

100年3月15日修(更)正本
發明專利說明書

公告本

中文說明書替換本(100年3月)

(本說明書格式、順序及粗體字，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※ 申請案號：094118677

※ 申請日期：94.06.07.

※IPC 分類：C23C;B01J

一、發明名稱：(中文/英文)

薄膜形成用原料及薄膜製造方法

二、申請人：(共 1 人)

姓名或名稱：(中文/英文)

日商艾迪科股份有限公司
ADEKA CORPORATION

代表人：(中文/英文)

中島 宏元
NAKAJIMA, HIROYUKI

住居所或營業所地址：(中文/英文)

日本國東京都荒川區東尾久7丁目2番35號
2-35, HIGASHIOGU 7-CHOME, ARAKAWA-KU, TOKYO, JAPAN

國籍：(中文/英文)

日本 JAPAN

三、發明人：(共 2 人)

姓名：(中文/英文)

1. 山田 直樹
YAMADA, NAOKI

2. 田中 伸一
TANAKA, SHINICHI

國籍：(中文/英文)

1.2.均日本 JAPAN

四、聲明事項：

主張專利法第二十二條第二項第一款或第二款規定之事實，其事實發生日期為： 年 月 日。

申請前已向下列國家(地區)申請專利：

【格式請依：受理國家(地區)、申請日、申請案號 順序註記】

有主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

1. 日本；2004年06月14日；特願2004-175122

2.

無主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

1.

2.

主張專利法第二十九條第一項國內優先權：

【格式請依：申請日、申請案號 順序註記】

主張專利法第三十條生物材料：

須寄存生物材料者：

國內生物材料 【格式請依：寄存機構、日期、號碼 順序註記】

國外生物材料 【格式請依：寄存國家、機構、日期、號碼 順序註記】

不須寄存生物材料者：

所屬技術領域中具有通常知識者易於獲得時，不須寄存。

五、中文發明摘要：

本發明之薄膜形成用原料係含有於25°C時為液體之雙(β-二酮基)鋅(bis(β-diketonate))化合物者，適於形成含有鋅之薄膜，故而藉由使用該薄膜形成用原料，於原料氣體供給性或管線中之原料輸送毫無問題，可進行成膜速度或薄膜組成控制穩定之薄膜製造。

六、英文發明摘要：

七、指定代表圖：

(一)本案指定代表圖為：第(1)圖。

(二)本代表圖之元件符號簡單說明：

(無元件符號說明)

八、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：

(無)

九、發明說明：

【發明所屬之技術領域】

本發明係關於一種含有於25°C時為液體之雙(β -二酮基)鋅化合物的薄膜形成用原料、及使用其之薄膜製造方法。

【先前技術】

含有鋅之薄膜具有光學特性、電氣特性、觸媒活性等各種特性，可作為電子零件或光學零件之構件而使用。

作為上述薄膜製造法，列舉有火焰堆積法、濺射法、離子電鍍法、塗布熱分解法或溶膠-凝膠法等MOD法，化學氣相成長法等，具有組成控制性及階差被覆性優越、適於量產化、可混合等多個優點，因此包含ALD (Atomic layer Deposition, 原子層沉積)法之化學氣相成長(以下，亦有僅揭示為CVD之情形)法為最適合的製造製程。

於CVD法中，作為對薄膜供給鋅之前驅體，可使用於穩定性及安全性方面較為優越之化合物即 β -二酮錯合物。例如，於專利文獻1~3中報告有使用雙(戊烷-2,4-二酮)鋅之含鋅薄膜的製造方法，於非專利文獻1中報告有使用雙(2,2,6,6-四甲基庚烷-3,5-二酮)鋅之含鋅薄膜的製造方法。但是，該等錯合物由於為固體，因此於原料之氣化步驟中，原料必須保持於昇華現象中使之氣化或於熔點以上之高溫，揮發量不足，於經時變化等原料氣體供給性或管線中之原料輸送中存在問題。又，於使用將固體前驅體溶解至有機溶劑之溶液的溶液CVD法中，固體前驅體會因氣化裝置中之溫度變化或溶劑之部分揮發、溶液之濃度變化而

析出固體，存在由於配管堵塞等而造成供給量之經時變化的趨勢，因此有無法以成膜速度或薄膜組成獲得穩定控制進行薄膜之製造的問題。

為避免該等問題，專利文獻4中報告有運用使用有兩種以上 β -二酮之混合物的液狀 β -二酮基之方法。但是，於該方法中，由於使用混合物，故於薄膜製造條件之穩定性或固體析出方面仍有問題。

專利文獻1：日本專利特公平6-64738號公報

專利文獻2：日本專利特開平8-3171號公報

專利文獻3：日本專利特開2003-236376號公報

專利文獻4：國際公開第98/46617號小冊子

非專利文獻1：Microelectron. Eng., 29(1-4), 169-72 (1995)

