



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21), (22) Заявка: 2003137240/04, 23.12.2003

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
23.12.2003

(43) Дата публикации заявки: 10.06.2005

(45) Опубликовано: 20.07.2006 Бюл. № 20

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: ГОТРА З.Ю. Технология
микроэлектронных устройств: Справочник. М.:
Радио и связь, 1991, с.85. SU 1763468 A1,
23.09.1992. SU 457712 A1, 11.03.1975. SU
164375 A1, 17.08.1964. RU 2056450 C1,
20.03.1996. RU 2064972 C1, 10.08.1996. SU
1781270 A1, 15.12.1992. SU 232470 A1,
06.05.1969.

Адрес для переписки:

246019, г.Гомель, ул. Советская, 104, УО
"Гомельский государственный университет им.
Франциска Скорины", патентная служба

(72) Автор(ы):

Гайшун Владимир Евгеньевич (BY),
Тюленкова Ольга Ивановна (BY),
Мельниченко Игорь Михайлович (BY),
Потапенко Янина Александровна (BY)

(73) Патентообладатель(и):

Учреждение образования "Гомельский
государственный университет имени Франциска
Скорины" (BY)

(54) СОСТАВ ПОЛИРУЮЩЕЙ СУСПЕНЗИИ

(57) Реферат:

Изобретение относится к составам полирующих
суспензий на основе диоксида кремния и может
быть использовано при обработке пластин
монокристаллического кремния. В состав
полирующей суспензии, содержащей
дистиллированную воду, дисперсный диоксид
кремния и этилендиамин, дополнительно введена
натриевая соль карбоксиметилцеллюлозы, в
качестве дисперсного диоксида кремния

используют диоксид кремния со средним размером
частиц 10÷40 нм, а компоненты суспензии взяты в
следующих мольных частях: дистиллированная
вода 100; дисперсный диоксид кремния 4,5 ÷5,0;
этилендиамин 1,0÷1,4; натриевая соль
карбоксиметилцеллюлозы 0,00005÷0,0001.

Достигается увеличение скорости съема
материала при полировке и удешевление
суспензии. 1 табл.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,
PATENTS AND TRADEMARKS

(12) ABSTRACT OF INVENTION(21), (22) Application: **2003137240/04, 23.12.2003**(24) Effective date for property rights: **23.12.2003**(43) Application published: **10.06.2005**(45) Date of publication: **20.07.2006 Bull. 20**

Mail address:

**246019, g.Gomel', ul. Sovetskaja, 104, UO
"Gomel'skij gosudarstvennyj universitet im.
Frantsiska Skoriny", patentnaja sluzhba**

(72) Inventor(s):

**Gajshun Vladimir Evgen'evich (BY),
Tjulenkova Ol'ga Ivanovna (BY),
Mel'nichenko Igor' Mikhajlovich (BY),
Potapenok Janina Aleksandrovna (BY)**

(73) Proprietor(s):

**Uchrezhdenie obrazovanija "Gomel'skij
gosudarstvennyj universitet imeni Frantsiska
Skoriny" (BY)**

(54) COMPOSITION OF THE POLISHING SUSPENSION

(57) Abstract:

FIELD: mechanical engineering, production of the polishing compositions based on silicon dioxide.

SUBSTANCE: the invention is pertaining to the compositions of the polishing suspensions based on the silicon dioxide and may be used at working the plates of the monocrystalline silicon. The composition of the polishing suspension containing the distilled water, the dispersible silicon dioxide and ethylenediamine is additionally added with sodium salt of carboxymethylcellulose. As the dispersible silicon dioxide use the silicon dioxide with an

average particle size of $10 \div 40$ nanometer, and the suspension components are taken in the following molar shares units: the distilled water - 100; the dispersible silicon dioxide - $4.5 \div 5.0$; ethylenediamine - $1.0 \div 1.4$; sodium salt of carboxymethylcellulose - $0.00005 \div 0.0001$. The invention allows to increase speed of the material production at polishing and to reduce the price of the polishing suspension.

