

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2009-94450

(P2009-94450A)

(43) 公開日 平成21年4月30日(2009.4.30)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
<b>H01L 21/304 (2006.01)</b>	H01L 21/304 622D	3C058
<b>B24B 37/00 (2006.01)</b>	H01L 21/304 622X	
<b>C09K 3/14 (2006.01)</b>	B24B 37/00 H	
	C09K 3/14 550D	
	C09K 3/14 550Z	
審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 21 頁)		

(21) 出願番号	特願2008-6150 (P2008-6150)	(71) 出願人	00004455 日立化成工業株式会社 東京都新宿区西新宿2丁目1番1号
(22) 出願日	平成20年1月15日 (2008.1.15)	(74) 代理人	100088155 弁理士 長谷川 芳樹
(31) 優先権主張番号	特願2007-240771 (P2007-240771)	(74) 代理人	100128381 弁理士 清水 義憲
(32) 優先日	平成19年9月18日 (2007.9.18)	(72) 発明者	小野 裕 茨城県日立市東町四丁目13番1号 日立 化成工業株式会社電子材料研究所内
(33) 優先権主張国	日本国 (JP)	(72) 発明者	芦沢 寅之助 茨城県日立市東町四丁目13番1号 日立 化成工業株式会社山崎事業所内
最終頁に続く			

(54) 【発明の名称】 アルミニウム膜研磨用研磨液及び基板の研磨方法

(57) 【要約】

【課題】 アルミニウム表面を十分に平滑な状態に保ちながら高速で研磨することを可能とするアルミニウム膜研磨用研磨液及びこの研磨液を用いた基板の研磨方法を提供すること。

【解決手段】 本発明のアルミニウム膜研磨用研磨液は、アミノシランカップリング剤で表面を修飾されたコロイダルシリカと、酸と、水とを含む研磨液であって、研磨液のpHが2～4の範囲であることを特徴とする。

【選択図】 なし

**【特許請求の範囲】****【請求項 1】**

アミノシランカップリング剤で表面を修飾されたコロイダルシリカと、酸と、水と、を含む研磨液であって、

前記研磨液の pH が 2 ~ 4 の範囲である、アルミニウム膜研磨用研磨液。

**【請求項 2】**

前記アミノシランカップリング剤が、3 - アミノプロピルトリメトキシシラン及び 3 - アミノプロピルトリエトキシシランからなる群より選択される少なくとも 1 種である、請求項 1 に記載のアルミニウム膜研磨用研磨液。

**【請求項 3】**

前記酸が、しゅう酸、マロン酸、酒石酸、リン酸及び硫酸からなる群より選択される少なくとも 1 種である、請求項 1 又は 2 に記載のアルミニウム膜研磨用研磨液。

**【請求項 4】**

前記コロイダルシリカは、平均二次粒径が 5 nm ~ 300 nm である、請求項 1 ~ 3 のいずれか一項に記載のアルミニウム膜研磨用研磨液。

**【請求項 5】**

被研磨膜を有する基板の該被研磨膜を研磨定盤の研磨布に押圧した状態で、請求項 1 ~ 4 のいずれか一項に記載のアルミニウム膜研磨用研磨液を前記被研磨膜と前記研磨布との間に供給しながら、前記基板と前記研磨定盤を相対的に動かすことにより前記被研磨膜を研磨することを特徴とする基板の研磨方法。

**【発明の詳細な説明】****【技術分野】****【0001】**

本発明は、アルミニウム膜を研磨するために用いられるアルミニウム膜研磨用研磨液及びこの研磨液を用いた基板の製造方法に関する。より詳細には、半導体集積回路（以下、「LSI」と記す）にダマシン配線を形成するために使用されるアルミニウム膜研磨用研磨液及びこの研磨液を用いた基板の製造方法に関する。

**【背景技術】****【0002】**

近年、LSI の高集積化、高性能化に伴って新たな微細加工技術が開発されている。化学機械研磨（以下、「CMP」と記す）法もその一つであり、LSI 製造工程、特に、多層配線形成工程における層間絶縁膜の平坦化、金属プラグ形成、埋め込み配線（ダマシン配線）形成において頻りに利用される技術である（例えば、特許文献 1 を参照）。

**【0003】**

ダマシン配線技術は、配線工程の簡略化、歩留まりと信頼性の向上が可能であり、今後その適用が拡大していくと考えられる。現在、ダマシン配線の配線金属として、高速ロジックデバイスでは、低抵抗を理由に、銅が主に用いられている。また、DRAM に代表されるメモリデバイスでは、低コスト化を理由に、アルミニウムまたはタングステンが配線金属として用いられている。

