

【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 2 区分

【発行日】令和 3 年 2 月 25 日 (2021.2.25)

【公開番号】特開 2020-128407 (P2020-128407A)

【公開日】令和 2 年 8 月 27 日 (2020.8.27)

【年通号数】公開・登録公報 2020-034

【出願番号】特願 2020-81921 (P2020-81921)

【国際特許分類】

C 0 7 F 7/10 (2006.01)

C 2 3 C 16/42 (2006.01)

H 0 1 L 21/316 (2006.01)

H 0 1 L 21/318 (2006.01)

C 0 7 B 61/00 (2006.01)

【F I】

C 0 7 F 7/10 W

C 2 3 C 16/42

H 0 1 L 21/316 X

H 0 1 L 21/318 C

C 0 7 B 61/00 3 0 0

【手続補正書】

【提出日】令和 3 年 1 月 8 日 (2021.1.8)

【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】

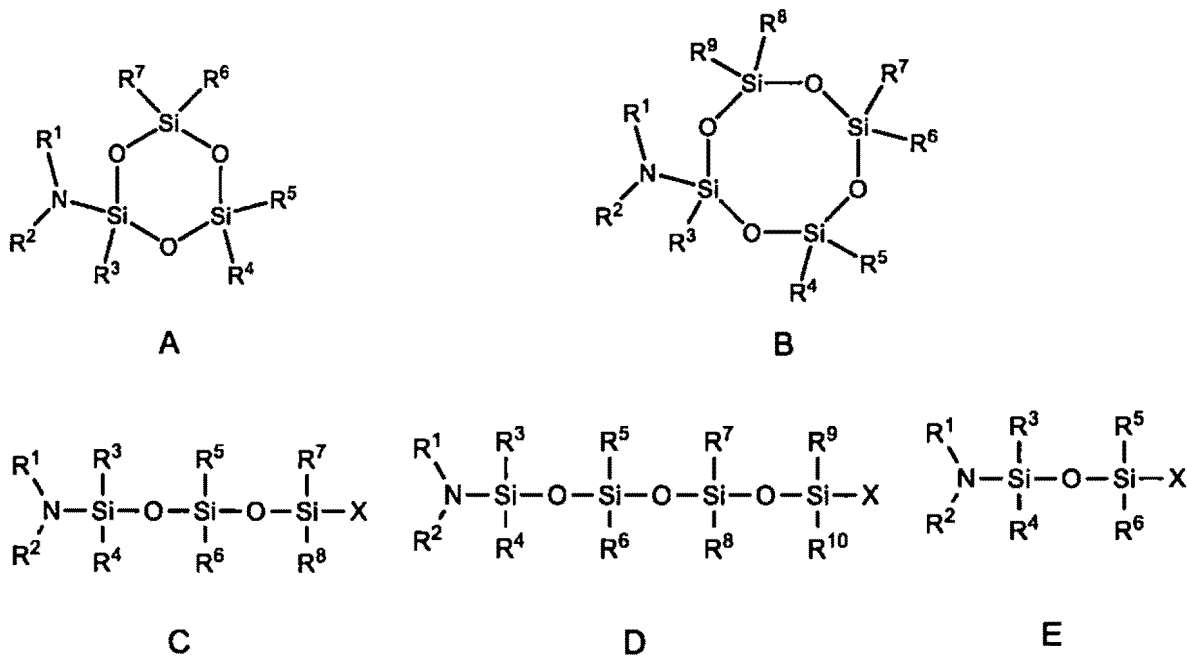
【請求項 1】

流動性化学気相堆積 (F C V D) によりケイ素及び酸素含有膜を堆積するための方法であって、

表面特徴を含む基材を反応器中に設置する工程であって、基材が約 - 2 0 ~ 約 4 0 0 の範囲の 1 つ又は複数の温度で維持され、かつ、反応器の圧力が 1 0 0 t o r r 以下で維持される工程と、

式 A ~ E :

