

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2024年8月2日(02.08.2024)



(10) 国際公開番号

WO 2024/157871 A1

(51) 国際特許分類:
C23C 16/448 (2006.01) H01L 21/368 (2006.01)
H01L 21/31 (2006.01)

(21) 国際出願番号: PCT/JP2024/001261

(22) 国際出願日: 2024年1月18日(18.01.2024)

(25) 国際出願の言語: 日本語

(26) 国際公開の言語: 日本語

(30) 優先権データ:
特願 2023-008576 2023年1月24日(24.01.2023) JP

(71) 出願人: 日油株式会社 (NOF CORPORATION)
[JP/JP]; 〒1506012 東京都渋谷区恵比寿四
丁目20番3号 Tokyo (JP).

(72) 発明者: 佐藤 享平 (SATO, Kyohei); 〒3002635 茨
城県つくば市東光台5-10 日油株式会社内
Ibaraki (JP). 藤村 俊伸 (FUJIMURA, Toshinobu);
〒3002635 茨城県つくば市東光台5-1
0 日油株式会社内 Ibaraki (JP). 中里 克
己 (NAKASATO, Katsumi); 〒3002635 茨城県つ

くば市東光台5-10 日油株式会
社内 Ibaraki (JP). 飯塚 宗明 (IIZUKA, Muneaki);
〒3002635 茨城県つくば市東光台5-10
日油株式会社内 Ibaraki (JP).

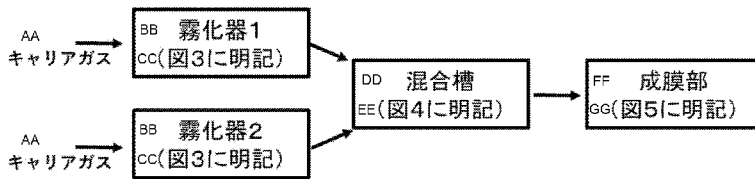
(74) 代理人: 弁理士法人ユニアス国際特許事
務所 (UNIUS PATENT ATTORNEYS OFFICE);
〒5320011 大阪府大阪市淀川区西中島5丁目1
3-9 新大阪MTビル1号館2階 Osaka (JP).

(81) 指定国(表示のない限り、全ての種類の国内保
護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA,
BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN,
CO, CR, CU, CV, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC,
EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR,
HU, ID, IL, IN, IQ, IR, IS, IT, JM, JO, JP, KE, KG,
KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU,
LY, MA, MD, MG, MK, MN, MU, MW, MX, MY,
MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL,
PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK,
SL, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA,
UG, US, UZ, VC, VN, WS, ZA, ZM, ZW.

(54) Title: FILM-FORMING AUXILIARY AGENT FOR CHEMICAL VAPOR DEPOSITION, COATING SOLUTION FOR CHEMICAL VAPOR DEPOSITION, METAL OXIDE FILM, AND FILM-FORMING METHOD FOR METAL OXIDE FILM

(54) 発明の名称: 化学気相成長法用成膜助剤、化学気相成長法用塗工液、金属酸化
物膜、および金属酸化物膜の成膜方法

[図1]

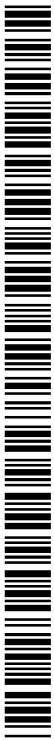


AA Carrier gas
BB Atomizer
CC Specified in figure 3
DD Mixing tank
EE Specified in figure 4
FF Film forming part
GG Specified in figure 5

(57) Abstract: Provided is a film-forming auxiliary agent for chemical vapor deposition which contains a compound represented by general formula (1): $R^1R^2NCONH_2$ (in the formula, R^1 and R^2 each independently represent a hydrogen atom, a hydrocarbon group having 1 to 22 carbon atoms, an amino group, or a hydroxyl group.). The film-forming auxiliary agent for chemical vapor deposition makes it possible to obtain a metal oxide film having low surface roughness while having an excellent effect of increasing the film-forming rate.

(57) 要約: 一般式 (1) : $R^1R^2NCONH_2$ (式中の R^1 および R^2 はそれぞれ独立して水素原子、炭素原子数が1から22の炭化水素基、アミノ基、またはヒドロキシル基である。) で表される化合物を含有する化学気相成長法用成膜助剤。当該化学気相成長法用成膜助剤は、成膜速度の向上効果に優れながらも、表面粗度が小さい金属酸化物膜が得られる。

[続葉有]



WO 2024/157871 A1

(84) 指定国(表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, CV, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SC, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, ME, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

一 国際調査報告 (条約第21条(3))

明 細 書

発明の名称：

化学気相成長法用成膜助剤、化学気相成長法用塗工液、金属酸化物膜、および金属酸化物膜の成膜方法

技術分野

[0001] 本発明は、化学気相成長法用成膜助剤、化学気相成長法用塗工液、金属酸化物膜、および金属酸化物膜の成膜方法に関する。

背景技術

[0002] 化学気相成長法（CVD）は、原料の気相での反応や基材上での化学反応により行われる成膜方法である。高真空を必要としないため大量生産に向いている。プラズマCVDや原子層堆積（ALD）、有機金属CVD等が知られている。

[0003] また、他のCVD手法として金属原子を含む溶液を超音波などにより粒径 $500\mu\text{m}$ 以下の液滴からなるミストにし、 500°C 以下に加熱した基材上で反応させ金属酸化物を形成する成膜方法として、ミストCVDが知られている（例えば、特許文献1-3）。ミストCVDは、大気圧下で成膜ができ、微粒子化した溶液であるミストを用いるため基材に均一で緻密な膜を成膜できるため特に好ましい成膜方法である。

先行技術文献

特許文献

- [0004] 特許文献1：特開2018-140352号公報
特許文献2：特開2018-172793号公報
特許文献3：国際公開第2011/027425号

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0005] これまでミストCVDを使用した金属酸化物膜成膜が多数検討されている

が、工業的に満足な成膜速度を得るために高温での成膜や、搬送されるミストを加熱する方法が検討されているが、その成膜速度はまだ満足できるものではない。

[0006] 特許文献3には、金属元素と成膜助剤としてエチレンジアミンを含む金属塩または錯体の溶液をミスト化後、加熱した基材にミストを供給し、基材に金属酸化物膜を成膜する成膜方法が公開されている。成膜助剤を添加することで低抵抗な金属酸化物膜の成膜を検討する過程で、成膜速度の向上がみられたがまだ十分ではなかった。さらに、成膜速度の向上に伴い膜の表面粗度が大きくなり、表面粗度が悪化する恐れがあった。そのため、成膜速度を向上させると共に膜の表面粗度を悪化させない優れた方法が求められていた。

[0007] 本発明は、上記の実情に鑑みてなされたものであり、成膜速度の向上効果に優れながらも、表面粗度が小さい金属酸化物膜が得られる化学気相成長法用成膜助剤を提供することを目的とする。

[0008] また、本発明は、上記の化学気相成長法用成膜助剤を含有する化学気相成長法用塗工液、当該塗工液から形成される金属酸化物膜、および当該金属酸化物膜の成膜方法を提供することを目的とする。

