

SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT  
BUNDESAMT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

11 CH 684 787 A5

51 Int. Cl.<sup>5</sup>: F 26 B 3/04  
F 26 B 9/06

**Erfindungspatent für die Schweiz und Liechtenstein**

Schweizerisch-liechtensteinischer Patentschutzvertrag vom 22. Dezember 1978

12 PATENTSCHRIFT A5

21 Gesuchsnummer: 3446/92

22 Anmeldungsdatum: 06.11.1992

24 Patent erteilt: 30.12.1994

45 Patentschrift veröffentlicht: 30.12.1994

73 Inhaber:  
Nauchno-Proizvodstvennaya Firma Aktsionernoe  
Obschestvo Zakrytogo Tipa "Tekhnologia,  
Oborudovanie Materialy" ..., Moskau (RU)

72 Erfinder:  
Peremyshev, Vladimir Alexandrovich, Moskau (RU)

74 Vertreter:  
Patentanwälte Schaad, Balass & Partner, Zürich

54 **Verfahren zur Trocknung eines auf die Oberfläche eines Erzeugnisses aus einer Lösung aufgetragenen polymeren Schutzüberzugs und Einrichtung zur Durchführung des Verfahrens.**

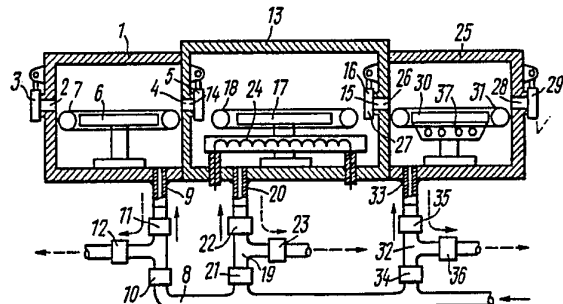
57 Die Erfindung bezieht sich auf das Gebiet der Mikroelektronik und Elektrotechnik.

Das Verfahren umfasst folgende Etappen. In der ersten Etappe hält man den Überzug bei Raumtemperatur im Zeitintervall von 20 s bis zu 1 Stunde je nach der Art des polymeren Überzugs. In der zweiten Etappe hält man den Überzug auf einer erhöhten Temperatur unter einem Überdruck, der zur Unterdrückung der Entwicklung von Mikrorissen in einem solchen Zeitintervall ausreichend ist, dass beim Erreichen vorgegebener Schutzeigenschaften kein thermischer Abbau des polymeren Überzugs stattfindet. In der dritten Etappe nimmt man die Kühlung des Überzugs auf Raumtemperatur vor. Gemäss der Erfindung erzeugt man den Überdruck in der ersten Etappe und hält ihn in der Etappe der Kühlung aufrecht.

Die Einrichtung schliesst eine hermetische Hochtemperaturkammer (13) ein, die mit einer Hochdruckleitung (8) verbunden und mit Luken (14, 15) zum Laden bzw. Ausladen eines Erzeugnisses versehen ist. Die Kammer (13) ist mit einem Erhitzer (24) ausgestattet. Gemäss der Erfindung ist vor der Hochtemperaturkammer (13) eine hermetische Kammer (1) zur Trocknung des Erzeugnisses bei Raumtemperatur angeordnet, die mit der Kammer (13) in Verbindung steht und an die Hochdruckleitung (8) angeschlossen ist. Nach der Hochtemperaturkammer (13) ist in

der Bewegungsrichtung des Erzeugnisses eine hermetische Kammer (25) zur Kühlung des Überzugs angeordnet, die an die Hochdruckleitung (8) angeschlossen und mit der Kammer (13) verbunden ist.

Die Erfindung kann bei der Herstellung von Mikro-schaltung sowie zur Erzeugung von dünnen polymeren Isolierüberzügen Anwendung finden.



## Beschreibung

Die Erfindung bezieht sich auf das Gebiet der Mikroelektronik und Elektrotechnik und betrifft insbesondere ein Verfahren zur Herstellung eines auf die Oberfläche eines Erzeugnisses aus einer Lösung aufgetragenen polymeren Schutzüberzugs und eine Einrichtung zur Durchführung des Verfahrens.

In der Planartechnologie von Halbleitergeräten und Mikroschaltungen ist ein Verfahren zur Trocknung eines auf die Oberfläche eines Erzeugnisses aus einer Lösung aufgetragenen polymeren Schutzüberzugs weit bekannt, das eine Etappe des Haltens des Überzugs auf den Temperaturen des technologischen Raumes, eine Etappe des nachfolgenden Haltens auf einer erhöhten Temperatur unter einem Überdruck und eine Etappe der Kühlung umfasst. Dabei bestehen Probleme bei der Herstellung von qualitätsgerechten fehlerfreien Polymerfolien und der Beibehaltung ihrer Schutzeigenschaften im Laufe einer bestimmten Zeit. Auf die Schutzeigenschaften von Überzügen üben Mikrorisse und Blasen einen grossen Einfluss aus, die sich in Abhängigkeit von physikalisch-chemischen Prozessen bilden und entwickeln, welche während der Trocknung vonstatten gehen (unter der Trocknung wird hier der Prozess des Austritts des Lösungsmittels aus dem polymeren Überzug verstanden).

Das Austrocknen des Überzugsmaterials (Trocknung) schliesst Transportprozesse des Lösungsmittels im Polymer selbst (Flüssigkeitsdiffusion), im Gasmedium (Gasdiffusion) und den Übergang des Lösungsmittels aus dem flüssigen Zustand in Dampf (Phasenumwandlung) ein. Kinetische Charakteristiken der genannten Prozesse bestimmen den Mechanismus des Austritts des Lösungsmittels aus dem Überzug.

Die Anfangsetappe der Trocknung, die man bei Temperaturen des technologischen Raumes durchführt (20–24°C), kennzeichnet sich durch einen hohen Gehalt an Lösungsmittel im polymeren Überzug und hohe Geschwindigkeiten seiner Flüssigkeitsdiffusion. Je nach dem Austrocknen des Überzugs verlangsamt sich die Diffusion des Lösungsmittels im Polymerwerkstoff, was zur Herabsetzung der Trocknungsgeschwindigkeit führt.

Durch das Halten des polymeren Überzugs auf Temperaturen des technologischen Raumes allein gelingt es bekanntlich nicht, hohe Werte der Schutzeigenschaften (Adhäsion, Fehlerfreiheit) zu erzielen.

Daher wendet man das Halten in der zweiten Etappe auf einer erhöhten Temperatur an. Die Temperatur wird aus der Überlegung heraus gewählt, ein hohes Fliessvermögen des Polymers zur Erhöhung der Diffusionsgeschwindigkeit und zum Abbau der inneren Spannungen des Überzugs zu erreichen, jedoch mit Rücksicht auf die Thermostabilität des Polymerwerkstoffes, weil eine hohe Temperatur und deren langandauernde Einwirkung unerwünschte Reaktionen des thermischen Abbaus und der Wärmepolymerisation zur Folge hat.

