

ОКПД 2 20.59.12.120

УДК 776.3.665.225

ОКС 71.080.99

УТВЕРЖДАЮ

Генеральный директор

ООО "Фраст-М"

_____ Д.Б. Аскеров

" ____ " _____ 2018 г.

ФОТОРЕЗИСТ ПОЗИТИВНЫЙ

ФП-2550

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ТУ 20.59.12-019-18567185-2018

Дата введения _____

Срок действия: не ограничен.

СОГЛАСОВАНО	РАЗРАБОТАНО
<p>Директор ООО «ЭЛМА-ХИМ» _____ И.Н. Агафонова « ____ » _____ 2018 г.</p>	<p>Гл. технолог ООО «Фраст-М» _____ И.Е. Сулейманов « ____ » _____ 2018 г.</p>
<p>Директор ООО «Редхимкомплект» _____ В.В. Зацепилин « ____ » _____ 2018 г.</p>	<p>Фотолитограф ООО «Фраст-М» _____ В.И. Юдина « ____ » _____ 2018 г.</p>

Москва 2018

СОДЕРЖАНИЕ

ВЕДЕНИЕ	<i>стр. 4</i>
1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ	<i>стр. 5</i>
1.1. Требования к хранению	<i>стр. 5</i>
1.2. Маркировка	<i>стр. 6</i>
1.3. Упаковка	<i>стр. 6</i>
2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ	<i>стр. 7</i>
3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ	<i>стр. 8</i>
3.1. Приёмо-сдаточные испытания	<i>стр. 8</i>
3.2. Типовые испытания	<i>стр. 10</i>
4. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ	<i>стр. 10</i>
4.1. Общие положения	<i>стр. 10</i>
4.2. Методы отбора проб	<i>стр. 10</i>
4.3. Контроль внешнего вида фоторезиста	<i>стр. 11</i>
4.4. Определение кинематической вязкости	<i>стр. 11</i>
4.5. Определение ширины воспроизводимого элемента	<i>стр. 11</i>
4.5.1. Оборудование, материалы, посуда и реактивы	<i>стр. 11</i>
4.5.2. Подготовка к испытаниям	<i>стр. 12</i>
4.5.2.1. Приготовление проявителя	<i>стр. 12</i>
4.5.2.2. Формирование плёнки фоторезиста	<i>стр. 13</i>
4.5.2.3. Проведение испытаний	<i>стр. 13</i>
4.6. Определение толщины пленки	<i>стр. 14</i>
4.6.1. Оптические методы	<i>стр. 15</i>
4.6.1.1 Оптический метод 1	<i>стр. 15</i>
4.6.1.1.1. Принцип измерения	<i>стр. 15</i>
4.6.1.1.2. Оборудование, материалы, реактивы	<i>стр. 15</i>
4.6.1.1.3 Подготовка к испытаниям	<i>стр. 15</i>
4.6.1.1.4. Проведение испытаний	<i>стр. 16</i>
4.6.1.1.5. Обработка результатов	<i>стр. 16</i>
4.6.1.2 Оптический метод 2	<i>стр. 16</i>
4.6.1.2.1. Принцип измерения	<i>стр. 17</i>
4.6.1.2.2. Оборудование, материалы, реактивы	<i>стр. 18</i>
4.6.1.2.3. Подготовка к испытаниям	<i>стр. 18</i>

4.6.1.2.4. Проведение испытаний	стр. 19
4.6.1.2.5. Обработка результатов	стр. 20
4.6.2. Профилографический метод	стр. 20
4.6.2.1. Принцип измерения	стр. 20
4.6.2.2. Оборудование	стр. 20
4.6.2.3. Проведение испытаний	стр. 21
4.6.2.4. Обработка результатов	стр. 21
4.7. Определение устойчивости пленки фоторезиста к проявителю	стр. 21
4.7.1. Оборудование, реактивы	стр. 22
4.7.2. Проведение испытаний	стр. 22
4.7.3. Обработка результатов	стр. 22
5. ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ	стр. 22
5.1. Транспортирование	стр. 22
5.2. Хранение	стр. 23
6. УКАЗАНИЯ ПО ПРИМЕНЕНИЮ	стр. 23
7. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ	стр. 23
Приложение 1. Перечень документов	стр. 24
Приложение 2. Перечень оборудования и материалов	стр. 27
Приложение 3. Образец паспорта	стр. 31
Приложение 4. Примеры расчета толщины пленки	стр. 32
ЛИСТ РЕГИСТРАЦИИ ИЗМЕНЕНИЙ.	стр. 33

ВВЕДЕНИЕ.

Настоящие технические условия разработаны на фоторезист позитивный ФП-2550, именуемый в дальнейшем как «Фоторезист», предназначенный для глубинного травления кремния, германия при производстве полупроводниковых приборов.

Позитивный фоторезист ФП-2550 представляет собой композицию состава:

Светочувствительный продукт,

Фенолформальдегидные смолы

Растворители: N,N-Диметилформамид; 1,4-диоксан; бутиловый эфир уксусной кислоты (бутилацетат).

N,N-диметилформамид является канцерогеном, при постоянном контакте с кожными покровами вызывает дерматит, онемение пальцев рук. Проявляет общетоксическое и эмбриотоксическое воздействие на организм. Вызывает поражение печени, почек, сердца. N,N-диметилформамид – ПДК в воздухе рабочей зоны 10 мг/м^3 , 2 класс опасности по ГОСТ 12.1.005-88.

1,4-диоксан является ядом наркотического действия, избирательно влияет на почки, печень, вызывает раздражение носоглотки, насморк, кашель, раздражение глаз. 1,4-диоксан обладает кумулятивными свойствами.

1,4-диоксан – ПДК 10 мг/м^3 , 3 класс опасности по ГОСТ 12.1.005-88.

