



(19) 中華民國智慧財產局

(12) 發明說明書公告本

(11) 證書號數：TW I570130 B

(45) 公告日：中華民國 106 (2017) 年 02 月 11 日

(21) 申請案號：101132115

(22) 申請日：中華民國 101 (2012) 年 09 月 04 日

(51) Int. Cl. : C07F7/18 (2006.01)

C23C16/42 (2006.01)

(30) 優先權：2011/09/05 日本

2011-192741

(71) 申請人：東楚股份有限公司 (日本) TOSOH CORPORATION (JP)

日本

(72) 發明人：原大治 HARA, DAIJI (JP) ; 清水真鄉 SHIMIZU, MASATO (JP)

(74) 代理人：洪澄文

(56) 參考文獻：

JP 2003-276110A

US 2003/0064154A1

審查人員：官速貞

申請專利範圍項數：10 項 圖式數：3 共 52 頁

(54) 名稱

成膜材料、使用該材料之封合膜以及其用途

FILM FORMING MATERIAL, SEALING FILM USING THE SAME, AND USE THEREOF

(57) 摘要

本發明係關於使用具有至少直接鍵結於一個矽原子的二級烴基，具有對矽原子 1，氧原子為 0.5 以下之原子比之具有特定構造之有機矽化合物作為原料，以藉由 CVD 形成之含碳氧化矽所組成之膜作為封合膜，使用於氣體阻隔構件、FPD 裝置、半導體裝置等。

This invention relates to using a film as a sealing film for a gas barrier member, an FPD device, a semiconductor, and the like device, wherein the film contains a carbon-containing silicon oxide formed by a CVD with using, as a raw material, an organic silicon compound having a specific structure having a secondary hydrocarbon group directly connected with at least one silicon atom thereof and having an atomic ratio of an oxygen atom to one silicon atom of 0.5 or less.

指定代表圖：

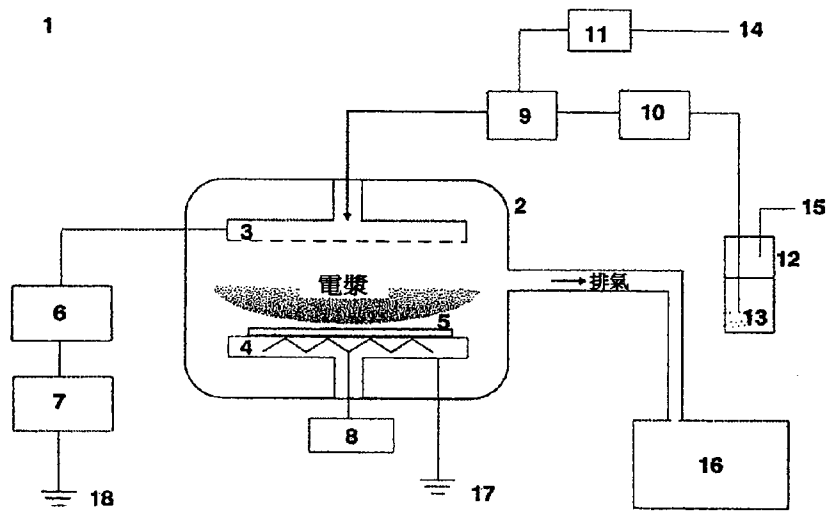


圖 1

符號簡單說明：

1 . . . 平行平板電容
耦合型 PECVD 裝置

2 . . . PECVD 腔

3 . . . 具有淋灑頭之
上部電極

4 . . . 下部電極

5 . . . 薄膜形成用基
板

6 . . . 匹配電路

7 . . . RF 電源

8 . . . 溫度控制裝置

9 . . . 汽化器

10 . . . 液體流量控
制裝置11 . . . 氣體流量控
制裝置

12 . . . 容器

13 . . . 原料化合物

14 . . . 將惰性氣體
經由汽化器供給PECVD 裝置腔內的配
管15 . . . 藉由惰性氣
體加壓之配管

16 . . . 排氣裝置

17 . . . 接地

18 . . . 接地

發明摘要

※ 申請案號：101132115

※ 申請日：101.9.4

C07F 7/18 (2006.01)
※IPC 分類：C23C 16/42 (2006.01)

【發明名稱】(中文/英文)

成膜材料、使用該材料之封合膜以及其用途 / Film forming material, sealing film using the same, and use thereof

【中文】

本發明係關於使用具有至少直接鍵結於一個矽原子的二級烴基，具有對矽原子 1，氧原子為 0.5 以下之原子比之具有特定構造的有機矽化合物作為原料，以藉由 CVD 形成之含碳氧化矽所組成之膜作為封合膜，使用於氣體阻隔構件、FPD 裝置、半導體裝置等。

【英文】

This invention relates to using a film as a sealing film for a gas barrier member, an FPD device, a semiconductor, and the like device, wherein the film contains a carbon-containing silicon oxide formed by a CVD with using, as a raw material, an organic silicon compound having a specific structure having a secondary hydrocarbon group directly connected with at least one silicon atom thereof and having an atomic ratio of an oxygen atom to one silicon atom of 0.5 or less.

**【代表圖】**

【本案指定代表圖】：第（1）圖。

【本代表圖之符號簡單說明】：

- 1~平行平板電容耦合型 PECVD 裝置；
- 2~PECVD 腔；
- 3~具有淋灑頭之上部電極；
- 4~下部電極；
- 5~薄膜形成用基板；
- 6~匹配電路；
- 7~RF 電源；
- 8~溫度控制裝置；
- 9~汽化器；
- 10~液體流量控制裝置；
- 11~氣體流量控制裝置；
- 12~容器；
- 13~原料化合物；
- 14~將惰性氣體經由汽化器供給 PECVD 裝置腔內的配管；
- 15~藉由惰性氣體加壓之配管；
- 16~排氣裝置；
- 17~接地；
- 18~接地。

【本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式】：

無

發明專利說明書

(本說明書格式、順序，請勿任意更動)

【發明名稱】(中文/英文)

成膜材料、使用該材料之封合膜以及其用途 /Film forming material, sealing film using the same, and use thereof

【技術領域】

【0001】 本發明係關於成膜材料、使用該材料之封合膜以及其用途。特別是關於以具有特定構造的烴基取代矽化合物作為原料，藉由化學氣相沉積法 (CVD：Chemical Vapor Deposition)成膜而得之含碳氧化矽膜所組成之封合膜。

【先前技術】

【0002】 以液晶顯示器以及有機 EL 顯示器所代表的平面顯示器(以下，FPD)，於其顯示面板之基材使用玻璃基板，但由薄膜化、輕量化、提升耐衝擊性、軟性化，以及，進一步，由適應於捲至捲製程的觀點，以透明塑膠基板代替要求提高。此外，有使用有機半導體於塑膠基板上形成有機電晶體、LSI、Si 膜太陽電池、有機染料敏化太陽電池、有機半導體太陽電池等的嘗試。

【0003】 於通常市售的塑膠基板上形成上述元件時，由於液晶元件、有機 EL 元件、TFT 元件、半導體元件、太陽電池等，形成之元件及裝置怕水及/或氧，而於顯示器的顯示產生黑點或亮點，無法作用作為半導體元件、太陽電池等之功能而不堪實用。因此，需要對塑膠基板賦予對水蒸氣及/或氧氣之氣體阻隔性能之氣體阻隔塑膠基板。另一方面，賦予氣體阻隔

5

性能的透明塑膠膜，作為食品、藥品、電子材料、電子零件等的包裝材料用途，以後有取代不透明的鋁箔層壓膜使用日益擴大的方向。

【0004】 對透明塑膠基板或透明塑膠膜賦予透明氣體阻隔性能的方法有物理成膜法與 CVD 法。於專利文獻 1，提案以六甲基二矽氧烷、1,1,3,3-四甲基二矽氧烷及/或 1,3-二乙炔基-1,1,3,3-四甲基二矽氧烷、氧、氮、氫等的惰性氣體的混合氣體作為原料，以電漿輔助化學氣相沉積法(PECVD：Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition)形成氣體阻隔層之阻隔袋用膜，但其氣體阻隔性能為 $H_2O=0.2\sim0.6g/m^2\cdot day$ 、 $O_2=0.4\sim0.5cc/m^2\cdot day$ 而低。

【0005】 此外，在本發明者們，在於專利文獻 2 及專利文獻 3，提案使用具有與二級或三級烴基直接鍵結於矽原子的構造之矽烷及矽氧烷化合物，藉由 PECVD 形成低介電常數絕緣膜的方法。但是，該等方法，係形成低密度膜之方法，形成之膜並不適合作為封合材，特別是氣體阻隔材之高密度膜。

[先行技術文獻]

[專利文獻]

專利文獻 1：日本國專利第 4139446 號公報

專利文獻 2：日本國特開 2004-6607 號公報

專利文獻 3：日本國特開 2005-51192 號公報

【發明內容】

[發明所欲解決的課題]

【0006】 本發明係有鑑於上述課題而完成者，其目的，係

以具有特定構造的烴基取代矽化合物作為原料，提供藉由 CVD 所得之含碳氧化矽膜所組成之封合膜及包含此膜而成之氣體阻隔構件、FPD 裝置及半導體裝置。

[用以解決課題的手段]

【0007】 本發明者們，發現具有特定構造的烴基取代基，具有特定的矽氧比之矽化合物適於作為 CVD 用成膜材料，並且以具有該特定構造及組成比的矽化合物作為原料，藉由 CVD 所得之膜有用於作為封合膜，而達至完成本發明。

【0008】 即，本發明係一種 CVD 用成膜材料，其含有具有至少直接鍵結於一個矽原子的二級烴基，具有對矽原子 1，氧原子為 0.5 以下之原子比之有機矽化合物。此外，本發明係一種封合膜使用如此之成膜材料，藉由 CVD 成膜之。此外，本發明係一種封合膜，其特徵在於進一步將上述封合膜熱處理、紫外線照射處理或電子線處理而得。再者，本發明係氣體阻隔構件，其特徵在於使用該等封合膜作為氣體阻隔層。此外，本發明係平面顯示器裝置或半導體，其特徵在於包含該等封合膜而成。

【0009】 即本發明的要旨係如下(1)~(15)。

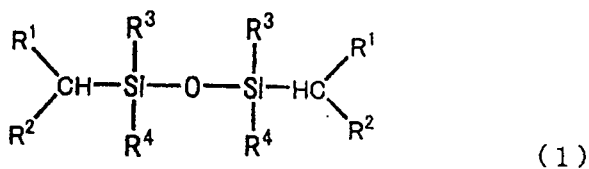
【0010】 (1)一種化學氣相沉積法用的成膜材料，其特徵在於：含有具有至少直接鍵結於一個矽原子之二級烴基，具有對矽原子 1，氧原子為 0.5 以下之原子比之有機矽化合物。

【0011】 (2)如(1)所述的成膜材料，其中較佳的是，具有至少直接鍵結於一個矽原子之二級烴基，具有對矽原子 1，氧原子為 0.5 以下之原子比之有機矽化合物，係以下述通式(1)表示

S

之二矽氧烷化合物：

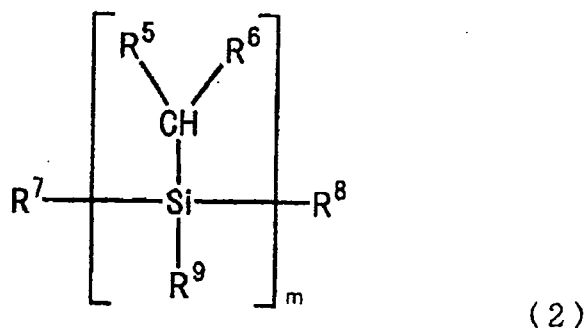
[化 1]



【0012】 式中， R^1 及 R^2 係分別表示碳數 1~20 的烴基。 R^1 及 R^2 亦可互相鍵結形成環狀構造。 R^3 及 R^4 係分別表示碳數 1~20 的烴基或氫原子。

【0013】 (3)如(1)所述的成膜材料，其中較佳的是，具有至少直接鍵結於一個矽原子之二級烴基，具有對矽原子 1，氧原子為 0.5 以下之原子比之有機矽化合物，係以下述通式(2)表示之矽烷化合物：

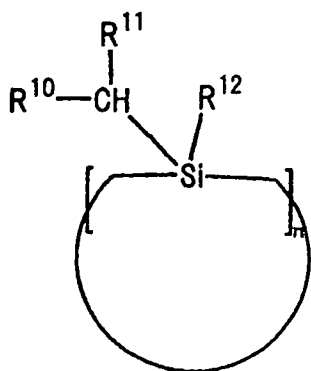
[化 2]



【0014】 式中， R^5 及 R^6 係分別表示碳數 1~20 的烴基。 R^5 及 R^6 亦可互相鍵結形成環狀構造； R^7 、 R^8 及 R^9 係分別表示碳數 1~20 的烴基或氫原子； m 係表示 1~20 之整數。