【化 1】



からなる群より選択され、式中、

R^1 が、直鎖状 $C_1 \sim C_{10}$ アルキル基、分枝状 $C_3 \sim C_{10}$ アルキル基、 $C_3 \sim C_{10}$ 環状アルキル基、 $C_3 \sim C_{10}$ 複素環基、 $C_3 \sim C_{10}$ アルケニル基、 $C_3 \sim C_{10}$ アルキニル基、及び $C_4 \sim C_{10}$ アリール基から選択され；

R^2 が、水素、直鎖状 $C_1 \sim C_{10}$ アルキル基、分枝状 $C_3 \sim C_{10}$ アルキル基、 $C_3 \sim C_{10}$ 環状アルキル基、 $C_3 \sim C_{10}$ 複素環基、 $C_3 \sim C_{10}$ アルケニル基、 $C_3 \sim C_{10}$ アルキニル基、及び $C_4 \sim C_{10}$ アリール基からなる群より選択され、 R^1 及び R^2 が結合して環状環構造を形成するか又は結合せずに環状環構造を形成しないかのいずれかであり；

$R^{3 \sim 10}$ が、それぞれ独立して、水素、直鎖状 $C_1 \sim C_{10}$ アルキル基、分枝状 $C_3 \sim C_{10}$ アルキル基、 $C_3 \sim C_{10}$ 環状アルキル基、 $C_3 \sim C_{10}$ アルケニル基、 $C_3 \sim C_{10}$ アルキニル基、及び $C_4 \sim C_{10}$ アリール基から選択され；

Xが、直鎖状 $C_1 \sim C_{10}$ アルキル基、分枝状 $C_3 \sim C_{10}$ アルキル基、 $C_3 \sim C_{10}$ 環状アルキル基、 $C_2 \sim C_{10}$ アルケニル基、 $C_2 \sim C_{10}$ アルキニル基、 $C_4 \sim C_{10}$ アリール基、 $C_1 \sim C_{10}$ アシル基、 $-NR^1R^2$ (R^1 及び R^2 は上で規定したとおりである)、H、Cl、Br、I、F、 $C_2 \sim C_{12}$ カルボキシレート基、 $C_1 \sim C_{10}$ 直鎖状又は分枝状アルコキシ基、トリメチルシロキシ基、ジメチルシロキシ基、メチルシロキシ基、又はシロキシ基からなる群より選択され；