Бутилацетат – бесцветная или слегка желтоватая жидкость с приятным фруктовым запахом. Оказывает раздражающее воздействие на глаза и слизистые оболочки.

Разовая и среднесуточная ПДК составляет – $0,1 \text{ мг/см}^3$.

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-2550, ТУ 20.59.12-019-18567185-2018.

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

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ.

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

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

Таблица 1. Параметры «Фоторезиста»

<i>№ п/п</i>	<i>Наименование параметров и характеристик</i>	<i>Норма</i>
<i>1</i>	<i>Внешний вид</i>	<i>Вязкая жидкость красно-коричневого цвета, без осадка</i>
<i>2</i>	<i>Кинематическая вязкость, при температуре $20\pm 0,5^{\circ}\text{C}$, сСт.</i>	<i>52,0÷75,0</i>
<i>3</i>	<i>Ширина воспроизводимого элемента, мкм</i>	<i>20,0</i>
<i>4</i>	<i>Толщина пленки фоторезиста, при ее формирования на центрифуге с частотой $2000\pm 200 \text{ мин}^{-1}$, мкм</i>	<i>5,0÷7,0</i>
<i>5</i>	<i>Устойчивость пленки фоторезиста в проявителе, мин, не менее</i>	<i>7,0</i>

1.1. Требования к хранению.

Срок гарантийного хранения фоторезиста ФП-2550 – 6 месяцев, ФП-2550 ЭКСТРА – 12 месяцев, при условии хранения его в таре

предприятия-изготовителя в закрытом отапливаемом помещении, снабженном приточно-вытяжной вентиляцией, при температуре (15±5) °С и относительной влажности воздуха не более 80%.

1.2. Маркировка.

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.*

1.3. Упаковка.

Транспортную тару маркируют в соответствии с ГОСТ 14192-96 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 14192-96 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.*

Фоторезист расфасовывают и упаковывают в бутылки коричневого цвета БВ-1-1000, со светозащитными свойствами, с навинчивающимися крышками из полимерных материалов и полиэтиленовыми прокладками, изготовленные по ГОСТ Р 51477-1999, без обертывания в светонепроницаемую бумагу.

Каждая бутылка с фоторезистом упаковывается в 2 полиэтиленовых мешка для химической продукции по ГОСТ 17811-78 с укупоркой горловины каждого мешка полимерным хомутом.

Фоторезист в потребительской таре помещают в ящики из гофрированного картона для химической продукции по ГОСТ 13841-95.

Бутылки в ящике снизу, сверху и в вертикальных плоскостях уплотняют гофрированным картоном (ГОСТ 7376-89) и вкладышем из полимерной пены в виде гнезд, исключающих возможность перемещения внутри ящика.

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.

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

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

Образец паспорта приведен в «Приложении 3».

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

Фоторезист - легковоспламеняющаяся жидкость. Температура вспышки в открытом тигле 7 °С. Температура воспламенения 10 °С. (определение проводят по ГОСТ 12.1.044-89)

Показатели пожаро-взрывоопасности 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 нагрева.

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

Фоторезист - вещество умеренно опасное, 3 класс опасности по ГОСТ 12.1.007-76.

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

При работе с фоторезистом контроль над состоянием воздуха рабочих помещений следует вести по N,N-диметилформамиду и 1,4-диоксану. Периодичность контроля определяют по ГОСТ 12.1.005-88.

Бутилацетат - ПДК в воздухе рабочей зоны 1000 мг/м³, 3 класс опасности по ГОСТ 12.1.005-88.

N,N-диметилформамид при постоянном контакте вызывает дерматит, онемение пальцев рук.

N,N-диметилформамид – ПДК в воздухе рабочей зоны 10 мг/м³, 2 класс опасности по ГОСТ 12.1.005-88.

1,4 Диоксан – ПДК 10 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.

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 пропуском 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

Фоторезист поставляют с приемкой отделом технического контроля (ОТК).

Для проверки фоторезиста на соответствие требованиям настоящих технических условий устанавливают приемо-сдаточные испытания.

3.1. Приемо-сдаточные испытания.

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.

Масса средней пробы фоторезиста должна быть 600 г.

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

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

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 Состав и последовательность приемо-сдаточных испытаний

№ п/п	Наименование параметров и характеристик	Номер пункта	
		Технических требований	Методов испытаний
1	Контроль внешнего вида фоторезиста	1	4.3
2	Определение кинематической вязкости, сСт.	2	4.4
3	Определение ширины воспроизводимого элемента, мкм	3	4.5
4	Определение толщины пленки фоторезиста, мкм	4	4.6
5	Определение устойчивости пленки фоторезиста к проявителю, мин, не менее	5	4.7

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

3.2. Типовые испытания.

Типовые испытания проводят по ГОСТ В 15.307-77

4. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ.

4.1. Общие положения.

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

Испытания фоторезиста проводят в следующих климатических условиях:

- *температура воздуха $18 \div 25$ °С;*
- *относительная влажность воздуха не более 80%;*
- *атмосферное давление от 84 до 106 кПа ($630 \div 800$ мм рт.ст.)*

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 $4 \div 5$ мм по ГОСТ 17622-72.

4.2. Методы отбора проб.

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

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.

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 кинематической вязкости фоторезиста.

Кинематическую вязкость Фоторезиста определяют по ГОСТ 33-2000 при температуре (20,0±0,5) °С с помощью вискозиметра ВПЖ-2 ГОСТ 10028-81 (диаметр капилляра 1,31 мм). При этом 15÷20 см³ 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 см³.

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

4.5. Определение ширины воспроизводимого элемента фоторезиста.

