

【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25年7月11日(2013.7.11)

【公開番号】特開2011-88808(P2011-88808A)

【公開日】平成23年5月6日(2011.5.6)

【年通号数】公開・登録公報2011-018

【出願番号】特願2010-145559(P2010-145559)

【国際特許分類】

C 01 B 19/02 (2006.01)

C 09 D 11/00 (2006.01)

H 01 L 31/04 (2006.01)

【F I】

C 01 B 19/02 Z

C 09 D 11/00

H 01 L 31/04 E

【誤訳訂正書】

【提出日】平成25年5月29日(2013.5.29)

【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】

セレン；

式 R Z - Z' R' [式中、ZおよびZ'はそれぞれ独立して硫黄およびセレンから選択され；RはC<sub>1</sub>-<sub>5</sub>アルキル基であり；R'はC<sub>1</sub>-<sub>5</sub>アルキル基から選択される]を有する有機カルコゲナイト成分；

銅(I)錯体と、ジエチレントリアミン、トリス(2-アミノエチル)アミン、トリエチレンテトラミン、テトラエチレンペンタミンおよびテトラメチルグアニジンから選択される多座配位子とを含む、第1b族成分；

エチレンジアミン、ジエチレントリアミン、トリス(2-アミノエチル)アミン、トリエチレンテトラミン、n-ブチルアミン、n-ヘキシルアミン、オクチルアミン、2-エチル-1-ヘキシルアミン、3-アミノ-1-プロパノール、1,3-ジアミノプロパン、1,2-ジアミノプロパン、1,2-ジアミノシクロヘキサン、ビリジン、ピロリジン、1-メチルイミダゾール、テトラメチルグアニジンおよびこれらの混合物から選択される液体キャリア；

を初期成分として含むセレン/第1b族インクであって、

前記セレン/第1b族インクが安定であって、前記セレンおよび第1b族物質が前記セレン/第1b族インクの、22で、窒素下での、少なくとも16時間の期間にわたる貯蔵中に沈殿物を形成しない、

セレン/第1b族インク。

【請求項2】

ZおよびZ'が両方とも硫黄であり、RおよびR'がそれぞれ独立してn-ブチル基およびtert-ブチル基から選択される、請求項1に記載のインク。

【請求項3】

RおよびR'が両方ともtert-ブチル基であり、かつ前記液体キャリアがエチレンジアミンである、請求項2に記載のインク。

## 【請求項4】

前記セレン成分および前記有機カルコゲナイド成分が複合化されて、セレン／有機カルコゲナイド複合成分を形成し；前記セレン／有機カルコゲナイド複合成分が式 R Z - S e<sub>t</sub> - Z' R' [式中、2 t 20] を有する化合物を含む、請求項1に記載のインク。

## 【請求項5】

セレンを提供し；

式 R Z - Z' R' [式中、ZおよびZ'はそれぞれ独立して硫黄およびセレンから選択され；RはC<sub>1</sub>-<sub>5</sub>アルキル基であり；R'はC<sub>1</sub>-<sub>5</sub>アルキル基から選択される]を有する有機カルコゲナイド成分を提供し；

エチレンジアミン、ジエチレントリアミン、トリス(2-アミノエチル)アミン、トリエチレンテトラミン、n-ブチルアミン、n-ヘキシルアミン、オクチルアミン、2-エチル-1-ヘキシルアミン、3-アミノ-1-プロパノール、1,3-ジアミノプロパン、1,2-ジアミノプロパン、1,2-ジアミノシクロヘキサン、ビリジン、ピロリジン、1-メチルイミダゾール、テトラメチルグアニジンおよびこれらの混合物から選択される液体キャリアを提供し；

前記セレン成分、前記有機カルコゲナイド成分および前記液体キャリアを一緒にして一緒にしたものを形成し；

前記一緒にしたものを攪拌しつつ加熱して、セレン／有機カルコゲナイド複合成分を生じさせ；

銅(I)錯体と、ジエチレントリアミン、トリス(2-アミノエチル)アミン、トリエチレンテトラミン、テトラエチレンペニタミンおよびテトラメチルグアニジンから選択される多座配位子とを含む第1b族成分を提供し；並びに