【0015】 (4) 如(1)所述的成膜材料，其中較佳的是，具有至少直接鍵結於一個矽原子之二級烴基，具有對矽原子 1，氧原子為 0.5 以下之原子比之有機矽化合物，係以下述通式(3)表示之環狀矽烷化合物：

[化 3]



(3)

【0016】 式中， R^{10} 及 R^{11} 係分別表示碳數 1~20 的烴基。 R^{10} 及 R^{11} 亦可互相鍵結形成環狀構造； R^{12} 表示碳數 1~20 的烴基或氫原子； n 係表示 4~40 之整數。

【0017】 (5)如(2)至(4)中任一項所述的成膜材料，其中較佳的是，通式(1)、通式(2)或通式(3)的 R^1 與 R^2 、 R^5 與 R^6 、或 R^{10} 與 R^{11} ，均為甲基，或分別為甲基與乙基。

【0018】 (6)如(2)或(5)中任一項所述的成膜材料，其中較佳的是，有機矽化合物為 1,3-二異丙基二矽氧烷、1,3-二異丙基-1,3-二甲基二矽氧烷、1,3-二異丙基-1,1,3,3-四甲基二矽氧烷、1,3-二第二丁基二矽氧烷、1,3-二第二丁基-1,3-二甲基二矽氧烷或 1,3-二第二丁基-1,1,3,3-四甲基二矽氧烷。

【0019】 (7)如(3)或(5)中任一項所述的成膜材料，其中較佳的是，有機矽化合物為異丙基矽烷、異丙基甲基矽烷、異丙基二甲基矽烷、二異丙基矽烷、二異丙基甲基矽烷、三異丙基矽烷、第二丁基矽烷、第二丁基甲基矽烷、第二丁基二甲基矽烷、二第二丁基矽烷、二第二丁基甲基矽烷或三第二丁基矽烷。

【0020】 (8)如(4)或(5)中任一項所述的成膜材料，其中較佳的是，有機矽化合物為 1,2,3,4-四異丙基環丁矽烷、⁵

1,2,3,4,5-五異丙基環戊矽烷、1,2,3,4,5,6-六異丙基環六矽烷、1,1,2,2,3,3,4,4-八異丙基環丁矽烷、1,1,2,2,3,3,4,4,5,5-十異丙基環戊矽烷或 1,1,2,2,3,3,4,4,5,5,6,6-十二異丙基環六矽烷。

【0021】 (9)如(1)至(8)中任一項所述的成膜材料，其中較佳的是，化學氣相沉積法係電漿輔助化學氣相沉積法。

【0022】 (10)如(1)至(8)中任一項所述的成膜材料，其中較佳的是，化學氣相沉積法係觸媒化學氣相沉積法。

【0023】 (11)一種封合膜，其係使用上述(1)~(10)中任一項所述的成膜材料，以化學氣相沉積法成膜。

【0024】 (12)一種封合膜，其中較佳的是，對上述(11)所述的封合膜，進一步熱處理、紫外線照射處理或電子線處理而得。

【0025】 (13)一種氣體阻隔構件，其特徵在於：使用上述(11)或(12)中任一項所述的封合膜作為氣體阻隔層。

【0026】 (14)一種平面顯示器裝置，其特徵在於：包含上述(11)或(12)中任一項所述的封合膜而成。

【0027】 (15)一種半導體裝置，其特徵在於：包含上述(11)或(12)中任一項所述的封合膜而成。

[發明效果]

【0028】 根據本發明，包含具有至少直接鍵結於一個矽原子之二級烴基，具有對矽原子 1，氧原子為 0.5 以下之原子比之有機矽化合物之成膜材料，可藉由 CVD 成膜，形成含碳氧化矽膜，其可使用作為封合膜。特別是本封合膜，極為有用於作為氣體阻擋膜或氣體阻隔基板用的氣體阻隔層。

【圖式簡單說明】

【0029】

圖 1 係表示平行平板電容耦合型 PECVD 裝置之圖。

圖 2 係表示誘導耦合型遠端 PECVD 裝置之圖。

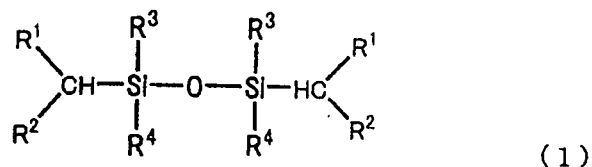
圖 3 係表示微波 PECVD 裝置之圖。

【實施方式】

【0030】 以下，詳細說明本發明。

【0031】 在於本發明，具有至少直接鍵結於一個矽原子之二級烴基，具有對矽原子 1，氧原子為 0.5 以下之原子比之有機矽化合物，並無特別限定，惟以下述通式(1)表示之二矽氧烷化合物：

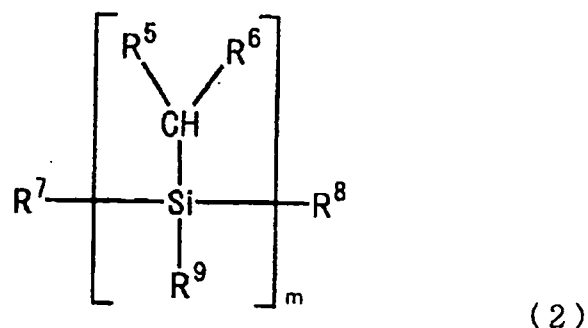
[化 4]



【0032】 式中， R^1 及 R^2 係分別表示碳數 1~20 的烴基。 R^1 及 R^2 亦可互相鍵結形成環狀構造。 R^3 及 R^4 係分別表示碳數 1~20 的烴基或氫原子；

【0033】 下述通式(2)表示之矽烷化合物：

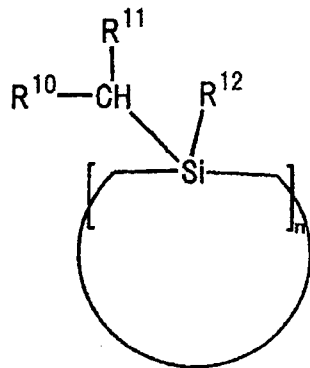
[化 5]



【0034】 式中， R^5 及 R^6 係分別表示碳數 1~20 的烴基。 R^5 及 R^6 亦可互相鍵結形成環狀構造； R^7 、 R^8 及 R^9 係分別表示碳數 1~20 的烴基或氫原子； m 係表示 1~20 之整數；

【0035】 下述通式(3)表示之環狀矽烷化合物：

[化 6]



(3)

【0036】 式中， R^{10} 及 R^{11} 係分別表示碳數 1~20 的烴基。 R^{10} 及 R^{11} 亦可互相鍵結形成環狀構造； R^{12} 表示碳數 1~20 的烴基或氫原子； n 係表示 4~40 之整數為佳。

【0037】 上述通式(1)之 R^1 及 R^2 、通式(2)之 R^5 及 R^6 、或通式(3)之 R^{10} 及 R^{11} 係分別為碳數 1~20 之飽和或不飽和烴基，以直鏈狀、分枝鏈狀及環狀之任一構造均可。此外，該等互相鍵結，形成環狀構造亦包含於本發明之範圍。碳數超過 20 時，有難以取得對應之有機鹵化物等原料，或即使取得亦有純度較低之情形。考慮用 CVD 裝置的穩定使用時，有機矽化合物的蒸氣壓不會變的過低之點，以碳數 1~10 之烴基特別佳。

【0038】 上述通式(1)之 R^1 及 R^2 、通式(2)之 R^5 及 R^6 、或通式(3)之 R^{10} 及 R^{11} 的烴基之例，並無特別限定，惟可舉碳數 1~20，以碳數 1~10 之烷基、芳基、芳烷基、烷芳基及乙烯基為首的烯基。 R^1 與 R^2 、 R^5 與 R^6 ，或 R^{10} 與 R^{11} 可為相同亦可

不同。

【0039】 R^1 與 R^2 、 R^5 與 R^6 ，或 R^{10} 與 R^{11} 沒有互相鍵結之情形之例，可舉 R^1 與 R^2 、 R^5 與 R^6 ，或 R^{10} 與 R^{11} 分別為甲基、乙基、正丙基、異丙基、正丁基、異丁基、第二丁基、第三丁基、正戊基、第三戊基、正己基、環己基、苯基、苜基、甲苯基等。

【0040】 R^1 與 R^2 、 R^5 與 R^6 ，或 R^{10} 與 R^{11} 互相鍵結，經由二級烴基鍵結於 Si 之基之例，可舉二級烴基為環丁基、環丁烯基、環戊基、環戊二烯基、環己基、環己烯基、環辛烯基或環辛二烯基時作為代表例。

【0041】 其中， R^1 與 R^2 、 R^5 與 R^6 ，或 R^{10} 與 R^{11} 的組合，以 R^1 與 R^2 、 R^5 與 R^6 ，或 R^{10} 與 R^{11} 均為甲基之異丙基； R^1 與 R^2 、 R^5 與 R^6 ，或 R^{10} 與 R^{11} 分別為甲基與乙基之第二丁基； R^1 與 R^2 、 R^5 與 R^6 ，或 R^{10} 與 R^{11} 互相鍵結之環戊基、環戊二烯基、或環己基、環己烯基，在經濟上為佳，有可顯著地提升氣體阻隔性之情形。

【0042】 上述通式(1)之 R^3 與 R^4 ，通式(2)之 R^7 、 R^8 及 R^9 ，或通式(3)之 R^{12} 係分別表示碳數 1~20 之烴基或氫原子，烴基可為飽和或不飽和烴基，以直鏈狀、分枝鏈狀及環狀之任一構造均可。碳數超過 20 時，有使生成之有機矽化合物的蒸氣壓變低，而難以用於 CVD 裝置之情形，而有不佳之情形。

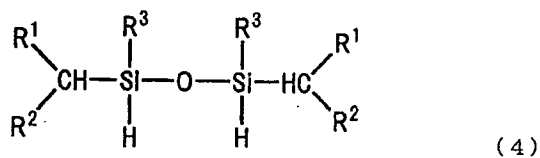
【0043】 上述通式(1)之 R^3 與 R^4 ，通式(2)之 R^7 、 R^8 及 R^9 ，或通式(3)之 R^{12} 之烴基，可使用與上述上述通式(1)之 R^1 及 R^2 、通式(2)之 R^5 及 R^6 、或通式(3)之 R^{10} 及 R^{11} 之烴基的例相

同者。

【0044】 特別是上述通式(1)之 R^3 與 R^4 ，通式(2)之 R^7 、 R^8 及 R^9 ，或通式(3)之 R^{12} 分別為氫原子、或碳數 1 至 4 之烴基為甲基、乙基、正丙基、異丙基、正丁基、異丁基、第二丁基或出現第三丁基時，高蒸氣壓，且原料取得上較佳。特別是氫原子、二級或三級碳取代基之異丙基、第二丁基或第三丁基時，有顯著地提升氣體阻隔性之情形。

【0045】 其中，以通式(1)表示之二矽氧烷化合物之中，以下述通式(4)之具有直接鍵結於矽原子之氫原子之二矽氧烷化合物特別佳，可以很高的成膜速度形成氣體阻隔性極高的封合膜之情形：

[化 7]



【0046】 式中， R^1 及 R^2 係分別表示碳數 1~20 之烴基。 R^1 及 R^2 亦可互相鍵結形成環狀構造。 R^3 係分別表示碳數 1~20 的烴基或氫原子。

【0047】 具有以上述通式(1)或(4)表示之二級烴基直接鍵結於矽原子之構造之二矽氧烷化合物之具體例，可例示：

【0048】 1,3-二異丙基二矽氧烷、

【0049】 1,3-二異丙基-1,3-二甲基二矽氧烷、1,3-二異丙基-1,3-二乙基二矽氧烷、1,3-二異丙基-1,3-二乙炔基二矽氧烷、1,3-二異丙基-1,3-二正丙基二矽氧烷、1,1,3,3-四異丙基二矽氧烷、1,3-二異丙基-1,3-二正丁基二矽氧烷、1,3-二異丙基-1,3-

二異丁基二矽氧烷、1,3-二異丙基-1,3-二第二丁基二矽氧烷、
1,3-二異丙基-1,3-二苯基二矽氧烷、

【0050】 1,3-二異丙基-1,1,3,3-四甲基二矽氧烷、1,3-二異
丙基-1,1,3,3-四乙基二矽氧烷、1,3-二異丙基-1,1,3,3-四乙烯基
二矽氧烷、1,3-二異丙基-1,1,3,3-四正丙基二矽氧烷、1,3-二異
丙基-1,1,3,3-四正丁基二矽氧烷、1,3-二異丙基-1,1,3,3-四異丁
基二矽氧烷、1,3-二異丙基-1,1,3,3-四第二丁基二矽氧烷、1,3-
二異丙基-1,1,3,3-四苯基二矽氧烷、

