

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5397641号  
(P5397641)

(45) 発行日 平成26年1月22日(2014. 1. 22)

(24) 登録日 平成25年11月1日(2013. 11. 1)

(51) Int.Cl.

F 1

C O 7 F 5/00 (2006.01)

C O 7 F 5/00

J

請求項の数 5 (全 6 頁)

(21) 出願番号	特願2011-285169 (P2011-285169)	(73) 特許権者	000000206
(22) 出願日	平成23年12月27日(2011. 12. 27)		宇部興産株式会社
(62) 分割の表示	特願2007-18888 (P2007-18888)		山口県宇部市大字小串1978番地の96
	の分割	(72) 発明者	野口 英貴
原出願日	平成19年1月30日(2007. 1. 30)		山口県宇部市大字小串1978番地の96
(65) 公開番号	特開2012-62331 (P2012-62331A)		宇部興産株式会
(43) 公開日	平成24年3月29日(2012. 3. 29)		社
審査請求日	平成24年1月20日(2012. 1. 20)	(72) 発明者	石地 浩二
			山口県宇部市大字小串1978番地の96
			宇部興産株式会
			社
		(72) 発明者	物部 浩之
			山口県宇部市大字小串1978番地の96
			宇部興産株式会
			社
			最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 高純度トリアルキルインジウム及びその製法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

一般式(1)

【化1】



(式中、Xは、ハロゲン原子を示す。)

で示されるトリハロゲノインジウム、一般式(2)

【化2】

(式中、R<sup>1</sup>は、炭素原子数1～6のアルキル基を示す。)

で示されるトリアルキルアルミニウム及び一般式(3)

【化3】

(式中、R<sup>2</sup>は、炭素原子数6～12のアルキル基を示す。)

で示されるトリアルキルアルミニウム1モルに対して0.6～1.5モルのトリアルキルアミンを30～150で反応させて、副生するアルミニウム-アミン錯体を形成させて高沸点化し、次いで、反応混合物から一般式(4)

【化 4】

(式中、 $R^1$  は、前記と同義である。)

で示されるトリアルキルインジウムを  $80 \sim 200$  、  $0.1 \sim 20$  kPa で留出させた後、更に、トリアルキルインジウム 1 モルに対して  $0.05$  モルから  $0.5$  モルのトリアルキルアミンを反応させた後にトリアルキルインジウムを  $30 \sim 90$  、  $0.1 \sim 10$  kPa で昇華又は蒸留させることを特徴とする、高純度トリアルキルインジウムの製法。

【請求項 2】

トリハロゲノインジウムが、トリクロロインジウムである請求項 1 記載の高純度トリアルキルインジウムの製法。

10

【請求項 3】

トリアルキルアルミニウムが、トリメチルアルミニウム又はトリエチルアルミニウムである請求項 1 記載の高純度トリアルキルインジウムの製法。

【請求項 4】

トリアルキルアミンが、トリ-n-オクチルアミンである請求項 1 記載の高純度トリアルキルインジウムの製法。

【請求項 5】

トリアルキルインジウムが、トリメチルインジウム又はトリエチルインジウムである請求項 1 乃至 4 のいずれか 1 項に記載の高純度トリアルキルインジウムの製法。

20

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、高純度トリアルキルインジウム及びその製法に関するものである。高純度トリアルキルインジウムは、例えば、エピタキシャル成長法による高機能の化合物半導体の製造原料として有用な化合物である。

【背景技術】

【0002】

従来、高純度トリアルキルインジウムの製法としては、例えば、塩化インジウムとトリメチルアルミニウムにフッ化カリウムなどのアルカリ金属ハロゲン化物を添加し、トリメチルインジウムを製造する方法が開示されている。(例えば、特許文献 1 参照)。フッ化カリウムは塩化ジメチルアルミニウムとフッ化物塩を生成し、粗反応混合物からトリメチルインジウムを昇華し、清浄にすることを可能にする。しかしながら、この方法においては、反応後のフッ化物塩は流動性が極めて低く、処理が煩雑になり量産性にかける。そのため、工業的な高純度トリアルキルアルミニウムの製法として採用できるかどうかについては明らかではなかった。