R^1 及びXが、結合して環状環を形成するか又は結合せずに環状環を形成しないかのいずれかである、少なくとも1つの化合物を前記反応器中に導入する工程と、

酸素源、窒素源、又は酸素源と窒素源を反応器中に提供して、少なくとも1つの化合物と反応させ、膜を形成し、表面特徴の少なくとも一部を被覆する工程と、

約100～1000の1つ又は複数の温度で膜をアニールして、表面特徴の少なくとも一部をコーティングする工程と、

アニールされた膜を約20～約1000の範囲の1つ又は複数の温度で酸素源で処理して、表面特徴の少なくとも一部にケイ素及び酸素含有膜を形成する工程とを含む、方法。

【請求項 2】

$R^{2 \sim 10}$ のそれぞれが、独立して、水素及び $C_1 \sim C_4$ アルキル基から選択される、請求項1に記載の方法。

【請求項 3】

前記少なくとも 1 つの化合物が、2 - ジメチルアミノ - 2, 4, 4, 6, 6 - ペンタメチルシクロトリシロキサン、2 - ジエチルアミノ - 2, 4, 4, 6, 6 - ペンタメチルシクロトリシロキサン、2 - エチルメチルアミノ - 2, 4, 4, 6, 6 - ペンタメチルシクロトリシロキサン、2 - イソ - プロピルアミノ - 2, 4, 4, 6, 6 - ペンタメチルシクロトリシロキサン、2 - ジメチルアミノ - 2, 4, 4, 6, 6, 8, 8 - ヘプタメチルシクロテトラシロキサン、2 - ジエチルアミノ - 2, 4, 4, 6, 6, 8, 8 - ヘプタメチルシクロテトラシロキサン、2 - エチルメチルアミノ - 2, 4, 4, 6, 6, 8, 8 - ヘプタメチルシクロテトラシロキサン、2 - イソ - プロピルアミノ - 2, 4, 4, 6, 6, 8, 8 - ヘプタメチルシクロテトラシロキサン、2 - ジメチルアミノ - 2, 4, 6 - トリメチルシクロトリシロキサン、2 - ジエチルアミノ - 2, 4, 6 - トリメチルシクロトリシロキサン、2 - エチルメチルアミノ - 2, 4, 6 - トリメチルシクロトリシロキサン、2 - イソ - プロピルアミノ - 2, 4, 6 - トリメチルシクロトリシロキサン、2 - ジメチルアミノ - 2, 4, 6, 8 - テトラメチルシクロテトラシロキサン、2 - ジエチルアミノ - 2, 4, 6, 8 - テトラメチルシクロテトラシロキサン、2 - エチルメチルアミノ - 2, 4, 6, 8 - テトラメチルシクロテトラシロキサン、及び 2 - イソ - プロピルアミノ - 2, 4, 6, 8 - テトラメチルシクロテトラシロキサンからなる群より選択される、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 4】

前記少なくとも 1 つの化合物が、1 - ジメチルアミノ - 1, 1, 3, 3, 5, 5 - ヘキサメチル - 5 - メトキシトリシロキサン、1 - ジメチルアミノ - 1, 1, 3, 3, 5, 5, 7, 7 - オクタメチル - 7 - メトキシトリシロキサン、1 - ジメチルアミノ - 1, 1, 3, 3, 5, 5 - ヘキサメチル - 5 - アセトキシトリシロキサン、1 - ジメチルアミノ - 1, 1, 3, 3, 5, 5, 7, 7 - オクタメチル - 7 - アセトキシトリシロキサン、1 - ジメチルアミノ - 1, 1, 3, 3, 5, 5, 7, 7, 7 - ノナメチルテトラシロキサン、1 - ジメチルアミノ - 1, 1, 3, 3, 5, 5, 7, 7, 9, 9, 9 - ウンデカメチルペンタシロキサン、1 - ジメチルアミノ - 1, 1, 3, 3, 5, 5, 7, 7 - オクタメチルテトラシロキサン、1 - ジメチルアミノ - 1, 1, 3, 3, 5, 5, 7, 7, 9, 9 - デカメチルペンタシロキサン、1 - ジメチルアミノ - 1, 3, 3, 5, 5, 7, 7, 7 - オクタメチルテトラシロキサン、1 - ジメチルアミノ - 1, 3, 3, 5, 5, 7, 7, 9, 9, 9 - デカメチルペンタシロキサン、1 - ジメチルアミノ - 3, 3, 5, 5, 7, 7, 7, 7 - ヘプタメチルテトラシロキサン、1 - ジメチルアミノ - 3, 3, 5, 5, 7, 7, 9, 9, 9 - ノナメチルペンタシロキサン、1 - ジメチルアミノ - 1, 3, 5, 7, 7, 7, 7 - ヘキサメチルテトラシロキサン、及び 1 - ジメチルアミノ - 1, 3, 5, 7, 9, 9, 9 - ヘプタメチルペンタシロキサンからなる群より選択される、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 5】

前記基材が約 - 20 ~ 約 40 の範囲の 1 つ又は複数の温度で維持される、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 6】

前記基材が約 - 10 ~ 約 25 の範囲の 1 つ又は複数の温度で維持される、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 7】

前記基材が約 - 20 ~ 約 100 の範囲の 1 つ又は複数の温度で維持される、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 8】

前記基材が約 - 20 ~ 約 150 の範囲の 1 つ又は複数の温度で維持される、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 9】