EFFECT: the invention ensures the increased speed of the at polishing and reduction of the price of the polishing suspension.

26 ex, 1 tbl

Изобретение относится к составам полирующих суспензий на основе окиси кремния и может быть использовано при обработке пластин монокристаллического кремния.

Известны составы полирующих суспензий с использованием в качестве полировальных агентов смесей, состоящих из коллоидного кремнезема и водорастворимых аминов, причем
5 диамины, содержащие 2-8 углеродных атома, обеспечивают превосходный полирующий эффект. Однако рекомендуемое содержание диаминов не обеспечивает максимальную стабильность суспензии и необходимую скорость полирования [1].

Известен состав полирующей суспензии для обработки полупроводниковых материалов, включающий в себя относительно тонкий абразивный порошок, суспензируемый в
10 глицериновую основу с добавлением карбоксиполиметилена с высоким молекулярным весом для стабилизации суспензии. В предлагаемом составе глицерин составляет до 25 мас.%, что не позволяет использовать такую суспензию для полировки кремневых пластин [2].

В качестве агента полировальных суспензий для обработки полупроводниковых
15 материалов известно использование аминсодержащего кремнезема с размерами частиц 0,3-1 мкм [3]. Однако процесс получения суспензии по известному способу технологически сложен и малопроизводителен и, кроме того, полировальные суспензии с частицами 0,3-1 мкм (и больше) нестабильны.

Наиболее близким к заявляемому является состав полировальной суспензии для
20 обработки полупроводниковых материалов, который состоит из дистиллированной воды, дисперсного диоксида кремния и этилендиамина [4]. Известный состав состоит из дистиллированной воды, диоксида кремния (аэросила А-380), глицерина и водного раствора этилендиамина, в силу этого полирующая суспензия такого состава не обеспечивает высокой скорости полировки, а состав имеет повышенную стоимость.

Предлагаемое изобретение решает задачу получения состава полирующей суспензии
25 для полировки кремневых пластин.

Технический эффект изобретения заключается в увеличении скорости съема материала при полировке и удешевлении суспензии за счет использования более дешевых материалов.

Достижение указанного технического результата обеспечивается тем, что состав
30 полирующей суспензии, содержащий дистиллированную воду, дисперсный диоксид кремния и этилендиамин, дополнительно содержит натриевую соль карбоксиметилцеллюлозы, в качестве дисперсного диоксида кремния используют диоксид кремния со средним размером частиц 10-40 нм, а компоненты суспензии взяты в
35 следующих мольных частях:

дистиллированная вода 100; дисперсный диоксид кремния $4,5 \div 5,0$; этилендиамин $1,0 \div 1,4$; натриевая соль карбоксиметилцеллюлозы $0,00005 \div 0,0001$.

Этилендиамин и натриевая соль карбоксиметилцеллюлозы в указанных соотношениях
40 выполняют преимущественно стабилизирующую функцию, а в совокупности с другими компонентами - способствуют достижению высокой скорости полировки. Отклонение от заявляемых оптимальных соотношений в составе суспензии снижает ее полирующую способность, уменьшает стабильность суспензии или приводит к формированию кремниевого геля.

Процесс приготовления полирующей суспензии проводился в стеклянном
45 цилиндрическом сосуде при интенсивном перемешивании фторопластовой лопастной мешалкой.

Полученный продукт представляет собой суспензию молочного цвета и имеет следующие характеристики:

50	плотность суспензии	$1,070 \div 1,075 \text{ г/см}^3$
	рН при 20°C	$11,9 \div 12,1$
	содержание SiO_2 , мас. %	$12,5 \div 13,;$
	вязкость	$1,25 \div 1,30 \text{ МПа} \cdot \text{с}$
	размер частиц	$10 \div 40 \text{ нм}$

Суспензия применяется на I стадии процесса полировки пластин монокристаллического кремния.

