

ОКП 24 9641 0200

УДК 776.3.665.225

Группа Э10

УТВЕРЖДАЮ

Директор ЗАО "Фраст-М"

_____ Д.Б. Аскеров

" ____ " _____ 2006 г.

ФОТОРЕЗИСТ ПОЗИТИВНЫЙ

ФП-051Ку

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ТУ Ф-11833392-0-2006

Дата введения _____

Срок действия: не ограничен.

СОГЛАСОВАНО	
Директор ЗАО «Элма-Хим» _____ _____ В.В. Хожанов « ____ » _____ 2006 г.	
_____ _____ « ____ » _____ 2006 г.	
_____ _____ « ____ » _____ 2006 г.	
_____ _____ « ____ » _____ 2006 г.	

СОДЕРЖАНИЕ

ПОЯСНИТЕЛЬНАЯ ЗАПИСКА	стр. 4
ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ	стр. 4
• требования к хранению	стр. 5
• маркировка	стр. 5
• упаковка	стр. 6
ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ	стр. 7
ПРАВИЛА ПРИЕМКИ	стр. 8
МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ	стр. 10
• общие положения	стр. 10
• методы отбора проб	стр. 10
• контроль внешнего вида фоторезиста	стр. 11
• определение внешнего вида пленки фоторезиста	стр. 11
• определение разрешающей способности	стр. 15
• определение кинематической вязкости	стр. 18
• определение толщины пленки	стр. 18
• оптический метод 1	стр. 19
• оптический метод 2	стр. 21
• профилографический метод;	стр. 25
• определение устойчивости пленки	стр. 26
ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ	стр. 27
УКАЗАНИЯ ПО ПРИМЕНЕНИЮ	стр. 27
ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ	стр. 27
<i>ПРИЛОЖЕНИЯ</i>	
Приложение 1. Справочные показатели	стр. 28
Приложение 2. Перечень документов	стр. 29
Приложение 3. Перечень оборудования и материалов	стр. 31
Приложение 4. Образец паспорта	стр. 34
Приложение 5. Примеры расчета толщины пленки	стр. 36

Приложение 6. Зависимость толщины пленки от скорости вращения центрифуги	стр. 37
Приложение 7. Оптимизация стадии задубливания	стр. 38
Приложение 8. Рекомендации по оптимизации фотолитографического процесса	стр. 39
ЛИСТ РЕГИСТРАЦИИ ИЗМЕНЕНИЙ.	стр. 45

ПОЯСНИТЕЛЬНАЯ ЗАПИСКА

к проекту новых технических условий ТУ Ф-11833392-0-2006

«Фоторезист позитивный ФП-051Ку»

Настоящие технические условия разработаны на фоторезист позитивный ФП-051Ку, выпускаемый в двух модификациях: ФП-051Ку-1,0 и ФП-051Ку-2,0, именуемый в дальнейшем как «Фоторезист», предназначенный для использования в качестве защитного светочувствительного материала в фотолитографических процессах при изготовлении полупроводниковых приборов, интегральных схем, металлизированных шаблонов, шкал, сеток, печатных плат и др.

Введение новых технических условий обусловлено заменой ряда сырьевых позиций на аналогичные в производстве фоторезиста, а также существенным улучшением состава и параметров фоторезиста.

Позитивный фоторезист ФП-051Ку представляет собой композицию состава:

Светочувствительный продукт,

Крезолформальдегидные смолы

Растворитель: 1-Метокси-2-пропилацетат. (Метоксипропилацетат) экологически безвреден, биологически разлагается.

Метоксипропилацетат раздражает слизистые оболочки глаз. При контакте с кожей раздражение отсутствует.

Метоксипропилацетат - ПДК в воздухе рабочей зоны 275 мг/м^3 , 3 класс опасности по ГОСТ 12.1.005-88.

Правила установления допустимых выбросов вредных веществ в атмосферу определяют по ГОСТ 17.2.3.02-78 "Охрана природы. Атмосфера".

Условное обозначение продукта при заказе и в технической документации:

"Фоторезист позитивный ФП-051Ку-1,0 или ФП-051Ку-2,0, ТУ Ф-11833392-0-2006".

Документы, на которые в соответствующих разделах ТУ даны ссылки, следует применять с настоящими техническими условиями.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. *Фоторезист* должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящих технических условий по технологической документации, утвержденной в установленном порядке.

1.2. Характеристики (свойства)

Фоторезист должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице.1.

**Таблица 1. Параметры «Фоторезиста»*

- В приложение №1 приведены справочные параметры.

№	Параметр	Значение	
		Марка фоторезиста	
		ФП-051Ку-1,0	ФП-051Ку-2,0
1	Внешний вид фоторезиста	жидкость темно-красного цвета	
2	Внешний вид пленки фоторезиста	гладкая, блестящая	
3	Разрешающая способность, мкм, не хуже	0,8	1,8
4	Кинематическая вязкость, сСт	11,0-21,0	21,0-41,0
5	Толщина пленки фоторезиста, мкм	1,0-1,1	2,0-2,1
6	Устойчивость пленки фоторезиста к проявителю, мин., не менее	30	30
7	Проявитель	1% КОН	1% КОН

1.3. Требования к хранению

Минимальный срок гарантийного хранения *Фоторезиста* 6 месяцев при условии хранения его в таре предприятия-изготовителя в закрытом отапливаемом помещении, снабженном приточно-вытяжной вентиляцией, при температуре $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$ и относительной влажности воздуха не более 80%.

1.4. Маркировка

1.4.1. На каждую бутылку должна быть наклеена этикетка, на которой указывают:

- ◆ наименование предприятия-изготовителя;
- ◆ наименование продукта;
- ◆ массу нетто;
- ◆ номер партии;
- ◆ дату изготовления;
- ◆ штамп отдела технического контроля (ОТК);
- ◆ условное обозначение ТУ;
- ◆ гарантийный срок хранения.
- ◆ На отдельной этикетке в соответствии с ГОСТ 19433-88 указывают знак опасности.

1.5. Упаковка

1.5.1. Транспортную тару маркируют в соответствии с ГОСТ 14192-77 с дополнительными надписями:

- ◆ наименования предприятия-изготовителя;
- ◆ наименования продукта;
- ◆ количества упакованных в транспортную тару мест и массу нетто каждого места;
- ◆ массы брутто;
- ◆ номера партии;
- ◆ даты изготовления.
- ◆ В соответствии с ГОСТ 14192-77 указывают манипуляционные знаки: "Хрупкое. Осторожно", "Беречь от нагрева", "Беречь от влаги", "Беречь от излучения", "Верх".
- ◆ По ГОСТ 19433-88 указывают знак опасности и классификационный шифр 3212.

1.5.2. *Фоторезист* расфасовывают и упаковывают в бутылки коричневого цвета БВЛ - 1000, со светозащитными свойствами, с навинчивающимися крышками из полимерных материалов и полиэтиленовыми прокладками.

1.5.3. *Фоторезист* в потребительской таре помещают в ящики из гофрированного картона для химической продукции по ГОСТ 13841-79.

Бутылки в ящике снизу, сверху и в вертикальных плоскостях уплотняют гофрированным картоном (ГОСТ 7376-89) или пенополиуретана в виде

гнезд, исключаящих возможность перемещения внутри ящика.

1.5.4. В каждый ящик со стороны крышки вкладывают упаковочный лист с указанием:

- ◆ наименования предприятия-изготовителя;
- ◆ наименования продукта;
- ◆ номера партии и даты изготовления;
- ◆ количества и массы нетто упакованных в ящик мест;
- ◆ условного обозначения ТУ.

1.5.5. Картонные ящики с продуктом склеивают бумажными (ГОСТ 18251-87) или полиэтиленовыми лентами с липким слоем (ГОСТ 20477-86).

1.5.6. Каждую партию фоторезиста или часть партии, отгружаемую потребителю, сопровождают паспортом.

Образец паспорта приведен в приложении 3.

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. *Фоторезист* - легковоспламеняющаяся жидкость. Температура вспышки в открытом тигле 45 °С. Температура воспламенения 315 °С. Взрывоопасные границы: нижнее - 1,5%, верхнее - 10,8% (по объему).

2.2. Показатели пожаровзрывоопасности *Фоторезиста* определяют по ГОСТ 12.1.044-89.

Все электрооборудование и освещение помещения при изготовлении *Фоторезиста* должно быть выполнено во взрывобезопасном исполнении. В помещении, где применяется *Фоторезист*, запрещается использование открытых источников нагревания.

Средства пожаротушения: тонкораспыленная вода, песок, огнетушитель углекислотный ручной.

2.3. *Фоторезист* - вещество умеренно опасные, 3 класс опасности по ГОСТ 12.1.007-76.

Раздражают слизистые оболочки глаз. При контакте с кожей раздражение отсутствует.

При работе с фоторезистом контроль над состоянием воздуха рабочих помещений следует вести по метоксипропилацетату. Периодичность контроля определяют по ГОСТ 12.1.005-88.

Метоксипропилацетат - ПДК в воздухе рабочей зоны 275 мг/м³, 3 класс опасности по ГОСТ 12.1.005-88.

Технологический процесс изготовления *Фоторезиста* должен быть автоматизирован, а оборудование герметизировано.

Помещение, где проводится работа с продуктом, должно быть оборудовано обще обменной приточно-вытяжной вентиляцией в соответствии с ГОСТ 12.4.021-75. В местах возможного выделения вредных веществ должны быть оборудованы местные вентиляционные отсосы.

Каждую смену проводить влажную уборку помещения.

2.3. Перед работой рекомендуется наносить на кожу рук защитные кремы и пасты.

При отборе проб, испытании и применении фоторезиста следует применять индивидуальные средства защиты (резиновые перчатки, защитные очки, спецодежда) в соответствии с ГОСТ 12.4.011-89 и ГОСТ 12.4.103-83, а также соблюдать правила личной гигиены.

При попадании на кожу фоторезист необходимо снять ватным тампоном и тщательно вымыть участок кожи водой с мылом.

При производстве *Фоторезиста* сточные воды не образуются. *Фоторезист* и входящие в него компоненты не образуют токсичных соединений в воздушной среде и в присутствии других веществ.

