公告本

申請日期	88.10.25
案號	88118391
類別	C08L 83/00

A4
C4

505684

（以上各欄由本局填註）

發明 ~~新型~~ 專利說明書

一、發明 ~~新型~~ 名稱	中文	形成塗層之方法
	英文	A METHOD OF FORMING COATINGS
二、發明 ~~創作~~ 人	姓名	1.久華 鍾 2.艾瑞克 史考特 莫耶 3.麥可 約翰 史鮑汀
	國籍	均美國
	住、居所	1.美國密西根州密蘭市翠伍德圓環路4707號 2.美國密西根州密蘭市安卓街4500號 3.美國密西根州海灣市南麥迪遜路418號
三、申請人	姓名（名稱）	美商道康寧公司
	國籍	美國
	住、居所（事務所）	美國密西根州密蘭市
	代表人姓名	羅勃 L. 麥克勒

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

本紙張尺度適用中國國家標準（CNS）A4規格（210×297公釐）

裝 訂 線

（由本局填寫）

承辦人代碼：	A6 B6
大　　類：	
ＩＰＣ分類：	

本案已向：

國（地區）	申請專利，申請日期：	案號：	，□有　□無主張優先權
美國	1998 年 11 月 20 日	09/197,249	☑有 □無主張優先權

有關微生物已寄存於：　　，寄存日期：　　，寄存號碼：

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄）

裝　訂　線

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

本紙張尺度適用中國國家標準（CNS）A4規格（210×297公釐）

五、發明說明（1）

本發明係關於一種藉由沈積含有Si-H基團之樹脂與溶劑之溶液，於基材上形成塗層之方法，其方式其中溶劑仍然留在塗層中，接著使此塗層曝露至鹼性觸媒與水，然後自塗層蒸發溶劑。本發明之方法特別可用於塗敷低介電常數塗層在電子裝置上。

於電子裝置上之薄膜介電塗層，係爲此項技藝中已知的。例如，美國專利4,749,631與4,756,977，揭示以矽石爲基料之塗層，藉由將矽烷氧化物或氫矽倍半氧烷之溶液個別塗敷至基材，然後將已塗覆之基材加熱至200-1000℃之溫度而製成。但是，此等塗層之介電常數，對某些電子裝置與電路而言經常過高。

美國專利4,847,162與4,842,888亦陳述藉由將氫矽倍半氧烷樹脂與矽酸酯，於氨存在下，個別加熱至200與1000℃間之溫度，以形成氮化矽石塗層。此等參考資料陳述使用無水氨，因此所形成之塗層具有1至2重量%之氮摻入其中。

在非結晶性固體期刊，64 (1984) 第209-221頁中，係陳述在氨存在下，藉由加熱四乙氧基矽烷，形成陶瓷塗層。但是，與上文'162一樣，此參考資料亦陳述氨應爲無水，且所形成之矽石塗層係經氮化。

美國專利4,636,440揭示一種使溶膠-凝膠所塗覆基材之乾燥時間降低之方法，其包括使基材曝露至含水氫氧化四級銨及／或烷醇胺化合物。但是，此參考資料之方法與本文中所揭示者，不同之處在於，此塗層需要在加熱之前經乾燥，且特別受限於經水解或經部份水解之矽烷氧化物，及

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）
裝
訂
線
經濟部智慧財產局員工消費合作社印製
本紙張尺度適用中國國家標準（CNS）A4規格（210×297公釐）

五、發明說明（2）

未陳述此方法在具有Si-H鍵結之塗層上之利用性。

美國專利5,262,201與5,116,637陳述使用鹼性觸媒，以降低各種預陶瓷材料(包括氫矽倍半氧烷)轉化成陶瓷塗層所必須之溫度。但是，此等參考資料係陳述在使塗層曝露至鹼性觸媒之前移除溶劑。

美國專利5,547,703陳述一種在基材上形成低介電常數之含Si-O塗層之方法，其包括連續在潮濕氨、無水氨及氧之下，加熱氫矽倍半氧烷樹脂。所形成之塗層具有在1 MHz下之介電常數低達2.42。但是，再一次，此參考資料陳述在使塗層轉化成陶瓷之前移除溶劑，且所形成塗層之介電常數並未如本文中所揭示者一樣低。

美國專利5,523,163陳述一種在基材上形成含Si-O塗層之方法，其包括將氫矽倍半氧烷樹脂加熱，以使其轉化成含Si-O陶瓷塗層，然後使此塗層曝露至含有氫氣之回火氣層。所形成之塗層具有介電常數低達2.773。但是，此參考資料陳述在使塗層轉化成陶瓷之前移除溶劑，且所形成塗層之介電常數並未如本文中所揭示者一樣低。