課題を解決するための手段

[0009] 本発明は、一般式(1)： $R^1R^2NCONH_2$ （式中の R^1 および R^2 はそれぞれ独立して水素原子、炭素原子数が1から22の炭化水素基、アミノ基、またはヒドロキシル基である。）で表される化合物を含有する化学気相成長法用成膜助剤に関する。

[0010] また、本発明は、前記化学気相成長法用成膜助剤の溶液と、金属塩または錯体の溶液を含有する化学気相成長法用塗工液に関する。

[0011] また、本発明は、前記化学気相成長法用成膜助剤の溶液と、金属塩または錯体の溶液から形成される、膜厚が $0.1\mu m$ 以上 $20\mu m$ 以下である金属酸化物膜に関する。

[0012] また、本発明は、前記化学気相成長法用成膜助剤の溶液と、金属塩または錯体の溶液をそれぞれ別々にミスト化とする工程(a1)と、加熱した基材

表面に、それぞれのミストを同時に供給する工程（b 1）を有する金属酸化物膜の成膜方法に関する。

[0013] また、本発明は、前記化学気相成長法用塗工液をミスト化する工程（a 2）と、加熱した基材表面に、得られたミストを供給する工程（b 2）を有する金属酸化物膜の成膜方法に関する。

発明の効果

[0014] 本発明の化学気相成長法用成膜助剤は、一般式（1）： $R^1R^2NCONH_2$ （式中の R^1 および R^2 はそれぞれ独立して水素原子、炭素原子数が1から2の炭化水素基、アミノ基、またはヒドロキシル基である。）で表される化合物を含有することにより、金属酸化物膜の形成が促進されることから、成膜速度に優れながらも、表面粗度が小さい金属酸化物膜が得られる。

図面の簡単な説明

[0015] [図1]本発明の一実施形態にかかる金属酸化物膜の製造方法における金属酸化物膜の成膜装置の略図である。

[図2]本発明の一実施形態にかかる金属酸化物膜の製造方法における金属酸化物膜の成膜装置の略図である。

[図3]本発明の一実施形態にかかる金属酸化物膜の製造方法における金属酸化物膜の成膜装置における霧化器の略図である。

[図4]本発明の一実施形態にかかる金属酸化物膜の製造方法における金属酸化物膜の成膜装置における混合槽の略図である。

[図5]本発明の一実施形態にかかる金属酸化物膜の製造方法における金属酸化物膜の成膜装置における成膜部の略図である。

発明を実施するための形態

[0016] 以下、本発明の一実施形態にかかる化学気相成長法用成膜助剤、化学気相成長法用塗工液、金属酸化物膜、および金属酸化物膜の成膜方法について、必要に応じ、図を用いて説明する。

[0017] <化学気相成長法用成膜助剤>

化学気相成長法用成膜助剤（以下、「CVD用成膜助剤」ともいう。）は

、一般式（１）： $R^1R^2NCONH_2$ （式中の R^1 および R^2 はそれぞれ独立して水素原子、炭素原子数が１から２２の炭化水素基、アミノ基、またはヒドロキシル基である。）で表される化合物を含有する。

[0018] 一般式（１）中、 R^1 及び R^2 は成膜速度向上および表面粗度低下の観点から、それぞれ独立して水素原子が好ましい。また、炭化水素基としては、直鎖アルキル基、分岐鎖アルキル基、アラルキル基等が挙げられ、なかでも成膜速度向上の観点から、直鎖アルキル基、分岐鎖アルキル基が好ましい。炭素原子数は成膜速度向上の観点から、１から１０が好ましく、１から５がさらに好ましい。これらの中でも、 R^1 及び R^2 が共に水素原子であるものが特に好ましい。また、過酸化水素等で包接した包接化合物も用いることもできる。

[0019] <化学気相成長法用成膜助剤の溶液>

前記化学気相成長法用成膜助剤は、ミスト発生効率の観点から、一般式（１）で表される化合物と溶媒を含む、化学気相成長法用成膜助剤の溶液であることが好ましい。前記溶媒としては、前記一般式（１）である化合物を溶解できればどのような溶媒でもよいが、ミスト発生効率の観点から、沸点が 40°C 以上 150°C 以下であり、 25°C における粘度が $1.3\text{ mPa}\cdot\text{sec}$ 以下である溶媒が好ましく、 $0.1\text{ mPa}\cdot\text{sec}$ 以上 $1.0\text{ mPa}\cdot\text{sec}$ 以下である溶媒がより好ましく、 $0.5\text{ mPa}\cdot\text{sec}$ 以上 $1.0\text{ mPa}\cdot\text{sec}$ 以下である溶媒がさらに好ましい。また、前記溶媒としては、メタノール等の低級アルコール、アセトニトリル等のニトリル系溶剤や水といった極性溶媒や、トルエン等の芳香族系溶剤といった非極性溶媒が挙げられる。これらの溶媒は２種以上を混合して用いてもよい。これらの溶媒のうち、極性溶媒が好ましく、酸化源としての作用により本発明の効果を十分に得ることができる点で、低級アルコールや水がより好ましい。さらに、取り扱い性が容易で、霧化した塗工液への引火を防ぐことができる点で、水を含有することが好ましい。ここで、酸化源とは後述する金属塩または錯体を金属酸化物にするための酸素原子の供給源である。

[0020] 前記溶媒を使用する場合、化学気相成長法用成膜助剤中、前記一般式（1）で表される化合物は、通常、0.1重量%以上20重量%以下であることが好ましく、0.5重量%以上10重量%以下であることがより好ましい。

[0021] <金属塩または金属錯体>

金属塩または金属錯体を構成する金属元素としては、化学気相成長法で酸化物膜を形成できるものであればどのような金属元素でもよいが、金属元素として13族元素、14族元素、および遷移金属元素から選ばれる1種以上が好ましい。13族元素としては、Al、Ga、In等が挙げられ、また、14族元素としては、Si、Ge、Sn、Pb等が挙げられ、また、遷移金属元素としては、Dブロック元素が挙げられる。金属元素としては、入手し易さの観点から、Al、Si、Zr、Yがより好ましい。

[0022] 前記金属元素の塩または錯体としては、化学気相成長法で酸化物膜を形成できるものであればどのような塩や錯体でもよいが、例えば、アルミニウムトリス（アセチルアセトナート）、ポリシラザン、ジルコニウムテトラ（アセチルアセトナート）、イットリウム（アセチルアセトナート）等の金属の塩または錯体が挙げられる。

[0023] <金属塩または金属錯体の溶液>

前記金属塩または錯体は、ミスト発生効率の観点から、金属塩または錯体と溶媒を含む、金属塩または錯体の溶液であることが好ましい。前記溶媒としては、金属塩または錯体である化合物を溶解できればどのような溶媒でもよいが、ミスト発生効率の観点から、沸点が40℃以上150℃以下であるものが好ましく、50℃以上125℃以下のものがより好ましい。また、25℃における粘度が1.3mPa・sec以下である溶媒が好ましく、0.1mPa・sec以上1.0mPa・sec以下である溶媒がより好ましく、0.2mPa・sec以上0.8mPa・sec以下である溶媒がさらに好ましい。また、前記溶媒としては、メタノール等の低級アルコールやアセトニトリル等のニトリル系溶剤や水といった極性溶媒や、トルエン等の芳香族系溶剤といった非極性溶媒が挙げられる。これらの溶媒は2種以上を混合