Уничтожают отходы *Фоторезиста* сжиганием. Сжигание рекомендуется проводить в печах камерного типа или циклонно - плавильных агрегатах (ЦПА) при температуре 850-1000 °С с последующим пропусканием отходящих газов через скрубберы, орошаемые 2-20 %-ным раствором щелочи. Абсорбент из скруббера следует направлять на сжигание в ЦПА, а сплав солей из ЦПА - в шламоотвал.

3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.1. *Фоторезист* поставляют с приемкой отделом технического контроля (ОТК).

3.2. Для проверки *Фоторезиста* на соответствие требованиям настоящих технических условий устанавливают приемо-сдаточные испытания.

3.3. Приемо-сдаточные испытания

3.3.1. На испытания и приемку *Фоторезист* предъявляют партиями, упакованными в соответствии с п.1.5 настоящих ТУ.

За партию принимают количество однородного по своим качественным показателям фоторезиста, полученного в результате одного технологического цикла и оформленного одним документом о качестве.

Масса партии каждого фоторезиста должна быть не более 500 кг.

Порядок отбора проб на приемо-сдаточные испытания в соответствии с ГОСТ 3885-73.

3.3.2. Масса средней пробы фоторезиста должна быть 600 г.

Состав и последовательность приемо-сдаточных испытаний приведены в таблице 2.

3.3.3. Партию *Фоторезиста* считают выдержавшей приемо-сдаточные испытания, если по всем видам испытаний получены положительные результаты.

3.3.4. При получении отрицательных результатов испытаний хотя бы по одному из показателей, установленных в ТУ, проводят повторные испытания по всем показателям, в соответствии с таблицей 2 на пробе, отобранной от удвоенного количества упаковочных единиц той же партии *Фоторезиста*.

В технически обоснованных случаях допускается повторные испытания проводить только по тому виду испытаний, по которому получены отрицательные результаты.

Результаты повторных испытаний являются окончательными и распространяются на всю партию.

Партию фоторезиста, не выдержавшую повторных испытаний, забраковывают и изолируют от годных партий.

Таблица 2

№	Виды и последовательность испытаний	Номер пункта	Технических требований	Методов испытаний
1	Контроль внешнего вида фоторезиста	1		4.3.
2	Контроль внешнего вида пленки	2		4.4.
3	Определение кинематической вязкости	3		4.6
4	Определение толщины пленки	5		4.7
5	Определение разрешающей способности	3		4.5
6	Определение устойчивости пленки фоторезиста к проявителю	6		4.8

3.3.5. Партии *Фоторезиста*, прошедшие приемо-сдаточные испытания с положительными результатами, считаются принятыми, их упаковывают, клеймят и сдают на склад готовой продукции.

3.4. Типовые испытания

Типовые испытания проводят по ГОСТ В 15.307-77

4. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

4.1. Общие положения

4.1.1. Общие указания по проведению испытаний в соответствии с ГОСТ 27025-86.

4.1.2. Испытания *Фоторезиста* проводят в следующих климатических условиях:

температура воздуха 18 - 25 °С;

относительная влажность воздуха не более 80%;

атмосферное давление от 84 до 106 кПа (630-800 мм рт.ст.)

4.1.3. При отборе проб и испытаниях фоторезист следует оберегать от воздействия дневного света, света люминесцентных ламп и ламп накаливания.

Рабочим (не актиничным) освещением является освещение, фильтрованное через стекло органическое техническое оранжевое или красное толщиной 4-5 мм по ГОСТ 17622-72.

4.2. Методы отбора проб

4.2.1. Отбор проб *Фоторезиста* проводят по ГОСТ 3885-73 с помощью толстостенной трубки.

4.2.2. Среднюю пробу тщательно перемешивают, делят на две равные части - лабораторную и контрольную пробы и помещают в чистые сухие бутылки из коричневого стекла БВЛ-400 или БВЛ-500 по ТУ 6-09-5472-90 с навинчивающимися крышками и полиэтиленовыми прокладками по ТУ 6-09-5311-89.

4.2.3. На бутылки наклеивают этикетку со следующим содержанием:

- ◆ наименование предприятия-изготовителя;
- ◆ номер партии;
- ◆ наименование продукта;

- ◆ номер или вид пробы;
- ◆ дата отбора пробы;
- ◆ фамилия пробоотборщика.

Лабораторную пробу используют для проведения испытаний, контрольную хранят в условиях, обеспечивающих сохранность продукта в течение 6 месяцев для арбитражного контроля.

4.3. Контроль внешнего вида *Фоторезиста*

Внешний вид *Фоторезиста* оценивают визуально. 5 - 7 см³ фоторезиста наливают через воронку В-36-80 ХС ГОСТ 25336-82 в цилиндр 1-10 ГОСТ 1770-74 и рассматривают в проходящем дневном свете.

Допускается использование люминесцентных ламп дневного или белого свечения.

Внешний вид *Фоторезиста* должен соответствовать требованиям п.1 таблицы 1 настоящих технических условий.

Для дальнейших испытаний эта порция фоторезиста непригодна.

4.4. Определение внешнего вида пленки фоторезиста

4.4.1. Принцип определения

Метод основан на визуальном осмотре пленки фоторезиста на наличие комет, темных и светлых точек, пятнистости, видимых невооруженным глазом в отраженном свете, направленном под углом к поверхности пластины.

4.4.2. Оборудование, материалы, посуда и реактивы

- ◆ Электродуховка диффузионная СДО-125/3-12,0 или аналогичная.
- ◆ Устройство для нанесения фоторезиста в скафандре ЦНФ по ДЕМ1.142.000 ТУ или аналогичное.
- ◆ Пластины монокристаллического кремния диаметром 40 , 60 или 76мм.
- ◆ Шкаф сушильный электрический, обеспечивающий температуру нагрева от 60 до 200 С.
- ◆ Термометр технический стеклянный ТТП N 6 по ТУ 25-2021.010-89 или аналогичный.

- ◆ Шприц "Sartorius" SM 16620 с фильтродержателем SM 16214 или аналогичный.
- ◆ Ротаметр РМ-А-0,063 ГУЗ по ГОСТ 13045-81 с регулятором расхода воздуха РРВ-1.
- ◆ Секундомер механический по ТУ 25-1894.003-90.
- ◆ Пинцет лабораторный по ТУ 45-6АО.005.088 ТУ-86 или аналогичный.
- ◆ Фильтры "Владипор" типа МФЦ N2 по ТУ 6-05-1978-84 , допускается использование других, стойких к органическим растворителям фильтров с диаметром пор не более 0,5 мкм.
- ◆ Бязь хлопчатобумажная (отбеленная) по ГОСТ 11680-76, салфетки размером 100x100 мм.
- ◆ Батист, отбеленный по ГОСТ 8474-80, салфетки размером 100 x 100 мм.
- ◆ Вата хлопчатобумажная.
- ◆ Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300-87, высший сорт.
- ◆ Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.
- ◆ Кислород газообразный технический по ГОСТ 5583-78, первый сорт.

4.4.3. Подготовка к испытанию

4.4.3.1. Подготовка поверхности подложки

В качестве подложки используют пластину монокристаллического кремния, на поверхности которой формируют термический окисел кремния.

4.4.3.1.1. Подготовка к работе

Кварцевую трубу перед проведением процесса окисления кремниевых пластин промывают этиловым спиртом с помощью ватного тампона, покрытого батистовой салфеткой; рабочий стол, пинцет, крюк кварцевый, лодочку кварцевую и подставку тщательно протирают батистовой салфеткой, смоченной этиловым спиртом.

Рабочий стол, лодочку и подставку протирают один раз в начале работы, крюк и пинцет протирают перед загрузкой и выгрузкой каждой партии пластин.

Расход спирта на подготовительные работы 300 см³.

Включают электропечь в сеть согласно инструкции по эксплуатации.

Готовят систему увлажнения кислорода:

барботер наполняют дистиллированной водой на две трети высоты, при этом конец трубки соединительного элемента, по которой кислород поступает в барботер, должен быть погружен в воду не менее, чем на 2 см;

барботер помещают в водяную баню и заполняют баню дистиллированной водой до уровня на 2-3 см ниже верхнего края бани.

Баню включают в сеть примерно за 30 мин до начала процесса окисления.

К началу процесса баня должна быть нагрета до кипения.

4.4.3.1.2. Формирование термического окисла кремния

При формировании термического окисла кремния температура в рабочей зоне печи должна быть в пределах 1100-1150 °С.

После выхода печи на рабочий температурный режим (через 1,5-2 ч после включения печи в сеть) подключают к трубе печи систему подачи кислорода и устанавливают расход кислорода 150 л/ч по ротаметру в соответствии с таблицей или графиком, приведенными в паспорте к ротаметру.

Установленный уровень расхода поддерживают постоянным на протяжении всего процесса окисления.

Продувают трубу кислородом в течение 10 мин.

Лодочку для пластин помещают на подставку. Каждую пластину берут пинцетом за краевую область, на далее 3 мм, и устанавливают в лодочку таким образом, чтобы при проведении процесса окисления нерабочая поверхность пластины была обращена к потоку кислорода.

Постепенно, в течение 1,5-2,0 мин с помощью кварцевого крюка подвигают лодочку с пластинами в рабочую зону печи.

В течение (10 ± 1) мин продувают трубу сухим кислородом.

С помощью соединительного элемента подключают к трубе систему увлажнения и в течение (45 ± 1) мин продувают трубу кислородом, предварительно пропущенным через барботер с дистиллированной водой.

Отключают от трубы систему увлажнения кислорода.

В течение (10 ± 1) мин продувают трубу сухим кислородом.

Отключают подачу кислорода.

С помощью кварцевого крюка медленно, в течение 1,5-2,0 мин, выдвигают лодочку с пластинами из рабочей зоны печи на подставку и выдерживают на воздухе не менее 30 мин для охлаждения.

Каждую пластину берут пинцетом за краевую область, не далее 3 мм, и визуально осматривают рабочую поверхность пластины.

Пригодной для работы считают пластину, на всей рабочей поверхности которой, без учета краевой области, сформирован равномерный блестящий, без пятен, разводов и эрозии слой окисла от красно-фиолетового до зеленовато-желтого цвета, что соответствует толщине окисла 0,46-0,56 мкм.