**【0004】**

低抵抗及び低コスト化の双方を勘案すると、いずれのデバイスにおいてもダマシン配線金属として、銅に次ぐ低い抵抗を有するアルミニウムが有力視されている。

**【0005】**

金属 CMP の一般的な方法は、円形の研磨定盤（プラテン）上に研磨パッドを貼り付け、研磨パッド表面を研磨剤で浸し、基板の金属膜を形成した面を押し付けて、その裏面から所定の圧力（以下、「研磨圧力」と記す）を加えた状態で研磨定盤を回し、研磨剤と金属膜の凸部との機械的摩擦によって、金属膜の凸部を除去するものである。

**【0006】**

CMP に用いられる研磨剤は、一般には酸化剤及び砥粒からなっており、必要に応じて

10

20

30

40

50

さらに酸化金属溶解剤が添加される。このようなCMP用研磨剤によるCMPの基本的なメカニズムは、先ず、酸化剤によって金属膜表面を酸化し、その酸化層を砥粒によって削り取るというものであると考えられている。例えば、下記非特許文献1に開示されているように、金属表面の酸化層の凹部は研磨パッドにあまり触れず、砥粒による削り取りの効果が及ばないので、CMPの進行とともに金属層の凸部が除去されて、基板表面は平坦化される。

【0007】

【特許文献1】米国特許第4944836号明細書

【非特許文献1】ジャーナル・オブ・エレクトロケミカルソサエティ誌(Journal of Electrochemical Society)、第138巻11号(1991年発行)、3460~3464頁

10

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0008】

CMPにおいては、配線金属に対する高い研磨速度、配線部の平坦性、及び研磨表面における低い欠陥密度が要求される。しかしながら、アルミニウム膜は、銅、タングステンのような他のダマシン配線金属膜と異なり、表面に安定な不動態膜を形成するために酸化溶解剤等が作用しにくく研磨が困難である。また、アルミニウム膜は軟質であるために、研磨砥粒として比較的硬質な砥粒、例えば、アルミナ粒子を含有する研磨液を用いたCMPを行うと、研磨表面における欠陥のうち、特に表面粗さが増大しやすい。表面粗さの増大は、配線歩留まりを著しく低下させる。

20

【0009】

そのため、近年の要求品質が高いLSIのダマシン配線をCMPにより形成する場合、従来のCMP技術ではアルミニウム表面を十分に平滑に保ちながら高速で研磨することは難しい。

【0010】

本発明は、上記の問題を鑑みてなされたものであり、アルミニウム表面を十分に平滑な状態に保ちながら高速で研磨することを可能とするアルミニウム膜研磨用研磨液及びこの研磨液を用いた基板の研磨方法を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

30

【0011】

上記課題を解決するために、本発明のアルミニウム膜研磨用研磨液は、アミノシランカップリング剤で表面を修飾されたコロイダルシリカと、酸と、水とを含む研磨液であって、研磨液のpHが2~4の範囲であることを特徴とする。

【0012】

本発明のアルミニウム膜研磨用研磨液によれば、アルミニウム表面を十分に平滑な状態に保ちながら高速で研磨することができる。また、本発明のアルミニウム膜研磨用研磨液をCMPに適用することで、基板上にアルミニウムのダマシン配線を歩留まりよく形成することが可能となる。

【0013】

40

なお、本発明のアルミニウム膜研磨用研磨液によりアルミニウム表面を高速で研磨できることは、砥粒としての上記コロイダルシリカと被研磨膜であるアルミニウム膜とのゼータ電位の関係(砥粒:正、被研磨膜:正)からは研磨速度が低下すると予測されること、アミノ基がアルミニウムと配位結合する報告がないこと、を鑑みれば予想外の効果といえる。

【0014】

本発明のアルミニウム膜研磨用研磨液において、上記アミノシランカップリング剤は、3-アミノプロピルトリメトキシシラン及び3-アミノプロピルトリエトキシシランからなる群より選択される少なくとも1種であることが好ましい。

【0015】

50

また、上記酸は、しゅう酸、マロン酸、酒石酸、リン酸及び硫酸からなる群より選択される少なくとも1種であることが好ましい。

【0016】

また、本発明のアルミニウム膜研磨用研磨液において、上記コロイダルシリカは、平均二次粒径が5 nm ~ 300 nmであることが好ましい。コロイダルシリカの平均二次粒径が5 nm未満であると、アルミニウム膜に対する十分な研磨速度が得られにくくなる傾向があり、平均二次粒径が300 nmを超えると、研磨後のアルミニウム膜表面が十分な平滑性を有しにくくなる傾向がある。