Разрешающую способность пленки Фоторезиста (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.
- ◆ УФ-радиометр, позволяющий замерить:
 - освещенность в пределах 40000÷50000 лк,
 - энергетическую освещённость 10÷40000 мВт/м² или аналогичный.
- ◆ 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 24104-2001.
- ◆ Баня водяная лабораторная одноместная по ТУ 10-23-28-87.
- ◆ Секундомер механический по ТУ 25-1894.003-90.
- ◆ Пинцет лабораторный по ТУ 45-6А0.005.088 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 100х100 мм.
- ◆ Батист отбеленный по ГОСТ 8474-80, салфетки размером 100 х 100 мм.
- ◆ Фильтры бумажные обеззоленные "синяя лента" по ТУ 6-09-1678-86.
- ◆ Банка полиэтиленовая с прокладкой и крышкой Т-2-1000 по ТУ 6-19-110-78 или аналогичная
- ◆ Колба 2-1000-2 ГОСТ 1770-74.
- ◆ Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300-87, высший сорт.
- ◆ Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.
- ◆ Вода деионизованная по ОСТ 11.029.003-80.
- ◆ Проявитель буферный УПФ-1Б по ТУ-2378-007-29135749-2007

4.5.2. Подготовка к испытанию.

4.5.2.1. Приготовление проявителя.

В качестве проявителя используют буферный проявитель УПФ-1Б. Проявитель УПФ-1Б является концентратом, который перед применением необходимо разбавить дистиллированной или деионизованной водой в следующем соотношении: 1 часть проявителя на 4 части воды. Допустимая погрешность приготовления раствора 0,02%. Для разбавления используют дистиллированную воду по ГОСТ 6709-72 или деионизованную воду по ОСТ 11.029.003-80 (марка А или марка Б). Навеску проявителя, взвешивают с погрешностью не более 0,001 г, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и разбавляют водой до указанного выше соотношения. Раствор тщательно перемешивают. Хранят разбавленный проявитель в полиэтиленовой банке с прокладкой и крышкой типа БЦ-1000 по ТУ 6-19-100-78 или аналогичной. Срок годности готового к применению проявителя 5 суток.

4.5.2.2. 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 см^3 .

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

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

Время вращения ротора центрифуги составляет 120 сек, при частоте вращения $2000 \pm 200 \text{ мин}^{-1}$.

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

- ◆ в скафандре при температуре $15 \div 25 \text{ }^\circ\text{C}$ в течение 20 мин;
 - ◆ в сушильном шкафу при температуре $(95 \pm 3) \text{ }^\circ\text{C}$ в течение 30 мин;
- После термической сушки пластины необходимо выдержать в свето-защищенном месте не менее 30 мин.

4.5.2.3. Проведение испытания.

Испытания проводят на пластинах, подготовленных по п.4.5.2.2 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 устанавливают 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.

Прозэкспонированную пленку проявляют, погружением пластины на $30 \div 120$ сек в ванну с 50 см^3 проявителя при температуре $19 \div 21 \text{ }^\circ\text{C}$, слегка покачивая пластину пинцетом. После проявления пластину ополаскивают дистиллированной или деионизованной водой.

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 $\pm 0,3$ 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).

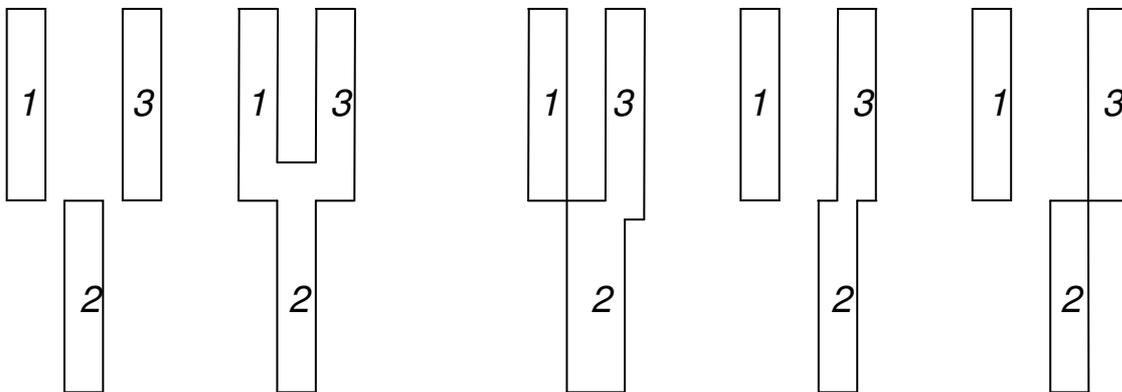


Рис. 1.

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.3 табл. 1 настоящих технических условий.

4.6. Определение толщины пленки фоторезиста.

Определение толщины пленки фоторезиста проводят любым из трех предложенных далее методов, после сушки пленки, экспонирования и проявления рисунка.

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_D), 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).

4.6.1. 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.

4.6.1.1. Оптический метод 1.

Метод предназначен для определения толщины пленки фоторезиста на микроинтерферометре.

4.6.1.1.1 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.

4.6.1.1.2. 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 11.021-002-76 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.

4.6.1.1.3. Подготовка к испытанию.

На пластину с изображением рисунка, полученного по п.4.5.2.2.

напыляют пленку алюминия толщиной $0,1 \pm 0,2$ 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 см^3 .

4.6.1.1.4. Проведение испытания.