Im Anfangsstadium des Haltens des polymeren Überzugs auf einer erhöhten Temperatur ist eine sprunghafte Erhöhung der Austrittsgeschwindigkeit des Lösungsmittels zu verzeichnen. Nachdem diese Geschwindigkeit ihren Höchstwert erreicht hat, vermindert sie sich bis auf den Nullwert.

Es wird angenommen, dass neben der Verdampfung des Lösungsmittels auf der Aussenfläche des Überzugs ein Phasenübergang (Verdampfung) auch an der Oberfläche von im Überzug vorhandenen Gas-Mikrorissen (innere Dampfbildung) stattfindet.

Experimente bestätigen einen Zusammenhang zwischen der inneren Dampfbildung und den Schutzeigenschaften z.B. eines Fotolacküberzugs. Kinetische Charakteristiken des Prozesses der Verdampfung des Lösungsmittels ins Innere des Mikrorisses werden durch eine ganze Reihe von Faktoren bestimmt: durch den Lösungsmittelgehalt des Überzugs, den Druck des Lösungsmitteldampfes, Anfangsformer und Abmessungen von Mikrohohlräumen, die Verteilungsdichte von Mikrorissen im Volumen des Überzugs, den Koeffizienten der Flüssigkeitsdiffusion des Lösungsmittels, die Viskosität und Oberflächenspannung des polymeren Überzugs, die Temperatur des Überzugs.

Mit der Vergrösserung der Geschwindigkeit der inneren Dampfbildung wächst die Fehlerhaftigkeit an und nimmt die Adhäsion des Überzugs am Erzeugnis ab. Dies geschieht infolge der Entwicklung von mit Lösungsmitteldämpfen gesättigten Mikrorissen, deren nachfolgendes Öffnen an der Aussenfläche des Überzugs.

In hohem Masse wird der Prozess der Bildung von Defekten durch die Lage der geschlossenen Mikrorisse gegenüber der Aussenfläche des Überzugs und der Grenze zwischen Überzug und Erzeugnis beeinflusst. So greifen die an der Aussenfläche des Überzugs nahegelegenen Mikrorisse bei ihrem Aufgehen nicht die tiefen Schichten des polymeren Überzugs an und üben keinen solchen Einfluss auf die Schutzeigenschaften und die Adhäsion wie die Mikrorisse aus, die sich an der Grenze des Erzeugnisses und des polymeren Überzugs befinden. Die letzteren erzeugen ausser dem schichtenweisen Ablösen des Überzugs bei ihrer Öffnung auf der Aussenfläche durchgehende Durchstiche. Mikrorisse, die in den mittleren Überzugsschichten liegen, schaffen Voraussetzungen zur Entstehung von Durchstichen, und als Konzentrationsstellen der inneren Spannungen des Überzugs schwächen sie dessen Adhäsion am Erzeugnis ab.

Die innere Dampfbildung im Schutzüberzug mit einem hohen Lösungsmittelgehalt zeigt in der ersten Trocknungsetappe keine merkliche Wirkung, welche die Schutzeigenschaften des polymeren Überzugs herabmindert.

Dies erklärt sich durch folgende Ursachen: durch günstige Bedingungen für die Verdampfung des Lösungsmittels, die mit einem hohen Koeffizienten der Flüssigkeitsdiffusion im Überzug zusammenhängen,

und durch den Zustand eines hohen Fließvermögens der Polymerlösung, das zum Schliessen von entstehenden Mikrorissen beiträgt.

Bei einer Verminderung des Lösungsmittelgehaltes findet eine Erhöhung der Viskosität des polymeren Überzugs und ein Verlust der Planarisierungsfähigkeit statt (unter der Planarisierungsfähigkeit wird hier die Fähigkeit des Polymers verstanden, eine ebene Oberfläche zu erzeugen und die Unebenheiten der Ränder von geöffneten Mikrorissen zuzuziehen).

Da die entsprechenden Methodiken fehlen, ist es unmöglich, den Augenblick genau zu bestimmen, wo das Fließvermögen der Lösung nicht ausreichend sein wird für das Schliessen von Mikrorissen gefährlicher Form und Abmessungen. Man kann lediglich mit einer bestimmten Glaubwürdigkeit, die durch praktische Angaben bestätigt wird, annehmen, dass dies für die meisten Fotolacküberzüge nach erfolgtem Zentrifugieren geschieht, bei welchem man den überschüssigen polymeren Schutzüberzug entfernt.

Indem man die Gas-Mikrorisse als Ursache für die Entstehung von Durchstichen im Schutzüberzug und als Ursache für die Abschwächung der Adhäsion ansieht, muss man auf den polydispersen Charakter ihrer Abmessungen und Form hinweisen. Naturgemäss verbessern sich die Schutzeigenschaften der Überzüge mit der Verkleinerung von grösseren Mikrorissen besonders.

Zugleich kann eine lange Aufbewahrungsdauer ausgetrockneter Überzüge selbst Mikrorisse kleiner Abmessungen gefährlich machen.

Es ist klar, dass für jeden Prozess in Abhängigkeit von den Bedingungen seiner Durchführung und den Anforderungen an die Schutzeigenschaften ein höchstzulässiges Mass von Mikrorissen bestimmt werden kann, bei welchem keine Senkung der Schutzeigenschaften unter die erforderlichen Werte geschieht.

Am nächsten kommt der Erfindung ein Verfahren zur Trocknung eines auf die Oberfläche eines Erzeugnisses aus einer Lösung aufgetragenen polymeren Schutzüberzugs, das eine Etappe des Haltens des polymeren Überzugs in einem Temperaturbereich des technologischen Raumes im Zeitintervall von 20s bis zu 1 Stunde, eine Etappe des nachfolgenden Haltens des polymeren Überzugs auf einer erhöhten Temperatur unter einem Überdruck, der zur Unterdrückung des Prozesses der Entwicklung von Mikrorissen im Überzug, die seine Schutzeigenschaften verschlechtern, ausreichend ist, und eine Etappe der Kühlung des polymeren Überzugs umfasst (V. P. Lavrishev, V. A. Peremyshev «Untersuchung des Mechanismus der Lösungsmittelentfernung aus einem Fotolackfilm», 1975, Elektronnaya tekhnika, Heft 5 (53), SS. 58–65).

Ein Faktor, der die Wirkung der inneren Dampfbildung verhindert und die Entwicklung von Gas-Mikrorissen unterdrückt, ist der äussere Überdruck beim Halten des Schutzüberzuges unter den Bedingungen einer erhöhten Temperatur.

Ein polymerer Überzug, ausgetrocknet unter Anwendung des genannten Verfahrens, weist Fehler in Form von Durchstichen und Schwachstellen auf. Für ihn ist ein Adhäsionsverlust zu verzeichnen, der die Haltbarkeitsdauer des polymeren Überzugs verkürzt. Die beiden Nachteile werden durch den Prozess der Entwicklung von Mikrorissen im Überzug bei dessen Trocknung initiiert.

Die Unterdrückung dieses Prozesses in der Etappe des Haltens des polymeren Überzugs auf einer erhöhten Temperatur gewährleistet nicht immer die Erfüllung von technischen Forderungen an die Schutzeigenschaften polymerer Überzüge.

