(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号
特許第6427633号
(P6427633)
(45)発行日　平成30年11月21日(2018.11.21)　(24)登録日　平成30年11月2日(2018.11.2)

(51)Int.Cl.		F I		
C25D 3/54	(2006.01)	C25D	3/54	
C25D 5/10	(2006.01)	C25D	5/10	
C25D 5/12	(2006.01)	C25D	5/12	
C07D 471/04	(2006.01)	C07D	471/04	112T
		C07D	471/04	CSP

請求項の数 13　外国語出願　(全 18 頁)

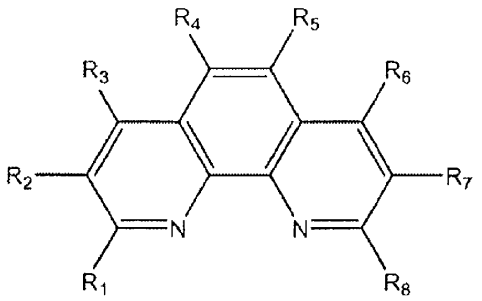
(21)出願番号　特願2017-128758 (P2017-128758)
(22)出願日　平成29年6月30日 (2017.6.30)
(65)公開番号　特開2018-12890 (P2018-12890A)
(43)公開日　平成30年1月25日 (2018.1.25)
審査請求日　平成29年7月3日 (2017.7.3)
(31)優先権主張番号　15/212,737
(32)優先日　平成28年7月18日 (2016.7.18)
(33)優先権主張国　米国 (US)

(73)特許権者　591016862
ローム アンド ハース エレクトロニック マテリアルズ エルエルシー
Rohm and Haas Electronic Materials LLC
アメリカ合衆国、マサチューセッツ 01752、マールボロ、フォレスト・ストリート 455
(74)代理人　110000589
特許業務法人センダ国際特許事務所

最終頁に続く

(54)【発明の名称】1，10－フェナントロリン化合物を含有するインジウム電気めっき組成物、及びインジウムを電気めっきする方法

(57)【特許請求の範囲】
【請求項１】
１つ以上のインジウムイオンの源、０．１ｐｐｍ～１５ｐｐｍの量の１つ以上の１，１０－フェナントロリン化合物、及びクエン酸、その塩またはその混合物を含む、インジウム電気めっき組成物であって、前記１つ以上の１，１０－フェナントロリン化合物は、以下の式を有し、
【化１】



(Ｉ)

式中、R_1、R_2、R_3、R_4、R_5、R_6、R_7、及びR_8は、独立して、水素、直鎖または分岐鎖（C_1－C_5）アルキル、－ＯＨ、直鎖または分岐鎖ヒドロキシ（C_1－

C_5）アルキル、直鎖または分岐鎖（C_1－C_5）アルコキシ、－NO_2、置換または非置換フェニル、カルボキシル、アルデヒド、アミノ、及び一級、二級、または三級アミノ（C_1－C_5）アルキルから選択され、並びに、

前記インジウム電気めっき組成物が合金化金属を含まない、インジウム電気めっき組成物。

【請求項２】

前記１つ以上の１，１０－フェナントロリン化合物は、１，１０－フェナントロリン、５，６－ジメチル－１，１０－フェナントロリン、２，９－ジメチル－１，１０－フェナントロリン、２，４，７，９－テトラメチル－１，１０－フェナントロリン、２，９－ジメチル－４，７－ジフェニル－１，１０－フェナントロリン、１，１０－フェナントロリン水和物、５－ヒドロキシ－１，１０－フェナントロリン、１，１０－フェナントロリン－５，６－ジオール、４，７－ジフェニル－１，１０－フェナントロリン、２，９－ジフェニル－１，１０－フェナントロリン、１，１０－フェナントロリン－５－アミン、５，６－ジアミノ－１，１０－フェナントロリン、５－ニトロ－１，１０－フェナントロリン、５－ニトロ－１，１０－フェナントロリン－２，９－ジカルボアルデヒド、５－ニトロ－１，１０－フェナントロリン－２，９－ジカルボン酸、５－アミノ－１，１０－フェナントロリン－２，９－ジカルボン酸、１，１０－フェナントロリン－５，６－ジカルボン酸、及び１，１０－フェナントロリン－２，９－ジカルボン酸から選択される、請求項１に記載の組成物。

【請求項３】

前記組成物は、１つ以上の塩化物イオンの源をさらに含み、前記インジウムイオンに対する前記塩化物イオンのモル比は、２以上：１である、請求項１または２に記載の組成物。

【請求項４】

インジウムイオンに対する塩化物イオンの前記モル比は、２：１～７：１である、請求項３に記載の組成物。

【請求項５】

インジウムイオンに対する塩化物イオンの前記モル比は、４：１～６：１である、請求項４に記載の組成物。

【請求項６】

アミン界面活性剤、エトキシ化ナフトール、スルホン化ナフトールポリエーテル、（アルキル）フェノールエトキシレート、スルホン化アルキルアルコキシレート、アルキレングリコールアルキルエーテル、及びスルホプロピル化ポリアルコキシレートβ－ナフトールアルカリ塩から選択される１つ以上の界面活性剤をさらに含む、請求項１～５のいずれか１項に記載の組成物。

【請求項７】

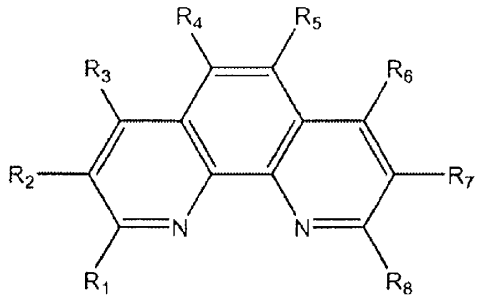
エピハロヒドリンと、１つ以上の窒素含有有機化合物との反応生成物の１つ以上のコポリマーをさらに含む、請求項１～６のいずれか１項に記載の組成物。

【請求項８】

ａ）金属層を含む基板を提供することと、

ｂ）前記基板を、１つ以上のインジウムイオンの源、０．１ｐｐｍ～１５ｐｐｍの量の１つ以上の１，１０－フェナントロリン化合物、及びクエン酸、クエン酸の塩またはその混合物を含むインジウム電気めっき組成物であって、前記１つ以上の１，１０－フェナントロリン化合物は、以下の式を有し、

【化２】



（Ｉ）

式中、Ｒ$_1$、Ｒ$_2$、Ｒ$_3$、Ｒ$_4$、Ｒ$_5$、Ｒ$_6$、Ｒ$_7$、及びＲ$_8$は、独立して、水素、直鎖または分岐鎖（Ｃ$_1$－Ｃ$_5$）アルキル、－ＯＨ、直鎖または分岐鎖ヒドロキシ（Ｃ$_1$－Ｃ$_5$）アルキル、直鎖または分岐鎖（Ｃ$_1$－Ｃ$_5$）アルコキシ、－ＮＯ$_2$、置換または非置換フェニル、カルボキシル、アルデヒド、アミノ、及び一級、二級、または三級アミノ（Ｃ$_1$－Ｃ$_5$）アルキルから選択され、並びに、前記インジウム電気めっき組成物が合金化金属を含まない、インジウム電気めっき組成物と接触させることと、