酸素源のみが反応器中に提供され、前記酸素源が、水蒸気、水プラズマ、オゾン、酸素、酸素プラズマ、酸素 / ヘリウムプラズマ、酸素 / アルゴンプラズマ、窒素酸化物プラズマ

マ、二酸化炭素プラズマ、過酸化水素、有機過酸化物、及びそれらの混合物からなる群より選択される、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 1 0】

窒素源のみが反応器中に提供され、前記窒素源が、アンモニア、ヒドラジン、窒素、窒素 / 水素、窒素 / アルゴンプラズマ、窒素 / ヘリウムプラズマ、アンモニアプラズマ、窒素プラズマ、窒素 / 水素プラズマ、tert - ブチルアミン、ジメチルアミン、ジエチルアミン、イソプロピルアミン、ジエチルアミンプラズマ、ジメチルアミンプラズマ、エチレンジアミンプラズマ、エタノールアミンプラズマ、及びそれらの混合物からなる群より選択される、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 1 1】

前記窒素源が、アンモニアプラズマ、窒素 / アルゴンプラズマ、窒素 / ヘリウムプラズマ、又は窒素 / 水素プラズマである、請求項 1 0 に記載の方法。

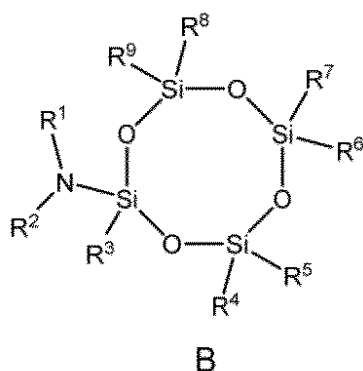
【請求項 1 2】

前記ケイ素及び酸素含有膜が、熱アニーリング、プラズマ処理、紫外線 (UV) 光処理、レーザー処理、電子ビーム処理、及びそれらの組み合わせからなる群より選択される後堆積処理を受ける工程をさらに含む、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 1 3】

式 B :

【化 2】



からなる群より選択され、式中、

R^1 が、直鎖状 $C_1 \sim C_{10}$ アルキル基、分枝状 $C_3 \sim C_{10}$ アルキル基、 $C_3 \sim C_{10}$ 環状アルキル基、 $C_3 \sim C_{10}$ 複素環基、 $C_3 \sim C_{10}$ アルケニル基、 $C_3 \sim C_{10}$ アルキニル基、及び $C_4 \sim C_{10}$ アリール基から選択され；

R^2 が、水素、直鎖状 $C_1 \sim C_{10}$ アルキル基、分枝状 $C_3 \sim C_{10}$ アルキル基、 $C_3 \sim C_{10}$ 環状アルキル基、 $C_3 \sim C_{10}$ 複素環基、 $C_3 \sim C_{10}$ アルケニル基、 $C_3 \sim C_{10}$ アルキニル基、及び $C_4 \sim C_{10}$ アリール基からなる群より選択され、 R^1 及び R^2 が結合して環状環構造を形成するか又は結合せずに環状環構造を形成しないかのいずれかであり；

$R^{3 \sim 9}$ が、それぞれ独立して、水素、直鎖状 $C_1 \sim C_{10}$ アルキル基、分枝状 $C_3 \sim C_{10}$ アルキル基、 $C_3 \sim C_{10}$ 環状アルキル基、 $C_2 \sim C_{10}$ アルケニル基、 $C_2 \sim C_{10}$ アルキニル基、及び $C_4 \sim C_{10}$ アリール基から選択され、 $R^{4 \sim 9}$ の少なくとも 1 つが水素である、少なくとも 1 つの有機アミノ官能化オリゴシロキサン化合物を含む、組成物。

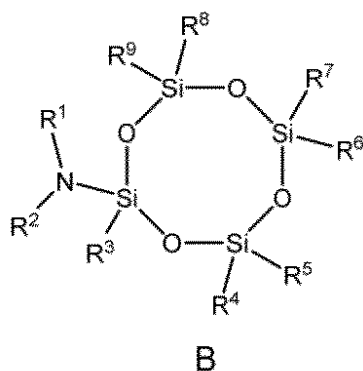
【請求項 1 4】

R^5 、 R^7 及び R^9 が全て水素である、請求項 1 3 に記載の組成物。

【請求項 1 5】

式 B :

