゲルマンが前記吸収剤に吸収されなくなるまで、前記乾燥吸収剤にゲルマンを通過させて前記吸収剤をコンディショニングすること；

前記ホスフィンを含むゲルマンガスを前記吸収剤に通して選択的に含まれるホスフィンを吸収させること；及び

精製されたゲルマンガスを取り出すこと、

を含む精製ゲルマン製品を製造する方法であって、

前記精製ゲルマンガスが、50 ppb よりも少ないホスフィンを含む、前記方法。

【請求項 2】

前記ホスフィンを含むゲルマンガスが水素中に 40% までのゲルマンを含む、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

前記ホスフィンを含むゲルマンガスが水素中に 20 から 40% までのゲルマンを含む、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 4】

さらに前記精製ゲルマン製品を水素から分離することを含む、請求項 2 に記載の方法。

【請求項 5】

前記吸収剤がゼオライトである、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 6】

前記吸収剤が、4A、5A、10X、13X 及びそれらの組み合わせから選択されるモレキュラーシーブである、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 7】

前記モレキュラーシーブが 5 A である、請求項 6 に記載の方法。

【請求項 8】

前記吸収剤が、有効ポア直径が 4 オングストローム又はそれ以上である、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 9】

前記吸収剤が有効ポア直径 4 オングストロームである、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 10】

前記吸収剤が 4 から 12 時間乾燥ガスのパージ下で乾燥される、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 11】

前記吸収剤が 200 から 300 で乾燥される、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 12】

ゲルマンガス流を、ゲルマンが前記吸収剤に吸収されなくなるまで前記吸収剤に通過させてコンディショニングする、請求項 1 に記載の方法。

【誤訳訂正 2】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0014

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0014】

好ましいモレキュラーシーブは、タイプ 5 A であり、これは、 $0.80 \text{ CaO} : 0.20 \text{ Na}_2\text{O} : \text{Al}_2\text{O}_3 : 2.0 \pm 0.1 \text{ SiO}_2 : x \text{ H}_2\text{O}$ なる組成を持つ。2 価カルシウムイオンがナトリウムカチオンと交換することで約 5 オングストロームの開口を与える。

【誤訳訂正 3】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0016

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0016】

ゲルマン精製：

実施例 1

純ゲルマンを含む一連の 12 個のガスシリンダを、純ゲルマン中約 4500 ppb までのホスフィンで汚染させた。10 個のシリンダ中のゲルマンガスが本発明により処理された。該シリンダのそれぞれにつきホスフィン含有量を定量した。処理されるゲルマンを含む 10 個のシリンダはそれぞれ 50 ppb よりも少ないホスフィンを含んでいた。この実施例でのホスフィンの検出限界は 50 ppb であった。ホスフィンを除く処理がされていないゲルマンを含むシリンダ、CS0998 及び CS0736 はそれぞれ 4300 ppb 及び 4500 ppb ホスフィンを含んでいた。サンプルシリンダはガスクロマトグラフ - 誘導結合プラズマ質量スペクトル (Gas Chromatographic inductively coupled plasma mass spectrometry (GC - ICP - MS)) により分析された。

サンプルシリンダ	ホスフィン、ppb	方法
SS0580	< 50	GC - ICP - MS
LBS0640	< 50	GC - ICP - MS
NP3611	< 50	GC - ICP - MS
CS0976	< 50	GC - ICP - MS
SS1077	< 50	GC - ICP - MS
CS0746	< 50	GC - ICP - MS

CS0577	< 50	GC - ICP - MS
CS0998	4300	GC - ICP - MS
CS0736	4500	GC - ICP - MS
SO986	< 50	GC - ICP - MS
CS1025	< 50	GC - ICP - MS
SS1078	< 50	GC - ICP - MS

方法：

上のサンプルはGC - ICP - MSで分析された。ホスフィンの10 ppm保存標準をキャリブレーションに使用し、10 ppmから130 ppbまでの一連の希釈に用いた。Collision Cell Technology (CCT)をMS調節に使用し、酸素衝突ガスのm/z 31からm/z 47の干渉シフトを減少させた。

【誤訳訂正4】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0017

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0017】

クロマトグラフ分析条件：

装置：Thermo Scientific XSeries ICP - MS

カラム：80 m X 0.32 mm GasPro

キャリア：水素、20 psig

オープン：45、一定

サンプルサイズ：250 µl

スプリット：2.5 ml s / 分

ICP - MS分析条件：

検出器：ICP - MS、m/z 47、ドウェル時間500 ms

Extraction：-94 v

Lens 1：-1130 v

Lens 2：-80 v

Lens 3：-189 v

ポールバイアス：-3.8 v

サンプル深さ：109

D1：-42.4 v

Focus：6.7 v

CCT2：0.06 ml s / 分

D2：-121 v

DA：-36 v

ヘキサポールバイアス：-0.4 v

Add. D as 1：187 ml s / 分

実施例2

ゲルマンによるモレキュラーシーブのコンディショニング：

16.895 kgゲルマンを含む水素中20%ゲルマン(モル分率)のサンプルを、54 kgのタイプ5A乾燥モレキュラーシーブで、見かけビーズサイズ4 x 7メッシュ(1/8"ペレットに等しい)、見かけ有効及びボア直径約5オングストロームのモレキュラーシーブ床を通過させた。モレキュラーシーブは2つのカラムを直列(それぞれが8フィート長さ6インチ内直径)した。プロセス流速は3 kgゲルマン/時間であった。ゲルマンガスを冷却して集め、ガス混合物中の水素からゲルマンを分離した。ゲルマンを続いてホスフィン分析に用いた。回収ゲルマンは9.339 kgであった。カラム中のモレキュラーシーブは7.556 kgゲルマンを保持していた。

【誤訳訂正5】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0 0 2 1

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0 0 2 1】

図 2 は、ホスフィンを含む水素中のゲルマンサンプルのクロマトグラムを示す。サンプルは 1 0 0 μ l ループで操作した。ホスフィンはクロマトグラムに、保持時間 3 6 0 0 0 m s で検出される。

図 3 は、1 3 0 p p b をスパイクした水素中のゲルマンのサンプルのクロマトグラムである。ホスフィンは 3 6 0 0 m s の保持時間でクロマトグラム中に検出される。

【誤訳訂正 6】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0 0 2 2

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0 0 2 2】

4 3 0 0 p p b ホスフィンを含むサンプル(図 2)は、1 0 0 μ l ループで操作されたがリニアリティを維持した。