【0017】

また、本発明の基板の研磨方法は、被研磨膜を有する基板の該被研磨膜を研磨定盤の研磨布に押圧した状態で、本発明のアルミニウム膜研磨用研磨液を被研磨膜と研磨布との間に供給しながら、基板と研磨定盤を相対的に動かすことにより被研磨膜を研磨することを特徴とする。

10

【0018】

本発明の基板の研磨方法によれば、本発明のアルミニウム膜研磨用研磨液を用いることにより、アルミニウム膜を有する基板であっても、かかるアルミニウム膜の表面を十分に平滑な状態に保ちながら高速で研磨することができる。このような効果を奏する本発明の基板の研磨方法によれば、基板上にアルミニウムのダマシン配線を歩留まりよく形成することが可能となる。

【発明の効果】

20

【0019】

本発明によれば、アルミニウム表面を十分に平滑な状態に保ちながら高速で研磨することを可能とするアルミニウム膜研磨用研磨液及びこの研磨液を用いた基板の研磨方法を提供することができる。また、本発明によれば、アルミニウム膜の高速かつ平滑な研磨を実現することが可能であることから、アルミニウムを用いたLSI等の品質を向上させることができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0020】

以下、本発明の好適な実施形態について詳細に説明する。

【0021】

30

本発明のアルミニウム膜研磨用研磨液は、アミノシランカップリング剤で表面を修飾されたコロイダルシリカと、酸と、水とを含む研磨液であって、研磨液のpHが2~4の範囲であることを特徴とするものである。

【0022】

本発明のアルミニウム膜研磨用研磨液は、上記のコロイダルシリカを砥粒として含む。このようなコロイダルシリカを用いることで、アルミニウム表面を十分平滑化することができる。なお、一般に用いられるヒュームドシリカ、酸化セリウム、アルミナ等を用いた場合、高い研磨速度が得られるものの十分な平滑性が得られない。また、コロイダルシリカがアミノシランカップリング剤で修飾されていることにより、アルミニウム膜の研磨速度を十分に向上させることができる。

40

【0023】

コロイダルシリカを修飾するアミノシランカップリング剤としては、アミノ基を有し、コロイダルシリカを修飾可能なものであれば特に制限はなく、例えば、3-アミノプロピルトリメトキシシラン、3-アミノプロピルトリエトキシシラン、N-(2-アミノエチル)3-アミノプロピルメチルジメトキシシラン、N-(2-アミノエチル)3-アミノプロピルメチルトリメトキシシラン、N-(2-アミノエチル)3-アミノプロピルメチルトリエトキシシラン等が挙げられる。これらの中でも、実用的な研磨速度及び平滑性が容易に得られるという点で、3-アミノプロピルトリメトキシシラン、3-アミノプロピルトリエトキシシランが好ましい。

【0024】

50

なお、アミノシランカップリング剤以外のシランカップリング剤、例えば、エポキシシランカップリング剤、ビニルシランカップリング剤、アルキルシランカップリング剤等でコロイダルシリカを修飾した場合、研磨速度の向上効果は得られない。また、アミノシランカップリング剤でコロイダルシリカを修飾する代わりに、シランカップリング剤ではないアミンを研磨液に加えても、研磨速度の向上効果は得られない。

【0025】

アミノシランカップリング剤によるコロイダルシリカの修飾は、シランカップリング剤の一般的な使用方法と同様にして行うことができ、例えば、以下の方法により実施できる。

【0026】

先ず、アミノシランカップリング剤を、水の重量に対して0.1～1.0質量%となるように水中に攪拌しながら滴下し、その後水溶液がほぼ透明になるまで30～60分攪拌を継続する。この段階でアミノシランカップリング剤のアルコキシリル基の加水分解は完了し、シラノール基となる。

【0027】

次に、この水溶液中に、コロイダルシリカを、その固形分が溶液全量を基準として1～10質量%となるように投入し、24時間放置する。24時間経過した時点でほぼアミノシランカップリング剤のシラノール基とコロイダルシリカ表面のシラノール基間での縮合反応が終了し、コロイダルシリカ表面の修飾が完了する。