Es ist eine Einrichtung zur Durchführung des Verfahrens zur Trocknung eines auf ein Erzeugnis aus einer Lösung aufgetragenen polymeren Schutzüberzugs bekannt, die eine hermetische Hochtemperaturkammer zum Halten des polymeren Überzugs auf einer erhöhten Temperatur, welche Kammer an eine Hochdruckleitung und an einen offenen Austritt ins äussere Medium mittels Rohrleitungen mit Ventilen angeschlossen ist und eine Ladeluke mit dicht verschliessbarem Schieber, eine Entladeluke mit dicht verschliessbarem Schieber, eine Vorrichtung zum Verschieben des Erzeugnisses von der Ladeluke zur Entladeluke und einen Erhitzer besitzt. (Elektronnaya promyshlennost, Nr. 5, (77), 1979, Moskau, V. V. Anufrienko, V. I. Osnin, V. A. Peremyshev, V. L. Sanderov, V. N. Tsarev «Aggregat zur Erzeugung von Fotolacküberzügen A –2», SS. 50–62).

In einer solchen Vorrichtung erzeugt man einen Überdruck in der Etappe des Haltens des polymeren Überzugs auf erhöhten Temperaturen. Dabei ist die Erzeugung eines Überdrucks in der Hochtemperaturkammer erst nach dem Einbringen des Erzeugnisses ins Innere der Kammer und dem Verschliessen der Ladeluke durch den dicht verschliessbaren Schieber möglich, während die Wegnahme dieses Drucks eher geschieht, als sich der Überzug auf eine Temperatur abkühlt, bei der unter den Bedingungen eines Normaldrucks der Prozess der Entwicklung von Mikrorissen im Überzug beseitigt wird, welche die Schutzeigenschaften des Überzuges verschlechtern.

Selbst ein unbedeutender Verzug der Einwirkung des Überdrucks bezüglich der Erwärmung des Überzuges hat einen negativen Effekt wegen einer geringen – Bruchteile eines Mikrometers – Dicke und Wärmekapazität des Überzugs. Der Überzug wird nach dessen Eintrag in das aufgeheizte Volumen der Hochtemperaturkammer praktisch momentan auf die Temperatur des Gases in der Kammer erwärmt. Ein Überdruck kann aber momentan nicht erzeugt werden. In diesem erwärmten Zustand befindet sich der Überzug im Augenblick der Wegnahme des Drucks vor dem Öffnen der Hochtemperaturkammer zum Ausladen des Erzeugnisses. Aber die Durchwärmung des polymeren Überzugs ohne Überdruck ruft eine Aktivierung der inneren Dampfbildung hervor, was günstige Bedingungen für die Entwicklung von Mikrorissen im Schutzüberzug schafft.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Trocknung eines auf die Oberfläche eines Erzeugnisses aus einer Lösung aufgetragenen polymeren Schutzüberzugs anzugeben, bei welchem in der Etappe des Haltens auf der Temperatur des technologischen Raumes solche Trocknungsbedingungen geschaffen werden, bei denen die Einwirkung des Überdrucks der Erhöhung der Temperatur vorangeht, und in der Etappe der Kühlung solche Bedingungen zu schaffen, bei denen die Temperatursenkung dem Aufhören der Einwirkung des Überdrucks vorausgeht, sowie eine Einrichtung zur Durchführung des Verfahrens zu entwickeln, die keine grossen Aufwendungen für ihre Herstellung erfordert, bequem und zuverlässig ist.

Die gestellte Aufgabe wird dadurch gelöst, dass im Verfahren zur Trocknung eines auf die Oberfläche eines Erzeugnisses aus einer Lösung aufgetragenen polymeren Schutzüberzugs, welches eine Etappe des Haltens des polymeren Überzugs in einem Temperaturbereich des technologischen Raumes im Zeitintervall von 20 s bis zu 1 Stunde, eine Etappe des nachfolgenden Haltens des polymeren Überzugs auf einer erhöhten Temperatur unter einem Überdruck, der zur Unterdrückung des Prozesses der Entwicklung von Mikrorissen im Überzug, welche seine Schutzeigenschaften verschlechtern, ausreichend ist, und eine Etappe der Kühlung des polymeren Überzugs umfasst, erfindungsgemäss man einen Überdruck, der zur Unterdrückung des Prozesses der Entwicklung von Mikrorissen im Überzug, welche seine Schutzeigenschaften verschlechtern, ausreichend ist, in der Etappe des Haltens des polymeren Überzugs im Temperaturbereich des technologischen Raumes erzeugt und in der Etappe der Kühlung des polymeren Überzugs bis zum Erreichen einer Temperatur desselben aufrechterhält, bei der unter den Bedingungen des atmosphärischen Drucks der Entwicklungsprozess von Mikrorissen im Überzug, welche seine Schutzeigenschaften verschlechtern, beseitigt wird.

Die Aufgabe wird auch dadurch gelöst, dass in der Einrichtung zur Durchführung des Verfahrens, die eine hermetische Hochtemperaturkammer zum Halten des polymeren Überzugs auf einer erhöhten Temperatur einschliesst, welche Kammer an eine Hochdruckleitung und an einen offenen Austritt ins äussere Medium mittels einer Rohrleitung mit Ventilen angeschlossen ist und eine Ladeluke mit dicht verschliessbarem Schieber, eine Entladeluke mit dicht verschliessbarem Schieber, eine Vorrichtung zum Verschieben des Erzeugnisses von der Ladeluke zur Entladeluke und einen Erhitzer besitzt, erfindungsgemäss vor der Hochtemperaturkammer in der Bewegungsrichtung des Erzeugnisses eine zusätzliche hermetische Kammer zur Trocknung des polymeren Überzugs bei der Temperatur des technologischen Raumes angeordnet ist, die mit der Hochtemperaturkammer mittels der Ladeluke mit dicht verschliessbarem Schieber in Verbindung steht, ihre eigene Ladeluke mit dicht verschliessbarem Schieber besitzt, an die Hochdruckleitung und den offenen Austritt ins äussere Medium mittels einer Rohrleitung mit Ventilen angeschlossen und mit einer Vorrichtung zum Verschieben des Erzeugnisses von der Ladeluke der zusätzlichen hermetischen Kammer zur Ladeluke der Hochtemperaturkammer versehen ist, während nach der Hochtemperaturkammer in der Bewegungsrichtung des Erzeugnisses eine zusätzliche hermetische Kammer zur Kühlung des polymeren Überzugs angeordnet ist, die mit der Hochtemperaturkammer mittels der Entladeluke mit dicht verschliessbarem Schieber in Verbindung steht, ihre eigene Entladeluke mit dicht verschliessbarem Schieber besitzt, an die Hochdruckleitung und den offenen Austritt ins äussere Medium mittels einer Rohrleitung mit Ventilen angeschlossen ist und eine Vorrichtung zum Verschieben des Erzeugnisses von der Entladeluke für das Ausladen des Erzeugnisses aus der Hochtemperaturkammer zur Entladeluke für das Ausladen des Erzeugnisses aus der Kühlkammer besitzt.

Zur Verkürzung der Kühlzeit ist es wünschenswert, die hermetische Kammer zur Kühlung des polymeren Überzugs zusätzlich mit einem Kühler zu versehen.