30

【先行技術文献】

【特許文献】

【0003】

【特許文献 1】特開平11-71381号公報

40

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

本発明の課題は、上記問題点を解決し、簡便な方法によって、高純度トリアルキルインジウム及びその方法を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0005】

本発明の課題は、ケイ素原子の含有量が  $0.3$  質量 ppm 以下、酸素原子の含有量が  $5.0$  質量 ppm 以下、炭化水素化合物の含有量が  $50$  質量 ppm 以下であることを特徴とする、高純度トリアルキルインジウムによって解決される。

50

【 0 0 0 6 】

本発明の課題は、又、一般式 ( 1 )

【 0 0 0 7 】

【 化 1 】



【 0 0 0 8 】

( 式中、X は、ハロゲン原子を示す。 )

で示されるトリハロゲノインジウム、一般式 ( 2 )

【 0 0 0 9 】

【 化 2 】



【 0 0 1 0 】

( 式中、R<sup>1</sup> は、炭素原子数 1 ~ 6 のアルキル基を示す。 )

で示されるトリアルキルアルミニウム及び一般式 ( 3 )

【 0 0 1 1 】

【 化 3 】



【 0 0 1 2 】

( 式中、R<sup>2</sup> は、炭素原子数 6 ~ 12 のアルキル基を示す。 )

で示されるトリアルキルアミンを反応させて副生あるいは未反応のアルミニウム - アミン錯体を形成させて高沸点化し、次いで、反応混合物から、一般式 ( 4 )

【 0 0 1 3 】

【 化 4 】



【 0 0 1 4 】

( 式中、R<sup>1</sup> は、前記と同義である。 )

で示されるトリアルキルインジウムを留出させた後、更に、トリアルキルアミンを反応させた後にトリアルキルインジウムを昇華又は蒸留させることを特徴とする、高純度トリアルキルインジウムの製法によっても解決される。

【 発明の効果 】

【 0 0 1 5 】

本発明により、エピタキシャル成長法による高機能の化合物半導体の製造原料として有用な高純度トリアルキルインジウム及びその製法を提供することができる。

【 発明を実施するための形態 】

【 0 0 1 6 】

本発明の反応において使用するトリハロゲノインジウムは、前記の一般式 ( 1 ) で示される。その一般式 ( 1 ) において、X は、ハロゲン原子を示し、例えば、フッ素原子、塩素原子、臭素原子、ヨウ素原子が挙げられるが、好ましくは塩素原子である。

【 0 0 1 7 】

本発明に反応において使用するトリアルキルアルミニウムは、前記の一般式 ( 1 ) で示される。その一般式 ( 1 ) において、R<sup>1</sup> は、炭素数 1 ~ 6 のアルキル基を示し、例えば、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基が挙げられるが、好ましくはメチル基、エチル基である ( 即ち、トリアルキルアルミニウムが、トリメチルアルミニウム、トリエチルアルミニウム )。なお、これらの基は、各種異性体も含む。

【 0 0 1 8 】

前記トリアルキルアルミニウムの使用量は、トリハロゲノインジウム1モルに対して、

10

20

30

40

50

好ましくは2.8～3.5モル、更に好ましくは3.0～3.2モルである。

【0019】

本発明に反応において使用するトリアルキルアミンは、前記の一般式(2)で示される。その一般式(2)において、 $R^2$ は、炭素数6～12のアルキル基であり、例えば、ヘキシル基、ヘプチル基、オクチル基、ノニル基、デシル基、ウンデシル基、ドデシル基が挙げられるが、好ましくはn-オクチル基である(即ち、トリアルキルアミンが、トリ-n-オクチルアミン)。なお、これらの基は、各種異性体も含む。

【0020】

前記トリアルキルアミンの使用量は、トリアルキルアルミニウム1モルに対して、好ましくは0.6～1.5モル、更に好ましくは0.8～1.2モルである。なお、これらのトリアルキルアミンは、単独又は二種以上を混合して使用しても良い。