前記セレン／有機カルコゲナイド複合成分と前記第1b族成分とと一緒にしてセレン／第1b族インクを形成する；ことを含み、

前記セレン／第1b族インクが安定な分散物であって、前記セレンおよび前記第1b族物質が前記セレン／第1b族インクの、22で、窒素下での、少なくとも16時間の期間にわたる貯蔵中に沈殿物を形成しない、

請求項1に記載のセレン／第1b族インクを製造する方法。

## 【誤訳訂正2】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0007

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

## 【0007】

本発明のある形態においては、セレンを含むセレン成分；R Z - Z' R' および R<sup>2</sup> - SH [式中、ZおよびZ'はそれぞれ独立して硫黄、セレンおよびテルルから選択され；RはH、C<sub>1</sub>-<sub>20</sub>アルキル基、C<sub>6</sub>-<sub>20</sub>アリール基、C<sub>1</sub>-<sub>20</sub>アルキルヒドロキシ基、アリールエーテル基およびアルキルエーテル基から選択され；R'およびR<sup>2</sup>はC<sub>1</sub>-<sub>20</sub>アルキル基、C<sub>6</sub>-<sub>20</sub>アリール基、C<sub>1</sub>-<sub>20</sub>アルキルヒドロキシ基、アリールエーテル基およびアルキルエーテル基から選択される]から選択される式を有する有機カルコゲナイド成分；多座配位子と錯体形成した銅および銀から選択される少なくとも1種の第1b族物質を含む、第1b族成分；液体キャリア；を初期成分として含み、安定な分散物であるセレン／第1b族インクが提供される。

本発明の別の形態においては、セレンを含むセレン成分を提供し；R Z - Z' R' および R<sup>2</sup> - SH [式中、ZおよびZ'はそれぞれ独立して硫黄、セレンおよびテルルから選択され；RはH、C<sub>1</sub>-<sub>20</sub>アルキル基、C<sub>6</sub>-<sub>20</sub>アリール基、C<sub>1</sub>-<sub>20</sub>アルキルヒドロキシ基、アリールエーテル基およびアルキルエーテル基から選択され；R'およびR<sup>2</sup>はC<sub>1</sub>-<sub>20</sub>アルキル基、C<sub>6</sub>-<sub>20</sub>アリール基、C<sub>1</sub>-<sub>20</sub>アルキルヒドロキシ基、アリールエーテル基およびアルキルエーテル基から選択される]から選択される式を有す

る有機カルコゲナイト成分を提供し；液体キャリアを提供し；セレン成分、有機カルコゲナイト成分および液体キャリアを一緒にし；一緒にしたものを攪拌しつつ加熱して、セレン／有機カルコゲナイト複合成分を生じさせ；多座配位子と錯体形成した銅および銀から選択される少なくとも1種の第1b族物質を含む第1b族成分を提供し；セレン／有機カルコゲナイト複合成分と第1b族成分とと一緒にして、安定な分散物であるセレン／第1b族インクを形成する；ことを含む、本発明のセレン／第1b族インクを製造する方法が提供される。

本発明の別の形態においては、基体を提供し；場合によっては、ナトリウムを含む第1a族ソースを提供し；本発明のセレン／第1b族インクを提供し；第3a族ソースを提供し；場合によっては、第6a族ソースを提供し；第1a族ソースを使用してナトリウムを基体に場合によって適用すること、セレン／第1b族ソースを使用してセレンおよび第1b族物質を基体に適用すること、第3a族ソースを使用して第3a族物質を基体に適用すること、第6a族ソースを使用して硫黄およびセレンの少なくとも1種を基体に場合によって適用することにより、少なくとも1種の第1a-1b-3a-6a族前駆体物質を基体上に形成し；前駆体物質を処理して、式： $\text{Na}_L \text{X}_m \text{Y}_n \text{S}_p \text{Se}_q$  [式中、Xは銅および銀から選択される少なくとも1種の第1b族元素であり；Yはアルミニウム、ガリウムおよびインジウムから選択される少なくとも1種の第3a族元素であり； $0 < L \leq 0.75$ ； $0.25 \leq m \leq 1.5$ ；nは1であり； $0 < p \leq 2.5$ ； $0 < q \leq 2.5$ ；並びに、 $1.8 \leq (p+q) \leq 2.5$ ]を有する第1a-1b-3a-6a族物質を形成する；ことを含む、第1a-1b-3a-6a族物質を製造する方法が提供される。