В случае, когда процесс не обеспечивает заданную толщину окисла, допускается варьирование времени пропускания влажного кислорода в диапазоне 40-60 мин.

Пригодные для работы пластины помещают в кассету. Пластины, не используемые сразу после окисления, хранят в потребительской таре.

Для испытаний используют свежие окисленные пластины. В случае разрыва во времени между операциями окисления пластин и нанесения фоторезиста более 8 ч прокаливают пластины в электропечи в течение 20 мин при температуре не менее 800 С.

Кварцевую трубу перед прокаливанием пластин промывают этиловым спиртом с помощью ватного тампона, покрытого батистовой салфеткой; рабочий стол, пинцет, лодочку кварцевую, крюк кварцевый и подставку тщательно промывают батистовой салфеткой, смоченной спиртом.

Расход спирта на подготовительные работы 300 см³.

Допускается прокаливание пластин проводить в электропечи типа СНОЛ-1,6.2,5.1/11-И2 или аналогичной, используя при этом отрезок кварцевой трубы длиной 200 мм.

Расход спирта 60 см³.

После проведения прокаливания лодочку с пластинами выдвигают из рабочей зоны печи на подставку и выдерживают на воздухе не менее 30 мин для охлаждения.

4.4.3.2. Формирование пленки фоторезиста

Перед началом работы центрифугу и внутреннюю поверхность скафандра - устройства для нанесения фоторезиста (ЦНФ) тщательно протирают бязевой салфеткой, смоченной этиловым спиртом.

Расход спирта 60 см³.

Каждую пластину извлекают из кассеты пинцетом и закрепляют на центрифуге устройства для нанесения фоторезиста.

С помощью шприца через фильтр "Владипор" наносят на пластину 8-10 капель фоторезиста, дают растечься по поверхности в течение 3-4 с и включают центрифугу.

Время вращения ротора центрифуги составляет 60 сек, при частоте вращения 3000 ± 300 мин.

Пластины со сформированной пленкой с помощью пинцета устанавливают в кассету и выдерживают:

- ◆ в скафандре при температуре $18 - 23$ °С в течение 20 мин;
- ◆ в сушильном шкафу при температуре (80 ± 3) °С в течение 20 мин;
- ◆ в скафандре при температуре $18-23$ °С не менее 30 мин.

4.4.4. Проведение испытания

Внешний вид пленки *Фоторезиста* определяют визуально на двух пластинах в рассеянном свете под разными углами зрения.

Результаты испытания считают положительными, если в пленке отсутствуют сыпь, муть, разрывы и внешний вид пленки соответствует требованиям п.5 табл. 1 настоящих ТУ.

4.5. Определение разрешающей способности пленки фоторезиста.

Разрешающую способность пленки *Фоторезиста* (минимальную ширину воспроизводимого элемента) определяют путем получения контактным способом изображения фотошаблона - теста, по которому с помощью микроскопа контролируют геометрическую форму элементов, выполнение их в пределах допуска и чистоту проявления.

4.5.1. Оборудование, материалы, посуда и реактивы

- ◆ Установка совмещения и экспонирования (УСЭ) типа ЭМ-576 или аналогичная.
- ◆ Люксметр, позволяющий замерить освещенность в пределах 40000-50000 лк.
- ◆ Микроинтерферометр Линника МИИ-4 по ТУ 3-3.1145-81 или аналогичный.
- ◆ Устройство для нанесения фоторезиста в скафандре ЦНФ по ДЕМ 1.142.000ТУ или аналогичное.
- ◆ Фотошаблон-тест, черт. И 6М7.409.557 НИИМЭ.
- ◆ Весы лабораторные 2 класса точности с пределом взвешивания до 200 г по ГОСТ 24104-88.
- ◆ Баня водяная лабораторная одноместная по ТУ 10-23-28-87.
- ◆ Секундомер механический по ТУ 25-1894.003-90.

- ◆ Пинцет лабораторный по ТУ 45-6АО.005.088 ТУ-86 или аналогичный.
- ◆ Термометр лабораторный №2 с диапазоном измерения температуры от 0 до 100 °С и ценой деления шкалы 1 °С по ТУ 25-2021.003-88 или аналогичный.
- ◆ Бязь хлопчатобумажная (отбеленная) по ГОСТ 11680-76, салфетки размером 100x100 мм.
- ◆ Батист отбеленный по ГОСТ 8474-80, салфетки размером 100 x 100 мм.
- ◆ Фильтры бумажные обеззоленные "синяя лента" по ТУ 6-09-1678-86.
- ◆ Банка полиэтиленовая с прокладкой и крышкой БЦ -1000 по ТУ 6-19-110-78.
- ◆ Колба 2-1000-2 ГОСТ 1770-74.
- ◆ Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300-87, высший сорт.
- ◆ Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

4.5.2. Подготовка к испытанию

4.5.2.1. Приготовление проявителя

В качестве проявителя используют 1% раствор гидроокиси калия или 0,4% раствор гидроокиси натрия. Допустимая погрешность приготовления раствора 0,02%.

Гидроокись калия или натрия анализируют по ГОСТ 9337-79 на содержание основного вещества. Навеску гидроокись калия или натрия, рассчитанную с учетом содержания основного вещества, взвешивают с погрешностью не более 0,001 г, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и растворяют в дистиллированной воде. Раствор охлаждают, тщательно перемешивают и фильтруют через бумажный фильтр "синяя лента". Титр раствора устанавливают через 30 мин по ГОСТ 9337-79.

Хранят проявитель в полиэтиленовой банке с прокладкой и крышкой.

Срок годности проявителя трое суток.

4.5.3. Проведение испытания

Испытания проводят на пластинах, подготовленных по п.4.4.3 в количестве не менее пяти штук.

Пленку фоторезиста экспонируют на установке УСЭ через фотошаблон-тест согласно инструкции по эксплуатации установки.

Фотошаблон-тест, шаблонодержатель и другие доступные элементы устройства совмещения установки протирают батистовыми салфетками, смоченными спиртом.

Расход спирта 60 см^3 .

Время экспонирования и проявления зависит от типа источника освещения, величины освещенности и толщины пленки фоторезиста. Оптимальные время экспонирования и время проявления устанавливаются экспериментально.

За оптимальное время принимают то время, при котором на проявленных элементах не остается следов фоторезиста, ширина и геометрическая форма проявленных элементов соответствуют ширине и геометрической форме элементов фотошаблона-теста.

При использовании в качестве источника облучения лампы ДРШ-350 и освещенности на пластине 40000-50000 лк время экспонирования составляет 5-20 сек.

Проэкспонированную пленку проявляют погружением пластины на 5-45 сек в ванну с 50 см^3 проявителя при температуре $19-21 \text{ }^\circ\text{C}$, слегка покачивая пластину пинцетом. Проявленную пленку сушат на центрифуге устройства ЦНФ при частоте вращения ротора центрифуги 3000 об/мин в течение 60 сек.

Полученное изображение фотошаблона-теста рассматривают на микроинтерферометре при 500-кратном увеличении. В поле зрения микроскопа вводят группу из трех прямоугольников фрагмента N 4 (рис. 1).

Рассматривают группу из трех прямоугольников ("вилку") с неискаженной геометрической формой, находящуюся в столбце, соответствующем отклонению от номинального значения на фотошаблоне-тесте и строке 2. Если в паспорте на фотошаблон-тест отмечено отклонение размера элемента в "+", то определение проводят в темнопольном изображении фрагмента N 4, а при отклонении размера в "-" на светлопольном.

Контроль отклонения размеров производят по взаимному расположению длинных сторон верхнего и нижнего прямоугольников.

Если размеры выполнены вне допуска $\pm 0,3 \text{ мкм}$ относительно фотошаблона-теста, то наблюдается одновременное перекрытие между

продолжениями длинных сторон прямоугольников 1,3 и 2,3 или наличие зазоров между ними (рис. 2).

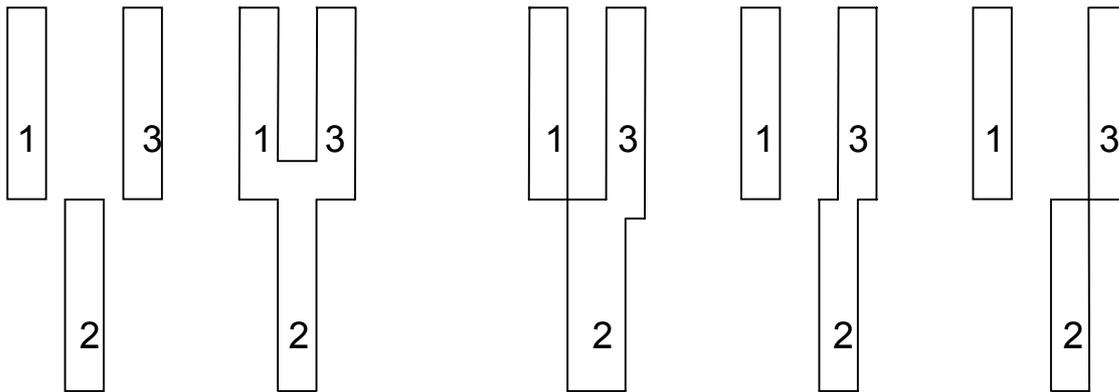


Рис.1.

Рис.2

Во всех остальных случаях размер выполнен в пределах допуска.

Результаты испытаний считают положительными, если при визуальной оценке на проявленных элементах нет следов фоторезиста, пленка фоторезиста не имеет дефектов, размер элементов выполнен в пределах допуска и соответствует требованиям п.6 табл.1 настоящих технических условий.

4.6. Определение кинематической вязкости фоторезиста.

Кинематическую вязкость *Фоторезиста* определяют по ГОСТ 33-82 при температуре $(20,0 \pm 0,1) ^\circ\text{C}$ с помощью вискозиметра ВПЖ-2 ГОСТ 10028-81 (диаметр капилляра 0,73 мм). При этом 15-20 см фоторезиста наливают с помощью цилиндра 1-25 ГОСТ 1770-74 через воронку В-36-80 ХС ГОСТ 25336-82 в широкое отверстие вискозиметра.

Для дальнейших испытаний эта порция фоторезиста непригодна.

