

【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 7 部門第 2 区分

【発行日】平成22年7月29日(2010.7.29)

【公表番号】特表2009-543339(P2009-543339A)

【公表日】平成21年12月3日(2009.12.3)

【年通号数】公開・登録公報2009-048

【出願番号】特願2009-518165(P2009-518165)

【国際特許分類】

H 0 1 L 21/312 (2006.01)

H 0 1 L 21/3065 (2006.01)

【F I】

H 0 1 L 21/312 C

H 0 1 L 21/302 1 0 4 Z

H 0 1 L 21/302 1 0 4 H

【手続補正書】

【提出日】平成22年6月11日(2010.6.11)

【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】

表面結合したシラノール基を有するプラズマエッチングされた低誘電率の誘電材料を修復する方法であって、

(a) . 触媒と前記表面結合したシラノール基との間に水素結合を形成することにより、触媒中間体を得るように、前記誘電材料の少なくとも片方の面を前記触媒にさらす工程と；

(b) . シランカップリング剤が前記触媒中間体と反応し、表面結合したシラン化合物を形成するように、前記誘電材料を前記シランカップリング剤によって処理する工程と、を含むことを特徴とする方法。

【請求項 2】

(c) . 前記 b 工程の前記表面結合したシラン化合物の少なくとも 1 つのアルコキシ基を水と反応させて、シラノール基を形成する工程を更に含み、

触媒中間体を得るために、触媒と前記シラノール基との間に水素結合が形成され、かつ、

前記触媒中間体は、前記 b 工程の前記表面結合したシラン化合物の隣接するアルコキシ基と反応して、隣接する表面結合したシラン化合物間に水平網状構造を形成する、ことを特徴とする請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

前記 a 工程及び前記 c 工程の少なくともいずれかの工程における前記触媒は、

(i) 超臨界溶媒中に存在する、

(ii) 希釈剤中に存在する、又は、

(iii) 超臨界溶媒中と希釈剤中とに存在する、

ことを特徴とする請求項に 2 記載の方法。

【請求項 4】

前記希釈剤は、

(i) 不活性ガス、アルカン、エーテル、ケトン、テトラヒドロフラン若しくはそれらの

混合物、

(ii)窒素、アルゴン、ペンタン、ヘキサン、テトラヒドロフラン若しくはそれらの混合物、又は、

(iii)不活性ガス、アルカン、エーテル、ケトン、テトラヒドロフラン及びそれらの混合物の一つと窒素、アルゴン、ペンタン、ヘキサン、テトラヒドロフラン及びそれらの混合物の一つとの混合物、

より成る群から選択されることを特徴とする請求項 3 に記載の方法。

【請求項 5】

(i)前記 a 工程及び前記 c 工程の少なくともいずれかの工程における前記触媒はルイス塩基アミンである、

(ii)前記 c 工程における前記触媒は有機酸である、又は、

(iii)前記 a 工程及び前記 c 工程の少なくともいずれかの工程における前記触媒はルイス塩基アミンであり、かつ、前記 c 工程における前記触媒は有機酸である、
ことを特徴とする請求項 2 に記載の方法。