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

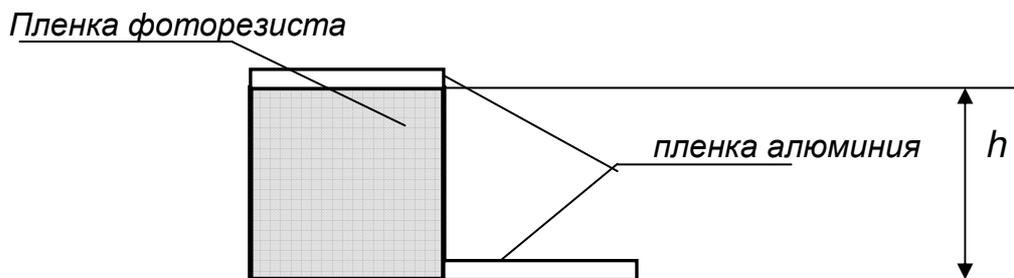


Рис.3. Измерение толщины пленки на микроинтерферометре МИИ-4.

4.6.1.1.5. Обработка результатов.

Толщину пленки фоторезиста определяют по формуле:

$$D = 0,27 * \frac{N_1 - N_3}{N_1 - N_2} \quad (1)$$

где D - 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.4 табл.1 настоящих технических условий.

4.6.1.2. Оптический метод 2.

Метод 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.

4.6.1.2.1. 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 " $2N_d D$ ", 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 $N = (m - \varphi) : \varphi = 0,5$.

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

Оптическая толщина пленок определяется из выражения:

$$2 * N_d * D = (m - \varphi) * L \quad (2)$$

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 ($2 * N_d * D$) 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 (2) в формулу (3):

$$N = (m - \varphi) = \frac{2 * n * d}{L} \quad (3)$$

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 (2):

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

При необходимости измеряемая толщина пленки может быть пересчитана в (мкм) по формуле (3), полученной на основании формулы (2):

$$d = \frac{(m - \varphi) * L}{2n} = (m - 0,5) * 0,176 \text{ мкм} \quad (4)$$

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

4.6.1.2.2. 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.

4.6.1.2.3. Подготовка к испытаниям.

На кремниевой полированной не окисленной пластине методом центрифугирования при (1800 ± 180) об/мин формируют пленку фоторезиста. Сушат на воздухе 20 мин при комнатной температуре, затем в сушильном шкафу 30 мин при температуре $(95 \pm 3)^\circ\text{C}$. После

сушки в шкафу пленку фоторезиста выдерживают на воздухе 30-120 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.

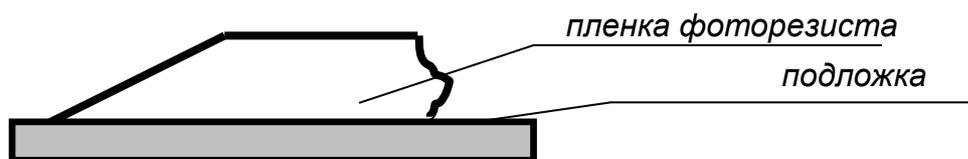
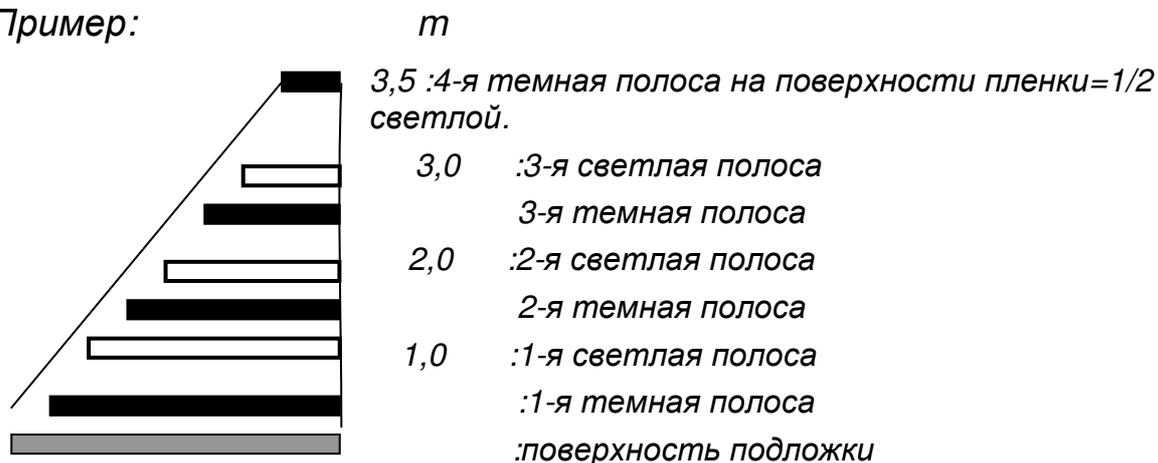


Рис.4 Формирование ступеньки фоторезиста с наклонным краем

4.6.1.2.4. 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:



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

4.6.1.2.5. Обработка результатов.

Толщину пленки фоторезиста представляют в числах интерференционных полос отсчитанных в МИИ-4 в пленке на не окисленном кремнии согласно выражению (3).

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 (5):

$$d = N * 0,176 \text{ мкм} = (m - \varphi) * 0,176 \quad (5)$$

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.

4.6.2. Профилографический метод.

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

4.6.2.1. Принцип измерения.

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

4.6.2.2. Оборудование.

Профилограф - профилометр по ГОСТ 19300-86.

4.6.2.3. 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).

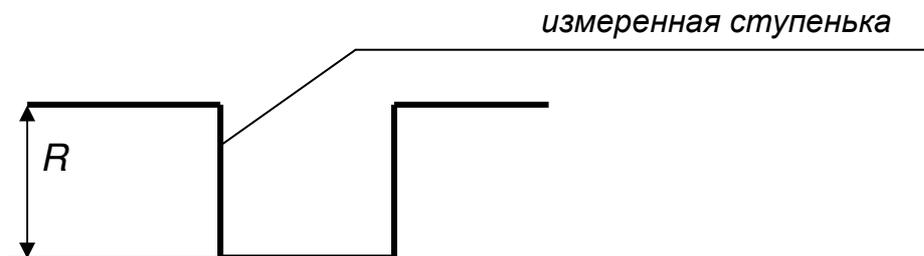


Рис.5. Измерение толщины пленки на профилографе - профилометре

4.6.2.4. Обработка результатов.