ｃ）前記基板の前記金属層上に前記インジウム電気めっき組成物を用いてインジウム金属層を電気めっきすることと、を含む、方法。

【請求項９】

前記インジウム電気めっき組成物は、１つ以上の塩化物イオンの源を含み、前記インジウムイオンに対する前記塩化物イオンのモル比は、２以上：１である、請求項８に記載の方法。

【請求項１０】

前記金属層は、ニッケル、銅、金、またはスズである、請求項８または９に記載の方法。

【請求項１１】

前記金属層は、ニッケルである、請求項１０に記載の方法。

【請求項１２】

前記金属層は、１０ｎｍ～１００μｍの厚さである、請求項８～１１のいずれか１項に記載の方法。

【請求項１３】

前記インジウム金属層は、１０ｎｍ～１００μｍの厚さである、請求項８～１２のいずれか１項に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【０００１】

本発明は、微量の１，１０－フェナントロリン化合物を含有するインジウム電気めっき組成物と、金属層上にインジウム金属を電気めっきするための方法とに関する。より具体的には、本発明は、微量の１，１０－フェナントロリン化合物を含有するインジウム電気めっき組成物と、金属層上にインジウム金属を電気めっきする方法とに関し、インジウム金属析出物は、均一であり、実質的にボイドフリーであり、滑らかな表面形状を有する。

【背景技術】

【０００２】

標的とする厚さ及び滑らかな表面形状のボイドフリーで均一なインジウムを、金属層上に再現性よくめっきする能力が課題である。インジウム還元は、プロトン還元の電位よりも負の電位で起こり、陰極における著しい水素バブリングが表面粗度を増加させる原因となる。インジウム析出のプロセスにおいて形成される、不活性電子対効果によって安定化されたインジウム（１$^+$）イオンは、プロトン還元を触媒し、インジウム（３$^+$）イオン

を再生する不均化反応に関与する。錯化剤の非存在下では、インジウムイオンは、ｐＨ＞３溶液から沈殿し始める。ニッケル、スズ、銅、及び金等の金属は、プロトン還元のための良好な触媒であり、インジウムよりも貴であり、したがってガルバニック相互作用においてインジウムの腐食を引き起こし得るため、これらの金属にインジウムをめっきすることは困難である。インジウムはまた、これらの金属と望ましくない金属間化合物を形成する可能性もある。最後に、インジウムの化学及び電気化学は、十分に研究されておらず、したがって、添加剤として機能し得る化合物との相互作用は未知である。

【０００３】

一般的に、従来のインジウム電気めっき浴は、ニッケル、銅、金、及びスズ等の複数のアンダーバンプメタル（ＵＢＭ）に適合するインジウム析出物を電気めっきできていない。さらに重要なことに、従来のインジウム電気めっき浴は、ニッケルを含む基板上に高い共平面性及び高い表面平面性を有するインジウムを電気めっきできていない。しかしながら、インジウムは、その独特の物理的特性のために、多数の産業において非常に望ましい金属である。例えば、インジウムは、容易に変形して、接合する２つの部品間の微小構造を充填するように十分柔らかく、低い溶融温度（１５６℃）及び高い熱伝導率（～８２Ｗ／ｍ°Ｋ）、良好な電気伝導度、スタック内の他の金属と合金して金属間化合物を形成する良好な能力を有する。インジウムは、リフロー処理の間に引き起こされる熱応力による組み立てられたチップに対する損傷を軽減するための３Ｄスタックアセンブリに望ましいプロセスである低温はんだバンプの材料として使用され得る。そのような特性は、電子工学、ならびに半導体及び多結晶薄膜太陽電池を含む関連産業におけるインジウムの種々の使用を可能にする。

【０００４】

インジウムはまた、熱伝導材料（ＴＩＭ）としても使用することができる。ＴＩＭは、集積回路（ＩＣ）等の電子デバイス、及び能動半導体デバイス、例えばマイクロプロセッサが、それらの動作温度限界を超えないように保護するために必要不可欠である。ＴＩＭは、過剰な熱障壁を形成することなく、発熱デバイス（例えば、シリコン半導体）をヒートシンクまたはヒートスプレッダ（例えば、銅及びアルミニウム要素）に結合することができる。ＴＩＭはまた、全体的な熱インピーダンス経路を構成するヒートシンクまたはヒートスプレッダスタックの他の構成要素のアセンブリにも使用され得る。

【０００５】

数種類の材料、例えば、熱グリース、熱ゲル、接着剤、エラストマー、熱パッド、及び相変化材料が、ＴＩＭとして使用されている。上記のＴＩＭは、多くの半導体デバイスに適していたが、半導体デバイスの性能の向上により、そのようなＴＩＭが不適切となった。現在の多くのＴＩＭの熱伝導率は、５Ｗ／ｍ°Ｋを超えず、多くは１Ｗ／ｍ°Ｋ未満である。しかしながら、１５Ｗ／ｍ°Ｋを超える有効熱伝導率を有する熱界面を形成するＴＩＭが、現在必要とされている。

【０００６】

したがって、インジウムは、電子デバイスにとって非常に望ましい金属であり、インジウム金属、特にインジウム金属層を、金属基板上に電気めっきするための改善されたインジウム組成物の必要性が存在する。

【発明の概要】

【０００７】

組成物は、１つ以上のインジウムイオンの源、０．１ｐｐｍ～１５ｐｐｍの量の１つ以上の１，１０－フェナントロリン化合物、及びクエン酸、その塩またはその混合物を含む。

【０００８】

方法は、金属層を含む基板を提供することと；基板を、１つ以上のインジウムイオンの源、０．１ｐｐｍ～１５ｐｐｍの量の１つ以上の１，１０－フェナントロリン化合物、及びクエン酸、その塩またはその混合物を含むインジウム電気めっき組成物と接触させることと、インジウム電気めっき組成物を用いて金属層上にインジウム金属層を電気めっきす

ることと、を含む。

【０００９】

インジウム電気めっき組成物は、金属層上に、実質的にボイドフリーであり、均一であり、滑らかな表面形状を有するインジウム金属を提供することができる。標的とする厚さ及び滑らかな表面形状の、ボイドフリーで均一なインジウムを再現性よくめっきする能力は、半導体及び多結晶薄膜太陽電池を含む電子産業におけるインジウムの使用の拡大を可能にする。本発明の電気めっき組成物から析出されるインジウムは、リフロー処理の間に引き起こされる熱応力による組み立てられたチップに対する損傷を軽減するための３Ｄスタックアセンブリに望ましい低温はんだバンプ材料として使用することができる。インジウムはまた、マイクロプロセッサ及び集積回路等の電子デバイスを保護するための熱伝導材料としても使用することができる。本発明は、高度な電子デバイスにおける用途のための要件を満たすために、十分な特性のインジウムを電気めっきすることができないという従来技術の多くの問題に対応する。

【図面の簡単な説明】

【００１０】

【図１Ａ】７５μｍの直径を有するニッケルめっきビアの光学顕微鏡像である。

【図１Ｂ】７５μｍの直径を有するニッケルめっきビア上のインジウム層の光学顕微鏡像である。

【図２】８ｐｐｍの１，１０－フェナントロリンを含有するインジウム組成物からインジウムが電気めっきされた、７５μｍの直径を有するニッケルめっきビア上のインジウム層の光学顕微鏡像である。