【化 3】



からなる群より選択され、式中、

R^1 が、直鎖状 $C_1 \sim C_{10}$ アルキル基、分枝状 $C_3 \sim C_{10}$ アルキル基、 $C_3 \sim C_{10}$ 環状アルキル基、 $C_3 \sim C_{10}$ 複素環基、 $C_3 \sim C_{10}$ アルケニル基、 $C_3 \sim C_{10}$ アルキニル基、及び $C_4 \sim C_{10}$ アリール基から選択され；

R^2 が、水素、直鎖状 $C_1 \sim C_{10}$ アルキル基、分枝状 $C_3 \sim C_{10}$ アルキル基、 $C_3 \sim C_{10}$ 環状アルキル基、 $C_3 \sim C_{10}$ 複素環基、 $C_3 \sim C_{10}$ アルケニル基、 $C_3 \sim C_{10}$ アルキニル基、及び $C_4 \sim C_{10}$ アリール基からなる群より選択され、 R^1 及び R^2 が結合して環状環構造を形成するか又は結合せずに環状環構造を形成しないかのいずれかであり；

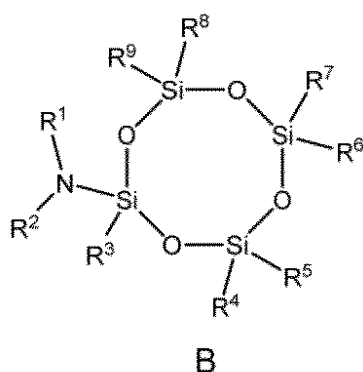
R^3 、 R^5 、 R^7 及び R^9 が、それぞれ独立して、水素、直鎖状 $C_1 \sim C_{10}$ アルキル基、分枝状 $C_3 \sim C_{10}$ アルキル基、 $C_3 \sim C_{10}$ 環状アルキル基、 $C_2 \sim C_{10}$ アルケニル基、 $C_2 \sim C_{10}$ アルキニル基、及び $C_4 \sim C_{10}$ アリール基から選択され；

R^4 、 R^6 及び R^8 が、それぞれ独立して、水素、分枝状 $C_3 \sim C_{10}$ アルキル基、 $C_3 \sim C_{10}$ 環状アルキル基、 $C_2 \sim C_{10}$ アルケニル基、 $C_2 \sim C_{10}$ アルキニル基、及び $C_4 \sim C_{10}$ アリール基から選択される、少なくとも1つの有機アミノ官能化オリゴシロキサン化合物を含む、組成物。

【請求項 16】

式 B：

【化 4】



からなる群より選択され、式中、

R^1 が、直鎖状 $C_1 \sim C_{10}$ アルキル基、分枝状 $C_3 \sim C_{10}$ アルキル基、及び $C_4 \sim C_{10}$ アリール基から選択され；

R^2 が、水素、直鎖状 $C_1 \sim C_{10}$ アルキル基、分枝状 $C_3 \sim C_{10}$ アルキル基、 $C_3 \sim C_{10}$ 環状アルキル基、 $C_3 \sim C_{10}$ 複素環基、 $C_3 \sim C_{10}$ アルケニル基、 $C_3 \sim C_{10}$ アルキニル基、及び $C_4 \sim C_{10}$ アリール基からなる群より選択され、 R^1 及び R^2 が結合して環状環構造を形成するか又は結合せずに環状環構造を形成しないかのいずれかであり；

$R^3 \sim R^9$ が、それぞれ独立して、水素、直鎖状 $C_1 \sim C_{10}$ アルキル基、分枝状 $C_3 \sim C_{10}$ アルキル基、 $C_3 \sim C_{10}$ 環状アルキル基、 $C_2 \sim C_{10}$ アルケニル基、 $C_2 \sim C_{10}$ アルキニル基

