



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11) 
1-0019599

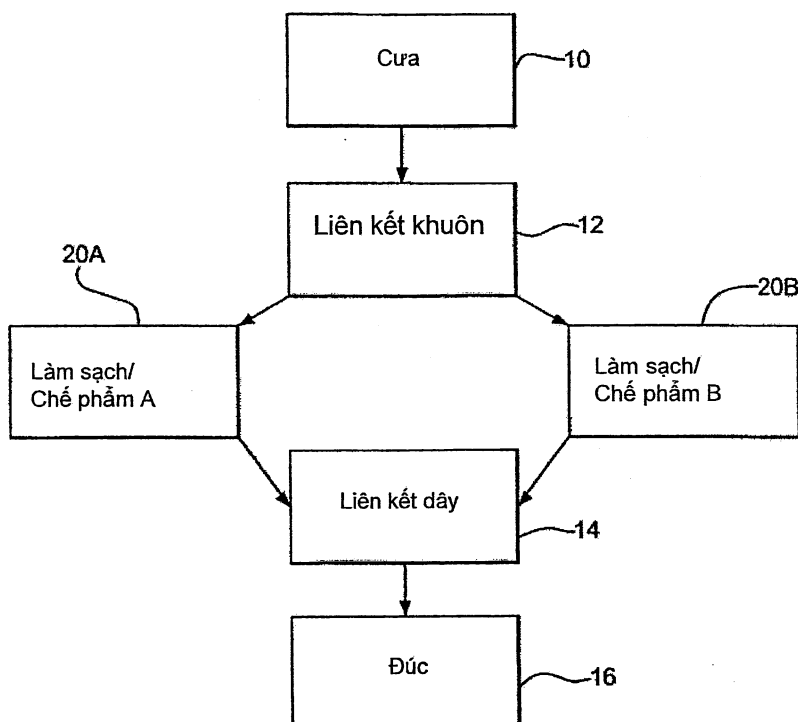
(51)⁷ H01L 21/60

(13) B

- (21) 1-2013-03526 (22) 25.04.2012
(86) PCT/US2012/034912 25.04.2012 (87) WO2012/148967 01.11.2012
(30) 61/478,582 25.04.2011 US
(45) 27.08.2018 365 (43) 26.05.2014 314
(73) AIR PRODUCTS AND CHEMICALS, INC. (US)
7201 Hamilton Boulevard, Allentown, Pennsylvania 18195-1501, United States of America
(72) COLLIER, Terence Quintin (US), RENNIE, David Barry (US), RAMAMURTHI, Rajkumar (US), PARRIS, Gene Everad (KN)
(74) Công ty Luật TNHH T&G (TGVN)

(54) PHƯƠNG PHÁP XỬ LÝ TỔ HỢP KHUNG DÂY DẪN VÀ CHẾ PHẨM DÙNG TRONG PHƯƠNG PHÁP NÀY

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp xử lý chất nền bán dẫn để loại bỏ vật liệu không mong muốn từ đó hoặc để chuẩn bị bề mặt của chất nền bán dẫn cho bước liên kết tiếp theo, trong đó chất nền bao gồm khung dây dẫn bao gồm khuôn, đệm liên kết, tiếp điểm và dây, trong đó phương pháp này bao gồm bước cho chất nền tiếp xúc với chế phẩm làm sạch dạng lỏng và chế phẩm hữu dụng trong phương pháp này.



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp làm sạch bề mặt kim loại trên mạch bán dẫn và khung dây dẫn để cải thiện quy trình liên kết dây. Cụ thể là, sáng chế đề cập đến phương pháp liên quan đến việc phơi trần bề mặt kim loại với dung dịch làm sạch chứa nước để loại bỏ oxit kim loại, chất nhiễm tạp và các chất khác ra khỏi bề mặt kim loại trên mạch và khung dây dẫn.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Trong quá trình sản xuất các thiết bị bán dẫn, theo truyền thống, khung dây dẫn được dùng theo cách có hiệu quả cao để gắn và xử lý khuôn hoặc mạch bán dẫn một cách đồng thời. Thông thường, mỗi khung dây dẫn có nhiều đệm khuôn để gắn mạch. Khung dây dẫn cũng có vai trò làm phương tiện để kết nối điện mạch với các thiết bị bên ngoài thông qua các đường dẫn của khung dây dẫn. Các dây liên kết được nối với các tiếp điểm điện được tìm thấy trên mạch và các đường dẫn của khung dây dẫn trong quy trình đã được biết đến là liên kết dây. Thông thường, các đệm liên kết chứa Al nhưng chúng cũng có thể là Cu. Các đầu cuối khác của dây được gắn với các đường dẫn tiếp xúc (có thể là Ag, Au, v.v) trên khung dây dẫn.

Quy trình thông thường điển hình để sản xuất gói khuôn, theo phần có liên quan, được mô tả trong FIG.1. Trước tiên, ở bước 10, khuôn được cắt hoặc cưa từ mạch mà nó được tạo thành trên đó. Sau khi khuôn được cắt từ mạch, mặt sau của khuôn được gắn một cách chắc chắn vào vật mang hoặc khung dây dẫn trong bước liên kết khuôn hoặc gắn khuôn 12. Thông thường, trong bước liên kết khuôn 12, khuôn được gắn với khung dây dẫn bằng cách sử dụng chất bám dính hữu cơ, như epoxy và tiếp đó được lưu hóa bằng cách nung nóng. Ngay khi epoxy được lưu hóa, trong bước 14, khuôn được liên kết với khung dây dẫn.

Quy trình được mô tả trên đây nối dây kim loại với đệm liên kết và các tiếp điểm được gọi là “liên kết dây”. Một vấn đề có thể xảy ra trong quá trình liên kết dây là các dây kim loại không dính với đệm liên kết và/hoặc các tiếp điểm. Việc bám dính

kém giữa các dây và các đệm/tiếp điểm liên kết có thể có một vài nguyên nhân như, ví dụ, bề mặt kim loại bị oxy hóa; và có sự nhiễm tạp trên bề mặt kim loại. Sự bám dính kém giữa các dây kim loại và đệm liên kết/tiếp điểm có thể trực tiếp hoặc gián tiếp gây ra quá trình hỏng bằng các cơ chế như NSOP (No stick on pads - không dính trên đệm), NSOL (Non stick on leads - không dính trên dây dẫn), đuôi ngắn, lỗi các viên được đẩy ra, sự đồng nhất các hợp chất trong kim loại kém, tạo lỗ ở đệm liên kết, thừa, v.v.. Các nhược điểm không chỉ tạo ra các quy trình liên kết không hiệu quả, mà còn có thể tạo ra độ tin cậy của thiết bị kém. Để cải thiện sự bám dính này, bề mặt kim loại cần được làm sạch trước khi liên kết dây.

Trước đây, trước bước liên kết dây 14, mặt trước của khuôn được làm sạch bằng cách, ví dụ, đưa khung dây dẫn và khuôn được gắn vào chất agon. Tuy nhiên, quy trình dính chất agon này có một vài nhược điểm. Ví dụ, quy trình dính chất agon không làm sạch hoàn toàn phần gốc hoặc hạt trên các đệm liên kết Cu và Al. Ngoài ra, quy trình dính chất agon không loại bỏ hiệu quả đồng hoặc nhôm oxit khỏi đệm liên kết. Như ví dụ cuối cùng, quy trình dính chất agon không loại bỏ hiệu quả các chất nhiễm tạp như flo khỏi các đệm liên kết Al, mà không gây ra lỗi với các thành phần được xử lý. Do đó, có nhu cầu đối với phương pháp làm sạch bề mặt kim loại liên quan đến quy trình liên kết dây như, ví dụ, dây, đệm liên kết, và tiếp điểm của khung dây dẫn không có các nhược điểm nêu trên.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Sáng chế thỏa mãn nhu cầu này bằng cách đề xuất phương pháp xử lý tổ hợp khung dây dẫn để loại bỏ vật liệu không mong muốn từ đó hoặc chuẩn bị bề mặt của tổ hợp khung dây dẫn cho bước liên kết tiếp theo, trong đó tổ hợp khung dây dẫn bao gồm một hoặc nhiều bộ phận hoặc thành phần sau đây: khung dây dẫn, khuôn, khuôn có đệm liên kết trên đó, tiếp đó, dây dẫn tiếp điểm, và dây, trong đó phương pháp này bao gồm bước tiếp xúc ít nhất một phần tổ hợp khung dây dẫn hoặc các bộ phận của tổ hợp khung dây dẫn với chế phẩm chứa nước và ít nhất một axit hoặc ít nhất một muối. Chế phẩm được sử dụng trong bước tiếp xúc có thể bao gồm khoảng từ 0,003 đến 25% trọng lượng một hoặc nhiều axit cacboxylic.

Phương pháp xử lý tổ hợp khung dây dẫn hoặc chất nền bao gồm khung dây dẫn và ít nhất một trong một hoặc nhiều bộ phận hoặc thành phần sau đây: khuôn, đệm liên kết, vật liệu gắn khuôn, hợp chất đúc, tiếp điểm, và dây, trong đó phương pháp bao gồm các bước: cho tổ hợp khung dây dẫn (chất nền bán dẫn) hoặc phần của nó tiếp xúc với chế phẩm bao gồm, chủ yếu chứa hoặc bao gồm: dung dịch đệm axit có axit được chọn từ axit cacboxylic hoặc axit đa bazơ và muối (ví dụ, muối amoni) của axit theo tỷ lệ mol của axit với muối (ví dụ, muối amoni) nằm trong khoảng từ 10:1 đến 1:10; và tùy ý dung dịch phân cực hữu cơ có thể trộn theo tất cả các tỷ lệ trong nước; và tùy ý flo, và nước, trong đó theo một số phương án chế phẩm có độ pH nằm trong khoảng từ 3 đến 7, và trong đó khung dây dẫn có thể bao gồm kim loại nhôm trên ít nhất một bề mặt; và phương pháp này có thể bao gồm bước bổ sung làm khô chất nền bán dẫn.

Theo khía cạnh khác, sáng chế đề xuất phương pháp xử lý chất nền bán dẫn hoặc tổ hợp khung dây dẫn hoặc chất nền để loại bỏ vật liệu không mong muốn từ đó hoặc để chuẩn bị bề mặt của tổ hợp khung dây dẫn hoặc chất nền cho bước liên kết tiếp theo, trong đó tổ hợp khung dây dẫn bao gồm khung dây dẫn bao gồm ít nhất một trong một hoặc nhiều các thành phần sau đây: khuôn, đệm liên kết, vật liệu gắn khuôn, hợp chất đúc, tiếp điểm, và dây, trong đó phương pháp này bao gồm các bước: tiếp xúc khung dây dẫn hoặc phần của khung dây dẫn với chế phẩm bao gồm, chủ yếu chứa hoặc bao gồm: khoảng từ 0,005 đến 16% trọng lượng ít nhất một axit cacboxylic, muối của nó hoặc hỗn hợp của nó hoặc axit cacboxylic chứa nhóm amin, muối của nó hoặc hỗn hợp của nó; khoảng từ 0,003 đến 4% trọng lượng ít nhất một axit hydroxyl cacboxylic, muối của nó hoặc hỗn hợp của nó hoặc axit hydroxyl cacboxylic chứa nhóm amin, muối của nó hoặc hỗn hợp của nó; và phần còn lại hầu như là nước, và có độ pH nằm trong khoảng từ 1 đến 4, trong đó chất nền bán dẫn chứa kim loại đồng trên ít nhất một bề mặt; và làm khô chất nền bán dẫn. Theo một số phương án, axit dicarboxylic là được ưu tiên.

Theo khía cạnh khác nữa, sáng chế đề xuất phương pháp xử lý tổ hợp khung dây dẫn bao gồm khung dây dẫn, trong đó phương pháp này bao gồm các bước: gắn một hoặc nhiều khuôn riêng biệt với khung dây dẫn bao gồm các dây dẫn tiếp xúc để tạo thành tổ hợp có bề mặt kim loại (ví dụ, Al, Cu, Ni, Pd, Au, Ag, và Mg) được phơi

trần; cho tổ hợp khung dây dẫn tiếp xúc với chế phẩm bao gồm, chủ yếu chứa hoặc bao gồm: dung dịch đệm axit có axit được chọn từ axit cacboxylic hoặc axit đa bazơ và muối (ví dụ, muối amoni) của axit theo tỷ lệ mol của axit với muối (ví dụ, muối amoni) nằm trong khoảng từ 10:1 đến 1:10; và tùy ý dung môi phân cực hữu cơ (có thể trộn theo tất cả tỷ lệ trong nước); và tùy ý flo, và nước, trong đó chế phẩm có thể có độ pH nằm trong khoảng từ 3 đến 7; làm khô chất nền; tiến hành bước liên kết dây bao gồm gắn dây giữa các đệm liên kết trên các khuôn và dây dẫn tiếp xúc trên khung dây dẫn để tạo thành khuôn và tổ hợp khung dây dẫn; và tạo thành vật đúc qua khuôn và tổ hợp khung dây dẫn để tạo thành mạch được đóng gói.

Vẫn theo khía cạnh khác nữa, sáng chế đề xuất phương pháp xử lý chất nền của thiết bị vi điện tử bao gồm khung dây dẫn, trong đó phương pháp này bao gồm các bước: gắn các khuôn riêng rẽ với khung dây dẫn bao gồm dây dẫn tiếp điểm để tạo thành chất nền có bề mặt kim loại nhôm được phơi trần; cho chất nền bán dẫn tiếp xúc với chế phẩm bao gồm, chủ yếu chứa hoặc bao gồm: khoảng từ 0,005 đến 16% trọng lượng ít nhất một axit dicarboxylic, muối của nó hoặc hỗn hợp của nó; bao gồm khoảng từ 0,003 đến 4% trọng lượng ít nhất một axit hydroxyl cacboxylic, muối của nó hoặc hỗn hợp của nó hoặc axit chứa nhóm amin, muối của nó hoặc hỗn hợp của nó; và phần còn lại hầu như là nước, và có độ pH nằm trong khoảng từ 1 đến 4; làm khô chất nền; tiến hành bước liên kết dây bao gồm gắn dây giữa các đệm liên kết trên các khuôn và dây dẫn tiếp xúc trên khung dây dẫn để tạo thành khuôn và tổ hợp khung dây dẫn; và tạo thành vật đúc qua khuôn và tổ hợp khung dây dẫn để tạo thành mạch được đóng gói.