Полирующая суспензия готовилась следующим образом: в стеклянный цилиндрический сосуд заливали необходимый объем дистиллированной воды, добавляли этилендиамин и
 5 натриевую соль карбоксиметилцеллюлозы в оптимальных мольных соотношениях компонентов, после чего порционно добавляли диоксид кремния в виде аэросила при постоянном перемешивании. Перемешивание вели с помощью фторопластовой лопастной мешалки, скорость перемешивания - 2500 об/мин в течение 1 часа. Затем полученную суспензию центрифугировали, например, со скоростью 2000 об/мин в течение 15 минут для
 10 удаления более крупных частиц диоксида кремния, которые могут привести к возникновению царапин на поверхности пластин кремния в ходе их полировки. После центрифугирования получали частицы со средним размером 10÷40 нм.

Примеры составов полирующей суспензии.

Для приготовления полирующей суспензии использовали вещества: аэросил А-175,
 15 этилендиамин, натриевая соль карбоксилметилцеллюлозы (далее КМЦ), дистиллированная вода.

Пример 1. К 1800 мл H_2O (100 моль) добавляли 72 мл этилендиамина (1,2 моль) и 12,5 грамм КМЦ (0,00007 моль), затем порционно добавляли 282 грамма аэросила (4,7 моль) при постоянном перемешивании. Перемешивание проводили в течение 1 часа, затем
 20 полученную суспензию центрифугировали со скоростью 2000 об/мин в течение 15 минут. Оценивали свойства полученного продукта. Последний представлял собой суспензию молочного цвета. Другие свойства полученного продукта приведены в таблице.

Примеры 2÷20. Осуществляли аналогично примеру 1. Отличия примеров состояли в различных соотношениях исходных компонентов. Отличия в составах примеров, а также
 25 свойства полученных при этом продуктов приведены в таблице.

Пример 21. Осуществляли аналогично примеру 1. Отличие состояло в том, что к 1800 мл (100 молям) H_2O добавляли 55 мл (0,82 моль) этилендиамина. Полученный продукт представлял собой кремниевый гель.

Пример 22. Осуществляли аналогично примеру 1. Отличие состояло в том, что к 1800 мл
 30 H_2O (100 молей) добавляли 120 мл (1,8 моль) этилендиамина. Полученная суспензия являлась сильнощелочной, т.е. $pH > 12,5$, что вело к понижению стабильности суспензии за счет растворения частиц двуокиси кремния.

Пример 23. Осуществляли аналогично примеру 1. Отличие состояло в том, что к 1800 мл (100 молям) H_2O добавляли 200 грамм SiO_2 (3,33 моль).

35 Полученная суспензия не обеспечивала необходимой скорости и качества полировки.

Пример 24. Осуществляли аналогично примеру 1. Отличие состояло в том, что к 1800 мл (100 моль) H_2O добавляли 350 грамм (5,8 моль) SiO_2 . Полученный продукт представлял собой кремниевый гель.

Пример 25. Осуществляли аналогично примеру 1. Отличие состояло в том, что к 1800 мл
 40 (100 молям) H_2O добавляли 5,35 грамм КМЦ (0,00003 моль). Полученная суспензия не обладала достаточной стабильностью.

Пример 26. Осуществляли аналогично примеру 1. Отличие состояло в том, что к 1800 мл H_2O (100 моль) добавляли 25 грамм КМЦ (0,00014 моль). Полученная суспензия не обеспечивала необходимой скорости и качества полировки.

45 Испытания полученной согласно изобретению полировальной суспензии и контрольных суспензий осуществляли путем оценки стабильности суспензии и ее полирующих свойств. Стабильность суспензии оценивали визуально на основании наблюдений, а также путем измерения удельного веса суспензии.

После 6 месяцев испытаний предлагаемая суспензия сохранила (примеры 1÷20) все
 50 первоначальные параметры.

