



Applied Quantum Materials 社製レジスト H-SiO_x

取扱い説明書 Ver2.1

1.0. 取り扱い上の注意と推奨事項

1. H-SiO_xを水(湿った溶媒、不適切に乾燥した材料、または湿気の多い作業条件)にさらすと、H-SiO_x溶液がゲル化します。
2. ガラス素材(容器、ピペットなど)の使用は避けてください。
3. 運動エネルギーを最小限に抑えてください。過度に振ったり(つまり、シェーカーを使用)、溶液を加熱したりしないでください。

1.1. 保存

1. 粉体H-SiO_xは、不活性雰囲気または室温の真空下(水蒸気を除去するデシケーター)で保管してください。HDPE容器は、蓋/キャップのシールが不適切な場合、崩壊する可能性があります。
2. H-SiO_x溶液は、不活性雰囲気下(グローブボックス内など)および、低温環境(5°C以下の冷凍庫、または可能であればグローブボックス冷凍庫)で保管することをお勧めします。5°C未満が利用できない場合は、冷蔵庫(>5°C)で保管するよりも室温で保管することをお勧めします。

1.2. 溶剤

1. 酢酸ブチルは、MIBKよりもH-SiO_x溶液のシェルフライフを長くすることができます。
2. HPLC溶媒グレードの酢酸ブチル(≥99.7%)またはMIBK(≥99.5%)以上を使用してください。開封したボトルは水分含有量が高くなります。ボトルが開いている時間を最小限に抑えてください。または、新しいボトルを使用してください。

推奨サプライヤー: Sigma-Aldrich

1. 酢酸ブチル製品番号: 270687
 2. MIBK製品番号: 293261
3. 冷蔵の場合、酢酸ブチルは-78°Cで固化し、MIBKは-85°Cで固化します。それに応じて、冷凍庫の温度を調整します。Nalgene™ ラボグレードのHDPEボトルは、-100°Cに適しています。液体窒素凍結は、HDPEおよびPPの脆化を引き起こす可能性があります。

1.3. 保存容器

1. 溶液の調製には、ラボグレード以上の HDPE 容器(Nalgene™ など)を使用することを強くお勧めします。ほとんどのHDPE容器には、HDPE上のHDPEよりも優れた密閉性を提供するため、PPの蓋/キャップがあります。ヘッドスペースが大きくなるように、適切なサイズの容器を使用してください。
2. 冷凍庫に保管するときは、溶液容器をしっかりと閉じ、パラフィルムで包み、密封可能なビニール袋に入れてください。容器を開ける前に、溶液を室温に十分に馴染ませてください。
3. H-SiO_x/MIBK溶液は、室温で保存した場合、3ヶ月以内に使用することをお勧めします。3ヶ月前後に結果が悪化した場合は、フィルタリングを試してください。(オプションのフィルタリングセクションをお読みください)。

2.0. H-SiO_x溶液の調製方法

1. 少なくとも 2 mL の溶液を調製し、ヘッドスペースを最小限に抑えるために適切な容器サイズを使用することが推奨されます（つまり、溶媒の蒸発スペースが少なく、初期容量は ≥80% の容器容量である必要があります）。
2. 必要な量のH-SiO_xを新しい密封可能なHDPE容器に計量します。ボトルからボトルへの移動をお勧めします。ヘラの使用は推奨いたしません。クリーンな環境をお勧めします。
3. 必要な量の溶媒を容器に加えます(以下の計算例を参照ください)。正確な容量調整可能なピペット(滅菌済みPPチップ)またはディスペンサーを使用してください。
4. 容器の蓋をしっかりと閉め、容器をやさしく、ゆっくりと複数回(3~5回)反転させてH-SiO_xを溶解します。
5. 使用前に室温で少なくとも5時間保存してください。

2.1. 加重パーセントの計算

計算式

重量パーセントは次のように計算されます。：

$$\text{重量\% (Wt\%)} = \frac{H-SiO_x \text{ の重量} \times 100}{H-SiO_x \text{ の重量} + (\text{溶媒の体積} \times \text{溶媒の密度})}$$

X%（重量%）の溶液に必要な溶媒の体積(mL 単位)を計算するには：

$$\text{溶媒の体積} = \frac{H-SiO_x \text{ の重量}}{\text{溶媒の密度}} \left(\frac{100}{X\%} - 1 \right)$$