【0021】

本発明の反応は、例えば、例えば、トリハロゲノインジウム、トリアルキルアルミニウム及びトリアルキルアミンとを混合し、攪拌させながら反応させる等の方法によって行われる。その際の温度は、好ましくは30～150、更に好ましくは50～110であり、圧力は特に制限されない。

【0022】

本発明では、先に得られた反応混合物からトリアルキルインジウムを、適当な温度(好ましくは80～200、更に好ましくは100～160)及び適当な圧力(好ましくは0.1～20kPa、更に好ましくは0.5～5kPa)で留出させることでトリアルキルインジウムを取得することができるが、本発明においては、更に、トリアルキルアミン(トリアルキルインジウム1モルに対して、0.05モルから0.5モル、更に好ましくは0.1モルから0.2モル)を加えて反応させた後にトリアルキルインジウムを適当な温度(好ましくは30～90、更に好ましくは50～85)及び適当な圧力(好ましくは0.1～10kPa、更に好ましくは0.5～5kPa)にて昇華又は蒸留させることで高純度トリアルキルインジウムを得ることができる。

【実施例】

【0023】

次に、実施例を挙げて本発明を具体的に説明するが、本発明の範囲はこれらに限定されるものではない。なお、トリアルキルインジウムの金属原子の分析は、誘導結合プラズマ発光分析法(ICP-OES法)にて行った。

【0024】

実施例1(高純度トリメチルインジウムの合成)

攪拌装置、ヴィグリュウ型蒸留塔(2つの受器を付属)及び滴下漏斗を備えた内容積500mlの反応容器に、窒素雰囲気にて、トリn-オクチルアミン147g(416mmol)を加え、予め乾燥させたトリクロロインジウム30g(136mmol)及びトリメチルアルミニウム30g(416mmol)をゆるやかに加え、攪拌しながら130で2時間攪拌させて、アルミニウム-アミン錯体を形成させた。次いで、得られた反応混合物を減圧下で昇華(100～160、0.5kPa)し、初期留出分(不純物)をドライアイスで冷却した受器に捕集した後、トリメチルインジウム19g(119mmol)を受器に得た。更に、これにトリオクチルアミン5.7g(16mmol)を加え、100で反応させた後、昇華(50～85、0.5kPa)することでトリメチルインジウム11g得た(単離収率;51%)。なお、得られたトリメチルインジウムは、ケイ素原子が0.3質量ppm以下、酸素不純物が5.0質量ppm以下、炭化水素化合物が50質量ppm以下、ケイ素原子以外の金属原子の合計含有量が0.30質量ppm以下(カルシウム原子;0.02質量ppm以下、カドミウム原子;0.03質量ppm以下、クロム原子;0.05質量ppm以下、銅原子;0.03質量ppm以下、鉄原子;0.05質量ppm以下、マグネシウム原子;0.02質量ppm以下、マンガン原子;0.02質量ppm以下、ナトリウム原子;0.1質量ppm未満、亜鉛原子;0.05質量ppm以下)しか混入していない高純度品であった。

【0025】

実施例2(高純度トリエチルインジウムの合成)

実施例1において、トリメチルアルミニウムの代わりにトリエチルアルミニウムを用い

10

20

30

40

50

たこと以外、実施例 1 と同様に反応を行うと、ケイ素原子が0.3質量ppm以下、酸素不純物が5.0質量ppm以下、炭化水素化合物が50質量ppm以下の高純度トリエチルインジウムが得られる。

【産業上の利用可能性】

【 0 0 2 6 】

本発明は、高純度トリアルキルインジウム及びその製法に関するものである。高純度トリアルキルインジウムは、例えば、エピタキシャル成長法による高機能の化合物半導体の製造原料として有用な化合物である。

---

フロントページの続き

(72)発明者 松重 健二

山口県宇部市大字小串1978番地の96

宇部興産株式会社

審査官 小久保 敦規

(56)参考文献 特開平06-145177(JP,A)

特開2006-104189(JP,A)

特開昭62-258388(JP,A)

特開平10-017572(JP,A)

特開平02-067230(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C07F 5/00

CAPLUS/REGISTRY(STN)

JSTPLUS/JMEDPLUS/JST7580(JDreamII)