【0051】 1,1,3,3-四異丙基-1,3-二甲基二矽氧烷、1,1,3,3-四
異丙基-1,3-二乙基二矽氧烷、1,1,3,3-四異丙基-1,3-二乙烯基
二矽氧烷、1,1,3,3-四異丙基-1,3-二正丙基二矽氧烷、1,1,3,3-
四異丙基-1,3-二正丙基二矽氧烷、1,1,3,3-四異丙基-1,3-二正
丁基二矽氧烷、1,1,3,3-四異丙基-1,3-二異丁基二矽氧烷、
1,1,3,3-四異丙基-1,3-二第二丁基二矽氧烷、1,1,3,3-四異丙基
-1,3-二苯基二矽氧烷、1,1,1,3,3,3-六異丙基二矽氧烷、

【0052】 1,3-二第二丁基二矽氧烷、

【0053】 1,3-二第二丁基-1,3-二甲基二矽氧烷、1,3-二第二
丁基-1,3-二乙基二矽氧烷、1,3-二第二丁基-1,3-二乙烯基二矽
氧烷、1,3-二第二丁基-1,3-二正丙基二矽氧烷、1,1,3,3-四第二
丁基二矽氧烷、1,3-二第二丁基-1,3-二正丁基二矽氧烷、1,3-
二第二丁基-1,3-二異丁基二矽氧烷、1,3-二第二丁基-1,3-二第
二丁基二矽氧烷、1,3-二第二丁基-1,3-二苯基二矽氧烷、

【0054】 1,3-二第二丁基-1,1,3,3-四甲基二矽氧烷、1,3-二
第二丁基-1,1,3,3-四乙基二矽氧烷、1,3-二第二丁基-1,1,3,3-
§

四乙炔基二矽氧烷、1,3-二第二丁基-1,1,3,3-四正丙基二矽氧烷、1,3-二第二丁基-1,1,3,3-四正丁基二矽氧烷、1,3-二第二丁基-1,1,3,3-四異丁基二矽氧烷、1,3-二第二丁基-1,1,3,3-四苯基二矽氧烷、

【0055】 1,1,3,3-四第二丁基-1,3-二甲基二矽氧烷、1,1,3,3-四第二丁基-1,3-二乙基二矽氧烷、1,1,3,3-四第二丁基-1,3-二乙炔基二矽氧烷、1,1,3,3-四第二丁基異丙基-1,3-二正丙基二矽氧烷、1,1,3,3-四第二丁基-1,3-二正丙基二矽氧烷、1,1,3,3-四第二丁基-1,3-二正丁基二矽氧烷、1,1,3,3-四第二丁基-1,3-二異丁基二矽氧烷、1,1,3,3-四第二丁基-1,3-二苯基二矽氧烷、1,1,1,3,3,3-六第二丁基二矽氧烷、

【0056】 1,3-二環戊基二矽氧烷、

【0057】 1,3-二環戊基-1,3-二甲基二矽氧烷、1,3-二環戊基-1,3-二乙基二矽氧烷、1,3-二環戊基-1,3-二乙炔基二矽氧烷、1,3-二環戊基-1,3-二正丙基二矽氧烷、1,1,3,3-四環戊基二矽氧烷、1,3-二環戊基-1,3-二正丁基二矽氧烷、1,3-二環戊基-1,3-二異丁基二矽氧烷、1,3-二環戊基-1,3-二第二丁基二矽氧烷、1,3-二環戊基-1,3-二苯基二矽氧烷、

【0058】 1,3-二環戊基-1,1,3,3-四甲基二矽氧烷、1,3-二環戊基-1,1,3,3-四乙基二矽氧烷、1,3-二環戊基-1,1,3,3-四乙炔基二矽氧烷、1,3-二環戊基-1,1,3,3-四正丙基二矽氧烷、1,3-二環戊基-1,1,3,3-四正丁基二矽氧烷、1,3-二環戊基-1,1,3,3-四異丁基二矽氧烷、1,3-二環戊基-1,1,3,3-四第二丁基二矽氧烷、1,3-二環戊基-1,1,3,3-四苯基二矽氧烷、

【0059】 1,1,3,3-四環戊基-1,3-二甲基二矽氧烷、1,1,3,3-四環戊基-1,3-二乙基二矽氧烷、1,1,3,3-四環戊基-1,3-二乙炔基二矽氧烷、1,1,3,3-四環戊基-1,3-二正丙基二矽氧烷、1,1,3,3-四環戊基-1,3-二正丙基二矽氧烷、1,1,3,3-四環戊基-1,3-二正丁基二矽氧烷、1,1,3,3-四環戊基-1,3-二異丁基二矽氧烷、1,1,3,3-四環戊基-1,3-二第二丁基二矽氧烷、1,1,3,3-四環戊基-1,3-二苯基二矽氧烷、1,1,1,3,3,3-六環戊基二矽氧烷、1,3-二環戊二烯基二矽氧烷、

【0060】 1,3-二環戊二烯基-1,3-二甲基二矽氧烷、1,3-二環戊二烯基-1,3-二乙基二矽氧烷、1,3-二環戊二烯基-1,3-二乙炔基二矽氧烷、1,3-二環戊二烯基-1,3-二正丙基二矽氧烷、1,1,3,3-四環戊二烯基二矽氧烷、1,3-二環戊二烯基-1,3-二正丁基二矽氧烷、1,3-二環戊二烯基-1,3-二異丁基二矽氧烷、1,3-二環戊二烯基-1,3-二第二丁基二矽氧烷、1,3-二環戊二烯基-1,3-二苯基二矽氧烷、

【0061】 1,3-二環戊二烯基-1,1,3,3-四甲基二矽氧烷、1,3-二環戊二烯基-1,1,3,3-四乙基二矽氧烷、1,3-二環戊二烯基-1,1,3,3-四乙炔基二矽氧烷、1,3-二環戊二烯基-1,1,3,3-四正丙基二矽氧烷、1,3-二環戊二烯基-1,1,3,3-四正丁基二矽氧烷、1,3-二環戊二烯基-1,1,3,3-四異丁基二矽氧烷、1,3-二環戊二烯基-1,1,3,3-四第二丁基二矽氧烷、1,3-二環戊二烯基-1,1,3,3-四苯基二矽氧烷、

【0062】 1,1,3,3-四環戊二烯基-1,3-二甲基二矽氧烷、1,1,3,3-四環戊二烯基-1,3-二乙基二矽氧烷、1,1,3,3-四環戊二

烯基-1,3-二乙基二矽氧烷、1,1,3,3-四環戊二烯基-1,3-二正丙基二矽氧烷、1,1,3,3-四環戊二烯基-1,3-二正丙基二矽氧烷、1,1,3,3-四環戊二烯基-1,3-二正丁基二矽氧烷、1,1,3,3-四環戊二烯基-1,3-二異丁基二矽氧烷、1,1,3,3-四環戊二烯基-1,3-二第二丁基二矽氧烷、1,1,3,3-四環戊二烯基-1,3-二苯基二矽氧烷、1,1,1,3,3,3-六環戊二烯基二矽氧烷、

【0063】 1,3-二環己基二矽氧烷、

【0064】 1,3-二環己基-1,3-二甲基二矽氧烷、1,3-二環己基-1,3-二乙基二矽氧烷、1,3-二環己基-1,3-二乙基二矽氧烷、1,3-二環己基-1,3-二正丙基二矽氧烷、1,1,3,3-四環己基二矽氧烷、1,3-二環己基-1,3-二正丁基二矽氧烷、1,3-二環己基-1,3-二異丁基二矽氧烷、1,3-二環己基-1,3-二第二丁基二矽氧烷、1,3-二環己基-1,3-二苯基二矽氧烷、

【0065】 1,3-二環己基-1,1,3,3-四甲基二矽氧烷、1,3-二環己基-1,1,3,3-四乙基二矽氧烷、1,3-二環己基-1,1,3,3-四乙基二矽氧烷、1,3-二環己基-1,1,3,3-四正丙基二矽氧烷、1,3-二環己基-1,1,3,3-四正丁基二矽氧烷、1,3-二環己基-1,1,3,3-四異丁基二矽氧烷、1,3-二環己基-1,1,3,3-四第二丁基二矽氧烷、1,3-二環己基-1,1,3,3-四苯基二矽氧烷、

【0066】 1,1,3,3-四環己基-1,3-二甲基二矽氧烷、1,1,3,3-四環己基-1,3-二乙基二矽氧烷、1,1,3,3-四環己基-1,3-二乙基二矽氧烷、1,1,3,3-四環己基-1,3-二正丙基二矽氧烷、1,1,3,3-四環己基-1,3-二正丙基二矽氧烷、1,1,3,3-四環己基-1,3-二正丁基二矽氧烷、1,1,3,3-四環己基-1,3-二異丁基二矽氧烷、

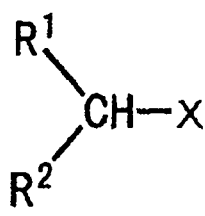
1,1,3,3-四環己基-1,3-二第二丁基二矽氧烷、1,1,3,3-四環己基-1,3-二苯基二矽氧烷、1,1,1,3,3,3-六環己基二矽氧烷等。

【0067】 特別是以 1,3-二異丙基二矽氧烷、1,3-二異丙基-1,3-二甲基二矽氧烷、1,3-二異丙基-1,1,3,3-四甲基二矽氧烷、1,3-二第二丁基二矽氧烷、1,3-二第二丁基-1,3-二甲基二矽氧烷、1,3-二第二丁基-1,1,3,3-四甲基二矽氧烷等為佳。

【0068】 上述通式(1)或(4)之具有二級烴基直接鍵結於矽原子的構造的二矽氧烷化合物的製造法，並無特別限定，可由可水解之有機矽烷化合物製造。

【0069】 例如，使下述通式(5)所示之有機化合物，與有機鋰或金屬鋰粒子反應而製造，製造二級烴基及/或製造烯基與鋰原子直接鍵結之化合物，將該化合物與下述通式(6)所示之鹵化烷氧基矽烷類反應，製造下述通式(7)所示之可水解之有機矽烷化合物：

[化 8]



【0070】 式中 R^1 及 R^2 係分別與上述通式(1)或(4)所記載者相同；X 係表示氫原子、氟原子、溴原子或碘原子；

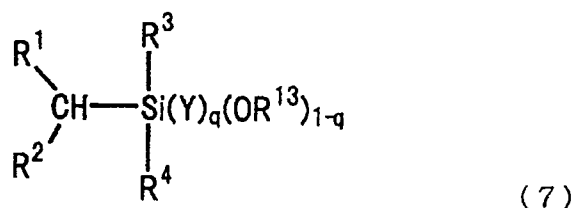
[化 9]



【0071】 式中 Y 係表示氟原子、氯原子、溴原子或碘原子，

R^3 及 R^4 係分別與上述通式(1)或(4)所記載者相同； R^{13} 係表示碳數 1~20 之烴基或氫原子； p 係表示 0 至 2 之整數；

[化 10]



【0072】 式中 R^1 、 R^2 、 R^3 及 R^4 係分別與上述通式(1)或(4)所記載者相同； Y 及 R^{13} 係與上述通式(6)所記載者相同。 q 係表示 0 或 1 之整數。

【0073】 在於上述可水解之有機矽烷化合物之製造方法，代替有機鋰或金屬鋰粒子，使用金屬鎂，亦可製造上述通式(7)所示之可水解之有機矽烷化合物。

【0074】 以通式(5)表示之有機化合物之中， X 為氯原子、溴原子或碘原子之例，可舉異丙基氯、異丙基溴、異丙基碘、第二丁基氯、第二丁基溴、第二丁基碘、環戊基氯、環戊基溴、環戊基碘、環己基氯、環己基溴及環己基碘。

【0075】 此外，以通式(5)表示之有機化合物之中， X 為氫原子之例，可舉環戊二烯、五甲基環戊二烯、1,2,3,4-四甲基-1,3-環戊二烯等，藉由使該等化合物與正丁基鋰、第三丁基鋰等的有機鋰反應，可製造二級烴基及/或烯基與鋰原子直接鍵結的化合物。

【0076】 以通式(6)表示之鹵化烷氧基矽烷類之例，可舉例如二氯矽烷、二溴矽烷、二碘矽烷、二甲氧基矽烷、二乙氧基矽烷、

【0077】 甲基二氯矽烷、甲基二溴矽烷、甲基二碘矽烷、
甲基二甲氧基矽烷、甲基二乙氧基矽烷、

【0078】 乙基二氯矽烷、乙基二溴矽烷、乙基二碘矽烷、
乙基二甲氧基矽烷、乙基二乙氧基矽烷、

【0079】 正丙基二氯矽烷、正丙基二溴矽烷、正丙基二碘矽烷、
正丙基二甲氧基矽烷、正丙基二乙氧基矽烷、異丙基二
氯矽烷、異丙基二溴矽烷、異丙基二碘矽烷、異丙基二甲氧基
矽烷、異丙基二乙氧基矽烷、