Các khía cạnh, dấu hiệu và phương án khác theo sáng chế sẽ hoàn toàn rõ ràng hơn từ phần mô tả tiếp theo và yêu cầu bảo hộ kèm theo. Tất cả % trọng lượng được mô tả trong bản mô tả sáng chế này dựa trên tổng trọng lượng chế phẩm trừ phi có quy định khác. “Chủ yếu chứa” nghĩa là chế phẩm có thể chứa các thành phần không được bảo hộ nếu các thành phần không được bảo hộ này khi được thêm vào chế phẩm làm sạch được bảo hộ tương tự khác không tác động về vật liệu đến sự loại bỏ oxit kim loại khỏi đệm liên kết của các tổ hợp khung dây dẫn khi được sử dụng trong cùng quy trình làm sạch. Sự loại bỏ oxit kim loại khỏi tổ hợp khung dây dẫn tốt hơn là khoảng 2Å/phút hoặc lớn hơn. Tỷ lệ loại bỏ oxit nêu trên không nhằm giới hạn quy trình làm

sạch khung dây dẫn. Ví dụ, một quy trình làm sạch theo mẻ có thể nhúng nhiều khung dây dẫn vào bể làm sạch chứa dung dịch làm sạch được mô tả trong bản mô tả sáng chế này thu được tỷ lệ loại bỏ oxit từ 1 đến 2Å/phút trong thời gian dài, ví dụ, 100 phút, và vẫn thu được khung dây dẫn sạch.

Sáng chế còn đề xuất chế phẩm làm sạch khung dây dẫn hữu dụng trong các phương pháp được mô tả trong bản mô tả sáng chế này.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Bản chất kỹ thuật nêu trên đây, cũng như phần mô tả chi tiết các phương án được ưu tiên của sáng chế sau đây sẽ được hiểu rõ hơn khi được đọc cùng với các hình vẽ kèm theo. Với mục đích minh họa sáng chế, được thể hiện trong các hình vẽ, các phương án hiện tại là được ưu tiên. Tuy nhiên, nên hiểu rằng sáng chế không bị giới hạn đến đúng sự sắp xếp và các phương tiện được thể hiện. Trong các hình vẽ:

FIG.1 là sơ đồ khối minh họa các bước thông thường liên quan đến việc chuẩn bị thiết bị mạch tích hợp;

FIG.2 là sơ đồ khối minh họa các bước của phương pháp theo sáng chế;

FIG.3 là biểu đồ minh họa hiệu quả xử lý bề mặt nhôm của phương án theo sáng chế;

FIG.4 là biểu đồ minh họa hiệu quả của phương án theo sáng chế;

FIG.5 là biểu đồ minh họa hiệu quả của phương án theo sáng chế;

FIG.6 là biểu đồ minh họa liên quan đến sự loại bỏ oxit đồng và tái phát triển đối với phương án của sáng chế; và

FIG.7 là biểu đồ minh họa hiệu quả liên quan đến sự loại bỏ oxit đồng và tái phát triển đối với phương án của sáng chế.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sáng chế đề cập đến chế phẩm xử lý chất nền và bao gói vi điện tử, bao gồm chế phẩm hữu dụng để chuẩn bị bề mặt kim loại trong quy trình nối dây kim loại từ đệm liên kết đến khung dây dẫn trong quy trình liên kết dây. Thuật ngữ “khung dây dẫn” có thể được sử dụng; tuy nhiên nó không có nghĩa là làm giới hạn và bao gồm tất

cả các loại chất nền phủ bán dẫn, như, BGA mạ hoặc không mạ và chất nền hữu cơ và khung dây dẫn. Sáng chế cũng đề cập đến phương pháp xử lý tổ hợp khung dây dẫn hoặc chất nền bán dẫn để loại bỏ vật liệu không mong muốn từ đó hoặc để chuẩn bị bề mặt tổ hợp khung dây dẫn hoặc chất nền bán dẫn cho bước liên kết tiếp theo. Thuật ngữ "tổ hợp khung dây dẫn" hoặc "chất nền khung dây dẫn" có thể có nghĩa; tuy nhiên không có nghĩa là giới hạn loại khung dây dẫn bất kỳ có ít nhất một hoặc nhiều khuôn được liên kết vào đó và cũng có thể bao gồm các thành phần khác mà là một phần, được gắn vào, ví dụ, được liên kết hoặc được hàn vào đó.

Để dễ tham chiếu, "thiết bị vi điện tử" tương ứng với các chất nền và bao gói bán dẫn và, màn hình tấm phẳng, và hệ cơ học vi điện tử (MEMS), được sản xuất để sử dụng trong các ứng dụng vi điện tử, mạch tích hợp hoặc mạch máy vi tính. Các tác giả sáng chế đã hiểu rằng thuật ngữ "thiết bị vi điện tử" không có nghĩa là làm giới hạn theo cách bất kỳ và bao gồm chất nền bất kỳ sẽ cuối cùng trở thành thiết bị vi điện tử hoặc tổ hợp vi điện tử. Tốt hơn là, thiết bị vi điện tử bao gồm tổ hợp khung dây dẫn hoặc chất nền bán dẫn.

Như được sử dụng trong bản mô tả sáng chế này, "axit cacboxylic" có nghĩa là (trừ phi có quy định khác hoặc rõ ràng từ bản mô tả sáng chế) axit mono-, di- hoặc poly-cacboxylic, bao gồm các axit mono-, di- hoặc poly-cacboxylic chứa nhóm amin, muối của chúng hoặc hỗn hợp của chúng, bao gồm các axit mono-, di- hoặc poly-cacboxylic chứa nhóm hydroxy, muối của chúng hoặc hỗn hợp của chúng và/hoặc các axit mono-, di- hoặc poly-cacboxylic chứa nhóm khác.

Như được sử dụng trong bản mô tả sáng chế này, thuật ngữ "chất nền bán dẫn" bao gồm chất nền bất kỳ hoặc một phần bao gói được tạo thành sẽ cuối cùng trở thành thiết bị vi điện tử hoặc tổ hợp vi điện tử. Tốt hơn là, chất nền bán dẫn bao gồm tổ hợp khung dây dẫn bao gồm khuôn được gắn với khung dây dẫn.

Như được sử dụng trong bản mô tả sáng chế này, "khoảng" nhằm tương ứng với $\pm 5\%$ trị số được chỉ định.

Như được sử dụng trong bản mô tả sáng chế này, "tính thích hợp" để làm sạch chất nhiễm tạp khỏi thiết bị vi điện tử có chất nhiễm tạp này (bao gồm oxit kim loại) trên đó tương tự với ít nhất việc loại bỏ một phần chất bã /chất nhiễm tạp từ thiết bị vi

điện tử, cụ thể hơn là tổ hợp khung dây dẫn hoặc các bộ phận của tổ hợp khung dây dẫn, ví dụ, khuôn hoặc đệm liên kết trên khuôn. Tốt hơn là, ít nhất 90% chất bã /chất nhiễm tạp được loại bỏ khỏi thiết bị vi điện tử, cụ thể là tổ hợp khung dây dẫn hoặc các bộ phận của tổ hợp khung dây dẫn, ví dụ, khuôn hoặc đệm liên kết trên khuôn sử dụng chế phẩm hoặc phương pháp theo sáng chế, tốt hơn là, loại bỏ ít nhất 99% chất bã /chất nhiễm tạp.

Đã trở nên phổ biến sản xuất mạch tích hợp bằng cách sử dụng nhôm hoặc đồng liên kết công nghệ kim loại hóa do các ưu điểm về hiệu quả và giá thành điện. Để ngăn các pha hợp kim, các mạch bán dẫn được lắp với các đệm đồng hoặc nhôm. Thông thường, liên kết dây của mạch bán dẫn với chất mang mạch hoặc khung dây dẫn được thực hiện bằng cách sử dụng vật liệu dây vàng hoặc đồng, mặc dù nhôm và bạc cũng được sử dụng. Liên kết các dây này với các vật liệu đệm khác nhau tạo ra các hệ luyện kim khác nhau. Gần đây, có một xu hướng dịch chuyển từ dây vàng thành dây đồng chủ yếu do giá thành thấp đáng kể.

Không may là, cả đồng và nhôm oxy hóa rất nhanh, làm cho nó khó thu được liên kết dây đáng tin cậy. Do đó, để đảm bảo khả năng liên kết và tin cậy của liên kết dây, một trong các điều kiện chủ yếu là bề mặt liên kết nên loại bỏ hoặc loại bỏ về cơ bản các chất nhiễm tạp bất kỳ chứa oxit. Nhiều mạch thông thường được tạo thành trên vi mạch đơn ở một điểm và tiếp đó các vi mạch được chuyển đến điểm khác mà khuôn được cắt bỏ khỏi vi mạch và được đóng gói. Do thời gian xem xét có thể vượt qua giữa các quy trình chế tạo vi mạch và bao gói, oxy hóa đệm liên kết đồng hoặc nhôm trên các khuôn có thể xảy ra trong suốt thời gian này. Do đó, sáng chế đề xuất làm sạch hiệu quả đệm đồng và nhôm của mạch tích hợp sau khi chế tạo mạch trên vi mạch, nhưng trước khi khuôn được đóng gói hoặc được bao gói hoàn toàn.

Tham chiếu đến FIG.2, phương pháp chế tạo vi mạch bán dẫn có nhiều mạch tích hợp được tạo thành trên đó. Mạch tích hợp có thể có các đệm liên kết được tạo thành từ đồng hoặc nhôm. Các phương pháp tạo thành mạch với các đệm trên vi mạch silicon đã biết và thảo luận chi tiết về nó không yêu cầu để hiểu sáng chế. Các tác giả sáng chế đã hiểu rằng các quy trình theo sáng chế được tiến hành sau khi mạch tích hợp được tạo thành trên vi mạch. Nhìn chung, việc này sau khi tất cả các lớp được áp

dụng với vi mạch và vi mạch được rửa trong nước khử ion và mặt sau của vi mạch được loại bỏ vật liệu không cần thiết. Sau đó, vi mạch được xử lý tại thiết bị thử nghiệm/lắp ráp/bao gói, trong đó việc thử nghiệm mỗi vi mạch hoặc khuôn được tiến hành khi vẫn là vi mạch; tại bước này đã biết là thử nghiệm mức vi mạch, khuôn tốt được nhận diện. Tiếp đó, vi mạch kẻ ô vuông hoặc làm khác biệt bằng quy trình kẻ ô vuông. Mỗi vi mạch hoặc khuôn thu được được xác định để vượt qua thử nghiệm mức vi mạch (“khuôn tốt đã biết”) có thể được gắn với khung dây dẫn bằng bước xử lý gắn khuôn hoặc các bước bao gồm sử dụng epoxy, bột hàn hoặc vật liệu bám dính khác vào khung dây dẫn và/hoặc bề mặt mà có thể là mặt sau của khuôn hoặc khuôn và gắn khuôn hoặc các khuôn với khung dây dẫn. Khung dây dẫn có thể có các bướu hàn hoặc các bướu nôm hoặc các phần gắn tương tự được tạo thành trên đó để nhận khuôn và sử dụng hoặc nhận epoxy, bột hàn hoặc vật liệu bám dính khác trên đó. Thông thường, khung dây dẫn có thể ở dạng dải hoặc băng/cuộn liên tục chứa nhiều khuôn gắn mà sau đó sẽ được tạo thành trong các bao gói. Nếu sử dụng epoxy, khung dây dẫn hoặc chất nền tiếp đó có thể được lưu hóa epoxy trong quy trình có nhiệt độ cao để đảm bảo bám dính hợp lý của khuôn với chất nền. Nếu bột hàn được sử dụng, nó sẽ tiếp sau bước hàn. Do đó, các dây được nối giữa các đệm liên kết trên khuôn và các tiếp điểm trên khung dây dẫn. Các khung dây dẫn hoặc tổ hợp khung dây dẫn này sẽ sau đó đơn giản tạo thành các bao gói riêng biệt mà sẽ được đúc và đóng gói. Sáng chế đề cập đến việc làm sạch được tiến hành trên tổ hợp khung dây dẫn mà có thể xảy ra sau bước lưu hóa epoxy ở nhiệt độ cao hoặc bước gắn khuôn khác, trước khi liên kết dây, và tạo ra sự loại bỏ oxit và các chất nhiễm tạp khác khỏi các đệm liên kết kim loại và khung dây dẫn hoặc các tiếp điểm và bề mặt của chất nền.

Tham chiếu đến FIG.2, phương pháp sản xuất vi mạch bán dẫn có nhiều mạch tích hợp được tạo thành trên đó được thể hiện. Mạch tích hợp có thể có các đệm liên kết được tạo thành từ đồng hoặc nhôm. Phương pháp tạo thành mạch với các đệm này trên vi mạch silicon đã biết và các thảo luận chi tiết của nó không yêu cầu đối với hiểu biết của sáng chế. Các tác giả sáng chế hiểu rằng các quy trình theo sáng chế được thực hiện sau khi mạch tích hợp được tạo thành trên vi mạch. Nhìn chung, việc này được thực hiện sau khi tất cả các lớp được áp dụng với vi mạch và vi mạch được rửa trong nước khử ion và mặt sau của vi mạch được loại bỏ vật liệu không cần thiết, và

hơn nữa, tốt hơn nếu sau khi tiến hành thử nghiệm mỗi vi mạch hoặc khuôn. Thông thường, sau khi thử nghiệm và trước khi tiến hành kẻ ô vuông, làm sạch vi mạch lại bằng cách sử dụng các dung môi nước khử ion, rượu isopropyl, axeton và metanol. Sáng chế đề cập đến việc làm sạch được tiến hành sau khi vi mạch thường trải qua thử nghiệm, kẻ ô vuông, và trước hoặc sau tạo thành tổ hợp khung dây dẫn và đề xuất loại bỏ oxit khỏi các đệm liên kết kim loại, và tiếp đó gắn các dây dẫn với đệm liên kết. Sau tất cả các bước đó, có thể tiếp theo là bước đúc bao gói qua tổ hợp khung dây dẫn thông thường trong chân không. Mặc dù không được thể hiện trong Fig.2, phương pháp theo sáng chế bao gồm phương pháp mà bước làm sạch chỉ xảy ra trước hoặc chỉ trước khi tạo thành tổ hợp khung dây dẫn, tiếp đó là tạo thành tổ hợp khung dây dẫn (đó là gắn khuôn với khung dây dẫn), tiếp đó là gắn dây dẫn với đệm liên kết.

Cụ thể hơn, bắt đầu ở bước 20 mà được chia thành bước 20A và bước 20B, vi mạch và cụ thể là đệm liên kết kim loại của mỗi khuôn được tiếp xúc với chế phẩm làm sạch, như được thể hiện là một trong hai chế phẩm làm sạch, chế phẩm A hoặc chế phẩm B, mỗi chế phẩm sẽ được mô tả chi tiết dưới đây. (Phương pháp trong Fig.2 có thể được thể hiện bằng một bước làm sạch). Tốt hơn là, bước làm sạch của phương pháp theo sáng chế bao gồm cho tổ hợp khung dây dẫn hoặc ít nhất một phần của tổ hợp khung dây dẫn, như khuôn hoặc đệm liên kết trên khuôn mà có thể được sẵn sàng gắn với khung dây dẫn, tiếp xúc với chế phẩm A (tốt hơn với chất nền chứa Al) hoặc chế phẩm B (tốt hơn đối với chất nền chứa Al hoặc chứa Cu). Ít nhất một phần tổ hợp khung dây dẫn tốt hơn là được nhúng hoặc ngâm trong bể chứa chế phẩm ở nhiệt độ trong phòng hoặc nhiệt độ cao trong thời gian nằm trong khoảng từ 1 đến 40 phút, tốt hơn là từ 5 đến 30 phút, và tốt hơn là từ 20 đến 30 phút.

