(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(51) 。Int. Cl. [6]
C09D 1/00

(45) 공고일자 2001년12월28일
(11) 등록번호 10-0313382
(24) 등록일자 2001년10월19일

(21) 출원번호 10-1994-0002069
(22) 출원일자 1994년02월04일

(65) 공개번호 특1994-0019814
(43) 공개일자 1994년09월15일

(30) 우선권주장 08/013,873 1993년02월05일 미국(US)

(73) 특허권자
다우 코닝 코포레이션
맥켈러 로버트 루이스
미국 미시간주 미들랜드

(72) 발명자
로날드하워드배니
일본국도쿄도세타가야쿠세이조2-23-10
그리쉬챤드라
미합중국미시간미들랜드쇼울크릭서클5203
로렌앤드류할루스카
미합중국미시간미들랜드제임스드라이브4510

(74) 대리인
이병호

심사관 : 최승삼

# (54) 실라잔중합체로부터유도된실리카피막을전자기판에부착시키는방법

## 요약

본 발명은 실라산 중합체를 전자 기판 위에 적용시키고 산화 환경에서 가열시킴으로써 당해 중합체를 실리카 피복물로 전환시킴을 포함하여, 실리카 피복물을 전자 기판 위에 형성시키는 방법에 관한 것이다. 생성된 두꺼운 평면화 피복물은 보호성 피복물 및 유전성 내부층으로서 유용하다.

## 명세서

### [발명의 명칭]

실라잔 중합체로부터 유도된 실리카 피막을 전자 기판에 부착시키는 방법

### [발명의 상세한 설명]

본 발명은 실라잔 중합체가 실리카 피막에 대한 전구체로서 사용되는, 실리카 피막을 전자 기판에 도포하는 방법에 관한 것이다.

전자 장치에 세라믹 피막을 도포시키는 각종 방법이 당해 기술분야에 공지되어 있다. 예를 들면, 각종 증착 공정에서 기체상 전구체를 사용하여 실리카, 질화규소, 옥시질화규소 및 탄화규소의 피막을 생성하는 방법이 공지되어 있다. 이러한 피막은 보호층 및 유전층으로서 유용하다고 교시되어 있다.

유사하게, 전자 장치에 세라믹 피막을 부착시키기 위한 중합체성 전구체의 용도 또는 당해 기술분야에 공지되어 있다[참조: 할루스카(Haluska) 등의 미합중국 특허 제4,749,631호 및 제4,756,977호]. 아쿠글래스(Accuglass ™ ) 제품 문헌에는 또한 실리카 전구체의 용액을 전자 장치에 도포한 다음, 피복된 장치를 가열시켜 전구체를 실리카로 전환시킴으로써 생성되는 실리카 피막이 기술되어 있다. 그러나, 이들 문헌에는 실리카 전구체로서의 폴리실라잔의 용도는 기술되거나 제안되어 있지 않다.

최종적으로, 전자 장치에 규소 및 질소 함유 세라믹 피막을 도포하기 위한 폴리실라잔의 용도가 또한 당해 기술분야에 공지되어 있다. 예를 들면, 할루스카 등의 미합중국 특허 제4,756,977호 및 제4,826,733호에는 이러한 장치에 규소 및 질소 함유 중합체[예: 폴리실라잔]의 피막을 도포시킨 다음, 피복된 장치를 불활성 대기중에서 가열시켜 세라믹 피막을 형성하는 방법이 교시되어 있다. 피막을 불활성 대기중에서 가열하기 때문에, 질소가 피막에 유지되고 실리카는 형성되지 않는다.

본 발명의 발명자들은 실라잔 중합체로부터 유도된 실리카 피막을 전자 기판에 도포할 수 있다는 것을 발견했다. 생성된 피막은 두껍고 평면이며 결함이 없기 때문에, 보호층 및 유전층으로서 사용할 수 있다.

본 발명은 전자 기판에 실리카 피막을 부착시키는 방법에 관한 것이다. 당해 방법은 먼저 전자 기판에 실라잔 중합체를 포함하는 도료를 도포함을 포함한다. 이어서, 피복된 기판을 산화 대기중에서 실라잔 중합체를 실리카 피막으로 전환시키기에 충분한 온도로 가열시킨다.