【0080】 正丁基二氯矽烷、正丁基二溴矽烷、正丁基二碘
矽烷、正丁基二甲氧基矽烷、正丁基二乙氧基矽烷、異丁基二氯
矽烷、異丁基二溴矽烷、異丁基二碘矽烷、異丁基二甲氧基矽
烷、異丁基二乙氧基矽烷、第二丁基二氯矽烷、第二丁基二溴矽
烷、第二丁基二碘矽烷、第二丁基二甲氧基矽烷、第二丁基二
乙氧基矽烷、第三丁基二氯矽烷、第三丁基二溴矽烷、第三丁基
二碘矽烷、第三丁基二甲氧基矽烷、第三丁基二乙氧基矽烷等。

【0081】 此外，二甲基二氯矽烷、二甲基二溴矽烷、二甲
基二碘矽烷、二甲基二甲氧基矽烷、二甲基二乙氧基矽烷、

【0082】 二乙基二氯矽烷、二乙基二溴矽烷、二乙基二碘
矽烷、二乙基二甲氧基矽烷、二乙基二乙氧基矽烷、

【0083】 二正丙基二氯矽烷、二正丙基二溴矽烷、二正丙
基二碘矽烷、二正丙基二甲氧基矽烷、二正丙基二乙氧基矽烷、
二異丙基二氯矽烷、二異丙基二溴矽烷、二異丙基二碘矽烷、
二異丙基二甲氧基矽烷、二異丙基二乙氧基矽烷、

【0084】 二正丁基二氯矽烷、二正丁基二溴矽烷、二正丁

§

基二碘矽烷、二正丁基二甲氧基矽烷、二正丁基二乙氧矽烷、二異丁基二氯矽烷、二異丁基二溴矽烷、二異丁基二碘矽烷、二異丁基二甲氧基矽烷、二異丁基二乙氧矽烷、二第二丁基二氯矽烷、第二丁基二溴矽烷、二第二丁基二碘矽烷、二第二丁基二甲氧基矽烷、二第二丁基二乙氧矽烷、二第三丁基二氯矽烷、二第三丁基二溴矽烷、二第三丁基二碘矽烷、二第三丁基二甲氧基矽烷、二第三丁基二乙氧矽烷、二乙炔基二氯矽烷、二苯基二氯矽烷、二苯基二甲氧基矽烷等。

【0085】 藉由採用本製造法，可抑制副產物的生成，以高產率得到高純度的通式(7)所示之可水解之有機矽烷化合物。

【0086】 二級烴基與鋰原子直接鍵結的化合物的製造條件，並無特別限定，惟表示其一例如下。

【0087】 使用之金屬鋰，可使用鋰絲、鋰帶、鋰錠等，由反應效率面，使用具有 $500\mu\text{m}$ 以下的粒徑的鋰微粒子為佳。

【0088】 此外，使用金屬鎂時，可使用鎂帶、鎂顆粒、鎂粉等。

【0089】 有機鋰，可使用正丁基鋰的正己烷溶液、第三丁基鋰的正戊烷溶液等。

【0090】 用於上述反應之溶劑，只要是使用於該技術領域者，並無特別限定，可使用例如正戊烷、異戊烷、正己烷、環己烷、正庚烷、正癸烷等的飽和烴類；甲苯、二甲苯、1-癸烯等的不飽和烴類、二乙醚、二丙醚、第三丁基甲基醚、二丁醚、環戊基甲醚等的醚類。此外，亦可使用該等的混合溶劑。

【0091】 關於在上述反應之反應溫度，以生成之二級碳原

子與鋰原子鍵結的化合物，或二級烴基與鎂原子直接鍵結的化合物不會分解之溫度範圍進行為佳。通常，在工業上使用的溫度，以 $-100\sim 200^{\circ}\text{C}$ 的範圍，以 $-85\sim 150^{\circ}\text{C}$ 的範圍進行為佳。反應的壓力條件，在加壓下、常壓下、減壓下均可。

【0092】 關於合成之二級烴基與鋰原子直接鍵結的化合物，或二級烴基與鎂原子直接鍵結的化合物，於製造之後，可直接使用，此外，亦可將未反應的有機鹵化物、金屬鋰、金屬鎂、反應副產物之鋰鹵化物或鎂鹵化物去除之後使用。

【0093】 使如此所得之二級烴基與鋰原子直接鍵結的化合物，或二級烴基與鎂原子直接鍵結的化合物，與上述通式(7)的鹵化烷氧基矽烷類之反應條件，並無特別限定，其一例表示如下。

【0094】 可使用之反應溶劑，可使用與上述二級碳原子與鋰原子(或鎂原子)直接鍵結之化合物之反應時所使用之溶劑相同者。關於其反應溫度，以二級烴基與鋰原子直接鍵結的化合物或二級烴基與鎂原子直接鍵結的化合物不分解的溫度範圍進行為佳。通常，在工業上使用的溫度，以 $-100\sim 200^{\circ}\text{C}$ 的範圍，以 $-85\sim 150^{\circ}\text{C}$ 的範圍進行為佳。反應的壓力條件，在加壓下、常壓下、減壓下均可。

【0095】 上述通式(1)或(4)之二矽氧烷化合物的製造法，並無特別限定，可藉由上述通式(7)之可水解之有機矽烷化合物，於酸或鹼的共存下，與水反應而製造。

【0096】 反應時，可共存之酸，可使用鹽酸、硝酸、硫酸等的無機酸，及甲苯磺酸等的有機酸。

【0097】 製造上述通式(1)或(4)之二矽氧烷化合物時，可使用的反應溶劑，只要是可使用於該技術領域者，並無特別限定，可使用例如正戊烷、異戊烷、正己烷、環己烷、正庚烷、正癸烷等的飽和烴類；甲苯、二甲苯、1-癸烯等的不飽和烴類；二乙醚、二丙醚、第三丁基甲基醚、二丁醚、環戊基甲醚、四氫呋喃等的醚類；甲醇、乙醇、異丙醇、正丁醇、第三丁醇，2-乙基己醇等的醇。此外，亦可使用該等的混合溶劑。此外，亦可不使用溶劑，僅以上述通式(7)之可水解之有機矽烷化合物本身製造。

【0098】 關於製造上述通式(1)或(4)之二矽氧烷化合物時之反應溫度，通常，在工業上使用的溫度，以 $-100\sim 200^{\circ}\text{C}$ 的範圍，以 $-85\sim 150^{\circ}\text{C}$ 的範圍進行為佳。反應的壓力條件，在加壓下、常壓下、減壓下均可。

【0099】 關於合成之上述通式(1)或(4)之二矽氧烷化合物之純化法，以使用於作為成膜材料有用的水分含量，且減低來自矽、碳、氧、氫以外的製造原料的雜質元素量，將副產之鋰鹽或鎂鹽，使用玻璃過濾器、燒結多孔體等過濾，以常壓或減壓蒸餾，或使用二氧化矽、氧化鋁或高分子凝膠之管柱分離等的純化手段去除即可。此時候，按照必要亦可組合該等手段使用。

【0100】 此外，包含含有矽醇構造的副產物時，可將矽醇的羥基以氫化鈉或氫化鉀等作為鈉鹽或鉀鹽使之沈澱之後，藉由蒸餾將主產物的烴基取代烷氧基矽烷分離生成。

【0101】 製造時，按照在該有機金屬化合物合成領域的方

法。即，在於脫水及脫氧的氮或氫氣氛下進行，使用之溶劑及純化用的管柱填充劑等亦預先進行脫水操作為佳。此外，金屬殘渣以及粒子等的雜質亦去除為佳。

【0102】 以上述通式(2)表示之矽烷化合物的具體例，可舉異丙基矽烷、異丙基甲基矽烷、異丙基乙基矽烷、異丙基正丙基矽烷、異丙基正丁基矽烷、異丙基異丁基矽烷、異丙基第二丁基矽烷、異丙基第二丁基矽烷、異丙基正己基矽烷、異丙基環己基矽烷、異丙基環戊基矽烷、異丙基環戊二烯基矽烷、異丙基苯基矽烷、

【0103】 異丙基二甲基矽烷、異丙基二乙基矽烷、異丙基二乙基矽烷、異丙基二正丙基矽烷、異丙基二正丁基矽烷、異丙基二異丁基矽烷、異丙基二第二丁基矽烷、異丙基二正己基矽烷、異丙基二環己基矽烷、異丙基二環戊基矽烷、異丙基二環戊二烯基矽烷、異丙基二苯基矽烷、

【0104】 二異丙基矽烷、二異丙基甲基矽烷、二異丙基乙基矽烷、二異丙基正丙基矽烷、二異丙基正丁基矽烷、二異丙基第二丁基矽烷、二異丙基第二丁基矽烷、二異丙基正己基矽烷、二異丙基環己基矽烷、二異丙基環戊基矽烷、二異丙基環戊二烯基矽烷、二異丙基苯基矽烷、

【0105】 三異丙基矽烷、三異丙基甲基矽烷、三異丙基乙基矽烷、三異丙基正丙基矽烷、三異丙基正丁基矽烷、三異丙基異丁基矽烷、三異丙基第二丁基矽烷、三異丙基正己基矽烷、三異丙基環己基矽烷、三異丙基環戊基矽烷、三異丙基環戊二烯基矽烷、三異丙基苯基矽烷、四異丙基矽烷、

【0106】 第二丁基矽烷、第二丁基甲基矽烷、第二丁基乙基矽烷、第二丁基正丙基矽烷、第二丁基正丁基矽烷、第二丁基異丁基矽烷、第二丁基第二丁基矽烷、第二丁基第二丁基矽烷、第二丁基正己基矽烷、第二丁基環己基矽烷、第二丁基環戊基矽烷、第二丁基環戊二烯基矽烷、第二丁基苯基矽烷、

【0107】 第二丁基二甲基矽烷、第二丁基二乙基矽烷、第二丁基二乙基矽烷、第二丁基二正丙基矽烷、第二丁基二正丁基矽烷、第二丁基二異丁基矽烷、第二丁基二第二丁基矽烷、第二丁基二正己基矽烷、第二丁基二環己基矽烷、第二丁基二環戊基矽烷、第二丁基二環戊二烯基矽烷、第二丁基二苯基矽烷、

【0108】 二第二丁基矽烷、二第二丁基甲基矽烷、二第二丁基乙基矽烷、二第二丁基正丙基矽烷、二第二丁基正丁基矽烷、二第二丁基二異丁基矽烷、二第二丁基第二丁基矽烷、二第二丁基正己基矽烷、二第二丁基環己基矽烷、二第二丁基環戊基矽烷、二第二丁基環戊二烯基矽烷、二第二丁基苯基矽烷、

【0109】 三第二丁基矽烷、三第二丁基甲基矽烷、三第二丁基乙基矽烷、三第二丁基正丙基矽烷、三第二丁基正丁基矽烷、三第二丁基異丁基矽烷、三第二丁基正己基矽烷、三第二丁基環己基矽烷、三第二丁基環戊基矽烷、三第二丁基環戊二烯基矽烷、三第二丁基苯基矽烷、四第二丁基矽烷、

【0110】 環戊基矽烷、環戊基甲基矽烷、環戊基乙基矽烷、環戊基正丙基矽烷、環戊基正丁基矽烷、環戊基異丁基矽烷、環戊基第二丁基矽烷、環戊基正己

基矽烷、環戊基環己基矽烷、環戊基環戊二烯基矽烷、環戊基苯基矽烷、

環戊基二甲基矽烷、環戊基二乙基矽烷、環戊基二乙基矽烷、環戊基二正丙基矽烷、環戊基二正丁基矽烷、環戊基二異丁基矽烷、環戊基二第二丁基矽烷、環戊基二正己基矽烷、環戊基二環己基矽烷、環戊基二環戊基矽烷、環戊基二環戊二烯基矽烷、環戊基二苯基矽烷、

【0111】 二環戊基矽烷、二環戊基甲基矽烷、二環戊基乙基矽烷、二環戊基正丙基矽烷、二環戊基正丁基矽烷、二環戊基二異丁基矽烷、二環戊基第二丁基矽烷、二環戊基第二丁基矽烷、二環戊基正己基矽烷、二環戊基環己基矽烷、二環戊基環戊二烯基矽烷、二環戊基苯基矽烷、

【0112】 三環戊基矽烷、三環戊基甲基矽烷、三環戊基乙基矽烷、三環戊基正丙基矽烷、三環戊基正丁基矽烷、三環戊基異丁基矽烷、三環戊基第二丁基矽烷、三環戊基正己基矽烷、三環戊基環己基矽烷、三環戊基環戊二烯基矽烷、三環戊基苯基矽烷、四環戊基矽烷、

【0113】 環戊二烯基矽烷、環戊二烯基甲基矽烷、環戊二烯基乙基矽烷、環戊二烯基正丙基矽烷、環戊二烯基正丁基矽烷、環戊二烯基異丁基矽烷、環戊二烯基第二丁基矽烷、環戊二烯基第二丁基矽烷、環戊二烯基正己基矽烷、環戊二烯基環己基矽烷、環戊二烯基環戊基矽烷、環戊二烯基苯基矽烷、