して用いてもよい。なお、前記化学気相成長法用成膜助剤の溶液として、酸化源として作用する溶媒を含んでいない場合は、金属塩または錯体の溶媒として、より本発明の効果を十分に得ることができる点で、低級アルコールや水がより好ましい。非極性溶媒を使用している場合は、混和性の低級アルコールを用いたり、水のみをミスト化させて混合器に導入して用いたりしてもよい。

[0024] 前記金属塩または錯体の溶液は、前記金属塩または錯体と前記溶媒を含有するものであり、前記金属塩または錯体を0.2重量%以上20重量%以下含むことが好ましい。前記金属塩または錯体が0.2重量%より少ないと成膜速度が低下し、20重量%より多くなると金属酸化物層の表面粗度が大きくなる場合がある。

[0025] <化学気相成長法用塗工液>

化学気相成長法用塗工液は、前記化学気相成長法用成膜助剤の溶液と、前記金属塩または錯体の溶液を含有する。化学気相成長法用塗工液は、前記化学気相成長法用成膜助剤と、前記金属塩または錯体と、それぞれの溶媒を含有するものであればよい。

[0026] <金属酸化物膜の成膜方法>

金属酸化物膜の形成方法は、化学気相成長法であればよく、成膜速度や成膜の均一性に優れる観点から、ミスト化学気相成長法（以下、「mCVD」ともいう。）が好ましい。

[0027] mCVDとしては、例えば、前記化学気相成長法用成膜助剤の溶液と、前記金属塩または錯体の溶液をそれぞれ別々にミスト化とする工程（a1）と、加熱した基材表面に、それぞれのミストを同時に供給する工程（b1）を有する金属酸化物膜の成膜方法、前記化学気相成長法用塗工液をミスト化する工程（a2）と、加熱した基材表面に、得られたミストを供給する工程（b2）を有する金属酸化物膜の成膜方法等が挙げられる。より具体的には、原料をミスト化し得られた微粒子を、キャリアガスで基材の表面に供給し、ついで前記微粒子を200℃以上500℃以下の温度雰囲気下において、反

応させる。原料を微粒子として反応させることにより、成膜速度が速く表面粗度の小さい金属酸化物膜が得られる。

[0028] 図1では、前記化学気相成長法用成膜助剤の溶液と、前記金属塩または錯体の溶液をそれぞれ別々にミスト化とする工程(a1)を有する金属酸化物膜の成膜方法における成膜装置(1)の略図を示す。成膜装置(1)は、2つの霧化器(ミスト化器)、混合槽、および成膜機(成膜部)を配管で連結してなるものである。

[0029] 図2では、前記化学気相成長法用塗工液をミスト化する工程(a2)と、加熱した基材表面に、得られたミストを供給する工程(b2)を有する金属酸化物膜の成膜方法における成膜装置(2)の略図を示す。成膜装置(2)は、1つの霧化器(ミスト化器)、および成膜機(成膜部)を配管で連結してなるものである。

[0030] 図3では、金属酸化物膜の成膜装置におけるミスト化器の略図を示す。前記ミスト化器は、原料を入れる容器と超音波振動子を備えた超音波発生器からなる。前記容器は、ガラス製の円筒にテフロン(登録商標)製の蓋とポリプロピレン製または四フッ化エチレン・六フッ化プロピレン共重合体のフィルムからなる底を備えたものである。前記蓋には、ガラス製配管が2つ貫通するように設けられている。1つ目の配管はミストを搬送するためのキャリアガス(窒素)を容器内に送るために設けられており、2つめの配管は容器内で発生したミストとキャリアガスを成膜機へ送るために設けられている。前記容器は超音波発生装置内に水と共に入れられ、超音波振動子により発生した超音波が水およびポリプロピレン製のフィルムを經由して原料に伝わることで、原料がミスト化する。

[0031] 図4では、金属酸化物膜の成膜装置における混合槽の略図を示す。前記混合槽は、ガラス製の容器にテフロン(登録商標)製の蓋を備えたものである。前記蓋には、ガラス製配管が3つ貫通するように設けられている。3つの配管のうち、2つの配管はそれぞれ2つのミスト化器と配管で連結しており、中心に設けられた1つの配管は成膜部と配管で連結している。ミスト化器

にて発生したミストは混合槽を経由して成膜部へと運搬される。この混合槽は主に、別々のミスト化器で発生したミストを混合するために使用される。

[0032] 図5では、金属酸化物膜の成膜装置における成膜部の略図を示す。前記成膜部は、ミスト化器、または混合槽からつながる金属製ジグとホットプレートからなる。前記ジグは、ミスト化器、または混合槽とシリコンチューブで連結しており、ミストと基材を加熱するために設けられる。加熱されたミストが基材上を通過する際に、基材上で化学反応し金属酸化物膜を形成する。また、図5において、内部空間が大きいジグを使用すれば、板状だけでなく立体的な形状の基材への成膜も可能である。前述のホットプレートはジグを加熱するために設けられる。

[0033] キャリアガスとしては、基材表面の酸化を抑制するために、酸素を10,000ppm（体積比）以上含まない不活性ガスが好ましい。

[0034] 前記基材の材質としては、例えば、アルミニウム、ステンレス、亜鉛、銅、ケイ素、グラファイト、ガラス等が挙げられる。また、前記基材の形状としては、板状や塊状など特に制限を受けないが、アルミニウム板やガラス板、シリコンウェハー、グラファイトシートといった板状のものが好ましい。

[0035] mCVD法において、原料のミストを200℃～500℃の温度雰囲気下で基材上において加熱反応させることにより金属酸化物層を成膜することが好ましく、300℃～410℃で成膜することがさらに好ましい。

[0036] mCVD法の原料において、前記金属塩または錯体を(A)、一般式(1)で表される化合物を(B)、および水を(C)とすると、高い成膜速度で表面粗度の小さい金属酸化物膜を得ることができる観点から、前記(A)と前記(B)とのモル比((B)/(A))が0.01以上17以下であることが好ましく、0.3以上10以下であることがより好ましく、0.5以上5以下であることがさらに好ましい。そして、成膜速度と表面粗度の観点から、前記(B)と前記(C)とのモル比((C)/(B))が1以上250以下であることが好ましく、60以上180以下であることがより好ましく、100以上180以下であることがさらに好ましい。

[0037] mCVD法の原料において、高い成膜速度で表面粗度の小さい金属酸化物膜を得ることができる観点から、前記(A)、前記(B)および前記(C)の合計重量100重量部において、前記(A)が1.7重量部以上90重量部以下であることが好ましく、1.7以上50以下であることがより好ましく、前記(B)成分が0.2重量部以上65重量部以下であることが好ましく、1.2以上65以下であることがより好ましく、および前記(C)が5重量部以上96重量部以下であることが好ましい。この場合、前記溶媒の量は、成膜を効率よく行う観点から、前記(A)、前記(B)および前記(C)の合計重量100重量部に対して、合計で100重量部以上1400重量部以下であることが好ましく、100重量部以上1000重量部以下であることがより好ましく、100重量部以上800重量部以下であることがさらに好ましい。