發明所欲解決之問題

本發明之目的在於提供一種適於含有鋅之薄膜的形成及含有鋅化合物之薄膜形成用原料。

【發明內容】

本發明者等反覆研討之結果，發現單體為液體之特定鋅化合物可使用作為薄膜形成用原料，可達成上述目的。

本發明係依據上述發現開發而成者，提供一種含有於25°C為液體之雙(β -二酮基)鋅化合物之薄膜形成用原料、以及使用該薄膜形成用原料之藉由化學氣相成長法製造薄膜的製造方法。

【實施方式】

本發明之雙(β -二酮基)鋅化合物係於1個鋅原子結合2個

β -二酮殘基之錯合物。配位於鋅原子之2個 β -二酮殘基可相同亦可不同，又， β -二酮殘基中亦可具有光學活性部位。

本發明之薄膜形成用材料係含有上述雙(β -二酮基)鋅化合物作為薄膜形成之前驅體者，可僅由雙(β -二酮基)鋅化合物組成，亦可根據目的，如下所述，適當地含有有機溶劑等其他成分。

使用本發明之薄膜形成用原料形成之薄膜藉由適當選擇其他成分之前驅體、反應氣體以及製造條件，而可作為金屬、合金、硫化物、氧化物陶瓷、氮化物陶瓷、玻璃等所期望之種類的薄膜而獲得。作為所形成之薄膜之種類，列舉有鋅、ZnSe、氧化鋅、硫化鋅、鋅-銻複合氧化物、添加Li之氧化鋅、添加鋅之鐵氧體、鉛-鋅複合氧化物、鉛-鋅-銻複合氧化物、鉍-鋅-銻複合氧化物、銻-鋅-銻複合氧化物，作為該等薄膜之用途，列舉有例如透明導電體、發光體、螢光體、光觸媒、磁性體、導電體、高介電體、強介電體、壓電體、微波介電體、光導波路、光增幅器、光開關等。

本發明之雙(β -二酮基)鋅化合物於25°C時為液體，因此考慮到以下觀點，作為薄膜形成用原料為有用。

於包含ALD法之CVD法中，不會由於配管堵塞等引起供給量產生經時性變化，可進行成膜速度或薄膜組成控制較穩定之薄膜製造。進而，於薄膜形成用原料的製造製程中，合成、精製、移液填充等操作較容易。

再者，關於作為薄膜形成用原料之前驅體而眾所周知之

雙(β -二酮基)鋅化合物，雙(戊烷-2,4-二酮)鋅之熔點為 137°C 左右，雙(2,2,6,6-四甲基庚烷-3,5-二酮)鋅之熔點為 142°C 左右，雙(2,6-二甲基庚烷-3,5-二酮)鋅之熔點為 82°C 。

又，於MOD法中，若前驅體為固體，則塗布作為薄膜形成用原料之前驅體溶液時，有由於析出而引起塗布不勻或氣泡之情形。又，若前驅體為固體，則亦有作為薄膜形成用原料之前驅體溶液於保存中，有固體析出之情形。本發明之雙(β -二酮基)鋅化合物於 25°C 時為液體，因此可避免該等問題之產生，薄膜形成用原料中之前驅體亦可朝濃度較高之方向設定。

因此，本發明之雙(β -二酮基)鋅化合物為流動性較大者更為有用，具體的是， 25°C 時之黏度為 $2000\text{ mPa}\cdot\text{s}$ 以下者為較好。又，於薄膜形成用原料之製造時或CVD法中，亦可藉由加熱供給線，增大本發明之雙(β -二酮基)鋅化合物之流動性。於此情形時，以儘可能小之加熱獲得較大流動性者為有利，具體的是，於 50°C 時之黏度為 $200\text{ mPa}\cdot\text{s}$ 以下者為較好。

作為具有上述較好黏度之雙(β -二酮基)鋅化合物，列舉有例如雙(辛烷-2,4-二酮)鋅、雙(2,2-二甲基-6-乙基癸烷-3,5-二酮)鋅。

作為本發明之雙(β -二酮基)鋅化合物之製造方法，並無特別限制，可使用眾所周知之一般的 β -二酮金屬錯合物之合成方法。例如，將鋅之氯化物、溴化物、碘化物、硝酸鹽以及硫酸鹽等無機鹽，醋酸鹽等有機酸鹽，或該等之水

合物與適當之 β -二酮化合物於氫氧化鈉、氨、胺等鹼存在下進行反應而製造，又，亦可藉由鋅之甲醇鹽、乙醇鹽、異丙醇鹽、丁醇鹽等低分子醇之烷醇鹽或鋅之二甲基醯胺、二乙基醯胺、二丁基醯胺等低分子有機醯胺與 β -二酮化合物之交換反應進行製造。

本發明之薄膜形成用原料之實施形態可根據適用該薄膜形成用原料之薄膜製造方法(例如火焰堆積法、濺射法、離子電鍍法、塗布熱分解法或溶膠-凝膠法等MOD法、包含ALD法之CVD法)而不同。本發明之雙(β -二酮基)鋅化合物較容易氣化，因此本發明之薄膜形成用原料作為化學氣相成長用原料特別有用。