본 발명은 전자 기판에 실리카 피막을 형성시키는데 사용할 수 있는 예비 세라믹 실라잔 중합체를 도입시킨다. 이는 기판을 손상시키지 않고 전자 기판에서 실라잔 중합체를 실리카로 전환시킬 수 있는지의 여부와 이러한 피막이 전자 산업에서 유용한 효과를 지니게 될지의 여부가 공지되어 있지 않았기 때문에 특히 기대하지 않은 것이다.

본 발명에서 사용된, " 실리카" 라는 표현은 Si-C, Si-H, Si-OH, Si-OC, Si-N, N-H 및/또는 N-C 잔기를 전혀 함유하지 않거나 Si-C, Si-H, Si-OH, Si-OC, Si-N, N-H 및/또는 N-C 잔기를 함유하는 경우라도 세라믹 특성을 나타내는 Si-O-Si 결합을 함유하는 열분해된 물질을 뜻한다. " 평면화 피막(planarizing coating)" 이라는 표현은 피막의 도포전의 표면보다 덜 불규칙적인 피막을 뜻한다. " 전자기판" 이라는 표현은 규소계 장치, 갈륨 비화물 장치, 초점면 어레이(focal plane array), 광전자 공학 장치, 광볼타 전지, 광학 장치, 평평한 패널 디스플레이(panel display), 및 웨이퍼와 어셈블리 스테이지(assembly stage) 모두에서의 집적 회로를 포함한다. 이러한 기판의 예는 트랜지스터형 장치, 축전기 및 축전기형 장치, 다층 장치, 3-D 장치, 정련기 장치 위의 규소, 및 초격자 장치(super lattice device)를 포함한다.

본 발명의 방법은 전자 기판에 실라잔 중합체를 포함하는 도료를 도포한 다음, 피복된 기판을 실라잔 중합체를 실리카 피막으로 전환시키기에 충분한 온도로 산화 대기중에서 가열시킴을 포함한다.

본 발명에 유용한 폴리실라잔(또는 실라잔 중합체)은 일반적으로 당해 기술 분야에 공지되어 있으며 이의 구조는 특별히 제한되지 않는다. 본 발명의 폴리실라잔은 일반적으로 [$R_2SiNH$], [$RSi(NH)_{1.5}$] 및/또는 [$R_3Si(NH)_{1/2}$] 형의 단위[여기서, R은 각각 독립적으로 수소, 탄소수 1 내지 20의 알킬 라디칼, 아릴 라디칼 및 알케닐 라디칼로부터 선택된다]를 함유한다. 본질적으로, 본 발명에 유용한 폴리실라잔은 기타의 실라잔 단위를 함유할 수 있다. 이러한 단위의 예는 [$Mesi(NH)_{1.5}$], [$Me_2SiNH$], [$ViSi(NH)_{1.5}$], [$Vi_2SiNH$], [PhMeSiNH], [PhViSiNH], [MeViSiNH], [$HSi(NH)_{1.5}$] 및 [$H_2SiNH$]를 포함한다. 본 발명에서 사용된, Vi는 비닐이고, Ph는 페닐이며, Me는 메틸이다. 이들 폴리실라잔의 혼합물은 또한 본 발명을 실시하는데 사용할 수 있다.

본 발명의 폴리실라잔은 당해 기술분야에 널리 공지된 기술로 제조할 수 있다. 폴리실라잔을 제조하는데 사용되는 실제 방법은 중요하지는 않다. 적합한 예비 세라믹 실라잔 중합체 또는 폴리실라잔은 미합중국 특허 제4,540,803호 및 제4,543,344호의 방법에 의해 제조할 수 있다. 본 발명에 사용하기에 적합한 기타의 폴리실라잔은 미합중국 특허 제4,312,970호, 제4,340,619호, 제4,395,460호 및 제4,404,153호의 방법으로 제조할 수 있다. 적합한 폴리실라잔은 또한 미합중국 특허 제4,482,689호 및 제4.397.828호에 의해 제조된 것을 포함한다. 기타의 폴리실라잔은 유럽 특허 제0 351 747호, 미합중국 특허 제4,6543,344호, 유럽 특허 제0 332 374호, 미합중국 특허 제4,646,300호, 제4,689,252호 및 제5,030,744호에 기재된 것들을 포함한다.