Chế phẩm được sử dụng để làm sạch đệm liên kết của tổ hợp khung dây dẫn bao gồm dung dịch chứa nước chứa axit hoặc muối hoặc hỗn hợp của axit và muối. Chế phẩm được sử dụng để làm sạch đệm liên kết của tổ hợp khung dây dẫn chứa dung dịch chứa nước chứa axit, tốt hơn là một hoặc nhiều axit cacboxylic hoặc axit đa bazơ. Chế phẩm có thể chứa nước và bao gồm khoảng từ 0,003% đến 25% trọng lượng một hoặc nhiều axit. Một số phương án theo sáng chế có thể có độ pH nằm trong khoảng từ 1 đến 7. Theo một số phương án, chế phẩm chứa dung dịch đệm axit; axit là một phần của dung dịch đệm axit. Theo các phương án khác, chế phẩm chứa một hoặc

nhiều axit cacboxylic. Chế phẩm có thể chứa một hoặc nhiều axit, và/hoặc một hoặc nhiều dung môi và/hoặc một hoặc nhiều flo (còn được đề cập đến là hợp chất flo) và/hoặc một hoặc nhiều chất phụ gia. Chất phụ gia có thể bao gồm chất hoạt động bề mặt và/hoặc chất ức chế ăn mòn. Ví dụ, một số phương án của chế phẩm hữu dụng trong phương pháp theo sáng chế bao gồm axit xitric và tùy ý chất hoạt động bề mặt. Một số phương án của chế phẩm có thể chứa ngoài một hoặc nhiều axit, từ 0% đến 30% trọng lượng vào 90% trọng lượng dung môi phân cực hữu cơ; từ 0,0005% trọng lượng đến 20% trọng lượng flo; từ 0,5% trọng lượng đến 40% trọng lượng nước; tối đa là 15% trọng lượng chất ức chế ăn mòn tùy ý và/hoặc chất hoạt động bề mặt. Các ví dụ về một số chế phẩm hữu dụng trong phương pháp theo sáng chế bao gồm nước, axit axetic hoặc axit xitric, amoni flo và dimethylacetamid và tùy ý propylen glycol và tùy ý chất ức chế ăn mòn.

Chế phẩm A sẽ được sử dụng để đề cập đến các chế phẩm hữu dụng trong phương pháp theo sáng chế để làm sạch các tổ hợp khung dây dẫn chứa dung dịch đậm axit. Chế phẩm B sẽ được đề cập đến các chế phẩm hữu dụng trong phương pháp theo sáng chế để làm sạch các tổ hợp khung dây dẫn mà không chứa dung dịch đậm axit.

Chế phẩm A

Theo một phương án của sáng chế, chế phẩm làm sạch là chế phẩm A. Chế phẩm A là chế phẩm làm sạch chứa dung dịch đậm axit và nước và cũng có thể chứa dung dịch phân cực (tốt hơn là có thể trộn theo tất cả các tỷ lệ trong nước), và/hoặc flo. Theo một số phương án, chế phẩm được điều chỉnh đến độ pH nằm trong khoảng từ 3 đến 7 và tùy ý chứa chất ức chế ăn mòn và/hoặc chất phụ gia khác. Một số phương án của chế phẩm A có thể loại bỏ chất ức chế ăn mòn và /hoặc loại bỏ chất phụ gia và/hoặc loại bỏ chất hoạt động bề mặt và /hoặc loại bỏ dung môi. Axit là một phần của dung dịch đậm axit tốt hơn là chứa axit cacboxylic và /hoặc axit đa bazơ.

Tốt hơn là, chế phẩm A chứa dung dịch đậm axit với lượng cần thiết để thu được chế phẩm có độ pH nằm trong khoảng từ 3 đến 7; từ 0% đến 90% trọng lượng hoặc từ 30% trọng lượng đến 90% trọng lượng dung môi phân cực hữu cơ mà có thể trộn theo tất cả tỷ lệ trong nước; từ 0,001% trọng lượng đến 20% trọng lượng flo; từ 0,5% trọng lượng đến 40% trọng lượng nước; và tối đa là 15% trọng lượng chất ức chế

ăn mòn (và/hoặc chất phụ gia khác). Theo các phương án thay thế, chế phẩm có thể chứa tối đa là từ 90% đến hơn 90% trọng lượng nước.

Như được đề cập trước đây, chế phẩm A được mô tả trong bản mô tả sáng chế này chứa dung dịch đệm. Dung dịch đệm axit, khi được thêm vào chế phẩm được bộc lộ ở đây, tạo ra chế phẩm đệm có độ pH được điều chỉnh để tối thiểu hóa sự ăn mòn của các kim loại nhạy cảm như nhôm, đồng, titan, v.v.. Dung dịch đệm axit được thêm với lượng cần thiết để thu được khoảng pH mong muốn cho chế phẩm. Như được sử dụng trong bản mô tả sáng chế này, thuật ngữ “dung dịch đệm axit” là dung dịch chống chịu sự thay đổi về độ pH do sự bổ sung nhỏ axit hoặc bazơ vào chế phẩm. Việc bổ sung dung dịch đệm axit vào chế phẩm được bộc lộ ở đây ngăn sự thay đổi độ pH do pha loãng với nước hoặc nhiễm tạp bởi bazơ hoặc axit.

Tỷ lệ mol của axit với bazơ liên hợp của nó trong dung dịch đệm axit để tạo ra ảnh hưởng đệm trong chế phẩm nằm trong khoảng từ 10:1 đến 1:10 hoặc hầu như là 1:1 hoặc 1:1, trong đó hầu như là $\pm 2\%$ trọng lượng nồng độ đẳng mol. Dung dịch đệm thường được cho là axit yếu và khoảng đệm rộng nhất chống lại axit hoặc bazơ là khoảng một đơn vị pH trên mỗi pK_a của nhóm axit yếu. Thiết lập độ pH đối với dung dịch đệm có thể đạt được bằng cách có tỷ lệ mol của axit với bazơ nằm trong khoảng từ 10:1 đến 1:10 hoặc hầu như là 1:1 của axit và bazơ liên hợp với axit (hoặc theo một số phương án là bazơ được proton hóa) có pK_a thích hợp với khoảng pH mong muốn.

Ngoài ra, một số muối có pK_a nhỏ hơn khoảng 6 khi được hòa tan trong nước có thể được sử dụng có hoặc không có axit khi hòa tan trong nước để tạo ra chế phẩm làm sạch.

Theo một số phương án được ưu tiên, dung dịch đệm axit chứa muối amoni của axit cacboxylic hoặc axit đa bazơ, như, axit phosphoric. Các dung dịch đệm axit minh họa có thể chứa axit axetic/ muối axetat (ví dụ, muối amoni, muối amin, v.v), axit benzoic/ muối benzoat (ví dụ, muối amoni, muối amin, v.v), và axit phenol/ muối phenolat (ví dụ, muối amoni, muối amin, v.v). Ví dụ về muối amoni là muối amoni của axit axetic hoặc axit phosphoric. Theo một phương án, dung dịch đệm axit là dung dịch chứa nước của amoni axetat và axit axetic. Theo phương án khác nữa, dung dịch đệm axit là axit benzoic và amoni benzoat.

Chế phẩm có thể chứa từ 0,003 đến 30% trọng lượng hoặc từ 0,5 đến 25% trọng lượng hoặc từ 0,5 đến 20% trọng lượng hoặc từ 0,5 đến 15% trọng lượng axit, là axit được sử dụng trong dung dịch đệm. Theo một số phương án, dung dịch đệm axit có thể chứa axit yếu như trihydroxybenzen, dihydroxybenzen, và/hoặc axit salixylhydroxamic. Theo các phương án này, lượng axit yếu được thêm có thể bao gồm khoảng từ 0,003 đến 30% trọng lượng hoặc từ 0,5 đến 25% trọng lượng hoặc từ 0,5 đến 20% trọng lượng hoặc từ 0,5 đến 3% trọng lượng. Lượng bazơ liên hợp là chức năng của lượng axit được thêm vào chế phẩm để tạo ra dung dịch đệm của chế phẩm.

Mặc dù độ pH của chế phẩm theo sáng chế có thể là từ 1 đến 11, theo một số phương án, độ pH nằm trong khoảng từ 3 đến 9 hoặc nằm trong khoảng từ 3 đến 7 hoặc nằm trong khoảng từ 3 đến 6 sẽ cho phép hầu hết các kim loại nhạy cảm mạ với sự ăn mòn tối thiểu. Tốt hơn là, độ pH nằm trong khoảng từ 3 đến 7.

Một hoặc nhiều dung môi phân cực hữu cơ có thể được thêm vào chế phẩm được bộc lộ ở đây là các dung môi có thể trộn với nước. Các dung môi này có thể được sử dụng riêng rẽ hoặc trong tổ hợp bất kỳ. Một hoặc nhiều dung môi trong chế phẩm có thể có mặt ở đó chứa từ 0% đến 90% trọng lượng hoặc từ 30% trọng lượng đến 90% trọng lượng hoặc từ 30% trọng lượng đến 70% trọng lượng và có thể là dung môi phân cực hữu cơ có thể trộn theo tất cả tỷ lệ trong nước. Các ví dụ về dung môi phân cực hữu cơ bao gồm, nhưng không giới hạn ở, dimethylacetamid (DMAC), monoetanolamin, n-metyletanolamin, formamid, n-metyl formamid, gama-butyrolacton, N-metylpyrrolidon, và dung môi tương tự. Các dung môi khác nữa bao gồm rượu dihydric và polyhydric như diol và polyol như (C₂–C₂₀) alkan diol và (C₃–C₂₀) alkan triol, rượu vòng và rượu được thế. Các dung môi khác bao gồm ure, như dimetyl ure, tetrametyl ure và dung môi tương tự. Các ví dụ cụ thể về các dung môi phân cực hữu cơ này là propylen glycol, rượu tetrahydrofurfuryl (THFA), rượu điaxeton và 1, 4-xyclohexandimetanol. Các dung môi được ưu tiên bao gồm một hoặc nhiều trong số: dimethylacetamid, dimetyl ure, propylen glycol được sử dụng riêng rẽ hoặc kết hợp với nhau hoặc các dung môi khác.

Theo một số phương án, dung môi phân cực hữu cơ có thể là một hoặc nhiều glycol ete. Glycol ete thường trộn với nước và có thể chứa glycol mono(C_1-C_6)alkyl ete và glycol đi(C_1-C_6)alkyl ete, như nhưng không giới hạn ở, (C_1-C_{20})alkan diol, (C_1-C_6)alkyl ete, và (C_1-C_{20})alkan diol đi(C_1-C_6)alkyl ete. Các ví dụ về glycol ete là etyleneglycol monometyl ete, etylen glycol monoetyl ete, etylen glycol monobutyl ete, etylen glycol dimetyl ete, etylen glycol dietyl ete, dietylen glycol monometyl ete, dietylen glycol monoetyl ete, dietylen glycol monopropyl ete, dietylen glycol monoisopropyl ete, dietylen glycol monobutyl ete, dietylen glycol monoisobutyl ete, dietylen glycol monobenzyl ete, dietylen glycol dimetyl ete, dietylen glycol dietyl ete, trietylen glycol monometyl ete, trietylen glycol dimetyl ete, polyetylen glycol monometyl ete, dietylen glycol metyl etyl ete, trietylen glycol metyl etyl ete, etylen glycol monometyl ete axetat, etylen glycol monoetyl ete axetat, propylen glycol monometyl ete, propylen glycol dimetyl ete, propylen glycol monobutyl ete, propylen glycol monopropyl ete, đipropylen glycol monometyl ete, đipropylen glycol monopropyl ete, đipropylen glycol monoisopropyl ete, đipropylen monobutyl ete, đipropylen glycol diisopropyl ete, tripropylen glycol monometyl ete, 1-metoxi-2-butanol, 2-metoxi-1-butanol, 2-metoxi-2-metylbutanol, 1,1-dimetoxietan và 2-(2-butoxyethoxy) etanol. Các ví dụ điển hình nữa về glycol ete là propylen glycol monometyl ete, propylen glycol monopropyl ete, tri(propylen glycol) monometyl ete và 2-(2-butoxyethoxy) etanol. Một ví dụ là đipropylen glycol monometyl ete được sử dụng riêng rẽ hoặc kết hợp với các dung môi khác trong chế phẩm được sử dụng trong sáng chế.

Tốt hơn là, flo có mặt trong chế phẩm của chế phẩm A được mô tả trong bản mô tả sáng chế này. Flo, cũng được đề cập đến là hợp chất chứa flo bao gồm các hợp chất có công thức chung $R_1R_2R_3R_4NF$, trong đó R_1 , R_2 , R_3 , và R_4 là hydro độc lập, nhóm rượu, nhóm alkoxy, nhóm alkyl hoặc hỗn hợp của chúng. Các ví dụ về các hợp chất này là amoni flo (NH_4F), tetrametyl amoni flo, tetraetyl amoni flo, tetrabutyl amoni flo và cholin flo. Các ví dụ khác nữa về hợp chất chứa flo bao gồm axit floboric và axit hydroflo. Tốt hơn là, flo có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 0,0005 hoặc 0,001% đến 20% trọng lượng hoặc từ 0,1% đến 10% trọng lượng. Amoni flo được ưu

tiên. Theo các phương án này, amoni flo có thể có bán trên thị trường là dung dịch chứa nước 40%.

Nước có mặt là thành phần của chế phẩm theo sáng chế và được sử dụng trong phương pháp theo sáng chế. Nước có thể cùng có mặt làm thành phần của sáng chế như dung dịch amoni flo chứa nước hoặc dung dịch đệm axit chứa nước hoặc nước có thể được bổ sung riêng biệt. Tốt hơn là, nước có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 0,5% trọng lượng đến 40% trọng lượng. Theo một số phương án, sự có mặt của nước có thể cải thiện khả năng hòa tan của amoni flo trong chế phẩm theo sáng chế và hỗ trợ sự loại bỏ của chất nhiễm tạp.

Chất ức chế ăn mòn, với lượng tối đa là 20% trọng lượng, có thể được thêm vào chế phẩm theo sáng chế. Tốt hơn là, nồng độ chất ức chế nằm trong khoảng từ 0,5% trọng lượng đến 8% trọng lượng. Chất ức chế ăn mòn đã biết trong tình trạng kỹ thuật đối với các sáng chế tương tự như các chất ức chế ăn mòn được bộc lộ trong Patent Mỹ số 5.417.877. Theo một số phương án, đã phát hiện ra rằng chế phẩm của chất ức chế có pK_a lớn hơn 6 không có hoạt tính cũng như chế phẩm của chất ức chế có pK_a nhỏ hơn khoảng 6 trong hệ có độ pH nằm trong khoảng từ 3 đến 6. Do đó, chế phẩm của chất ức chế được ưu tiên là các chế phẩm có pK_a là khoảng 6 hoặc nhỏ hơn. Đối với dung dịch làm sạch có độ pH thấp thì pK_a nhỏ hơn 4 có thể được ưu tiên. Chất ức chế ăn mòn có thể là axit hữu cơ, muối của axit hữu cơ, phenol, triazol hoặc hydroxylamin. Các ví dụ về chế phẩm của chất ức chế được ưu tiên bao gồm axit anthranilic, axit salixylic, axit galic, axit benzoic, axit isophtalic, axit maleic, axit fumaric, axit D,L-malic, axit malonic, axit phtalic, maleic anhydrua, phtalic anhydrua, cacboxybenzotriazol, dietyl hydroxylamin và axit lactic và muối của axit xitric của chúng, và axit tương tự. Các ví dụ nữa về chất ức chế ăn mòn mà có thể được sử dụng bao gồm catechol, tert-butyl catechol, pyrogallol, và este của axit galic hoặc catechol, axit salixylic, pyrogallol, và este của axit galic.