[0038] 金属酸化物膜は、前記化学気相成長法用成膜助剤の溶液と、前記金属塩または錯体の溶液から形成され、膜厚が0.1 μ m以上20 μ m以下である。

実施例

[0039] 以下に、実施例および比較例を挙げて本発明をさらに具体的に説明する。

[0040] <製造例>

<CVD用成膜助剤、金属塩または錯体の溶液、および化学気相成長法用塗工液の調製>

表1-3に記載の原料および配合量にてCVD用成膜助剤の溶液、金属塩または錯体の溶液、および化学気相成長法用塗工液を調製した。

[0041]

[表1]

金属塩または錯体の溶液	A-1	A-2	A-3	A-4	A-5
(A) 金属種または錯体	Al(acac)3	Al(acac)3	Al(acac)3	Y(acac)3	Zr(acac)4
溶媒	アセトニトリル	トルエン	アセトニトリル	メタノール	メタノール
金属塩または錯体の量 (g)	3.2	3.2	23	3.9	4.9
溶媒の量 (g)	156	173	156	158	158
金属塩または錯体の溶液	A-6	A-7	A-8	A-9	A-10
(A) 金属種または錯体	ポリシラザン	Al(acac)3	Al(acac)3	Al(acac)3	Al(acac)3
溶媒	アセトニトリル	アセトニトリル	メタノール	メタノール: トルエン=1:1	メタノール
金属塩または錯体の量 (g)	2.0	1.7	56.5	45.1	15.7
溶媒の量 (g)	156	66	676	577	688

[0042] 表1中、Al(acac)3は、アルミニウムトリス(アセチルアセトネート) (「アルミキレートA」、川研ファインケミカル(株)社製) ;

Y(acac)3は、イットリウムトリス(アセチルアセトネート)3水和物(三津和薬品化学(株)社製) ;

Zr(acac)4は、ジルコニウムテトラキス(アセチルアセトネート)(東京化成(株)社製) ;

ポリシラザンは、トレスマイルANN120-20(サンワ化学(株)社製)を示す。

[0043] [表2]

CVD用成膜助剤の溶液	B-1	B-2	B-3	B-4	B-5	B-6	B-7	B-8	B-9	B-10	B-11	B-12	B'-1
(B)一般式(1)で表される化合物	b-1	b-2	b-1	b-1	b-3	b-4	b-5	b-6	b-7	b-1	b-1	b-1	-
(B')その他の化合物	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	エチレンジアミン
Bの分子量	60.06	94.07	60.06	60.06	88.11	200.32	75.08	76.06	88.11	60.06	60.06	60.06	60.10
(C)溶媒	水	水	水	水	水	水	水	水	水	水	水	水	水
Cの分子量	18	18	18	18	18	18	18	18	18	18	18	18	18
一般式(1)で表される化合物の量(g)	1.9	3.0	5.8	9.6	2.8	6.4	3.6	2.4	2.2	0.81	0.52	0.42	1.9
溶媒の量(g)	100	100	100	100	100	100	100	100	25	42	17.4	27.8	100
(C)/(B)(モル比)	173	174	58	35	174	174	117	174	56	173	112	221	176

[0044] 表2中、b-1は、尿素(一般式(1)中、R¹およびR²が水素原子) ;

b-2は、尿素（一般式（1）中、 R^1 および R^2 が水素原子）（過酸化水素との包接化合物）；

b-3は、エチル尿素（一般式（1）中、 R^1 が CH_3CH_2 、 R^2 が水素原子）；

b-4は、1-デシル尿素（一般式（1）中、 R^1 が $CH_3C_9H_{18}$ 、 R^2 が水素原子）；

b-5は、セミカルバジド（一般式（1）中、 R^1 がアミノ基、 R^2 が水素原子）；

b-6は、ヒドロキシ尿素（一般式（1）中、 R^1 がヒドロキシル基、 R^2 が水素原子）；

b-7は、1,1-ジメチル尿素（一般式（1）中、 R^1 が CH_3 、 R^2 が CH_3 ）を示す。

[0045] [表3]

化学気相成長法用塗工液	D-1	D-2	D-3	D-4	D-5
金属塩または錯体の溶液	A-7	A-7	A-8	A-9	A-10
CVD用成膜助剤の溶液	B-10	水	B-11	B-12	水
その他	-	水 / 42 g	-	-	水 / 97 g

[0046] <実施例1>

<基材上への金属酸化物膜の形成>

《装置準備》

図1および3～5に示す成膜装置（ミストCVDの装置）を用い、以下の方法にて基材上に金属酸化物膜を形成した。ガラス製の円筒（直径13cm、高さ15cm）の底部から1cmの位置にポリプロピレンまたは四フッ化エチレン・六フッ化エチレン共重合体製フィルムをオーリングとコーキング剤で固定した。円筒の上部はテフロン（登録商標）製の蓋を設け、蓋には2か所穴をあけて、窒素ガス供給用とミスト搬送用のガラス製配管を挿入した。円筒は水浴に浸漬し、ポリプロピレンまたは四フッ化エチレン・六フッ化エチレン共重合体の直下に超音波振動子（超音波ミスト化ユニットHMC-

2401；本多電子（株）社製）を3個設置した。以上をミスト化器とし2台用意した。ガラス製の円筒容器にテフロン（登録商標）製蓋を設け、蓋には3か所穴をあけて、ミスト化器連結用（2本）と成膜部連結用のガラス製配管を挿入した。以上を混合槽とし、2つのミスト化器と1.5mのシリコーンチューブにて連結した。成膜部内のホットプレート上に基材（30×30×0.5mm、片面研磨A1板、株式会社ティ・ディ・シー製、Ra=3~5nm）をセットした。以上を成膜部とし、混合槽と1.5mのシリコーンチューブにて連結した。ミスト化器1には金属塩または錯体の溶液A-1を200mL、ミスト化器2にはCVD用成膜助剤の溶液B-1を100mL注入し、ミスト化器の窒素ガス供給用配管から成膜部の排気孔にかけて窒素ガス（酸素濃度1ppm以下）を11L/min（1つのミスト化器あたり5.5L/min）で20分間流した。その後、金属材温度が360℃になるまでホットプレートで加熱した。基材温度が360℃で安定したのを確認した後、ミスト化器1およびミスト化器2の超音波振動子を作動させ金属塩または錯体の溶液およびCVD用成膜助剤の溶液を20分間ミスト化し、金属酸化物膜を成膜した。

[0047] <<製造条件>>

超音波振動子の作動は振動数2.4MHz、供給電源は直流電圧24V電流0.6Aとした。なお、使用した金属塩または錯体の溶液、CVD用成膜助剤の溶液、および基材に関しては表4に記載した。

[0048] <実施例2-13、比較例1-9>

実施例2-13、比較例1-9では、実施例1の金属酸化物膜の形成の条件を、表4および5に示す条件（基材、金属塩または錯体の溶液、CVD用成膜助剤の溶液、成膜温度）に変えたこと以外は、実施例1と同様の操作にて、サンプルを作製した。なお、比較例1、2、4-9では、CVD用成膜助剤を含有させずに、水のみを使用した。