바람직한 폴리실라잔은, 생성된 피막의 탄소 오염이 거의 없기 때문에 중합체의 반복 단위에 탄소가 존재하지 않는 것이다. 말단 차단 그룹[예: $Me_3Si(NH)_{1/2}$]은 후속적인 열분해 단계 동안에 제거되기 때문에 상기 중합체에 허용될 수 있다.

본원에서 사용되는 가장 바람직한 중합체는 가울(Gaul)의 미합중국 특허 제4,340,619호에 기술된 것과 캐너디(Cannady)의 미합중국 특허 제4,540,803호에 기술된 것이다. 가울의 특허에 기술된 실라잔 중합체는 불활성이며 본질적으로 무수 대기중에서 일반식$(Cl_xR_ySi)_2$의 염소 함유 디실란[여기서, R은 비닐, 탄소수 1 내지 3의 알킬 그룹 또는 페닐 그룹이고, x는 0.5 내지 3의 값이고, y는 0내지 2.5의 값이며, x와 y의 합은 3이다] 또는 당해 염소 함유 디실란들의 혼합물을 휘발성 부산물을 증류시키면서 25 내지 300℃의 온도 범위에서 일반식 $(R'_3Si)_2NH$의 디실라잔 [여기서, R'는 비닐, 수소, 탄소수 1 내지 3의 알킬 그룹 또는 페닐 그룹이다]과 접촉시키고 반응시킴으로써 제조한다.

가울의 특허에 기술된 염소 함유 디실란은 일반식$(Cl_xR_ySi)_2$[여기서, R은 비닐, 탄소수 1 내지 3의 알킬 그룹 또는 페닐 그룹이다]을 갖는다. 따라서, R 그룹은 독립적으로 메틸, 에틸, 프로필, 비닐 및 페닐로부터 선택된다. 이러한 염소 함유 디실란의 예는 $[Cl(Ch_3)_2Si]_2$, $[Cl_2CH_3Si]_2$, $[Cl_2C_2H_5Si]_2$, $[Cl(C_6H_5)_2Si]_2$, $[Cl_2CH_2=CHSi]_2$, $Cl(CH_3)_2SiSi(CH_3)Cl_2$ 및 $Cl(C_6H_5)_2SiSi(CH_3)_2Cl$을 포함한다.

모노실란은 또한 위에서 기술한 염소 함유 디실란과 혼합하여 사용할 수 있다. 이러한 모노실란의 예는 $Cl_3SiCl_3$, $H(CH_3)_2SiCl$, $(CH_3)_2SiCl_2$, $(CH_3)_3SiCl$, $(CH_2=CH)(CH_3)_2SiCl$, $(C_2H_5)_2SiCl_2$, $C_6H_5SiCl_3$, $(C_6H_5)_2SiCl_2$ 및 $(C_6H_5)_2SiCl$을 포함한다.

가울에 의해 사용된 디실라잔은 일반식 $(R'_3Si)_2NH$[여기서, R'는 비닐, 수소 탄소수 1 내지 3의 알킬 그룹 또는 페닐 그룹이다]를 갖는다. 따라서, R' 그룹은 독립적으로 수소, 메틸, 에틸, 프로필, 비닐 및 페닐로부터 선택된다. 적합한 디실라잔의 예는 $[(CH_3)_3Si]_2NH$, $[C_6H_5(CH_3)_2Si]_2NH$, $[(C_6H_5)_2CH_3Si]_2NH$, $[CH_2=CH(CH_3)_2Si]_2NH$, $[CH_2=CH(CH_3)C_6H_5Si]_2NH$, $[CH_2=CH(C_6H_5)_2]NH$, $[CH_2=CH(C_2H_5)_2Si]_2NH$, $[H(CH_3)_2Si]_2NH$ 및 $[CH_2=CH(C_6H_5)C_2H_5Si]_2NH$를 포함한다.

가울의 발명의 특히 바람직한 양태는 메틸클로로디실란과 헥사메틸디실라잔을 반응시켜 메틸폴리디실라잔을 생성시킴을 포함한다. 상기 반응물은, 불활성이고 본질적으로 무수 대기하에 둔다. " 불활성" 이라는 용어는 불활성 기체[예: 아르곤, 질소 또는 헬륨]의 블랭킷(blanket) 하에서 반응을 수행함을 의미한다. " 본질적으로 무수" 라는 용어는, 반응이 완전히 무수의 대기에서 수행되는 것이 바람직하지만, 극소량의 수분은 허용될 수 있음을 뜻한다.