本發明之薄膜形成用原料為化學氣相成長(CVD)用原料之情形時，其形態可根據所使用之CVD法之輸送供給方法等方法進行適當選擇。

作為上述輸送供給方法，有於原料容器中藉由加熱以及/或減壓而將CVD用原料氣化，與根據需要而使用之氫、氮、氬等載氣一同導入沉積反應部之氣體輸送法，以及將CVD用原料以液體或溶液之狀態輸送至氣化室，於氣化室藉由加熱以及/或減壓而氣化，導入至沉積反應部的液體輸送法。於氣體輸送法之情形下，本發明之雙(β -二酮基)鋅化合物本身為CVD用原料，於液體輸送法之情形下，本發明之雙(β -二酮基)鋅化合物本身或將該鋅化合物溶解於有機溶劑之溶液為CVD用原料。

又，於多成分系之CVD法中，有將CVD用原料各成分獨

立地進行氯化、供給之方法(以下亦有揭示為單一來源法之情形)，以及將多成分原料預先以所期望之成分進行混合之混合原料進行氯化、供給之方法(以下亦有揭示為混合來源法之情形)。於混合來源法之情形時，本發明之雙(β -二酮基)鋅化合物以及作為其他前驅體之金屬化合物的混合物、或將該等化合物溶解於有機溶劑的混合溶液作為CVD用原料。

作為於上述CVD用原料中使用之有機溶劑，並無特別限制，可使用眾所周知之一般有機溶劑。作為該有機溶劑，列舉有例如甲醇、乙醇、2-丙醇、n-丁醇等醇類；醋酸乙酯、醋酸丁酯、醋酸甲氧基乙酯等醋酸酯類；乙二醇單甲醚、乙二醇單乙醚、乙二醇單丁醚、二乙二醇單甲醚等醚醇類；四氫呋喃、四氫吡喃、乙二醇二甲醚、二乙二醇二甲醚、三乙二醇二甲醚、二丁醚等醚類；甲基丁基酮、甲基異丁基酮、乙基丁基酮、二丙基酮、二異丁基酮、甲基戊基酮、環己酮、甲基環己酮等酮類；己烷、環己烷、甲基環己烷、二甲基環己烷、乙基環己烷、庚烷、辛烷、甲苯、二甲苯等碳氫化合物類；1-氰基丙烷、1-氰基丁烷、1-氰基己烷、氰基環己烷、苯甲腈、1,3-二氰基丙烷、1,4-二氰基丁烷、1,6-二氰基己烷、1,4-二氰基環己烷、1,4-二氰基苯等具有氰基之碳氫化合物類；吡啶、二甲基吡啶；可根據溶質之溶解性、使用溫度與沸點及燃點間之關係等，將該等物質單獨或作為兩種以上之混合溶劑而使用。於使用該等有機溶劑之情形時，該有機溶劑中之雙(β -二酮

作為用作有機配位子之上述二醇化合物，列舉有1,2-乙二醇、1,2-丙二醇、1,3-丙二醇、2,4-己二醇、2,2-二甲基-1,3-丙二醇、2,2-二乙基-1,3-丙二醇、1,3-丁二醇、2,4-丁二醇、2,2-二乙基-1,3-丁二醇、2-乙基-2-丁基-1,3-丙二醇、2,4-戊二醇、2-甲基-1,3-丙二醇、2-甲基-2,4-戊二醇、2,4-己二醇、2,4-二甲基-2,4-戊二醇等。

作為用作有機配位子之上述 β -二酮化合物，列舉有乙醯丙酮、己烷-2,4-二酮、5-甲基己烷-2,4-二酮、庚烷-2,4-二酮、2-甲基庚烷-3,5-二酮、5-甲基庚烷-2,4-二酮、6-甲基庚烷-2,4-二酮、2,2-二甲基庚烷-3,5-二酮、2,6-二甲基庚烷-3,5-二酮、2,2,6-三甲基庚烷-3,5-二酮、2,2,6,6-四甲基庚烷-3,5-二酮、辛烷-2,4-二酮、2,2,6-三甲基辛烷-3,5-二酮、2,6-二甲基辛烷-3,5-二酮、2,9-二甲基壬烷-4,6-二酮、2-甲基-6-乙基癸烷-3,5-二酮、2,2-二甲基-6-乙基癸烷-3,5-二酮等烷基取代 β -二酮化合物；1,1,1-三氟戊烷-2,4-二酮、1,1,1-三氟-5,5-二甲基己烷-2,4-二酮、1,1,1,5,5,5-六氟戊烷-2,4-二酮、1,3-二全氟己基丙烷-1,3-二酮等氟取代烷基 β -二酮類；1,1,5,5-四甲基-1-甲氧基己烷-2,4-二酮、2,2,6,6-四甲基-1-甲氧基庚烷-3,5-二酮、2,2,6,6-四甲基-1-(2-甲氧基乙氧基)庚烷-3,5-二酮等醚取代 β -二酮類。