После определения вязкости вискозиметр тщательно моют этилцеллозольвом, ацетоном, водой и хромовой смесью, приготовленной из двуххромовокислого калия по ГОСТ 4220-75 и серной кислоты по ГОСТ 4204-77. Затем многократно промывают дистиллированной водой по ГОСТ 6709-72, ополаскивают этиловым спиртом по ГОСТ 18300-87 и сушат в слабом потоке очищенного воздуха.

Расход спирта 15 см^3 .

Результаты испытаний считают положительными, если кинематическая вязкость фоторезиста соответствует требованиям п.2 таблицы 1 настоящих технических условий.

4.7. Определение толщины пленки фоторезиста

Определение толщины пленки фоторезиста проводят любым из трех предложенных далее методов, после сушки пленки до ее экспонирования.

Первые два метода (Метод 1 и Метод 2) являются оптическими. Используется микроинтерферометр Линника, типа МИИ-4 или аналогичный. Метод 3 использует профилограф-профилометр.

Толщина пленки фоторезиста является определяющей в процессах фотолитографии и на практике может представляться геометрической толщиной в мкм (по методам 1 и 3), или в числах длин волн, укладываемых в оптическую толщину пленки (по Методу 2).

При сушке пленки меняется содержание остаточных растворителей, показатель преломления (n), геометрическая толщина (d). Таким образом, геометрическая толщина пленки только косвенно определяет свойства фоторезиста.

Оптическая толщина пленки $2nd$ может быть определена независимо от состояния пленки фоторезиста после сушки по числу длин волн, укладываемых в оптическую толщину пленки (по Методу 2).

4.7.1. Оптические методы.

При испытаниях руководствуются инструкцией по эксплуатации микроинтерферометра МИИ-4.

Погрешность интерференционных измерений линейных размеров указана в паспорте прибора и является наименьшей из всех известных методов измерений размеров и длин, сопоставимых с длиной волны в видимой области спектра.

4.7.1.1. Метод 1.

Метод предназначен для определения толщины пленки фоторезиста на микроинтерферометре.

Принцип измерения

Метод основан на измерении сдвига интерференционных полос, образующихся при взаимодействии двух световых пучков, один из которых отражается от поверхности пленки алюминия, напыленной на пленку фоторезиста, а другой - от поверхности пленки алюминия, напыленной на подложку.

4.7.1.1.1. Оборудование, материалы, реактивы

Пост вакуумный универсальный ВУП-4 по ТУ 25-05-1771-75 или аналогичный, позволяющий напылять пленку алюминия толщиной 0,1-0,2 мкм.

Микроинтерферометр Линника МИИ-4 по ТУ 3-3.1145-81 или аналогичный.

Проволока вольфрамовая марки ВА по ОСТ 11021.002-76 диаметром 1,0 мм.

Проволока из алюминия марки А-995 по ТУ 48-21-574-77 диаметром 0,35-0,50 мм.

Батист, отбеленный по ГОСТ 8474-80, салфетки размером 100x100мм.

Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300-87, высший сорт.

4.7.1.1.2. Подготовка к испытанию.

На пластину с изображением рисунка, полученного по п.4.5.3 напыляют пленку алюминия толщиной 0,1-0,2 мкм согласно инструкции по эксплуатации поста вакуумного универсального. В качестве испарителя используют вольфрамовую проволоку. Перед напылением подколпачное резиновое уплотнение протирают батистовой салфеткой, смоченной этиловым спиртом.

Расход спирта 10 см³.

4.7.1.1.3. Проведение испытания

Толщину пленки фоторезиста (рис. 3) измеряют на микроинтерферометре, руководствуясь инструкцией по эксплуатации.

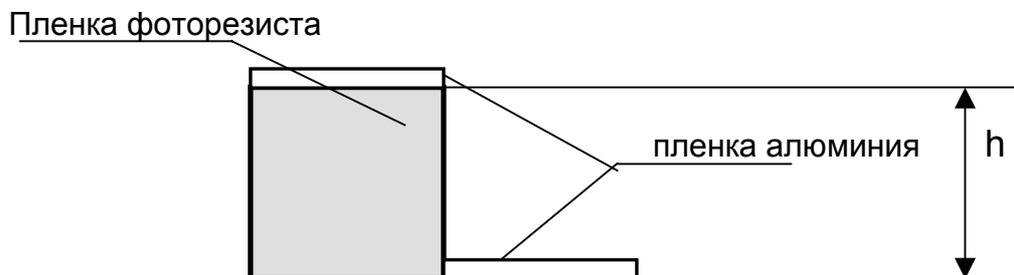


Рис.3. Измерение толщины пленки на микроинтерферометре МИИ-4.

4.7.1.1.4. Обработка результатов.

Толщину пленки фоторезиста определяют по формуле:

$$h = 0,27 * \frac{N_1 - N_3}{N_1 - N_2} \quad (2)$$

где h - толщина пленки фоторезиста, мкм;

$N_1 - N_2$ - величина интервала между полосами, выраженная в делениях барабана окулярного микрометра;

0,27 - коэффициент при работе с белым светом, мкм;

N_3 - величина изгиба полосы, выраженная в делениях барабана окулярного микрометра.

Результаты испытания считают положительными, если толщина пленки фоторезиста соответствует п.7 табл.1 настоящих технических условий.

4.7.1.2. Метод 2

предназначен для определения «толщины пленки» фоторезиста, выраженного в числе длин волн, укладываемых в оптической толщине пленки.

Метод 2 отличается простотой исполнения и пригоден для быстрого экспресс - контроля толщины и воспроизводимости толщин пленок в цеховых условиях.

4.7.1.2.1. Принцип измерения

Метод основан на интерференции света в тонких прозрачных пленках на отражение.

Толщина пленки фоторезиста измеряется количеством (числом) заданной длины волны света зондирующего излучения, укладываемой в ее оптическую толщину "2nd", согласно формулам (1) или (2) .

В пленке фоторезиста на кремниевой подложке, методом фотолитографии формируется канавка с наклонным краем, которая становится точным интерференционным прибором - "тонкой пленкой переменной толщины".

В МИИ-4, используемого как микроскоп, на наклонной поверхности края канавки в пленке фоторезиста, наблюдают интерференционные полосы (полосы равной толщины локализованные на наклонной поверхности пленки). Интерференцию наблюдают в зеленом монохроматическом свете интерференционного фильтра осветителя МИИ-4.

Визуально отсчитывают число полос (m) интерференции, целых или полуцелых, укладываемых на наклонном участке края канавки от подложки до поверхности пленки фоторезиста. Отсчитывается число интервалов между светлыми полосами, в том числе от светлой подложки (целое число) и последняя половина интервала, если поверхность пленки наблюдается темной (полуцелое число).

При измерении на не окисленном кремнии результат представляют в виде числа $N = (m - \varphi)$: от полученного числа (m) отнимают $\varphi=0,5$.

При измерении на диэлектриках $\varphi=0$ и результат представляют в виде полученного целого или полуцелого числа (m).

Оптическая толщина пленок определяется из выражения:

$$2 * n * d = (m - \varphi) * L \quad (1)$$

где:

d - геометрическая толщина пленки фоторезиста, мкм;

n - показатель преломления пленки фоторезиста, $n \sim 1,52$;

m - порядок интерференции: целое или полуцелое число длин волн, укладываемых в оптической толщине ($2 * n * d$) пленки фоторезиста;

L - длина волны в мкм, зеленого или желтого интерференционного светофильтра в осветителе микроинтерферометра МИИ-4, согласно паспорту; например, у зеленого светофильтра к МИИ-4 $L = 0,534$ мкм или аналогичная длина волны зеленого светофильтра;

φ - потеря фазы при отражении света на границе раздела между подложкой и пленкой фоторезиста;

$\varphi = 0,5$ - на не окисленном Si или металлической отражающей поверхности;

$\varphi = 0$ - на диэлектриках: стекло, SiO_2 , и т.п.

Можно видоизменить формулу (1) в формулу (2):

$$N = (m - \varphi) = \frac{2 * n * d}{L} \quad (2)$$

Согласно выражению (2), число длин волн (или полос равной толщины), укладываемых в оптической толщине ($2 * n * d$) пленки фоторезиста не вычисляют, а определяют прямым подсчетом на реальной, пленке (диэлектрическом покрытии) и полученный результат используют как "мера толщины пленки". При этом не нужно определять показатель преломления и геометрическую толщину пленки. При измерениях задается только длина волны монохроматического зондирующего света в видимой области спектра (например: зеленый или желтый в осветителе МИИ-4, длина волны He-Ne ОКГ известная точно как 0,6328 мкм, или линии ртутного спектра, свет, отфильтрованный через монохроматор и т.п.).

Значение погрешности визуального определения расстояния между светлой и темной полосой последнего пол-интервала составляет:

-не более $\pm 1/4$ ширины интерференционной полосы или выраженная в мкм для $L=0,534$ мкм и $n=1,52$:

-не более $L/8n$ согласно формуле (1):

$$\Delta d = \pm \left(\frac{1}{4} * \frac{L}{2n} \right) \approx \pm 0,044 \text{ мкм}$$

При необходимости измеряемая толщина пленки может быть пересчитана в (мкм) по формуле (3), полученной на основании формулы (1):

$$d = \frac{(m - \varphi) * L}{2n} = (m - 0,5) * 0,176 \text{ мкм} \quad (3)$$

где: $n = 1,52$; $L = 0,534$ мкм; $\varphi = 0,5$ на не окисленном кремнии.

4.7.1.2.2. Оборудование, материалы, реактивы

Микроинтерферометр Линника МИИ-4 по ТУ 3-3.1145-81 или аналогичный.

Кремний полированный не окисленный - для полупроводниковых приборов: марка, тип, размер не нормируются.

4.7.1.2.3. Подготовка к испытаниям

На кремниевой полированной не окисленной пластине методом центрифугирования при (3000 + 300) об/мин формируют пленку фоторезиста. Сушат на воздухе 20 мин при комнатной температуре, затем в сушильном шкафу 20 мин при температуре (95 + 3) °С. После сушки в шкафу пленку фоторезиста выдерживают на воздухе 20 мин при комнатной температуре и затем направляют на формирование ступеньки с наклонным краем методом фотолитографии.

