

【公報種別】特許法第 17 条の 2 の規定による補正の掲載

【部門区分】第 3 部門第 4 区分

【発行日】令和 2 年 3 月 19 日 (2020.3.19)

【公表番号】特表 2019-502023 (P2019-502023A)

【公表日】平成 31 年 1 月 24 日 (2019.1.24)

【年通号数】公開・登録公報 2019-003

【出願番号】特願 2018-531355 (P2018-531355)

【国際特許分類】

C 2 3 C 16/448 (2006.01)

C 2 3 C 16/44 (2006.01)

H 0 1 L 21/31 (2006.01)

【F I】

C 2 3 C 16/448

C 2 3 C 16/44 E

H 0 1 L 21/31 B

【手続補正書】

【提出日】令和 2 年 1 月 28 日 (2020.1.28)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

1 つ以上の層で構成されており、該層の少なくとも 1 つが、カーバイド、合金または金属から選択される少なくとも 1 種類の保護材の形態の遷移金属 M を含むものである保護層である保護皮膜を基材上に成膜するための方法であって、以下の工程：

a) 供給槽内において：

- 酸素原子がない炭化水素溶剤、
- 300 ～ 600 の分解温度を有し、前記遷移金属 M を含むビス（アレーン）型のプリカーサで構成された前記有機金属化合物、および
- 適切な場合は、炭素取込み阻害剤

を含有しているマザー溶液を利用可能にする工程；

b) 前記マザー溶液をエバポレータ内で気化させ、次いでこれを、被覆対象の前記基材がある化学気相蒸着反応器内に導入する工程；成膜温度が 300 ～ 600 であり低い成膜圧力下の雰囲気の前記反応器のチャンバ内で、前記基材上において前記保護層の成膜を行なうため；

c) 前記反応器の排出口で、未消費のプリカーサ、プリカーサの芳香族の副生成物および前記溶剤を含むガス状流出物画分を収集する工程、これらの存在物は一緒に、標準条件下で、ドーター溶液を形成している、ならびに；

d) 工程 a) で使用することができる新たなマザー溶液を得るために、このようにして得られた前記ドーター溶液を前記供給槽内に注入する工程を含むダイレクトリキッドインジェクション（DLI-MOCVD）による有機金属化合物の化学気相蒸着のための方法である成膜方法。

【請求項 2】

工程 b) の気化および成膜ならびに工程 c) の前記流出物の前記画分の収集が、前記反応器の前記チャンバの雰囲気が 133 Pa ～ 6666 Pa の低い成膜圧力となるように行なわれる、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

前記遷移金属 M が、Cr、Nb、V、W、Mo、Mn または Hf から選択される、請求項 1 ~ 2 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 4】

前記遷移金属 M の酸化状態がゼロである、請求項 3 に記載の方法。

【請求項 5】

前記遷移金属 M がクロムである、請求項 3 または 4 に記載の方法。

【請求項 6】

前記保護材を構成する前記遷移金属 M のカーバイドが CrC、WC、NbC、MoC、VC もしくは HfC 型のものであるか、または化学量論式 Cr_7C_3 、 Cr_3C_2 、 Mo_2C 、 Mn_3C 、 V_2C もしくは V_4C_3 を有するものである、請求項 3 ~ 5 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 7】

前記保護材を構成する前記遷移金属 M の合金が前記遷移金属 M のベース合金である、請求項 3 ~ 6 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 8】

前記保護材を構成する金属が天然形態の前記遷移金属 M である、請求項 3 ~ 7 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 9】

前記ビス(アレーン)型のプリカーサが、酸素原子がないものであり、一般式 $(Ar)(Ar')M$ を有するものであり、式中、M は酸化状態がゼロの前記遷移金属 (M_0) であり、Ar および Ar' は、同一または異なり、各々が、ベンゼン型または少なくとも 1 つのアルキル基によって置換されているベンゼン型の芳香族基を表す、請求項 1 ~ 8 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 10】

前記芳香族基 Ar および Ar' が各々、ベンゼン原子団またはメチル、エチルもしくはイソプロピル基から選択される 1 ~ 3 個の同一の基もしくは異なる基によって置換されているベンゼン原子団を表す、請求項 9 に記載の方法。

【請求項 11】

前記溶剤が、標準条件下で液状であり、150 より低い沸点および 600 より高い分解温度を有する一般式 C_xH_y の単環式の芳香族炭化水素である、請求項 1 ~ 10 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 12】

前記遷移金属 M または前記遷移金属 M の前記合金で構成された前記保護材を得るために、前記マザー溶液がさらに、炭素取込み阻害剤として、酸素原子がなく、600 より高い分解温度を有する塩素含有またはイオウ含有添加剤を含有しているものである、請求項 1 ~ 11 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 13】

工程 c) において、前記画分の収集が、前記反応器の排出口での、前記流出物中に存在している前記存在物の選択的凝縮の作業を含む、請求項 1 ~ 12 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 14】

前記画分の収集工程 c) の後に、得られた前記ドーター溶液中の前記プリカーサの濃度測定工程 c1) を行ない、工程 d) が、前記供給槽内に注入された前記ドーター溶液の前記プリカーサの濃度の関数として、前記プリカーサの濃度を調整する作業 d0) を含む、請求項 1 ~ 13 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 15】

工程 a) ~ c) を逐次 N 回反復し、N 回分のドーター溶液を確保し、次いで、工程 a) で使用することができる新たなマザー溶液を得るために、工程 d) を、前記 N 回分のドーター溶液を前記供給槽内に注入することにより行なう、請求項 1 ~ 14 のいずれか 1 項に

記載の方法。

【請求項 16】

工程 c) で得られた前記ドーター溶液を、化学気相蒸着プロセス中に前記供給槽内に連続的に注入する、請求項 1 ~ 15 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 17】

前記保護皮膜が $1\ \mu\text{m} \sim 50\ \mu\text{m}$ の平均厚さを有するものである、請求項 1 ~ 16 のいずれか 1 項に記載の方法。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0050

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0050】

したがって、本発明によれば、成膜させる遷移金属 M は、Cr、Nb、V、W、Mo、Mn または Hf から選択され得、その酸化状態がゼロであってもよい。より特別には、該遷移金属は、Cr、Nb、V または Mo から選択され、それは、これらのカーバイドが非常に安定だからである。