作為用作有機配位子之上述環戊二烯化合物，列舉有環戊二烯、甲基環戊二烯、乙基環戊二烯、丙基環戊二烯、異丙基環戊二烯、丁基環戊二烯、第2丁基環戊二烯、異

丁基環戊二烯、第3丁基環戊二烯、二甲基環戊二烯、四甲基環戊二烯等。

作為用作有機配位子之上述有機胺化合物，列舉有甲基胺、乙基胺、丙基胺、異丙基胺、丁基胺、第2丁基胺、第3丁基胺、異丁基胺、二甲胺、二乙胺、二丙胺、二異丙胺、乙基甲胺、丙基甲胺、異丙基甲胺等。

作為上述烷基金屬化合物之烷基，列舉有甲基、乙基、丙基、異丙基、丁基、第2丁基、第3丁基、異丁基、戊基、第3戊基、異戊基等。又，作為上述芳基金屬化合物之芳基，列舉有苯基、甲基苯基、二甲基苯基、乙基苯基等。

又，於本發明之薄膜形成用原料中，根據需要，為於本發明之雙(β -二酮基)鋅化合物以及其他前驅體賦予穩定性，亦可含有親核性試藥。作為該親核性試藥，列舉有乙二醇二甲醚、二乙二醇二甲醚、三乙二醇二甲醚、四乙二醇二甲醚等乙二醇醚類，18-冠狀醚-6、二環己基-18-冠狀醚-6、24-冠狀醚-8、二環己基-24-冠狀醚-8、二苯并-24-冠狀醚-8等冠醚類，乙二胺、N,N'-四甲基乙二胺、二伸乙基三胺、三伸乙基四胺、四伸乙基戊胺、五伸乙基己胺、1,1,4,7,7-五甲基二伸乙基三胺、1,1,4,7,10,10-六甲基三伸乙基四胺等聚胺類，四氮雜環十四烷、四氮雜環十二烷等環狀聚胺類，乙醯乙酸甲酯、乙醯乙酸乙酯、乙醯乙酸-2-甲氧基乙酯等 β -酮酯類或乙醯丙酮、2,4-己二酮、2,4-庚二酮、3,5-庚二酮、二特戊醯甲烷等 β -二酮類，作為穩定劑

之該等親核性試藥之使用量相對於前驅體1莫耳，通常於0.1~10莫耳之範圍內使用，較好是於1~4莫耳之範圍內使用。

本發明之薄膜製造方法係將本發明之薄膜形成用原料作為CVD用原料而使用，將含有氯化本發明之薄膜形成用原料而獲得之鋅化合物的蒸汽、根據需要所使用之其他前驅體氣化的蒸汽、以及根據需要使用之反應性氣體導入至基板上，接著，使前驅體於基板上分解或/化學反應，於基板上成長、沉積薄膜之CVD法者。關於原料之輸送供給方法、沉積方法、製造條件、製造裝置等並無特別限制，可使用眾所周知之一般條件、方法等。

作為上述根據需要而使用之反應性氣體，例如作為氧化性者列舉有氧、臭氧、二氧化氮、一氧化氮、水蒸氣、過氧化氫、甲酸、乙酸、無水乙酸等，作為還原性者列舉有氫，又，作為製造氮化物者列舉有單烷基胺、二烷基胺、三烷基胺、仲烷基二胺等有機胺化合物、胼、氨等。

又，作為上述輸送供給方法，列舉有上述氣體輸送法、液體輸送法、單一來源法、混合來源法等。

又，作為上述沉積方法，列舉有將原料氣體、或原料氣體以及反應氣體僅藉由熱使之反應而沉積薄膜的熱CVD；使用熱以及電漿之電漿CVD；使用熱以及光之光CVD；使用熱、光以及電漿之光電漿CVD；將CVD之沉積反應分為基本過程，以分子水平階段性地進行沉積之ALD (Atomic Layer Deposition)。

又，作為上述製造條件，列舉有反應溫度(基板溫度)、反應壓力、沉積速度等。關於反應溫度，較好是作為本發明之雙(β -二酮基)鋅化合物充分反應之溫度為 160°C 以上，更好是 $250\sim 800^{\circ}\text{C}$ 。又，反應壓力於熱CVD或光CVD之情形時，較好是大氣壓 $\sim 10\text{ Pa}$ ，於使用電漿之情形時，較好是 $10\sim 2000\text{ Pa}$ 。又，沉積速度可藉由原料之供給條件(氣溫變化、氣化壓力)、反應溫度、反應壓力進行控制。沉積速度較大時，會有所獲得之薄膜特性惡化之情形，速度較小時，會有於生產性方面產生問題之情形，因此較好是 $0.5\sim 5000\text{ nm/分}$ ，更好為 $1\sim 1000\text{ nm/分}$ 。又，於ALD之情形時，為獲得所期望之膜厚，以循環之次數進行控制。

又，於本發明之薄膜製造方法中，於薄膜沉積後，為獲得更良好之電氣特性，亦可進行退火處理，於需要埋入階差之情形時，亦可設置回流(reflow)步驟。該情形下之溫度通常為 $500\sim 1200^{\circ}\text{C}$ ，較好是 $600\sim 800^{\circ}\text{C}$ 。