반응물을 서로 접촉시키는 경우, 중간체 아미노 화합물이 형성된다. 계속적으로 가열하는 경우, 반응 혼합물로부터 $R_3SiCl$이 증류되며 실라잔 중합체가 형성된다. 반응 온도가 상승함에 따라, 추가의 축합반응이 발생하고 가교결합이 일어난다. 이러한 조절은 반응을 특정한 지점에서 정지시켜 거의 어떠한 목적하는 점도가 수득되도록 한다. 반응에 대한 목적하는 온도 범위는 25 내지 300℃, 보다 바람직하게는 125 내지 300℃의 범위이다. 반응에 필요한 시간은 사용된 온도와 성취하고자 하는 점도에 좌우된다.

위에서 기술된 가울의 실라잔 중합체는 염소 이온 함량이 비교적 높고 이러한 농도는 본 발명에서 사용하기 전에 낮추는 것이 바람직하다. 이러한 제거에 적합한 방법은 미합중국 특허 제4,772,516호에 기술되어 있다. 본 발명에 기술된 방법은, 중합체를 염소를 제거시키는데 충분한 시간 동안 암모니아로 처리시킴을 포함한다.

캐너디의 실라잔 중합체는, 불활성이고 본질적으로 무수 대기하에서 트리클로로실란을 25 내지 300℃ 범위의 온도에서 휘발성 부산물을 증류시키면서 디실라잔과 접촉시키고 반응시킴을 포함하는 방법에 의해 제조한다. 당해 방법에 사용된 디실라잔은 일반식 $(R''_3Si)_2NH$[여기서, R" 는 비닐, 수소, 페닐 및 탄소수 1 내지 3의 알킬 라디칼로 이루어진 그룹으로부터 선택된다]를 갖는다.

트리클로로실란은 염소 함유 실란 중의 모든 염소와 반응시키기에 충분한 양의 디실라잔으로 처리한다. 이는 트리클로로실란의 염소 함량을 기준으로 하여 대개 등몰량이다.

캐너디의 발명에서 사용된 디실라잔은 일반식 $(R''_3Si)_2NH$[여기서, R" 는 비닐, 수소, 탄소수 1 내지 3의 알킬 그룹 또는 페닐 그룹이다]를 갖는다. 따라서, R" 그룹은 독립적으로 수소, 메틸, 에틸, 프로필, 비닐 및 페닐로부터 선택된다. 적합한 디실라잔의 예는 $[(CH_3)_3Si]_2NH$, $[C_6H_5(CH_3)_2Si]_2NH$, $[(C_6H_5)_2CH_3Si]_2NH$, $[CH_2=CH(CH_3)_2Si]_2NH$, $[CH_2=CH(CH_3)C_6H_5Si]_2NH$, $[CH_2=CH(C_6H_5)_2]NH$, $[CH_2=CH(C_2H_5)_2Si]_2NH$, $[H(CH_3)_2Si]_2NH$ 및 $[CH_2=CH(C_6H_5)C_2H_5Si]_2NH$를 포함한다

캐너디 발명의 특히 바람직한 양태는 트리클로로실란을 헥사메틸실라잔과 반응시켜 하이드리도폴리실라잔을 생성시킴을 포함한다.

상기 반응물은, 불활성이며 본질적으로 무수 대기하에 둔다. " 불활성" 이라는 용어는 반응을 불활성 기체[예: 아르곤, 질소 또는 헬륨]의 블랭킷 하에서 수행함을 의미한다. " 본질적으로 무수" 라는 용어는 반응을 완전 무수 대기중에서 수행하는 것이 바람직하지만 극소량의 수분은 허용될 수 있음을 뜻한다.

반응물들을 서로 접촉시키는 경우, 중간체 아미노 화합물이 형성된다. 반응물들을 이와 같은 방법으로 함께 결합시켜 초기 반응을 최소로 발열되도록 유지시킨다. 계속적으로 가열시키는 경우, 추가의 아미노 화합물이 형성되며, 더욱 가열시키는 경우, 반응 혼합물로부터 $R_3SiCl$이 증류되어 실라잔 중합체가 형성된다. 최적의 결과를 위하여, 가열 속도는 1℃/min 미만의 속도로 조절해야 한다. 가열 속도 0.5℃/min 이하인 것이 바람직하다. 반응 온도가 상승함에 따라, 추가의 축합반응이 발생하며 연쇄 정지제로서 작용하는 혼합물로부터 증류되지 않은 잔류하는 $R_3Si$와의 가교결합이 발생한다. 이러한 조절은 반응을 특정한 지점에서 정지시켜 거의 어떠한 목적하는 점도가 수득되도록 한다. 반응에 필요한 목적하는 온도 범위는 25 내지 300℃, 보다 바람직하게는 125 내지 275℃이다. 반응에 필요한 시간은 사용된 온도 및 수득하고자 하는 점도에 좌우된다.

