

**ОПИСАНИЕ
ИЗОБРЕТЕНИЯ
К ПАТЕНТУ**

(12)

РЕСПУБЛИКА БЕЛАРУСЬ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ ЦЕНТР
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ
СОБСТВЕННОСТИ

(19) **ВУ** (11) **16495**

(13) **С1**

(46) **2012.10.30**

(51) МПК

C 09G 1/02

(2006.01)

(54)

**АЛМАЗНАЯ ПАСТА ДЛЯ ПОЛИРОВАНИЯ
ПОЛУПРОВОДНИКОВЫХ МАТЕРИАЛОВ**

(21) Номер заявки: а 20101888

(22) 2010.12.24

(43) 2012.08.30

(71) Заявитель: Белорусский национальный технический университет (ВУ)

(72) Авторы: Якубовская Светлана Владимировна; Олехнович Олег Николаевич; Бабаскина Светлана Юрьевна; Кузей Анатолий Михайлович; Корбит Александр Анатольевич (ВУ)

(73) Патентообладатель: Белорусский национальный технический университет (ВУ)

(56) SU 979470, 1982.
UA 4940 U, 2005.
KZ 5929 B, 2002.
SU 943264, 1982.
SU 829649, 1981.
BY 6769 C1, 2005.
BY 6771 C1, 2005.
SU 711086, 1980.
WO 02/44292 A1.
SU 472963, 1975.
BY 2210 C1, 1998.

(57)

1. Алмазная паста для полирования полупроводниковых материалов, содержащая алмазный микропорошок, поверхностно-активное вещество и стеарин, отличающаяся тем, что в качестве поверхностно-активного вещества содержит Emulsogen LP и Hostacerin DGI и дополнительно содержит минеральное масло при следующем соотношении компонентов, мас. %:

алмазный микропорошок	2-20
Emulsogen LP	40-50
Hostacerin DGI	5-7
стеарин	30-33
минеральное масло	5-10.

2. Алмазная паста по п. 1, отличающаяся тем, что в качестве минерального масла содержит индустриальное масло И-40А.

Предлагаемое изобретение относится к области создания алмазных паст, предназначенных для финишного полирования полупроводниковых материалов, в частности пластин монокристаллического кремния (\varnothing 100 мм).

Известна алмазная паста, содержащая, мас. %: алмазный микропорошок - 2-40; вазелин - 20-40; моностеарат глицерина - 20-40; синтанол - 20-40 [1].

Недостатком данной пасты является низкая абразивная способность и невысокое качество обработанной поверхности вследствие наличия в составе моностеарата глицерина. Моностеарат глицерина хотя и является хорошим структурообразователем, загрязняет об-

ВУ 16495 С1 2012.10.30

рабатываемую поверхность вследствие невысокой окислительной стабильности, а также совместно с вазелином способствует возникновению эффекта "засаливания" материала полировальника, что приводит к снижению эксплуатационных свойств пасты.

Наиболее близкой к предлагаемой является алмазная паста для полирования полупроводниковых материалов, например кремниевых, сапфировых пластин, содержащая, мас. %: алмазные зерна - 2-40; циклимид - 1-3; стеарин - 20-40; синтанол - остальное.

Недостатком данной пасты являются недостаточно высокие показатели абразивной способности и качества обработанной поверхности.

Известно, что эксплуатационные свойства алмазных паст, характеризующиеся абразивной способностью и величиной шероховатости обработанной ими поверхности, определяются в значительной степени составом основы пасты, содержащей, как правило, поверхностно-активные вещества (ПАВ) различного спектра действия; минеральные масла; ультрадисперсные наполнители; другие добавки.

На абразивную способность паст влияет равномерность распределения алмазных зерен в пасте и устойчивость полученного распределения в объеме. Обеспечение равномерности распределения алмазных зерен в пасте и отсутствие агрегированных частиц достигается введением в основу пасты ПАВ эмульгирующего, диспергирующего действия (эмульгаторов, диспергаторов), а устойчивость (стабилизация) пасты, т.е. предотвращение седиментации дисперсных частиц и расслоения основы - ПАВ стабилизирующего действия (стабилизаторов).