美國專利5,618,878陳述已溶於飽和烷基烴中之含有氫矽倍半氧烷樹脂之塗料組合物，其可用於形成厚陶瓷塗層。所揭示之烷基烴係爲高達十二烷者。但是，此參考資料並未陳述在溶劑移除之前，使已塗覆之基材曝露至鹼性觸媒。

本案發明人目前已發現，在完全移除溶劑之前，經由使含Si-H之樹脂曝露至鹼性觸媒，則可產生具有低介電常數之多孔網狀組織塗層。

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝 訂 線

本紙張尺度適用中國國家標準(CNS)A4規格(210×297公釐)

五、發明說明（ 3 ）

一方面，本發明係關於一種在基材上形成塗層之方法。此方法包括在基材上，以包含具有至少2個Si-H基團之樹脂與溶劑之溶液，沈積塗層，其方式爲其中至少5體積%之溶劑於沈積後仍然留在塗層中。然後使此塗層曝露至包含鹼性觸媒與水之環境中。最後，使溶劑自塗層蒸發，以形成多孔網狀組織。若需要，可將塗層加熱以形成陶瓷。

在其他方面，本發明係關於藉上述方法製成之塗層，以及使用於此方法中之塗料溶液。

本發明係基於發現鹼性觸媒與水可用以自含Si-H之樹脂形成新穎多孔網狀組織塗層。此種塗層可用於電子基材上，因其具有低介電常數。

本發明之方法特別可應用於諸塗層在電子裝置或電子電路上之沈積，其可於其中充作層間介電層，經摻雜之介電層以產生電晶體裝置，含矽之裝填顏料黏合劑系統，以產生電容器與電容器裝置，多層裝置，3-D裝置，絕緣體外延矽裝置及超晶格裝置。但是，欲被本發明塗覆之基材與裝置之選擇，僅受限於基材在本發明中使用之溫度與氣層下需要具有熱與化學安定性。因此，本發明之塗層可使用於基材上，譬如塑膠，包括例如聚醯亞胺、環氧樹脂、聚四氟乙烯及其共聚物、聚碳酸酯、丙烯酸系樹脂、聚酯，陶瓷材料，皮革，紡織品及金屬。

當在本發明中使用時，"陶瓷"之措辭係包括陶瓷材料，譬如非晶質矽石，及似陶瓷材料，譬如非晶質似矽石材料，其並未完全不含碳及／或氫，但在其他方面於特徵上爲

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）
裝 訂 線
經濟部智慧財產局員工消費合作社印製
本紙張尺度適用中國國家標準（CNS）A4規格（210×297公釐）

五、發明說明（4）

陶瓷，且"電子裝置"或"電子電路"措辭係包括但不限於矽爲基料之裝置，砷化鎵爲基料之裝置，碳化矽爲基料之裝置，焦平面陣列，光電子裝置，光生伏打電池及光學裝置。

可用於本發明之含有至少2個Si-H基團之樹脂，並不特別受到限制，只要Si-H鍵結可被水解，且被鹼性觸媒與水至少部份縮合以形成交聯網狀組織即可，其係充作多孔網狀組織之結構。一般而言，此種材料具有下式：$\{R_3SiO_{1/2}\}_a\{R_2SiO_{2/2}\}_b\{RSiO_{3/2}\}_c\{SiO_{4/2}\}_d$，其中各R係獨立選自氫、烷基、烯基或芳基，或被雜原子取代之烷基、烯基或芳基，該雜原子譬如鹵素、氮、硫、氧或矽，以及a, b, c及d爲特定單位之莫耳分率，且其總合爲1，其附帶條件是每分子至少2個R基團爲氫，且該材料在結構上爲足夠樹脂性，以形成所要之網狀組織。烷基之實例爲甲基、乙基、丙基及丁基，其中以1-6個碳原子之烷基較佳。烯基之實例包括乙烯基、烯丙基及己烯基。芳基之實例包括苯基。經取代基團之實例，包括$CF_3(CF_2)_nCH_2CH_2$（其中n＝0-6）。

於本發明中特佳者爲各種氫化矽氧烷樹脂，稱爲氫矽倍半氧烷樹脂，其包含式$HSi(OH)_x(OR)_yO_{z/2}$單位。在此式中，各R係如上文定義。當此等R基團經過氧原子結合至矽時，其係形成可水解之取代基。在上式中，x＝0至2；y＝0至2；z＝1至3，且x＋y＋z＝3。此等樹脂基本上可爲完全縮合之$(HSiO_{3/2})_n$，其中n爲8或較大，或其可爲僅經部份水解（意即，含有一些Si-OR）及／或部份縮合（意即，含有一