Bei dem Verfahren zur Trocknung eines auf die Oberfläche eines Erzeugnisses aus einer Lösung aufgetragenen polymeren Überzugs wird dank der Erzeugung eines äusseren Überdrucks in der Etappe des Haltens des Überzugs auf Temperaturen des technologischen Raumes die Möglichkeit einer Temperatureinwirkung auf den polymeren Überzug bis zum Augenblick der Erreichung eines solchen Überdrucks ausgeschlossen, bei dem das Wachsen von die Schutzeigenschaften des Überzugs verschlechternden Gas-Mikrorissen aufhört.

Dadurch, dass in der Etappe der Kühlung des polymeren Überzugs ein Überdruck erzeugt wird, wird es ausserdem möglich, einen stürmischen Austritt des Restlösungsmittels aus dem erwärmten Schutzüberzug bei atmosphärischem Druck zu beseitigen, welcher zur Entstehung von Mikrorissen auf der Oberfläche des polymeren Überzugs führt, die seine Schutzeigenschaften herabmindern.

Im folgenden wird die Erfindung durch Beschreibung von konkreten Ausführungsbeispielen derselben und an Hand von beigefügten Zeichnungen erläutert, in denen es zeigt:

Fig. 1 die Abhängigkeit der Temperatur  $T$  und des Drucks  $P$ , abgetragen auf einer Ordinatenachse, von der Trockenzeit  $\tau$ , abgetragen auf einer Abszissenachse, beim Verfahren zur Trocknung eines auf die Oberfläche eines Erzeugnisses aus einer Lösung aufgetragenen polymeren Schutzüberzugs;

Fig. 2 die Abhängigkeit der Austrittsgeschwindigkeit  $V$  des Lösungsmittels, abgetragen auf einer Ordinatenachse, von der Trockenzeit  $\tau$ , abgetragen auf einer Abszissenachse;

Fig. 3 die erfindungsgemässe Einrichtung zur Trocknung eines auf die Oberfläche eines Erzeugnisses aus einer Lösung aufgetragenen polymeren Schutzüberzugs im Längsschnitt.

Das Verfahren zur Trocknung eines auf die Oberfläche eines Erzeugnisses aus einer Lösung aufgetragenen polymeren Schutzüberzugs umfasst folgende Etappen: die Etappe (Fig. 1) des Haltens des Überzugs auf Temperaturen des technologischen Raumes im Zeitintervall von 20 s bis zu 1 Stunde, während welcher in der Zone des Haltens ein äusserer Überdruck erzeugt wird, der die Entwicklung von die Schutzeigenschaften des Überzugs herabmindernden Mikrorissen unterdrückt; die Etappe II des Haltens des Überzugs auf einer erhöhten Temperatur unter einem äusseren Überdruck, der die Entwicklung von die Schutzeigenschaften des Überzugs herabmindernden Mikrorissen während einer Zeit unterdrückt, die zum Erreichen von vorgegebenen mechanischen und Schutzeigenschaften ausreichend ist, jedoch keine thermischen Strukturänderungen des Überzugs hervorruft; die Etappe III der Kühlung des Überzugs unter einem entsprechenden äusseren Überdruck bis zu einer Temperatur, bei der unter den Bedingungen des atmosphärischen Drucks keine Entwicklung von die Schutzeigenschaften des Überzugs herabmindernden Mikrorissen vor sich geht.

Die Etappe I beginnt mit dem Auftragen einer Polymerlösung in Form eines Überzugs auf die Oberfläche eines Erzeugnisses beispielsweise nach der Methode des Zentrifugierens. Die Drehung des Erzeugnisses mit dem aufgetragenen Überzug ist als Anfangsstadium I' (Fig. 1) der Etappe I des Haltens des Überzugs auf einer konstanten Temperatur  $T_I$  des technologischen Raumes anzusehen. Dabei sind maximale Trocknungsgeschwindigkeiten im Stadium I' (Fig. 2) zu verzeichnen, in welchem eine zwangsläufige Beschleunigung der Diffusion des Lösungsmittels in Gasmedium aufgrund des Zentrifugierens stattfindet.

Diese Etappe I kennzeichnet sich durch Verminderung des Lösungsmittelgehaltes im Überzug, was dessen Viskosität erhöht und die Fähigkeit des Polymerwerkstoffs herabsetzt, die im Überzug entstehenden Mikrorisse zuzuziehen. Der Übergang des polymeren Überzugs zu einem solchen Zustand in der Etappe I bedingt die Notwendigkeit, die Vergrösserung der Abmessungen von Mikrohohlräumen infolge der inneren Dampfbildung durch Erzeugung in dieser Zeit (Stadium I' in Fig. 1) eines äusseren Überdrucks zu verhindern, der die innere Dampfbildung und folglich die Entwicklung von die Schutzeigenschaften des polymeren Überzugs herabmindernden Mikrorissen unterdrückt.

Die Dauer des Stadiums I' des Haltens des polymeren Überzugs auf der Temperatur  $T_I$  der technologischen Räume bis zum Beginn der Erzeugung eines äusseren Überdrucks wird durch eine Zeit bestimmt, die zum Erreichen eines optimalen Zustandes des Überzugs erforderlich ist. Als optimal für jeden konkreten Fall ist ein solcher Zustand des Überzugs anzusehen, bei welchem er der Entwicklung von Mikrorissen weniger ausgesetzt ist, und folglich wird dabei die Senkung der Schutzeigenschaften minimal sein. Dieser Zustand ist durch eine Reihe von physikalisch-chemischen und mechanischen Charakteristiken des Überzugs gegeben. In erster Linie durch die Überzugsdicke, den Lösungsmittelgehalt, die Viskosität des Überzugsmaterials, die Oberflächenspannung, den Charakter der Überzugsporosität, die Temperatur, den Aussendruck.

Es leuchtet ein, dass jeder Typ des polymeren Überzugs durch seinen optimalen Zustand und die Dauer des Haltens auf der Temperatur des technologischen Raumes gekennzeichnet ist. Die Zeit  $\tau_1$  wird experimentell festgelegt und liegt für die überwiegende Mehrheit von polymeren Überzügen in einem Intervall von 20 s bis zu 1 Stunde. Ist die Haltezeit  $\tau_1$  des polymeren Überzuges in der Etappe I kleiner als 20s, so bleibt der Bestgehalt des Lösungsmittels noch beträchtlich, was zu einem noch intensiveren Austritt des Lösungsmittels in der folgenden Etappe II führen wird. Das Halten des polymeren Überzugs in der Etappe I mehr als eine Stunde wird zur übermässigen Vergrösserung der Trockenzeit ohne Verbesserung der Schutzeigenschaften führen.

Die Erzeugung eines äusseren Überdrucks mit einem entsprechenden Wert, der durch die Charakteristiken des Polymers und des Lösungsmittels, die Temperatur  $T_{II}$  des Überzugs, die Forderungen an dessen Schutzeigenschaften bestimmt wird, erfordert in der Hauptsache einen Bereich von 0,3 bis 0,8 MPa. Ein Überdruck unter 0,3 MPa ist zur Verminderung der Entwicklung von Mikrorissen unzureichend. Und eine Erhöhung des Überdrucks über 0,8 MPa hinaus verbessert die Schutzeigenschaften des Überzugs nicht.