В пленке фоторезиста, на подложке, методом фотолитографии формируется ступенька или канавка глубиной до подложки, с пологими (наклонными) краями. Длина пологого края ступеньки или канавки должна быть от 5 до 20 толщин пленки фоторезиста и вмещаться в поле зрения МИИ-4 (оценивается визуально по изображению в микроскопе).

Ступеньку с пологим (наклонным) краем получают после экспонирования и проявления, "нерезкого края" на границе тени за непрозрачным экраном из металлической фольги.

При экспонировании, экран закрывает часть пленки фоторезиста, а его край приподнят, примерно на 1,5-2,0 мм от поверхности пленки фоторезиста. Проявление ведут в проявителе.

Проявленную пленку фоторезиста, с полученной ступенькой и с пологим (наклонным) краем (рис. 4) промывают в дистиллированной воде, сушат на центрифуге, а затем направляют на интерференционные измерения толщины.

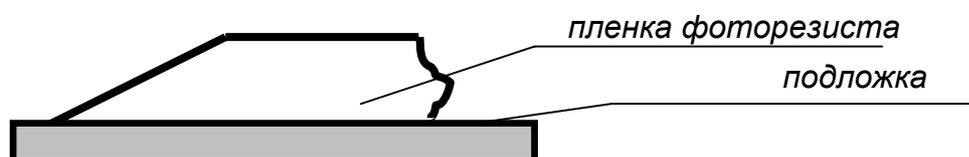
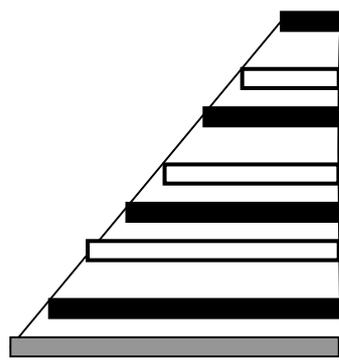


Рис.4 Формирование ступеньки фоторезиста с наклонным краем

4.7.1.2.4. Проведение испытания.

В МИИ-4 на пологом наклонном краю ступеньки пленки фоторезиста визуально отсчитывают целое или полуцелое число интерференционных полос (m) равной толщины (темных и/или светлых), укладываемых в измеряемую толщину пленки фоторезиста в свете зеленого интерференционного фильтра, встроенного в осветителе микроинтерферометра.

Пример:



m

3,5 :4-я темная полоса на поверхности пленки=1/2 светлой.

3,0 :3-я светлая полоса

3-я темная полоса

2,0 :2-я светлая полоса

2-я темная полоса

1,0 :1-я светлая полоса

:1-я темная полоса

:поверхность подложки

Итого: $m = 3,0 + 1/2 = 3,5$ полосы, отсчитанные в пленке на МИИ-4

4.7.1.2.5. Обработка результатов

Толщину пленки фоторезиста представляют в числах интерференционных полос отсчитанных в МИИ-4 в пленке на не окисленном кремнии согласно выражению (2).

По приведенному примеру:

$$N = (m - \varphi) = (3,5 - 0,5) = 3,0 \text{ полосы.}$$

Погрешность измерения составляет $\pm 1/4$ интерференционной полосы (независимо от толщины пленки).

Результаты испытаний считаются удовлетворительными, если толщина пленки фоторезиста соответствует п. 4, таблицы. 1 настоящих ТУ.

Для сопоставления измеренной толщины пленки в числах N с общепринятой геометрической толщиной d в мкм на не окисленном кремнии вычисляют по формуле (3):

$$d = N * 0,176 \text{ мкм} = (m - \varphi) * 0,176 \quad (3)$$

в приведенном примере толщина пленки, в мкм, измеренная на длине волны $L = 0,534$ мкм, на не окисленном кремнии ($\varphi = 0,5$), оценивается величиной:

$$d = (3,5 - 0,5) * 0,176 \approx 0,528 \text{ мкм}$$

Примеры для различных величин N приведены в приложении 4.

и аналогично, например:

4.7.2. Профилографический метод.

Метод предназначен для определения толщины пленки фоторезиста на профилографе - профилометре.

4.7.2.1. Принцип измерения

Метод основан на принципе сканирования по исследуемой поверхности алмазной иглой и преобразования колебаний иглы в изменение напряжения индуктивным методом.

4.7.2.2. Оборудование

Профилограф - профилометр по ГОСТ 19300-86.

4.7.2.3. Проведение испытания

Пластины, с изображением рисунка, полученного по п. 4.5.3 закрепляют на призме профилографа - профилометра при помощи вакуумированного столика таким образом, чтобы при движении датчика пластина оставалась неподвижной. Устанавливают режим работы на профилографе:

вертикальное увеличение 20000, скорость трассирования датчика 0,6 мм/мин, скорость перемещения бумаги на записывающем приборе 30 мм/мин. В соответствии с инструкцией по эксплуатации профилографа измеряют толщину пленки (высоту ступеньки профилограммы) в пяти любых точках на линиях, соединяющих между собой модули изображения фотошаблона-теста (рис. 5).

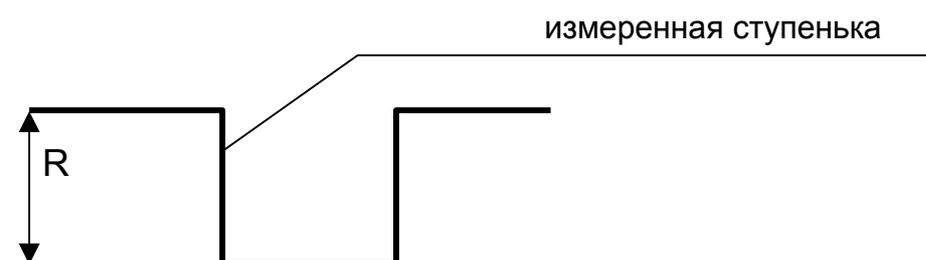


Рис.5. Измерение толщины пленки на профилографе - профилометре

4.7.2.4. Обработка результатов

Толщину пленки вычисляют по формуле:

$$h = \frac{\sum_{i=1}^n Ri * 1000}{20000 * n} \quad (3)$$

где h - толщина пленки фоторезиста, мкм;

$\sum_{i=1}^n Ri * 1000$ - сумма значений величины ступенек на профилограмме для пяти замеров, в мкм;

20000 - вертикальное увеличение профилографа;

n - число замеров.

Результаты испытаний считают положительными, если толщина пленки фоторезиста соответствует требованиям п.4 таблицы. 1 настоящих технических условий.

4.8. Определение устойчивости пленки фоторезиста к проявителю.

4.8.1. Оборудование, реактивы

Термометр лабораторный №2 с диапазоном измерения температуры от 0 до 100 °С и ценой деления шкалы 1 °С по ТУ 25-2021.003-88 или аналогичный.

Секундомер механический по ТУ 25-1894.003-90.

Проявитель, приготовленный по п.4.5.2.1

4.8.2. Проведение испытания

Испытания проводят на трех пластинах, подготовленных по п.4.4.3. Пластину с пленкой фоторезиста погружают в ванну с 80 см³ проявителя при температуре 19-21 °С и включают секундомер. По секундомеру фиксируют время растворения пленки фоторезиста.

4.8.3. Обработка результатов

Устойчивость пленки фоторезиста в проявителе определяют по формуле:

$$t_{cp} = \frac{\sum_{i=1}^3 t_i}{3} \quad (4)$$

где t_{cp} - устойчивость пленки фоторезиста к проявителю, сек;

t_i - время устойчивости пленки фоторезиста на i -й пластине, сек.

Результаты испытаний считают положительными, если устойчивость пленки фоторезиста к проявителю соответствует требованиям п.5 таблицы.1 настоящих технических условий.

5. ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

5.1. Транспортирование

Фоторезист перевозят всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта.

При транспортировании следует обеспечить поддержание температуры фоторезиста (20 ± 5) °С.

5.2. Хранение

Фоторезист хранят в упаковке предприятия-изготовителя в закрытом складском помещении, снабженном приточно-вытяжной вентиляцией, при температуре от 15 до 25 °С и относительной влажности воздуха не более 80%. Фоторезист следует предохранять от воздействия солнечного света, влаги, паров кислот и щелочей.

6. УКАЗАНИЯ ПО ПРИМЕНЕНИЮ

6.1. Работа с *Фоторезистом* должна проводиться в отдельном помещении, снабженном приточно-вытяжной вентиляцией, при следующих условиях окружающей среды:

температура воздуха (21 ± 5) °С;

относительная влажность воздуха от 35 до 60%.

6.2. Запрещается работать с фоторезистом вблизи открытых источников нагревания.

6.3. При работе с фоторезистом следует предохранять фоторезист от попадания влаги, паров кислот, щелочей, аммиака, механических и других примесей, защищать фоторезист от актиничного освещения.

6.4. Перед применением фоторезист фильтруют на фильтре "Владипор" или аналогичном с диаметром пор не более 0,2 мкм, устойчивом к растворителям, содержащим ацетатную группу. Срок использования фоторезиста после фильтрации устанавливается индивидуально каждым потребителем. По истечении этого времени фоторезист фильтруют повторно.

7. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

7.1. Предприятие-изготовитель гарантирует соответствие качества *Фоторезиста* требованиям настоящих технических условий при соблюдении условий транспортирования, хранения и применения.