【図３】４ｐｐｍの１，１０－フェナントロリン及び５０ｇ／Ｌの塩化ナトリウムを含有するインジウム組成物からインジウムが電気めっきされた、７５μｍの直径を有するニッケルめっきビア上のインジウム層の光学顕微鏡像である。

【図４】２０ｐｐｍの１，１０－フェナントロリンを含有するインジウム組成物を用いてニッケルの電気めっきを試みた後の、いずれのインジウム析出物も有しない７５μｍの直径を有するニッケルめっきビアの光学顕微鏡像である。

【発明を実施するための形態】

【００１１】

本明細書を通して使用される場合、文脈上そうではないと明らかに示されない限り、以下の略語は以下の意味を有する：℃＝摂氏度、°Ｋ＝ケルビン度、ｇ＝グラム、ｍｇ＝ミリグラム、Ｌ＝リットル、Ａ＝アンペア、ｄｍ＝デシメートル、ＡＳＤ＝Ａ／ｄｍ^{2}＝電流密度、μｍ＝ミクロン＝ミクロメートル、ｐｐｍ＝百万分率、ｐｐｂ＝十億分率、ｐｐｍ＝ｍｇ／Ｌ、インジウムイオン＝Ｉｎ$^{3+}$、Ｌｉ$^{+}$＝リチウムイオン、Ｎａ$^{+}$＝ナトリウムイオン、Ｋ$^{+}$＝カリウムイオン、ＮＨ$_{4}^{+}$＝アンモニウムイオン、ｎｍ＝ナノメートル＝１０$^{-9}$メートル、μｍ＝ミクロメートル＝１０$^{-6}$メートル、Ｍ＝モル、ＭＥＭＳ＝微小電気機械システム、ＴＩＭ＝熱伝導材料、ＩＣ＝集積回路、ＥＯ＝エチレンオキシド、及びＰＯ＝プロピレンオキシド。

【００１２】

「析出」、「めっき」、及び「電気めっき」という用語は、本明細書を通して交換可能に使用される。「コポリマー」という用語は、２つ以上の異なるマー（ｍｅｒ）からなる化合物である。「樹状突起」という用語は、分岐したスパイク状の金属結晶を意味する。別途注記のない限り、全てのめっき浴は、水性溶媒系、すなわち水系めっき浴である。別途注記のない限り、全ての量は重量パーセントであり、全ての比はモル比である。全ての数値範囲は包括的であり、合計で１００％になることが制約されることが論理的である場合を除いて、任意の順序で組み合わせ可能である。

【００１３】

組成物は、水性環境において可溶性である１つ以上のインジウムイオンの源を含む。インジウム組成物は、合金化金属を含まない。そのような源は、限定されないが、アルカンスルホン酸及び芳香族スルホン酸、例えば、メタンスルホン酸、エタンスルホン酸、ブタ

ンスルホン酸、ベンゼンスルホン酸、及びトルエンスルホン酸のインジウム塩、スルファミン酸のインジウム塩、インジウムの硫酸塩、インジウムの塩化物塩及び臭化物塩、硝酸塩、水酸化物塩、インジウム酸化物、フルオロホウ酸塩、カルボン酸、例えば、クエン酸、アセト酢酸、グリオキシル酸、ピルビン酸、グリコール酸、マロン酸、ヒドロキサム酸、イミノ二酢酸、サリチル酸、グリセリン酸、コハク酸、リンゴ酒石酸、ヒドロキシ酪酸のインジウム塩、アミノ酸、例えば、アルギニン、アスパラギン酸、アスパラギン、グルタミン酸、グリシン、グルタミン、ロイシン、リジン、トレオニン、イソロイシン、及びバリンのインジウム塩を含む。典型的には、インジウムイオンの源は、硫酸、スルファミン酸、アルカンスルホン酸、芳香族スルホン酸、及びカルボン酸の１つ以上のインジウム塩である。より典型的には、インジウムイオンの源は、硫酸及びスルファミン酸の１つ以上のインジウム塩である。

【００１４】

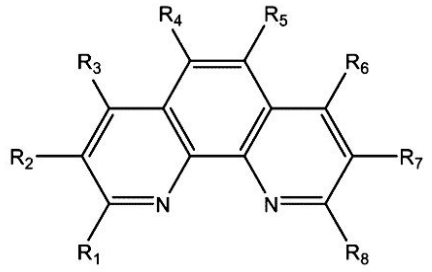
インジウムの水溶性塩は、所望の厚さのインジウム析出物を提供するのに十分な量で組成物に含まれる。好ましくは、水溶性インジウム塩は、２ｇ／Ｌ～７０ｇ／Ｌ、より好ましくは２ｇ／Ｌ～６０ｇ／Ｌ、最も好ましくは２ｇ／Ｌ～３０ｇ／Ｌの量で組成物中にインジウム（3^+）イオンを提供するように組成物に含まれる。

【００１５】

１つ以上の１，１０－フェナントロリン化合物が、０．１ｐｐｍ～１５ｐｐｍ、好ましくは１ｐｐｍ～１０ｐｐｍという微量でインジウム組成物に含まれる。１，１０－フェナントロリン化合物は、限定されないが、式

【００１６】

【化１】



（Ｉ）

【００１７】

を有する化合物を含み、式中、R_1、R_2、R_3、R_4、R_5、R_6、R_7、及びR_8は、独立して、水素、直鎖または分岐鎖（C_1－C_5）アルキル、ＯＨ、直鎖または分岐鎖ヒドロキシ（C_1－C_5）アルキル、直鎖または分岐鎖（C_1－C_5）アルコキシ、NO_2、置換または非置換フェニル、カルボキシル、アルデヒド、アミノ、及び一級、二級、または三級アミノ（C_1－C_5）アルキルから選択される。好ましくは、R_1、R_2、R_3、R_4、R_5、R_6、R_7、及びR_8は、独立して、水素、（C_1－C_2）アルキル、－ＯＨ、ヒドロキシル（C_1－C_2）アルキル、（C_1－C_2）アルコキシ、－NO_2、置換または非置換フェニル、カルボキシル、アルデヒド、アミノ、及び一級、二級、または三級アミノ（C_1－C_2）アルキルから選択される。より好ましくは、R_1、R_2、R_3、R_4、R_5、R_6、R_7、及びR_8は、独立して、水素、ＯＨ、NO_2、アミノ、メチル、非置換フェニル、及びカルボキシルから選択される。さらにより好ましくは、R_1、R_2、R_3、R_4、R_5、R_6、R_7、及びR_8は、独立して、水素、ＯＨ、アミノ、及びメチルから選択される。

【００１８】

フェニル上の置換基は、限定されないが、ＯＨ、NO_2、ヒドロキシ（C_1－C_5）アルキル、アミノ、一級、二級、もしくは三級アミノ（C_1－C_5）アルキル、またはそれらのスルホン酸金属塩もしくはアルカリ金属塩を含む。

