

(19) (KR)  
(12) (A)

(51) 。 Int. Cl.<sup>7</sup>  
C08L 83/04

(11)  
(43)

10-2004-0023683  
2004 03 18

(21) 10-2004-7001129

(22) 2004 01 26

2004 01 26

(86) PCT/US2002/023152

(87)

WO 2003/010246

(86) 2002 07 16

(87)

2003 02 06

(30) 09/915,902 2001 07 26 (US)

(71)

(72)

48642 2769

48611 211

48642 3705

(74)

:

(54)

$R^1 SiO_{3/2}$   $(R^2 O)_b SiO_{(4-b)/2}$  ( ,  $R^1$  1 5  
 $R^2$  3 30 , b 1 3 )  
 $R^1 SiO_{3/2}$   $(R^2 O)_b SiO_{(4-b)/2}$  1:99 99:1 .  
 가 가 2.1 3 , 가 2 40 % ,  $R^2 O$  가  
 가 0.9 20GPa

$R^1 SiO_{3/2}$   $(R^2 O)_b SiO_{(4-b)/2}$  ( ,  $R^1$  1  
 $R^2$  3 30 , b 1 3 ) 3 30  
 가

(IC)  
 (CVD) (plasma enhanced techniques; PECVD)  
 가 ( , 4)가  
 56,977 (Collins) 3,615,272 (Haluska) CVD PECVD 4,7  
 3  
 (cross talk) IC가 가  
 가 3  
 가 ,  
 가 ,  
 가 (spin coating) 가 가  
 가  
 Si(OR)<sub>4</sub> 5,446,088 -가 R -가 1 20 HSi(OR)<sub>3</sub>  
 가 50 1000 가  
 (Chung) 6,231,989 5 %  
 가 , 가 1.5 2.4  
 (Smith) WO 98/49721 ; ;  
 (Mikoshiba) 6,022,814 250  
 1,500m<sup>2</sup>/g , 가 2.0 가 0.8 1.4g/cm<sup>3</sup> , 1 3 nm , 600  
 2- , , 250 3,3,3- , t- ,  
 [Mikoshiba] [J. Mat. Chem., 1999, 9, 591-598]  
 ( ) , 250 ( 가 )  
 가 , 450 가 500 가 ,  
 가 가 2.3 , ,  
 가 가  
 (Ito) 93-333553 (3 )  
 가 , SiO<sub>2</sub> , IC



R<sup>2</sup> 4 18 3

R<sup>2</sup> 3 -

(a) R<sup>1</sup>SiX<sub>3</sub> (R<sup>1</sup>)<sub>1 5</sub>, X

(b) (R<sup>2</sup>O)<sub>3</sub>SiX<sub>30</sub>(<sup>4-c</sup>) (R<sup>2</sup>)<sub>3 30</sub>, c 1 3, X 가

(c)

(a) R<sup>1</sup>SiX<sub>3</sub> (R<sup>1</sup>)<sub>1 5</sub> X 가 X 80 % X가 (Si-O-Si) 70 % (Si-OR) X가 SiOH 가 30 % R<sub>1 6</sub> 1 6 ;

(b) (R<sup>2</sup>O)<sub>3</sub>SiX<sub>30</sub>(<sup>4-c</sup>) (R<sup>2</sup>)<sub>3 30</sub>, c 1 3, X (b) -t- (a) (b) -t- -t-

(a) 40:60 (b) 98:2 1:99 99:1 (a) 50:50 (b) 85:15 (a) (b) X 0.5 2.0 0.8 1.2

(b) (a) (b) (THF) (MIBK);

(b) 가 40 95 % (a) 70 90 %

(a), (b), (c) (X) 가

20 150 85 20 100 가 X가 R<sup>1</sup> R<sup>2</sup>O



% .

(B) 가 .