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝 訂 線

本紙張尺度適用中國國家標準（CNS）A4規格（210×297公釐）

五、發明說明（ 5 ）

些 Si-OH)。

此樹脂之結構並未特別受到限制。此樹脂之結構可爲一般在梯型、籠型或其混合物中所已知者。此等樹脂可含有末端基，譬如羥基、三有機矽烷氧基、二有機氫矽烷氧基、三烷氧基矽烷氧基及二烷氧基矽烷氧基。雖然並未以此結構表示，但此等樹脂亦可含有少數(例如低於約10%)具有0或2個氫原子連接至其上之矽原子，及/或少數SiC基團，譬如 $CH_3SiO_{3/2}$ 或 $HCH_3SiO_{2/2}$ 基團。

上述含有至少2個Si-H基團之樹脂，及其製造方法，係得知自美國專利3,615,272，其係陳述藉以下方法製造基本上完全縮合之氫矽倍半氧烷樹脂(其可含有高達100-300 ppm之矽烷醇)，該方法包括使三氯基矽烷在苯磺酸水合物水解媒質中水解，然後以水或硫酸水溶液洗滌所形成之樹脂。同樣地，在美國專利5,010,159中係陳述一種方法，包括使氫化矽烷在芳基磺酸水合物水解媒質中水解，以形成樹脂，然後使其與中和劑接觸。

其他氫化矽氧烷樹脂，譬如由美國專利4,999,397所述者；由美國專利5,210,160所述者，經由使烷氧基或醯氧基矽烷在酸性、醇性水解媒質中水解所製成者；於日本公開專利案59-178749、60-86017及63-107122中所述者；或任何其他等效氫化矽氧烷，亦將於此處發揮功用。

在本發明之一項較佳具體實施例中，上述氫矽倍半氧烷樹脂之特定分子量部份，亦可使用於此方法中。此種部份及其製法，係陳述於美國專利5,063,267與5,416,190中。較佳

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）
裝
訂
線
經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

本紙張尺度適用中國國家標準(CNS)A4規格(210×297公釐)

五、發明說明（6）

部份包括其中至少75%聚合物種具有分子量高於1200之材料，及更佳部份包括其中至少75%聚合物種具有數目平均分子量在1200與100,000間之材料。

氫矽倍半氧烷樹脂可含有其他成份，只要此等成份不會干擾塗層之完整性即可。但是，應注意的是，某些物質可增加塗層之介電常數。已知之添加劑，包括觸媒，譬如鉑、銠或銅觸媒，其會增加樹脂熟化之速率及／或程度，如在美國專利4,822,697中所述者。

陶瓷氧化物先質亦可與氫矽倍半氧烷樹脂合併使用。可用於此處之陶瓷氧化物先質，包括各種金屬，譬如鋁、鈦、鋯、鉭、鈮及／或釩之化合物，以及各種非金屬化合物，譬如硼或磷之化合物，可使其溶於溶液中，水解及接著在相對較低溫度下熱解，以形成陶瓷氧化物。可用於此處之陶瓷氧化物先質，係描述於美國專利4,808,653、5,008,320及5,290,394中。

上述含Si-H之樹脂，係以溶劑分散液塗敷至基材。可使用之溶劑，包括將溶解或分散樹脂以形成均勻液體混合物，而不會影響所形成之塗層或基材之任何作用劑或作用劑之混合物。此等溶劑可包括醇類，譬如乙醇或異丙醇；芳族烴類，譬如苯或甲苯；分枝狀或線性烷類，譬如正-庚烷、十二烷或壬烷；分枝狀或線性烯類，譬如正-庚烯、十二烯或十四烯；酮類，譬如甲基異丁基酮；酯類；醚類，譬如二醇醚類；或矽氧烷類，譬如線性(例如六甲基二矽氧烷、八甲基二矽氧烷及其混合物)、環狀二甲基聚矽

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）
裝
訂
線
經濟部智慧財產局員工消費合作社印製
本紙張尺度適用中國國家標準(CNS)A4規格(210×297公釐)

五、發明說明（7）

氧烷，或任何上述溶劑之混合物。溶劑通常係以足以溶解／分散樹脂至塗敷所要濃度之量存在。典型上，以樹脂與溶劑之重量爲基準，此溶劑係以20至99.9重量%，較佳爲70至95重量%之量存在。