[0049] <実施例14-16、比較例10-12>

実施例14、比較例10-11では、以下の操作にて、金属塩または錯体

の溶液およびCVD用成膜助剤の溶液をあらかじめ混合し化学気相成長法用塗工液を作製し、これを用い成膜した。

[0050] <塗工液を使用しての基材上への金属酸化物膜の形成>

《装置準備》

図2、3および5に示す成膜装置（ミストCVDの装置）を用い、以下の方法にて基材上に金属酸化物膜を形成した。ガラス製の円筒（直径13cm、高さ15cm）の底部から1cmの位置にポリプロピレンまたは四フッ化エチレン・六フッ化エチレン共重合体製フィルムをオーリングとコーキング剤で固定した。円筒の上部はテフロン（登録商標）製の蓋を設け、蓋には2か所穴をあけて、窒素ガス供給用とミスト搬送用のガラス製配管を挿入した。円筒は水浴に浸漬し、ポリプロピレンまたは四フッ化エチレン・六フッ化エチレン共重合体の直下に超音波振動子（超音波ミスト化ユニットHMC-2401；本多電子（株）社製）を3個設置した。以上をミスト化器とし1台用意した。成膜部内のホットプレート上に基材（30×30×0.5mm）をセットした。以上を成膜部とし、ミスト化器と1.5mのシリコンチューブにて連結した。ミスト化器に塗工液D-1を200mL注入し、ミスト化器の窒素ガス供給用配管から成膜部の排気孔にかけて窒素ガス（酸素濃度1ppm以下）を5.5L/minで20分間流した。その後、金属材温度が360℃になるまでホットプレートで加熱した。基材温度が360℃で安定したのを確認した後、ミスト化器の超音波振動子を作動させ塗工液を20分間ミスト化し金属酸化物膜を成膜した。

[0051] 《製造条件》

超音波振動子の作動は振動数2.4MHz、供給電源は直流電圧24V電流0.6Aとした。なお、使用した塗工液および基材に関しては表6に記載した。

[0052] 上記で得られたサンプルに対し、以下の評価を行った。結果を表4-6に示す。

[0053] <金属酸化物膜の膜厚の測定>

金属酸化物膜の膜厚の測定は、実施例1の金属材の替わりにクロムガラス上に各金属酸化物膜を成膜し、反射分光式膜厚測定計（F20；フィルメトリックス（株）社製）により測定した。クロムガラス上と金属基材上は同じ膜厚で各金属酸化物膜が成膜できているものとした。また、正確な膜厚を得るために屈折率のデータを元に膜厚を算出する必要がある。屈折率はあらかじめ同一サンプルをエリプソメーター（UVISEL Plus；（株）堀場製作所社製）で観測し算出した。

[0054] <成膜速度向上効果の評価>

成膜速度向上効果は、膜厚測定から得られた膜厚（ μm ）を成膜に要した時間（分）で割った値を成膜速度とし、一般式（1）で表される化合物を含有しない系の成膜速度を基準とした相対成膜速度を算出し、この相対成膜速度が2以上を「◎」、2未満1.5以上を「○」、1.5未満1.1以上を「△」、1.1未満を「×」として評価した。実施例1-10および比較例2-3は、比較例1を基準とし（例えば、実施例1の成膜速度／比較例1の成膜速度）、また、実施例11および比較例5は、比較例4を基準とし、また、実施例12および比較例7は、比較例6を基準とし、また、実施例13および比較例9は、比較例8を基準とし、また、実施例14および比較例11は、比較例10を基準として評価した。実施例15、および実施例16は、比較例12を基準として評価した。

[0055] <膜の表面粗度低減効果の評価>

金属酸化物膜の表面粗度（ R_a ）（単位： \AA ）を接触式表面粗さ計（Dektak XT-S；ブルカージャパン（株）社製）にて測定した。基材中心部を0.5mm測定し、表面粗度（算術平均粗さ）と、表面粗度の標準偏差を算出した。膜の表面粗度低減効果は、これらの値から、一般式（1）で表される化合物を含有しない系の値（表面粗度および表面粗度の標準偏差）を基準とした表面粗度の倍率および表面粗度の標準偏差の倍率を算出し、表面粗度の倍率が0.8未満のものを「◎」、0.8以上1.0未満を「○」、1.0以上1.2未満を「△」、1.2以上を「×」として評価した。表面粗

度の標準偏差の倍率についても、上記の基準で評価した。実施例 1 - 10 および比較例 2 - 3 は、比較例 1 を基準とし（例えば、実施例 1 の表面粗度 / 比較例 1 の表面粗度）、また、実施例 11 および比較例 5 は、比較例 4 を基準とし、また、実施例 12 および比較例 7 は、比較例 6 を基準とし、また、実施例 13 および比較例 9 は、比較例 8 を基準とし、また、実施例 14 および比較例 11 は、比較例 10 を基準として評価した。実施例 15、および実施例 16 は、比較例 12 を基準として評価した。

[0056] なお、表 4 - 6 では、参考までに、表面粗度 (\AA) / 膜厚 (μm)、表面粗度の標準偏差 / 膜厚 (μm) を示す。

[0057]

[表4]

	実施例1		実施例2		実施例3		実施例4		実施例5		実施例6		実施例7		実施例8		実施例9		実施例10		比較例1		比較例2		比較例3		
	Al	Al	Al	Al	Al	Al	Al	Al	Al	Al	Al	Al	Al	Al	Al	Al	Al	Al	Al	Al	Al	Al	Al	Al	Al	Al	Al
金属塩または精体の溶液	成膜温度(°C)	360	360	360	360	360	360	360	360	360	360	360	360	360	360	360	360	360	360	360	360	360	360	410	360	360	
	種類	A-1	A-1	A-1	A-1	A-1	A-1	A-1	A-2	A-2	A-3	A-1	A-1	A-1	A-2	A-1	A-1	A-1	A-1	A-1	A-1	A-1	A-1	A-1	A-1	A-1	A-1
	重量(g)	159	159	159	159	159	159	159	176	176	179	159	159	159	176	159	159	159	159	159	159	159	159	159	159	159	159
	(A)金属塩または精体の重量(g) (A)の分子量	3.2	3.2	3.2	3.2	3.2	3.2	3.2	3.2	3.2	2.3	3.2	3.2	3.2	3.2	3.2	3.2	3.2	3.2	3.2	3.2	3.2	3.2	3.2	3.2	3.2	3.2
化学気相成長法用成膜助剤	種類	B-1	B-2	B-3	B-4	B-3	B-4	B-4	B-1	B-1	B-1	B-1	B-5	B-5	B-6	B-7	B-8	B-8	B-8	B-8	B-8	水	水	水	水	水	B'-1
	重量(g)	102	103	106	110	106	110	102	102	102	102	102	103	106	106	104	102	104	102	102	100	100	100	100	102	102	102
	(B)一般式(1)で表される化合物の重量(g) (B)の分子量	1.9	3.0	5.8	9.6	1.9	9.6	1.9	1.9	1.9	1.9	1.9	2.8	6.4	6.4	3.6	2.4	3.6	2.4	2.4	0	0	0	0	0	0	1.9
	(B)/(A)(モル比)	60.06	94.07	60.06	60.06	60.06	60.06	60.06	60.06	60.06	60.06	60.06	88.11	200.32	200.32	75.08	76.06	75.08	76.06	76.06	-	-	-	-	-	-	60.10
評価	金属塩化合物膜厚(μm)	0.94	1.00	1.2	1.8	1.2	1.8	1.01	0.86	0.97	0.86	0.97	0.86	0.86	0.99	1.02	0.99	1.02	1.02	0.42	0.42	0.50	0.50	0.40	0.40	0.40	0.40
	成膜速度(μm/min)	0.047	0.050	0.059	0.088	0.051	0.088	0.051	0.048	0.048	0.043	0.048	0.043	0.043	0.050	0.051	0.050	0.051	0.051	0.021	0.021	0.025	0.025	0.020	0.020	0.020	0.020
	表面粗度(A) / 膜厚(μm)	79	90	90	91	91	91	91	91	91	90	93	93	94	93	95	108	95	108	144	144	144	144	144	130	130	130
	比較例1との相対値	0.7	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	1.0	1.0	1.3	1.3	1.3	1.2	1.2	1.2
	表面粗度の標準偏差(A) / 膜厚(μm)	4.3	5.5	5.5	5.6	5.5	5.6	5.6	5.5	5.6	5.5	5.6	5.6	5.6	5.5	5.5	5.6	5.5	5.6	12	12	33	33	20	20	20	20
	比較例1との相対値	0.4	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	1.0	1.0	2.7	2.7	1.7	1.7	1.7	1.7
成膜速度向上効果の評価	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	-	-	△	△	×	×	×	
膜の表面粗度低減効果の評価	◎	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	-	-	×	×	×	×	×	×
膜の表面粗度低減効果の評価(標準偏差)	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	-	-	×	×	×	×	×	×