【請求項 6】

(i)前記シランキャッピング剤は、単官能アルコキシシラン、二官能アルコキシシラン及び三官能アルコキシシランの少なくともいずれかであり、

(ii)前記触媒は、アンモニア、第二級アミン、第三級アミン及びそれらの組み合わせの少なくともいずれかであり、

(iii)前記 a 工程及び前記 b 工程の少なくともいずれかの工程は非水性媒体中でなされる、
ことを特徴とする請求項 1 に記載の方法。

【請求項 7】

前記 b 工程における前記シランキャッピング剤は超臨界溶液中に存在することを特徴とする請求項 1 に記載の方法。

【請求項 8】

前記超臨界溶液は超臨界二酸化炭素を含むことを特徴とする請求項 7 に記載の方法。

【請求項 9】

前記 c 工程における前記水は、

(i)約 0.01 wt % ~ 約 0.10 wt % の含水率を有する超臨界二酸化炭素と、

(ii)前記 c 工程中における約 0.01 wt % ~ 約 0.10 wt % の水の反応容器中への注入と

の少なくともいずれかにより得られる、ことを請求項 2 に記載の方法。

【請求項 10】

(i)前記 a 工程に先立って、前記低誘電率の誘電材料がプラズマエッチングされる、

(ii)前記 a 工程に先立って、前記低誘電率の誘電材料のフォトレジストがアッシングされる、

(iii)前記 a 工程に先立って、前記低誘電率の誘電材料が洗浄される、及び、

(iv)前記 c 工程に続いて、前記低誘電率の誘電材料の上にバリア層が蒸着される、
の少なくともいずれかがなされることを特徴とする請求項 2 に記載の方法。

【請求項 11】

表面結合したシラノール基を有するプラズマエッチングされた低誘電率の誘電材料を修復する方法であって、

(a) . 触媒と前記表面結合したシラノール基との間に水素結合を形成させて触媒中間体を得るように、超臨界溶媒、前記触媒及びシランキャッピング剤を含む溶液に前記誘電材料の少なくとも片方の面をさらす工程を含み、

前記触媒中間体は、前記シランキャッピング剤と反応し、表面結合したシラン化合物を形成する、ことを特徴とする方法。

【請求項 12】

(b) . シラノール基を形成するために、前記表面結合したシラン化合物の少なくとも

1つのアルコキシ基を水と反応させる工程を更に含み、
触媒中間体を得るために、触媒と前記シラノール基との間に水素結合が形成され、かつ、
前記触媒中間体は、前記表面結合したシラン化合物の隣接するアルコキシ基と反応して、
隣接する表面結合したシラン化合物間に水平網状構造を形成する、
ことを特徴とする請求項11に記載の方法。

【請求項13】

(i)前記a工程及び前記b工程の少なくともいずれかにおける前記触媒はルイス塩基アミンである、
(ii)前記b工程における前記触媒は有機酸である、又は、
(iii)前記a工程及び前記b工程の少なくともいずれかにおける前記触媒はルイス塩基アミンでありかつ前記b工程における前記触媒は有機酸である、
ことを特徴とする請求項12に記載の方法。

【請求項14】

前記ルイス塩基アミンは、アンモニア、第二級アミン、第三級アミン又はそれらの組み合わせであることを特徴とする請求項13に記載の方法。

【請求項15】

(i)前記シランキャッピング剤は、単官能アルコキシシラン、二官能アルコキシシラン及び三官能アルコキシシランの少なくともいずれかである、
(ii)前記シランキャッピング剤は、nプロピルトリメトキシシラン、メチルトリメトキシシラン、ジメチルジメトキシシラン、トリメチルメトキシシラン、nプロピルトリエトキシシラン及びジメチルジエトキシシランより成る群から選択さる、
(iii)前記溶液は非水性媒体の中にある、及び、
(iv)前記超臨界溶媒は超臨界二酸化炭素である、
の少なくともいずれかを備えることを特徴とする請求項11に記載の方法。

【請求項16】

副産物としてアルコールを形成する工程を更に含むことを特徴とする請求項11に記載の方法。

【請求項17】

前記水は、
(i)約0.01wt%～約0.10wt%の含水率を有する超臨界二酸化炭素と、
(ii)前記方法の実行中における約0.01wt%～約0.10wt%の水の反応容器中への注入と
の少なくともいずれかにより得られる、ことを特徴とする請求項12に記載の方法。

【請求項18】

(i)前記a工程に先立って、前記低誘電率の誘電材料がプラズマエッチングされる、
(ii)前記a工程に先立って、前記低誘電率の誘電材料のフォトレジストがアッシングされる、
(iii)前記a工程に先立って、前記低誘電率の誘電材料が洗浄される、及び、
(iv)前記b工程に続いて、前記低誘電率の誘電絶縁材料上へバリア層が蒸着される、
の少なくともいずれかがなされることを特徴とする請求項12に記載の方法。

【請求項19】

表面結合したシラノール基を有するプラズマエッチングされた低誘電率の誘電材料を修復する方法であって、

(a)．触媒と前記表面結合したシラノール基との間に水素結合を形成して、シランキャッピング剤と反応しかつ表面結合したシラン化合物を形成する触媒中間体を形成するように、超臨界溶媒、触媒及び前記シランキャッピング剤を含む溶液に前記誘電材料の少なくとも片方の面をさらす工程と、