若需要可將其他物質加入樹脂分散液中。例如，此分散液可包含填料、著色劑、黏著促進劑等。

塗敷樹脂分散液至基材之特定方法，包括但不限於旋轉塗覆、浸塗、噴塗、流動塗覆、網版印刷或其他。較佳塗敷方法爲旋轉塗覆。

對本發明重要的是，至少5體積%之溶劑仍然留在塗層中，直到樹脂與鹼性觸媒及水接觸爲止。當使Si-H鍵結水解及縮合時，此溶劑會形成多孔網狀組織塗層之孔隙。在一些具體實施例中，可較佳地爲至少10體積%溶劑留下。在其他具體實施例中，可較佳地爲至少15體積%溶劑留下。於又其他具體實施例中，可較佳地爲至少25體積%溶劑留下。

保持溶劑之方法並未特別受到限制。在一較佳具體實施例中，高沸點溶劑係單獨使用，或與其中一種上述溶劑作爲共溶劑。依此方式，在正常條件下處理如上述之樹脂分散液，使得至少5%殘留溶劑留下。欲被使用於本發明之此項具體實施例中之較佳高沸點溶劑，係爲具有沸點高於175℃者。此種溶劑之實例包括烴類、芳族烴類、酯類及醚類。可使用於本發明此項具體實施例中之特定溶劑，其實例包括飽和烴類，譬如十二烷、十四烷、十六烷，不飽和

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）
裝
訂
線
經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

本紙張尺度適用中國國家標準（CNS）A4規格（210×297公釐）

五、發明說明（8）

烴類，譬如十二烯、十四烯，二甲苯類、1,3,5-三甲苯、1-庚醇、二戊烯、d-檸檬油精、四氫呋喃甲醇、礦油精、2-辛醇、stoddard溶劑、Isopar H^{tm}、草酸乙酯、二戊醚、四氫哌喃-2-甲醇、乳酸丁酯、異辛醇、丙二醇、二丙二醇單甲基醚、二乙二醇二乙基醚、二甲亞碸、2,5-己烷二酮、醋酸2-丁氧基乙醇酯、二乙二醇單甲基醚、1-辛醇、乙二醇、Isopar L^{tm}、二丙二醇單甲基醚醋酸酯、二乙二醇單乙基醚、N-甲基四氫吡咯酮、乙二醇二丁基醚、γ-丁內脂、1,3-丁二醇、二乙二醇單甲基醚醋酸酯、三亞甲基二醇、三乙二醇二甲基醚、二乙二醇單乙基醚醋酸酯、α-萜品醇、正-己基醚、煤油、2-(2-正-丁氧基乙氧基)乙醇、草酸二丁酯、碳酸丙烯酯、丙二醇單苯基醚、二乙二醇、兒茶酚、二乙二醇單丁基醚醋酸酯、乙二醇單苯基醚、二乙二醇二丁基醚、二苯基醚、乙二醇單苄基醚、對苯二酚、環丁碸及三乙二醇。烴溶劑係爲特佳的。

在本發明之第二個較佳具體實施例中，上述處理(意即主要是塗料溶液之沈積)係在與鹼性觸媒及水接觸之前，於抑制溶劑蒸發之環境中完成。例如，旋轉塗覆可在密閉環境中施行，以致本發明之後續步驟(意即，與鹼性觸媒及水接觸)可在溶劑完全蒸發之前發生。

然後，使含有至少5體積%溶劑之塗層，與鹼性觸媒及水接觸。鹼性觸媒之實例，包括氨、氫氧化銨以及胺類。可用於此處之胺類，可爲一級胺類(RNH_2)、二級胺類(R_2NH)及/或三級胺類(R_3N)，其中R係獨立爲(1)飽和或不飽和脂

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）
裝
訂
線
經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

本紙張尺度適用中國國家標準(CNS)A4規格(210×297公釐)

五、發明說明（ 9 ）

族，譬如甲基、乙基、丙基、乙烯基、烯丙基及乙炔基，(2)脂環族，譬如環己基甲基，(3)芳族，譬如苯基，(4)經取代之雜原子，譬如氧、氮及硫，或(5)其中氮原子爲雜環之一個成員之化合物，譬如喹啉、四氫吡咯或吡啶。此外，任何上述胺化合物可被其他烴及／或含雜原子之基團取代，以形成譬如二胺與醯胺之化合物。最後，亦意欲涵蓋的是，在所使用之反應條件下被轉化成胺類之化合物，將以相當方式發揮功用。例如，會在溶解時產生胺之化合物，譬如銨鹽，將提供所要之催化作用。