【0114】 環戊二烯基甲基矽烷、環戊二烯基乙基矽烷、環戊二烯基乙基矽烷、環戊二烯基二正丙基矽烷、環戊二烯基二

正丁基矽烷、環戊二烯基異丁基矽烷、環戊二烯基第二丁基矽烷、環戊二烯基正己基矽烷、環戊二烯基環己酯矽烷、環戊二烯基環戊基矽烷、環戊二烯基苯基矽烷、

【0115】 二環戊二烯基矽烷、二環戊二烯基甲基矽烷、二環戊二烯基乙基矽烷、二環戊二烯基正丙基矽烷、二環戊二烯基正丁基矽烷、二環戊二烯基異丁基矽烷、二環戊二烯基第二丁基矽烷、二環戊二烯基第二丁基矽烷、二環戊二烯基正己基矽烷、二環戊二烯基環己基矽烷、二環戊二烯基環戊基矽烷、二環戊二烯基苯基矽烷、

【0116】 三環戊二烯基矽烷、三環戊二烯基甲基矽烷、三環戊二烯基乙基矽烷、三環戊二烯基正丙基矽烷、三環戊二烯基正丁基矽烷、三環戊二烯基異丁基矽烷、三環戊二烯基第二丁基矽烷、三環戊二烯基正己基矽烷、三環戊二烯基環己基矽烷、三環戊二烯基環戊基矽烷、三環戊二烯基苯基矽烷、

【0117】 四環戊二烯基矽烷、

【0118】 環己基矽烷、環己基甲基矽烷、環己基乙基矽烷、環己基正丙基矽烷、環己基正丁基矽烷、環己基異丁基矽烷、環己基第二丁基矽烷、環己基第二丁基矽烷、環己基正己基矽烷、環己基環己基矽烷、環己基環戊基矽烷、環己基環戊二烯基矽烷、環己基苯基矽烷、

【0119】 環己基二甲基矽烷、環己基二乙基矽烷、環己基二乙基矽烷、環己基二正丙基矽烷、環己基二正丁基矽烷、環己基二異丁基矽烷、環己基二第二丁基矽烷、環己基二正己基矽烷、環己基二環戊基矽烷、環己基二環戊二烯基矽烷、環己

基二苯基矽烷、

【0120】 二環己基矽烷、二環己基甲基矽烷、二環己基乙基矽烷、二環己基-正丙基矽烷、二環己基正丁基矽烷、二環己基二異丁基矽烷、二環己基第二丁基矽烷、二環己基正己基矽烷、二環己基環戊基矽烷、二錫克己基環戊二烯基矽烷、二環己基苯基矽烷、

【0121】 三環己基矽烷、三環己基甲基矽烷、三環己基乙基矽烷、三環己基正丙基矽烷、三環己基正丁基矽烷、三環己基異丁基矽烷、三環己基第二丁基矽烷、三環己基正己基矽烷、三環己基環戊基矽烷、三環己基環戊二烯基矽烷、三環己基苯基矽烷、

【0122】 四環己基矽烷

【0123】 等的單矽烷類；

【0124】 1,3-二異丙基二矽烷、

【0125】 1,3-二異丙基-1,3-二甲基二矽烷、1,3-二異丙基-1,3-二乙基二矽烷、1,3-二異丙基-1,3-二乙烯二矽烷、1,3-二異丙基-1,3-二正丙基二矽烷、1,1,3,3-四異丙基二矽烷、1,3-二異丙基-1,3-二正丁基二矽烷、1,3-二異丙基-1,3-二異丁基二矽烷、1,3-二異丙基-1,3-第二丁基二矽烷、1,3-二異丙基-1,3-二苯基二矽烷、

【0126】 1,3-二異丙基-1,1,3,3-四甲基二矽烷、1,3-二異丙基-1,1,3,3-四乙基二矽烷、1,3-二異丙基-1,1,3,3-四乙炔基二矽烷、1,3-二異丙基-1,1,3,3-四正丙基二矽烷、1,3-二異丙基-1,1,3,3-四正丁基二矽烷、1,3-二異丙基-1,1,3,3-四異丁基二矽

烷、1,3-二異丙基-1,1,3,3-四第二丁基二矽烷、1,3-二異丙基-1,1,3,3-四苯基二矽烷、

【0127】 1,1,3,3-四異丙基-1,3-二甲基二矽烷、1,1,3,3-四異丙基-1,3-二乙基二矽烷、1,1,3,3-四異丙基-1,3-二乙烯二矽烷、1,1,3,3-四異丙基-1,3-二正丙基二矽烷、1,1,3,3-四異丙基-1,3-二正丙基二矽烷、1,1,3,3-四異丙基-1,3-二正丁基二矽烷、1,1,3,3-四異丙基-1,3-二異丁基二矽烷、1,1,3,3-四異丙基-1,3-二第二丁基二矽烷、1,1,3,3-四異丙基-1,3-二苯基二矽烷、1,1,1,3,3,3-六異丙基二矽烷、

【0128】 1,3-二第二丁基二矽烷、

【0129】 1,3-二第二丁基-1,3-二甲基二矽烷、1,3-二第二丁基-1,3-二乙基二矽烷、1,3-二第二丁基-1,3-二乙烯二矽烷、1,3-二第二丁基-1,3-二正丙基二矽烷、1,1,3,3-四第二丁基二矽烷、1,3-二第二丁基-1,3-二正丁基二矽烷、1,3-二第二丁基-1,3-二異丁基二矽烷、1,3-二第二丁基-1,3-二第二丁基二矽烷、1,3-二第二丁基-1,3-二苯基二矽烷、

【0130】 1,3-二第二丁基-1,1,3,3-四甲基二矽烷、1,3-二第二丁基-1,1,3,3-四乙基二矽烷、1,3-二第二丁基-1,1,3,3-四乙烯基二矽烷、1,3-二第二丁基-1,1,3,3-四正丙基二矽烷、1,3-二第二丁基-1,1,3,3-四正丁基二矽烷、1,3-二第二丁基-1,1,3,3-四異丁基二矽烷、1,3-二第二丁基-1,1,3,3-四第二丁基二矽烷、1,3-二第二丁基-1,1,3,3-四苯基二矽烷、

【0131】 1,1,3,3-四第二丁基-1,3-二甲基二矽烷、1,1,3,3-四第二丁基-1,3-二乙基二矽烷、1,1,3,3-四第二丁基-1,3-二乙烯

二矽烷、1,1,3,3-四第二丁基異丙基-1,3-二正丙基矽烷、1,1,3,3-四第二丁基-1,3-二正丙基二矽烷、1,1,3,3-四第二丁基-1,3-二正丁基二矽烷、1,1,3,3-四第二丁基-1,3-二異丁基二矽烷、1,1,3,3-四第二丁基-1,3-二第二丁基二矽烷、1,1,3,3-四第二丁基-1,3-二苯基二矽烷、1,1,1,3,3,3-六第二丁基二矽烷、

【0132】 1,3-二環戊基二矽烷、

【0133】 1,3-二環戊基-1,3-二甲基二矽烷、1,3-二環戊基-1,3-二乙基二矽烷、1,3-二環戊基-1,3-二乙烯二矽烷、1,3-二環戊基-1,3-二正丙基二矽烷、1,1,3,3-四環戊基二矽烷、1,3-二環戊基-1,3-二正丁基二矽烷、1,3-二環戊基-1,3-二異丁基二矽烷、1,3-二環戊基-1,3-二第二丁基二矽烷、1,3-二環戊基-1,3-二苯基二矽烷、

【0134】 1,3-二環戊基-1,1,3,3-四甲基二矽烷、1,3-二環戊基-1,1,3,3-四乙基二矽烷、1,3-二環戊基-1,1,3,3-四乙炔基二矽烷、1,3-二環戊基-1,1,3,3-四正丙基二矽烷、1,3-二環戊基-1,1,3,3-四正丁基二矽烷、1,3-二環戊基-1,1,3,3-四異丁基二矽烷、1,3-二環戊基-1,1,3,3-四第二丁基二矽烷、1,3-二環戊基-1,1,3,3-四苯基二矽烷、1,1,3,3-四環戊基-1,3-二甲基二矽烷、1,1,3,3-四環戊基-1,3-二乙基二矽烷、1,1,3,3-四環戊基-1,3-二乙烯二矽烷、1,1,3,3-四環戊基-1,3-二正丙基二矽烷、1,1,3,3-四環戊基-1,3-二正丁基二矽烷、1,1,3,3-四環戊基-1,3-二異丁基二矽烷、1,1,3,3-四環戊基-1,3-二第二丁基二矽烷、1,1,3,3-四環戊基-1,3-二苯基二矽烷、1,1,1,3,3,3-六環戊基二矽烷、

【0135】 1,3-二環戊二烯基二矽烷、

【0136】 1,3-二環戊二烯基-1,3-二甲基二矽烷、1,3-二環戊二烯基-1,3-二乙基二矽烷、1,3-二環戊二烯基-1,3-二乙炔二矽烷、1,3-二環戊二烯基-1,3-二正丙基二矽烷、1,1,3,3-四環戊二烯基二矽烷、1,3-二環戊二烯基-1,3-二正丁基二矽烷、1,3-二環戊二烯基-1,3-二異丁基二矽烷、1,3-二環戊二烯基-1,3-二第二丁基二矽烷、1,3-二環戊二烯基-1,3-二苯基二矽烷、

【0137】 1,3-二環戊二烯基-1,1,3,3-四甲基二矽烷、1,3-二環戊二烯基-1,1,3,3-四乙基二矽烷、1,3-二環戊二烯基-1,1,3,3-四乙炔基二矽烷、1,3-二環戊二烯基-1,1,3,3-四正丙基二矽烷、1,3-二環戊二烯基-1,1,3,3-四正丁基二矽烷、1,3-二環戊二烯基-1,1,3,3-四異丁基二矽烷、1,3-二環戊二烯基-1,1,3,3-四第二丁基二矽烷、1,3-二環戊二烯基-1,1,3,3-四苯基二矽烷、

【0138】 1,1,3,3-四環戊二烯基-1,3-二甲基二矽烷、1,1,3,3-四環戊二烯基-1,3-二乙基二矽烷、1,1,3,3-四環戊二烯基-1,3-二乙炔二矽烷、1,1,3,3-四環戊二烯基-1,3-二正丙基二矽烷、1,1,3,3-四環戊二烯基-1,3-二正丙基二矽烷、1,1,3,3-四環戊二烯基-1,3-二異丁基二矽烷、1,1,3,3-四環戊二烯基-1,3-二第二丁基二矽烷、1,1,3,3-四環戊二烯基-1,3-二苯基二矽烷、1,1,1,3,3,3-六環五二土二矽烷、

【0139】 1,3-二環己基二矽烷、

【0140】 1,3-二環己基-1,3-二甲基二矽烷、1,3-二環己基-1,3-二乙基二矽烷、1,3-二環己基-1,3-二乙炔二矽烷、1,3-二

環己基-1,3-二正丙基二矽烷、1,1,3,3-四環己基二矽烷、1,3-二環己基-1,3-二正丁基二矽烷、1,3-二環己基-1,3-二異丁基二矽烷、1,3-二環己基-1,3-二第二丁基二矽烷、1,3-二環己基-1,3-二苯基二矽烷、

【0141】 1,3-二環己基-1,1,3,3-四甲基二矽烷、1,3-二環己基-1,1,3,3-四乙基二矽烷、1,3-二環己基-1,1,3,3-四乙烯基二矽烷、1,3-二環己基-1,1,3,3-四正丙基二矽烷、1,3-二環己基-1,1,3,3-四正丁基二矽烷、1,3-二環己基-1,1,3,3-四異丁基二矽烷、1,3-二環己基-1,1,3,3-四第二丁基二矽烷、1,3-二環己基-1,1,3,3-四苯基二矽烷、1,1,3,3-四環己基-1,3-二甲基二矽烷、1,1,3,3-四環己基-1,3-二乙基二矽烷、1,1,3,3-四環己基-1,3-二乙烯二矽烷、1,1,3,3-四環己基-1,3-二正丙基二矽烷、1,1,3,3-四環己基-1,3-二正丁基二矽烷、1,1,3,3-四環己基-1,3-二異丁基二矽烷、1,1,3,3-四環己基-1,3-二第二丁基二矽烷、1,1,3,3-四環己基-1,3-二異丁基二矽烷、1,1,3,3-四環己基-1,3-二苯基二矽烷、1,1,1,3,3,3-六環己基二矽烷、