몇몇의 중합체만을 위에서 기술하였지만, 본 발명에서는 거의 모든 폴리실라잔을 사용할 수 있다.

상기한 실라잔을 먼저 기판에 도포하여 예비 세라믹 피막을 형성한다. 어떠한 통상적인 기술도 사용할 수 있지만, 기판을 용매 및 실라잔을 포함하는 용액으로 피복하는 것이 특히 바람직하다. 증발법 또는 유사한 기술로 용매를 제거시켜 예비 세라믹 피막을 수득한다. 그러나, 기타의 동일한 방법[예: 용융 피복]도 본 발명에서 고려된다.

상기한 용액법을 사용하는 경우, 먼저 실라잔을 용매에 용해시킨다. 각종의 촉진 수단[예: 교반 및/또는 가열]을 사용하여 용해를 보조할 수 있다 사용될 수 있는 용매는 실라잔을 용해시켜 피막에 영향을 주지 않고 용액 또는 현탁액을 형성하는 어떠한 용매도 포함한다. 이러한 용매는 방향족 탄화수소[예: 크실렌, 벤젠 또는 톨루엔], 알칸[예: n-헵탄, 데칸

또는 도데칸], 케톤, 에스테르, 글리콜 에테르 또는 사이클릭 디메틸폴리실록산을 상기 물질을 용해시키기에 충분한 양으로 포함할 수 있다. 일반적으로, 상기 용매를 충분히 사용하여 0.1 내지 50중량%의 용액을 형성할 수 있다.

상기 용액법이 사용되는 경우, 피복 용액은 스핀 코팅, 딥 코팅, 스프레이 코팅 또는 플로우 코팅과 같은 기술로 도포한다. 주변 환경에의 노출에 의한 단순한 공기 건조 또는 진공 또는 미열의 적용과 같은 어떠한 적합한 수단으로도 용매를 증발시켜 목적하는 예비 세라믹 피막을 수득한다.

이어서, 생성된 피막을 산화 환경에서 가열하여 SiN 결합을 가수분해시키고 질소를 손실시킴으로써 실라잔의 실리카로의 전환을 촉진시킨다. 또한, 규소 위의 기타의 관능성 그룹을 이러한 환경에 의해 제거한다. 공기, $O_2$, 오존, 수분, 산소, 플라즈마, 암모니아 및 아민을 포함하는 환경과 같은 산화 환경을 사용할 수 있다.

바람직한 환경은 실라잔에 좌우되어 변하지만, 습윤 암모니아 대기(암모니아 및 수증기)하에서 가열시킨 다음, 무수 암모니아 대기하에서 가열시켜 어떠한 잔류하는 Si-OH 그룹 및/또는 기타의 관능기도 제거시키는 것이 종종 바람직하다.

실라잔을 세라믹화시키기에 충분한 온도로 반응성 환경하에 둔다. 일반적으로, 당해 온도는 반응성 대기에 따라 20 내지 1000℃이다. 바람직한 온도는 50 내지 800℃의 범위이다. 이보다 높은 온도에서는 대개 세라믹화가 더 빠르고 더 완전하지만, 이러한 온도에서는 각종의 온도 민감성 기판에 악영향을 미칠 수도 있다. 온도 민감성 기판에 있어서, 100 내지 500℃ 범위의 온도가 종종 바람직하다. 실라잔 피막은 대개 피막을 세라믹화시키기에 충분한 시간, 일반적으로 6시간 이하, 바람직하게는 2 내지 4시간 동안 이러한 온도하에 둔다.

어떠한 열원[예: 가열판, 대류 오븐, 신속한 열 가공성 또는 복사성 또는 마이크로웨이브 에너지]도 열분해 단계 도중에 사용할 수 있다.