可使用於本文中之特定胺類之實例，包括甲胺、乙胺、丁胺、烯丙基胺、環己胺、苯胺、二甲胺、二乙胺、二辛胺、二丁胺、甲基乙胺、糖精、六氫吡啶、三甲胺、三乙胺、吡啶、二乙基甲苯胺、乙基甲基丙胺、咪唑、膽鹼醋酸鹽、三苯磷苯胺、三甲基矽烷基咪唑、乙二胺、二乙基羥胺、三乙二胺及N-甲基四氫吡咯酮。

鹼性觸媒通常可於任何濃度下使用，以催化Si-H鍵結之水解作用。一般而言，鹼性觸媒之濃度可爲1 ppm至100重量%，以樹脂之重量爲基準，依鹼性觸媒而定。

被使用於本發明中之水，可爲存在於周圍環境之中者(例如>25%相對濕度)，周圍環境可補充其他水蒸汽(例如相對濕度高達100%)，水可作爲液體使用，或可使用會在反應條件下產生水之化合物。

塗層與鹼性觸媒及水之接觸，可藉任何實用或所想要之方式達成。例如，此塗層可與鹼性觸媒及水蒸汽之蒸氣接

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）
裝
訂
線
經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

本紙張尺度適用中國國家標準(CNS)A4規格(210×297公釐)

五、發明說明（10）

觸。或者，塗層可與呈液態之鹼性觸媒及水接觸。例如，可將塗層浸沒在含水之鹼性觸媒溶液中。

在本發明之一項較佳具體實施例中，係使樹脂塗層曝露至包含鹼性觸媒與水而呈其氣態之環境中。可藉任何實用方式，曝露至上述狀態。在一項更佳具體實施例中，係使樹脂塗層曝露至氨與水蒸汽。

在此較佳具體實施例中，例如可將已塗覆之基材簡單地放置在容器中，並於其中引進適當環境，或者，可簡單地將鹼性觸媒與水之氣流，導向塗層。

在此項較佳具體實施例中，用以產生鹼性觸媒與水環境之方法，通常亦不重要。一些方法，譬如使鹼性觸媒(例如氨氣)起泡經過水或氫氧化銨溶液(以控制水蒸氣存在量)，將鹼性觸媒與水加熱，或將水加熱並引進鹼性觸媒氣體(例如氨氣)，於此處均可發生功用。亦意欲涵蓋的是，會當場產生鹼性觸媒蒸氣之方法，譬如添加水至胺鹽，或添加水至矽氮烷，譬如六甲基二矽氮烷，亦有效。

使用於此項較佳具體實施例中之鹼性觸媒，可在所要之任何濃度下。例如，此濃度可爲0.01至高達飽和氣層。

在本發明之此項較佳具體實施例中，曝露可在所要之任何溫度下，從室溫至高達300℃。一般而言，此溫度係在20至高達200℃之範圍內，其中以20至高達100℃之範圍較佳。

在本發明之此項較佳具體實施例中，應使樹脂塗層曝露至鹼性觸媒與水環境，歷經使Si-H基團水解以形成矽烷醇(Si-OH)，及使此矽烷醇至少部份縮合以形成Si-O-Si鍵結，

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）
裝
訂
線
經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

本紙張尺度適用中國國家標準(CNS)A4規格(210×297公釐)

五、發明說明（11）

所必須之時間。一般而言，至高20分鐘之曝露，係爲較佳，其中以曝露至少1秒至高達5分鐘爲更佳。應注意的是，若本發明之塗層欲作爲介電層使用，通常較佳係具有較短時間之曝露，因較長時間之曝露有增加塗層之介電常數之傾向。

在本發明之一項替代具體實施例中，係使塗層曝露至呈液態之鹼性觸媒然後是水。在一項更佳具體實施例中，液體鹼性觸媒與水，係爲氫氧化銨溶液。

在此具體實施例中，鹼性觸媒與水曝露，通常僅藉由將已塗覆之基材浸沒在溶液中進行之。但是，其他等效方法，譬如以鹼性觸媒與水溶液連續沖洗塗層，亦發揮其功能。此外，眞空滲入亦可用以增加鹼性觸媒與水之浸透至塗層中。

使用於此項具體實施例中之鹼性觸媒溶液，可在所要之任何濃度下。一般而言，當使用氫氧化銨時，濃水溶液(28-30%)係爲較佳的，因爲曝露時間於是被縮短。當欲使用稀溶液時，稀釋劑通常爲水。