(b)．加水分解によってシラノール基を形成するために、前記表面結合したシラン化合物のアルコキシ基を有機酸及び水と反応させる工程と、

を含むことを特徴とする方法。

【請求項 20】

(c) . 副産物として水を形成して、前記表面結合したシラン化合物間に実質的に完成された水平網状構造を形成するために、前記 b 工程の前記シラノール基を熱によって縮合する工程を更に含むことを特徴とする請求項 19 に記載の方法。

【請求項 21】

前記 c 工程は、

(i) 約 100 ~ 約 350 の温度で約 5 秒 ~ 約 5 分間実行されるか、又は、

(ii) 約 175 ~ 約 300 の温度で約 30 秒 ~ 約 60 秒間実行される、

ことを特徴とする請求項 20 に記載の方法。

【請求項 22】

前記 c 工程は加熱板上で実行されることを特徴とする請求項 20 に記載の方法。

【請求項 23】

前記 a 工程における前記触媒は、

(i) 超臨界溶媒中に存在する、

(ii) 希釈剤中に存在する、又は、

(iii) 超臨界溶媒中と希釈剤中とに存在する、

ことを特徴とする請求項 19 に記載の方法。

【請求項 24】

前記希釈剤は、

(i) 不活性ガス、アルカン、エーテル、ケトン、テトラヒドロフラン若しくはそれらの混合物、

(ii) 窒素、アルゴン、ペンタン、ヘキサン、テトラヒドロフラン若しくはそれらの混合物、又は、

(iii) 不活性ガス、アルカン、エーテル、ケトン、テトラヒドロフラン及びそれらの混合物の一つと窒素、アルゴン、ペンタン、ヘキサン、テトラヒドロフラン及びそれらの混合物の一つとの混合物、

より成る群から選択されることを特徴とする請求項 23 に記載の方法。

【請求項 25】

(i) 前記シランキャッピング剤は、単官能アルコキシシラン、二官能アルコキシシラン及び三官能アルコキシシランの少なくともいずれかである、

(ii) 前記 a 工程における前記触媒は、ルイス塩基アミンである、

(iii) 前記 a 工程における前記触媒は、アンモニア、第二級アミン、第三級アミン又はそれらの組み合わせであり、

(iv) 前記 a 工程は、非水性媒体中でなされる、及び、

(v) 前記 b 工程における前記水は、(A) 約 0.01 wt % ~ 約 0.10 wt % の含水率を有する超臨界二酸化炭素、及び、(B) 前記 b 工程中における約 0.01 wt % ~ 約 0.10 wt % の水の反応容器中への注入、の少なくともいずれかにより得られる、の少なくともいずれかを備えることを特徴とする請求項 19 に記載の方法。

【請求項 26】

前記超臨界溶媒は、超臨界二酸化炭素を含むことを特徴とする請求項 19 に記載の方法。

【請求項 27】

(i) 前記超臨界二酸化炭素に対する前記触媒のモルパーセントは、約 0.01 ~ 約 100 である、

(ii) 前記超臨界二酸化炭素に対する前記触媒のモルパーセントは、約 0.1 ~ 約 100 である、

(iii) 前記超臨界二酸化炭素に対する前記シランキャッピング剤のモルパーセントは、約 0.01 ~ 約 100 である、及び、

(iv) 前記超臨界二酸化炭素に対する前記シランキャッピング剤のモルパーセントは、約

0.5 ~ 約 3.0 である、

の少なくともいずれかを備えることを特徴とする請求項 26 に記載の方法。

【請求項 28】

(i) 前記 a 工程に先立って、前記低誘電率の誘電材料がプラズマエッチングされる、

(ii) 前記 a 工程に先立って、前記低誘電率の誘電材料のフォトレジストがアッシングされる、

(iii) 前記 a 工程に先立って、前記低誘電率の誘電材料が洗浄される、及び、

(iv) 前記 c 工程に続いて、前記低誘電率の誘電材料へバリア層が蒸着される、
の少なくともいずれかを備えることを特徴とする請求項 20 に記載の方法。