、及び $C_4 \sim C_{10}$ アリール基から選択される、少なくとも 1 つの有機アミノ官能化オリゴシロキサン化合物（但し、（ジメチルアミノ）ヘプタメチルシクロテトラシロキサンを除く）を含む、組成物。

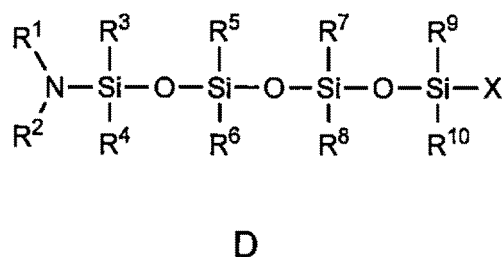
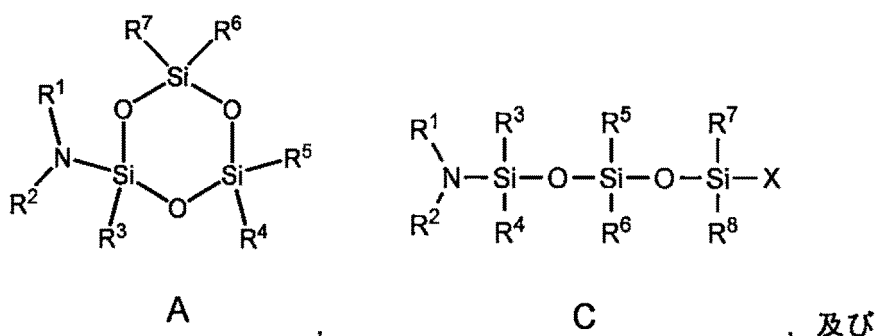
【請求項 17】

ハライド、金属イオン、金属、及びそれらの組み合わせからなる群より選択される 1 つ又は複数の不純物を含まないか、又は ICP - MS で測定した場合に 5 ppm（重量）未満のハライド、ICP - MS で測定した場合に 5 ppm（重量）未満の金属イオン、ICP - MS で測定した場合に 1 ppm（重量）未満の金属不純物、及びそれらの組み合わせからなる群より選択される 1 つ又は複数の不純物を含む、請求項 13 ~ 16 のいずれか 1 項に記載の組成物。

【請求項 18】

式 A、C 及び D：

【化 5】



からなる群より選択され、式中、

R^1 が、直鎖状 $C_1 \sim C_{10}$ アルキル基、分枝状 $C_3 \sim C_{10}$ アルキル基、 $C_3 \sim C_{10}$ 環状アルキル基、 $C_3 \sim C_{10}$ 複素環基、 $C_3 \sim C_{10}$ アルケニル基、 $C_3 \sim C_{10}$ アルキニル基、及び $C_4 \sim C_{10}$ アリール基から選択され；

R^2 が、水素、直鎖状 $C_1 \sim C_{10}$ アルキル基、分枝状 $C_3 \sim C_{10}$ アルキル基、 $C_3 \sim C_{10}$ 環状アルキル基、 $C_3 \sim C_{10}$ 複素環基、 $C_3 \sim C_{10}$ アルケニル基、 $C_3 \sim C_{10}$ アルキニル基、及び $C_4 \sim C_{10}$ アリール基からなる群より選択され、 R^1 及び R^2 が結合して環状環構造を形成するか又は結合せずに環状環構造を形成しないかのいずれかであり；

R^{3-10} が、それぞれ独立して、水素、直鎖状 $C_1 \sim C_{10}$ アルキル基、分枝状 $C_3 \sim C_{10}$ アルキル基、 $C_3 \sim C_{10}$ 環状アルキル基、 $C_2 \sim C_{10}$ アルケニル基、 $C_2 \sim C_{10}$ アルキニル基、及び $C_4 \sim C_{10}$ アリール基から選択され；