在此具體實施例中，曝露至鹼性觸媒與水溶液，可於所要之任何溫度與大氣壓力下進行。溫度從室溫(20-30℃)至高達鹼性觸媒溶液之沸點，及氣層從低於至高於大氣壓力，均意欲涵蓋於本文中。但是，自實用觀點看來，曝露較佳係發生在室溫下及大氣壓力下。

在本發明之此項具體實施例中，係使樹脂塗層曝露至鹼性觸媒溶液，歷經使Si-H基團水解以形成矽烷醇(Si-OH)及

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）
裝 訂 線
經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

本紙張尺度適用中國國家標準(CNS)A4規格(210×297公釐)

五、發明說明（12）

使此矽烷醇至少部份縮合以形成Si-O-Si鍵結，所必須之時間。一般而言，高達2小時之曝露係爲較佳的，其中以曝露至少1秒至高達15分鐘更佳。

在本發明之另一替代具體實施例中，係使塗層曝露至液體鹼性觸媒與水環境(例如氫氧化銨)，及氣態鹼性觸媒與水蒸汽環境(氨氣與水蒸汽)。在本發明之此項具體實施例中，曝露可爲相繼或共同，且通常係在與上述相同之條件下。

在使樹脂塗層曝露至其中一個上述環境後，接著自塗層移除溶劑。這可藉任何所要方式達成。例如，可將塗層加熱，以完成所形成矽烷醇之縮合。

在溶劑移除之前、期間或之後，若需要，則使所形成之塗層接受溫度之作用，以使塗層轉化成陶瓷。一般而言，此溫度係高於室溫，其中以50℃至500℃之範圍較佳。較高溫度通常會造成更快速且更完全轉化成陶瓷，但此等溫度對於各種對溫度敏感之基材，亦可能具有不利作用。通常係使塗層接受此等溫度，歷經足以使塗層陶瓷化之時間，一般爲至高6小時，其中以5分鐘與6小時間之範圍較佳，而以10分鐘與2小時間之範圍更佳。

上述加熱可在眞空至超大氣壓之任何有效大氣壓力下，及在任何有效氣態環境，譬如惰性氣體(N_2等)下進行。但是，尤佳係在氮大氣下加熱。

亦意欲被上述說明涵蓋在內的是，樹脂塗層可同時曝露至鹼性觸媒與水環境(液體或氣體)，並接受足以使其轉化

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）
裝 訂 線
經濟部智慧財產局員工消費合作社印製
本紙張尺度適用中國國家標準(CNS)A4規格(210×297公釐)

五、發明說明（13）

成陶瓷之溫度。該曝露以及該陶瓷化所必須之時間與溫度，通常係與上述相同。

任何加熱方法，譬如利用對流烘箱或輻射或微波能，通常可於此處發揮功用。再者，加熱速率亦不重要，但最實用且較佳係儘可能迅速地加熱。

在一典型程序中，係將基材以含Si-H之樹脂與溶劑塗覆，其方式係確保至少5體積%之溶劑仍然留在塗層中，然後，使已塗覆之基材曝露至鹼性觸媒與水，蒸發溶劑並將已塗覆之基材置於對流烘箱中。此烘箱環境係充滿惰性氣體，譬如氮。然後，提升烘箱中之溫度至所要之程度(譬如450℃)，並在惰性大氣下保持所要之時間(譬如5分鐘-2小時)。

藉由上述方法，在基材上產生薄(低於5微米)陶瓷塗層。此塗層係使各種基材之不規則表面平滑化，並具有優越黏著性。此外，此塗層可被其他塗層覆蓋，譬如其他SiO_2塗層、SiO_2/改質陶瓷氧化物層、含矽塗層、含矽碳塗層、含矽氮塗層、含矽氮碳塗層及/或似金剛石之碳塗層。

藉本發明製成之塗層，具有低缺陷密度，並可用於電子裝置上，作爲在例如多層裝置中之介電層。

加入下述非限制性實例，因此熟諳此藝者可更易於瞭解本發明。

實例1

將藉由美國專利3,615,272之方法製成之H-樹脂，在甲基異丁基酮中稀釋至26重量百分比之固體。以十四烷稀釋此H-

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）
裝
訂
線
經濟部智慧財產局員工消費合作社印製
本紙張尺度適用中國國家標準(CNS)A4規格(210×297公釐)