【0028】

本発明のアルミニウム膜研磨用研磨液に含まれる上記コロイダルシリカは、二次粒子の平均粒径（平均二次粒径）が5～300nmの範囲であることが好ましく、10～250nmの範囲であることがより好ましい。コロイダルシリカの二次粒子の平均粒径が5nm未満であると、アルミニウム膜に対する十分な研磨速度が得られにくくなる傾向があり、二次粒子の平均粒径が300nmを超えると、研磨後のアルミニウム膜表面が十分な平滑性を有しにくくなる傾向がある。

【0029】

コロイダルシリカの平均二次粒径は、研磨液を、日立工機社製のhimac CF15Rを用い、8000min<sup>-1</sup>で10分間遠心分離し、その上澄み液をマルバーン社製ゼータサイザー3000HSで測定することにより確認できる。

【0030】

本発明のアルミニウム膜研磨用研磨液における上記コロイダルシリカの配合量は、研磨液全質量を基準として0.01～10質量%であることが好ましく、0.05～5質量%の範囲であることがより好ましい。この配合量が、0.01質量%未満であると、十分な研磨速度が得られにくくなり、10質量%を超えると、配合量の増加にともなう研磨速度の向上効果が得られにくくなる。

【0031】

本発明のアルミニウム膜研磨用研磨液は、pHが2～4の範囲であるが、研磨後の平滑性の低下をより確実に抑制できる点、及び研磨装置の配管系のダメージを避けることができる点で、pHが2.2～3.8の範囲であることが好ましい。なお、研磨液のpHが2未満であると、研磨装置の配管系にダメージを与える可能性があり、pHが4を超えると、研磨後の平滑性や研磨速度が低下したり、研磨液の保存安定性が損なわれることがある。

【0032】

本発明のアルミニウム膜研磨用研磨液に含まれる酸は、所定のpHに制御できれば特に制限はなく、例えば、シュウ酸、マロン酸、酒石酸、マレイン酸、クエン酸、リン酸、硫酸等が挙げられ、さらに、これらの、硫酸、硝酸、アンモニア、アンモニウム塩類、並びに、これらの混合物などが挙げられる。本発明においては、十分な研磨速度が得られる点で、酸が、しゅう酸、マロン酸、酒石酸、リン酸及び硫酸からなる群より選択される少なくとも1種であることが好ましい。これらの中でも、実用的な研磨速度及び平滑性が得ら

10

20

30

40

50

れやすいという点で、シュウ酸、リン酸、硫酸が好ましく、シュウ酸がより好ましい。

【0033】

本発明のアルミニウム膜研磨用研磨液における酸の配合量は、研磨液全質量を基準として0.01～5質量%であることが好ましく、0.02～3質量%であることがより好ましい。この配合量が0.01質量%未満であると、研磨速度が低下する傾向にあり、一方、5質量%を超えると、研磨後のアルミニウム膜の平滑性が悪化する傾向がある。

【0034】

本発明のアルミニウム膜研磨用研磨液は、LSI用アルミニウム膜の研磨に特に好適であるが、他の用途のアルミニウム膜の研磨についても用いることができる。例えば、反射型液晶の反射膜の研磨に用いることができる。

10

【0035】

次に、本発明の基板の研磨方法の好適な実施形態について説明する。

【0036】

本発明の基板の研磨方法は、被研磨膜を有する基板の該被研磨膜を研磨定盤の研磨布に押圧した状態で、本発明のアルミニウム膜研磨用研磨液を被研磨膜と研磨布との間に供給しながら、基板と研磨定盤を相対的に動かすことにより被研磨膜を研磨することを特徴とする。

【0037】

本発明の基板の研磨方法において使用できる研磨装置としては、基板を保持するホルダーと、研磨布（パッド）を貼り付けた研磨定盤を有する一般的な研磨装置を用いることができ、特に制限はない。なお、研磨定盤には回転数を変更可能なモータなどを取り付けてあり、基板と研磨定盤を相対的に動かすことができる。

20

【0038】

研磨布としては、特に制限はなく、一般的な不織布、発泡ポリウレタン、多孔質フッ素樹脂等を用いることができる。研磨布には、本発明のアルミニウム膜研磨用研磨液が保持されるような溝加工が施されていることが好ましい。

【0039】

研磨条件としては、特に制限はないが、研磨定盤の回転速度は、基板が飛び出さないように $200\text{min}^{-1}$ 以下の低回転が好ましく、基板にかける圧力は、研磨後に基板の研磨表面に傷が発生しないように $1\text{kg}/\text{cm}^2$ 以下にすることが好ましい。