藉由使用本方面之薄膜形成用原料之本發明之薄膜製造方法而製造的薄膜如上所述，藉由適當地選擇其他成分之前驅體、反應性氣體以及製造條件，可獲得為金屬、合金、硫化物、氧化物陶瓷、氮化物陶瓷、玻璃等所期望之種類之薄膜。作為所製造的薄膜種類，列舉有例如鋅、ZnSe、氧化鋅、硫化鋅、鋅-銦複合氧化物、添加Li之氧化鋅、添加鋅之鐵氧體、鉛-鋅複合氧化物、鉛-鋅-銻複合氧化物、銻-鋅-銻複合氧化物、銻-鋅-銻複合氧化物，作為該等薄膜之用途，列舉有例如透明導體、發光體、螢

光體、光觸媒、磁性體、導電體、高介電體、強介電體、壓電體、微波介電體、光導波路、光增幅器、光開關等。

實施例

以下，藉由製造例以及實施例，更詳細地說明本發明。但是，本發明並不受以下實施例之任何限制。

[製造例1]雙(辛烷-2,4-二酮)鋅之製造

於經乾燥氫置換之反應燒瓶中加入辛烷-2,4-二酮1.0莫耳、氫氧化鈉1.0莫耳、以及將水分乾燥至未滿5 ppm的甲醇1000 g，於25°C滴加包含甲醇600 g以及硝酸鋅6水合物0.5莫耳之溶液至其中。於25°C下攪拌5小時後，過濾固相，對餾去溶劑後獲得之殘渣進行減壓蒸餾。自塔頂溫度128°C、壓力20 Pa之餾份獲得黃色液體53 g(收率30%)。所獲得之黃色液體鑑定為目的物之雙(辛烷-2,4-二酮)鋅。將關於所獲得之黃色液體之分析結果表示如下。

(分析結果)

(1)元素分析(CH:CHN分析儀、金屬分析：ICP-MS)

碳：54.8質量%(理論值55.3%)，氮7.5質量%(理論值7.5%)，鋅：17.0質量%(理論值18.3%)

(2) ¹H-NMR(溶劑：重苯)(化學位移；多重度；H數)

(0.78；t；6)(1.17；m；4)(1.49；m；4)(1.74；s；6)(2.04；t；4)(5.18；s；2)

(3) TG-DTA(Ar 100 ml/min、10°C/min升溫、樣本量11.475 mg)

50質量%減少溫度：250°C

(4)黏度測定(使用自動微量黏度計 AMVn (Anton Paar GmbH公司製)之落下球法)

於 25°C 時之黏度：336 mPa·s、於 50°C 時之黏度：43 mPa·s

[製作例2]雙(2,2-二甲基-6-乙基癸烷-3,5-二酮)鋅之製造

於經乾燥氫置換之反應燒瓶中加入2,2-二甲基-6-乙基癸烷-3,5-二酮0.8莫耳、氫氧化鈉0.8莫耳、以及將水分含量乾燥至5 ppm以下之甲醇1000 g，於25°C滴加包含甲醇600 g以及硝酸鋅六水合物0.4莫耳之溶液至其中。於25°C下攪拌5小時後，過濾固相，進行脫溶劑，接著進行減壓蒸餾，自塔頂溫度151°C、減壓度20 Pa之餾份獲得淡黃色液體29 g(收率28%)。所獲得之淡黃色液體鑑定為目的物之雙(2,2-二甲基-6-乙基癸烷-3,5-二酮)鋅。將關於所獲得之淡黃色液體之分析結果表示如下。

(分析結果)

(1)元素分析(CH:CHN分析儀、金屬分析：ICP)

碳：65.1質量%(理論值65.2%)，氫9.0質量%(理論值9.8%)，鋅：13.7質量%(理論值12.7%)

(2)¹H-NMR(溶劑：重苯)(化學位移；多重度；H數)

(0.85；m；6)(0.90；m；6)(1.07；s；18)(1.33；m；12)(1.66；m；4)(2.04；m；2)、(5.63；s；2)

(3) TG-DTA(Ar 100 ml/min、10°C/min升溫、樣本量9.756 mg)

50質量%減少溫度：267°C

(4)黏度測定(使用自動微量黏度計AMVn(Anton Paar GmbH公司製)之落下球法)

於25°C時之黏度：1022 mPa·s、於50°C時之黏度：118 mPa·s

[實施例1]氧化鋅薄膜之製造

使用於圖1中所示之CVD裝置，於矽晶圓上以下列製造條件製造氧化鋅薄膜。關於所製造之薄膜，以螢光X線確認膜厚以及膜組成。其結果如下所示。

(製造條件)

鋅CVD用原料：雙(辛烷-2,4-二酮)鋅[原料溫度：180°C，壓力：666 Pa，載氣：氬150 sccm]，氧化氣體：氧150 sccm，反應壓力666 Pa，反應溫度(基盤溫度)：t「t「550°C，成膜時間：20分鐘

(結果)