五、發明說明（14）

樹脂／甲基異丁基酮溶液，以形成列示於表1中之一系列溶液。將4英吋直徑1毫歐姆-公分n-型矽晶圓，以表1中列示之各溶液塗覆，其方式是在3000 rpm下旋轉20秒。

將已塗覆之矽晶圓曝露至具有環境水份之氨氣層，歷經30秒，然後在氮氣中，於450℃下加熱10分鐘。表2顯示留在薄膜中之十四烷含量，對於所造成介電常數之作用。

表1

溶液編號	每百份中所添加十四烷之份數	十四烷在溶液中之重量%
1	0	0
2	5	4.76
3	10	9.09
4	15	13.04
5	20	16.67
6	30	23.07

表2

溶液編號	所度量之十四烷體積%	十四烷之最大理論體積%	介電常數
1	0	0	3.0
2	15.9	21.1	2.97
3	24.4	36.4	2.49
4	44.7	48.0	2.16
5	52.8	57.0	1.91
6	60.5	70.2	1.71

實例2

將藉由美國專利3,615,272之方法製成之H-樹脂，在甲基異丁基酮中稀釋至26重量百分比之固體。以每百份30份或23重量百分比之十四烷，稀釋此H-樹脂／甲基異丁基酮溶液。以此溶液塗覆兩個4英吋直徑1毫歐姆-公分n-型矽晶圓

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）
裝
訂
線
經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

本紙張尺度適用中國國家標準（CNS）A4規格（210×297公釐）

五、發明說明（15）

，其方式是在3000 rpm下旋轉20秒。然後，使晶圓之一曝露至具有環境水份之氨氣層，歷經30秒，然後在氮氣及450℃下加熱10分鐘。此薄膜在晶圓上之介電常數，經測定係爲1.71。使用第二個晶圓作爲比較實例。將其在80℃之眞空烘箱中放置10分鐘，以移除薄膜中殘留之十四烷溶劑。在溶劑移除後，使晶圓曝露至具有環境水份之氨氣層歷經30秒，然後在氮氣及450℃下加熱10分鐘。第二個晶圓之介電常數，經測定係爲2.97。

實例3

將藉由美國專利3,615,272之方法製成之H-樹脂，在甲基異丁基酮中稀釋至26重量百分比之固體。將H-樹脂／甲基異丁基酮溶液，以不同之高沸點溶劑稀釋，以形成列示於表3中之一系列溶液。將4英吋直徑1毫歐姆-公分n-型矽晶圓，以列示於表3中之各溶液塗覆，其方式是在3000 rpm下旋轉20秒。

使已塗覆之矽晶圓曝露至具有環境水份之氨氣層歷經30秒，然後在氮氣及450℃下加熱10分鐘。表4顯示各種沸點之溶劑，對於所形成薄膜介電常數之作用。

表3

溶液編號	溶劑（重量%）	沸點
1	100% MIBK	117.4
2	丙二醇甲基醚(16.6%)	120
3	丙二醇正-丁基醚(16.6%)	171
4	十四烷(16.6%)	254

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）
裝
訂
線
經濟部智慧財產局員工消費合作社印製
本紙張尺度適用中國國家標準(CNS)A4規格(210×297公釐)

五、發明說明（16）

表4

溶液編號	介電常數
1	3.0
2	3.3
3	3.2
4	1.91

實例4

將藉由美國專利3,615,272之方法製成之H-樹脂，按表5中所列示，以甲基異丁基酮或八甲基四矽氧烷稀釋至表5中所列示之濃度。然後，使用十四烷，以表5中列示之量，稀釋此H-樹脂／甲基異丁基酮或矽氧烷溶液。將4英吋直徑1毫歐姆-公分n-型矽晶圓，以列示於表5中之各溶液塗覆，其方式是在表5中所列示之速度與時間下旋轉。

使已塗覆之矽晶圓曝露至具有環境水份之氨氣層，歷經表5中所指示之時間，然後在氮氣及450℃下加熱10分鐘。表6顯示不同沸點溶劑對於所形成薄膜之介電常數之作用。

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）
裝
訂
線
經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

本紙張尺度適用中國國家標準（CNS）A4規格（210×297公釐）

五、發明說明（17 ）

表 5

溶液 #	樹脂（克）	溶液 MIBK[1]（克）	溶液 OMTS[2]（克）	溶液 C14H30（克）	旋轉速度 (rpm)	時間（秒）	NH3 Tx 時間 (秒)
1	1.8	8.2	-	2	2000	20	15
2			-	2.5	2000	20	15
3			-	3	2000	20	15
4	2.6	7.4	-	2	3000	20	15
5			-	2.5	3000	20	15
6			-	3	3000	20	15
7	2.6	7.4	-	2	3000	20	30
8			-	2.5	3000	20	30
9			-	3	3000	20	30
10	3.3	-	6.7	2	3000	20	30
11		-		2.5	3000	25	30
12		-		3	3000	30	30