Для повышения адгезии алмазной пасты к обрабатываемой поверхности, создания эффективного пограничного смазочного слоя, а также в качестве теплоотводящего компонента в состав алмазных паст вводятся минеральные масла.

В рассмотренной выше алмазной пасте используемые ПАВ синтанол и циклимид относятся к ПАВ эмульгирующего действия, а стеарин является стабилизирующим, структурообразующим ПАВ.

Однако синтанол обладает недостаточно высокой поверхностной активностью и недостаточными эмульгирующими свойствами, что, несмотря на введение в основу со-эмульгатора циклимида, не позволяет обеспечить однородность полирующей композиции и отсутствие агрегатов. Вследствие этого, а также в результате отсутствия в составе алмазной пасты минерального масла, паста характеризуется недостаточно высокой абразивной способностью и невысоким качеством обработанной поверхности. К недостаткам пасты относится также то, что входящий в ее состав циклимид обладает токсичным действием.

Задачей, решаемой изобретением, является повышение абразивной способности алмазной пасты и качества обработанной поверхности.

Задача решается тем, что алмазная паста для полирования полупроводниковых материалов, содержащая алмазный микропорошок, поверхностно-активное вещество и стеарин, в качестве поверхностно-активного вещества содержит Emulsogen LP и Hostacerin DGI и дополнительно содержит минеральное масло при следующем соотношении компонентов, мас. %:

алмазный микропорошок	2-20
Emulsogen LP	40-50
Hostacerin DGI	5-7
стеарин	30-33
минеральное масло	5-10.

В качестве минерального масла используется индустриальное масло И-40А.

Emulsogen LP является неионогенным ПАВ, относится к классу оксиэтилированных жирных спиртов и представляет собой алкиловый эфир полиэтиленгликоля на основе жирных спиртов олеил-цетиловой фракции (R-O-(CH₂CH₂O)_nH, где n = 5,5).

Emulsogen LP обладает высокой поверхностной активностью, является эффективным эмульгатором, солюбилизатором и, кроме того, обладает определенными диспергирую-

ВУ 16495 С1 2012.10.30

шими свойствами. Образование прочных адсорбционных слоев Emulsogen LP на поверхности алмазных частиц препятствует слипанию зерен микропорошка в комки и позволяет получить равномерное распределение зерен в объеме пасты. Emulsogen LP хорошо смешивается с остальными компонентами основы пасты и в силу своих эмульгирующих свойств позволяет получить однородную суспензию и далее пасту, стабильную в течение длительного времени.

Hostacerin DGI является неионогенным ПАВ, относится к классу полиэтиленгликолевых эфиров сложных эфиров жирных кислот и многоатомных спиртов.

Hostacerin DGI также обладает высокой поверхностной активностью, является эффективным соэмульгатором и способствует образованию дополнительных адсорбционных слоев на алмазных частицах, изолируя их и препятствуя их агрегации. Кроме этого, Hostacerin DGI повышает равномерность распределения алмазной пасты по обрабатываемой поверхности.

Минеральное масло (индустриальное И-20А - И-40А) обладает хорошими смазочными и теплоотводящими свойствами; достаточно высокой термической стабильностью и стойкостью к окислению; отсутствием токсичных добавок. Добавление индустриального масла в пасту создает граничную смазочную пленку на обрабатываемой поверхности, что увеличивает площадь контакта пасты и адгезию пасты с поверхностью и материалом полировальника. Это приводит к повышению качества обрабатываемой поверхности.

Алмазная паста, содержащая в качестве поверхностно-активных веществ эмульгирующего действия Emulsogen LP и Hostacerin DGI и дополнительно в качестве смазочного компонента минеральное масло (индустриальное масло И-40А), позволяет получить пасту с равномерным распределением алмазных частиц в объеме; с высокой агрегативной устойчивостью и стабильностью; однородной мазеобразной консистенцией; хорошим распределением по обрабатываемой поверхности и высокой адгезией к поверхности.

Это обуславливает воспроизводимость эксплуатационных свойств алмазной пасты, высокую абразивную способность и высокое качество обработанной поверхности.

Сущность способа поясняют примеры конкретного выполнения.