【００１９】

そのような１，１０－フェナントロリン化合物の例は、１，１０－フェナントロリン、

５，６－ジメチル－１，１０－フェナントロリン、２，９－ジメチル－１，１０－フェナントロリン、２，４，７，９－テトラメチル－１，１０－フェナントロリン、２，９－ジメチル－４，７－ジフェニル－１，１０－フェナントロリン、１，１０－フェナントロリン水和物、５－ヒドロキシ－１，１０－フェナントロリン、１，１０－フェナントロリン－５，６－ジオール、４，７－ジフェニル－１，１０－フェナントロリン、２，９－ジフェニル－１，１０－フェナントロリン、１，１０－フェナントロリン－５－アミン、５，６－ジアミノ－１，１０－フェナントロリン、５－ニトロ－１，１０－フェナントロリン、５－ニトロ－１，１０－フェナントロリン－２，９－ジカルボアルデヒド、５－ニトロ－１，１０－フェナントロリン－２，９－ジカルボン酸、５－アミノ－１，１０－フェナントロリン－２，９－ジカルボン酸、１，１０－フェナントロリン－５，６－ジカルボン酸、１，１０－フェナントロリン－２，９－ジカルボン酸、及びナトリウム４，４’－（１，１０－フェナントロリン－４，７－ジイル）ジ－ベンゼンスルホン酸である。最も好ましいのは、１，１０－フェナントロリンである。

【００２０】

クエン酸、その塩またはその混合物が、インジウム組成物に含まれる。クエン酸塩は、限定されないが、無水クエン酸ナトリウム、クエン酸一ナトリウム、クエン酸カリウム、及びクエン酸二アンモニウムを含む。クエン酸、その塩またはその混合物は、５０ｇ／Ｌ～３００ｇ／Ｌ、好ましくは５０ｇ／Ｌ～２００ｇ／Ｌの量で含まれてもよい。好ましくは、クエン酸とその塩との混合物は、上記の量でインジウム組成物に含まれる。

【００２１】

任意選択的ではあるが、好ましくは、１つ以上の塩化物イオンの源がインジウム電気めっき組成物に含まれる。塩化物イオンの源は、限定されないが、塩化ナトリウム、塩化カリウム、塩化水素、またはそれらの混合物を含む。好ましくは、塩化物イオンの源は、塩化ナトリウム塩化カリウム、またはその混合物である。より好ましくは、塩化物イオンの源は、塩化ナトリウムである。１つ以上の塩化物イオンの源は、インジウムイオンに対する塩化物イオンのモル比が、少なくとも２：１、好ましくは２：１～７：１、より好ましくは４：１～６：１になるようにインジウム組成物に含まれる。

【００２２】

任意選択的に、クエン酸、その塩またはその混合物に加えて、１つ以上の付加的な緩衝剤が、１～４、好ましくは２～３のｐＨを提供するようにインジウム組成物に含まれてもよい。緩衝剤は、酸、及びその共役塩基の塩を含む。酸は、アミノ酸、カルボン酸、グリオキシル酸、ピルビン酸、ヒドロキサム酸、イミノ二酢酸、サリチル酸、コハク酸、ヒドロキシ酪酸、酢酸、アセト酢酸、酒石酸、リン酸、シュウ酸、炭酸、アスコルビン酸、ホウ酸、ブタン酸、チオ酢酸、グリコール酸、リンゴ酸、ギ酸、ヘプタン酸、ヘキサン酸、フッ化水素酸、乳酸、亜硝酸、オクタン酸、ペンタン酸、尿酸、ノナン酸、デカン酸、亜硫酸、硫酸、アルカンスルホン酸、及びアリールスルホン酸、例えば、メタンスルホン酸、エタンスルホン酸、ベンゼンスルホン酸、トルエンスルホン酸、スルファミン酸等を含む。酸は、共役塩基ののＬｉ$^{+}$、Ｎａ$^{+}$、Ｋ$^{+}$、NH_4^{+}、または$(C_nH_{(2n+1)})_4N^{+}$塩と組み合わされ、式中、ｎは、１～６の整数である。

【００２３】

任意選択的に、１つ以上の界面活性剤がインジウム組成物に含まれてもよい。そのような界面活性剤は、限定されないが、アミン界面活性剤、例えば、ＴＯＭＡＭＩＮＥ（登録商標）－Ｑ－Ｃ－１５界面活性剤として市販されている四級アミン、ＴＯＭＡＭＩＮＥ（登録商標）－ＡＯ－４５５界面活性剤として市販されているアミンオキシド（どちらもＡｉｒ　Ｐｒｏｄｕｃｔｓから入手可能）；ＨｕｎｔｓｍａｎからＳＵＲＦＯＮＡＭＩＮＥ（登録商標）Ｌ－２０７アミン界面活性剤として市販されている親水性ポリエーテルモノアミン；ＲＡＬＵＦＯＮ（登録商標）ＥＡ　１５－９０界面活性剤として市販されているポリエチレングリコールオクチル（３－スルホプロピル）ジエーテル；ＲＡＬＵＦＯＮ（登録商標）ＮＡＰＥ　１４－９０界面活性剤として市販されている［（３－スルホプロポキシ）－ポリアルコキシ］－β－ナフチルエーテル、カリウム塩、ＲＡＬＵＦＯＮ（登録

商標）ＥＮ　１６－８０界面活性剤として市販されているオクタエチレングリコールオクチルエーテル、ＲＡＬＵＦＯＮ（登録商標）Ｆ　１１－３界面活性剤として市販されているポリエチレングリコールアルキル（３－スルホプロピル）ジエーテル、カリウム塩（全てＲａｓｃｈｉｇ　ＧｍｂＨから調達可能）；ＴＥＴＲＯＮＩＣ（登録商標）－３０４界面活性剤として市販されているＥＯ／ＰＯブロックコポリマー（ＢＳＦから入手可能）；Ｓｃｈａｅｒｅｒ＆Ｓｃｈｌａｅｐｆｅｒ　ＡＧのエトキシ化β－ナフトール、例えば、ＡＤＵＸＯＬ（商標）ＮＡＰ－０８、ＡＤＵＸＯＬ（商標）ＮＡＰ－０３、ＡＤＵＸＯＬ（商標）ＮＡＰ－０６等；エトキシ化２，４，７，９－テトラメチル－５－デシン－４，７－ジオール、例えば、Ａｉｒ　Ｐｒｏｄｕｃｔｓ　ａｎｄ　Ｃｈｅｍｉｃａｌｓ　Ｃｏ．のＳＵＲＦＹＮＯＬ（登録商標）４８４界面活性剤；エトキシ化β－ナフトールであるＬＵＸ（商標）ＢＮ－１３界面活性剤、例えば、ＴＩＢ　Ｃｈｅｍｉｃａｌｓ　ＬＵＸ（商標）ＮＰＳ界面活性剤；エトキシ化－β－ナフトール、例えば、ＰＣＣ　Ｃｈｅｍａｘ，Ｉｎｃから入手可能なＰＯＬＹＭＡＸ（登録商標）ＰＡ－３１界面活性剤を含む。そのような界面活性剤は、１ｐｐｍ～１０ｇ／Ｌ、好ましくは５ｐｐｍ～５ｇ／Ｌの量で含まれる。

