

【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2区分

【発行日】令和2年12月10日(2020.12.10)

【公開番号】特開2020-176104(P2020-176104A)

【公開日】令和2年10月29日(2020.10.29)

【年通号数】公開・登録公報2020-044

【出願番号】特願2019-81378(P2019-81378)

【国際特許分類】

C 07 F 15/06 (2006.01)

C 07 F 15/02 (2006.01)

C 23 C 16/18 (2006.01)

【F I】

C 07 F 15/06 C S P

C 07 F 15/02

C 23 C 16/18

【手続補正書】

【提出日】令和2年10月30日(2020.10.30)

【手続補正1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】

金属M(MはCo又はFe)膜が基板上にALD法で形成される金属M膜形成方法であつて、

前記金属M膜形成方法は、

25(1気圧)で液体で蒸気圧(100)が0.35Torr以上の[i-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>N<sub>C</sub>(n-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>)N-i-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>]₂M(MはCo又はFe)が成膜室に輸送されるA工程と、

還元性ガスが前記成膜室に輸送されるB工程

とを具備してなり、

前記成膜室内の基板上に前記金属M膜が形成される金属M膜形成方法。

【請求項2】

前記A工程は、

容器内に入れられた前記[i-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>N<sub>C</sub>(n-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>)N-i-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>]₂Mが圧送ガスによって気化器まで輸送されるA1工程と、

前記気化器で気化した前記[i-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>N<sub>C</sub>(n-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>)N-i-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>]₂Mが前記成膜室に輸送されるA2工程

とを具備してなり、

前記A1工程における前記容器から前記気化器までの輸送用配管が特別には加熱されていらない室温のままである

請求項1の金属M膜形成方法。

【請求項3】

前記容器内には、前記[i-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>N<sub>C</sub>(n-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>)N-i-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>]₂Mが入っているものの、溶媒が入っていない

請求項2の金属M膜形成方法。

【請求項4】

前記還元性ガスがH<sub>2</sub>及びNH<sub>3</sub>の群の中から選ばれる一種以上である

請求項1の金属M膜形成方法。

**【請求項5】**

前記基板は半導体分野で用いられる基板であり、

前記基板は深さLが開口部の幅Wの10倍以上ある溝(又は穴)を有してなり、

前記金属M膜は前記溝(又は穴)内に形成される

請求項1の金属M膜形成方法。

**【請求項6】**

25(1気圧)で液体で蒸気圧(100)が0.35Torr以上の[i-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>Nc(n-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>)N-i-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>]<sub>2</sub>M(MはCo又はFe)の製造方法であつて、

i-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>-N=C=N-i-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>とn-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>Liとの反応が行われるX工程と、

前記X工程における反応生成物[i-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>Nc(n-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>)N-i-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>]と金属M(MはCo又はFe)塩化物との反応が行われるY工程と、

前記Y工程の後で蒸留が行われる精製工程とを具備する製造方法。

**【請求項7】**

25(1気圧)で液体で蒸気圧(100)が0.35Torr以上の[i-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>Nc(n-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>)N-i-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>]<sub>2</sub>M(MはCo又はFe)。

**【手続補正2】**

**【補正対象書類名】**明細書

**【補正対象項目名】**0023

**【補正方法】**削除

**【補正の内容】**

**【手続補正3】**

**【補正対象書類名】**明細書

**【補正対象項目名】**0034

**【補正方法】**変更

**【補正の内容】**

**【0034】**

第1の本発明は新規化合物である。前記化合物はM[i-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>Nc(R)N-i-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>]<sub>2</sub>(M=Co又はFe。Rはn-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>又はi-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>)である。前記化合物は下記の[式1][式2][式3][式4]で表される。例えば、Co[i-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>Nc(n-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>)N-i-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>]<sub>2</sub>(ビス(N,N'-ジイソプロピルブタンアミジネート)コバルト:ビス(N,N'-ジイソプロピルブタナアミジネート)コバルト)である。例えば、Co[i-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>Nc(i-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>)N-i-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>]<sub>2</sub>(ビス(N,N'-ジイソプロピル-2-メチルプロピオニアミジネート)コバルト)である。例えば、Fe[i-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>Nc(n-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>)N-i-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>]<sub>2</sub>(ビス(N,N'-ジイソプロピルブタンアミジネート)鉄:ビス(N,N'-ジイソプロピルブタナアミジネート)鉄)である。前記化合物(錯体)は液体(25(1気圧)下で液体)である。従って、蒸留操作によって、前記化合物の高純度品が簡単に得られた。前記化合物の官能基は不斉炭素原子を持たない。前記化合物は光学異性体が無い。異性体の不存在が大事である点は次の通りである。近年の半導体分野では微細化・複雑化が進んでいる。例えば、微細な穴または溝(開口部の幅が数十nm。深さが、開口部の10~200倍、更には200倍以上)に対して、成膜が行われる場合がある。このような成膜の場合には、ALD法が不可決と謂われている。このような場合、成膜原料分子が基体終端基(例えば、-OH基、-NH<sub>2</sub>基)に化学吸着する必要がある。この化学吸着には、原料分子の向きや配列が秩序正しいことが好ましい。前記原料分子が左右非対称である場合、光学活性(光学異性体)である場合には、秩序正しい配列の化学吸着が困難であった。このよう

な状態で成膜された膜は、緻密さが劣り、比抵抗が高くなってしまう。従って、異性体がない事が好ましい。異性体が無い場合は、精製が簡単である。後述の参考例で示される化合物は、異性体が存在する。従って、成膜原料としては好ましくなかった。単離（分離・精製）が極めて困難（現時点では不可能）である。前記本発明の化合物は蒸気圧が高い。例えば、蒸気圧（100）が0.35 Torr以上である。0.4 Torr以上である。0.47～0.55 Torrである。Co[i-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>NC(n-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>)N-i-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>]<sub>2</sub>の蒸気圧（100）は0.53 Torrであった。Co[i-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>N(C(i-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>)N-i-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>)]<sub>2</sub>の蒸気圧（100）は0.47 Torrであった。Fe[i-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>NC(n-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>)N-i-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>]<sub>2</sub>の蒸気圧（100）は0.55 Torrであった。前記蒸気圧の測定には気体飽和法が用いられた。CVD或いはALDによる成膜が容易であった。

【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0070

【補正方法】削除

【補正の内容】

【手続補正5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0071

【補正方法】削除

【補正の内容】

【手続補正6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0072

【補正方法】削除

【補正の内容】

【手続補正7】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0073

【補正方法】削除

【補正の内容】

【手続補正8】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0074

【補正方法】削除

【補正の内容】

【手続補正9】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0075

【補正方法】削除

【補正の内容】

【手続補正10】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0076

【補正方法】削除

【補正の内容】