(C) 가 R<sup>2</sup>O 가 ,

가 40 95 %, 70 90 % . 2

가 1

가 (50 )

가 R<sup>2</sup>O 가

R<sup>2</sup>O 80 % 가 . 2

R<sup>2</sup>O 가 350 R<sup>1</sup> 가 350 R<sup>2</sup>O 가 350 600 90 %

R<sup>1</sup> 가 , 400 550 가 350 가

R<sup>2</sup>O , 20 , R<sup>2</sup>O가 , 400 550

R<sup>1</sup> / 350 600 ,

가 50ppm , 가 15ppm ,

, O<sub>2</sub> , , , N<sub>2</sub>O, 가 ,

가 가 가 가

(focal plane array), , , ,

, 3-D , SOI(silicon-on-insulator) ,

2.5μm 0.5 , 1.2μm (5μm ) , 0.3

가 ( , CVD, PECVD ) , SiO<sub>2</sub> , SiC:H, , (TCVD), , 가 (PECVD), (ECR), . 가

, 2 40 % 2.1 3.0 , 2.1 2.5 , 1.9 20GPa  
 , 4 13GPa

(Mn) (g) (Mw) ,  
 1MP (QuantaChrome Autosorb 1MP system) (NMR)  
 (Brunauer-Emmett-Teller method) 가  
 , 1 (P/P<sub>0</sub> = 0.995)  
 (RI) (Woollam) M-88 (%) (Woollam M-88 Spectroscopic  
 Ellipsometer) , Et  
 Me , tBu 3 , Ac , n.m.

1

u) 2 6.44g R<sup>1</sup> Me R<sup>2</sup> 가 t- 10.00g (HO)<sub>2</sub> Si(OtB 1.  
 75g 가 가 가 1 THF 22.20g 가 6 . 12  
 Mw 13,100 Mn 4,900 , 가 5 , 29 Si NMR  
 (MeSiO<sub>3/2</sub>)<sub>0.36</sub> ((ZO)SiO<sub>3/2</sub>)<sub>0.14</sub> ((tBuO)<sub>b</sub> SiO<sub>4-b/2</sub>)<sub>0.5</sub> ( , ZO OH OMe )

2

가 1 (1.9744g)  
 10 / 450 20mmHg (2666 Pa ) ,  
 (9319g) 1 450 ,  
 (MeSiO<sub>3/2</sub>)<sub>0.47</sub> (SiO<sub>4/2</sub>)<sub>0.53</sub> . BET 584m<sup>2</sup>/g , 47.2 % , 29 Si NMR  
 0.40cc/g

3

A), (H<sub>2</sub>N)<sub>2</sub> Si(OtBu)<sub>2</sub> (B) ( , R<sup>1</sup> Me , R<sup>2</sup> t- ) MeSi(OMe)<sub>3</sub> ( 가 ,  
 가 , 1 가 , 65 가 ,  
 2 65 , (1mm Hg) , 30

Hg) , 0.45 μm . 25 (1mm  
2

[ 1 ]

수지 합성의 요약

실시에 번호	(A) (g)	(B) (g)	THF (g)	H <sub>2</sub> O (g)	환류 단계내 톨루엔 (g)	수율 (g)	외관
3-1	20.0	1.5	30.3	11.1	50	11.8	왁스
3-2	20.1	3.0	30.2	11.6	50	12.8	오일
3-3	20.0	7.6	29.9	13.2	50	16.8	오일
3-4	20.0	12.0	30.0	14.8	50	21.7	오일

[ 2 ]

(MeSiO<sub>3/2</sub>)<sub>f</sub>(tBuO)<sub>b</sub>SiO<sub>4-b/2</sub>)<sub>g</sub> 수지의 분석

실시에	반응물에 기초한 f/g의 몰비	( <sup>29</sup> Si NMR) 에 기초한 f/g의 몰비	Mw	Mn	Tg (°C)
3-1	95.3/4.7	96.0/4.0	109,700	2,460	-43.9
3-2	91.0/9.0	n.m.	>100,000*	n.m.	-13.4
3-3	80.0/20.0	80.0/20.0	17,600	1,480	-28.9
3-4	71.8/28.2	75.0/25.0	7,310	1,090	-39.4

\* 물질이 겔 형태이기 때문에 분자량 데이터는 확정짓지 못했지만,  
이는 여전히 용매에 재용해될 수 있다

4

가 10 / 3 20mmHg (2666Pa ) (2 3g)  
가 1 (char) 3  
%

[ 3 ]

경화된 수지의 다공도 및 탄화물 수율

실시예 번호	수지 샘플 번호	온도 (°C)	탄화물 수율, (중량%)	포어 체적 (cm <sup>3</sup> /g)	표면적, BET, (m <sup>2</sup> /g)
4-1	3-1	400	80.2	0.157	142
4-2	3-1	450	79.7	0.161	160
4-3	3-2	400	79.3	n.m.	n.m.
4-4	3-2	450	76.8	0.265	413
4-5	3-3	380	71.4	0.214	272
4-6	3-3	400	66.3	n.m.	n.m.
4-7	3-3	450	62.6	0.295	486
4-8	3-4	380	69.4	0.056	35
4-9	3-4	400	60.9	0.227	277
4-10	3-4	450	49.5	0.213	348