【００２４】

任意選択的に、インジウム組成物は、１つ以上の結晶粒微細化剤を含むことができる。そのような結晶粒微細化剤は、限定されないが、２－ピコリン酸、２－ナフトール－７－スルホン酸ナトリウム、３－（ベンゾチアゾール－２－イルチオ）プロパン－１－スルホン酸（ＺＰＳ）、３－（カルバムイミドチオ）プロパン－１－スルホン酸（ＵＰＳ）、ビス（スルホプロピル）ジスルフィド（ＳＰＳ）、メルカプトプロパンスルホン酸（ＭＰＳ）、３－Ｎ，Ｎ－ジメチルアミノジチオカルバモイル－１－プロパンスルホン酸（ＤＰＳ）、及び（Ｏ－エチルジチオカルボネート）－Ｓ－（３－スルホプロピル）－エステル（ＯＰＸ）を含む。好ましくは、そのような結晶粒微細化剤は、０．１ｐｐｍ～５ｇ／Ｌ、より好ましくは０．５ｐｐｍ～１ｇ／Ｌの量でインジウム組成物に含まれる。

【００２５】

任意選択的に、１つ以上の抑制剤がインジウム組成物に含まれてもよい。抑制剤は、限定されないが、トリエタノールアミン及びその誘導体、例えば、ラウリル硫酸トリエタノールアミン、ラウリル硫酸ナトリウム、及びラウリル硫酸エトキシ化アンモニウム、ポリエチレンアミン及びその誘導体、例えば、ヒドロキシプロピルポリエンイミン（ＨＰＰＥＩ－２００）、ならびにアルコキシ化ポリマーを含む。そのような抑制剤は、従来の量でインジウム組成物に含まれる。典型的には、抑制剤は、１ｐｐｍ～５ｇ／Ｌの量で含まれる。

【００２６】

任意選択的に、１つ以上のレベラーがインジウム組成物に含まれてもよい。レベラーは、限定されないが、ポリアルキレングリコールエーテルを含む。そのようなエーテルは、限定されないが、ジメチルポリエチレングリコールエーテル、ジ－三級ブチルポリエチレングリコールエーテル、ポリエチレン／ポリプロピレンジメチルエーテル（混合コポリマーまたはブロックコポリマー）、及びオクチルモノメチルポリアルキレンエーテル（混合コポリマーまたはブロックコポリマー）を含む。そのようなレベラーは、従来の量で含まれる。一般的に、そのようなレベラーは、１００ｐｐｂ～５００ｐｐｂの量で含まれる。

【００２７】

任意選択的に、インジウム金属の電気めっき中の水素ガス形成を抑制するために、１つ以上の水素抑制剤がインジウム組成物に含まれてもよい。水素抑制剤は、エピハロヒドリンコポリマーを含む。エピハロヒドリンは、エピクロロヒドリン及びエピブロモヒドリンを含む。典型的には、エピクロロヒドリンのコポリマーが使用される。そのようなコポリマーは、エピクロロヒドリンまたはエピブロモヒドリンと、窒素、硫黄、酸素原子、またはそれらの組み合わせを含む１つ以上の有機化合物との水溶性重合生成物である。

【００２８】

エピハロヒドリンと共重合可能な窒素含有有機化合物は、限定されないが、

１）脂肪族鎖アミン、
２）少なくとも２つの反応性窒素部位を有する非置換複素環式窒素化合物、及び
３）少なくとも２つの反応性窒素部位を有し、アルキル基、アリール基、ニトロ基、ハロゲン及びアミノ基から選択される１～２個の置換基を有する置換複素環式窒素化合物、を含む。

【００２９】
脂肪族鎖アミンは、限定されないが、ジメチルアミン、エチルアミン、メチルアミン、ジエチルアミン、トリエチルアミン、エチレンジアミン、ジエチレントリアミン、プロピルアミン、ブチルアミン、ペンチルアミン、ヘキシルアミン、ヘプチルアミン、オクチルアミン、２－エチルヘキシルアミン、イソオクチルアミン、ノニルアミン、イソノニルアミン、デシルアミン、ウンデシルアミン、ドデシルアミントリデシルアミン、及びアルカノールアミンを含む。

【００３０】
少なくとも２つの反応性窒素部位を有する非置換複素環式窒素化合物は、限定されないが、イミダゾール、イミダゾリン、ピラゾール、１，２，３－トリアゾール、テトラゾール、ピラダジン、１，２，４－トリアゾール、１，２，３－オキサジアゾール、１，２，４－チアジアゾール、及び１，３，４－チアジアゾールを含む。

【００３１】
少なくとも２つの反応性窒素部位を有し、１～２個の置換基を有する置換複素環式窒素化合物は、限定されないが、ベンズイミダゾール、１－メチルイミダゾール、２－メチルイミダゾール、１，３－ジメチルイミダゾール、４－ヒドロキシ－２－アミノイミダゾール、５－エチル－４－ヒドロキシイミダゾール、２－フェニルイミダゾリン、及び２－トルイルイミダゾリンを含む。

【００３２】
好ましくは、イミダゾール、ピラゾール、イミダゾリン、１，２，３－トリアゾール、テトラゾール、ピリダジン、１，２，４－トリアゾール、１，２，３－オキサジアゾール、１，２，４－チアジアゾール、及び１，３，４－チアジアゾール、ならびにメチル、エチル、フェニル及びアミノ基から選択される１個または２個の置換基を組み込んだそれらの誘導体から選択される１つ以上の化合物が、エピハロヒドリンコポリマーを形成するために使用される。

【００３３】
エピハロヒドリンコポリマーのうちのいくつかは、Ｒａｓｃｈｉｇ　ＧｍｂＨ（Ｌｕｄｗｉｇｓｈａｆｅｎ　Ｇｅｒｍａｎｙ）及びＢＡＳＦ（Ｗｙａｎｄｏｔｔｅ，ＭＩ，ＵＳＡ）等から市販されているか、または文献に開示されている方法によって作製されてもよい。市販のイミダゾール／エピクロロヒドリンコポリマーの一例として、ＢＡＳＦから調達可能なＬＵＧＡＬＶＡＮ（登録商標）ＩＺＥコポリマーが挙げられる。

【００３４】
エピハロヒドリンコポリマーは、任意の好適な反応条件下で、エピハロヒドリンを、前述の窒素、硫黄、または酸素含有化合物と反応させることにより形成することができる。例えば、ある方法では、両方の材料を相互溶媒中に好適な濃度で溶解し、そこで、例えば、４５～２４０分間反応させる。溶媒の蒸留除去によって反応の水溶液化学生成物を単離し、次いで、インジウム塩が溶解してから、電気めっき溶液として機能する水に添加する。別の方法では、これら２つの材料を水中に配置し、それらが反応するにつれてそれらが水中に溶解するまで一定に激しく撹拌しながら６０℃に加熱する。

【００３５】
エピハロヒドリンに対する反応混合物の広範囲の比、例えば、０．５：１～２：１モル等が使用されてもよい。典型的には、モル比は０．６：１～２：１モルであり、より典型的には、モル比は０．７～１：１であり、最も典型的には、モル比は１：１である。