膜厚：84 nm，膜組成：氧化鋅

[實施例2]鈹-鋅-鈮複合氧化物之製造

使用圖2中所示之CVD裝置，於矽晶圓上以下列製造條件製造鈹-鋅-鈮複合氧化物薄膜。關於所製造之薄膜，以螢光X線確認膜厚以及膜組成。其結果如下所示。

(製造條件)

鈹CVD用原料：三苯基鈹[原料溫度：130°C，壓力：666 Pa，載氣：氬150 sccm]，鋅CVD原料：雙(2,2-二甲基-6-乙基癸烷-3,5-二酮)鋅[原料溫度：160°C，壓力：666 Pa，載氣：氬50 sccm]、鈮CVD用原料：五(乙氧基)鈮[原

料溫度：120°C，壓力：666 Pa，載氣：氫100 sccm]，氧化氣體：氧150 sccm，反應壓力：50，反應溫度(基盤溫度)：550°C，成膜時間：20分鐘

(結果)

膜厚：90 nm，組成比(莫耳)：Bi/Zn/Nb=1.0/0.33/0.67

[實施例3]鉛-鋅-鈮複合氧化物之製造

使用於圖3中所示之CVD裝置，於矽晶圓上以下列製造條件製造鉛-鋅-鈮複合氧化物薄膜。關於所製造之薄膜，以螢光X線確認膜厚以及組成之測定。其結果如下所示。

(製造條件)

鉛以及鋅混合CVD用原料：雙(2,2,6,6-四甲基庚烷-3,5-二酮)鋅0.06 mol/升之乙基環己烷溶液與雙(2,2-二甲基-6-乙基癸烷-3,5-二酮)鋅0.02 mol/升之乙基環己烷溶液的混合物，鈮CVD用原料：五(乙氧基)鈮

氣化室溫度：230°C，原料流量：50 sccm，氧氣流量：350 sccm，反應壓力：666 Pa，反應時間：10分鐘，基板溫度：550°C、載氣：氫150 sccm

(結果)

膜厚：100 nm，組成比(莫耳)：Pb/Zn/Nb=1.0/0.30/0.67

於實施例1~3中，可確認使用本發明之薄膜形成用原料時，於原料氣體供給性或管線中之原料之輸送無問題，可進行成膜速度或薄膜組成控制較穩定之薄膜製造。

產業上之可利用性

根據本發明，可提供適於含有鋅之薄膜形成的薄膜形成

用原料，藉由使用該薄膜形成用原料，於原料氣體供給性或管線中之原料的輸送無問題，可進行成膜速度或薄膜組成控制較穩定之薄膜製造。

【圖式簡單說明】

圖1係表示本發明之薄膜製造方法中所使用之CVD裝置之一例的概要圖。

圖2係表示本發明之薄膜製造方法中所使用之CVD裝置之一例的概要圖。

圖3係表示本發明之薄膜製造方法中所使用之CVD裝置之一例的概要圖。

102年3月1日
修正
補充

第 094118677 號專利申請案

中文申請專利範圍替換本(102年3月)

公告本

十、申請專利範圍：

1. 一種薄膜形成用原料，其含有於 25°C 時為液體之雙(辛烷-2,4-二酮)鋅 (bis(octane-2,4-dionato)zinc)。
2. 一種薄膜製造方法，其將含有鋅化合物的蒸汽導入至基體上，使其進行分解以及/或化學反應，而於基體上形成含有鋅之薄膜，該鋅化合物係將如請求項 1 之薄膜形成用原料氣化而獲得者。