Толщину пленки вычисляют по формуле:

$$h = \frac{\sum_{i=1}^n Ri * 1000}{20000 * n} \quad (6)$$

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.

4.7. Определение устойчивости пленки фоторезиста к проявителю.

Метод основан на измерении времени в минутах, до начала разрушения пленки фоторезиста при погружении пластины с пленкой в проявитель. Начало разрушения пленки регистрируют визуально по следующим

признакам: помутнение пленки, появление цветных разводов, пятен, сыпи и т.д. Примечание: разрушения пленки вдоль кромки пластины, связанные с захватом пластины пинцетом, не учитываются.

4.7.1. Оборудование, реактивы.

Термометр ТЛ-6 ЗА1, ГОСТ 215-73 или аналогичный с диапазоном измерения температуры от 0 до 100 °С и ценой деления шкалы 0,5 °С
Секундомер механический по ТУ 25-1894.003-90.

Пинцет лабораторный

Ванночка фторопластовая, черт. 619.4656.00 предприятия п/я М-5676 или аналогичная

Проявитель – УПФ-1Б. приготовленный по п. 4.5.2.1.

4.7.2. Проведение испытания.

Испытания проводят на трех пластинах, подготовленных по п.4.5.2.3
Пластину с пленкой фоторезиста погружают в ванну с 80 см³ проявителя при температуре 19÷21 °С и включают секундомер. По секундомеру фиксируют время начала растворения пленки фоторезиста.

4.7.3. Обработка результатов.

Устойчивость пленки фоторезиста в проявителе определяют по формуле:

$$t_{cp} = \frac{\sum_{i=1}^3 t_i}{3} \quad (7)$$

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.

Допускается кратковременная в течение не более 7 суток перевозка при температуре от -5 до +30 °С.

Фоторезист отгружается потребителю или транспортной компании только в ящиках с уплотнением из полимерной пены в виде гнезд,

исключающей возможность перемещения внутри ящика. Отгрузка и транспортировка фоторезиста в ящиках без уплотнения полимерной пеной не допускается».

5.2. Хранение.

Фоторезист хранят в упаковке предприятия-изготовителя в закрытом складском помещении, снабженном приточно-вытяжной вентиляцией, при температуре от 10 до 20 °С и относительной влажности воздуха не более 80%. Фоторезист следует предохранять от воздействия солнечного света, влаги, паров кислот и щелочей.

6. УКАЗАНИЯ ПО ПРИМЕНЕНИЮ.

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 40 до 60%.*

Запрещается работать с фоторезистом вблизи открытых источников нагрева.

При работе с фоторезистом следует предохранять фоторезист от попадания влаги, паров кислот, щелочей, аммиака, механических и других примесей, защищать фоторезист от актиничного освещения. Перед применением фоторезист фильтруют на стекловолоконном фильтре "Владипор" или аналогичном с диаметром пор не более 2,0 мкм, устойчивом к растворителям. Срок использования фоторезиста после фильтрации устанавливается индивидуально каждым потребителем. По истечении этого времени фоторезист фильтруют повторно.

7. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ.

Предприятие-изготовитель гарантирует соответствие качества фоторезиста требованиям настоящих технических условий при соблюдении условий транспортирования, хранения и применения. Гарантийный срок хранения фоторезиста ФП-2550 составляет 6 месяцев со дня изготовления;

ПЕРЕЧЕНЬ
ДОКУМЕНТОВ, НА КОТОРЫЕ ДАНЫ ССЫЛКИ В НАСТОЯЩИХ ТУ

Таблица 3.

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 17.2.3.02-78	ССБТ. Охрана природы. Атмосфера. Правила установления допустимых выбросов вредных веществ промышленными предприятиями.
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 33-2000	Нефтепродукты. Прозрачные и непрозрачные жидкости. Определение кинематической вязкости 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 13841-95	Ящики из гофрированного картона для химической продукции
ГОСТ 14192-96	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

Таблица 3 (продолжение)

ГОСТ 20477-86	Лента полиэтиленовая с липким слоем
ГОСТ 27025-86: Реактивы. Общие указания по проведению испытаний	
ГОСТ Р 51477-1999: «Тара стеклянная для химических реактивов и особо чистых веществ. Технические условия»	
ГОСТ 25336-82 «Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры»	
ГОСТ 1770-74: «Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия»	
ГОСТ 10028-81: «Вискозиметры капиллярные стеклянные. Технические условия»	
ГОСТ 24104-2001: «Весы лабораторные. Общие технические требования»	
ГОСТ 4220-75: «Реактивы. Калий двуххромовокислый. Технические условия»	
ГОСТ 4204-77: «Реактивы. Кислота серная. Технические условия»	
ГОСТ 6709-72: «Реактивы. Вода дистиллированная. Технические условия»	
ГОСТ 18300-87: «Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия»	
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 10-23-28-87: «Баня водяная лабораторная ОДНОМЕСТНАЯ-1»	
ТУ 25-1894.003-90: «Секундомеры механические»	
ТУ 45-6А0.005.088ТУ-86: «Пинцеты»	
ТУ 25-2021.003-88: «Термометры ртутные стеклянные лабораторные»	

Таблица 3 (окончание)

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	
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 и инструкция по эксплуатации.	
Ротаметр типа РМ. Паспорт.	
Фотошаблон-тест, черт.И6М7.409.605 НИИМЭ.	
Фотошаблон-265/31, предприятия п/я Р-6117 или аналогичный с размерами модулей 5,6х6 мм	

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

Метрологическое оборудование

Таблица 4.