Chế phẩm cũng có thể chứa một hoặc nhiều chất phụ gia tùy ý sau đây: chất hoạt động bề mặt, chất chelat hóa, chất biến đổi hóa học, chất nhuộm, chất diệt khuẩn và chất phụ gia khác. (Các) chất phụ gia có thể được thêm đến mức chúng không có tác dụng ngược đến khoảng pH của chế phẩm. Một số ví dụ về các chất phụ gia tiêu

biểu bao gồm rượu axetylen và dẫn xuất của chúng, axetylenic diol (chất hoạt động bề mặt axetylen được alkoxy hóa và/hoặc tự nhũ hóa không là ion) và các dẫn xuất của chúng, rượu, amin bậc bốn và đi-amin, amit (bao gồm dung môi không sinh proton như dimetyl formamit và dimetyl axetamit), alkyl alkanolamin (như dietanoletylamin), và chất chelat hóa như các este dựa trên beta-diketon, beta-ketoimin, axit cacboxylic, axit mallic và axit tartaric và dieste và các dẫn xuất của chúng, và amin bậc ba, diamin và triamin. Cũng được đề cập ở đây là chất hoạt động bề mặt được mô tả dưới đây với Chế phẩm B với lượng được mô tả với chất hoạt động bề mặt và chất phụ gia khác. Theo một số phương án, axit cacboxylic có thể được thêm vào chế phẩm trong dung dịch đệm axit cũng có thể nhằm là chất chelat hóa.

Công thức thích hợp để sử dụng làm Chế phẩm A theo sáng chế được bộc lộ trong Patent Mỹ số 6.828.289 và Patent Mỹ số 7.361.631.

Chế phẩm B

Chế phẩm B sẽ đề cập đến chế phẩm hữu dụng trong phương pháp theo sáng chế để làm sạch các tổ hợp khung dây dẫn bao gồm một hoặc nhiều axit, nhưng không chứa dung dịch đệm axit.

Chế phẩm B là chế phẩm chứa nước loại bỏ flo hoặc chứa flo. Thuật ngữ "loại bỏ flo" đề cập đến ít nhất là loại bỏ flo về cơ bản (ví dụ, chứa không nhiều hơn 100 ppb flo). Chế phẩm B có thể bao gồm khoảng từ 0,003 đến 25% trọng lượng axit, tốt hơn là một hoặc nhiều axit cacboxylic và nước (trong dung dịch chứa nước). Theo một số phương án, chế phẩm có thể bao gồm khoảng từ 0,003 đến 25% trọng lượng axit, nước và tối đa là 20% trọng lượng một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt và/hoặc một hoặc nhiều chất ức chế ăn mòn. Theo một số phương án, chất hoạt động bề mặt chứa một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt của axit sulfonic.

Theo một số phương án, chế phẩm B có thể chứa từ 0,005 đến 16% trọng lượng ít nhất một axit cacboxylic, muối của nó hoặc hỗn hợp của nó, mà có thể là axit cacboxylic chứa nhóm amin, muối của nó hoặc hỗn hợp của nó; và/hoặc từ 0,003 đến 4% trọng lượng ít nhất một axit hydroxyl cacboxylic, muối của nó hoặc hỗn hợp của nó hoặc axit cacboxylic chứa nhóm amin, muối của nó hoặc hỗn hợp của nó, và phần còn lại hầu như là nước, và có độ pH nằm trong khoảng từ 1 đến 4.

Theo các phương án khác, chế phẩm B có thể khoảng từ 0,005 đến 16% trọng lượng ít nhất một axit đicacboxylic, muối của nó hoặc hỗn hợp của nó, bao gồm khoảng từ 0,003 đến 4% trọng lượng ít nhất một axit hydroxy cacboxylic, muối của nó hoặc hỗn hợp của nó; hoặc axit cacboxylic chứa nhóm amin, muối của nó hoặc hỗn hợp của nó, và phần còn lại hầu như là nước, và có độ pH nằm trong khoảng từ 1 đến 4.

Các axit cacboxylic điển hình bao gồm axit đicacboxylic bao gồm các axit có từ hai đến sáu nguyên tử cacbon, và bao gồm axit oxalic, axit malonic, axit suxinic, axit glutaric, axit adipic, axit maleic và axit fumaric. Axit được ưu tiên là axit xitric. Các muối thích hợp bao gồm kim loại kiềm và muối amoni. Hỗn hợp bao gồm axit xitric và axit oxalic và tùy ý axit malonic có thể được sử dụng trong chế phẩm B. Các ví dụ về axit đicacboxylic chứa nhóm amin bao gồm axit glutamic và axit aspartic.

Các ví dụ về axit hydroxycacboxylic bao gồm axit malic, axit tartaric và axit xitric.

Axit hydroxycacboxylic được ưu tiên là axit xitric. Các muối thích hợp bao gồm kim loại kiềm và muối amoni.

Muối được ưu tiên của axit hydrocacboxylic là amoni xitrat.

Axit cacboxylic chứa amin có thể là glyxin, valin, alanin, phenylalanin và axit amin tương tự.

Axit mono-cacboxylic được ưu tiên bao gồm axit formic, axetic và propionic.

Theo một số phương án, chế phẩm B có thể còn bao gồm một hoặc nhiều dung môi, tốt hơn là dung môi hữu cơ hoặc dung môi phân cực hữu cơ, tốt hơn nếu có thể trộn với nước. Các dung môi có thể được sử dụng riêng rẽ hoặc kết hợp. Tất cả các dung môi được mô tả trước đây hữu dụng trong chế phẩm A hữu dụng trong chế phẩm bất kỳ của sáng chế. Các dung môi được ưu tiên để sử dụng trong chế phẩm B là, mặc dù không giới hạn đến, dimethylacetamid (DMAC), monoetanolamin, n-metyletanolamin, formamid, n-metyl formamid, gama-butyrolacton, N-metylpyrrolidon, và dung môi tương tự, rượu dihydric và polyhydric như diol và polyol như (C₂–C₂₀) alkan diol và (C₃–C₂₀) alkan triol, rượu vòng và ure của rượu được thế, như dimetyl

ure, tetrametyl ure và ure tương tự. Các ví dụ cụ thể về các dung môi phân cực hữu cơ này là propylen glycol, rượu tetrahydrofurfuryl (THFA), rượu điaxeton và 1,4-xyclohexandimetanol và propylen glycol monometyl etc. Dung môi nếu có mặt tốt hơn có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 0% đến 60% trọng lượng hoặc từ 0% đến 40% trọng lượng hoặc từ 10% đến 40% trọng lượng.

Chế phẩm B còn có thể chứa một hoặc nhiều flo (là hợp chất chứa flo) được mô tả trên đây đối với chế phẩm A. Các ví dụ về các hợp chất này là amoni flo, tetrametyl amoni flo, tetraetyl amoni flo, tetrabutyl amoni flo và cholin flo. Các ví dụ khác nữa về hợp chất chứa flo bao gồm axit flo hydric. Hợp chất chứa flo, nếu có mặt, tốt hơn có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 0,0005% trọng lượng đến 20% trọng lượng hoặc từ 0,001% trọng lượng đến 20% trọng lượng hoặc từ 0,1% đến 10% trọng lượng hoặc từ 0,001% trọng lượng đến 5% trọng lượng hoặc từ 0,001% trọng lượng đến 2% trọng lượng. Amoni flo được ưu tiên. Theo một số phương án, amoni flo có thể có bán trên thị trường là dung dịch chứa nước 40%. Trong các chế phẩm chứa flo, tốt hơn nếu dung môi hữu cơ cũng có mặt ở đó, mặc dù cũng có các phương án của chế phẩm B có flo và không có dung môi hữu cơ, và các phương án khác có dung môi hữu cơ và không có flo có mặt ở đó.

Ngoài nước, tốt hơn là nước khử ion, chế phẩm B có thể bao gồm một hoặc nhiều các chất phụ gia tùy ý sau đây: chất hoạt động bề mặt, chất diệt khuẩn, chất ức chế ăn mòn, chất chelat hóa, chất biến đổi hóa học, chất nhuộm và chất phụ gia khác. Một ví dụ về chất phụ gia chứa tối đa là khoảng 0,002% trọng lượng phần hoạt tính của chất diệt khuẩn. Chất diệt khuẩn điển hình là Kathen. Kathen bao gồm:

1,2% 5-clo-2-metyl-4-isothiazolin-3-on

0,4% 2-metyl-4-isothiazolin-3-on

1,1% $MgCl_2$

1,75% $Mg(NO_3)_2$

0,16% đồng nitrat trihydrat

Nước 95,85%. Chất diệt khuẩn này có thể được sử dụng trong chế phẩm bất kỳ theo sáng chế.

(Các) chất phụ gia có thể được thêm vào đến mức chúng có tác dụng ngược đến khoảng pH mong muốn của chế phẩm. Một số ví dụ về các chất phụ gia tiêu biểu bao gồm chất hoạt động bề mặt như rượu axetylenic và các dẫn xuất của chúng, axetylenic diol (chất hoạt động bề mặt axetylenic diol được alkoxy hóa và/hoặc tự nhũ hóa không là ion) và các dẫn xuất của chúng, chất hoạt động bề mặt của axit sulfonic, như alkylbenzenesulfonat mạch thẳng (LAS), axit béo mạch thẳng và/hoặc các muối của nó, các dẫn xuất của axit béo của dầu dừa, dẫn xuất của axit dầu cao, sarcosit, polypeptit được axetyl hóa, alkylbenzensulfonat bậc hai, lignin sulfonat, N-axyl-n-alkyltaurat, sulfat của rượu béo (FAS), sulfonat của dầu hỏa, alkansulfonat bậc hai (SAS), parafin sulfonat, este sulfat của rượu béo (FAES), α -Olefin sulfonat, sulfosuxinat este, alkylnaphtalensulfonat, isethionat, este của axit sulfuric, rượu bậc một mạch thẳng được sulfat hóa, rượu mạch thẳng được sulfat hóa polyoxyetylenat hóa, dầu triglyxerit sulfat hóa, phosphoric và este của axit polyphosphoric và anion được perfluor hóa và hỗn hợp của chúng và chất hoạt động bề mặt bất kỳ được bọc lộ ở đây và các chất hoạt động bề mặt đã biết khác, rượu, amin bậc bốn và di-amin, amit (bao gồm dung môi không sinh proton như dimetyl formamit và dimetyl axetamit), alkyl alkanolamin (như dietanoletylamin), và chất chelat hóa như các este và dieste dựa trên beta-diketon, beta-ketoimin, axit cacboxylic, axit mallic và axit tartaric và các dẫn xuất của chúng, và amin bậc ba, điamin và triamin. Theo một số phương án, axit cacboxylic có thể được thêm vào chế phẩm cũng có thể đóng vai trò là chất chelat hóa. Các chất phụ gia có thể có bán trên thị trường ở dạng tương đối sạch hoặc là thành phần được pha loãng trong nước hoặc dung môi khác. Ví dụ, SAS-10 có sẵn với nồng độ 10% trọng lượng SAS trong nước. Chất phụ gia cũng có thể bao gồm chất ức chế ăn mòn và chất ức chế ăn mòn ưu tiên được mô tả trước đây đối với chế phẩm A; tuy nhiên, theo một số phương án, chế phẩm của chất ức chế có pKa lớn hơn 4 không hoạt động cũng như chế phẩm của chất ức chế có pKa nhỏ hơn 4 trong hệ có khoảng pH nằm trong khoảng từ 1 đến 4. Tổng lượng chất phụ gia, nếu có mặt, thường nằm trong khoảng từ 0,001 đến 10 hoặc từ 0,005 đến 5 hoặc từ 0,01 đến 1% trọng lượng. Các chất phụ gia được ưu tiên là một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt và/hoặc chất ức chế ăn mòn. Trong các phương án chứa axit cacboxylic, chất hoạt động bề mặt và nước, các chất

hoạt động bề mặt được ưu tiên là một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt của axit sulfonic.

Một phương án được ưu tiên bao gồm một hoặc nhiều axit, một hoặc nhiều flo, một hoặc nhiều dung môi hữu cơ và một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt với khoảng trọng lượng được xác định đối với chế phẩm B. Các phương án được ưu tiên khác là chế phẩm bao gồm một hoặc nhiều axit, một hoặc nhiều flo, một hoặc nhiều dung môi hữu cơ và một hoặc nhiều chất ức chế ăn mòn với khoảng trọng lượng được xác định đối với Chế phẩm B. Các chế phẩm chứa nước và axit và mỗi thành phần trong flo, dung môi và chất phụ gia là thành phần tùy ý.

Chế phẩm B thường chứa lớn hơn 35% trọng lượng nước. Trong các phương án không có dung môi, chế phẩm B thường chứa lớn hơn 50 hoặc lớn khoảng 75 hoặc lớn hơn khoảng 90 hoặc lớn hơn khoảng 95,5 hoặc lớn hơn khoảng 98% trọng lượng nước. Khi chế phẩm B chứa một hoặc nhiều dung môi, chế phẩm B thường nằm trong khoảng từ 35 đến 95% trọng lượng nước hoặc từ 40 đến 90% trọng lượng nước hoặc từ 45 đến 85% trọng lượng nước.

Axit và/hoặc muối của cacboxylic hoặc dicarboxylic thường có mặt với lượng khoảng từ 0,005 đến 16% trọng lượng, thông thường hơn là từ 0,1 đến 3% trọng lượng và tốt hơn là từ 0,3 đến 0,5% trọng lượng. Khi hỗn hợp axit được sử dụng, các ví dụ là hỗn hợp axit oxalic và malonic hoặc axit xitric và axit oxalic, mỗi hỗn hợp thường có mặt với lượng từ 0,003 đến 8% trọng lượng, thông thường hơn là từ 0,05 đến 1,5% trọng lượng và tốt hơn là từ 0,1 đến 0,3% trọng lượng.

Axit hydroxycarboxylic, nếu có mặt trong chế phẩm, thường có mặt trong chế phẩm với lượng bao gồm khoảng từ 0,003% đến 8% trọng lượng, thông thường hơn là từ 0,05 đến 1,5% trọng lượng và tốt hơn là từ 0,1% đến 0,3% trọng lượng.