상기 방법에 의해, 기판 위에 실리카 평면화 피막을 생성시킨다. 피막은 각종 기판의 불규칙한 표면들을 평탄하게 하고 접착성이 우수하다. 또한, 당해 피막은 매우 두꺼울 수 있다(예: 0.5㎛ 초과). 당해 피막은 또한 추가의 $SiO_2$ 피막, $SiO_2$/개질 세라믹 옥사이드 층, 규소 함유 피막, 규소 탄소 함유 피막, 규소 질소 함유 피막, 규소 질소 탄소 함유 피막 및/또는 다이아몬드형 탄소 피막과 같은 기타의 피막에 의해 피복될 수도 있다. 이러한 다층 피막은 미합중국 특허 제4,973,526호에 교시되어 있다.

하기 실시예는 당해 분야의 숙련가가 본 발명을 보다 쉽게 이해할 수 있도록 제공한다.

[실시예 1]

미합중국 특허 제4,540,803호의 방법에 의해 생성된 하이드리도폴리실라잔 중합체를 톨루엔 중에서 10중량%로 희석시킨다. 당해 용액 몇 방울을 2.54cm(1inch)의 정방형 규소 웨이퍼의 표면에 도포하고 웨이퍼를 3000RPM으로 35초 동안 회전시킨다. 이어서, 피복된 웨이퍼를 공기 중에서 3시간 동안 400℃에서 열분해시킨다. 생성된 피막은 두께가 0.4751㎛이고 8300λ(1ambda)에서의 굴절률이 1.459이다(실리카=1.462).

열분해시키기 전과 후에 FTIR 스펙트럼을 수행한다. 이러한 스펙트럼을 비교한 결과, 대부분의 SiH 및 SiOH는 가열에 의해 제거되지만 일부 $Si-CH_3$는 잔류한다.

[실시예 2 내지 4]

미합중국 특허 제4,540,803호의 방법에 의해 생성된 하이드리폴리실라잔 중합체를 표 1에 나타낸 농도로 톨루엔이 희석시킨다. 당해 용액 몇 방울을 2.54cm(1inch)의 정방형 규소 웨이퍼의 표면에 도포시키고 웨이퍼를 3000RPM으로 35초 동안 회전시킨다. 이어서, 피복된 웨이퍼를 표 1에 나타낸 바와 같이 열분해 시킨다. 결과를 표 1에 나타내었다.

| 실시예 번호 | 농도 (중량%) | 열분해 조건 | 결과 |
|---|---|---|---|
| 2 | 10 | 2hr/175℃/습윤 공기 | 어떠한 반응도 거의 발생하지 않음 |
| 3 | 10 | 3hr/180℃/오존 | FTIR-SiH 사라짐;<br>일부 SiOH는 여전히 존재함;<br>피막 두께 = 0.1912㎛;<br>RI = 1.443(8300λ) |
| 4 | 25 | 3hr/400℃/습윤 암모니아 및<br>2hr/400℃/암모니아 | FTIR-SiH 및 SiOH 사라짐;<br>피막 두께 = 0.9349㎛;<br>RI=1.472(4050λ) |

[실시예 5]

미합중국 특허 제4,540,803호의 방법에 의해 생성된 하이드리도폴리실라잔 중합체를 10중량%로 헵탄에 희석시킨다. 당해 용액 몇 방울을 2.54cm(1inch)의 정방형 규소 웨이퍼 및 14011B CMOS 장치의 표면에 도포한다. 웨이퍼 및 장치를 3000RPM으로 20초 동안 회전시킨다. 이어서, 피복된 웨이퍼 및 장치를 4.5 내지 4.7% 오존 중에서 1시간 동안 175℃에서 열분해시킨다. 전환 전과 후에 FTIR 스펙트럼을 비교한 결과, 유기 및 아민 치환체 모두가 사라졌지만, 다량의 SiOH는 계속 존재하는 것으로 나타났다.

실란올 관능기를 제거시키기 위하여, 피복된 웨이퍼 및 장치를 수성 암모니아 중에서 3시간 동안 175℃에서 가열한다. FTIR 스펙트럼 결과, 대부분의 실란올이 제거된 것으로 나타났다. CMOS 장치는 피복시킨 후에 가동할 수 있다. 생성된 피막은 두께가 0.2944㎛이며 5040λ에서의 굴절률이 1.455이다.