УФ-радиометр, позволяющий замерить: освещенность в пределах 40000÷50000 лк, энергетическую освещённость 10÷40000 мВт/м ² или аналогичный.
Микроинтерферометр Линника МИИ-4 по ТУ 3-3.1145-81 или аналогичный
Фотошаблон-тест, черт. И 6М7.409.557 НИИМЭ
Устройство контроля плотности проколов УКПП.И6М3.259.001 НИИМЭ
Секундомер механический по ГОСТ 5072-79.
Профилограф - профилометр по ГОСТ 19300-86 или аналогичный.
Весы лабораторные 2 класса точности моделей ВЛР-20 и ВЛР-200 по ГОСТ 24104-2001.
Весы лабораторные квадрантные 4 класса модели ВЛК-500г-М по ТУ 25-06.1101-79 или аналогичные.
ГОСТ 7328-2001: «Гири. Общие технические условия»
Термометры технические стеклянные ТТП 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; 3-2-50-0,1 и пипетка 1-2-1-0,1; 6-2-5 по ГОСТ 29251-91.
Пинцет лабораторный по ТУ 45-6АО.005.088 ТУ-86 или аналогичный.

Прочее оборудование и материалы

Таблица 5.

<p>Электропечь диффузионная СДО-125/3-12,0 или аналогичная.</p>
<p>Устройство для нанесения фоторезиста в скафандре ЦНФ по ДЕМ 3.281.008 ТУ или аналогичное.</p>
<p>Установка совмещения и экспонирования (УСЭ) типа ЭМ-576 или аналогичная.</p>
<p>Шкафы сушильные электрические, обеспечивающие температуру нагрева от 60 до 200 °С и до 350 °С.</p>
<p>Источник питания постоянного тока Б5-49 ЕЭЗ.233.220 ТУ или аналогичный с напряжением 0-100 В.</p>
<p>Шприц "Sartorius" SM 16620 с фильтродержателем SM 16214 или аналогичный.</p>
<p>Ротаметр РМ-А-0,063 ГУЗ по ГОСТ 13045-81 с регулятором расхода воздуха РРВ-1.</p>
<p>Баня водяная лабораторная одноместная по ТУ 10-23-28-87.</p>
<p>Ванна, черт. 619.4659 Опытного завода МНПО «НИОПИК» или аналогичная.</p>
<p>Кассета фторопластовая, черт. 619.4660.01 Опытного завода МНПО «НИОПИК» или аналогичная.</p>
<p>Пост вакуумный универсальный ВУП-4 по ТУ 25-05-1771-75 или аналогичный.</p>
<p>Пинцет лабораторный по ТУ 45-6А0.005.088 ТУ-86 или аналогичный.</p>
<p>Пластины монокристаллического кремния диаметром 40, 60 или 76 мм.</p>
<p>Манометр с верхним пределом измерений избыточного давления 160 кПа (1,6 кгс/см) и классом точности 1 по ГОСТ 2405-88.</p>
<p>Редуктор для регулирования давления азота с фильтром РДФ-3 по ТУ 25.02.1898-75 или аналогичный.</p>
<p>Устройство для фильтрования жидких сред под давлением, каталожный № SM 16249 фирмы "Sartorius" Германия или аналогичное.</p>
<p>Проволока из алюминия марки А-995 диаметром 0,35-0,50 мм по ТУ 48-21-574-77.</p>

Таблица 5 (продолжение)

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.
Бумага фотографическая «Унибром» №3 – 7 по ГОСТ 10752-79
Фиксаж универсальный по ТУ 6-17-989-78 или аналогичный
Проявитель буферный УПФ-1Б по ТУ-2378-007-29135749-2007
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, капельница 2-25 ХС, стаканчик СВ 24/10 по ГОСТ 25336-82.
Стакан 7 ГОСТ 9147-80.
Стакан Н-2-500 ТХС ГОСТ 25336-82.
Кварцевые кюветы К-10 по ГОСТ 20903-75
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.
Кислота фтористоводородная осч 27-5 по ТУ 6-09-3401-88
Калий двуххромовокислый по ГОСТ 4220-75.
Калий хромово-кислый по ГОСТ 4459-75
Ацетон по ГОСТ 2603-79, ч.д.а.

Таблица 5 (окончание)

<i>Аммоний фтористый по ГОСТ 4518-75, ч.д.а. или аммоний фтористый осч 5-4 по ТУ 6-09-827-76.</i>
<i>Бромкреозоловый пурпурный (индикатор) по ТУ 6-09-07-1603-87, массовая доля 0,1%</i>
<i>Бромтимоловый синий (индикатор) по ТУ 6-09-2086-77, массовая доля 0,1%</i>
<i>Смешанный индикатор, приготовленный по ГОСТ 4919.1-77, со значением рН перехода окраски 6,7.</i>
<i>1,4-Диоксан по ГОСТ 10455-80,ч.д.а.</i>
<i>Кальций хлористый технический по ГОСТ 450-77</i>
<i>Кислород газообразный технический по ГОСТ 5583-78 изм. 1,2,3,4.</i>
<i>Азот газообразный технический по ГОСТ 9293-74, высший сорт.</i>

ПРИЛОЖЕНИЕ 3.
ОБРАЗЕЦ ПАСПОРТА

ЗАО «Фраст-М»
ФОТОРЕЗИСТ ФП-2550

Партия № _____ массой _____ кг.