Khi được sử dụng, axit chứa nhóm amin như glyxin, nếu có mặt trong chế phẩm, thường được sử dụng với lượng bao gồm khoảng từ 0,003 đến 4% trọng lượng, điển hình từ 0,005 đến 1,5% trọng lượng và tốt hơn là từ 0,005 đến 0,05% trọng lượng.

Mặc dù độ pH của chế phẩm theo sáng chế có thể là từ 1 đến 11, nhưng tốt hơn là, đối với chế phẩm B, độ pH tốt hơn là từ 1 đến 4 và tốt hơn nữa là từ 1 đến 3, ví dụ

cụ thể là khoảng 2. Độ pH thường được đo bằng cách sử dụng giấy pH hoặc điện cực tham chiếu pH thích hợp. Đã phát hiện ra rằng theo sáng chế độ pH đóng vai trò quan trọng trong việc đạt được mục đích của sáng chế. Cụ thể là, các chế phẩm có khả năng loại bỏ oxit hạt kim loại và không là kim loại, cũng như silicon đioxit; chất nhiễm tạp ion kim loại như K, Ca, Ti, Cr, Mn, Fe, Ni, Cu và Zn; các tạp nhiễm lưu huỳnh và clorua bị hấp thụ trên bề mặt khác nhau mà vật liệu có mặt trên khuôn hoặc chất nền.

Dấu hiệu khác của sáng chế là chế phẩm thậm chí ở dạng cô đặc là tương đối ổn định. Ví dụ, các nồng độ của chế phẩm nằm trong khoảng từ 0,1 đến 16% trọng lượng và tốt hơn là từ 6% đến 10% trọng lượng axit dicarboxylic, từ 0,05% đến 8% trọng lượng, và tốt hơn là từ 3% đến 5% trọng lượng axit dihydroxy cacboxylic hoặc axit amin và phần còn lại hầu như là nước có thể được tạo ra và vận chuyển đến người dùng cuối cùng, người dùng cuối cùng có thể tiếp đó pha loãng nó như pha loãng theo tỷ lệ 19:1 theo trọng lượng với dụng cụ xử lý để thuận tiện và các và các lý do kinh tế.

Công thức thích hợp để sử dụng làm chế phẩm B theo sáng chế được bộc lộ trong Patent Mỹ số 6.627.546 và Patent Mỹ số 7,524,801.

Quy trình làm sạch theo sáng chế tạo ra chất làm sạch bề mặt kim loại và, do đó, tạo ra sự bám dính tốt hơn giữa dây kim loại và đệm liên kết trên khuôn các tiếp điểm của khung dây dẫn.

Tham chiếu lại FIG.2, sau khi phơi trần (cho tiếp xúc) chất nền hoặc một phần của tổ hợp làm sạch khung dây dẫn với chế phẩm làm sạch trong bước 20A hoặc bước 20B, chất nền được làm khô và bước liên kết dây 14 được thực hiện. Chất nền có thể làm khô chủ động hoặc bị động bằng cách sử dụng không khí môi trường hoặc ẩm mà có thể di chuyển so với tổ hợp khung dây dẫn, ví dụ, bằng máy thổi trên thị trường hoặc bằng cách dịch chuyển tổ hợp khung dây dẫn. Theo cách khác, chất nền có thể được làm khô bằng cách sử dụng không khí nén hoặc khí như nitơ. Thời gian làm khô có thể khác nhau từ vài giây đến vài phút. Tuy nhiên, tốt hơn nếu chất nền không được phơi trần với không khí môi trường trong khoảng thời gian kéo dài do sẽ cho phép đệm kim loại oxy hóa.

Bước rửa với nước khử ion có thể được tiến hành sau bước làm sạch và trước bước làm khô.

Ngay khi việc liên kết dây hoàn thành, chất nền được đúc tại bước 16. Tốt hơn là, chất nền là chân không được gói tại bước 16. Việc gói chân không có thể được tiến hành bằng thiết bị gói chân không có sẵn trên thị trường đã biết phổ biến. Tốt hơn nếu chất nền được gói trong vật chứa chống sốc làm từ vật liệu không phản ứng.

Rõ ràng là, sáng chế đề xuất phương pháp sản xuất khuôn có đệm kim loại sao cho khi khuôn trên vi mạch sẵn sàng được bao gói, thì đệm kim loại ít oxy hóa hơn và ít chất nhiễm tạp khác và do đó việc liên kết dây của đệm đạt được liên kết đáng tin cậy hơn. Sáng chế còn đề xuất phương pháp sản xuất khuôn có đệm liên kết kim loại trong suốt quy trình bao gói khuôn sẽ làm giảm sự oxy hóa và các chất nhiễm tạp khác trên đệm liên kết kim loại sao cho việc liên kết dây đạt được liên kết đáng tin cậy hơn. Sẽ được đánh giá cao rằng, sáng chế đề cập đến việc sản xuất đệm liên kết kim loại, như, ví dụ, đệm đồng và nhôm, để liên kết dây. Sáng chế không làm giới hạn đến việc sử dụng các dây đồng để liên kết dây, các dây khác có thể được dùng, như vàng hoặc nhôm. Ngoài ra, mặc dù sáng chế được tiến hành bằng cách sử dụng liên kết tròn, nhưng sáng chế không bị giới hạn đến liên kết tròn, và có thể thực hiện bằng liên kết dẹt.

Mặc dù sáng chế được mô tả chủ yếu về làm sạch chất nền bán dẫn, nhưng các chế phẩm làm sạch theo sáng chế có thể được sử dụng để làm sạch chất nền bất kỳ chứa các gốc hữu cơ và vô cơ.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Các ví dụ sau đây minh họa các dung dịch làm sạch A1, A2, B1 và B2 sẽ loại bỏ các oxit kim loại trên đệm liên kết và các tiếp điểm. Các dung dịch làm sạch này sẽ loại bỏ chất nhiễm tạp, flo, và các gốc khác trên đệm liên kết và các tiếp điểm. Các dung dịch làm sạch này để lại bề mặt kim loại ở trạng thái sạch, do đó các dây kim loại sẽ có tính bám dính tốt trong quá trình liên kết dây. Dung dịch làm sạch A1 và A2 tương ứng với chế phẩm A trên đây, sẽ loại bỏ các oxit kim loại khỏi đệm liên kết A1. Các dung dịch làm sạch B1 và B2 tương ứng với chế phẩm B trên đây sẽ loại bỏ các oxit kim loại khỏi đệm liên kết Cu. Các chế phẩm được đánh giá như sau:

Dung dịch làm sạch A1: Dimethylacetamid (57,5%); Nước khử ion (13,9%); Amoni Axetat (15,6%); Axit axetic (12,0%); Amoni Flo (1,0%).

Dung dịch làm sạch A2: N-Methyl-2-Pyrrolidon (63,9%); Nước khử ion (30,0%); Amoni Axetat (2,6%); Axit axetic (2,0%); Amoni Flo (0,50%); Cacboxy Benzotriazol (1,0%).

Dung dịch làm sạch B1: Nước khử ion (98,333%); Axit xitric (0,667%); Axit malonic (0,333%); axit oxalic (0,667%).

Dung dịch làm sạch B2: Nước khử ion (98,27%); Axit xitric (0,667%); Axit malonic (0,333%); axit oxalic (0,667%); SAS-10 (0,063%).

Quy trình làm sạch khung dây dẫn (có khuôn gắn kèm) trong các dung dịch làm sạch A1, A2, B1, và B2 như sau. Các dung dịch làm sạch được sử dụng với khung dây dẫn sau bước lưu hóa gắn khuôn và trước bước liên kết. Các dung dịch làm sạch được sử dụng với khung dây dẫn theo các cách bất kỳ này: 1) nhúng khung dây dẫn vào thùng dung dịch làm sạch 2) phun dung dịch làm sạch lên trên khung dây dẫn. Nhiệt độ tối ưu của dung dịch làm sạch nằm trong khoảng từ 25°C đến 50°C. Thời gian tối ưu phơi trần với dung dịch làm sạch là nằm trong khoảng từ 5 đến 30 phút. Sau khi phơi trần với các dung dịch làm sạch, khung dây dẫn được rửa với nước khử ion. Nhiệt độ tối ưu của việc rửa bằng nước khử ion là 25°C (nhiệt độ trong phòng). Thời gian tối ưu đối với việc rửa bằng nước khử ion nằm trong khoảng từ 30 giây đến 3 phút. Sau khi rửa khung dây dẫn trong nước khử ion thì chúng được làm khô. Ngay khi khung dây dẫn được làm khô thì chúng có thể tới bước liên kết dây.

Khả năng của chế phẩm A loại bỏ oxit Al

Được chỉ ra dưới đây là dữ liệu được thu thập bằng cách sử dụng quang phổ điện tử tia X (X-Ray Photoelectron Spectroscopy- XPS). Dữ liệu này được thu thập trên đệm liên kết Al trên khuôn trên toàn bộ vi mạch. Trước khi phơi trần với dung dịch làm sạch A, độ dày của lớp oxit Al trên đệm liên kết Al là nằm trong khoảng từ 70 đến 85 Å. Sau khi phơi trần với các dung dịch làm sạch A1 và A2 thì chiều dày của oxit Al giảm xuống khoảng từ 30 đến 40 Å, là chiều dày thông thường của lớp oxit bán chất có dạng tự nhiên trên bề mặt của Al. Dữ liệu này chỉ ra rằng các dung dịch làm

sạch A1 và A2 đã loại bỏ được oxit Al và tiếp đó lớp oxit Al bản chất tăng phía sau. Sự giảm tinh về chiều dày oxit nhôm Al sau khi phơi trần với các dung dịch làm sạch A1 và A2 là lớn và sẽ cải thiện sự bám dính giữa các dây kim loại và các đệm liên kết Al trong quá trình liên kết dây.

Bảng 1: Dữ liệu XPS đối với chiều dày oxit Al / Vi mạch đệm liên kết Al được tạo khuôn

Dải	Thời gian (phút)	Chiều dày oxit Al (Å)	
		Trước khi xử lý	Sau khi xử lý
Dung dịch làm sạch A1 ở 25°C	5	69	30
	30	71	32
Dung dịch làm sạch A2 ở 25°C	5	87	34
	30	73	42

Điều kiện xử lý: dung dịch làm sạch → Nước khử ion, 25°C, 30 giây → làm khô thổi N₂

Tham chiếu đến FIG.3, dữ liệu bổ sung được trình bày chỉ ra rằng dung dịch làm sạch A1 loại bỏ oxit Al. Dữ liệu này được thu thập bằng đo độ sâu Auger. Trước khi phơi trần với dung dịch làm sạch A1, oxy tồn tại trong kim loại Al với độ sâu xuống khoảng 100Å. Do đó, đây là số đo chiều dày của lớp oxit Al. Sau khi phơi trần dung dịch làm sạch A1, oxy chỉ thâm nhập vào Al xuống độ sâu khoảng 35 Å. Chiều dày oxit Al giảm đáng kể. Và đây là sau khi cho đệm liên kết Al đặt trong không khí trong 3 ngày. Dữ liệu bổ sung cũng được thể hiện sau khi cho đệm liên kết Al đặt trong không khí trong 14 ngày. Lại một lần nữa, độ sâu thâm nhập của mức oxy nhỏ hơn nhiều so với trước khi phơi trần với dung dịch làm sạch A1.

Khả năng của chế phẩm A loại bỏ Flo trên đệm liên kết Al

Chất nhiễm tạp khác trên các đệm liên kết Al có thể gây ra sự bám dính kém là flo (F) được nhúng. F có thể cho lên đệm liên kết Al, ví dụ, trong quá trình khắc plasma được sử dụng để khắc thông qua lớp chống rỉ và mở lên lớp liên kết Al. Plasma thường dựa trên CF₄, do đó F từ plasma có thể phủ lên bề mặt Al. F có thể phản ứng

với hơi ẩm trong không khí để gây ra ăn mòn trên đệm liên kết Al. Sự ăn mòn sẽ tiếp tục xảy ra nếu F vẫn còn trên Al. Do đó, việc loại bỏ F này sẽ tối thiểu hóa sự ăn mòn xảy ra do các đệm liên kết Al đặt trong không khí. Nếu ít ăn mòn xảy ra, thì bề mặt sẽ sạch hơn và các dây kim loại sẽ có sự bám dính tốt hơn với các đệm liên kết. FIG.4 và FIG.5 thể hiện khả năng của dung dịch làm sạch A1 để loại bỏ F từ đệm liên kết Al.

Chế phẩm A bảo vệ lớp Al nằm dưới

Dung dịch làm sạch A1 và A2 rất có hiệu quả trong việc loại bỏ Al oxit nhưng chúng cũng cần có tốc độ ăn mòn rất lớn trên lớp kim loại Al nằm dưới. Nếu các dung dịch này loại bỏ oxit Al và ăn mòn sâu vào lớp kim loại Al nằm dưới thì hiệu quả liên kết có thể không cải thiện. Dữ liệu trong Bảng 2 dưới đây thể hiện các dung dịch làm sạch A1 và A2 có tốc độ ăn mòn rất thấp trên Al.

Bảng 2: Tốc độ ăn mòn Al

Sản phẩm	Nhiệt độ (°C)	Tốc độ ăn mòn Al (Å/phút)
Dung dịch làm sạch A1	25	6
Dung dịch làm sạch A2	25	4

Khả năng của chế phẩm B để loại bỏ oxit Cu và tối thiểu hóa tốc độ tái phát triển lại

Dữ liệu được minh họa bởi FIG.6 và FIG.7 được thu thập bằng cách sử dụng máy đo elip. Chiều dày của oxit Cu trên vi mạch phủ được đo trước khi phơi trần với các dung dịch làm sạch. Dữ liệu này thể hiện chiều dày ban đầu của oxit Cu (được thể hiện trong biểu đồ ở thời gian = -1 ngày) là dày khoảng từ 25 đến 30Å. Sau khi phơi trần với các dung dịch làm sạch B1 và B2, thì chiều dày của oxit Cu giảm xuống khoảng từ 5 đến 10Å. Dữ liệu này chỉ ra rằng các dung dịch làm sạch B1 và B2 đã loại bỏ hầu hết oxit Cu. Cu sẽ mạ tự nhiên và tạo thành lớp oxit thực sự. Chiều dày của lớp oxit Cu được đo hai ngày một đến ngoài 14 ngày. Trong suốt 14 ngày này, vi mạch Cu được phơi trần với không khí môi trường. Dữ liệu thể hiện rằng sự tái phát triển của oxit Cu qua 14 ngày diễn ra chậm. Do đó, các dung dịch làm sạch B1 và B2 không chỉ loại bỏ oxit Cu, mà chúng làm tối thiểu tỷ lệ tái phát triển của oxit Cu.

Chế phẩm B bảo vệ lớp Cu nằm dưới

Các dung dịch làm sạch B1 và B2 rất có hiệu quả trong việc loại bỏ oxit Cu nhưng chúng cũng cần có tốc độ ăn mòn rất nhỏ trên lớp kim loại Cu nằm dưới. Nếu các dung dịch này loại bỏ oxit Cu và ăn mòn sâu kim loại Cu nằm dưới, thì hiệu quả liên kết dây có thể không cải thiện. Dữ liệu trong Bảng 3 dưới đây thể hiện rằng các dung dịch làm sạch B1 và B2 có các tốc độ ăn mòn rất thấp trên Cu.