[실시예 6]

미합중국 특허 제4,540,803호의 방법에 의해 생성된 하이드리도폴리실라잔 중합체를 10중량%로 크실렌/톨루엔에 희석시킨다. 당해 용액 몇 방울을 3000RPM으로 35초 동안 회전시킨 10.2cm(4inch)의 정방형 규소 웨이퍼 표면에 도포한다. 이어서, 피복된 웨이퍼를 암모니아 수중기중에서 4시간 동안 350 내지 380℃에서 열분해시킨다. 전환 전과 후에 FTIR 스펙트럼을 비교한 결과, 피막이 실리카로 전환된 것으로 나타났다. 피막은 두께가 0.1130㎛이며 5040λ에서의 굴절률이 1.416이다.

[실시예 7]

미합중국 특허 제4,540,803호의 방법에 의해 생성된 하이드리도폴리실라잔 중합체를 22중량%로 헵탄에 희석시킨다. 당해 용액 몇 방울을 2.54cm(1inch)의 정방형 규소 웨이퍼 및 5.1cm(2inch)의 정방형 알루미나 기판의 표면에 도포한다. 웨이퍼 및 기판을 3000RPM으로 20초 동안 회전시킨다. 이후에, 피복된 웨이퍼를 공기중에서 1시간 동안 800℃에서 열분해시킨다. 열분해 전과 후에 FTIR 스펙트럼으로 분석하여 실리카로의 전환을 나타낸다. 피막은 2회의 피복후에 두께가 02.0745㎛이며 4050λ에서의 굴절률이 1.458이다. 규소 및 알루미나 기판 위의 피막을 1000배 배율로 조사한 결과, 결함이 없는 것으로 밝혀졌다.

## (57) 청구의 범위

### 청구항 1.

일반식$(Cl_xR_ySi)_2$의 염소 함유 디실란(여기서, R은 비닐, 탄소수 1 내지 3의 알킬 그룹 또는 페닐 그룹이고, x는 0.5 내지 3의 값이며, y는 0내지 2.5의 값이고, x+y는 3이다)을 일반식 $(R'_3Si)_2NH$의 디실라잔(여기서, R'는 비닐, 수소, 탄소수 1 내지 3의 알킬 그룹 또는 페닐 그룹이다)과 반응시켜 제조된 실라잔 중합체, 및 트리클로로실란을 일반식 $(R''_3Si)_2NH$의 디실라잔(여기서, R" 는 비닐, 수소, 페닐 및 탄소수 1 내지 3의 라디칼로 이루어진 그룹으로부터 선택된다)과 반응시켜 제조된 실라잔 중합체로 이루어진 그룹으로부터 선택되는 실라잔 중합체[여기서, 당해 실라잔 중합체는 불활성 무수 대기 하에 25 내지 300℃의 온도에서 제조한다]를 포함하는 도료를 전자 기판에 도포하고,

피복된 기판을 산화 대기 하에 100 내지 500℃의 온도에서 가열하여 실라잔 중합체를 실리카 피막으로 전환시킴을 포함하여, 실리카 피막을 전자 기판에 부착시키는 방법.

청구항 2.

제1항에 있어서, 피막이 실라잔 중합체를 용매에 용해시켜 용액을 형성하고, 기판을 당해 용액으로 피복시킨 다음, 용매를 증발시킴을 포함하는 방법에 의해 형성되는 방법.

청구항 3.

제2항에 있어서, 용매가 방향족 탄화수소, 알칸, 케톤, 에스테르 글리콜 에테르 및 사이클릭 디메틸폴리실록산으로 이루어진 그룹으로부터 선택되고, 실라잔을 0.1 내지 50중량% 용액으로 용해시키기에 충분한 양으로 존재하는 방법.

청구항 4.

제1항에 있어서, 산화 대기가 공기, 산소, 오존, 수증기, 산소 플라즈마, 암모니아, 아민 및 이들의 혼합물로 이루어진 그룹으로부터 선택되는 방법.

청구항 5.

제1항에 있어서, 피복된 기판이 6시간 미만 동안 가열되는 방법.

청구항 6.

제1항에 있어서, 실라잔 중합체의 반복 단위에 탄소가 없는 방법.

청구항 7.

제1항에 있어서, 실라잔이 하이드리도폴리실라잔을 포함하는 방법.