[1]- 甲基異丁基酮

[2]- 八甲基四矽氧烷

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

線

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

本紙張尺度適用中國國家標準 (CNS)A4 規格 (210 × 297 公釐)

五、發明說明（ 18)

表 6

晶圓	溶液	性質 厚 度 (A)		折射率		介電常數	
	#	平均	標準偏差	平均	標準偏差	平均	標準偏差
1-1	1	10101	72	1.148	0.002	1.85	0.08
1-2	1	9548	52	1.157	0.003	1.94	0.11
2-1	2	10871	113	1.121	0.001	1.69	0.02
2-2	2	10699	119	1.124	0.001	1.63	0.03
3-1	3	11189	80	1.107	0.007	1.56	0.04
3-2	3	11586	105	1.105	0.001	1.54	0.04
4-1	4	11416	728	1.19	0.065	2.24	0.02
4-2	4	11323	290	1.185	0.01	2.04	0.02
5-1	5	11283	188	1.161	0.005	2.18	0.04
5-2	5	11503	253	1.159	0.005	1.85	0.04
6-1	6	11844	268	1.14	0.003	1.75	0
6-2	6	11508	200	1.14	0.04	1.88	0.08
7-1	7	11101	429	1.203	0.059	2.23	0.09
7-2	7	11360	322	1.212	0.081	2.23	0.04
8-1	8	11452	207	1.185	0.066	2.17	0.06
8-2	8	11626	143	1.159	0.004	2.25	0
9-1	9	11544	137	1.142	0.002	1.69	0.01
9-2	9	11894	121	1.139	0.002	1.75	0.02
10-1	10	11019	235	1.212	0.009	2.12	0.03
10-2	10	11210	134	1.214	0.004	1.99	0.02
11-1	11	11727	153	1.196	0.004	2.1	0.07
11-2	11	11474	160	1.188	0.003	2.01	0.04
12-1	12	11198	185	1.178	0.005	2.06	0.03
12-2	12	11296	335	1.177	0.011	1.83	0.03

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）
裝
訂
經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

本紙張尺度適用中國國家標準 (CNS)A4 規格 (210 × 297 公釐)

A5
B5

四、中文發明摘要（發明之名稱：　形成塗層之方法　）

於基材上藉由沈積溶液以形成塗層，此溶液包含具有至少2個Si-H基團之樹脂及溶劑，其方式爲其中至少5體積%之溶劑於沈積後仍然留在塗層中，接著使此塗層曝露至包含鹼性觸媒與水之環境中，於足以造成Si-H基團縮合之濃度下，及自此塗層蒸發溶劑，以形成多孔網狀組織塗層。本發明之方法特別可用於塗敷低介電常數塗層在電子裝置上。

英文發明摘要（發明之名稱：　A METHOD OF FORMING COATINGS　）

A coating is formed on a substrate by depositing a solution comprising a resin containing at least 2 Si-H groups and a solvent in a manner in which at least 5 volume % of the solvent remains in the coating after deposition followed by exposing the coating to an environment comprising a basic catalyst and water at a concentration sufficient to cause condensation of the Si-H groups and evaporating the solvent from the coating to form a porous network coating. The method of the invention is particularly useful for applying low dielectric constant coatings on electronic devices.

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄）

訂

線

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

本紙張尺度適用中國國家標準（CNS）A4規格（210×297公釐）

修正補充

六、申請專利範圍

公告本

1. 一種在基材上形成塗層之方法，其包括：

以包含具有至少2個Si-H基團之樹脂與溶劑之溶液，在基材上沈積塗層，其方式為其中至少5體積%之溶劑於沈積後仍然留在塗層中；

使此塗層曝露至包含鹼性觸媒與水之環境，其濃度會造成Si-H基團水解及至少部份縮合；及

自此塗層蒸發溶劑，以形成多孔網狀組織塗層。

2. 如申請專利範圍第1項之方法，其中所形成之多孔網狀組織塗層具有介電常數為1.1至2.4。

3. 一種塗層，其係藉由根據申請專利範圍第1項之方法製成。

4. 一種矽晶圓，其含有藉由根據申請專利範圍第1項之方法製成之塗層。

本紙張尺度適用中國國家標準(CNS) A4規格(210×297公釐)