Bảng 3: Tốc độ ăn mòn Cu

Sản phẩm	Nhiệt độ (°C)	Tốc độ ăn mòn Cu (Å/phút)
Dung dịch làm sạch B1	25	1
Dung dịch làm sạch B2	25	1

Các ví dụ bổ sung của dung dịch làm sạch A

Các thử nghiệm sau đây được thực hiện bằng cách sử dụng các cốc có các thanh khuỷu để kích hoạt quy trình làm sạch.

Dung dịch làm sạch A1 (được bộc lộ trên đây) được điều chế như sau: thêm 575g dimetylaxetamid (DMAc), 139g nước khử ion (DIW), 156g amoni axetat, 120g axit axetic, và 10g amoni flo vào bình HDPE 1 lít. Bịt kín bình và lắc. Pha loãng mẫu dung dịch làm sạch A1 bằng DIW để thu được dung dịch 5% và đo độ pH của dung dịch là 4,9.

Vi mạch Al hoặc Al₂O₃ được thử nghiệm trong thí nghiệm này là các vi mạch phủ. Thiết lập nhúng vi mạch trong cốc đến 90 phút.

Kim loại Al(0,5% Cu) trên chất nền titan nitrit (TiN) có trở kháng là 338,24 ohm-Å/Sq thu được từ SVMi và có chiều dày 8000Å Al theo lý thuyết. Trong quá trình bảo quản, chất nền Al sẽ phát triển đến 150Å lớp oxit. Trước khi xác định tốc độ ăn mòn, chất nền Al được xử lý trước bằng cách nhúng miếng Al 2"x2" vào trong dung dịch chứa nước của 42,5 % trọng lượng H₃PO₄ trong nước khử ion trong 2 phút ở 25°C. Sau khi nhúng trong 2 phút, rửa miếng Al trong 3 phút bằng nước khử ion, làm

khô bằng súng N_2 trong 30 giây và tiếp đó đo chiều dày màng Al. Xử lý trước các miếng Al theo cách này được sử dụng ngay với các số đo tốc độ ăn mòn thực hiện.

Tiến hành các thử nghiệm loại bỏ Al hoặc Al_2O_3 như sau. Mỗi miếng 2"x2" của chất nền Al hoặc Al_2O_3 được nhúng vào 330ml dung dịch làm sạch Al trong cốc thủy tinh 500ml và khuấy dung dịch trên bàn khuấy với 300 vòng/ phút. Nhiệt độ được ghi là 25°C. Các số đo về chiều dày Å được thực hiện ba lần sau các thời gian 0, 20, 40, 60, và 90 phút.

Các lần đo chiều dày Al được thực hiện bằng đầu dò 4 điểm ResMap. Tiếp đó, hồi quy dữ liệu chiều dày màng với thời gian. Với dung dịch làm sạch Al, xác định tốc độ ăn mòn với Al là 1,8Å/phút.

Tiến hành các thử nghiệm đo elip để đo chiều dày oxit Al_2O_3 bằng cách sử dụng máy đo SCI FilmTek. Tiếp đó, hồi quy chiều dày màng với thời gian. Với dung dịch làm sạch Al, xác định tốc độ ăn mòn đối với Al_2O_3 là 10,1 Å/phút.

Điều chế các dung dịch làm sạch bổ sung A94B, A94E, A97E, A97F, và A97G như với A1 nhưng có các nồng độ thành phần biến đổi. Trong các dung dịch này, nước khử ion tính toán cho sự cân bằng của chế phẩm để tạo ra 100% trọng lượng. Các chế phẩm dung dịch này, số đo pH của chúng và các kết quả về tốc độ ăn mòn được tóm tắt trong Bảng I. Các tốc độ ăn mòn này đối với Al và Al_2O_3 thể hiện các tỷ lệ tương đối khác nhau của Al và Al_2O_3 có thể thu được bằng cách biến đổi nồng độ thành phần. Dung dịch A1 thể hiện tốc độ ăn mòn Al_2O_3 cao hơn tốc độ ăn mòn Al.

Bảng I.

Thành phần (% trọng lượng)	A94B	A97E	A97F	A94E	A97G	A1
DMAC	0	30	50	0	50	57,6
NH ₄ F	0,005	0,005	0,005	0,005	0,005	1
Axit axetic	12	12	12	24,8	24,8	12
amoni (NH ₄) axetat	15,6	15,6	15,6	2,8	2,8	15,6
độ pH (nguyên chất)	4,86	5,22	6,47	3,41	4,91	4,9 (pha loãng 5%)
Tốc độ ăn mòn Al ở 25°C	14	6	2,6	25	9	1,8

(Å/phút)						
Tốc độ ăn mòn Al ₂ O ₃ ở 25°C (Å/phút)	1	1,2	0,9	2	2	10,1

Điều chế dung dịch làm sạch A96G như với dung dịch làm sạch A1, nhưng với propylen glycol (PG) thay cho DMAC. Chế phẩm, số đo pH và các kết quả về tốc độ ăn mòn được tóm tắt và được so sánh với dung dịch làm sạch A1 trong Bảng II.

Bảng II.

Thành phần (% trọng lượng)	A1	A96G
DMAC	57,6	0
PG	0	57,6
NH ₄ F	1	1
Axit axetic	12	12
NH ₄ axetat	15,6	15,6
độ pH	4,9	5,5
Tốc độ ăn mòn Al ở 25°C (Å/phút)	1,8	1
Tốc độ ăn mòn Al ₂ O ₃ ở 25°C (Å/phút)	10,1	4,2

Điều chế các dung dịch làm sạch A94A, A94D, A96A và A96B như đối với A1, nhưng với PG thay cho DMAC. Trong các dung dịch này, nước khử ion tính toán sự cân bằng của chế phẩm để thu được 100% trọng lượng. Chế phẩm, số đo pH của nó và các kết quả tốc độ ăn mòn được tóm tắt trong Bảng III. Các ví dụ thể hiện rằng tốc độ ăn mòn tương đối của Al và Al₂O₃ có thể được biến đổi bằng cách biến đổi các thành phần và nồng độ dung dịch đệm để thu được hiệu quả làm sạch.

Bảng III.

Thành phần (% trọng lượng)	A94A	A96A	A94D	A96B
PG	0	30	0	30
NH ₄ F	0,0017	0,005	0,0017	0,005
Axit axetic	12	12	24,8	24,8

NH ₄ axetat	15,6	15,6	2,8	2,8
độ pH (nguyên chất)	4,89	5,01	3,40	3,49
Tốc độ ăn mòn Al ở 25°C (Å/phút)	3,7	4,3	8	10
Tốc độ ăn mòn Al ₂ O ₃ ở 25°C (Å/phút)	0,6	0,8	1	2,1

Điều chế các dung dịch làm sạch A96E và A96F như đối với A1 nhưng với PG thay cho DMAC. Trong các dung dịch này nước khử ion tính sự cân bằng của chế phẩm để thu được 100% trọng lượng. Chế phẩm, số đo pH của nó và các kết quả tốc độ ăn mòn được tóm tắt và được so sánh với A96A và A97E trong Bảng IV. Do công thức trong nước ở nồng độ dung môi thấp có thể đôi khi ưu tiên hơn, nên lượng dung môi thấp hơn được sử dụng. Việc làm sạch tốt nhất đối với ứng dụng cụ thể sẽ thu được bằng lượng tương đối của dung môi với nước, lượng flo và độ pH của dung dịch. Loại dung môi sẽ còn cho phép điều chỉnh tốt các kết quả làm sạch.

Bảng IV.

Thành phần (% trọng lượng)	A96A	A96F	A96E	A97E
DMAC	0	0	0	30
PG	30	30	30	0
NH ₄ F	0,005	0,10	1	1
Axit axetic	12	12	12	12
NH ₄ axetat	15,6	15,6	15,6	15,6
độ pH (nguyên chất)	5,01	5,35	5,37	5,22
Tốc độ ăn mòn Al ở 25°C (Å/phút)	4	75	11	6
Tốc độ ăn mòn Al ₂ O ₃ ở 25°C (Å/phút)	0,8	10	6	1,2

Điều chế các dung dịch làm sạch A96C, A96D, A97B, và A97D như đối với A1 nhưng với dung môi dimetyl urea (DMU) và thể hiện tác dụng của việc thêm đồng

dung môi dipropylenglycol monometylete (DPM) vào PG. Trong các dung dịch này, nước khử ion tính sự cân bằng của chế phẩm để thu được 100% trọng lượng. Chế phẩm, số đo pH và các kết quả về tốc độ ăn mòn được tóm tắt và so sánh với A96A và A96B trong Bảng V.

Bảng V.

Thành phần (% trọng lượng)	A97D	A96A	A96C	A97B	A96B	A96D
DMU	30	0	0	30	0	0
PG	0	30	30	0	30	30
DPM	0	0	20	0	0	20
NH ₄ F	0,005	0,005	0,005	0,005	0,005	0,005
Axit axetic	12	12	12	24,8	24,8	24,8
NH ₄ axetat	15,6	15,6	15,6	2,8	2,8	2,8
độ pH (nguyên chất)	5,37	5,01	5,48	3,41	3,49	3,96
Tốc độ ăn mòn Al ở 25°C (Å/phút)	6	4,3	2,3	11	10	6
Tốc độ ăn mòn Al ₂ O ₃ ở 25°C (Å/phút)	-0,7 (phồng)	0,8	0,7	1,4	2	2

Các ví dụ bổ sung về dung dịch làm sạch B

Điều chế các dung dịch làm sạch B91A, B92A, B92D, B92E và B92F và thử nghiệm như đối với A1 nhưng sử dụng ma trận thành phần được thể hiện trong Bảng VI. Trong các dung dịch này nước khử ion tính sự cân bằng của chế phẩm để thu được 100% trọng lượng. Bằng cách sử dụng 0,45% trọng lượng axit xitric và 0,0017% trọng lượng NH₄F cùng với chất nền nước, xác định tốc độ ăn mòn đối với các công thức 0, 10, 30, và 40% trọng lượng PG.

Bảng VI.

Thành phần (% trọng lượng)	B91A	B92A	B92D	B92F	B92E
Axit xitric	0,45	0,45	0,45	0,45	0,45
PG	0	10	30	40	30
NH ₄ F	0,0017	0,0017	0,0017	0,0017	0,005

độ pH	2,36	2,33	2,54	2,53	2,52
Tốc độ ăn mòn Al ở 25°C (Å/phút)	31	17	8	6,6	29
Tốc độ ăn mòn Al ₂ O ₃ ở 25°C (Å/phút)	4,6	3,7	3	2,5	7

Điều chế các dung dịch làm sạch B92F, B92H, B92I, và B92J và thử nghiệm như đối với A1 nhưng sử dụng ma trận các thành phần được thể hiện trong Bảng VII. Trong các dung dịch này, nước khử ion tính sự cân bằng của chế phẩm để thu được 100% trọng lượng.

Bảng VII.

Thành phần (% trọng lượng)	B92F	B92H	B92I	B92J
Axit xitric	0,45	0,45	0,45	0,45
PG	40	30	40	30
NH ₄ F	0,0017	0,001	0,001	0,001
Catechol	0	0	0	2,84
độ pH	2,53	2,47	2,51	2,48
Tốc độ ăn mòn Al ở 25°C (Å/phút)	6,6	4,0	2,9	3,2
Tốc độ ăn mòn Al ở 40°C (Å/phút)	17,3	14,4	6,6	11,5
Tốc độ ăn mòn Al ₂ O ₃ ở 25°C (Å/phút)	2,5	1,7	1,5	1,8
Tốc độ ăn mòn Al ₂ O ₃ ở 40°C (Å/phút)	9,5	6,2	4,2	6,0

Tiến hành các thử nghiệm bổ sung bằng cách sử dụng các phân tử chất ức chế ăn mòn khác với dung dịch làm sạch B1 trong B100A, B100B, B100C, B100D và B101A. Axit xitric là 0,45% trọng lượng tuyệt đối.

			Tốc độ ăn mòn ở 25°C (Å/phút)	<u>Chú ý</u>
--	--	--	----------------------------------	--------------

<u>Chất phụ gia</u> (0,5% <u>trọng</u> <u>lượng</u>)	<u>PG (%)</u> <u>trọng</u> <u>lượng</u>)	<u>NH₄F (%)</u> <u>trọng</u> <u>lượng</u>)	<u>Al</u>	<u>Al₂O₃</u>	
Không	30	0,005	29	7	B92E
Dodexyl galat	30	0,005	N,D,	N,D	B100A; độ pH ban đầu là 2,57 được điều chỉnh đến 4,5 bằng KOH. Chất rắn còn lại.
Propyl galat	30	0,005	24	8	B100B; độ pH = 2,42; Dung dịch rất đục.
Axit salixylic	30	0,005	13	2	B100C; pH ban đầu là 2,28 được điều chỉnh đến 4,5 bằng KOH. Lượng rất nhỏ của chất rắn còn lại. Dịch nổi được sử dụng.
Chất hoạt động bề mặt AKYPO LF *	30	0,005	25	8	B100D; độ pH = 2,39; Dung dịch rất đục.
Không	40	0,0017	7	2,5	B92F; độ pH = 2,53
HEDTA**	40	0,0017	6	2	B101A; độ pH = 2,58.

Chất hoạt động bề mặt AKYPO LF là chất hoạt động bề mặt của glycol ete axit cacboxylic

**HEDTA là hydroxyetylendiamin triaxit axetic

Các ví dụ và phần mô tả của các phương án được ưu tiên trên đây nên được xem là minh họa, tốt hơn là làm giới hạn sáng chế như được xác định bởi các điểm yêu cầu bảo hộ. Như sẽ được hiểu rõ, nhiều biến đổi và kết hợp của các dấu hiệu và thành phần trong chế phẩm được trình bày ở trên có thể được áp dụng mà không lệch khỏi ý tưởng của sáng chế như được trình bày trong bộ yêu cầu bảo hộ. Các biến đổi này không được xem là tách rời tinh thần và phạm vi của sáng chế, và tất cả các biến đổi này được dự định cần phải nằm trong phạm vi của yêu cầu bảo hộ sau. Tất cả các thành phần được mô tả trong bản mô tả sáng chế này có thể được kết hợp trong các khoảng được bộc lộ bất kỳ. Các thành phần của chế phẩm A và B có thể thay đổi cho nhau trong các chế phẩm này với các khoảng được mô tả cho mỗi chế phẩm. Tất cả ngôn từ chứa bao gồm chủ yếu chứa và chứa.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp xử lý tổ hợp khung dây dẫn để loại bỏ vật liệu không mong muốn từ đó hoặc để chuẩn bị bề mặt tổ hợp khung dây dẫn cho bước liên kết tiếp theo, trong đó tổ hợp khung dây dẫn bao gồm một hoặc nhiều bộ phận sau đây: khung dây dẫn, khuôn, khuôn có các đệm liên kết trên đó, các tiếp điểm, các dây dẫn tiếp xúc, và các dây, phương pháp này bao gồm các bước:

gắn một hoặc nhiều khuôn có các đệm liên kết trên đó với khung dây dẫn để tạo thành tổ hợp khung dây dẫn, khung dây dẫn này bao gồm các dây dẫn tiếp xúc có các bề mặt kim loại hở;

tiếp xúc các đệm liên kết và các dây dẫn tiếp xúc với chế phẩm chứa nước và ít nhất một axit hoặc ít nhất một muối để làm sạch các đệm liên kết và các dây dẫn tiếp xúc này;

làm khô tổ hợp khung dây dẫn; và

tiến hành bước liên kết dây bao gồm việc gắn dây giữa các đệm liên kết trên một hoặc nhiều khuôn và các dây dẫn tiếp xúc trên khung dây dẫn.