In der Etappe II (Fig. 1, 2) führt man das Halten des Überzugs auf der erhöhten Temperatur  $T_{II}$  (Fig. 1) unter den Bedingungen eines Überdrucks  $P_I$  durch, welcher die Entwicklung von Mikrorissen unterdrückt.

Die Erhöhung der Temperatur auf den Wert  $T_{II}$  trägt zur Senkung der Viskosität des polymeren Überzugs bei, was zur Vergrösserung der Austrittsgeschwindigkeit  $V$  (Fig. 2, Abschnitt II') des Lösungsmittels führt. Die Dauer  $\tau_{II}-\tau_1$  des Haltens des polymeren Überzugs auf der Temperatur  $t_{II}$  (Fig. 1) beträgt von 30 s bis zu 1 Stunde und ist abhängig von der Dicke und den Typ des polymeren Überzugs, der Masse und Wärmekapazität des Erzeugnisses, auf welches dieser Überzug aufgetragen ist, der Kinetik der Prozesse der Wärme- und Masseübertragung, von der Temperatur  $T_{II}$  des Überzugs und der thermischen Stabilität des Polymers.

Das Halten des polymeren Überzugs weniger als 30 s in der Etappe II ist nicht ausreichend für die Entfernung des Lösungsmittels aus dem Überzug, und das Halten des polymeren Überzugs mehr als 1 Stunde bei einer erhöhten Temperatur führt zur Zerstörung des Struktur des polymeren Überzugs, was einen schroffen Abfall seiner Schutzeigenschaften hervorruft. Deshalb wählt man die Temperatur  $T_{II}$  und die Zeit  $\tau_{II}-\tau_1$  der Etappe II je nach der Art des polymeren Überzugs.

Beispielsweise gelten als Arbeitstemperaturen für Diazochinon-Fotolacküberzüge Temperaturen  $T_{II}$  in

der Etappe II von 80 bis 100°C. Die Benutzung einer Temperatur  $T_{II}$  unter 80°C in der Etappe II gewährleistet keine vollständige Entfernung des Lösungsmittels, was die Adhäsion des Überzugs an der Erzeugnisoberfläche herabmindert.

Das Halten des polymeren Überzugs auf einer Temperatur  $T_{II}$  über 100°C wird von einem beschleunigten thermischen Abbau des Polymers begleitet, was die Stabilität der Qualität der Schutzeigenschaften beeinflusst.

Durch dieselben Abhängigkeiten werden die Temperatur- und Zeitverhältnisse der Etappe II der Trocknung von polymeren Elektronenresist-Überzügen auf Basis von Polymethylmethakrylat bestimmt. Für sie beträgt die Haltedauer  $\tau_{II}-\tau_I$  von 60 s bis zu 1 Stunde im Bereich der Temperaturen  $T_{II}$  von 160 bis 200°C.

Des Weiteren nimmt man die Kühlung des polymeren Überzugs auf eine Temperatur  $T_{III}$  (Fig. 1, Etappe III) vor, die gleich  $T_I$  ist. Die Austrittsgeschwindigkeit  $V$  (Fig. 2, Etappe III) des Lösungsmittels sinkt in dieser Etappe III allmählich bis auf Null.

Die Einrichtung zur Durchführung des Verfahrens zur Trocknung eines auf die Oberfläche eines Erzeugnisses aus einer Lösung aufgetragenen Schutzüberzugs schliesst eine hermetische Kammer 1 zum Halten eines (in der Zeichnung nicht gezeigten) Erzeugnisses mit dem auf dieses aufgebracht polymeren Überzug auf der Temperatur des technologischen Raumes ein, welche Kammer als erste in der Bewegungsrichtung des Erzeugnisses angeordnet ist. Die Kammer 1 besitzt eine Ladeluke 2 mit dicht verschliessbarem Schieber 3 und eine Entladeluke 4 mit dicht verschliessbarem Schieber 5. Innerhalb der Kammer 1 sind eine Plattform 6 zur Aufnahme des Erzeugnisses und eine Vorrichtung 7 zum Verschieben des Erzeugnisses von der Ladeluke 2 zur Entladeluke 4 montiert. Die Verschiebevorrichtung 7 ist in der vorliegenden Variante als Förderband ausgebildet.

Die Kammer 1 ist mit einer Hochdruckleitung 8 mittels eines in die Wand des Gehäuses der Kammer 1 eingebauten Stutzens 9 und einer mit Druckregelventilen 10, 11 ausgestatteten zusätzlichen Rohrleitung verbunden. Ausserdem ist in dieselbe Rohrleitung ein Ventil 12 zur Verbindung der Kammer 1 mit der Atmosphäre eingebaut.

Hinter der hermetischen Kammer 1 ist in der Bewegungsrichtung des Erzeugnisses eine hermetische Hochtemperaturkammer 13 zum Halten des polymeren Überzugs auf einer erhöhten Temperatur angeordnet.

Die Entladeluke 4 der Kammer 1 stellt in dieser Variante die Ladeluke 14 der Hochtemperaturkammer 13 dar. Die hermetische Kammer 1 steht mit der Hochtemperaturkammer 13 vermittels dieser Entladeluke 4 in Verbindung.

Ausserdem ist die Hochtemperaturkammer 13 mit einer Luke 15 mit dicht verschliessbarem Schieber 16 zum Ausladen des Erzeugnisses versehen. Innerhalb der Hochtemperaturkammer 13 ist eine Plattform 17 zur Aufnahme des Erzeugnisses und eine Vorrichtung 18 zum Verschieben des Erzeugnisses von der Ladeluke 14 zur Entladeluke 15 montiert, wobei die Verschiebevorrichtung in dieser Variante in Form eines Förderbandes ausgebildet ist. Die hermetische Kammer 13 ist mit der Hochdruckleitung 8 mittels einer Rohrleitung 19 verbunden, die mit einem Stutzen 20 und Druckregelventilen 21, 22, 23 ausgestattet ist. Im Inneren der Hochtemperaturkammer 13 ist ein Erhitzer 24 installiert. Nach der Hochtemperaturkammer 13 ist in der Bewegungsrichtung des Erzeugnisses eine zusätzliche hermetische Kammer 25 zur Kühlung des polymeren Überzugs angeordnet.

Die zusätzliche hermetische Kammer 25 ist mit einer Ladeluke 26 mit dicht verschliessbarem Schieber 27 versehen, welche zugleich die Entladeluke 15 der Hochtemperaturkammer 13 ist. Vermittels dieser Luke 26 steht die Hochtemperaturkammer 13 mit der zusätzlichen hermetischen Kammer 25 in Verbindung. Ausserdem ist die zusätzliche Kammer 25 mit einer zum Ausladen des Erzeugnisses bestimmten Luke 28 mit dicht verschliessbarem Schieber 29 versehen. Innerhalb der Kammer 25 sind eine Plattform 30 zur Aufnahme des Erzeugnisses und eine Vorrichtung 31 zum Verschieben des Erzeugnisses von der Ladeluke 26 zur Entladeluke 28 montiert.