#### 【誤訳訂正3】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0018

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0018】

場合によっては、セレン成分および有機カルコゲナイト成分は、複合化されて、セレン／有機カルコゲナイト成分を形成する。場合によっては、セレン／有機カルコゲナイト複合成分は、液体キャリア中に分散された式： $\text{RZ} - \text{Se}_t - \text{Z}'\text{R}'$  [式中、ZおよびZ'は上述の通りであり；RおよびR'は上述の通りであり；tは2～20（好ましくは2～14；より好ましくは2～10；最も好ましくは2～6）である]を有する化合物を含み；セレン成分は1重量%以上のセレンを含み、安定な分散物であり、かつヒドラジンおよびヒドラジニウムを含まない。

#### 【誤訳訂正4】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0030

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0030】

本発明のセレン／第1b族インクの製造において使用するためのセレン／有機カルコゲナイト複合成分の提供は、セレンを提供し； $\text{RZ} - \text{Z}'\text{R}'$ および $\text{R}^2 - \text{SH}$ から選択される式を有する有機カルコゲナイトを提供し；液体キャリアを提供し；セレン、有機カルコゲナイトおよび液体キャリアを混合し；混合物を攪拌しつつ、（好ましくは、液体キャリアの沸点温度の25以内の温度に、より好ましくは、還流加熱で）（好ましくは0.1～40時間）加熱して、液体キャリア中に安定に分散された、セレン／有機カルコゲナイト複合成分を形成することを含む。好ましくは、セレン／有機カルコゲナイト複合成分における、セレンの、 $\text{RZ} - \text{Z}'\text{R}'$ および $\text{R}^2 - \text{SH}$ から選択される式を有する有機カルコゲナイトに対するモル比は2：1～20：1、より好ましくは2：1～14：1、さらにより好ましくは2：1～10：1、最も好ましくは2：1～6：1である。

#### 【誤訳訂正5】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0031

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0031】

本発明のセレン／第1b族インクの製造に使用するためのセレン／有機カルコゲナイド複合成分の提供においては、提供される有機カルコゲナイドはチオールおよび有機ジカルコゲナイドから選択される。チオールが使用される場合には、チオールは、好ましくは、式：R<sup>2</sup>-SH [式中、R<sup>2</sup>は、C<sub>1-20</sub>アルキル基、C<sub>6-20</sub>アリール基、C<sub>1-20</sub>アルキルヒドロキシ基、アリールエーテル基およびアルキルエーテル基から選択され；好ましくは、R<sup>2</sup>は、C<sub>1-20</sub>アルキル基、C<sub>6-20</sub>アリール基、C<sub>1-20</sub>アルキルヒドロキシ基、C<sub>7-20</sub>アリールエーテル基およびC<sub>3-20</sub>アルキルエーテル基から選択され；より好ましくは、R<sup>2</sup>は、C<sub>1-20</sub>アルキル基およびC<sub>6-20</sub>アリール基から選択され；さらにより好ましくは、R<sup>2</sup>はC<sub>1-10</sub>アルキル基であり；最も好ましくは、R<sup>2</sup>はC<sub>1-5</sub>アルキル基である]を有する。有機ジカルコゲナイドが使用される場合には、有機ジカルコゲナイドは、好ましくは、式：RZ-Z'R' [式中、Rは、H、C<sub>1-20</sub>アルキル基、C<sub>6-20</sub>アリール基、C<sub>1-20</sub>アルキルヒドロキシ基、アリールエーテル基およびアルキルエーテル基から選択され（好ましくは、Rは、C<sub>1-20</sub>アルキル基、C<sub>6-20</sub>アリール基、C<sub>1-20</sub>アルキルヒドロキシ基、C<sub>7-20</sub>アリールエーテル基およびC<sub>3-20</sub>アルキルエーテル基から選択され；より好ましくは、RはC<sub>1-20</sub>アルキル基およびC<sub>6-20</sub>アリール基から選択され；さらにより好ましくは、RはC<sub>1-10</sub>アルキル基であり；最も好ましくは、RはC<sub>1-5</sub>アルキル基であり）；R'は、C<sub>1-20</sub>アルキル基、C<sub>6-20</sub>アリール基、C<sub>1-20</sub>アルキルヒドロキシ基、アリールエーテル基およびアルキルエーテル基から選択され（好ましくは、R'は、C<sub>1-20</sub>アルキル基、C<sub>6-20</sub>アリール基、C<sub>1-20</sub>アルキルヒドロキシ基、C<sub>7-20</sub>アリールエーテル基およびC<sub>3-20</sub>アルキルエーテル基から選択され；より好ましくは、R'は、C<sub>1-20</sub>アルキル基およびC<sub>6-20</sub>アリール基から選択され；さらにより好ましくは、R'はC<sub>1-10</sub>アルキル基であり；最も好ましくは、R'はC<sub>1-5</sub>アルキル基であり）；ZおよびZ'はそれぞれ独立して硫黄、セレンおよびテルル（好ましくは硫黄およびセレン、最も好ましくは硫黄である）から選択される]を有する。使用的チオールおよび有機ジカルコゲナイドにおけるR<sup>2</sup>、RおよびR'基は、得られるセレン／有機カルコゲナイド複合成分の、液体キャリア中の溶解性を増大させるように選択されうる。