30

【0040】

本発明のアルミニウム膜研磨用研磨液を被研磨膜と研磨布との間に供給する方法としては、特に制限されず、例えば、研磨している間、研磨布に研磨液をポンプなどで連続的に供給する方法などが挙げられる。

【0041】

アルミニウム膜研磨用研磨液の供給量についても特に制限はないが、研磨布の表面が常に研磨液で覆われていることが好ましい。

【0042】

被研磨膜を有する基板としては、例えば、アルミニウムダマシ配線を形成する際のCMP工程に供されるアルミニウムが製膜された基板などが挙げられる。本発明の基板の研磨方法は、LSI用アルミニウム膜の研磨に特に好適であるが、他の用途のアルミニウム膜の研磨についても適用することができる。例えば、反射型液晶の反射膜の研磨に適用することができる。

40

【0043】

研磨終了後の基板は、流水中で十分に洗浄した後、スピンドライヤ等を用いて基板上に付着した水滴を払い落としてから乾燥させることが好ましい。

【0044】

次に、本発明のアルミニウム膜研磨用研磨液によるCMPの適用例について、図面を参照しながら説明する。

【0045】

50

まず、本発明のアルミニウム膜研磨用研磨液によるCMPを適用したアルミニウムダマシ配線の形成について説明する。図1は、アルミニウムダマシ配線を形成する工程を説明する模式断面図である。

【0046】

図1に示されるアルミニウムダマシ配線形成工程は、基板10を準備する工程(図1(a)を参照)と、基板10に配線溝12を形成する工程(図1(b)を参照)と、配線溝12が形成された基板上にアルミニウム膜14を形成する工程(図1(c)を参照)と、本発明のアルミニウム膜研磨用研磨液によるCMPによってアルミニウム膜を研磨し、アルミニウムダマシ配線16を形成する工程(図1(d)を参照)とを有している。

【0047】

基板10としては、例えば、 $\text{SiO}_2$ 、各種Low-K材料などが挙げられる。基板10に配線溝12を形成する方法としては、例えば、プラズマによるドライエッチングなどが挙げられる。配線溝12が形成された基板上にアルミニウム膜14を形成する方法としては、例えば、スパッタなどが挙げられる。

【0048】

本発明のアルミニウム膜研磨用研磨液によるCMPとしては、上述した本発明の基板の研磨方法が適用できる。これにより、基板上にアルミニウムのダマシ配線を従来よりも歩留まりよく形成することが可能となる。

【0049】

次に、本発明のアルミニウム膜研磨用研磨液によるCMPを適用した、エッチングによるアルミニウム配線の形成について説明する。図2は、エッチングによりアルミニウム配線を形成する工程を説明する模式断面図である。

【0050】

図2に示されるアルミニウム配線形成工程は、基板20上にスパッタによりアルミニウム膜22を形成する工程(図2(a)を参照)と、本発明のアルミニウム膜研磨用研磨液によるCMPによってアルミニウム膜を研磨し、表面が平滑化されたアルミニウム膜24を形成する工程(図2(b)を参照)と、平滑化されたアルミニウム膜24上にフォトレジスト層26を形成する工程(図2(c)を参照)と、フォトレジスト層を露光、現像することにより所定のレジストパターン28を形成する工程(図2(d)を参照)と、露出したアルミニウム膜をエッチングにより除去することによりアルミニウム配線パターン30を形成する工程(図2(e)を参照)と、アルミニウム配線パターン30上に酸化膜32を形成する工程(図2(f)を参照)とを有している。なお、酸化膜は、エッチバックなどにより余分な部分を除去することができる。

【0051】

アルミニウム膜をスパッタにより形成すると、アルミニウム膜の表面にアルミニウムの粒塊による凹凸が発生する。この凹凸は配線の微細化や多層化の障害となる場合がある。アルミニウム膜をスパッタにより形成した後に、本発明のアルミニウム膜研磨用研磨液によるCMPによってアルミニウム膜の研磨を行うことで上記の凹凸を効率よく解消することができる。

【0052】

基板20としては、例えば、 $\text{SiO}_2$ 、各種Low-K材料などが挙げられる。

【0053】

本発明のアルミニウム膜研磨用研磨液によるCMPとしては、上述した本発明の基板の研磨方法が適用できる。

【0054】

酸化膜32は、例えば、CVDやスピコートにより形成できる。

【0055】

図3は、本発明のアルミニウム膜研磨用研磨液によるCMPを適用して作製されたアルミニウム反射膜を備える反射型液晶表示パネルの構成について説明する模式断面図である。具体的には、反射型液晶表示パネル100は、配線104、110及び金属酸化膜半導