[0058] [表5]

基材		実施例11	比較例4	比較例5	実施例12	比較例6	比較例7	実施例13	比較例8	比較例9	
金属塩または錯体の溶液	成膜温度(°C)	Al 360	Al 360	Al 410	Al 360	Al 360	Al 410	Al 300	Al 300	Al 360	
	種類	A-4	A-4	A-4	A-5	A-5	A-5	A-6	A-6	A-6	
	重量(g)	162	162	162	163	163	163	158	158	158	
	(A)金属塩または錯体の重量(g) (A)の分子量	3.9 440.3	4.9 440.3	5.9 440.3	2.0 487.66	2.0 487.66	2.0 487.66	2.0 487.66	1.7 41.0	1.7 41.0	1.7 41.0
化学気相成長法用成膜助剤	種類	B-1	水	水	B-1	水	水	B-9	水	水	
	重量(g)	102	100	100	102	100	100	100	100	100	
	(B)一般式(1)で表される化合物の重量(g) (B)の分子量	1.9 60.06	0 -	0 -	1.9 60.06	0 -	0 -	0 -	2.2 88.11	0 -	0 -
	(B) / (A)(モル比)	3.6	-	-	7.7	-	-	-	0.6	-	-
評価	金属酸化物膜厚(μm)	1.3	0.62	0.73	0.48	0.23	0.26	0.55	0.23	0.29	
	成膜速度(μm/min)	0.065	0.031	0.036	0.024	0.011	0.013	0.055	0.023	0.029	
	表面粗度(Å) / 膜厚(μm)	75	76	91	160	166	212	262	265	332	
	比較例4, 6, 8との各相対値	1.0	1.0	1.2	1.0	1.0	1.3	1.0	1.0	1.3	
	表面粗度の標準偏差(Å) / 膜厚(μm)	6.7	7.6	16	17	19	58	87	73	174	
	比較例4, 6, 8との各相対値	0.9	1.0	2.2	0.9	1.0	3.1	0.8	1.0	2.0	
成膜速度向上効果の評価	◎	-	△	◎	-	△	-	◎	-	△	
膜の表面粗度低減効果の評価	○	-	×	○	-	-	×	○	-	×	
膜の表面粗度低減効果の評価(標準偏差)	○	-	×	○	-	-	×	○	-	×	

[0059] [表6]

	実施例14		比較例10		比較例11		実施例15		実施例16		比較例12	
	Al	Al	Al	Al	Al	Al	Al	Al	Al	Al	Al	Al
基材	360	360	360	410	360	360	360	360	360	360	360	360
成膜温度(°C)	D-1	D-2	D-2	D-2	D-2	D-2	D-3	D-3	D-4	D-4	D-5	D-5
種類	111	110	110	110	110	110	750	750	650	650	800	800
重量(g)	1.7	1.7	1.7	1.7	1.7	1.7	56.5	56.5	45.1	45.1	15.65	15.65
(A)金属塩または錯体の重量(g)	0.81	-	-	-	-	-	0.52	0.52	0.42	0.42	-	-
(B)一般式(1)で表される化合物の重量(g)	42	42	42	42	42	42	17.4	17.4	27.8	27.8	96.52	96.52
(C)水の重量(g)	2.57	-	-	-	-	-	0.05	0.05	0.05	0.05	-	-
(B)/(A)(モル比)	173	-	-	-	-	-	112	112	221	221	-	-
(C)/(B)(モル比)	0.84	0.40	0.40	0.48	0.48	0.48	1.9	1.9	1.2	1.2	0.54	0.54
金属酸化物膜厚(μm)	0.042	0.020	0.020	0.024	0.024	0.024	0.095	0.095	0.060	0.060	0.027	0.027
成膜速度(μm/min)	85	107	107	137	137	137	90	90	91	91	144	144
表面粗度(A) / 膜厚(μm)	0.8	1.0	1.0	1.3	1.3	1.3	0.6	0.6	0.6	0.6	1.0	1.0
比較例10、12との相対値	4.6	5.5	5.5	24	24	24	5.5	5.5	5.6	5.6	33	33
表面粗度の標準偏差(A) / 膜厚(μm)	0.8	1.0	1.0	4.3	4.3	4.3	0.2	0.2	0.2	0.2	1.0	1.0
比較例10、12との相対値	◎	-	-	△	△	△	◎	◎	◎	◎	-	-
成膜速度向上効果の評価	◎	-	-	x	x	x	◎	◎	◎	◎	-	-
膜の表面粗度低減効果の評価	◎	-	-	x	x	x	◎	◎	◎	◎	-	-
膜の表面粗度低減効果の評価(標準偏差)	○	-	-	x	x	x	◎	◎	◎	◎	-	-

[0060] 実施例1-10は、一般式(1)で表される化合物を加え成膜を行っているため、これを含まない比較例1に対し、成膜速度が向上し、表面粗度が良好となった。これは、一般式(1)で表される化合物を含有するCVD用成膜助剤の効果によるものであった。なお、実施例3および4は、実施例1に

対し一般式（１）で表される化合物の濃度が高いものを使用して成膜した。実施例５では、溶媒種を変更し成膜した金属酸化物膜であったが、成膜速度は実施例１と同様の結果となった。実施例６では、金属塩または錯体の溶液中の金属塩または錯体の濃度が高いものを使用して成膜した金属酸化物膜であったが、成膜速度は実施例１と同様の結果となった。実施例７－１０は、一般式（１）で表される化合物を様々な構造のものを使用し成膜したところ、実施例１と同様に成膜速度および表面粗度が良好な結果となった。