【誤訳訂正6】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0032

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

【0032】

好ましくは、本発明のセレン／第1b族インクの製造に使用するためのセレン／有機カルコゲナイド複合成分の提供において、有機カルコゲナイドの添加のタイミングは、使用される有機カルコゲナイドの物理的状態に依存する。固体有機カルコゲナイドについては、固体有機カルコゲナイドは好ましくは、液体キャリアの添加前にセレンと一緒にされる。液体有機カルコゲナイドについては、液体有機カルコゲナイドは好ましくは、一緒にされたセレンおよび液体キャリアに添加される。

【誤訳訂正7】

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0033

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

**【0033】**

液体有機カルコゲナイトを使用する場合には、本発明のセレン／第1b族インクの製造に使用するためのセレン／有機カルコゲナイト複合成分を提供することは、場合によっては、液体有機カルコゲナイトを添加する前に、一緒にされたセレンおよび液体キャリアを加熱することをさらに含む。好ましくは、本発明のセレン／第1b族インクの製造に使用するためのセレン／有機カルコゲナイト複合成分を提供することは、場合によっては、液体有機カルコゲナイトの添加前および添加中に、一緒にされた液体キャリアおよびセレン粉体を加熱することをさらに含む。より好ましくは、一緒にされた液体キャリアおよびセレン粉体は、液体有機カルコゲナイトの添加中に20～240の温度に維持される。最も好ましくは、一緒にされたセレンおよび液体キャリアに、液体有機カルコゲナイトを、連続攪拌、および還流加熱を伴って、徐々に添加することにより、一緒にされたセレンおよび液体キャリアに、液体有機カルコゲナイトが添加される。

**【誤訳訂正8】**

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0058

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

**【0058】****実施例11-15：セレン／有機カルコゲナイト複合成分の製造**

セレン成分は、表2に示される成分および量を用い、以下の方法を使用して製造された。セレン粉体が空气中で反応容器に秤量された。反応容器は、次いで、窒素でバージされた。次いで、グローブボックス内で不活性技術を使用して、攪拌することなく、反応容器に液体キャリアが添加された。次いで、不活性技術を用いて（すなわち、ゴム隔壁を通したシリングを介して）、液体有機ジカルコゲナイトが添加された。次いで、反応容器の内容物が、表2に示された反応条件に従って処理された。形成された生成物についての観察結果が表2に示される。液体キャリア中の特徴的な褐色の形成および反応容器の底の固体の喪失によって、セレン成分の形成が示された。いくつかのセレン成分は空気感受性であり、空気に曝露されると分解することに留意されたい。よって、セレン成分は窒素雰囲気下で製造、貯蔵された。

**【誤訳訂正9】**

【訂正対象書類名】明細書

【訂正対象項目名】0061

【訂正方法】変更

【訂正の内容】

**【0061】****実施例16-27：セレン／第1b族インクの製造**

窒素グローブボックス内で、表3に特定される、セレン／有機カルコゲナイト複合成分(Se/O/C成分)と、第1b族成分と一緒にされて、セレン／第1b族インクを形成した。形成されたセレン／第1b族インクの、観察された安定性が表3に記載される。