10

20

30

40

50

体 106 を有するシリコン基板 102、シリコン基板 102 上に形成された層間絶縁膜 108、液晶層 130、透明電極 140、及びガラスカバー 150 がこの順に配置された構造を有している。そして、層間絶縁膜 108 の液晶層 130 側にアルミニウム反射膜 120 が設けられている。

【0056】

アルミニウム反射膜 120 の形成方法としては、例えば、アルミニウムをスパッタし、研磨により表面を平滑化する方法が挙げられる。

【0057】

上記の形成方法において、本発明のアルミニウム膜研磨用研磨液による CMP を適用することにより、十分な反射率を有するアルミニウム反射膜を効率よく形成することができる。

【実施例】

【0058】

以下に、本発明を実施例に基づいて具体的に説明するが、本発明はこれに限定されるものではない。

【0059】

(実施例 1)

<アミノシランカップリング剤修飾コロイダルシリカ(砥粒)の作製>

スターラーで攪拌されている純水 324 g 中に、3-アミノプロピルトリメトキシシラン 0.067 g をゆっくりと滴下した。その後、この水溶液がほぼ透明になるまで 60 分攪拌を継続した。

【0060】

次に、この液中に、平均二次粒径が 71 nm である濃度 20 質量%のコロイダルシリカ水分散液を 50 g 投入し、24 時間放置した。24 時間経過した時点でほぼシランカップリング剤のシラノール基とコロイダルシリカ表面のシラノール基の間での縮合反応が終了し、アミノシランカップリング剤修飾コロイダルシリカ含有液 A が得られた。なお、原料としてのコロイダルシリカは、所定の攪拌速度とアンモニア濃度を設定したテトラエトキシシランのアンモニア溶液中での加水分解により作製したものをを用いた。

【0061】

コロイダルシリカの平均二次粒径は、コロイダルシリカを含む反応液を、日立工機社製の himac CF15R を用い、 $8000 \text{ min}^{-1}$  で 10 分間遠心分離し、その上澄み液をマルバーン社製ゼータサイザー 3000 HS で測定することにより求めた。

【0062】

<研磨液の調製>

シュウ酸 2 水和物 10 g を純水 600 g 中に溶解した後、上記で作製したアミノシランカップリング剤修飾コロイダルシリカ含有液 A を 374.067 g 加え十分に攪拌し、混合液を得た。次に、濃度 25 質量%のアンモニア水により混合液の pH を 2.5 に調整し、最後に全量が 1000 g となるように純水を加えて、研磨液を得た。

【0063】

<アルミニウム基板の研磨>

上記で得られた研磨液を定盤に貼り付けたパッドに滴下しながら、下記に示す研磨条件で、厚さ 2.4  $\mu\text{m}$  のアルミニウム膜を形成したシリコン基板(2 cm 角)の CMP 処理を行い、このときのアルミニウム膜の研磨速度及び研磨後の平滑性について下記の方法に基づいて評価した。なお、未研磨時のアルミニウム膜の平均表面粗さ Ra は 3.1 nm であった。

【0064】

[研磨条件]

研磨装置：「FACT-200」(ナノファクター社製)

研磨パッド：独立気泡を持つ発泡ポリウレタン樹脂

研磨圧力：30 kPa /  $\text{cm}^2$  (300 gf /  $\text{cm}^2$ )

10

20

30

40

50

研磨定盤の回転速度：50 min<sup>-1</sup>

研磨液流量：11 cc/min

研磨時間：2分

【0065】

[評価項目及び評価方法]

CMPによるアルミニウム膜の研磨速度：基板の研磨前後でのアルミニウム膜の膜厚差をアルミニウム膜の電気抵抗値の変化量から換算して求め、この膜厚差からアルミニウム膜の研磨速度を算出した。

アルミニウム膜の平均表面粗さRa：研磨後のアルミニウム膜について、走査型プローブ顕微鏡（セイコーインスツルメンツ製SPI3800N/SPA500）を用い、測定領域5ミクロンで表面粗さを測定し、平均表面粗さRa（μm）を算出した。

10

【0066】

評価の結果、アルミニウムの研磨速度は121 nm/min、平均表面粗さRaは0.4 nmであり、後述する未修飾のコロイダルシリカを用いた系（比較例1）と比較すると、研磨速度は22%向上することが確認された。これらの結果を表1及び図1に示す。なお、図1中、右側のグラフは実施例での研磨速度を示し、左側のグラフは被修飾のコロイダルシリカを用いたこと以外は実施例と同様にして研磨液を調製し、アルミニウム基板の研磨を行った比較例の研磨速度を示す。