X が、直鎖状 $C_1 \sim C_{10}$ アルキル基、分枝状 $C_3 \sim C_{10}$ アルキル基、 $C_3 \sim C_{10}$ 環状アルキル基、 $C_2 \sim C_{10}$ アルケニル基、 $C_2 \sim C_{10}$ アルキニル基、 $C_4 \sim C_{10}$ アリール基、 $C_1 \sim C_{10}$ アシル基、アミン基（ $-NR^1R^2$ ）、H、Cl、Br、I、F、 $C_2 \sim C_{12}$ カルボキシレート基、 $C_1 \sim C_{10}$ 直鎖状又は分枝状アルコキシ基、トリメチルシロキシ基、ジメチ

ルシロキシ基、メチルシロキシ基、及びシロキシ基からなる群より選択され；

R^1 及び X が、結合して環状環を形成するか又は結合せずに環状環を形成しないかのいずれかであり；式C中で $R^{1\sim 8}$ が全てメチル基である場合は、 X がトリメチルシロキシ基であることができず、式D中で $R^{1\sim 10}$ が全てメチル基である場合は、 X がメチル又はジメチルアミノ基であることができない

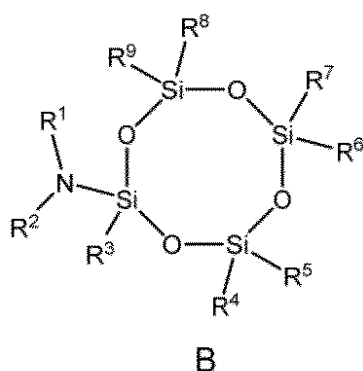
少なくとも1つの有機アミノ官能化オリゴシロキサン化合物（但し、1，5 - ジエチルアミノヘキサメチルトリシロキサンを除く）を含み；

ICP - MSで測定した場合に5 ppm（重量）未満のハライド、ICP - MSで測定した場合に5 ppm（重量）未満の金属イオン、ICP - MSで測定した場合に1 ppm（重量）未満の金属不純物、及びそれらの組み合わせからなる群より選択される1つ又は複数の不純物を含む、組成物。

【請求項19】

式B：

【化6】



からなる群より選択され、式中、

R^1 が、 $C_3 \sim C_{10}$ 環状アルキル基、 $C_3 \sim C_{10}$ 複素環基、 $C_3 \sim C_{10}$ アルケニル基、及び $C_3 \sim C_{10}$ アルキニル基から選択され；

R^2 が、水素、直鎖状 $C_1 \sim C_{10}$ アルキル基、分枝状 $C_3 \sim C_{10}$ アルキル基、 $C_3 \sim C_{10}$ 環状アルキル基、 $C_3 \sim C_{10}$ 複素環基、 $C_3 \sim C_{10}$ アルケニル基、 $C_3 \sim C_{10}$ アルキニル基、及び $C_4 \sim C_{10}$ アリール基からなる群より選択され、 R^1 及び R^2 が結合して環状環構造を形成するか又は結合せずに環状環構造を形成しないかのいずれかであり；

$R^{3\sim 9}$ が、それぞれ独立して、水素、直鎖状 $C_1 \sim C_{10}$ アルキル基、分枝状 $C_3 \sim C_{10}$ アルキル基、 $C_3 \sim C_{10}$ 環状アルキル基、 $C_2 \sim C_{10}$ アルケニル基、 $C_2 \sim C_{10}$ アルキニル基、及び $C_4 \sim C_{10}$ アリール基から選択される

少なくとも1つの有機アミノ官能化オリゴシロキサン化合物を含み；

ICP - MSで測定した場合に5 ppm（重量）未満のハライド、ICP - MSで測定した場合に5 ppm（重量）未満の金属イオン、ICP - MSで測定した場合に1 ppm（重量）未満の金属不純物、及びそれらの組み合わせからなる群より選択される1つ又は複数の不純物を含む、組成物。