2. Phương pháp theo điểm 1, trong đó bước tiếp xúc loại bỏ các oxit kim loại khỏi các đệm liên kết và các dây dẫn tiếp xúc.

3. Phương pháp theo điểm 1 hoặc 2, còn bao gồm bước tạo khuôn đúc qua tổ hợp khung dây dẫn để tạo thành mạch được bao gói sau bước tiến hành đã nêu.

4. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó chế phẩm được sử dụng trong bước tiếp xúc có độ pH từ 1 đến 7.

5. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, trong đó chế phẩm được sử dụng trong bước tiếp xúc bao gồm một hoặc nhiều axit cacboxylic hoặc một hoặc nhiều muối axit cacboxylic hoặc các hỗn hợp của chúng.

6. Phương pháp theo điểm 5, trong đó chế phẩm được sử dụng trong bước tiếp xúc bao gồm từ 0,003 đến 25% trọng lượng một hoặc nhiều axit cacboxylic.

7. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6, trong đó chế phẩm được sử dụng trong bước tiếp xúc bao gồm dung dịch đệm axit, axit của dung dịch đệm axit này được chọn từ axit cacboxylic hoặc axit đa bazơ và dung dịch đệm axit này còn chứa muối của axit với tỷ lệ mol của axit với muối nằm trong khoảng từ 10:1 đến 1:10.

8. Phương pháp theo điểm 7, trong đó dung dịch đệm axit trong chế phẩm được sử dụng trong bước tiếp xúc bao gồm ít nhất một trong số: axit axetic/các muối axetat, axit benzoic/các muối benzoat, và axit phenolic/các muối phenolat.

9. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 8, trong đó chế phẩm được sử dụng trong bước tiếp xúc bao gồm từ 0,003 đến 4% trọng lượng ít nhất một axit hydroxyl cacboxylic, muối của nó hoặc hỗn hợp của nó hoặc axit cacboxylic chứa nhóm amin, muối của nó hoặc hỗn hợp của nó.

10. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 9, trong đó chế phẩm được sử dụng trong bước tiếp xúc bao gồm một hoặc nhiều axit cacboxylic, các muối hoặc các hỗn hợp của chúng được chọn từ nhóm bao gồm axit xitric, axit oxalic, axit malonic, axit suxinic, axit glutaric, axit adipic, axit maleic và axit fumaric, và muối của chúng hoặc hỗn hợp của chúng.

11. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 10, trong đó chế phẩm được sử dụng trong bước tiếp xúc bao gồm axit xitric.

12. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 11, trong đó chế phẩm được sử dụng trong bước tiếp xúc bao gồm:

0,005 đến 16% trọng lượng ít nhất một axit cacboxylic, muối của nó hoặc hỗn hợp của nó;

0,003 đến 4% trọng lượng ít nhất một axit hydroxyl cacboxylic, muối của nó hoặc hỗn hợp của nó hoặc axit chứa nhóm amin, muối của nó hoặc hỗn hợp của nó; và phần còn lại hầu như là nước.

13. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 12, trong đó chế phẩm được sử dụng trong bước tiếp xúc bao gồm hai hoặc nhiều axit cacboxylic, các muối hoặc các hỗn hợp của chúng được chọn từ nhóm bao gồm axit xitric, axit oxalic, axit

malonic, axit suxinic, axit glutaric, axit adipic, axit maleic và axit fumaric, và các muối của chúng hoặc các hỗn hợp của chúng và còn bao gồm một hoặc nhiều dung môi, một hoặc nhiều flo.

14. Phương pháp theo điểm 13, trong đó chế phẩm được sử dụng trong bước tiếp xúc còn bao gồm một hoặc nhiều chất có hoạt tính bề mặt.

15. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 14, trong đó chế phẩm được sử dụng trong bước tiếp xúc bao gồm flo được chọn từ nhóm bao gồm các hợp chất có công thức chung $R_1R_2R_3R_4NF$, trong đó R_1 , R_2 , R_3 , và R_4 là hydro độc lập, nhóm rượu, nhóm alkoxy, nhóm alkyl hoặc các hỗn hợp chứa chúng.

16. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 15, trong đó chế phẩm được sử dụng trong bước tiếp xúc còn bao gồm một hoặc nhiều thành phần được chọn từ nhóm bao gồm dung môi phân cực hữu cơ, flo, chất hoạt động bề mặt và chất ức chế ăn mòn.

17. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 16, trong đó chế phẩm được sử dụng trong bước tiếp xúc còn bao gồm dung môi phân cực hữu cơ và flo.

18. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 17, trong đó chế phẩm được sử dụng trong bước tiếp xúc còn bao gồm dung môi được chọn từ nhóm bao gồm dimethylacetamid (DMAC), monoetanolamin, n-metyletanolamin, formamid, n-metylformamid, γ -butyrolacton, N-metylpyrrolidon, các rượu dihydric, các rượu polyhydric, các diol và các polyol như các alkan diol (C_2 – C_{20}) và các alkan triol (C_3 – C_{20}), các rượu vòng và các rượu và glycol được thế, glycol ete, rượu tetrahydrofurfuryl (THFA), rượu điaxeton, 1,4-xyclohexandimetanol, và các ure và các hỗn hợp của chúng.

19. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 18, trong đó chế phẩm được sử dụng trong bước tiếp xúc còn bao gồm từ 30% trọng lượng đến 90% trọng lượng dung môi phân cực hữu cơ; 0,0005% trọng lượng đến 20% trọng lượng flo; 0,5% trọng lượng đến 40% trọng lượng nước.

20. Phương pháp theo điểm 19, trong đó chế phẩm được sử dụng trong bước tiếp xúc còn bao gồm lên đến 15% trọng lượng chất ức chế ăn mòn.

21. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 20, trong đó chế phẩm được sử dụng trong bước tiếp xúc có độ pH nằm trong khoảng từ 3 đến 7; và chế phẩm bao gồm từ 30% trọng lượng đến 90% trọng lượng dung môi phân cực hữu cơ; từ 0,001% trọng lượng đến 20% trọng lượng flo; và trong đó còn nước có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 0,5% trọng lượng đến 40% trọng lượng.

22. Phương pháp theo điểm 21, trong đó chế phẩm được sử dụng trong bước tiếp xúc còn bao gồm lên đến 15% trọng lượng chất hoạt động bề mặt.

23. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 22, trong đó chế phẩm được sử dụng trong bước tiếp xúc bao gồm muối amoni.

24. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 23, trong đó chế phẩm được sử dụng trong bước tiếp xúc bao gồm propylen glycol hoặc đimetylaxetamid hoặc hỗn hợp của chúng.

25. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 24, trong đó chế phẩm được sử dụng trong bước tiếp xúc còn bao gồm một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt.

26. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 25, trong đó chế phẩm được sử dụng trong bước tiếp xúc bao gồm:

0,1 đến 3% trọng lượng ít nhất một axit dicarboxylic, muối của nó hoặc hỗn hợp của nó;

0,05 đến 1,5% trọng lượng ít nhất axit hydroxyl cacboxylic, muối của nó hoặc hỗn hợp của nó;

và phần còn lại hầu như là nước, và chế phẩm này có độ pH từ 1 đến 4.

27. Chế phẩm được sử dụng để làm sạch tổ hợp khung dây dẫn hoặc các bộ phận của tổ hợp khung dây dẫn được sử dụng trong bước tiếp xúc theo phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 26, trong đó chế phẩm này chứa nước và ít nhất một axit hoặc ít nhất một muối.

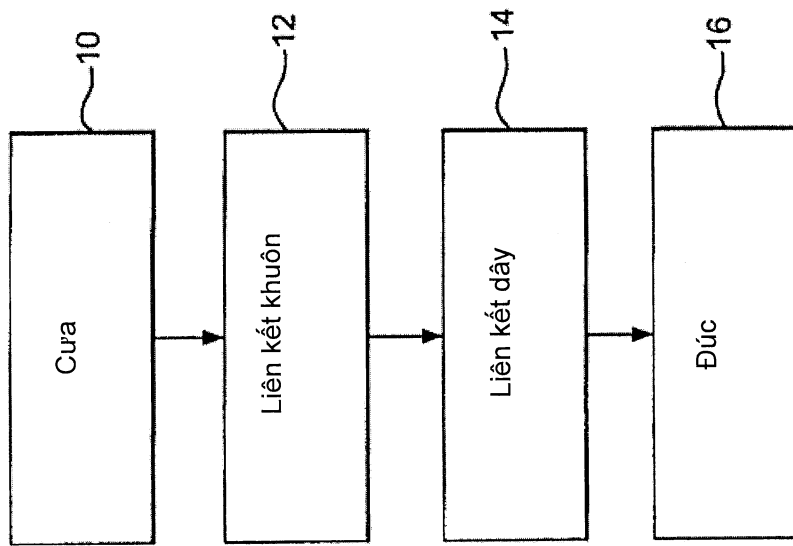


FIG. 1

(Tình trạng kỹ thuật)

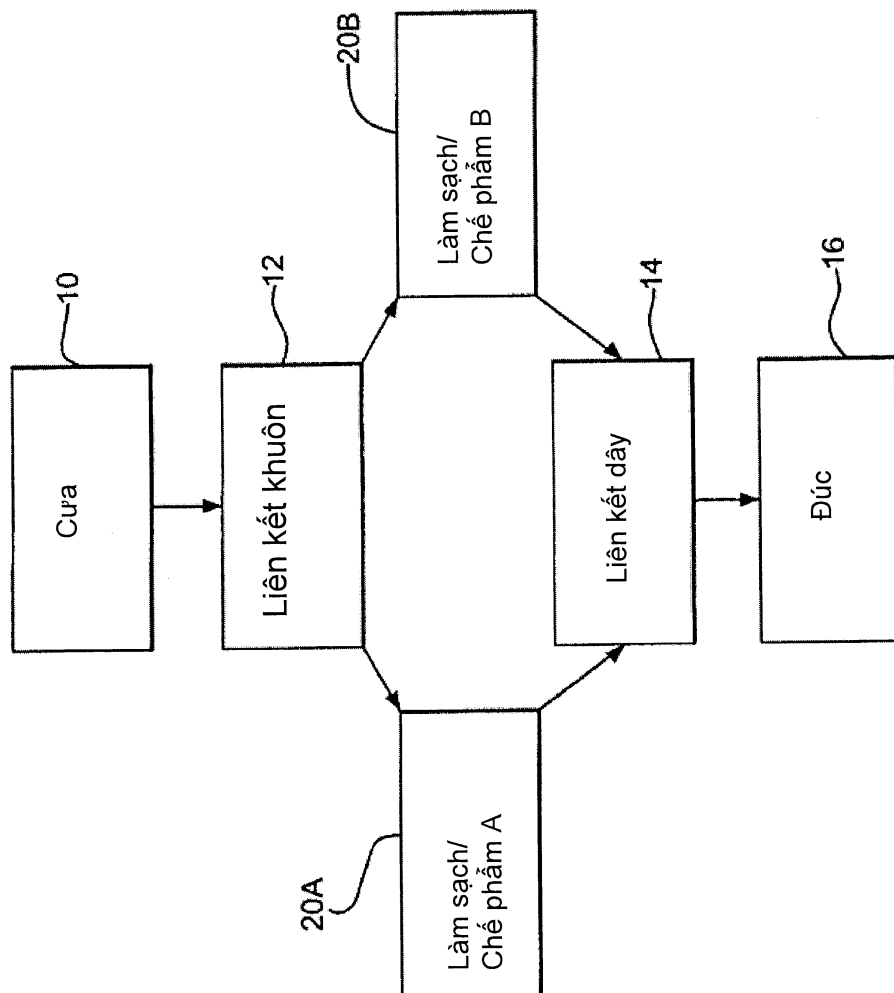
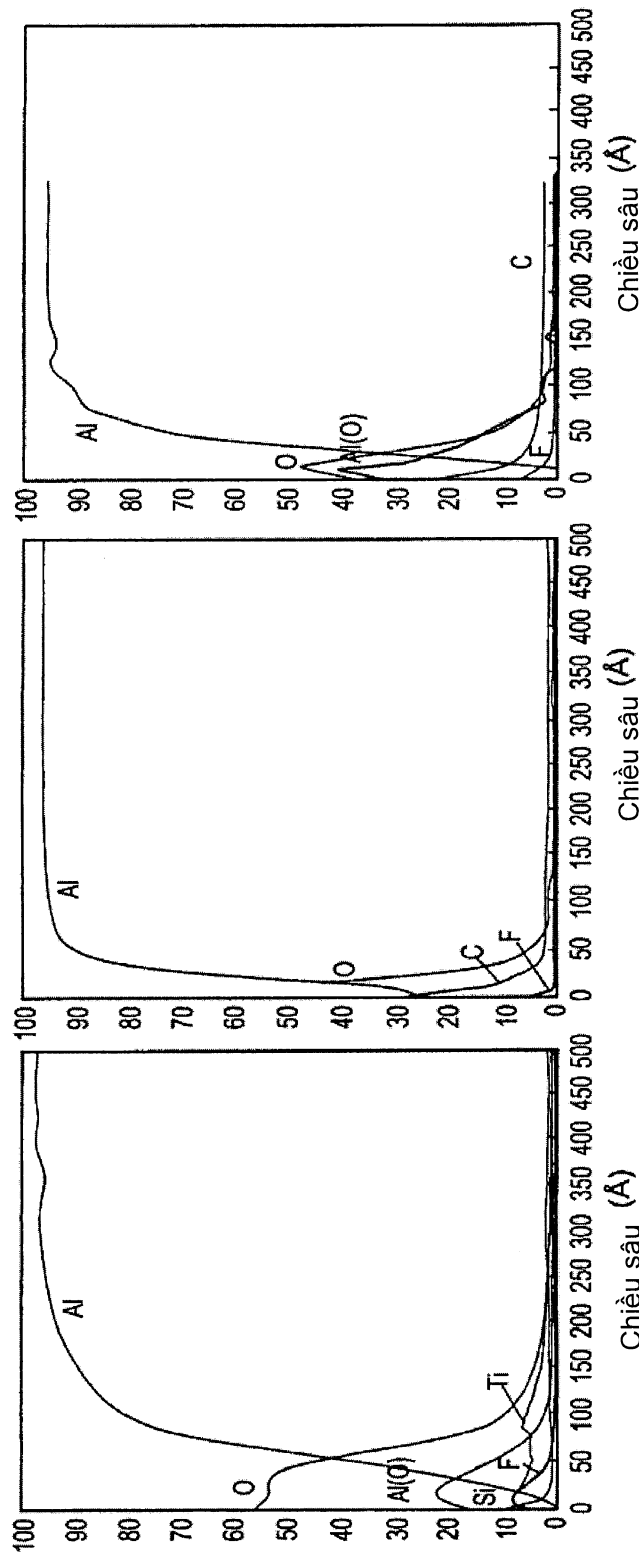