【0067】

（実施例2）

20

<アミノシランカップリング剤修飾コロイダルシリカ（砥粒）の作製>

スターラーで攪拌されている純水648 g中に、3-アミノプロピルトリメトキシシラン0.134 gをゆっくりと滴下した。その後、水溶液がほぼ透明になるまで60分攪拌を継続した。

【0068】

次に、この液中に、平均二次粒径が71 nmである濃度20質量%のコロイダルシリカ水分散液を100 g投入し、24時間放置した。24時間経過した時点でほぼシランカップリング剤のシラノール基とコロイダルシリカ表面のシラノール基の間での縮合反応が終了し、アミノシランカップリング剤修飾コロイダルシリカ含有液Bが得られた。なお、原料としてのコロイダルシリカは、所定の攪拌速度とアンモニア濃度を設定したテトラエトキシシランのアンモニア溶液中での加水分解により作製したものをを用いた。

30

【0069】

<研磨液の調製>

シュウ酸2水和物10 gを純水200 g中に溶解した後、上記で作製したアミノシランカップリング剤修飾コロイダルシリカ含有液Bを748.134 g加え十分に攪拌し、混合液を得た。次に、濃度25質量%のアンモニア水により混合液のpHを2.5に調整し、最後に全量が1000 gとなるように純水を加えて、研磨液を得た。

【0070】

<アルミニウム基板の研磨>

上記研磨液を使用して実施例1と同様に研磨を行い、同様の評価を行った。評価の結果、アルミニウムの研磨速度は123 nm/min、平均表面粗さRaは0.5 nmであり、後述する未修飾のコロイダルシリカを用いた系（比較例2）と比較すると、研磨速度が21%向上することが確認された。これらの結果を、表1及び図1に示す。

40

【0071】

（実施例3）

<アミノシランカップリング剤修飾コロイダルシリカ（砥粒）の作製>

スターラーで攪拌されている純水324 g中に、3-アミノプロピルトリエトキシシラン0.083 gをゆっくりと滴下した。その後、水溶液がほぼ透明になるまで60分攪拌を継続した。

【0072】

50

次に、この液中に、平均二次粒径が71nmである濃度20質量%のコロイダルシリカ水分散液を50g投入し、24時間放置した。24時間経過した時点でほぼシランカップリング剤のシラノール基とコロイダルシリカ表面のシラノール基の間での縮合反応が終了し、アミノシランカップリング剤修飾コロイダルシリカ含有液Cが得られた。なお、原料としてのコロイダルシリカは、所定の攪拌速度とアンモニア濃度を設定したテトラエトキシシランのアンモニア溶液中での加水分解により作製したものをを用いた。

【0073】

<研磨液の調製>

シュウ酸2水和物10gを純水600g中に溶解した後、上記で作製したアミノシランカップリング剤修飾コロイダルシリカ含有液Cを374.083g加え十分に攪拌し、混合液を得た。次に、濃度25質量%のアンモニア水により混合液のpHを2.5に調整し、最後に全量が1000gとなるように純水を加えて、研磨液を得た。

10

【0074】

<アルミニウム基板の研磨>

上記研磨液を使用して実施例1と同様に研磨を行い、同様の評価を行った。評価の結果、アルミニウムの研磨速度は122nm/min、平均表面粗さRaは0.4nmであり、後述する未修飾のコロイダルシリカを用いた系(比較例1)と比較すると、研磨速度が23%向上することが確認された。これらの結果を表1及び図1に示す。

【0075】

(実施例4)

20

<アミノシランカップリング剤修飾コロイダルシリカ(砥粒)の作製>

スターラーで攪拌されている純水648g中に、3-アミノプロピルトリエトキシシラン0.163gをゆっくりと滴下した。その後、水溶液がほぼ透明になるまで60分攪拌を継続した。

【0076】

次に、この液中に、平均二次粒径が71nmである濃度20質量%のコロイダルシリカ水分散液を100g投入し、24時間放置した。24時間経過した時点でほぼシランカップリング剤のシラノール基とコロイダルシリカ表面のシラノール基間での縮合反応が終了し、アミノシランカップリング剤修飾コロイダルシリカ含有液Dが得られた。なお、原料としてのコロイダルシリカは、所定の攪拌速度とアンモニア濃度を設定したテトラエトキシシランのアンモニア溶液中での加水分解により作製したものをを用いた。