Die Kammer 25 ist mit der Hochdruckleitung 8 mittels eines Rohrstücks 32 verbunden, das mit einem Stutzen 33 und Druckregelventilen 34, 35, 36 ausgestattet ist. An der Plattform 30 ist ein Kühler 37 befestigt. Durch ausgezogene Pfeile in Fig. 3 ist die Bewegungsrichtung des Gases über die Rohrleitung bei der Erzeugung eines Überdrucks in den Kammern 1, 13, 25 gezeigt; durch gestrichelte Pfeile ist die Bewegungsrichtung bei der Senkung dieses Drucks durch Auslassen des Gases in die Atmosphäre angedeutet.

Der Abstand zwischen der Vorrichtung 7 zum Verschieben des Erzeugnisses in der Kammer 1 und der Vorrichtung 18 zum Verschieben des Erzeugnisses in der Hochtemperaturkammer 13 ist nicht kleiner als die Länge des Erzeugnisses gewählt, damit sich das Erzeugnis aus der Kammer 1 in die Kammer 13 beim geöffneten dicht verschliessbaren Schieber 5 der Luke 4 ungehindert bewegen kann. Dasselbe trifft auch für den Abstand zwischen der Verschiebevorrichtung 18 der Hochtemperaturkammer 13 und der Verschiebevorrichtung 31 der zusätzlichen hermetischen Kammer 25 zu.

Die Arbeit der erfindungsgemässen Einrichtung zur Durchführung des Verfahrens zur Trocknung eines auf die Oberfläche eines Erzeugnisses aus einer Lösung aufgetragenen polymeren Überzugs geht auf die folgende Weise vor sich.

Vorläufig bereitet man die Hochtemperaturkammer 13 auf die Arbeit vor. Dazu verschliesst man die dicht verschliessbaren Schieber 5 und 16, schaltet man den Erhitzer 24 ein, öffnet die Ventile 21, 22

der Hochdruckleitung 8 (das Ventil 23, das die Kammer 13 mit der Atmosphäre verbindet, ist während des ganzen Zyklus der Trocknung des polymeren Schutzüberzugs geschlossen).

Man bringt das Erzeugnis mit der auf dessen Oberfläche aufgetragenen Lösung des polymeren Überzugs durch die geöffnete Ladeluke 2 hindurch mittels der Verschiebevorrichtung 7 auf der Plattform 6 unter, die in der hermetischen Kammer 1 aufgestellt ist. Man verschliesst den Schieber 3 der Luke 2 und öffnet die Ventile 10, 11 (das die Kammer 1 mit der Atmosphäre verbindende Ventil 12 ist dabei geschlossen), um einen Überdruck in der Kammer 1 zu erzeugen. Danach macht man den Schieber 5 der Entladeluke 4 auf und bringt mit Hilfe der Verschiebevorrichtungen 7, 18 das Erzeugnis in die Kammer 13 auf die Plattform 17 ein. Der erhöhte Druck in der Kammer 1 und in der Hochtemperaturkammer 13 ist dabei gleich.

Beim Halten des Erzeugnisses in der Hochtemperaturkammer 13 bereitet man die Kühlkammer 25 vor. Hierzu verschliesst man den dicht verschliessbaren Schieber 29 der Entladeluke 28, schliesst man das die Kammer 25 mit der Atmosphäre verbindende Ventil 36 und öffnet die Ventile 34, 35 der Hochdruckleitung 8 sowie schaltet man den Kühler 37 ein.

Während des Haltens des Erzeugnisses mit dem auf dieses aufgetragenen polymeren Schutzüberzug in der Hochtemperaturkammer 13 kann man nach der Wegnahme des Überdrucks in der Kammer 1 durch Öffnen der Ventile 11 und 12 und Schliessen des Ventile 10 den Schieber 3 der Ladeluke 2 zur Aufnahme eines nächstfolgenden Erzeugnisses aufmachen.

Nach Ablauf einer bestimmten Zeit des Haltens des Überzugs in der Hochtemperaturkammer 13 macht man den Schieber 16 der Entladeluke 15 auf, schaltet man die Vorrichtungen 18 und 31 zum Verschieben des Erzeugnisses in die Kammer 25 auf die Plattform 30 ein und verschliesst den Schieber 27. Nach Beendigung der Kühlung des polymeren Überzugs auf eine vorgegebene Temperatur öffnet man das Ventil 36 zur Wegnahme des Überdrucks, macht man den Schieber 29 der Entladeluke 26 auf, schaltet die Vorrichtung 31 zum Verschieben des Erzeugnisses ein und lädt das Erzeugnis aus der Kammer 25 aus.

Zur Verkürzung der Kühlzeit in der hermetischen Kammer 25 ist ein Kühler 37 vorgesehen, mit dessen Hilfe man den Prozess der Kühlung des Überzugs in der Kammer 25 initiiert.

Die erfindungsgemässe Einrichtung zur Durchführung des Verfahrens gestattet es, die Trocknung des polymeren Schutzüberzugs bei einem kontinuierlichen Fluss von Erzeugnissen vorzunehmen. Da das Verhältnis der Zeit des thermischen Niedertemperatur-Haltens und der Kühlung für verschiedene Arten von Schutzüberzügen unterschiedlich ist, kann die Einrichtung in den Kammern 1, 13, 25 mehrere Plattformen 6, 17, 30 (in der Zeichnung nicht gezeigt) zur Aufnahme von Erzeugnissen besitzen, und die Verschiebevorrichtungen 7, 18, 31 können ein Umliegen der Erzeugnisse zwischen den zusätzlichen Plattformen innerhalb der Kammern 1, 13, 25 bewerkstelligen. Eine solche technische Lösung macht es möglich, dass die Einrichtung in einem kontinuierlichen Betrieb mit einem konstanten Zyklus arbeitet.

Zu einem exakteren Verständnis des Wesens der vorliegenden Erfindung wird ein konkretes Ausführungsbeispiel derselben angeführt.

#### Beispiel

Es wurde eine vergleichende Bewertung der Schutzigenschaften von nach dem erfindungsgemässen Verfahren ausgetrockneten Überzügen und von Überzügen nach der Trocknung gemäss einem bekannten Verfahren durchgeführt.

Für die Trocknung von polymeren Fotolacküberzügen wurde eine bekannte und eine erfindungsgemässe Einrichtung eingesetzt.

In die Kammer 1 (Fig. 3) der erfindungsgemässen Einrichtung wurde ein Erzeugnis eingebracht, als welches eine verchromte Glasplatte mit einem auf diese aus einer Lösung aufgetragenen polymeren Schutzüberzug – einem positiven Diazochinon-Fotoresist mit 0,7  $\mu\text{m}$  Dicke – gewählt wurde. Derartige Erzeugnisse werden nach der Trocknung des Fotolacküberzuges als Halbzeuge zur Herstellung von Fotoschablonen verwendet. Im Volumen der Kammer 1 wurde nach deren hermetischen Abschluss durch Gaszufuhr von der Hochdruckleitung 8 ein Überdruck von 0,5 MPa erzeugt, welcher im weiteren das Halten des Überzugs in der Kammer 13 und in der Kammer 25 ständig begleitete. Die Haltezeit des Schutzüberzugs in der Kammer 1 betrug 3 Minuten, die Temperatur in der Kammer 1 war gleich  $22 \pm 2^\circ\text{C}$ . Die Haltezeit in der Kammer 13 betrug 15 Minuten, die Temperatur war gleich  $100^\circ\text{C}$ . Die Kühlzeit in der Etappe III in der Kammer 25 betrug 3 Minuten, die Endtemperatur der Kühlung  $-22 \pm 2^\circ\text{C}$ .