【0142】 等的二矽烷類。

【0143】 此外，亦可舉 1,2,3-三異丙基丙矽烷、1,1,2,2,3,3-六異丙基丙矽烷、1,2,3-六異丙基-1,2,3-三甲基丙矽烷、1,2,3-六異丙基-1,1,2,3,3-五甲基丙矽烷、1,2,3,4-四異丙基四甲氧基矽烷、1,1,2,2,3,3,4,4-八異丙基四甲氧基矽烷、1,2,3,4,5-五異丙基五矽烷、1,1,2,2,3,3,4,4,5,5-十異丙基五矽烷、1,2,3-三第二丁基丙矽烷、1,1,2,2,3,3-六第二丁基丙矽烷、1,2,3,4-四第二

丁基四甲氧基矽烷、1,1,2,2,3,3,4,4-八第二丁基四甲氧基矽烷、1,2,3,4,5-五第二丁基五矽烷、1,1,2,2,3,3,4,4,5,5-十第二丁基五矽烷等的鏈狀聚矽烷類。

【0144】 特別是以異丙基矽烷、異丙基甲基矽烷、異丙基二甲基矽烷、二異丙基矽烷、二異丙基甲基矽烷、三異丙基矽烷、第二丁基矽烷、第二丁基甲基矽烷、第二丁基二甲基矽烷、二第二丁基矽烷、二第二丁基甲基矽烷或三第二丁基矽烷等為佳。

【0145】 以上述通式(3)表示之環狀矽烷化合物的具體例，可舉 1,2,3,4-四異丙基環丁矽烷、1,2,3,4,5-五異丙基環戊矽烷、1,2,3,4,5,6-六異丙基環六矽烷、1,1,2,2,3,3,4,4-八異丙基環丁矽烷、1,1,2,2,3,3,4,4,5,5-十異丙基環戊矽烷、1,1,2,2,3,3,4,4,5,5,6,6-十二異丙基環六矽烷、1,2,3,4-四異丙基-1,2,3,4-四甲基環四甲氧基矽烷、1,2,3,4-四異丙基-1,2,3,4-四乙基環四甲氧基矽烷、1,2,3,4-四異丙基-1,2,3,4-四苯基環四甲氧基矽烷、1,2,3,4,5-五異丙基-1,2,3,4,5-五甲基環戊矽烷、1,2,3,4,5-五異丙基-1,2,3,4,5-乙基環戊矽烷、1,2,3,4,5-五異丙基-1,2,3,4,5-五苯基環戊矽烷、1,2,3,4,5,6-六異丙基-1,2,3,4,5,6-六甲基環六矽烷、1,2,3,4,5,6-六異丙基-1,2,3,4,5,6-六乙基環六矽烷、1,2,3,4,5,6-六異丙基-1,2,3,4,5,6-六苯基環六矽烷、

【0146】 1,2,3,4-四第二丁基環四甲氧基矽烷、1,2,3,4,5-五第二丁基環戊矽烷、1,2,3,4,5,6-六第二丁基環六矽烷、1,1,2,2,3,3,4,4-八第二丁基環四甲氧基矽烷、

1,1,2,2,3,3,4,4,5,5- 十 第 二 丁 基 環 戊 矽 烷 、
 1,1,2,2,3,3,4,4,5,5,6,6-十二第二丁基環六矽烷、1,2,3,4-四第二
 丁基-1,2,3,4-四甲基環四甲氧基矽烷、1,2,3,4-四第二丁基
 -1,2,3,4-四乙基環四甲氧基矽烷、1,2,3,4-四第二丁基-1,2,3,4-
 四苯基環四甲氧基矽烷、1,2,3,4,5-五第二丁基-1,2,3,4,5-五甲
 基環戊矽烷、1,2,3,4,5-五第二丁基-1,2,3,4,5-五乙基環戊矽
 烷、1,2,3,4,5-五第二丁基-1,2,3,4,5-五苯基環戊矽烷、
 1,2,3,4,5,6-六第二丁基-1,2,3,4,5,6-六甲基環六矽烷、
 1,2,3,4,5,6-六第二丁基-1,2,3,4,5,6-六乙基環六矽烷、
 1,2,3,4,5,6-六第二丁基-1,2,3,4,5,6-六苯基環六矽烷、

【0147】 1,2,3,4-四環戊基環四甲氧基矽烷、1,2,3,4,5-
 五環戊基環戊矽烷、1,2,3,4,5,6-六環戊基環戊基環六矽烷、
 1,1,2,2,3,3,4,4-八環戊基環四甲氧基矽烷、1,1,2,2,3,3,4,4,5,5-
 十環戊基環戊矽烷、1,1,2,2,3,3,4,4,5,5,6,6-十二環戊基環六矽
 烷、1,2,3,4-四環戊基-1,2,3,4-四甲基環四甲氧基矽烷、1,2,3,4-
 四環戊基-1,2,3,4-四乙基環四甲氧基矽烷、1,2,3,4-四環戊基
 -1,2,3,4-四苯基環四甲氧基矽烷、1,2,3,4,5-五環戊基-1,2,3,4,5-
 五甲基環戊矽烷、1,2,3,4,5-五環戊基-1,2,3,4,5-五乙基環戊矽
 烷、1,2,3,4,5-五環戊基-1,2,3,4,5-五苯基環戊矽烷、1,2,3,4,5,6-
 六環戊基-1,2,3,4,5,6-六甲基環六矽烷、1,2,3,4,5,6-六環戊基
 -1,2,3,4,5,6-六乙基環六矽烷、1,2,3,4,5,6-六環戊基
 -1,2,3,4,5,6-六苯基環六矽烷、

【0148】 1,2,3,4-四環戊二烯基環四甲氧基矽烷、
 1,2,3,4,5-五環戊二烯基環戊矽烷、1,2,3,4,5,6-六環戊基環戊矽

烯基環六矽烷、1,1,2,2,3,3,4,4-八環戊二烯基環四甲氧基矽烷、1,1,2,2,3,3,4,4,5,5-十環戊二烯基環戊矽烷、1,1,2,2,3,3,4,4,5,5,6,6-十二環戊二烯基環六矽烷、1,2,3,4-四環戊二烯基-1,2,3,4-四甲基環四甲氧基矽烷、1,2,3,4-四環戊二烯基-1,2,3,4-四乙基環四甲氧基矽烷、1,2,3,4-四環戊二烯基-1,2,3,4-四苯基環四甲氧基矽烷、1,2,3,4,5-五環戊二烯基-1,2,3,4,5-五甲基環戊矽烷、1,2,3,4,5-五環戊二烯基-1,2,3,4,5-五乙基環戊矽烷、1,2,3,4,5-五環戊二烯基-1,2,3,4,5-五苯基環戊矽烷、1,2,3,4,5,6-六環戊二烯基-1,2,3,4,5,6-六甲基環六矽烷、1,2,3,4,5,6-六環戊二烯基-1,2,3,4,5,6-六乙基環六矽烷、1,2,3,4,5,6-六環戊二烯基-1,2,3,4,5,6-六苯基環六矽烷、

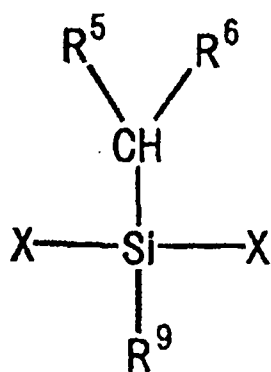
【0149】 1,2,3,4-四環己基環四甲氧基矽烷、1,2,3,4,5-環戊基環戊矽烷、1,2,3,4,5,6-六環己基環戊基環六矽烷、1,1,2,2,3,3,4,4-八環己基環四甲氧基矽烷、1,1,2,2,3,3,4,4,5,5-十環己基環戊矽烷、1,1,2,2,3,3,4,4,5,5,6,6-十二環己基環六矽烷、1,2,3,4-四環己基-1,2,3,4-四甲基環四甲氧基矽烷、1,2,3,4-四環己基-1,2,3,4-四乙基環四甲氧基矽烷、1,2,3,4-四環己基-1,2,3,4-四苯基環四甲氧基矽烷、1,2,3,4,5'-五環己基-1,2,3,4,5-五甲基環戊矽烷、1,2,3,4,5-五環己基-1,2,3,4,5-五乙基環戊矽烷、1,2,3,4,5-五環己基-1,2,3,4,5-五苯基環戊矽烷、1,2,3,4,5,6-六環己基-1,2,3,4,5,6-六甲基環六矽烷、1,2,3,4,5,6-六環己基-1,2,3,4,5,6-六乙基環六矽烷、1,2,3,4,5,6-六環己基-1,2,3,4,5,6-六苯基環六矽烷等的環狀聚矽烷類。

【0150】 特別是以 1,2,3,4-四異丙基環丁矽烷、1,2,3,4,5-

五異丙基環戊矽烷、1,2,3,4,5,6-六異丙基環六矽烷、1,1,2,2,3,3,4,4-八異丙基環丁矽烷、1,1,2,2,3,3,4,4,5,5-十異丙基環戊矽烷、1,1,2,2,3,3,4,4,5,5,6,6-十二異丙基環六矽烷等為佳。

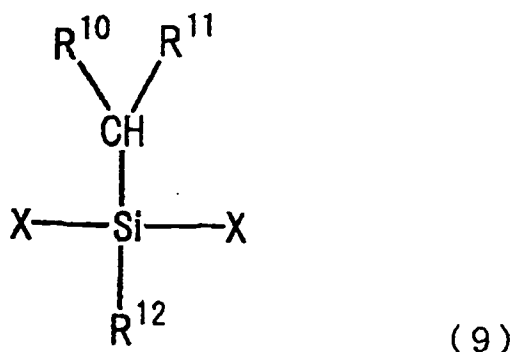
【0151】 上述通式(2)及(3)的矽烷化合物及環狀矽烷化合物的製造方法，並無特別限定，可分別使下述通式(8)，或通式(9)所示有機化合物，與金屬鋰顆粒反應而製造：

[化 11]



【0152】 式中 R^5 、 R^6 及 R^9 係分別與上述通式(2)所記載者相同；X 係分別表示氫原子、氟原子、溴原子或碘原子；

[化 12]



【0153】 式中， R^{10} 、 R^{11} 及 R^{12} 係分別與上述通式(3)所記載者相同；X 係分別表示氫原子、氟原子、溴原子或碘原子。

【0154】 有未反應的鹵素取代基殘存時，使上述通式(5)所

得之鋰化合物或鎂化合物反應使之烷基化，或使之與鋰鋁氫化物或硼氫化鈉反應氫化。

【0155】 上述通式(2)及(3)之矽烷化合物及環狀矽烷化合物的製造條件，並無特別限定，可使用上述通式(1)之二矽氧烷化合物的製造條件。

【0156】 如本發明之上述通式(1)~(3)，具有至少一個直接鍵結於矽原子的二級烴基、對矽原子 1，氧原子為 0.5 以下的原子比之有機矽化合物，藉由 CVD 成膜，可形成含碳氧化矽膜，其可使用於作為封合膜。CVD，可舉例如 PECVD 或觸媒化學氣相沉積法。PECVD 的種類及使用的裝置，並無特別限定，該 PECVD，可使用一般使用於半導體製造領域、液晶顯示器製造領域、捲到捲方式高分子膜的表面處理領域等的該當技術領域者。

【0157】 在於 PECVD 裝置，將本發明之有機矽化合物，藉由汽化器汽化導入成膜腔，藉由高頻波電源對成膜腔內的電極施加產生電漿，於成膜腔內的矽基板等形成電漿 CVD 膜。此時，以產生電漿為目的，與有機矽化合物一起導入的氮、氫、氬、氖、氫等的惰性氣體亦包含於本發明的範圍。

【0158】 關於 PECVD 裝置的電漿產生方法，並無特別限定，可使用用於該技術之誘導耦合型電漿、電容耦合型電漿、ECR 電漿等。此外，以電漿的產生源，可使用平行平板模型、天線型等的各種者，大氣壓 PECVD、減壓 PECVD、加壓 PECVD 等任一壓力條件下之 PECVD 亦可使用。

【0159】 此時之 PECVD 條件，並無特別限定，以

1.0W~10000W 為佳，以 1.0W~2000W 的範圍進行更佳。

【0160】 此外，藉由對上述含碳氧化矽膜所組成之封合膜，熱處理、紫外線照射處理及/或電子線處理，有可得致密化或機械強度提升的膜之情形，或以本處理所得之膜有成為適合作為氣體阻隔膜之情形。

【0161】 本發明之封合膜，可用於 FPD 裝置及半導體裝置等。

【0162】 作為具體的 PECVD 裝置，圖 1-1 表示平行平板電容耦合型 PECVD 裝置。圖 1 所示平行平板電容耦合型 PECVD 裝置，其構成係由 PECVD 裝置腔內之淋灑頭上部電極與可控制基板溫度的下部電極、將原料化合物汽化供給之汽化器裝置與高頻波電源及匹配電路所組成之電漿產生裝置、及真空幫浦所組成的排氣系。