7.2. Гарантийный срок хранения *Фоторезиста* 6 месяцев со дня изготовления.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1

Показатели фоторезиста (справочное приложение)

Таблица 3

№	Параметр	Единица измерений	Значение
1	Относительная скорость фильтрации, не более	отн. ед	0,01 (г-1)
2	Массовая доля воды, не более	%	1
3	Локальная разнотолщинность пленки, нм, не более	нм	10
4	Светочувствительность, мдж/см ² , не хуже	мдж/см ²	50
5	Термостойкость,	°С	130
6	Адгезия по 2 мкм элементу	хор.	хор.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2

ПЕРЕЧЕНЬ
ДОКУМЕНТОВ, НА КОТОРЫЕ ДАНЫ ССЫЛКИ В НАСТОЯЩИХ ТУ

ГОСТ 12.1.005-88	ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны
ГОСТ 12.1.007-76	ССБТ. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности
ГОСТ 12.1.044-89	ССБТ. Пожаровзрывоопасность веществ и материалов. Номенклатура показателей и методы их определения
ГОСТ 12.4.011-89	ССБТ. Средства защиты работающих. Общие требования и классификация
ГОСТ 12.4.021-75	ССБТ. Системы вентиляционные. Общие требования
ГОСТ 12.4.103-83	ССБТ. Одежда специальная защитная, средства индивидуальной защиты ног и рук. Классификация
ГОСТ 33-82	Нефтепродукты. Метод определения кинематической и расчет динамической вязкости
ГОСТ 3885-73	Реактивы и особо чистые вещества. Правила приемки, отбор проб, фасовка, упаковка и маркировка
ГОСТ 7376-89	Картон гофрированный
ГОСТ 13841-79	Ящики из гофрированного картона для химической продукции
ГОСТ 14192-77	Маркировка грузов
ГОСТ 14870-77	Методы определения содержания воды
ГОСТ 17622-72	Стекло органическое техническое
ГОСТ 18251-87	Лента клеевая на бумажной основе
ГОСТ 19433-88	Грузы опасные. Классификация и маркировка
ГОСТ 20477-86	Лента полиэтиленовая с липким слоем
ГОСТ 27025-86	Реактивы. Общие указания по проведению испытаний
ТУ 6-09-02-02-89	Буылки коричневого цвета БВЛ-1000

ТУ 6-09-5311-89 Средства укупорочные из полимерных материалов для стеклянной потребительской тары для химических реактивов

ТУ 6-09-5472-90 Тара стеклянная для химических реактивов и особо чистых веществ

ТУ 6-19-110-78 Тара из полимерных материалов для химических реактивов

ТУ 13-0281099-01-90 Бумага светонепроницаемая

Техническое описание и инструкция по эксплуатации устройства для нанесения фоторезиста в скафандре типа ЦНФ ДЕ 4.932-000 ТО.

Техническое описание и инструкция по эксплуатации электропечи диффузионной типа СДО.

Микроинтерферометр Линника МИИ-4. Техническое описание и инструкция по эксплуатации.

Техническое описание и инструкция по эксплуатации установки совмещения и экспонирования.

Пост вакуумный универсальный ВУП 4. Техническое описание и инструкция по эксплуатации.

Профилограф-профилометр. Техническое описание инструкция по эксплуатации.

Ротаметр типа РМ. Паспорт.

Фотошаблон-тест, черт.И6М7.409.605 НИИМЭ.

Фотошаблон-тест. Технологическая инструкция И60.045.309 ТИ НИИМЭ.

ПРИЛОЖЕНИЕ 3

ПЕРЕЧЕНЬ
ОБОРУДОВАНИЯ, МАТЕРИАЛОВ, ПОСУДЫ И РЕАКТИВОВ,
НЕОБХОДИМЫХ ДЛЯ КОНТРОЛЯ ФОТОРЕЗИСТА

Метрологическое оборудование

Люксметр, позволяющий замерить освещенность в пределах 40000-50000 Лк.

Микроинтерферометр Линника МИИ-4 по ТУ 3-3.1145-81 или аналогичный

Фотошаблон-тест, черт.И 6М7.409.557 НИИМЭ

Секундомер механический по ТУ 25-1894.003-90.

Профилограф - профилометр по ГОСТ 19300-86 или аналогичный.

Весы лабораторные 2 класса точности с пределом взвешивания до 200г по ГОСТ 24104-88.

Весы лабораторные квадрантные 4 класса модели ВЛК-500г-М по ТУ 25-06.1101-79 или аналогичные.

Термометры технические стеклянные ТТП N6 и ТТП N9 по ТУ 25-2021.010-89 или аналогичные.

Термометр лабораторный №2 с диапазоном измерения температуры от 0 до 100 °С и ценой деления шкалы 1 °С по ТУ 25-2021.003-88 или аналогичный.

Цилиндр 1-10, 1-25, 1-100 и 1-1000 по ГОСТ 1770-74.

Мензурка 1000 ГОСТ 1770-74.

Бюретки 1-2-25-0,1 и 3-2-50-0,1 по ГОСТ 20292-74.

Прочее оборудование и материалы

Электропечь диффузионная СДО-125/3-12,0 или аналогичная.

Устройство для нанесения фоторезиста в скафандре ЦНФ по ДЕМ1.142.000 ТУ или аналогичное.

Установка совмещения и экспонирования (УСЭ) типа ЭМ-576 или аналогичная.

Шкафы сушильные электрические, обеспечивающие температуру нагрева от 60 до 200 °С и до 350 °С.

Шприц "Sartorius" SM 16620 с фильтродержателем SM 16214 или аналогичный.

Ротаметр РМ-А-0,063 ГУЗ по ГОСТ 13045-81 с регулятором расхода воздуха РРВ-1.

Баня водяная лабораторная одноместная по ТУ 10-23-28-87.

Пост вакуумный универсальный ВУП-4 по ТУ 25-05-1771-75 или аналогичный.

Пинцет лабораторный по ТУ 45-6АО.005.088 ТУ-86 или аналогичный.

Пластины монокристаллического кремния диаметром 40 , 60 или 76 мм.

Манометр с верхним пределом измерений избыточного давления 160 кПа(1,6 кгс/см) и классом точности 1 по ГОСТ 2405-88.

Редуктор для регулирования давления азота с фильтром РДФ-3 по ТУ25.02.1898-75 или аналогичный.

Устройство для фильтрования жидких сред под давлением, каталожный № SM 16249 фирмы "Sartorius" Германия или аналогичное.

Проволока из алюминия марки А-995 диаметром 0,35-0,50 мм по ТУ 48-21-574-77.

Проволока вольфрамовая марки ВА по ОСТ 11.021-002-76 диаметром 1,0 мм.

Фильтры бумажные обеззоленные "синяя лента" по ТУ 6-09-1678-86.

Мембранный фильтр "Владипор" типа МФЦ N 2 по ТУ 6-05-1978-84.

Бязь хлопчатобумажная (отбеленная) по ГОСТ 11680-76, салфетки размером 100x100 мм.

Батист отбеленный по ГОСТ 8474-80, салфетки размером 100 x 100 мм.

Вата хлопчатобумажная.

Воронки В-36-80 ХС и В-100-150 ХС по ГОСТ 25336-82.

Стакан 7 ГОСТ 9147-80.

Стакан Н-2-500 ТХС ГОСТ 25336-82.

Банки полиэтиленовые БЦ-250 и БЦ-1000 по ТУ 6-19-110-78.

Цеолиты (молекулярные сита) типа КА или NaA по ТУ 38.102.81-88.

Стекловата.

Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300-87, высший сорт.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

Вода деионизованная ОСТ 11.029.003-80.

Кислота серная по ГОСТ 4204-77.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220-75.

Ацетон по ГОСТ 2603-79, ч.д.а.

1,4-Диоксан по ГОСТ 10455-80, ч.д.а.

Калия гидроокись, ГОСТ 24363-80, раствор с молярной концентрацией $c(\text{KOH})=1,0$ моль/дм³.

Кислород газообразный технический по ГОСТ 5583-78, первый сорт.

Азот газообразный технический по ГОСТ 9293-74, высший сорт.

ПРИЛОЖЕНИЕ 4

ОБРАЗЕЦ ПАСПОРТА

Предприятие-изготовитель ЗАО «Фраст-М»,

г. Москва

ФОТОРЕЗИСТ ПОЗИТИВНЫЙ ФП-051Ку-1,0

Паспорт

Партия № _____

массой _____ кг

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ДАННЫЕ

№	Наименование показателя	Ед. измерения	Норма	Фактически
1	Внешний вид фоторезиста	Прозрачная	жидкость красно-цвета	
2	Внешний вид пленки фоторезиста	Гладкая,	блестящая	
3	Кинематическая вязкость	сСт	11,0-21,0	
4	Разрешающая способность, не хуже	мкм	1,8	
5	Толщина пленки фоторезиста,	мкм	1,0-1,1	
6	Устойчивость пленки фоторезиста к проявителю, не менее	мин	30	

2. СВИДЕТЕЛЬСТВО О ПРИЕМКЕ

Фоторезист позитивный ФП-051Ку-1,0, партия № _____ массой _____ кг соответствует техническим условиям **ТУ Ф-11833392-0-2006** и признан годным для применения.

Дата выпуска _____

Штамп ОТК _____

Подпись _____

Предприятие-изготовитель ЗАО «Фраст-М»,

г. Москва

ФОТОРЕЗИСТ ПОЗИТИВНЫЙ ФП-051Ку-2,0

Паспорт

Партия № _____

массой _____ кг

3. ТЕХНИЧЕСКИЕ ДАННЫЕ

№	Наименование показателя	Ед. измерения	Норма	Фактически
1	Внешний вид фоторезиста	Прозрачная	жидкость красно-цвета	
2	Внешний вид пленки фоторезиста	Гладкая,	блестящая	
3	Кинематическая вязкость	сСт	21,0-41,0	
4	Разрешающая способность, не хуже	мкм	1,8	
5	Толщина пленки фоторезиста,	мкм	2,0-2,1	
6	Устойчивость пленки фоторезиста к проявителю, не менее	мин	30	

4. СВИДЕТЕЛЬСТВО О ПРИЕМКЕ

Фоторезист позитивный ФП-051Ку-2,0, партия № _____ массой _____ кг соответствует техническим условиям **ТУ Ф-11833392-0-2006** и признан годным для применения.

Дата выпуска _____

Штамп ОТК _____

Подпись _____

ПРИЛОЖЕНИЕ 5:

(к методу 2, п. 4.7.1.2.5.)