5

(AcO)<sub>2</sub>Si(OtBu)<sub>2</sub>(B) 가 (R<sup>1</sup> Me, R<sup>2</sup> t- ) MeSi(OMe)<sub>3</sub>(A) 가  
 THF 4 1 75g 150g  
 110g 1 4  
 5

[ 4 ]

수지 합성의 요약

실시예 번호	(A) (g)	(B) (g)	THF (g)	H <sub>2</sub> O (g)	수율 (g)	외관
5-1	18.6	40.0	72.0	11.1	23.6	고체
5-2	27.9	40.0	80.0	14.5	26.0	고체
5-3	43.5	40.3	90.0	20.0	40.0	고체
5-4	92.9	39.9	120.3	28.3	67.3	왁스

[ 5 ]

(MeSiO<sub>3/2</sub>)<sub>f</sub>((tBuO)<sub>b</sub>SiO<sub>4-b/2</sub>)<sub>g</sub> 수지의 분석

실시에	반응물에 기초한 f/g의 몰비	<sup>29</sup> Si NMR 에 기초한 f/g의 몰비	Mn	Mw
5-1	0.50/0.50	0.44/0.56	2,990	17,700
5-2	0.60/0.40	0.55/0.44	2,010	46,000
5-3	0.70/0.30	0.69/0.31	n.m.	>100,000*
5-4	0.85/0.15	0.83/0.17	3,400	32,100

\* 물질이 겔 형태이기 때문에 분자량 데이터는 확정짓지 못했지만, 이는 여전히 용매에 재용해될 수 있다

6

가 10 / 6  
 20mmHg (2666Pa )  
 450 가 1 450  
 5 (2 3g)  
 %

[ 6 ]

경화된 수지의 다공도 및 탄화물 수율

실시에 번호	수지 샘플 번호	골격 밀도 (g/cm <sup>3</sup> )	탄화물 수율 (중량%)	포어 체적 (cm <sup>3</sup> /g)	다공도 (%)	표면적, BET, (m <sup>2</sup> /g)
6-1	5-1	1.693	60.5	0.271	31.4	461
6-2	5-2	1.624	72.5	0.280	31.3	481
6-3	5-3	1.505	78.0	0.249	27.2	425
6-4	5-4	1.398	76.5	0.125	14.9	168

7

25 %  
 1.0μm 0.2μm  
 20 2000rpm  
 450 (50 60 / ) 가 2 400 , 425  
 7 (Dk)

[ 7 ]

실리콘 웨이퍼상의 수지의 박막 특성

실시예 번호	수지 샘플 번호	온도 ( °C )	Dk	모듈러스 (Gpa)	경도 (Gpa)	두께 ( Å )	RI
7-1	5-1	450	2.32	7.9	0.91	6,300	1.273
7-2	5-1	425	2.36	9.0	1.11	6,728	1.276
7-3	5-1	400	2.48	8.7	0.95	6,826	1.271
7-4	5-2	450	2.16	3.5	0.51	6,199	1.252
7-5	5-2	425	2.48	5.5	0.65	6,374	1.307
7-6	5-2	400	2.55	4.8	0.53	6,333	1.338
7-7	5-3	450	2.61	7.4	1.11	8,551	1.347
7-8	5-3	425	2.52	6.9	1.08	9,025	1.350
7-9	5-3	400	2.38	7.4	1.19	9,413	1.336
7-10	5-4	450	2.88	7.8	1.4	10,500	1.368
7-11	5-4	425	2.71	6.0	1.19	10,525	1.383
7-12	5-4	400	2.63	7.1	1.25	10,892	1.375

\_\_\_\_\_ 1

6,022,814 (MeSiO<sub>3/2</sub>)<sub>h</sub> (CF<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>)SiO<sub>3/2</sub>)<sub>i</sub>  
 , 10g , 3.4g , 0.5g , 9.5g , 3.4g  
 가 , 2 가 0.10g 가 24 30 , 70 35  
 4.98g  
 000rpm 10g 2.56g , 1500 rpm, 2000rpm 3  
 2000rpm MIBK , 25 % , 1.0µm 20  
 0.2µm ,  
 450µm(25µm/ ) 가 2 ,  
 8