【0163】 PECVD 裝置 1，係由 PECVD 腔 2、具有將原料化合物對腔內均勻地供給的淋灑頭之上部電極 3、設置 Si 基板等的膜形成用基板 5 之具有溫度控制裝置 8 之下部電極 4、使原料化合物汽化的汽化裝置 9~15、電漿產生源的匹配電路 6 與 RF 電源 7、及將腔內的未反應物及副產物排氣之排氣裝置 16 所構成。17、18 係接地。

【0164】 電漿產生源的匹配電路 6 與 RF 電源 7 係連接於上部電極 3，藉由放電產生電漿。關於 RF 電源 7 之規格，並無特別限定，可使用用於該技術領域之電力為 1W~2000W，以 10W~1000W 為佳、頻率為 50kHz~2.5GHz，以 100kHz~100MHz 為佳，以 200kHz~50MHz 之 RF 電源特別佳。

【0165】 基板溫度的控制，並無特別限定，以 $-90\sim 1000^{\circ}\text{C}$ ，以 $0^{\circ}\text{C}\sim 500^{\circ}\text{C}$ 的範圍為佳。

【0166】 汽化裝置，係由將常溫常壓為液體的原料化合物 13 填充，具備浸漬配管與藉由上述惰性氣體加壓的配管 15 的容器 12、控制液體原料化合物 13 的流量的液體流量控制裝置 10、使液體的原料化合物 13 汽化的汽化器 9、將上述上述惰性氣體經由汽化器對 PECVD 裝置腔內供給之配管 14 及控制其流量之氣體流量控制裝置 11 所構成。本汽化裝置，係由汽化器 9 配管連接至具有淋灑頭之上部電極 3。

【0167】 原料化合物對腔內的汽化供給量，並無特別限定，為 $0.1\text{sccm}\sim 10000\text{sccm}$ ，以 10sccm 至 5000sccm 為佳。此外，上述惰性氣體的供給量，並無特別限定，為 $0.1\text{sccm}\sim 10000\text{sccm}$ ，以 10sccm 至 5000sccm 為佳。

【0168】 作為具體的 PECVD 裝置，於圖 2 之 19 表示誘導耦合型遠端 PECVD 裝置。圖 2 所示之誘導耦合型遠端 PECVD 裝置，係由線圈狀捲繞於 PECVD 裝置腔上部的石英的周圍之電漿產生部、可控制溫度的基板設置部、將原料化合物對腔汽化供給之汽化器裝置與高頻波電源及匹配電路所組成之電漿產生裝置、及由真空幫浦所組成之排氣系所構成。

【0169】 PECVD 裝置 19，係由 PECVD 腔 20、電漿產生部之線圈 21 與石英管 22，設置 Si 基板等的膜形成用基板 24 的加熱器部 23 與溫度控制裝置 27、使原料化合物汽化之汽化裝置 28~35、電漿產生源之匹配電路 25 與 RF 電源 26、及將腔內的未反應物及副產物排氣之排氣裝置 36 所構成。37 係接地。

【0170】 電漿產生部之石英周圍的線圈係連接於匹配電路 25，於石英管中藉由 RF 電流之天線電流磁場放電，產生電漿。關於 RF 電源 26 的規格，並無特別限定，可使用用於該技術領域之電力為 1W~2000W，以 10W~1000W 為佳、頻率為 50kHz~2.5GHz，以 100kHz~100MHz 為佳，以 200kHz~50MHz 之 RF 電源特別佳。

【0171】 基板溫度的控制，並無特別限定，以 -90~1000°C，以 0°C~500°C 的範圍為佳。

【0172】 汽化裝置，係由將常溫常壓為液體的原料化合物 33，具備浸漬配管與藉由上述惰性氣體加壓的配管 35 的容器 32、控制液體原料化合物 33 的流量的液體流量控制裝置 29、使液體的原料化合物 33 汽化的汽化器 28、將上述上述惰性氣體經由汽化器對 PECVD 裝置腔內供給之配管 34 及控制其流量之氣體流量控制裝置 30 及將氣體化之原料化合物 33 均勻地地供給腔內之淋灑頭 31 所構成。

【0173】 原料化合物對腔內的汽化供給量，並無特別限定，為 0.1sccm~10000sccm，以 10sccm 至 5000sccm 為佳。此外，上述惰性氣體的供給量，並無特別限定，為 0.1sccm~10000sccm，以 10sccm 至 5000sccm 為佳。

【0174】 原料化合物，係使用上述所例示之 PECVD 裝置，將惰性氣體與氣體化之原料化合物、或氣體化之原料化合物供給腔內，藉由 RF 電源的放電產生電漿，於控制溫度之基板上成膜。此時之腔內壓力，並無特別限定，為 0.1Pa~10000Pa，以 1Pa~5000Pa 為佳。

【0175】 作為具體之 PECVD 裝置，於圖 3 之 38 表示微波 PECVD 裝置。石英製腔 39，係由設置 Si 基板等的膜形成用基板 40 之加熱器部 41 與溫度控制裝置 42、使原料化合物汽化之汽化裝置 43~50、微波產生源之匹配電路 51 與微波發信器 52 及微波反射板 53、及將腔內的未反應物及副產物排氣之排氣裝置 54 所構成。

【0176】 微波產生源的匹配電路 51 與微波發信器 52，係連接於石英腔，藉由將微波對石英腔內照射而產生電漿。關於微波的頻率，並無特別限定，可使用用於該技術領域之頻率為 1MHz~50GHz，以 0.5GHz~10GHz 為佳，以 1GHz~5GHz 之微波特別佳。此外，該微波輸出使用 0.1W~20000W，以 1W~10000W 為佳。

【0177】 基板溫度的控制，並無特別限定，以 $-90\sim 1000^{\circ}\text{C}$ ，以 $0^{\circ}\text{C}\sim 500^{\circ}\text{C}$ 的範圍為佳。

【0178】 汽化裝置，係由將常溫常壓為液體的原料化合物 48，具備浸漬配管與藉由上述惰性氣體加壓的配管 50 的容器 47、控制液體原料化合物 48 的流量的液體流量控制裝置 44、使液體的原料化合物 48 汽化的汽化器 43、將上述上述惰性氣體經由汽化器對 PECVD 裝置腔內供給之配管 49 及控制其流量之氣體流量控制裝置 45 及將惰性氣體與氣體化之原料化合物 48 均勻地地供給腔內之淋灑頭 46 所構成。

【0179】 原料化合物對腔內的汽化供給量，並無特別限定，為 $0.1\text{sccm}\sim 10000\text{sccm}$ ，以 10sccm 至 5000sccm 為佳。此外，上述惰性氣體的供給量，並無特別限定，為

0.1sccm~10000sccm，以 10sccm 至 5000sccm 為佳。

【0180】 原料化合物，係使用上述所例示之 PECVD 裝置，將惰性氣體與氣體化的原料化合物、或氣體化的原料化合物供給腔內，藉由微波的照射產生電漿，於控制溫度之基板上成膜。此時之腔內壓力，並無特別限定，為 0.1Pa~10000Pa，以 1Pa~5000Pa 為佳。

實施例

【0181】 以下表示實施例，惟本發明並非有任何受限於該等實施例。

【0182】 膜厚測定，使用株式會社優貝克製之觸針式表面形狀測定器，Dektak 6M。此外，使用 Perkin Elmer 製 ESCA5400MC 測定生成膜之組成。氧穿透性係遵照 JIS K7126-1，水穿透性係遵照 JIS K7129 附屬書 C 測定。全光線穿透率，係根據 JIS K7361-1 測定。線膨脹係數，係於烘箱中將無荷重狀態的膜樣品，由腔溫至 240°C，以 5deg/min.升溫，將此時之膜長度的變化以 CCD 照相機測定算出。表面粗糙度，係使用 Veeco 公司製的掃描型探針顯微鏡 Nano Scope IIIa，輕敲模式 AFM 測定。

【0183】 實施例 1(藉由電容耦合型 PECVD 裝置使用 1,3-二異丙基-1,3-二甲基二矽氧烷(氧/矽=0.5 之通式(1)所示之化合物)之氣體阻隔層之成膜)

【0184】 使用圖 1 所示之平行平板電容耦合型 PECVD 裝置，於聚萘酸乙二醇酯膜基板上成膜。成膜條件，以汽化之 1,3-二異丙基-1,3-二甲基二矽氧烷之流量 50sccm，氮氣的流量

50sccm，氧氣的流量 50sccm，腔內壓 10Pa，基板溫度室溫，RF 電源電力 500W 及 RF 電源頻率 13.56MHz 的條件成膜 10 分鐘。

【0185】 結果膜厚為 2570nm。含碳氧化矽封合膜之組成為 Si=24atom%、C=20atom%及 O=56atom%。測定氣體穿透性，結果氧穿透性為 $0.01\text{cc}/\text{m}^2\cdot\text{day}$ 以下(偵測極限以下)及水穿透性 $4.0\times 10^{-3}\text{g}/\text{m}^2\cdot\text{day}$ 。此外，全光線穿透率為 91.7%，線膨脹係數為 12ppm/deg.，及表面粗糙度為 0.25nm。

【0186】 實施例 2(藉由電容耦合型 PECVD 裝置使用 1,3-二異丙基-1,3-二甲基二矽氧烷(氧/矽=0.5 之通式(1)所示之化合物)之氣體阻隔層之成膜)

【0187】 在於實施例 1 使氮氣的流量為 50sccm 及氧 100sccm 之外，以與實施例 1 同樣地成膜封合膜。

【0188】 結果膜厚為 1421nm。測定氣體穿透性，結果氧穿透性為 $0.01\text{cc}/\text{m}^2\cdot\text{day}$ 以下(偵測極限以下)及水穿透性 $2.5\times 10^{-3}\text{g}/\text{m}^2\cdot\text{day}$ 。此外，全光線穿透率為 91.6%，線膨脹係數為 11ppm/deg.，及表面粗糙度為 0.27nm。

【0189】 實施例 3(藉由電容耦合型 PECVD 裝置使用 1,3-二異丙基-1,3-二甲基二矽氧烷(氧/矽=0.5 之通式(1)所示之化合物)之氣體阻隔層之成膜)

【0190】 在於實施例 1 使氮氣的流量為 50sccm 及氧 500sccm 之外，以與實施例 1 同樣地成膜封合膜。

【0191】 結果膜厚為 1050nm。測定氣體穿透性，結果氧穿透性。 $0.01\text{cc}/\text{m}^2\cdot\text{day}$ 以下(偵測極限以下)及水穿透性

$1.1 \times 10^{-3} \text{g/m}^2 \cdot \text{day}$ 。此外，全光線穿透率為 91.7%，線膨脹係數為 12ppm/deg.，及表面粗糙度為 0.25nm。

【0192】 實施例 4(藉由電容耦合型 PECVD 裝置使用二異丙基甲基矽烷(氧/矽=0 之通式(2)所示之化合物)之氣體阻隔層之成膜)

【0193】 使用圖 1 所示之平行平板電容耦合型 PECVD 裝置，於聚萘酸乙二醇酯膜基板上成膜。成膜條件，以汽化之二異丙基甲基矽烷的流量 50sccm，氮氣的流量 50sccm，氧氣的流量 50sccm，腔內壓 10Pa，基板溫度室溫，RF 電源電力 500W 及 RF 電源頻率 13.56MHz 的條件成膜 10 分鐘。

【0194】 結果膜厚為 2180nm。含碳氧化矽封合膜之組成為 Si=25atom%、C=16atom%及 O=59atom%。測定氣體穿透性，結果氧穿透性為 $0.01 \text{cc/m}^2 \cdot \text{day}$ 以下(偵測極限以下)及水穿透性 $3.5 \times 10^{-3} \text{g/m}^2 \cdot \text{day}$ 。此外，全光線穿透率為 91.7%，線膨脹係數為 11ppm/deg.，及表面粗糙度為 0.26nm。

【0195】 實施例 5(藉由電容耦合型 PECVD 裝置使用 1,1,2,2,3,3,4,4-八異丙基環丁矽烷(氧/矽=0 之通式(3) 所示之化合物)之氣體阻隔層之成膜)

【0196】 使用圖 1 所示之平行平板電容耦合型 PECVD 裝置，於聚萘酸乙二醇酯膜基板上成膜。成膜條件，以汽化之 1,1,2,2,3,3,4,4-八異丙基環丁矽烷的流量 50sccm，氮氣的流量 50sccm，氧氣的流量 100sccm，腔內壓 10Pa，基板溫度室溫，RF 電源電力 500W 及 RF 電源頻率 13.56MHz 的條件成膜 10 分鐘。

S

【0197】 結果膜厚為 2830nm。含碳氧化矽封合膜之組成為 Si=27atom%、C=17atom%及 O=56atom%。測定氣體穿透性，結果氧穿透性為 $0.01\text{cc}/\text{m}^2\cdot\text{day}$ 以下(偵測極限以下)及水穿透性 $2.4\times 10^{-3}\text{g}/\text{m}^2\cdot\text{day}$ 。此外，全光線穿透率為 91.6%，線膨脹係數為 11ppm/deg.，及表面粗糙度為 0.28nm。