例 1. 酢酸ブチル

酢酸ブチル中の H-SiO_x が 6%(Wt%)溶液の場合

：

$$\text{酢酸ブチルの体積} = \frac{H-SiO_x \text{ の重量}}{0.882 \text{ g/mL}} \left(\frac{100}{\text{Wt\%}} - 1 \right) \quad \text{酢酸ブチルの密度 : } 0.882 \text{ g/mL (20 } ^\circ\text{C)}$$

$$\text{酢酸ブチルの体積} = \frac{0.282 \text{ g}}{0.882 \text{ g/mL}} \left(\frac{100}{6} - 1 \right) \quad H-SiO_x \text{ の重量} = 0.282 \text{ g}$$

$$\text{酢酸ブチルの体積} = 5 \text{ mL}$$

例 2. MIBK

MIBK 中の H-SiO_x が 6%(Wt%)溶液の場合

:

$$\text{MIBK の体積} = \frac{\text{H-SiO}_x \text{ の重量}}{0.80 \text{ g/mL}} \left(\frac{100}{\text{Wt\%}} - 1 \right)$$

$$\text{MIBK の密度} : 0.801 \text{ g/mL}(20^\circ\text{C})$$

$$\text{酢酸ブチルの体積} = \frac{0.256\text{g}}{0.801 \text{ g/mL}} \left(\frac{100}{6} - 1 \right)$$

$$\text{H-SiO}_x \text{ の重量} = 0.256\text{g}$$

$$\text{MIBK の体積} = 5 \text{ mL}$$

3.0. スピンコーティング

スピンコーティングの前に溶液がウェーハ/基板上に留まる時間によって、コーティングの厚さ
が変化する可能性があります(H-SiO_xが拡散して表面に付着します)。スピナーの加速時間と
速度もコーティングの厚さを変えます。スピン加速度は瞬時に設定できますが、スピナーは
ランププレートに対応できない場合があります。利用可能なランププレートとキャリブレーション
については、スピナーコーターの仕様を参照してください。スピナーはハンドリングに
よって異なる場合があります。

3.1. 基板プリベーク

基板のプリベーク(レジスト塗布前)は、スピンコーティング中のH-SiO_xコメットを回避する
ために必要になる場合があります。プリベークの温度と時間は、基材の特性に依存します。
水分を除去するには、通常、120° Cを超える温度が必要です。

H-SiO_x溶液は、溶媒の蒸発やH-SiO_xの熱架橋を引き起こす可能性があるため、高温(>50°C)の
基板に分注しないでください。可能であれば、IR温度計を使用して基板の温度を監視します。
冷却時間は、基材とプリベーク温度によって異なります。

適用後のベーク (PAB) およびリソグラフィ後の露光ベーク (PEB) については、セクション 4
を参照してください。

3.2. 任意ろ過(より敏感なコーティングを提供できる)

警告:ろ過されたH-SiO_x溶液は、ろ過されていない溶液よりも水に敏感で、より速くゲル化し
ます。ろ過は、基材への分注中にのみ実行する必要があります。

フィルタリングが必要な場合:

1. 必要な容量よりわずかに多めに、適切なサイズの滅菌済みPPルアーロックシリンジに吸い
上げます。
2. PTFEシリンジフィルターを取り付けます(フィルターの直径と多孔性はろ過に影響を与える
可能性があります)。
3. フィルターに数滴を通して、フィルターの汚染物質を取り除きます。
4. スピンコーティングの直前に、必要な量を乾燥した清潔な基板/ウェーハに直接ろ過し
ます。

推奨フィルターサイズ:0.1、0.2、または0.45 μmのPTFEフィルター。

4. 熱処理

4.1. 適用後のベーク (PAB)

膜厚によっては、PABが不要な場合もあります。H-SiO_xを焼成する(すなわち、熱架橋)と、開始曝露量は減少しますが、コントラストは低下します。より厚いコーティング(>100 nm)で形状の密着性が問題になる場合は、PABが残留溶媒の除去に役立つ可能性があります。熱架橋を望まない限り、高温(>100°C)で焼かないでください。残留溶媒の存在が疑われる場合は、80°Cまたはその前後でPABを実施する必要があります(時間はコーティングの厚さと基材の特性によって異なります)。酢酸ブチルはMIBKよりも除去にわずかに時間がかかります。

例) 10 x 10 mm Siウェーハ(紡糸していない)上のMIBK中の6%H-SiO_x-15の液滴は、80° Cのオーブンで1分間後に視覚的に乾燥します。

4.2. ポストリソグラフィ露光ベーク (PEB)

H-SiO_xを含むPEBは、熱架橋やラインエッジの粗さが悪い形状を引き起こす可能性があるため、避けてください。

4.3. 「硬化」コーティング

H-SiO_xをコーティング層として使用する場合は、急激に焼かないでください。急激なガス放出は、表面に凹凸が生じる可能性があります。より滑らかな表面を得るために、段階的な温度上昇(25~50°C上昇)が提案されています。ベーキングは、通常N₂またはAr雰囲気で行われます。

250°C以上で硬化すると、表面が凹凸になることがあります。急速冷却は、表面に凹凸をもたらす可能性もあります。

H-SiO_xの熱硬化の現在の推奨開始点は次のとおりです。

1. 200°Cまで60分間のランプ
2. 225°Cまで15分間ランプし、15分間保持します。
3. 250°Cまで1時間ランプし、1.5時間保持します。
4. 室温まで1.5時間かけてゆっくりと冷却します。

硬化時間や温度は、膜厚によって調整が必要な場合があります。

SiO_xの不透明な層が必要な場合は、500°Cの温度が必要です。

以上