【００３６】
さらに、反応生成物は、インジウム塩の添加によって電気めっき組成物が完成する前に

、１つ以上の試薬とさらに反応させてもよい。したがって、記載される生成物は、アンモニア、脂肪族アミン、ポリアミン及びポリイミンのうちの少なくとも１つである試薬とさらに反応させてもよい。典型的には、試薬は、アンモニア、エチレンジアミン、テトラエチレンペンタアミン、及び少なくとも１５０の分子量を有するポリエチレンイミンのうちの少なくとも１つであるが、本明細書に記載される定義を満たす他の種が使用されてもよい。反応は、撹拌によって水中で起こり得る。

【００３７】

例えば、前述のようなエピクロロヒドリンと窒素含有有機化合物との反応生成物と、アンモニア、脂肪族アミン、及びアリールアミンまたはポリイミンのうちの１つ以上から選択される試薬との間で反応が起こることが可能であり、それは、例えば、３０℃～６０℃の温度で、例えば、４５～２４０分間行われ得る。窒素含有化合物－エピクロロヒドリン反応の反応生成物と試薬との間のモル比は、典型的には、１：０．３～１である。

【００３８】

エピハロヒドリンコポリマーは、０．０１ｇ／Ｌ～１００ｇ／Ｌの量で組成物に含まれる。好ましくは、エピハロヒドリンコポリマーは、０．１ｇ／Ｌ～８０ｇ／Ｌの量で含まれ、より好ましくは、それらは、０．１ｇ／Ｌ～５０ｇ／Ｌの量で、最も好ましくは１ｇ／Ｌ～３０ｇ／Ｌの量で含まれる。

【００３９】

インジウム組成物が、種々の基板の金属層上に実質的に均一なボイドフリーのインジウム金属層を析出するために使用されてもよい。インジウム層はまた、実質的に樹状突起を有しない。インジウム層は、好ましくは、１０ｎｍ～１００μｍ、より好ましくは１００ｎｍ～７５μｍの厚さの範囲である。

【００４０】

インジウム金属を金属層上に析出するために使用される装置は、従来の装置である。好ましくは、従来の可溶性インジウム電極が陽極として使用される。任意の好適な参照電極が使用されてもよい。典型的には、参照電極は塩化銀／銀電極である。電流密度は、０．１ＡＳＤ～１０ＡＳＤ、好ましくは０．１～５ＡＳＤ、より好ましくは１～４ＡＳＤの範囲であってもよい。

【００４１】

インジウム金属の電気めっき中のインジウム組成物の温度は、室温～８０℃の範囲であり得る。好ましくは、温度は、室温～６５℃、より好ましくは室温～６０℃の範囲である。最も好ましくは、温度は室温である。

【００４２】

インジウム組成物は、磁場デバイス及び超電導ＭＲＩ用の電子デバイス用の構成要素を含む、種々の基板のニッケル、銅、銀、及びスズ層上に、インジウム金属を電気めっきするために使用されてもよい。好ましくは、インジウムは、ニッケル上に電気めっきされる。金属層は、好ましくは、１０ｎｍ～１００μｍ、より好ましくは、１００ｎｍ～７５μｍの範囲である。インジウム組成物はまた、インジウム金属の小径はんだバンプをシリコンウエハ等の種々の基板上に電気めっきするための従来の光画像形成法によって使用されてもよい。小径バンプは、好ましくは、１対３のアスペクト比で、１μｍ～１００μｍ、より好ましくは２μｍ～５０μｍの直径を有する。

【００４３】

例えば、インジウム組成物は、限定されないが、ＩＣ、半導体デバイスのマイクロプロセッサ、ＭＥＭＳ、及びオプトエレクトロニクスデバイスの構成要素等のためのＴＩＭとして機能するように、電子デバイスの構成要素上にインジウム金属を電気めっきするために使用されてもよい。そのような電子構成要素は、プリント配線板、ならびに密封されたチップスケール及びウェハレベルパッケージに含まれてもよい。そのようなパッケージは、典型的には、気密封止され、ベース基体と蓋との間に形成された密閉容積を、該密閉容積内に配置された電子デバイスと共に含む。パッケージは、密閉されたデバイスを封じ込め、パッケージ外の雰囲気中の汚染物質及び水蒸気から該デバイスを保護する。パッケー

ジ内の汚染物質及び水蒸気の存在は、金属部品の腐食、ならびにオプトエレクトロニクスデバイス及び他の光学的構成要素の場合には光学的損失等の問題を生じさせ得る。低い溶融温度（１５６℃）及び高い熱伝導率（～８２Ｗ／ｍ°Ｋ）は、インジウム金属をＴＩＭとして使用するのに非常に望ましいものにする特性である。

【００４４】

ＴＩＭに加えて、インジウム組成物は、電子デバイスにおけるウィスカ形成を防止するために、基板上に下層を電気めっきするために使用されてもよい。基板は、限定されないが、電気または電子構成要素または部品、例えば、半導体チップをマウントするためのフィルムキャリア、プリント基板、リードフレーム、接触要素、例えば、接点または端子、ならびに良好な外観及び高度な動作信頼性を必要とするめっきされた構造部材を含む。

【００４５】

以下の実施例は、本発明をさらに説明するが、本発明の範囲を限定することを意図するものではない。

【００４６】

実施例１（比較例）

７５μｍの直径を有する複数のビアと、各ビアの基部に銅シード層とを有する、フォトレジストパターンを形成したＳｉｌｉｃｏｎ Ｖａｌｌｅｙ Ｍｉｃｒｏｅｌｅｃｔｒｏｎｉｃｓ，Ｉｎｃ．社製のシリコンウエハに、Ｄｏｗ Ａｄｖａｎｃｅｄ Ｍａｔｅｒｉａｌｓから入手可能なＮＩＫＡＬ（商標）ＢＰニッケル電気めっき浴を使用してニッケル層で電気めっきした。ニッケル電気めっきは、１ＡＳＤの陰極電流密度を１２０秒間用いて、５５℃で行った。従来の整流器で電流を供給した。陽極は、可溶性ニッケル電極であった。めっき後、シリコンウエハをめっき浴から取り出し、Ｄｏｗ Ａｄｖａｎｃｅｄ Ｍａｔｅｒｉａｌｓ から入手可能なＳＨＩＰＬＥＹ ＢＰＲ（商標）Ｐｈｏｔｏｓｔｒｉｐｐｅｒを用いてフォトレジストをウエハから除去し、水でゆすいだ。ニッケル析出物は、実質的に滑らかな外観であり、表面上にはいずれの樹状突起も観察されなかった。図１Ａは、ＬＥＩＣＡ（商標）光学顕微鏡を用いて撮影したニッケルめっきを施した銅シード層のうちの１つの光学像である。

【００４７】

以下の水性インジウム電解質組成物を調製した。

【００４８】

【表１】

表１

構成成分	量
硫酸インジウム	４５ｇ／Ｌ
クエン酸	９６ｇ／Ｌ
クエン酸ナトリウム二水和物	５９ｇ／Ｌ

【００４９】

別のセットのフォトレジストパターンを形成したウエハに対して上記のニッケル層電気めっきプロセスを繰り返したが、ただし、ニッケル層を電気めっきした後、ニッケルめっきを施したシリコンウエハをインジウム電気めっき組成物に浸漬し、インジウム金属をニッケル上に電気めっきした。インジウム電気めっきは、４ＡＳＤの電流密度で３０秒間、２５℃で行った。インジウム電気めっき組成物のｐＨは２．４であった。陽極は、インジウム可溶性電極であった。インジウムをニッケル上にめっきした後、フォトレジストをウエハから除去し、インジウム析出物の形態を観察した。全てのインジウム析出物は、ざらつきのある外観であった。