Пример 1 (по прототипу)

Нагревают жидкий синтанол в количестве 58,0 вес. % до 40-50 °С, смешивают с зернами абразива АСМ 10/7 (10,0 вес. %), после чего при перемешивании прибавляют жидкий циклимид в количестве 3,0 вес. % и предварительно расплавленный порошкообразный стеарин в количестве 30,0 вес. %. Перемешивание продолжают до получения гомогенной системы. Затем массу охлаждают при перемешивании до 35-40 °С и расфасовывают.

По результатам испытаний по методике СТ СЭВ 206-75 "Пасты алмазные" абразивная способность пасты алмазной составляет 107,1 мг, а параметр шероховатости обработанной поверхности Ra - 0,060 мкм.

Пример 2 (по прототипу)

Нагревают жидкий синтанол в количестве 58,0 вес. % до 40-50 °С, смешивают с зернами абразива АСМ 2/1 (10,0 вес. %), после чего при перемешивании прибавляют жидкий циклимид в количестве 3,0 вес. % и предварительно расплавленный порошкообразный стеарин в количестве 30,0 вес. %. Перемешивание продолжают до получения гомогенной системы. Затем массу охлаждают при перемешивании до 35-40 °С и расфасовывают.

По результатам наших испытаний, в соответствии с ГОСТ 25593-83, абразивная способность пасты алмазной составляет 7 мг, параметр шероховатости обработанной поверхности Ra - 0,023 мкм.

Пример 3

В термостатируемый стакан помещают 45 мас. % Emulsogen LP, 6 мас. % Hostacerin DGI, 7 мас. % индустриального масла И-40А, 32 мас. % стеарина и нагревают до 75-80 °С. После расплавления стеарина и гомогенизации смеси при постоянном перемешивании при

ВУ 16495 С1 2012.10.30

помощи перемешивающего устройства ППЭ-8М вводят алмазный синтетический микропорошок АСМ 10/7 в количестве 10 мас. %. Пасту перемешивают при 75-80 °С в течение 0,5 ч, затем охлаждают при постоянном перемешивании до 30 °С и перекладывают в полимерный контейнер с крышкой.

Микроскопическое исследование алмазной пасты АСМ 10/7 ПОМГ на микроскопе "Биолам" показало, что алмазные частицы равномерно распределены в объеме пасты, комки и агрегаты отсутствуют.

Физико-механические свойства алмазной пасты определяли в соответствии с ГОСТ 25593-83 "Пасты алмазные".

В соответствии с полученными данными, абразивная способность пасты алмазной АСМ 10/7 ПОМГ составляет 146 мг (согласно ГОСТ 25593-83 - не менее 97 мг), параметр шероховатости обработанной поверхности Ra - 0,040 мкм (согласно ГОСТ 25593-83 - не более 0,060 мкм), консистенция - 240 делений пенетрометра (согласно ГОСТ 25593-83 - от 100 до 400 делений пенетрометра).

Пример 4

В термостатируемый стакан помещают 45 мас. % Emulsogen LP, 6 мас. % Hostacerin DGI, 7 мас. % индустриального масла И-40А, 32 мас. % стеарина и нагревают до 75-80 °С. После расплавления стеарина и гомогенизации смеси при постоянном перемешивании при помощи перемешивающего устройства ППЭ-8М вводят алмазный синтетический микропорошок АСМ 2/1 в количестве 10 мас. %. Пасту перемешивают при 75-80 °С в течение 0,5 ч, затем охлаждают при постоянном перемешивании до 30 °С и перекладывают в полимерный контейнер с крышкой.

Микроскопическое исследование алмазной пасты АСМ 2/1 ВОМГ на микроскопе "Биолам" показало, что алмазные частицы равномерно распределены в объеме пасты, комки и агрегаты отсутствуют.

Физико-механические свойства алмазной пасты определяли в соответствии с ГОСТ 25593-83 "Пасты алмазные".

В соответствии с полученными данными, абразивная способность пасты алмазной АСМ 2/1 ВОМГ составляет 11 мг, параметр шероховатости обработанной поверхности Ra - 0,019 мкм (согласно ГОСТ 25593-83 - не более 0,023 мкм), консистенция - 250 делений пенетрометра (согласно ГОСТ 25593-83 - от 100 до 400 делений пенетрометра).