ПАСПОРТ

ТЕХНИЧЕСКИЕ ДАННЫЕ

Наименование показателя	Норма	Фактически
1. Внешний вид	Вязкая жидкость красно-коричневого цвета, без осадка	
2. Кинематическая вязкость, при температуре $20 \pm 0,5$ °С, сСт.	52,0 ÷ 75,0	
3. Ширина воспроизводимого элемента, мкм.	20,0	
4. Толщина пленки фоторезиста, мкм, в пределах	6,0 ÷ 8,0	
5. Устойчивость пленки фоторезиста в проявителе, мин, не менее	7,0	
6. Устойчивость пленки фоторезиста в травителе для кремния, мин, не менее	14,0	

КОМПЛЕКТ ПОСТАВКИ

В комплект поставки входит фоторезист позитивный в упаковке и паспорт.

СВИДЕТЕЛЬСТВО О ПРИЕМКЕ

Фоторезист позитивный ФП-2550 партия № _____ массой _____ кг соответствует техническим условиям ТУ 20.59.12-019-18567185-2018 и признан годным для применения.

Дата выпуска: _____ Начальник ОТК _____

Гарантийные обязательства.

Изготовитель гарантирует соответствие фоторезиста требованиям 20.59.12-019-18567185-2018 при соблюдении потребителем условий транспортирования, хранения и применения, указанных в технических условиях.

Гарантийный срок хранения – шесть месяцев со дня изготовления.

Указания по хранению.

Фоторезист хранят в упакованном виде в сухом помещении при $10 \div 20$ °С и относительной влажности воздуха $45 \div 80\%$. Следует предохранять фоторезист от попадания влаги, механических и прочих примесей, защищать его от действия дневного света, света люминесцентных ламп и ламп накаливания.

ПРИЛОЖЕНИЕ 4.

(к методу 2, п. 4.6.1.2.5.)

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

Таблица 4.

Значение "N"	Значение "m"	Толщина пленки, мкм
для N=35,0;	m=35,5;	$d=(35,5-0,5) \times 0,176 \approx 6,072$
для N=36,0;	m=36,5;	$d=(36,5-0,5) \times 0,176 \approx 6,248$
для N=37,0;	m=37,5;	$d=(37,5-0,5) \times 0,176 \approx 6,424$
для N=38,0;	m=38,5;	$d=(38,5-0,5) \times 0,176 \approx 6,6$
для N=39,0;	m=39,5;	$d=(39,5-0,5) \times 0,176 \approx 6,776$
для N=40,0;	m=40,5;	$d=(40,5-0,5) \times 0,176 \approx 6,952$
для N=41,0;	m=41,5;	$d=(41,5-0,5) \times 0,176 \approx 7,128$
для N=42,0;	m=42,5;	$d=(42,5-0,5) \times 0,176 \approx 7,304$
для N=43,0;	m=43,5;	$d=(43,5-0,5) \times 0,176 \approx 7,48$
для N=44,0;	m=44,5;	$d=(44,5-0,5) \times 0,176 \approx 7,656$
для N=45,0;	m=45,5;	$d=(45,5-0,5) \times 0,176 \approx 7,832$
для N=46,0;	m=46,5;	$d=(46,5-0,5) \times 0,176 \approx 8,008$

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

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. Зацепиллин

" ____ " _____ 2019 г.

СОГЛАСОВАНО

ИЗВЕЩЕНИЕ № 1

об изменении ТУ 20.59.12-019-18567185-2018
на фоторезист позитивный ФП-2550

Дата введения 20 февраля 2019 г.

Фотолитограф:

_____ В.И. Юдина

" ____ " _____ 2019 г.

Вед. технолог:

_____ И.Е. Сулейманов

" ____ " _____ 2019 г.

В п. 1. «Технические требования» Таблицу 1 «Параметры фоторезиста» изложить следующим образом:

№ п/п	Наименование параметров и характеристик.	Норма	
		ФП-2550	ФП-2550 ЭКО
1	Внешний вид.	Вязкая жидкость красно-коричневого цвета, без осадка	
2	Кинематическая вязкость, при температуре $20 \pm 0,5$ °С, сСт.	52,0 ÷ 75,0	230,0 ÷ 265,0
3	Ширина воспроизводимого элемента, мкм.	20,0	15,0
4	Толщина пленки фоторезиста, при ее формировании на центрифуге с частотой 2000 ± 200 мин ⁻¹ , мкм.	5,0 ÷ 7,0	6,0 ÷ 8,0
5	Устойчивость пленки фоторезиста в проявителе, мин, не менее.	7,0	20
6	Внешний вид плёнки фоторезиста.	Не нормируется	Гладкая, блестящая, без разрывов.

В п. 1.1. «Требования к хранению» и далее по тексту установить срок гарантийного хранения фоторезиста ФП-2550 ЭКО – 12 месяцев.

В п. 3.1. «Приёмо-сдаточные испытания» таблицу 2 «Состав и последовательность приемо-сдаточных испытаний» изложить следующим образом:

№ п/п	Наименование параметров и характеристик	Номер пункта	
		Технических требований	Методов испытаний
1	Контроль внешнего вида фоторезиста	1	4.3
2	Определение кинематической вязкости, сСт.	2	4.4
3	Определение ширины воспроизводимого элемента, мкм	3	4.5
4	Определение толщины пленки фоторезиста, мкм	4	4.6
5	Определение устойчивости пленки фоторезиста к проявителю, мин, не менее	5	4.7
6	Определение внешнего вида плёнки фоторезиста	6	4.8

Добавить п. 4.8. «*Определение внешнего вида плёнки фоторезиста*» и изложить его следующим образом:

4.8. Определение внешнего вида пленки фоторезиста.

4.8.1. 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.

4.8.2. Оборудование и материалы.