[ 8 ]

실리콘 웨이퍼상의 수지의 박막 특성

실시예 번호	Dk	모듈러스 (Gpa)	두께 ( Å )	RI
C1-1	n.m.	n.m.	5632	1.3738
C1-2	2.58	1.50	5149	1.3878
C1-3	2.63	1.60	5202	1.3736

(MeSiO<sub>3/2</sub>)<sub>h</sub> (CH<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>)SiO<sub>3/2</sub>)<sub>i</sub>  
 Dk

6,022,814

2

(MeSiO<sub>3/2</sub>)  
 1536g(15.4mol) (MIBK) 가 2560g(140mol)  
 4 5.5g/ 가 512g(5.12mol) MIBK 817g (5.46mol)  
 가 가 가 가 가 가 가 가 가 가 가  
 , 가 2 가 56 , 2 56  
 , 가 가 . HCl 1 56 , 30  
 , pH 4 4 1 MIBK , HCl 40  
 , 가 , 가 , GPC Mw 13,500 Mn 3,50  
 0 .  
 2 3g MIBK , 25 %  
 . 1.0μm , 0.2μm  
 , 20 2000rpm , 450 (25 / ) 가 2  
 , . 9

[ 9 ]

실리콘 웨이퍼상의 수지의 박막 특성

실시예 번호	Dk	모듈러스 (Gpa)	경도 (Gpa)	두께 (Å)	RI
C2-1	2.50	1.50	0.26	9402	1.3652
C2-2	2.51	1.50	0.30	9286	1.3787
C2-3	n.m.	n.m.	n.m.	9707	1.3842

(MeSiO<sub>3/2</sub>)  
 (2 GPa )

(57)

1.

R<sup>1</sup> SiO<sub>3/2</sub> (R<sup>2</sup>O)<sub>b</sub> SiO<sub>(4-b)/2</sub> ( , R<sup>1</sup> 1 5  
 , R<sup>2</sup> 3 30 ) , R<sup>1</sup> SiO<sub>3/2</sub> (R<sup>2</sup>O)<sub>b</sub> SiO<sub>(4-b)/2</sub> (R<sup>2</sup>  
 O)<sub>b</sub> SiO<sub>(4-b)/2</sub> 가 1:99 99:1 , R<sup>1</sup> SiO<sub>3/2</sub> (R<sup>2</sup>O)<sub>b</sub> SiO<sub>(4-b)/2</sub> 가  
 50%

2.

1 ,  
 R<sup>2</sup> 가 t-

3.

(a) R<sup>1</sup> SiX<sub>3</sub> ( , R<sup>1</sup> 1 5 , X  
 가 ) ;  
 (b) (R<sup>2</sup>O)<sub>c</sub> SiX<sub>(4-c)</sub> ( , R<sup>2</sup> 3 30 3  
 30 , c 1 3 , X 가

) ;  
 (c) ,  
 99:1 (a) (b) , R<sup>1</sup> SiO<sub>3/2</sub> , (R<sup>2</sup>O)<sub>b</sub> SiO<sub>(4-b)/2</sub> (가 1:99 , b 1  
 3 )

4.  
 3 ,  
 R<sup>1</sup> , R<sup>2</sup> 가 t-

5.  
 (A) 1 2 가  
 ;  
 (B) 가 R<sup>2</sup>O 가 ,

6.  
 (A) R<sup>1</sup> SiO<sub>3/2</sub> (R<sup>2</sup>O)<sub>b</sub> SiO<sub>(4-b)/2</sub> ( , R<sup>1</sup> 1  
 5 , R<sup>2</sup> 3 30 3 3  
 0 , b 1 3 ) ( ,  
 (R<sup>2</sup>O)<sub>c</sub> SiO<sub>(4-b)/2</sub> HSiO<sub>3/2</sub> (R<sup>2</sup>O)<sub>b</sub> SiO<sub>(4-b)/2</sub> 가 1:99 99:1 , R<sup>1</sup> SiO<sub>3/2</sub>  
 ; 50% )

(B) 가 ;

(C) 가 R<sup>2</sup>O 가 ,

7.  
 5 6 ,  
 R<sup>2</sup>O 가 ,

8.  
 5 6 ,  
 가 2.1 3.1 , 가 2 40 % , 가 1.9 20GPa ,

9.  
 6 .