【００５０】

図１Ｂは、ニッケル層上に電気めっきされたインジウム金属析出物のうちの１つの光学像である。インジウム析出物は、図１Ａに示されるニッケル析出物とは対照的に非常にざ

らついていた。

【００５１】

実施例２

前述の実施例１に記載される方法を繰り返したが、ただし、インジウム電気めっき組成物は、以下の構成成分を含んでいた。

【００５２】

【表２】

表２

構成成分	量
硫酸インジウム	４５ｇ／Ｌ
クエン酸	１２８ｇ／Ｌ
クエン酸ナトリウム二水和物	５９ｇ／Ｌ
１，１０－フェナントロリン	８ｐｐｍ

【００５３】

ニッケルめっきを施したシリコンウエハをインジウム電気めっき組成物に浸漬し、インジウム金属をニッケル上に電気めっきした。インジウム電気めっきは、４ＡＳＤの電流密度で３０秒間、２５℃で行った。組成物のｐＨは２．１であった。陽極は、インジウム可溶性電極であった。インジウムをニッケル層上に電気めっきした後、フォトレジストをウエハから除去し、インジウムの形態を観察した。全てのインジウム析出物は、均質かつ滑らかな外観であった。

【００５４】

図２は、ニッケル層上に電気めっきされたインジウム金属析出物のうちの１つの光学顕微鏡像である。インジウム析出物は、図１Ｂのインジウム析出物とは対照的に滑らかな外観であった。

【００５５】

実施例３

前述の実施例２に記載される方法を繰り返したが、ただし、インジウム電気めっき組成物は、以下の構成成分を含んでいた。

【００５６】

【表３】

表３

構成成分	量
硫酸インジウム	４５ｇ／Ｌ
クエン酸	９６ｇ／Ｌ
クエン酸ナトリウム二水和物	５９ｇ／Ｌ
１，１０－フェナントロリン	４ｐｐｍ
塩化ナトリウム[1]	５０ｇ／Ｌ

[1]塩化物：インジウムイオンのモル比＝５：１

【００５７】

インジウム組成物のｐＨは２．４であった。ニッケルめっきを施したシリコンウエハをインジウム電気めっき組成物に浸漬し、インジウム金属をニッケル上に電気めっきした。インジウム電気めっきは、４ＡＳＤの電流密度で３０秒間、２５℃で行った。陽極は、インジウム可溶性電極であった。インジウムをニッケル層上に電気めっきした後、フォトレジストをウエハから除去し、インジウムの形態を観察した。全てのインジウム析出物は、均質かつ滑らかな外観であった。

【００５８】

図３は、ニッケル層上に電気めっきされたインジウム金属析出物のうちの１つの光学顕微鏡像である。インジウム析出物は、図１Ｂのインジウム析出物とは対照的に滑らかな外観であった。

【００５９】

実施例４

前述の実施例２に記載される方法を繰り返したが、ただし、インジウム電気めっき組成物は、以下の構成成分を含んでいた。

【００６０】

【表４】

表４

構成成分	量
硫酸インジウム	４５ｇ／Ｌ
クエン酸	１２８ｇ／Ｌ
クエン酸ナトリウム二水和物	５９ｇ／Ｌ
５，６－ジメチル－１，１０－フェナントロリン	１ｐｐｍ

【００６１】

組成物のｐＨは２．１である。インジウムをニッケル層上に電気めっきした後、フォトレジストをウエハから除去し、インジウムの形態を観察する。全てのインジウム析出物は、図２に示されるように均質かつ滑らかな外観であることが予想される。

【００６２】

実施例５

前述の実施例２に記載される方法を繰り返したが、ただし、インジウム電気めっき組成物は、以下の構成成分を含んでいた。

【００６３】

【表５】

表５

構成成分	量
硫酸インジウム	４５ｇ／Ｌ
クエン酸	１２８ｇ／Ｌ
クエン酸ナトリウム二水和物	５９ｇ／Ｌ
２，９－ジメチル－１，１０－フェナントロリン	５ｐｐｍ

【００６４】

組成物のｐＨは２．１である。インジウムをニッケル層上に電気めっきした後、フォトレジストをウエハから除去し、インジウムの形態を観察する。全てのインジウム析出物は、図２に示されるように均質かつ滑らかな外観であることが予想される。

【００６５】

実施例６

以下の構成成分を含むインジウム電気めっき組成物を調製する。

【００６６】

【表６】

表６

構成成分	量
硫酸インジウム	４５ｇ／Ｌ
クエン酸	１２８ｇ／Ｌ
クエン酸ナトリウム二水和物	５９ｇ／Ｌ
２，９－ジメチル－４，７－ジフェニル－１，１０－フェナントロリン	０．２５ｐｐｍ
四級アミン界面活性剤[2]	５ｐｐｍ

[2]Ａｉｒ　Ｐｒｏｄｕｃｔｓから入手可能なＴＯＭＡＭＩＮＥ（登録商標）ＱＣ－１５界面活性剤

【００６７】

組成物のｐＨは２．１である。インジウムをニッケル層上に電気めっきした後、フォトレジストをウエハから除去し、インジウムの形態を観察する。全てのインジウム析出物は、図２に示されるように均質かつ滑らかな外観であることが予想される。

【００６８】

実施例７

以下の構成成分を含むインジウム電気めっき組成物を調製する。

【００６９】

【表７】

表７

構成成分	量
硫酸インジウム	４５ｇ／Ｌ
クエン酸	１２８ｇ／Ｌ
クエン酸ナトリウム二水和物	５９ｇ／Ｌ
５－ヒドロキシ－１，１０－フェナントロリン	１０ｐｐｍ
ポリエチレングリコールオクチル（３－スルホプロピル）ジエーテル[3]	１０ｐｐｍ

[3]Ｒａｓｃｈｉｇから入手可能なＲＡＬＵＦＯＮ（登録商標）ＥＡ　１５－９０界面活性剤

【００７０】

組成物のｐＨは２．１である。インジウムをニッケル層上に電気めっきした後、フォトレジストをウエハから除去し、インジウムの形態を観察する。全てのインジウム析出物は、図２に示されるように均質かつ滑らかな外観であることが予想される。

【００７１】

実施例８

以下の構成成分を含むインジウム電気めっき組成物を調製する。

【００７２】

【表８】

表８

構成成分	量
硫酸インジウム	４５ｇ／Ｌ
クエン酸	１２８ｇ／Ｌ
クエン酸ナトリウム二水和物	５９ｇ／Ｌ
５，６－ジアミノ－１，１０－フェナントロリン	５ｐｐｍ
四級アミン界面活性剤[4]	５ｐｐｍ
２－ナフトール－７－スルホン酸ナトリウム	０．１ｇ／Ｌ