Die Kontrolle der Fehlerhaftigkeit von nach dem erfindungsgemässen Verfahren und nach dem bekannten Verfahren ausgetrockneten Schutzüberzügen wurde aufgrund von allgemeingültigen Methoden durchgeführt. Die Prüfungsergebnisse sind in einer Tabelle zusammengefasst.

65 60 55 50 45 40 35 30 25 20 15 10 5

Tabelle

Benennung des Schutzparameters	Norm der Schutzparameter	Kennziffern des Schutzparameters je nach der Zeit der Durchführung von Prüfungen und dem Trocknungsverfahren							
		am Tag der Trocknung		nach 2 Monaten		nach 4 Monaten		bekanntes Verfahren	
		Verfahren nach Erfindung	bekanntes Verfahren	Verfahren nach Erfindung	bekanntes Verfahren	Verfahren nach Erfindung	bekanntes Verfahren	Verfahren nach Erfindung	bekanntes Verfahren
	2	3	4	5	6	7	8		
1									
Summarische Dichte von Defekten mit über 1 µm Grösse, cm <sup>-2</sup>	nicht über 0,20	0,03	0,09	0,028	0,16	0,04	0,29		
darunter von Durchstichen, cm <sup>-2</sup>		0,017	0,069	0,015	0,14	0,02	0,27		
von Chromresten, cm <sup>-2</sup>		0,013	0,021	0,013	0,02	0,02	0,02		
Anzahl von Erzeugnissen, die den Normen der Schutzparameter nicht entsprechen		0	0	0	1	0	9		
Unterätzung der Maskenschicht für den Schutzüberzug, µm	nicht über 0,2	0,1	0,15	0,1	0,2	0,12	0,35		
Anzahl von Erzeugnissen, die den Normen in bezug auf die Unterätzung der Maskenschicht nicht entsprechen		0	0	0	3	0	10		
Lokale Unterätzungen der Maskenschicht für den polymeren Überzug mit über 0,5 µm Grösse, cm <sup>-1</sup>	unzulässig	0	0	0	0	0	0,01		
Anzahl von Erzeugnissen, die den Normen in bezug auf die lokale Unterätzung nicht entsprechen		0	0	0	0	0	7		

Die Kennziffern der Schutzparameter wurden nach ihrem mittleren arithmetischen Wert für 10 zu prüfende Erzeugnisse bestimmt. Über eine Verlängerung der Haltbarkeitsdauer des Überzugs kann man nach dem Vergleich der Prüfungskennziffern von gemäss dem bekannten Verfahren und dem erfindungsgemässen Verfahren ausgetrockneten Schutzüberzügen nach 2 und 4 Monaten mit weit bekannten Normen der Schutzparameter sowie nach der Anzahl von diesen Normen nicht entsprechenden Erzeugnissen urteilen.

Die Erfindung bezieht sich auf die Herstellung von Mikroschaltungen und betrifft Prozesse und Ausrüstungen in der Mikrolithografie.

Ausserdem kann man die Erfindung für die Erzeugung von dünnen polymeren Schutzüberzügen, beispielsweise von Lacküberzügen an Drähten, anwenden.

### Patentansprüche

1. Verfahren zur Trocknung eines auf die Oberfläche eines Erzeugnisses aus einer Lösung aufgetragenen polymeren Schutzüberzuges, welches eine Etappe des Haltens des polymeren Überzugs in einem Temperaturbereich des technologischen Raumes im Zeitintervall von 20 s bis zu 1 Stunde, eine Etappe des nachfolgenden Haltens des polymeren Überzugs auf einer erhöhten Temperatur unter einem Überdruck, der zur Unterdrückung des Prozesses der Entwicklung von Mikrorissen im Überzug, welche seine Schutzzeigenschaften verschlechtern, ausreichend ist, und eine Etappe der Kühlung des polymeren Überzugs umfasst, dadurch gekennzeichnet, dass man eine Überdruck, der zur Unterdrückung des Prozesses der Entwicklung von Mikrorissen im Überzug, welche seine Schutzzeigenschaften verschlechtern, ausreichend ist, in der Etappe des Haltens des polymeren Überzugs im Temperaturbereich des technologischen Raumes erzeugt und in der Etappe der Kühlung des polymeren Überzugs bis zum Erreichen einer Temperatur desselben aufrechterhält, bei der unter den Bedingungen des atmosphärischen Drucks der Entwicklungsprozess von Mikrorissen im Überzug, welche seine Schutzzeigenschaften verschlechtern, beseitigt wird.

2. Einrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach Anspruch 1, die eine hermetische Hochtemperaturkammer (13) zum Halten des polymeren Überzugs auf einer erhöhten Temperatur einschliesst, welche Kammer an eine Hochdruckleitung (8) und an einen offenen Austritt ins äussere Medium mittels einer Rohrleitung (19) mit Ventilen (21, 22, 23) angeschlossen ist und eine Ladeluke (14) mit dicht verschliessbarem Schieber (5), eine Entladeluke (15) mit dicht verschliessbarem Schieber (16), eine Vorrichtung (18) zum Verschieben des Erzeugnisses von der Ladeluke (14) zur Entladeluke (15) und einen Erhitzer (24) besitzt, dadurch gekennzeichnet, dass vor der Hochtemperaturkammer (13) in der Bewegungsrichtung des Erzeugnisses eine zusätzliche hermetische Kammer (1) zur Trocknung des polymeren Erzeugnisses bei der Temperatur des technologischen Raumes angeordnet ist, die mit der Hochtemperaturkammer (13) mittels der Ladeluke (14) mit dicht verschliessbarem Schieber (5) in Verbindung steht, ihre eigene Ladeluke (2) mit dicht verschliessbarem Schieber (3) besitzt, an die Hochdruckleitung (8) und an den offenen Austritt ins äussere Medium mittels einer Rohrleitung mit Ventilen (10, 11, 12) angeschlossen und mit einer Vorrichtung (7) zum Verschieben des Erzeugnisses von der Ladeluke (2) zur Entladeluke (14) der Hochtemperaturkammer (13) versehen ist, während nach der Hochtemperaturkammer (13) in der Bewegungsrichtung des Erzeugnisses eine zusätzliche hermetische Kammer (25) zur Kühlung des polymeren Überzugs angeordnet ist, die mit der Hochtemperaturkammer (13) mittels der Entladeluke (15) mit dicht verschliessbarem Schieber (16) in Verbindung steht, ihre eigene Entladeluke (28) mit dicht verschliessbarem Schieber (29) besitzt, an die Hochdruckleitung (8) und den offenen Austritt ins äussere Medium mittels einer Rohrleitung mit Ventilen (34, 35, 36) angeschlossen ist und eine Vorrichtung zum Verschieben des Erzeugnisses von der Entladeluke (15) für das Ausladen des Erzeugnisses aus der Hochtemperaturkammer (13) zur Entladeluke (28) für das Ausladen des Erzeugnisses aus der Kühlkammer besitzt.

