

POLSKA  
RZECZPOSPOLITA  
LUDOWA



URZĄD  
PATENTOWY  
PRL

# OPIS PATENTOWY

# 147 597

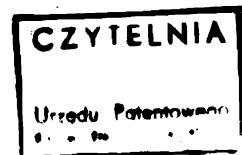
Patent dodatkowy  
do patentu nr \_\_\_\_\_

Zgłoszono: 86 08 21 /P. 261107/

Pierwszeństwo \_\_\_\_\_

Zgłoszenie ogłoszono: 88 03 31

Opis patentowy opublikowano: 1989 11 30



Int. Cl.<sup>4</sup> G03C 5/34

Twórcy wynalazku: Zbigniew Brzozowski, Adam Wołkowicz,  
Bogusław Józwik, Piotr Prüffer

Uprawniony z patentu: Politechnika Warszawska, Warszawa /Polska/

## SPOSÓB WYTWARZANIA ŚRODKA WYWOŁUJĄCEGO DLA POZYTYWOWYCH POWŁOK PROMIENIOCZUŁYCH

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania środka wywołującego dla pozytywnych powłok promienioczułych, mającego zastosowanie w procesie fotolitografii w przemyśle elektro-nicznym, zwłaszcza w mikroelektronice. Znane sposoby otrzymywania wywoływaczy do obróbki offsetowych płyt presensybilizowanych warstwą kopiową dwuazochinonową polegają na sporządze-niu wodnych roztworów metakrzemianów i fosforanów metali alkalicznych oraz środków stabili-zujących i kompleksujących. Według rozwiązania przedstawionego w polskim opisie patentowym nr 107 755 taki środek wywołujący uzyskuje się przez przygotowanie mieszaniny metakrzemianu sodowego i fosforanu dwu i trójsodowego z wodną emulsją polisiloksanu jako środka stabilizu-jącego oraz solami sodowymi kwasu etylenodwuaminoczwerooctowego, które spełniają rolę środka kompleksującego.

Trwałość takiego wywoływacza nie jest jednak dostateczna mimo dodatku środków sta-bilizujących i kompleksujących, których obecność w roztworze zmniejsza skuteczność samej operacji wywoływania, a komponenty stabilizujące powodują wydłużanie czasu wywoływania. Ponadto, otrzymane znanymi metodami wywoływacze nie mogą być wykorzystywane w procesach fotolitograficznych z uwagi na ich słabą odkrywalność otworów o wymiarach charakterystycznych dla mikroelektroniki oraz niewystarczającą jakość krawędzi tych otworów. Wszystkich tych wad znanych wywoływaczy pozbawiony jest środek wywołujący otrzymany sposobem według wynalazku.

Sposób według wynalazku polega na tym, że stosowaną do rozpuszczenia metakrzemianu i fosforanu sodowego wodę najpierw podgrzewa się do temperatury 60-100°C, a następnie schła-dza się do temperatury 10-40°C i nasycza się gazem obojętnym wprowadzanym nad i pod zwierciadło wody, po czym dodaje się katalityczne ilości czwartorzędowych soli amoniowych i/lub wodoro-tlenków metali alkalicznych. Do tak przygotowanego roztworu dodaje się następnie metakrzemian sodu i fosforan dwusodowy i/lub trójsodowy w sumarycznej ilości do 3% wagowych w przeliczeniu na substancje stałe. Po dokładnym wymieszaniu całości w atmosferze gazu obojętnego, wodny roztwór środka wywołującego oddziela się w atmosferze gazu obojętnego od osadu wytrąconych zanieczyszczeń. Szczególnie korzystne wyniki uzyskuje się jeżeli stosunek wagowy metakrze-mianu sodu do fosforanu dwusodowego i/lub trójsodowego w otrzymanym roztworze wodnym wynosi

2

od 2:3 do 3:2. Również korzystnie jest, jeżeli czwartorzędowe sole amoniowe i/lub wodorotlenki metali alkalicznych wprowadzi się w ilości 0,0001-1% wagowych.