Испытания на полирующую способность осуществляли на полуавтомате Ю1М3.105.004. Полировке подвергались пластины монокристаллического кремния марок КДБ 12 и КЭФ 4,5. Время обработки 30 минут.

Величина съема при использовании заявляемого согласно изобретению состава составила 30±35 мкм.

Контрольные составы полирующей суспензии имели меньшую стабильность или скорость съема.

5

10

15

20

25

30

35

40

№ примеров	Содержание компонентов, моль				Устойчивость суспензии	Полирующая способность* (величина съема в мкм)
	Вода H ₂ O	SiO ₂ диоксид кремния	C ₂ H ₈ N ₂ этилендиамин	КМЦ натриевая соль карбоксиметилцеллюлозы		
1.	100	4,7	1,2	0,00007	не менее 6 месяцев	30±35
2.	100	4,5	1,0	0,00005	не менее 6 месяцев	30±35
3.	100	5,0	1,0	0,00005	не менее 6 месяцев	30±35
4.	100	4,7	1,0	0,00005	не менее 6 месяцев	30±35
5.	100	4,7	1,4	0,0001	не менее 6 месяцев	30±35
6.	100	4,7	1,2	0,00005	не менее 6 месяцев	30±35
7.	100	4,7	1,2	0,0001	не менее 6 месяцев	30±35
8.	100	4,5	1,2	0,00007	не менее 6 месяцев	30±35
9.	100	4,5	1,4	0,0001	не менее 6 месяцев	30±35
10.	100	4,5	1,4	0,00005	не менее 6 месяцев	30±35
11.	100	5,0	1,1	0,00008	не менее 6 месяцев	30±35
12.	100	5,0	1,4	0,0001	не менее 6 месяцев	30±35
13.	100	4,8	1,0	0,0001	не менее 6 месяцев	30±35
14.	100	4,8	1,0	0,00008	не менее 6 месяцев	30±35
15.	100	4,8	1,4	0,00007	не менее 6 месяцев	30±35
16.	100	4,5	1,2	0,00005	не менее 6 месяцев	30±35
17.	100	4,5	1,2	0,0001	не менее 6 месяцев	30±35
18.	100	5,0	1,2	0,00005	не менее 6 месяцев	30±35
19.	100	5,0	1,1	0,0001	не менее 6 месяцев	30±35
20.	100	5,0	1,0	0,0001	не менее 6 месяцев	30±35
22.	100	4,7	1,8	0,00007	10 дней	35
23.	100	3,33	1,2	0,00007	не менее 6 месяцев	20
25.	100	4,7	1,2	0,00003	15 дней	30
26.	100	4,7	1,2	0,00014	не менее 6 месяцев	27

*время обработки 30 минут.

45

Источники информации

1. Патент США №4169337, МКИ В 24 В 1/08, опубл. 02.10.1979 г.
2. Патент США №4242842, МКИ С 08 J 5/14, опубл. 06.01.1981 г.
3. Заявка РБ №950979, МКИ С 01 В 33/18, С 03 В 8/02, опубл. 30.09.1997 г.
4. Готра З.Ю. Технология микроэлектронных устройств. Справочник. М., Радио и связь, 1991 г., с.85 (прототип).

50

Формула изобретения

Состав полирующей суспензии, содержащий дистиллированную воду, дисперсный

диоксид кремния и этилендиамин, отличающийся тем, что он дополнительно содержит натриевую соль карбоксиметилцеллюлозы, в качестве дисперсного диоксида кремния используют диоксид кремния со средним размером частиц $10\div 40$ нм, а компоненты суспензии взяты в следующих мольных частях: дистиллированная вода 100; дисперсный диоксид кремния $4,5\div 5,0$; этилендиамин $1,0\div 1,4$; натриевая соль карбоксиметилцеллюлозы $0,00005\div 0,0001$.

10

15

20

25

30

35

40

45

50