十一、圖式：

公告本

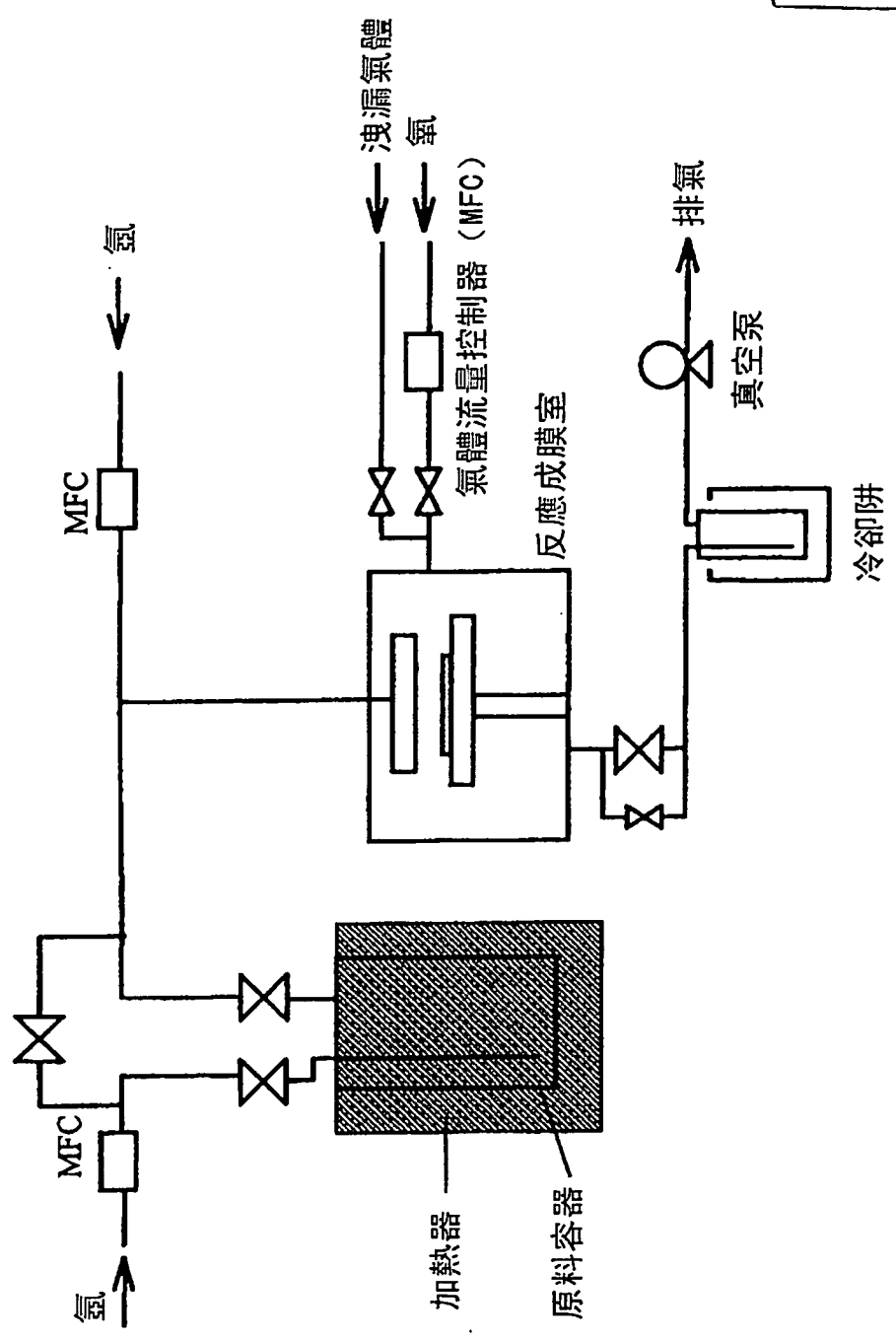


圖 1