Wytworzony sposobem według wynalazku środek wywołujący wykazuje zdolność do wywoływania struktur topologicznych i może być wykorzystywany w procesie fotolitografii przy zastosowaniu pozytywowej emulacji światłoczułej. Stężenie roztworu wywołującego można ustalać każdorazowo w zależności od grubości i czułości warstwy promienioczułej oraz pożądanego czasu wywoływania. Przedmiot wynalazku objaśniony jest bliżej w przykładach wykonania, nie ograniczających jednak zakresu jego stosowania.

**P r z y k ł a d I.** Do reaktora szklanego o pojemności 50 dm<sup>3</sup> zaopatrzonego w mieszadło mechaniczne, chłodnicę zwrotną i termometr wprowadza się 29,1 kg wody destylowanej. Po uruchomieniu mieszadła i przepływu wody chłodzącej przez chłodnicę zwrotną, wodę w reaktorze podgrzewa się do temperatury 65°C, a następnie schładza się do temperatury 25°C przy jednoczesnym nasycaniu azotem, który wprowadza się nad i pod zwierciadło schładzanej wody. Następnie do reaktora wprowadza się 0,2 kg wodorotlenku sodowego, a po jego rozpuszczeniu 1 kg ortofosforanu dwusodowego i 0,8 kg metakrzemianu sodowego. Zawartość reaktora miesza się przez 2 godziny w atmosferze azotu, po czym filtruje się w atmosferze azotu przez spiek ceramiczny o porowatości 65 odporny na alkalia. Otrzymuje się 29,5 kg środka wywołującego dla pozytywowych powłok promienioczułych. Z wytworzonego w podany sposób środka sporządza się roztwór wywołujący przez rozcieńczenie wodą w proporcji wagowej 1:2.

**P r z y k ł a d II.** Do reaktora szklanego o pojemności 50 dm<sup>3</sup> zaopatrzonego w mieszadło mechaniczne, chłodnicę zwrotną i termometr wprowadza się 29,7 kg wody destylowanej. Po uruchomieniu mieszadła i przepływu wody chłodzącej przez chłodnicę zwrotną, wodę w reaktorze podgrzewa się do temperatury 80°C, a następnie schładza się do temperatury 40°C przy jednoczesnym nasyceniu argonem wprowadzonym nad i pod zwierciadło schładzanej wody. Następnie do reaktora wprowadza się 0,1 kg chlorowodoru trójetylobenzyloamoniowego, a po jego rozpuszczeniu 0,12 kg ortofosforanu trójsodowego oraz 0,18 kg metakrzemianu sodowego. Zawartość reaktora miesza się przez 2 godziny w atmosferze argonu, a następnie filtruje w atmosferze argonu przez odporny na alkalia spiek ceramiczny o porowatości 65, otrzymując 29,5 kg środka wywołującego dla pozytywowych powłok promienioczułych. Proces wywoływania pozytywowych powłok promienioczułych z zastosowaniem tego środka przebiega bez zakłóceń, a uzyskana jakość krawędzi i odkrywalność otworów są dobre.

#### Z a s t r z e ż e n i a   p a t e n t o w e

1. Sposób wytwarzania środka wywołującego dla pozytywowych powłok promienioczułych polegający na rozpuszczeniu i wymieszaniu metakrzemianu sodu i fosforanu dwusodowego i/lub trójsodowego w wodzie, a następnie oddzieleniu osadu, z n a m i e n n y   t y m, że do wody uprzednio podgrzanej do temperatury 60-100°C, następnie schłodzonej do temperatury 10-40°C i nasyczonej gazem obojętnym wprowadza się katalityczne ilości czwartorzędowych soli amoniowych i/lub wodorotlenków metali alkalicznych, po czym w otrzymanym roztworze rozpuszcza się metakrzemian sodu i fosforan dwusodowy i/lub trójsodowy w sumarycznej ilości do 3% wagowych w przeliczeniu na substancje stałe, przy czym proces mieszania oraz oddzielania osadu prowadzi się w atmosferze gazu obojętnego.

2. Sposób według zastrz.1, z n a m i e n n y   t y m, że stosunek wagowy metakrzemianu sodu do fosforanu dwusodowego i/lub trójsodowego wynosi od 2:3 do 3:2.

3. Sposób według zastrz.1, z n a m i e n n y   t y m, że czwartorzędowe sole amoniowe i/lub wodorotlenki metali alkalicznych dodaje się w ilości 0,0001 - 1% wagowych.