В таблице приведены примеры получения алмазных паст для полирования полупроводниковых материалов по предлагаемому техническому решению и их физико-механические свойства в зависимости от соотношения компонентов, входящих в состав.

Как видно из представленных примеров, задача, решаемая изобретением, достигается при следующем содержании компонентов в алмазной пасте, мас. %:

алмазный микропорошок	2-20
минеральное масло	5-10
Emulsogen LP	40-50
Hostacerin DGI	5-7
стеарин	30-33.

Минеральное масло относится к группе индустриальных масел И-20А - И-40А.

Предлагаемая алмазная паста обладает более высокой абразивной способностью (~ в 1,3 раза), чем известная и позволяет значительно повысить качество обработанной поверхности. При этом параметр шероховатости обработанной поверхности, Ra, уменьшается ~ в 1,5 раза.

При содержании в алмазной пасте ПАВ эмульгирующего действия в количествах, меньших оптимальных значений, паста характеризуется неравномерностью распределения алмазных частиц в объеме, наличием комков. Паста имеет неоднородную, более густую консистенцию, плохо распределяется по обрабатываемой поверхности. В результате абразивная способность пасты уменьшается, а качество обработанной поверхности ухудшается.

BY 16495 C1 2012.10.30

При содержании в алмазной пасте ПАВ эмульгирующего действия в количествах, больших оптимальных значений, паста также характеризуется неравномерностью распределения алмазных частиц в объеме и низкой агрегативной устойчивостью вследствие более жидкой консистенции основы. Низкая вязкость пасты приводит к уменьшению адгезионного взаимодействия пасты с обрабатываемой поверхностью. В результате абразивная способность пасты уменьшается, а качество обработанной поверхности ухудшается.

При содержании в алмазной пасте минерального масла в количествах, меньших оптимальных значений, не обеспечивается однородность смазочного слоя и фазовый контакт поверхностей в зоне обработки. Это приводит к уменьшению абразивной способности пасты и ухудшению качества обработанной поверхности.

№ п/п	Зернистость алмазного микропорошка, мкм	Содержание компонентов в пасте, мас. %					Абразивная способность, мг	Параметр шероховатости поверхности, Ra, мкм	Консистенция, деления пенетрометра
		алмазный микропорошок	индустриальное масло И-40А	Emul-sogen LP	Hostacerin DGI	Стеарин			
1	АСМ 2/1	10	10	40	7	33	10	0,020	230
2	АСМ 2/1	10	5	50	5	30	11	0,019	250
3	АСМ 2/1	10	10	35	4	41	7	0,025	170
4	АСМ 2/1	10	5	55	9	21	5	0,024	290
5	АСМ 2/1	10	3	50	7	30	9	0,022	250
6	АСМ 2/1	10	13	45	7	25	7	0,023	280
7	АСМ 10/7	10	10	40	7	33	138	0,043	220
8	АСМ 10/7	10	5	50	5	30	140	0,041	240
9	АСМ 10/7	10	10	35	4	41	118	0,060	160
10	АСМ 10/7	10	5	55	9	21	116	0,054	280
11	АСМ 10/7	10	3	50	7	30	131	0,046	240
12	АСМ 10/7	10	13	45	7	25	119	0,051	270

При содержании в алмазной пасте минерального масла в количествах больших оптимальных значений паста характеризуется неравномерностью распределения алмазных частиц в объеме и более низкой вязкостью. Это приводит к уменьшению адгезионного взаимодействия пасты с обрабатываемой поверхностью, паста растекается по поверхности. В результате абразивная способность пасты уменьшается, качество обработанной поверхности ухудшается.

Содержание алмазного микропорошка в пасте ниже 2 мас. % и выше 20 мас. % не предусмотрено ГОСТ 25593-83 "Пасты алмазные".

Источники информации:

1. А.с. СССР 800175, МПК С 09К 3/14, 1981.
2. А.с. СССР 979470, МПК С 09G 1/02, 1982.