- ◆ *Электропечь диффузионная СДО-125/3-15, ДЕМ 3.017.03110 или аналогичная.*
- ◆ *Устройство для нанесения фоторезиста в скафандре ЦНФ-бц-Д-130-3, ДЕМ 3.281.008 или аналогичное.*
- ◆ *Пластины монокристаллического кремния диаметром 40, 60, 76 или 100 мм.*
- ◆ *Шкаф сушильный электрический, обеспечивающий температуру нагрева от 60 до 200 °С с точностью ± 3 °С.*
- ◆ *Термометр технический стеклянный ТТП №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 СОПр.-2А-3 по ГОСТ 5072-79 или аналогичный.*
- ◆ *Пинцет лабораторный по ТУ 45-6А0.005.088 ТУ-86 или аналогичный.*
- ◆ *Труба кварцевая, черт. В 19.40.417.001 НИОПИК или аналогичная.*
- ◆ *Лодочка кварцевая, черт. В 19.40.418.001 НИОПИК или аналогичная.*
- ◆ *Крюк кварцевый, черт. В 19.40.419.001 НИОПИК или аналогичный.*
- ◆ *Подставка кварцевая, черт. В 19.40.420.001 НИОПИК или аналогичная.*
- ◆ *Барботер, черт. В 19.40.421.001 НИОПИК 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 29298-92, салфетки размером 100x100 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 изм.1,2,3,4.*

4.8.3. Подготовка к испытанию.

4.8.3.1. Подготовка поверхности подложки.

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

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.

4.8.3.2. Формирование термического окисла кремния.

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

После выхода печи на рабочий температурный режим (через $1,5 \div 2$ 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, не 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 $1,5 \div 2,0$ 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 $1,5 \div 2,0$ 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 $0,46 \div 0,56$ мкм.

В случае, когда процесс не обеспечивает заданную толщину окисла, допускается варьирование времени пропускания влажного кислорода в диапазоне $40 \div 60$ 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 см^3 .

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 см^3 .

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

4.8.3.3. 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 см^3 .

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 $3000 \pm 300 \text{ мин}^{-1}$.

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

- ◆ в скафандре при температуре $18 \pm 23 \text{ }^\circ\text{C}$ в течение 20 мин;
- ◆ в сушильном шкафу при температуре $(95 \pm 3) \text{ }^\circ\text{C}$ в течение 30 мин;
- ◆ в скафандре при температуре $18 \pm 23 \text{ }^\circ\text{C}$ не менее 30 мин.

4.8.3.4. 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. 6 табл. 1 настоящих ТУ.

В п. 5.1 «Транспортирование» добавить абзацы:

Фоторезист ФП-2550 ЭКО перевозят всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта.

При транспортировании фоторезиста ФП-2550 ЭКО допускается кратковременная в течение не более 7 суток перевозка при температуре от 0 до $+30 \text{ }^\circ\text{C}$.

В п. 5.2. «Хранение» и везде по тексту температурный режим хранения фоторезиста ФП-2550 ЭКО установить в диапазоне $15 \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$.

В п. 7 «Гарантии изготовителя» и везде по тексту гарантийный срок хранения фоторезиста ФП-2550 ЭКО установить 12 месяцев.

ОБРАЗЕЦ ПАСПОРТА

ООО «Фраст-М»

ФОТОРЕЗИСТ ФП-2550 ЭКО

Партия № _____

массой _____ кг

**ПАСПОРТ
ТЕХНИЧЕСКИЕ ДАННЫЕ**

№ п/п	Наименование параметров и характеристик.	Норма	Фактически
1	Внешний вид.	Вязкая жидкость красно-коричневого цвета, без осадка	
2	Кинематическая вязкость, при температуре $20 \pm 0,5$ °С, сСт.	230,0 ÷ 295,0	
3	Ширина воспроизводимого элемента, мкм.	15,0	
4	Толщина пленки фоторезиста, при ее формирования на центрифуге с частотой 2000 ± 200 мин ⁻¹ , мкм.	6,0 ÷ 8,0	
5	Устойчивость пленки фоторезиста в проявителе, мин, не менее.	20	
6	Внешний вид плёнки фоторезиста.	Гладкая, блестящая, без разрывов.	

КОМПЛЕКТ ПОСТАВКИ

В комплект поставки входит фоторезист позитивный в упаковке и паспорт.

СВИДЕТЕЛЬСТВО О ПРИЕМКЕ

Фоторезист позитивный ФП-2550 партия № _____ массой _____ кг соответствует техническим условиям ТУ 20.59.12-019-18567185-2018 и признан годным для применения.

Дата выпуска: _____

Начальник ОТК _____

Гарантийные обязательства.

Изготовитель гарантирует соответствие фоторезиста требованиям ТУ 20.59.12-019-18567185-2018 при соблюдении потребителем условий транспортирования, хранения и применения, указанных в технических условиях.

Гарантийный срок хранения – двенадцать месяцев со дня изготовления.

Указания по хранению.

Фоторезист хранят в упакованном виде в сухом помещении при 10 ± 20 °С и относительной влажности воздуха $45 \pm 80\%$. Следует предохранять фоторезист от попадания влаги, механических и прочих примесей, защищать его от действия дневного света, света люминесцентных ламп и ламп накаливания.

Пояснительная записка

Настоящее изменение ТУ 20.59.12-019-18567185-2018 на фоторезист позитивный ФП-2550 составлено в связи с освоением новой марки фоторезиста ФП-2550 ЭКО – отвечающей современным требованиям экологии и охраны труда.

Фоторезист относится к классу экологически безопасных для персонала и окружающей среды.

Изготовлен на основе экологически безопасного растворителя 1-метокси-2-пропилацетата.

В составе фоторезиста ФП-201 ЭКО отсутствуют опасные и вредные для здоровья реактивы такие как N,N-диметилформамид, 1,4-диоксан, фенол.

Гарантийный срок хранения фоторезиста ФП-2550 ЭКО по сравнению с фоторезистом ФП-2550 увеличен до 12 месяцев.

Генеральный директор

Д.Б. Аскеров