Расчет толщины пленки фоторезиста в мкм для различных значений $N=(m-\varphi)$:

Таблица 4

Значение "N"	Значение "m"	Толщина пленки, мкм
для N=2,5;	m=3,0;	$d=(3,0-0,5) \times 0,176 \approx 0,44$
для N=3,0;	m=3,5;	$d=(3,5-0,5) \times 0,176 \approx 0,529$
для N=3,5;	m=4,0;	$d=(4,0-0,5) \times 0,176 \approx 0,616$
для N=4,0;	m=4,5;	$d=(4,5-0,5) \times 0,176 \approx 0,704$
для N=4,5;	m=5,0;	$d=(5,0-0,5) \times 0,176 \approx 0,792$
для N=5,0;	m=5,5;	$d=(5,5-0,5) \times 0,176 \approx 0,880$
для N=5,5;	m=6,0;	$d=(6,0-0,5) \times 0,176 \approx 0,968$
для N=6,0;	m=6,5;	$d=(6,5-0,5) \times 0,176 \approx 1,056$
для N=6,5;	m=7,0;	$d=(7,0-0,5) \times 0,176 \approx 1,144$
для N=7,0;	m=7,5;	$d=(7,5-0,5) \times 0,176 \approx 1,232$
для N=7,5;	m=8,0;	$d=(8,0-0,5) \times 0,176 \approx 1,320$
для N=8,0;	m=8,5;	$d=(8,5-0,5) \times 0,176 \approx 1,408$
для N=8,5;	m=9,0;	$d=(9,0-0,5) \times 0,176 \approx 1,496$
для N=9,0;	m=9,5;	$d=(9,5-0,5) \times 0,176 \approx 1,584$
для N=9,5;	m=10,0;	$d=(10,0-0,5) \times 0,176 \approx 1,672$
для N=10,0;	m=10,5;	$d=(10,5-0,5) \times 0,176 \approx 1,760$
для N=11,0;	m=11,5;	$d=(11,5-0,5) \times 0,176 \approx 1,936$
для N=12,0;	m=12,5;	$d=(12,5-0,5) \times 0,176 \approx 2,112$
для N=13,0;	m=13,5;	$d=(13,5-0,5) \times 0,176 \approx 2,288$
для N=14,0;	m=14,5;	$d=(14,5-0,5) \times 0,176 \approx 2,464$
для N=15,0	m=15,5;	$d=(15,5-0,5) \times 0,176 \approx 2,64$ мкм

При длине волны L интерференционного фильтра, отличного от зеленого (0,534 нм по паспорту) результаты расчетов могут корректироваться.

ПРИЛОЖЕНИЕ 6:

Зависимость толщины пленки от числа оборотов

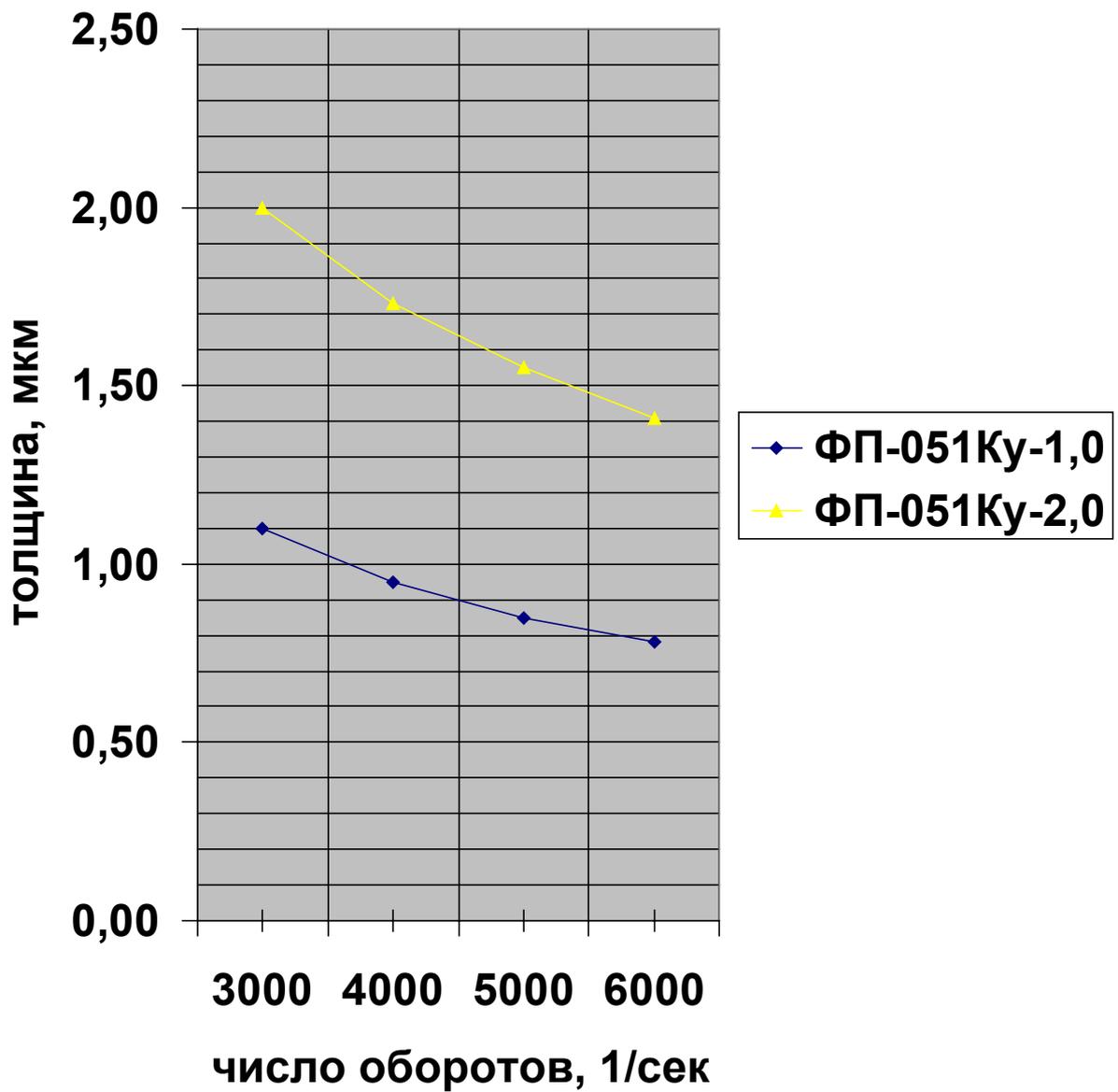


Рис. 6

ПРИЛОЖЕНИЕ 7:**Оптимизация процесса задубливания пленки фоторезиста.**

Для сохранения вертикального профиля рисунка рекомендуется введение следующих стадий термозадубливания пленки фоторезиста.

Термозадубливание проводится в три стадии:

Таблица 5

№	Температура, °С	Время, мин.
1	110 ± 1,5	15
2	120 ± 1,5	15
3	130 ± 1,5	15

ПРИЛОЖЕНИЕ 8:

РЕКОМЕНДАЦИИ ПО ОПТИМИЗАЦИИ ФОТОЛИТОГРАФИЧЕСКОГО ПРОЦЕССА**ФОРМИРОВАНИЕ ПЛЕНКИ ФОТОРЕЗИСТА***1. Режимы формирования пленки фоторезиста:*

◆ температура окружающей среды, °С	20 ± 2;
◆ температура раствора фоторезиста, °С	20 ± 2;
◆ скорость вращения ротора центрифуги, об/мин	3000 ± 50
◆ время центрифугирования, сек	40.

В фоторезист введена специальная добавка, обеспечивающая высокую степень однородности пленки по толщине. Локальная разнотолщинность пленки не превышает 10 нм.

Номинальное значение толщины пленки фоторезиста, указанное в таблице 1 для стандартных условий (скорость вращения центрифуги 3000 ± об/мин, время вращения 40 сек, температура 21 °С, влажность 45 % и т.д.). Такая толщина пленки не обязательно будет формироваться в условиях потребителей.

Толщина пленки существенно зависит от вариации скорости вращения центрифуги. Эта зависимость описывается простой формулой:

$$\text{Толщина (мкм)} = \text{const} / (\text{скорость})^{1/2}$$

Величина const определяется одним замером толщины пленки фоторезиста при фиксированной скорости вращения центрифуги для данных условий.

Зависимость толщины пленки для фоторезиста ФП-051Ку представлена на графике (см. приложение 6).

2. Предварительная сушка пленки фоторезиста:

◆ температура в конвективном шкафу, °С	90;
◆ время сушки, мин	30

Назначение предварительной сушки – это удаление растворителя и таким образом высушивание резистивной пленки. Из-за высокой точки кипения растворителя, входящего в состав фоторезиста (>130 °С), растворитель всегда остается в небольших количествах в высушенной пленке (от нескольких процентов до 10%). Этот остаточный растворитель влияет на скорость растворения экспонированного фоторезиста и, следовательно, на светочувствительность. Поэтому условия предварительной сушки

должны хорошо контролироваться для воспроизводимого технологического процесса.

Если фоторезист подвергается в течение длительного периода времени воздействию высоких температур выше 100°C , то светочувствительный нафтохинондиазид термически разлагается и литографическая эффективность пленки падает. Поэтому температура в конвективном шкафу 90°C и время сушки 30 минут являются нормальными.

Необходимо обратить внимание, что сушильный шкаф должен быть конвективным с принудительной циркуляцией. В противном случае время сушки возрастает на время, необходимое для достижения в шкафу без конвекции стационарной температуры 90°C .

Ситуация меняется, если сушка осуществляется на горячей плите. В этом случае время сушки укорачивается обычно до 40-50 сек. Так как кремний является хорошим проводником тепла, то равновесная температура достигается уже примерно через 10 сек. По этой причине температура сушки на горячей плите обычно на $10-20^{\circ}\text{C}$ выше, чем в печи.

Приемлемые условия сушки на горячей плите – это 110°C в течение 45 сек.

Экспонирование:

- | | |
|---|----------------------------------|
| ◆ источник излучения | ртутная лампа высокого давления; |
| ◆ освещенность в плоскости экспонирования | 15-20 тыс. люкс |
| ◆ область спектральной чувствительности | 310 - 440 нм |
| ◆ время экспонирования | 20 –30 сек |

Все позитивные фоторезисты чувствительны к ультрафиолетовому свету, поэтому обычно используются ртутные лампы. Энергия света должна поглощаться фотоактивным соединением – нафтохинондиазидом. При экспонировании нафтохинондиазид превращается в инденкарбоновую кислоту. Эта кислота затем растворяется в щелочном проявителе.