[0061] 比較例１よりも高温で成膜した比較例２は、成膜速度がやや向上したが表面粗度が悪化した。ＣＶＤ用成膜助剤としてエチレンジアミンを使用した比較例３は、成膜速度および表面粗度が悪化した。

[0062] 実施例１１－１３は、一般式（１）で表される化合物を加え成膜を行っているため、これを含まない比較例４、６、および８に対し、成膜速度が向上し、表面粗度が良好となった。また、比較例４、６、および８よりも高温で成膜した比較例５、７、および９は、成膜速度がやや向上したが表面粗度が悪化した。

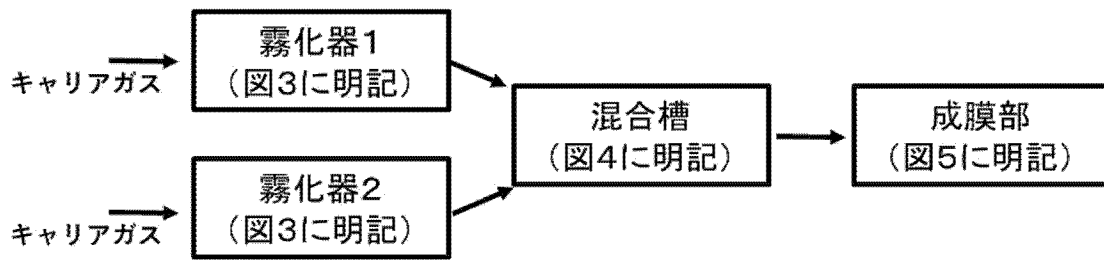
[0063] 実施例１４は、一般式（１）で表される化合物を含む化学気相成長法用成膜助剤の溶液と、金属塩または錯体の溶液を含有する化学気相成長法用塗工液を用いて成膜を行っているため、一般式（１）で表される化合物を含まない比較例１０に対し、成膜速度が向上し、表面粗度が良好となった。比較例１０よりも高温で成膜した比較例１１は、成膜速度がやや向上したが表面粗度が悪化した。

[0064] 実施例１５－１６は、一般式（１）で表される化合物を含む化学気相成長法用成膜助剤の溶液と、金属塩または錯体の溶液を含有する化学気相成長法用塗工液を用いて成膜を行っているため、一般式（１）で表される化合物を含まない比較例１２に対し、成膜速度が向上し、表面粗度が良好となった。

請求の範囲

- [請求項1] 一般式 (1) : $R^1R^2NCONH_2$ (式中の R^1 および R^2 はそれぞれ独立して水素原子、炭素原子数が1から22の炭化水素基、アミノ基、またはヒドロキシル基である。) で表される化合物を含有する化学気相成長法用成膜助剤。
- [請求項2] 請求項1に記載の化学気相成長法用成膜助剤の溶液と、金属塩または錯体の溶液を含有する化学気相成長法用塗工液。
- [請求項3] 請求項1に記載の化学気相成長法用成膜助剤の溶液と、金属塩または錯体の溶液から形成される、膜厚が $0.1\mu m$ 以上 $20\mu m$ 以下である金属酸化物膜。
- [請求項4] 請求項1に記載の化学気相成長法用成膜助剤の溶液と、金属塩または錯体の溶液をそれぞれ別々にミスト化とする工程 (a1) と、加熱した基材表面に、それぞれのミストを同時に供給する工程 (b1) を有する金属酸化物膜の成膜方法。
- [請求項5] 請求項2に記載の化学気相成長法用塗工液をミスト化する工程 (a2) と、加熱した基材表面に、得られたミストを供給する工程 (b2) を有する金属酸化物膜の成膜方法。

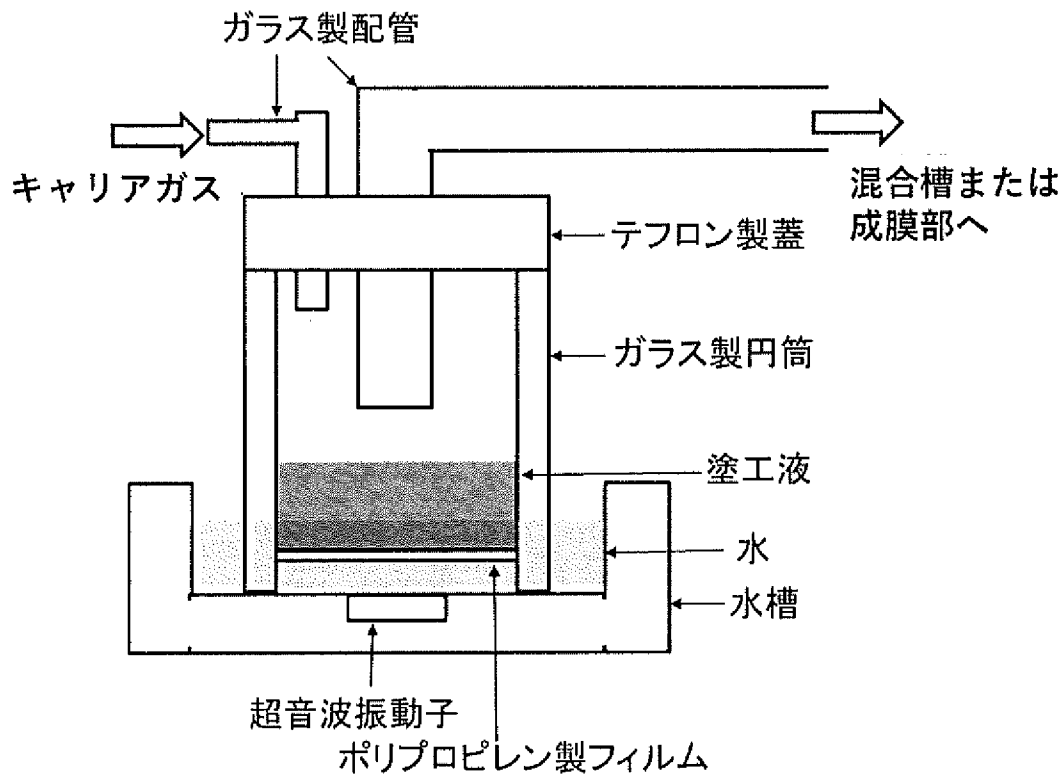
[図1]