[4]Ａｉｒ　Ｐｒｏｄｕｃｔｓから入手可能なＴＯＭＡＭＩＮＥ（登録商標）ＱＣ－１５界面活性剤

【００７３】
インジウムをニッケル層上に電気めっきした後、フォトレジストをウエハから除去し、インジウムの形態を観察する。全てのインジウム析出物は、図２に示されるように均質かつ滑らかな外観であることが予想される。

【００７４】
実施例９（比較例）
前述の実施例２に記載される方法を繰り返したが、ただし、インジウム電気めっき組成物は、以下の構成成分を含んでいた。

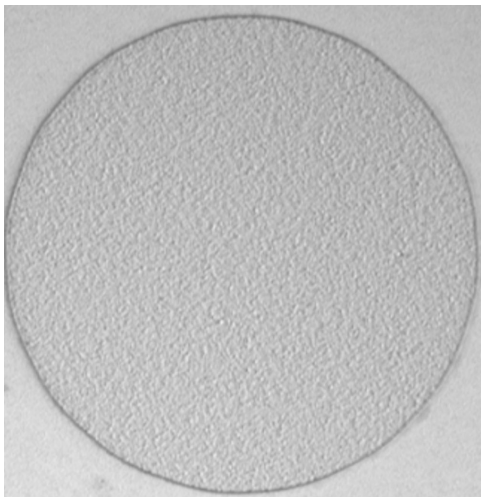
【００７５】
【表９】

表９

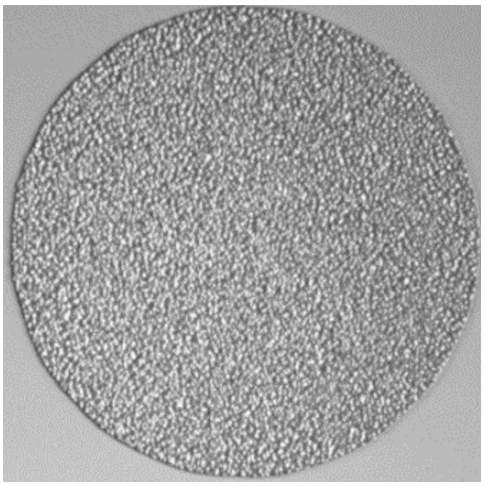
構成成分	量
硫酸インジウム	４５ｇ／Ｌ
クエン酸	９６ｇ／Ｌ
クエン酸ナトリウム二水和物	５９ｇ／Ｌ
１，１０－フェナントロリン	２０ｐｐｍ
塩化ナトリウム	５０ｇ／Ｌ

【００７６】
組成物のｐＨは２．４であった。インジウムをニッケル層上に電気めっきした後、フォトレジストをウエハから除去し、インジウムの形態を観察した。いずれのニッケル層上にもインジウム析出物は観察されなかった。図４は、インジウムめっき後に撮影されたニッケル層のうちの１つの光学顕微鏡像である。ニッケル上にめっきされたインジウムを示すものは認められなかった。

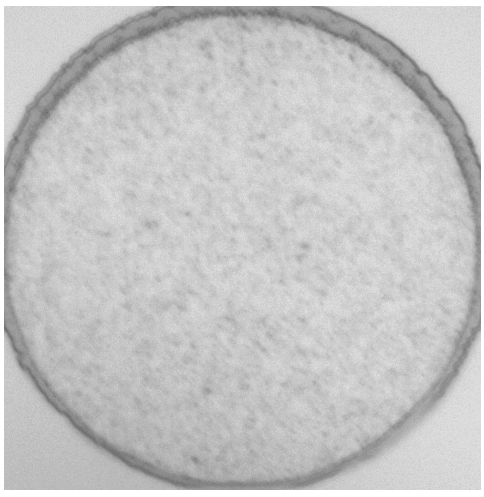
【図１Ａ】



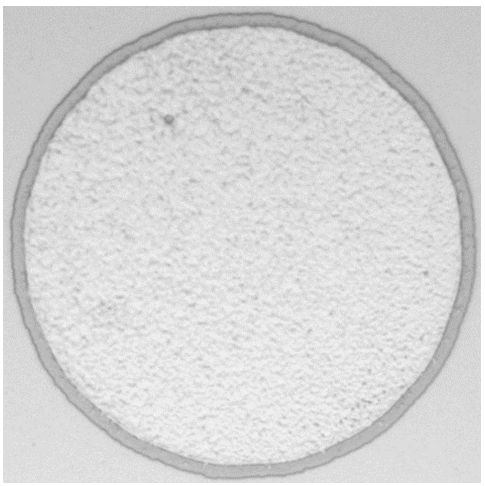
【図１Ｂ】



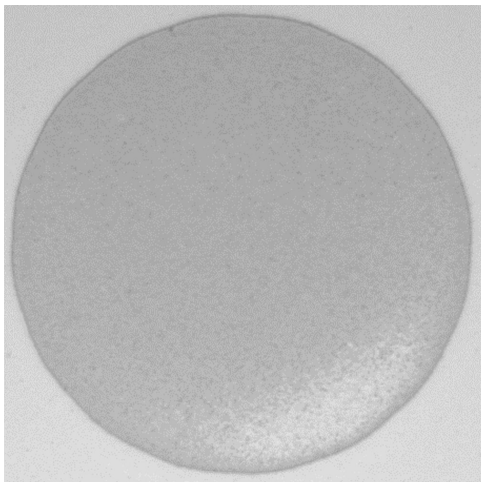
【図２】



【図３】



【図４】



フロントページの続き

(72)発明者 イー・チン
アメリカ合衆国 マサチューセッツ州 ０１７５２ マールボロ フォレスト・ストリート ４５５ ローム アンド ハース エレクトロニック マテリアルズ エルエルシー内
(72)発明者 クリステン・フラジスリック
アメリカ合衆国 マサチューセッツ州 ０１７５２ マールボロ フォレスト・ストリート ４５５ ローム アンド ハース エレクトロニック マテリアルズ エルエルシー内
(72)発明者 マーク・ルフェーヴル
アメリカ合衆国 マサチューセッツ州 ０１７５２ マールボロ フォレスト・ストリート ４５５ ローム アンド ハース エレクトロニック マテリアルズ エルエルシー内

審査官 荒木 英則

(56)参考文献 特開２００８－１６３４６０（ＪＰ，Ａ）
特開２０１３－１８１２４８（ＪＰ，Ａ）
米国特許出願公開第２００６／０１１３００６（ＵＳ，Ａ１）
米国特許第０７０２３０８９（ＵＳ，Ｂ１）
LI, Xiuling, et al., Polarographic Adsorption Wave of Indium-4,7-diphenyl-1,10-phenanthroline Complex, FENXI HUAXUE(Chinese Journal of Analytical Chemistry), １９９５年, Vol.23, No.7, pp.793-795
MUNOZ, A.G., et al., Electrodeposition of Indium onto Vitreous Carbon from Acid Chloride Solution, J. Electrochem. Soc., １９９９年, Vol.146, No.6, pp.2123-2130

(58)調査した分野(Int.Cl., ＤＢ名)
Ｃ２５Ｄ ３／００－ ３／５４
Ｃ２５Ｄ ５／００－ ５／１２
ＣＡｐｌｕｓ／ＲＥＧＩＳＴＲＹ（ＳＴＮ）