FIG. 2

Xử lý bề mặt Al bằng Dung dịch làm sạch A

Nồng độ nguyên tử so với chiều sâu

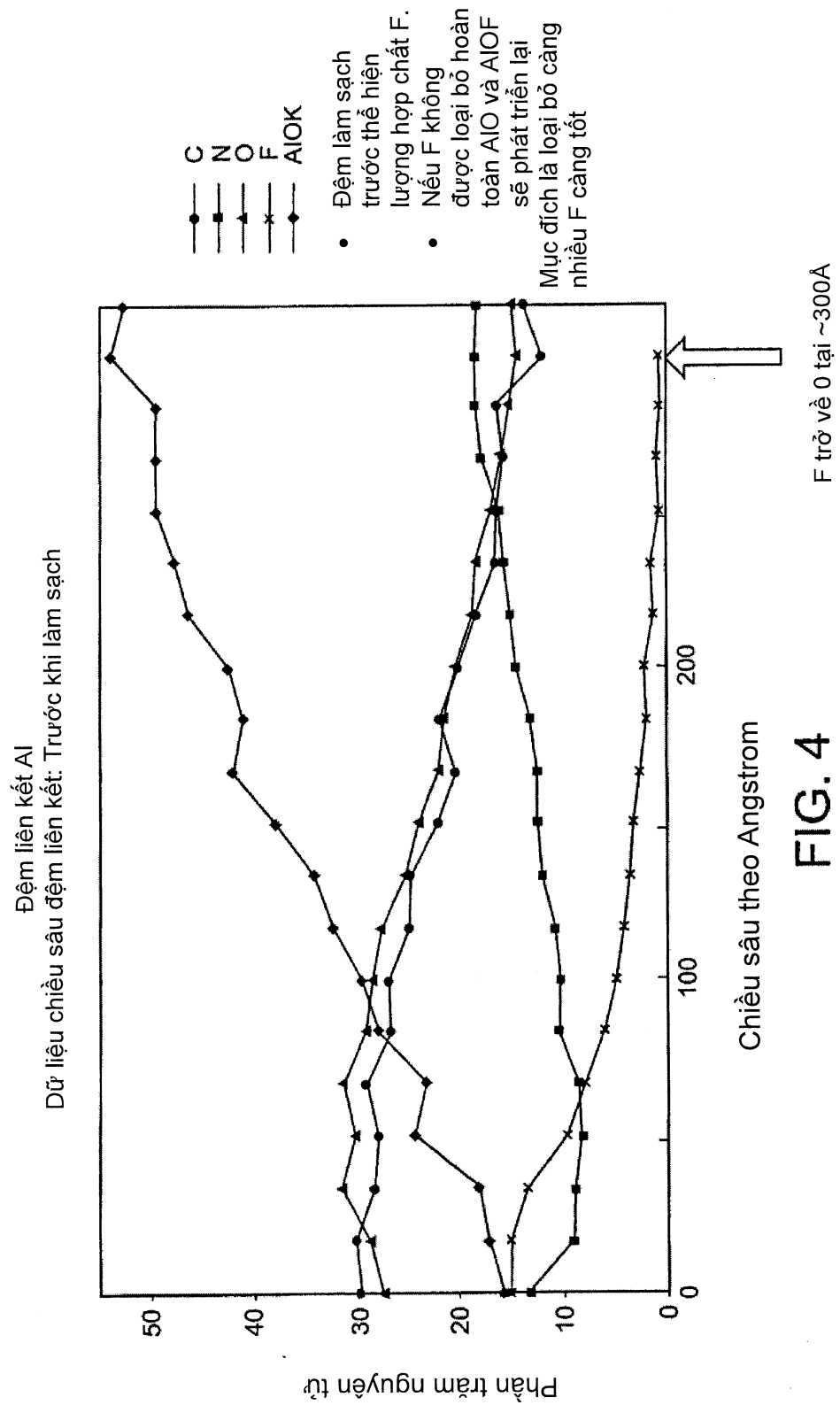


14 ngày sau khi làm sạch
Dung dịch làm sạch A, 25°C, 5 phút

3 ngày sau khi làm sạch
Dung dịch làm sạch A, 25°C, 5 phút

Trước khi làm sạch
* : Xử lý 5 phút

FIG. 3



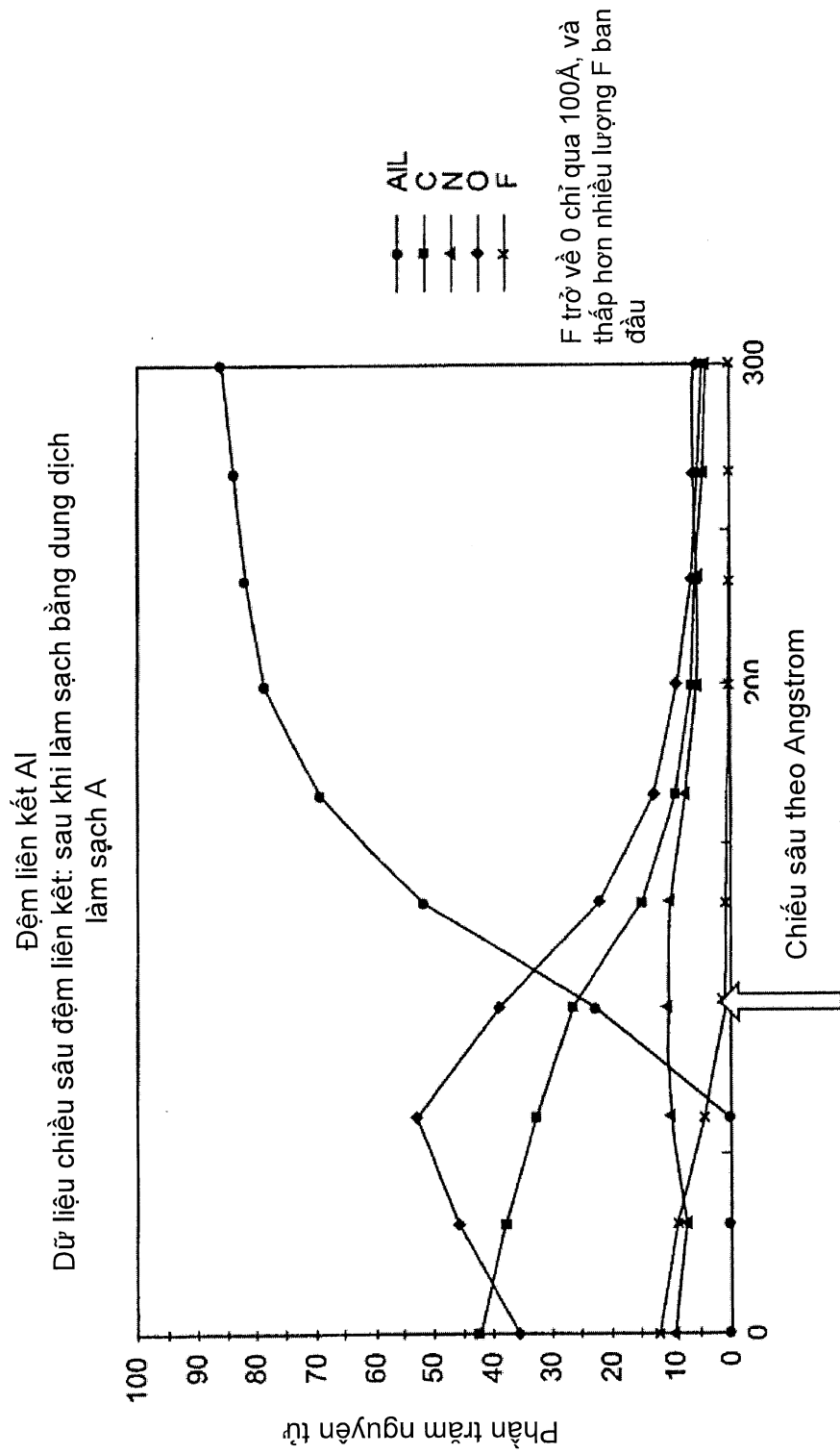


FIG. 5

F trở về 0 ở ~100Å

Loại bỏ oxit Cu và phát triển lại đối với dung dịch làm sạch B1
25°C, 5 phút

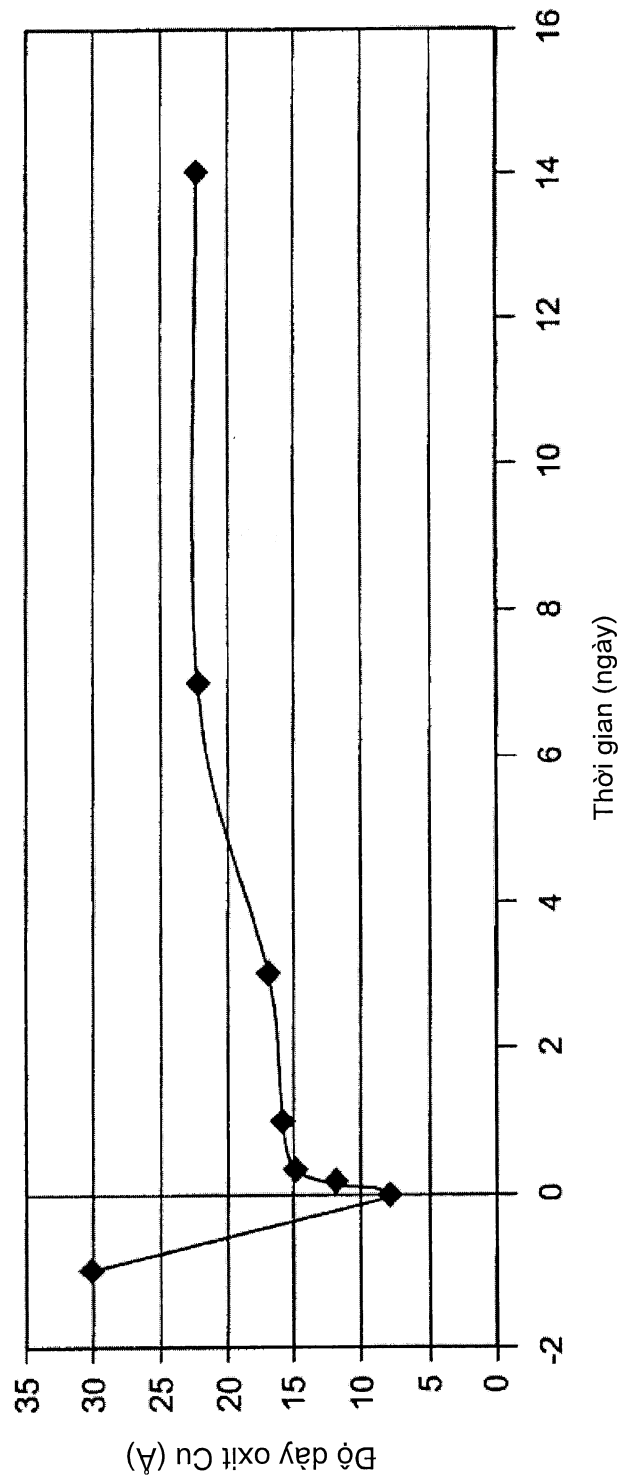


FIG. 6

Loại bỏ oxit Cu và phát triển lại đối với dung dịch làm sạch B
25°C, 5 phút

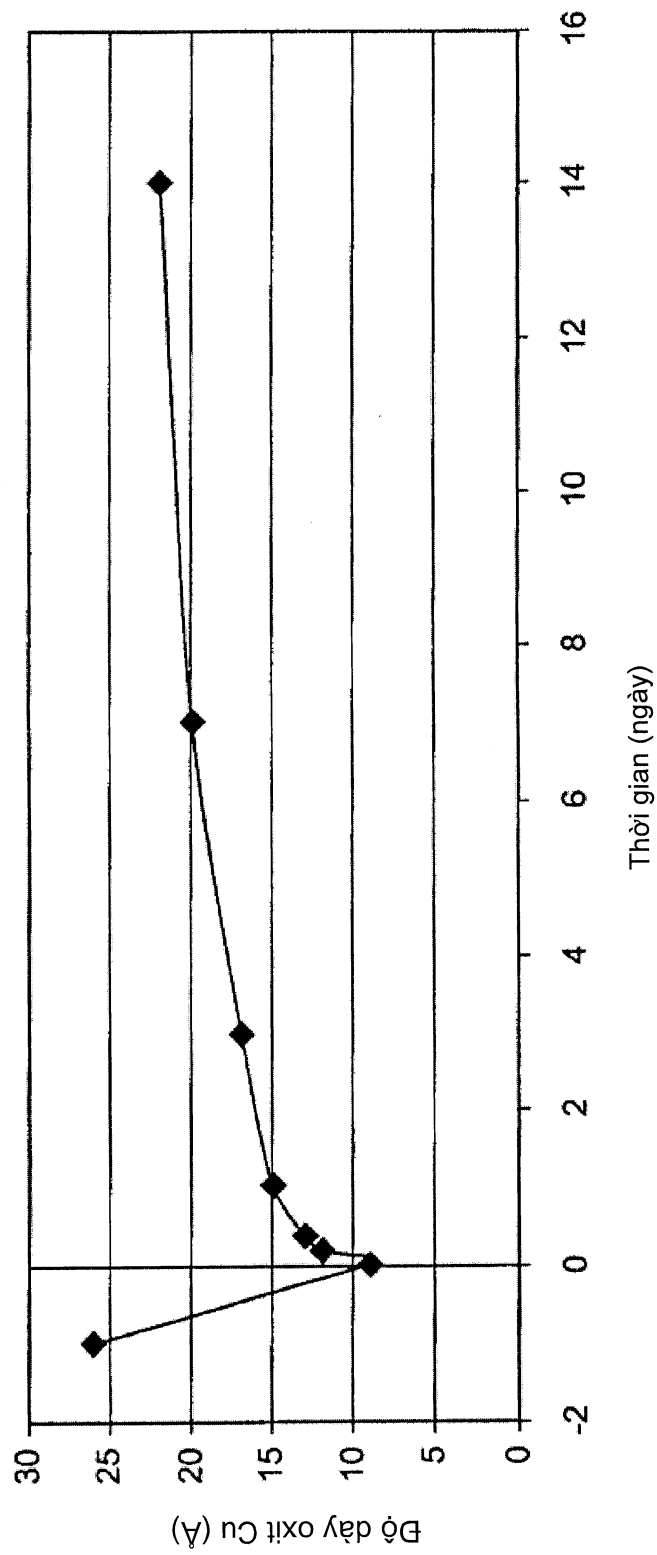


FIG. 7