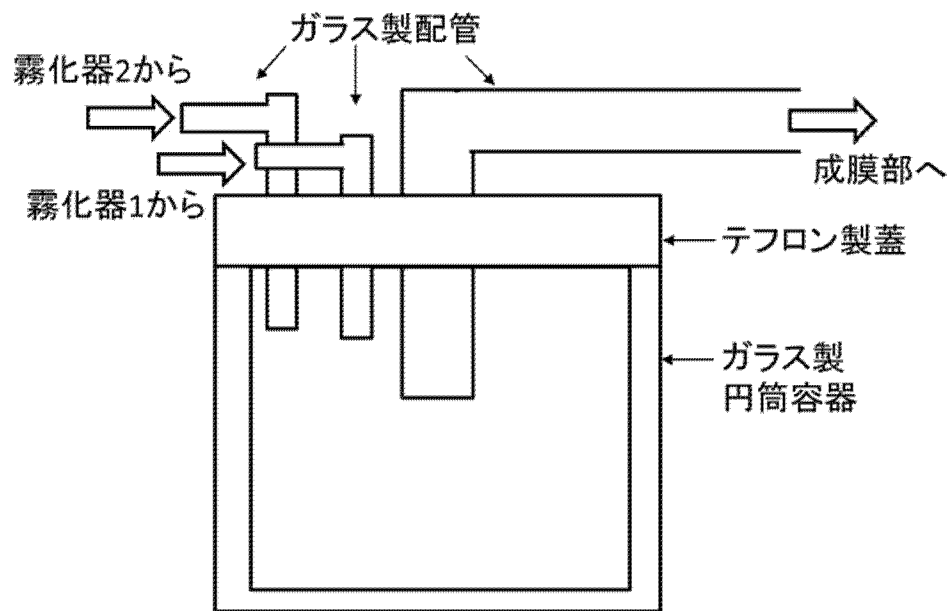
[図2]



[図3]

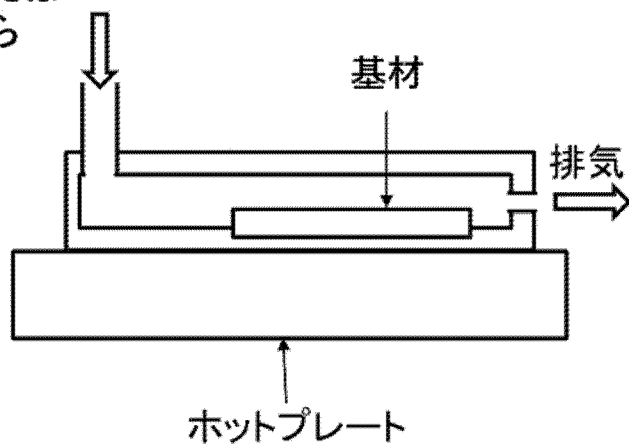


[図4]



[図5]

霧化器または
混合槽から



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2024/001261

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER		
<i>C23C 16/448</i> (2006.01)i; <i>H01L 21/31</i> (2006.01)i; <i>H01L 21/368</i> (2006.01)i FI: C23C16/448; H01L21/31 B; H01L21/368 Z		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED		
Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) C23C16/448; H01L21/31; H01L21/368		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Published examined utility model applications of Japan 1922-1996 Published unexamined utility model applications of Japan 1971-2024 Registered utility model specifications of Japan 1996-2024 Published registered utility model applications of Japan 1994-2024		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) JSTPlus/JMEDPlus/JST7580 (JDreamIII), CPlus/REGISTRY (STN)		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2018-140914 A (UNIV KUMAMOTO) 13 September 2018 (2018-09-13) paragraph [0055]	1-5
A	WO 2017/145915 A1 (KABUSHIKI KAISHA TOYOTA CHUO KENKYUSHO) 31 August 2017 (2017-08-31) example 5	1-5
A	KAWAI, Yuki, et al. Selectively enhanced microarea crystal growth of ZnO nano- and microwires on GaN on sapphire substrates by mist chemical vapor deposition. J. Cer. Soc. J. 2022, vol. 130, no. 10, pp. 857-860 fig. 1	1-5
<input type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input checked="" type="checkbox"/> See patent family annex.		
* Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "D" document cited by the applicant in the international application "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search 27 March 2024		Date of mailing of the international search report 09 April 2024
Name and mailing address of the ISA/JP Japan Patent Office (ISA/JP) 3-4-3 Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915 Japan		Authorized officer Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No. PCT/JP2024/001261

Patent document cited in search report			Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)	Publication date (day/month/year)
JP	2018-140914	A	13 September 2018	(Family: none)	
WO	2017/145915	A1	31 August 2017	CN 108699718	A
----- example 5 -----					

<p>A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC）） C23C 16/448(2006.01)i; H01L 21/31(2006.01)i; H01L 21/368(2006.01)i FI: C23C16/448; H01L21/31 B; H01L21/368 Z</p>										
<p>B. 調査を行った分野</p>										
<p>調査を行った最小限資料（国際特許分類（IPC）） C23C16/448; H01L21/31; H01L21/368</p>										
<p>最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの</p> <table border="0"> <tr> <td>日本国実用新案公報</td> <td>1922 - 1996年</td> </tr> <tr> <td>日本国公開実用新案公報</td> <td>1971 - 2024年</td> </tr> <tr> <td>日本国実用新案登録公報</td> <td>1996 - 2024年</td> </tr> <tr> <td>日本国登録実用新案公報</td> <td>1994 - 2024年</td> </tr> </table>			日本国実用新案公報	1922 - 1996年	日本国公開実用新案公報	1971 - 2024年	日本国実用新案登録公報	1996 - 2024年	日本国登録実用新案公報	1994 - 2024年
日本国実用新案公報	1922 - 1996年									
日本国公開実用新案公報	1971 - 2024年									
日本国実用新案登録公報	1996 - 2024年									
日本国登録実用新案公報	1994 - 2024年									
<p>国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語） JSTPlus/JMEDPlus/JST7580 (JDreamIII), CPlus/REGISTRY (STN)</p>										
<p>C. 関連すると認められる文献</p>										
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号								
A	JP 2018-140914 A (国立大学法人 熊本大学) 13.09.2018 (2018 - 09 - 13) [0055]	1-5								
A	WO 2017/145915 A1 (株式会社豊田中央研究所) 31.08.2017 (2017 - 08 - 31) 実施例 5	1-5								
A	KAWAI Yuki, et al., Selectively enhanced microarea crystal growth of ZnO nano- and microwires on GaN on sapphire substrates by mist chemical vapor deposition, J. Cer. Soc. J., 2022, Vol.130, No.10, pp.857-860 Fig. 1	1-5								
<p><input type="checkbox"/> C欄の続きにも文献が列挙されている。 <input checked="" type="checkbox"/> パテントファミリーに関する別紙を参照。</p>										
<p>* 引用文献のカテゴリー “A” 特に関連のある文献ではなく、一般的技术水準を示すもの “D” 国際出願で出願人が先行技術文献として記載した文献 “E” 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの “L” 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す） “O” 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献 “P” 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願の日の後に公表された文献</p>										
<p>国際調査を完了した日 27.03.2024</p>		<p>国際調査報告の発送日 09.04.2024</p>								
<p>名称及びあて先 日本国特許庁(ISA/JP) 〒100-8915 日本国 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号</p>		<p>権限のある職員（特許庁審査官） 吉森 晃 4G 3633 電話番号 03-3581-1101 内線 3416</p>								

国際調査報告
パテントファミリーに関する情報

国際出願番号

PCT/JP2024/001261

引用文献	公表日	パテントファミリー文献	公表日
JP 2018-140914 A	13.09.2018	(ファミリーなし)	
WO 2017/145915 A1	31.08.2017	CN 108699718 A 実施例 5	