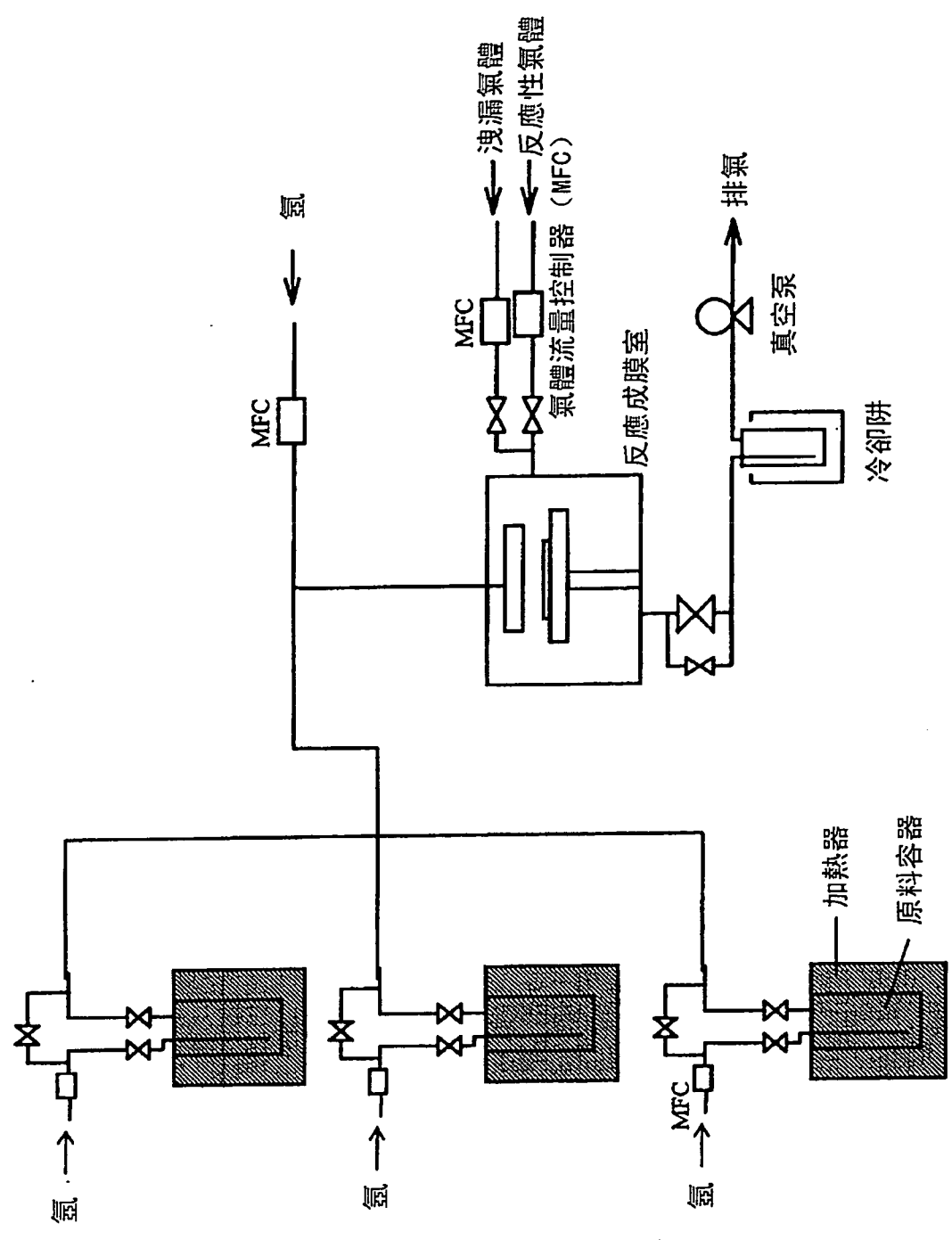


圖 2

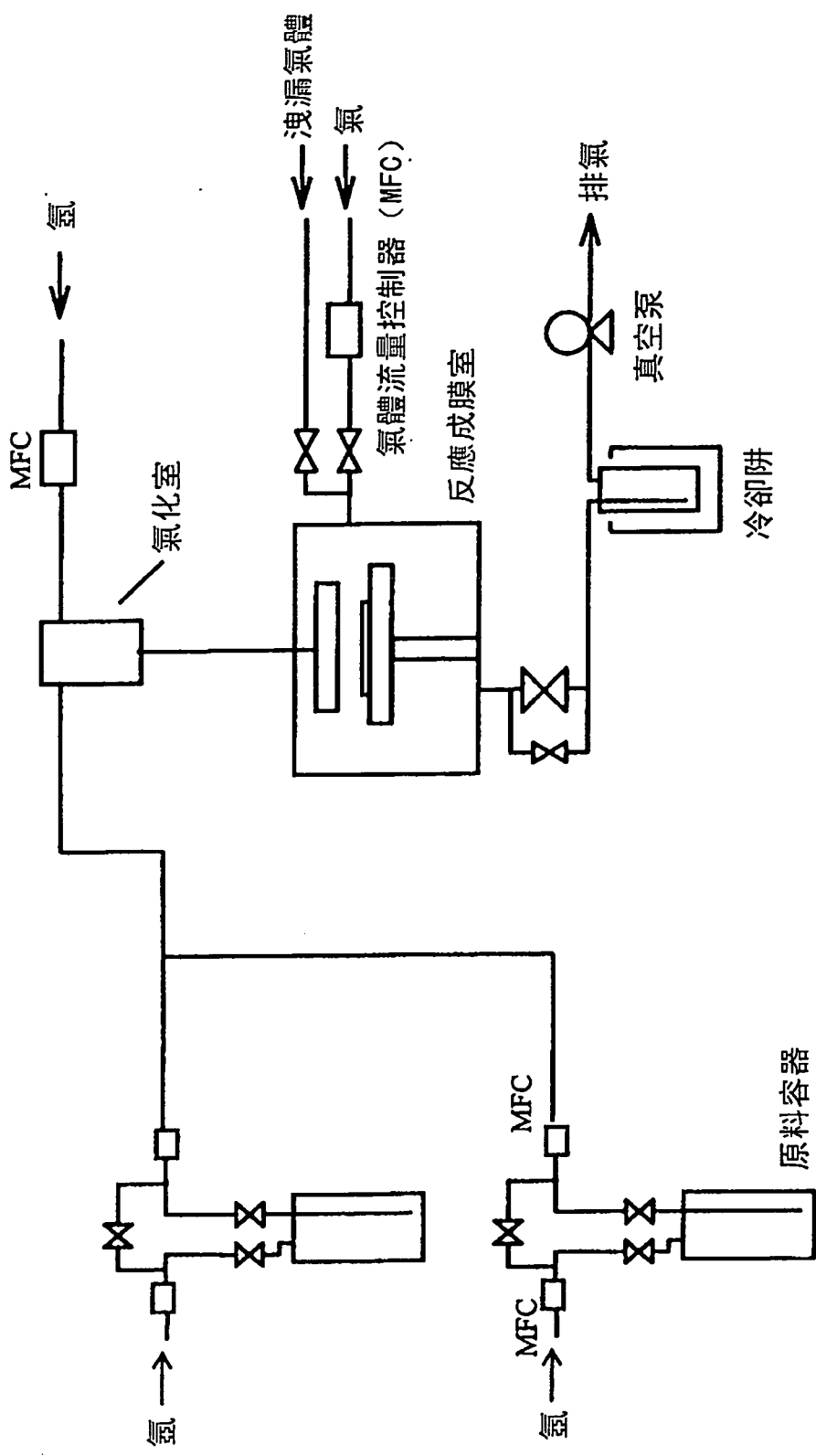


圖 3