Спектральная чувствительность фоторезиста определяется двумя факторами: ниже 310 нм новолачная смола, входящая в состав фоторезиста проявляет сильное поглощение, предотвращая проникновение ультрафиолетового света в пленку фоторезиста, выше 440 нм нафтохинондиазид проявляет слабое поглощение на «хвосте» вплоть до 475 нм, выше этих длин волн фоторезист совершенно прозрачен и не проявляет светочувствительности. Таким образом, все работы с пленкой фоторезиста могут проводиться при желтом освещении.

В вышеуказанном диапазоне длин волн есть три максимума эмиссии ртутной лампы при: 365 нм (i-линия), 405 нм (h-линия) и 436 нм (g-линия). Современные проекционные установки используют либо выделенную

фильтрами линию длин волн (главным образом g и i – линии), либо две, либо все три линии – широкополосное экспонирование.

Во время экспонирования поглощение светочувствительного нафтохинондиазида падает из-за превращения в инденкарбоновую кислоту. Это одна из причин, обеспечивающих высокую разрешающую способность позитивных фоторезистов с практически вертикальными стенками профиля. В начале экспонируемая зона поверхности пленки становится более прозрачной по сравнению с не экспонируемой зоной. Таким образом, на поверхности пленки формируется виртуальная фотомаска для экспонирования нижележащих слоев, превращение нафтохинондиазида протекает далее в пленке фоторезиста до подложки.

Экспонирование позитивного фоторезиста следует выполнять при контролируемых окружающих условиях, особенно относительной влажности и температуры. Это требование вытекает из того, что превращение нафтохинондиазида в проявляемую инденкарбоновую кислоту требует одной молекулы воды на одну молекулу нафтохинондиазида. Если воды нет, то нафтохинондиазид сшивается в нерастворимое соединение, экспонированные зоны пленки не будут проявляться в проявителе. Необходимая для реакции вода не содержится в пленке, а адсорбируется как влага из атмосферы. По этой причине фоточувствительность фоторезиста резко падает при относительной влажности менее 30%.

Верхний предел относительной влажности не определяется самим фоторезистом, однако, если относительная влажность выше 60%, на поверхности подложки будет абсорбироваться слишком много воды, что в конечном итоге приводит к потере адгезии фоторезиста. По этой причине можно рекомендовать относительную влажность на уровне 45%. Гигроскопичную поверхность подложки можно обрабатывать HMDS до нанесения фоторезиста.

Оптимизация условий экспонирования для фоторезиста ФП-051Ку приведена в разделе оптимизация.

Пост – экспозиционная сушка (до проявления).

В большинстве случаев нет необходимости в пост - экспозиционной сушке. Экспонированный фоторезист может проявляться немедленно после экспонирования. Однако в некоторых случаях литографическая эффективность может быть улучшена путем применения пост - экспозиционной сушки (после экспонирования и до проявления).

Особенно это касается экспонирования монохроматическим светом (степеры g - и i – линии). Энергия света, поглощаемая слоями фоторезиста, меняется по толщине пленки. Эта вариация обусловлена в первую очередь интерференцией падающего и отраженного от подложки

света. В результате этого явления образуются так называемые «стоячие волны», видимые вдоль профиля стенки с помощью электронного микроскопа.

Так как большинство поверхностей вызывают фазовый сдвиг волны на 180° для отраженного света, то на поверхности раздела фоторезист-подложка будет наблюдаться минимум интенсивности света. Если поверхностный слой подложки является прозрачным (окись кремния), то становится существенным толщина слоя окиси кремния. В результате этого явления на подложке может оставаться тончайший «налет» слабо экспонированного фоторезиста, который не удаляется при проявлении.

Для удаления этого слоя приходится прибегать к существенному переэкспонированию фоторезиста. Стоячие волны являются видимой частью интерференционного эффекта. Этот эффект приводит к значительному изменению дозы экспонирования при изменении толщины пленки вдоль поверхности. Изменение толщины на 65 нм (четверть длины волны g – линии) может привести к 20% изменению дозы экспонирования. Для i -линии и ДУФ-фоторезистов этот эффект еще сильнее. Такие изменения толщины пленки наблюдаются на любой поверхности.

Эти эффекты могут быть минимизированы с помощью пост - экспозиционной сушки. Температура для этой сушки должна быть на 20°C выше температуры предварительной сушки, а время около 45 – 60 сек. В процессе этого нагрева происходит до определенной степени диффузия экспонированного и не экспонированного нафтохинондиазида и в результате наблюдается выравнивание различий в скорости растворения и, таким образом выглаживание профиля фоторезиста. Чем выше разность температур между предварительной сушкой и пост – экспозиционной сушкой, тем быстрее процесс диффузии.

Однако температура пост – экспозиционной сушки не должна превышать 130°C , чтобы избежать значительного термического разложения нафтохинондиазида. Наилучшее решение 110°C в течении 50 сек. Кроме того введение пост – экспозиционной сушки улучшает адгезию и термическую стабильность профиля фоторезиста.

Проявление

- ◆ проявитель 1% раствор КОН
- ◆ время проявления в свежем проявителе 65 – 70 сек

Экспонированные области фоторезиста растворяются на стадии проявления. Условия проявления определяются прежде всего типом фоторезиста. Каждая марка фоторезиста имеет оптимальное время проявления. В большинстве случаев время проявления находится в пределах 20 – 50 сек, только фоторезисты большой толщины (> 2 мкм)

требуют большего времени проявления. Температура проявления сама по себе не является критической и обычная комнатная температура (20 – 25 °С) является приемлемой, однако для воспроизводимости процесса важно поддерживать температуру проявителя постоянной в пределах ± 1 °С.

Задубливание

Цель стадии задубливания - это дальнейшая стабилизация пленки фоторезиста перед травлением. Обычная температура 130 °С в течение 30 минут в конвективном шкафу. На стадии задубливания удаляется остаточный растворитель, происходит термическое разложение нафтохинондиазида и структурирование пленки фоторезиста. Эти процессы улучшают адгезию и стойкость пленки к травителям.

Необходимо иметь в виду два фактора:

1. Термический шкаф должен обязательно иметь принудительную конвекцию, чтобы время нагрева пленки до температуры задубливания было минимальной. В противном случае время задубливания необходимо увеличить.
2. Задубливание необходимо осуществлять непосредственно перед травлением (максимум за 2 часа). Если этот период длиннее, то задубливание необходимо повторить перед травлением.

При плазмохимическом травлении с целью наилучшего сохранения профиля рисунка рекомендуется три степени задубливания:

I ступень: 110 °С	15 мин
II ступень: 120 °С	15 мин
III ступень: 140 °С	15 мин.

Оптимизация.

Экспонирование осуществляется параллельным, полным светом лампы ДРШ-350 при освещенности света в плоскости пленки фоторезиста 15.000 – 20.000 люкс. На практике используют ртутные лампы разной мощности, полный или монохроматический свет, освещенность меняется в процессе старения лампы, часть световой энергии поглощается фотошаблоном, люксметры требуют постоянной калибровки. Поэтому возникает важный вопрос об оптимальном времени экспонирования. Время экспонирования и время проявления тесно связаны между собой.

Недостаточное время экспонирования требует в последующем перепроявления фоторезиста.

Для фоторезистов с небольшим контрастом (малая устойчивость пленки фоторезиста) недостаточное экспонирование можно частично выправить

перепроявлением. Однако разрешение фоторезиста при этом падает, профиль стенок фоторезиста становится более пологим. Для высококонтрастных фоторезистов необходима оптимизации времен экспонирования и проявления, при этом достигается практически вертикальность профиля стенок фоторезиста.

Фоторезист ФП-051Ку являются контрастным фоторезистом, требующими оптимального выбора времени экспонирования. При недостаточном времени экспонирования пленка фоторезиста будет проявляться очень долго.

Время экспонирования фоторезиста ФП-051Ку составляет примерно 65-70 сек. (при освещенности света в плоскости пленки фоторезиста 15.000 – 20.000 люкс).

Исходя из этих данных, подбирают требуемое время экспонирования фоторезиста для конкретных аппаратных условий. Если время экспонирования недостаточно, то пленка будет проявляться более длительное время. Если время экспонирования велико, то время проявление сокращается, но это нежелательно с точки зрения производительности процесса.

Ведущий научный сотрудник _____Юдина В.И.

ОКП 237820

УДК 776.3.665.225

Группа Э 10

Зарегистрировано

СОГЛАСОВАНО

Директор ООО "Элма-Хим"

И.Н. Агафонова

" ____ " ____ 2019 г.

УТВЕРЖДАЮ

Генеральный директор

ООО "Фраст-М"

Д.Б. Аскеров

" ____ " ____ 2019 г.

СОГЛАСОВАНО

Директор ООО "Редхимкомплект"

В.В. Зацепилин

" ____ " ____ 2019 г.

СОГЛАСОВАНО

ИЗВЕЩЕНИЕ № 2

об изменении ТУ Ф-11833392-0-2006

на серию позитивных фоторезистов

ФП-051Ку-1,0 и ФП-051Ку-2,0

Дата введения _____

Фотолитограф:

В.И. Юдина

" ____ " ____ 2019 г.

Гл. технолог:

И.Е. Сулейманов

" ____ " ____ 2019 г.

г. Москва

П. 7. «Гарантии изготовителя».

7.1. Предприятие-изготовитель гарантирует соответствие качества Фоторезиста требованиям настоящих технических условий при соблюдении условий транспортирования, хранения и применения.

7.2. Гарантийный срок хранения Фоторезиста 6 месяцев со дня изготовления.

Изложить следующим образом:

«Предприятие-изготовитель гарантирует соответствие качества Фоторезиста требованиям настоящих технических условий при соблюдении условий транспортирования, хранения и применения.

Гарантийный срок хранения фоторезиста составляет 12 (двенадцать) месяцев со дня изготовления».

Пояснительная записка

Настоящее изменение ТУ Ф-11833392-0-2006 на серию позитивных фоторезистов ФП-051Ку-1,0 и ФП-051Шу-2,0 введено в связи с успешным завершением серии научно – исследовательских работ по оптимизации состава фоторезиста с целью увеличения гарантийного срока хранения.

Генеральный директор

Д.Б. Аскеров.