3. Einrichtung nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, dass die hermetische Kammer (25) zur Kühlung des polymeren Überzugs zusätzlich mit einem Kühler (37) versehen ist.

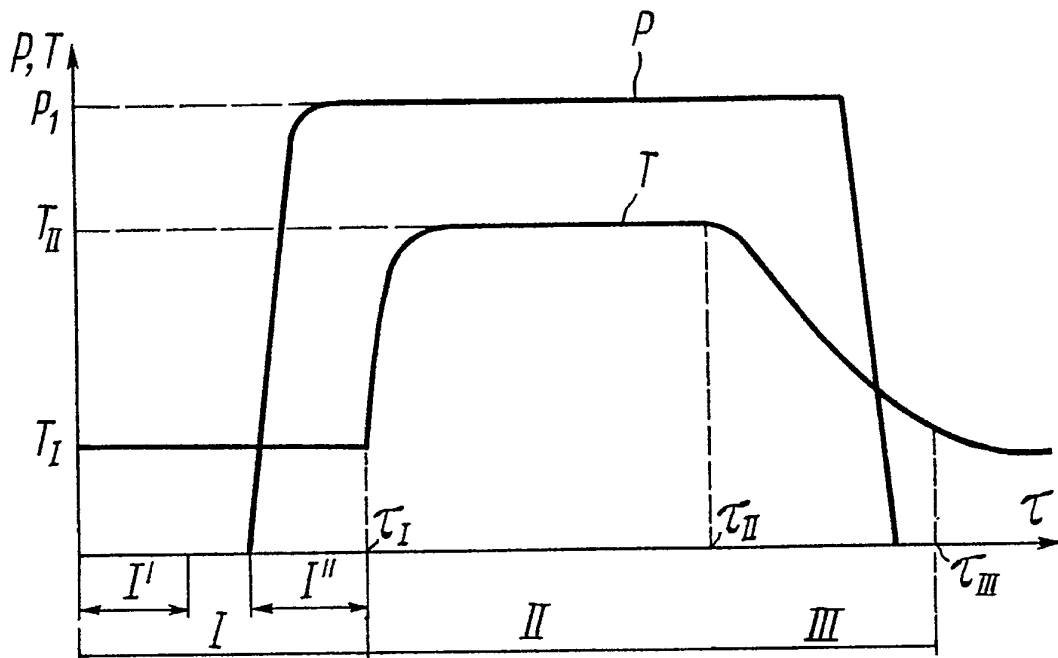


FIG. 1

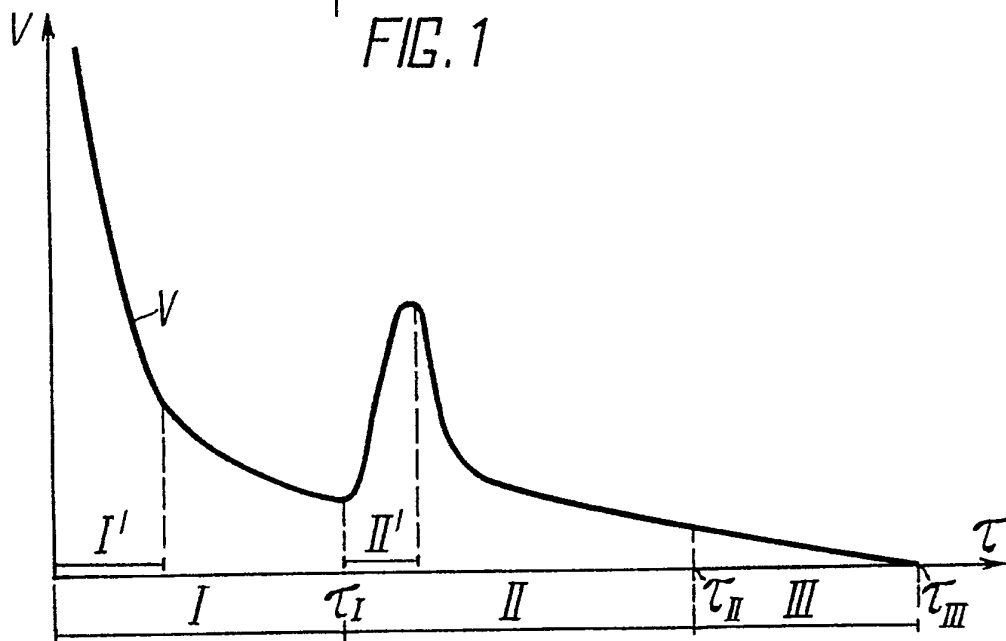


FIG. 2

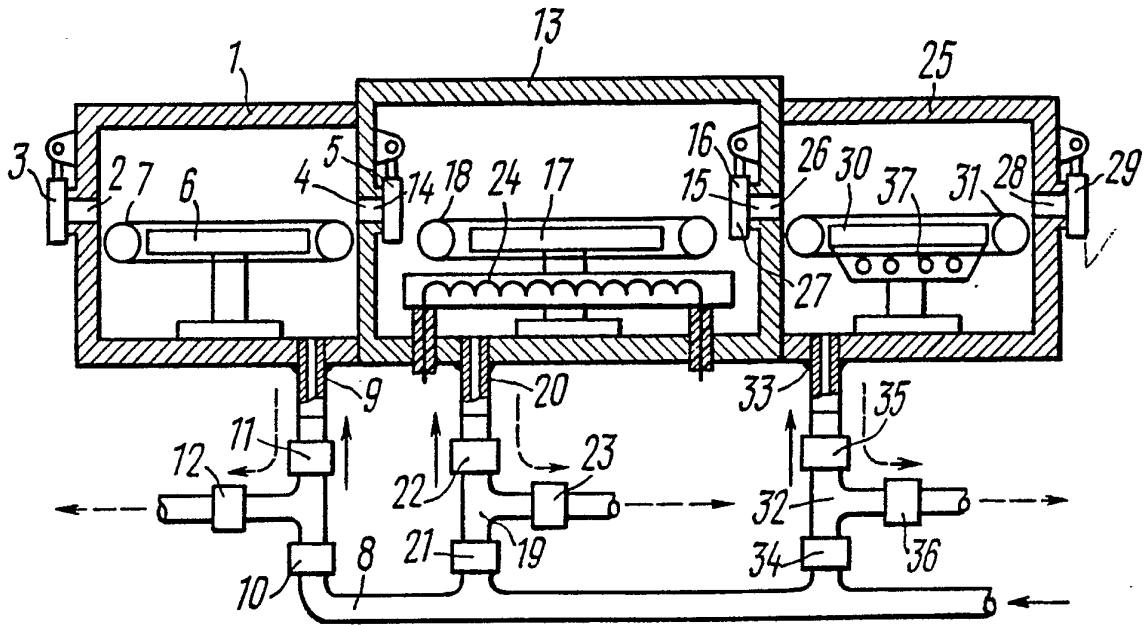


FIG. 3