【0198】 比較例 1(藉由電容耦合型 PECVD 裝置使用乙烯基三甲氧基矽烷(氧/矽=3.0)之含碳氧化矽封合膜的成膜)

【0199】 使用圖 1 所示之平行平板電容耦合型 PECVD 裝置，於聚萘酸乙二醇酯膜基板上成膜。成膜條件，以汽化之乙烯基三甲氧基矽烷的流量 50sccm，氮氣的流量 50sccm，腔內壓 133Pa，基板溫度室溫，RF 電源電力 200W 及 RF 電源頻率 13.56MHz 的條件成膜 10 分鐘。結果膜厚為 470nm。含碳氧化矽封合膜之組成為 Si=31atom%、C=20atom%及 O=49atom%。測定氣體穿透性，結果氧穿透性為 $1.44\text{cc}/\text{m}^2\cdot\text{day}$ 及水穿透性 $1.67\text{g}/\text{m}^2\cdot\text{day}$ 。此外，全光線穿透率為 86.5%，線膨脹係數為 30ppm/deg.及表面粗糙度為 10nm。

【0200】 由於未使用具有對矽原子 1，氧原子為 0.5 以下的原子比的有機矽化合物，所得薄膜並不適於氣體阻隔層。

【0201】 比較例 2(藉由電容耦合型 PECVD 裝置使用四甲氧基矽烷(氧/矽=4.0)之含碳氧化矽封合膜之成膜)

【0202】 使用圖 1 所示之平行平板電容耦合型 PECVD 裝置，於聚萘酸乙二醇酯膜基板上成膜。成膜條件，以汽化的四甲氧基矽烷的流量 50sccm，氮氣的流量 50sccm，腔內壓 133Pa，基板溫度室溫，RF 電源電力 200W 及 RF 電源頻率

• 13.56MHz 的條件成膜 10 分鐘。

【0203】 結果膜厚為 136nm。含碳氧化矽封合膜之組成為 Si=35atom%、C=13atom%及 O=52atom%。測定氣體穿透性，結果氧穿透性為 $1.75\text{cc/m}^2\cdot\text{day}$ 及水穿透性 $1.67\text{g/m}^2\cdot\text{day}$ 。此外，全光線穿透率為 86.4%，線膨脹係數為 32ppm/deg.及表面粗糙度為 26nm。

【0204】 由於未使用具有對矽原子 1，氧原子為 0.5 以下的原子比的有機矽化合物，所得薄膜並不適於氣體阻隔層。

比較例 3

【0205】 測定使用之聚萘酸乙二醇酯膜基板之氣體穿透性、全光線穿透率、線膨脹係數及表面粗糙度，結果氧穿透性為 $21.0\text{cc/m}^2\cdot\text{day}$ 及水穿透性為 $6.70\text{g/m}^2\cdot\text{day}$ 。此外，全光線穿透率為 86.9%，線膨脹係數為 35ppm/deg.及表面粗糙度為 1.4nm。

【0206】 實施例 6(藉由電容耦合型 PECVD 裝置使用二異丙基甲基矽烷(氧/矽=0 之通式(2)所示之化合物)之氣體阻隔層之成膜)

【0207】 使用圖 1 所示之平行平板電容耦合型 PECVD 裝置，於聚萘酸乙二醇酯膜基板上成膜。成膜條件，以汽化之二異丙基甲基矽烷的流量 50sccm，氮氣的流量 50sccm，氧氣的流量 500sccm，腔內壓 100Pa，基板溫度室溫，RF 電源電力 1000W 及 RF 電源頻率 13.56MHz 的條件成膜 10 分鐘。

【0208】 結果膜厚為 858nm。含碳氧化矽封合膜之組成 Si=31atom%、C=9atom%及 O=60atom%。測定氣體穿透性，結

果氧穿透性為 $0.01\text{cc}/\text{m}^2\cdot\text{day}$ 以下(偵測極限以下)及水穿透性 $2.1\times 10^{-4}\text{g}/\text{m}^2\cdot\text{day}$ 。此外，全光線穿透率為 91.8%，線膨脹係數為 11ppm/deg.，及表面粗糙度為 0.21nm。

【0209】 將本發明詳細且參照特定的實施態樣說明，惟在不脫逸本發明的精神與範圍可加以各式各樣的變更及修正，對該業者來說明顯。

【0210】 本案係主張以 2011 年 09 月 05 日申請之日本國專利申請(特願 2011-192741)及 2012 年 08 月 08 日申請之日本國專利申請(特願 2012-176433)為優先權，其內容均包含於此。
產業上的利用可能性

【0211】 根據本發明，具有至少直接鍵結於一個矽原子的二級烴基，具有對矽原子 1，氧原子為 0.5 以下之原子比之有機矽化合物之成膜材料，藉由 CVD 成膜，可形成含碳氧化矽膜，其可使用於作為封合膜。特別是本封合膜，極為有用於作為氣體阻隔膜或氣體阻隔基板用的氣體阻隔層。因此，本發明的工業價值顯著。

【符號說明】

【0212】

- 1~平行平板電容耦合型 PECVD 裝置；
- 2~PECVD 腔；
- 3~具有淋灑頭之上部電極；
- 4~下部電極；
- 5~薄膜形成用基板；
- 6~匹配電路；

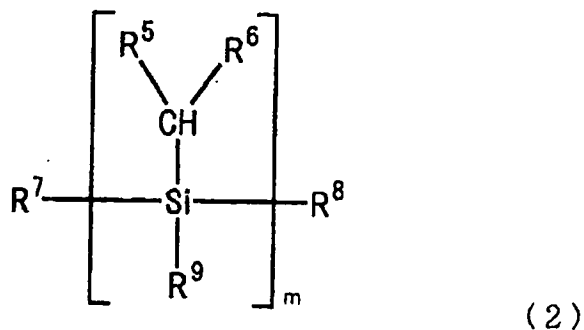
- 7~RF 電源；
- 8~溫度控制裝置；
- 9~汽化器；
- 10~液體流量控制裝置；
- 11~氣體流量控制裝置；
- 12~容器；
- 13~原料化合物；
- 14~將惰性氣體經由汽化器供給 PECVD 裝置腔內的配管；
- 15~藉由惰性氣體加壓之配管；
- 16~排氣裝置；
- 17~接地；
- 18~接地；
- 19~誘導耦合型遠端 PECVD 裝置；
- 20~PECVD 腔；
- 21~線圈；
- 22~石英管；
- 23~加熱器部；
- 24~薄膜形成用基板；
- 25~匹配電路；
- 26~RF 電源；
- 27~溫度控制裝置；
- 28~汽化器；
- 29~液體流量控制裝置；
- 30~氣體流量控制裝置；

- 31~淋灑頭；
- 32~容器；
- 33~原料化合物；
- 34~將惰性氣體經由汽化器供給 PECVD 裝置腔內之配管；
- 35~惰性氣體加壓之配管；
- 36~排氣裝置；
- 37~接地；
- 38~微波 PECVD 裝置；
- 39~石英製腔；
- 40~薄膜形成用基板；
- 41~加熱器部；
- 42~溫度控制裝置；
- 43~汽化器；
- 44~液體流量控制裝置；
- 45~氣體流量控制裝置；
- 46~淋灑頭；
- 47~容器；
- 48~原料化合物；
- 49~將惰性氣體經由汽化器供給 PECVD 裝置腔內之配管；
- 50~惰性氣體加壓之配管；
- 51~匹配電路；
- 52~微波發信器；
- 53~微波反射板；
- 54~排氣裝置。

申請專利範圍

1. 一種化學氣相沉積法用的成膜材料，其特徵在於：含有具有至少直接鍵結於一個矽原子之二級烴基和具有對矽原子 1，氧原子為 0.5 以下之原子比，係以下述通式 (2) 表示之有機矽化合物：

[化 2]



式中， R^5 及 R^6 係分別表示碳數 1~20 的烴基， R^5 及 R^6 亦可互相鍵結形成環狀構造； R^7 、 R^8 及 R^9 係分別表示碳數 1~20 的烴基或氫原子； m 係表示 1~20 之整數。

2. 如申請專利範圍第 1 項所述的成膜材料，其中通式(2)的 R^5 與 R^6 ，均為甲基，或分別為甲基與乙基。
3. 如申請專利範圍第 1 或 2 項所述的成膜材料，其中有機矽化合物異丙基矽烷、異丙基甲基矽烷、異丙基二甲基矽烷、二異丙基甲基矽烷、三異丙基矽烷、第二丁基矽烷、第二丁基甲基矽烷、第二丁基二甲基矽烷、二第二丁基矽烷、二第二丁基甲基矽烷。
4. 如申請專利範圍第 1 或 2 項所述的成膜材料，其中化學氣相沉積法係電漿輔助化學氣相沉積法。
5. 如申請專利範圍第 1 或 2 項所述的成膜材料，其中化學氣

相沉積法係觸媒化學氣相沉積法。

6. 一種封合膜，使用申請專利範圍第 1 項所述的成膜材料，以化學氣相沉積法成膜。
7. 一種封合膜，其中對申請專利範圍第 6 項所述的封合膜，進一步熱處理、紫外線照射處理或電子線處理而得。
8. 一種氣體阻隔構件，其特徵在於：使用申請專利範圍第 6 或 7 項所述的封合膜作為氣體阻隔層。
9. 一種平面顯示器裝置，其特徵在於：包含申請專利範圍第 6 或 7 項所述的封合膜而成。
10. 一種半導體裝置，其特徵在於：包含申請專利範圍第 6 或 7 項所述的封合膜而成。

圖式

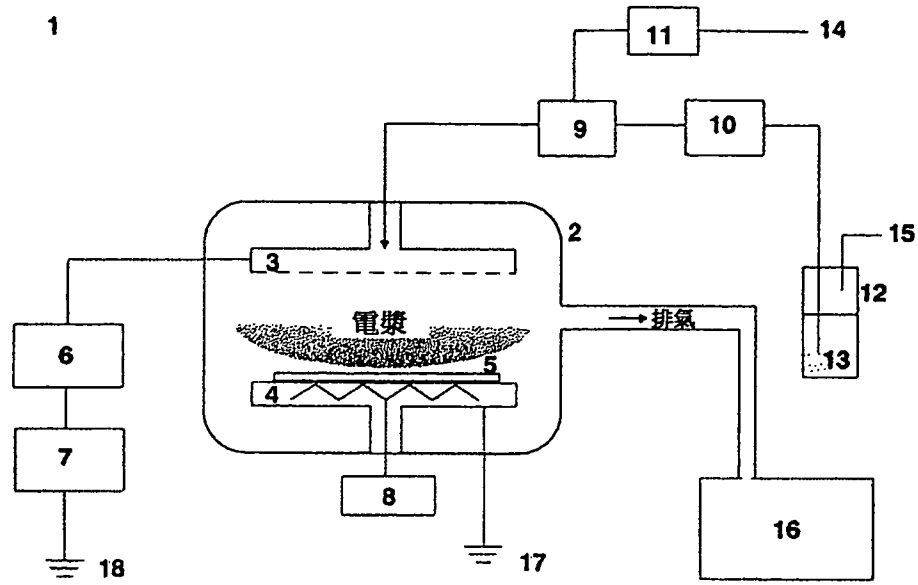


圖 1

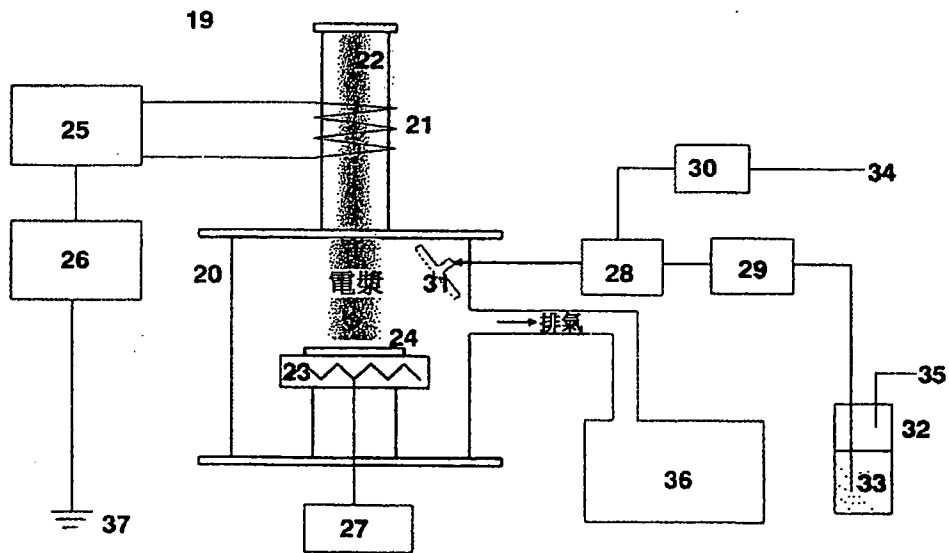


圖 2