30

【0077】

<研磨液の調製>

シュウ酸2水和物10gを純水200g中に溶解した後、上記で作製したアミノシランカップリング剤修飾コロイダルシリカ含有液Dを748.163g加え十分に攪拌し、混合液を得た。次に、濃度25質量%のアンモニア水により混合液のpHを2.5に調整し、最後に全量が1000gとなるように純水を加えて、研磨液を得た。

【0078】

<アルミニウム基板の研磨>

上記研磨液を使用して実施例1と同様に研磨を行い、同様の評価を行った。評価の結果、アルミニウムの研磨速度は125nm/min、平均表面粗さRaは0.4nmであり、後述する未修飾のコロイダルシリカを用いた系(比較例2)と比較すると、研磨速度が26%向上することが確認された。これらの結果を表1及び図1に示す。

40

【0079】

(実施例5)

<アミノシランカップリング剤修飾コロイダルシリカ(砥粒)の作製>

スターラーで攪拌されている純水324g中に、3-アミノプロピルトリメトキシシラン0.067gをゆっくりと滴下した。その後、水溶液がほぼ透明になるまで60分攪拌を継続した。

【0080】

50

次に、この液中に、平均二次粒径が199 nmである濃度20質量%のコロイダルシリカ水分散液を50 g投入し、24時間放置した。24時間経過した時点でほぼシランカップリング剤のシラノール基とコロイダルシリカ表面のシラノール基間での縮合反応が終了し、アミノシランカップリング剤修飾コロイダルシリカ含有液Eが得られた。なお、原料としてのコロイダルシリカは、所定の攪拌速度とアンモニア濃度を設定したテトラエトキシシランのアンモニア溶液中での加水分解により作製したものをを用いた。

【0081】

< 研磨液の調製 >

シュウ酸2水和物10 gを純水600 g中に溶解した後、上記で作製したアミノシランカップリング剤修飾コロイダルシリカ含有液Eを374.067 g加え十分に攪拌し、混合液を得た。次に、濃度25質量%のアンモニア水により混合液のpHを2.5に調整し、最後に全量が1000 gとなるように純水を加えて、研磨液を得た。

10

【0082】

< アルミニウム基板の研磨 >

上記研磨液を使用して実施例1と同様に研磨を行い、同様の評価を行った。評価の結果、アルミニウムの研磨速度は103 nm/min、平均表面粗さRaは0.4 nmであり、後述する未修飾のコロイダルシリカを用いた系(比較例3)と比較すると、研磨速度が43%向上することが確認された。これらの結果を表1及び図1に示す。

【0083】

(実施例6)

< アミノシランカップリング剤修飾コロイダルシリカ(砥粒)の作製 >

スターラーで攪拌されている純水648 g中に、3-アミノプロピルトリメトキシシラン0.134 gをゆっくりと滴下した。その後、水溶液がほぼ透明になるまで60分攪拌を継続した。

20

【0084】

次に、この液中に、平均二次粒径が199 nmである濃度20質量%のコロイダルシリカ水分散液を100 g投入し、24時間放置した。24時間経過した時点でほぼシランカップリング剤のシラノール基とコロイダルシリカ表面のシラノール基間での縮合反応が終了し、アミノシランカップリング剤修飾コロイダルシリカ含有液Fが得られた。なお、原料としてのコロイダルシリカは、所定の攪拌速度とアンモニア濃度を設定したテトラエトキシシランのアンモニア溶液中での加水分解により作製したものをを用いた。

30

【0085】

< 研磨液の調製 >

シュウ酸2水和物10 gを純水200 g中に溶解した後、上記で作製したアミノシランカップリング剤修飾コロイダルシリカ含有液Fを748.134 g加え十分に攪拌し、混合液を得た。次に、濃度25質量%のアンモニア水により混合液のpHを2.5に調整し、最後に全量が1000 gとなるように純水を加えて、研磨液を得た。

【0086】

< アルミニウム基板の研磨 >

上記研磨液を使用して実施例1と同様に研磨を行い、同様の評価を行った。評価の結果、アルミニウムの研磨速度は123 nm/min、平均表面粗さRaは0.5 nmであり、後述する未修飾のコロイダルシリカを用いた系(比較例4)と比較すると、研磨速度が31%向上することが確認された。これらの結果を表1及び図1に示す。

40

【0087】

(実施例7)

< アミノシランカップリング剤修飾コロイダルシリカ(砥粒)の作製 >

スターラーで攪拌されている純水324 g中に、3-アミノプロピルトリメトキシシラン0.067 gをゆっくりと滴下した。その後、水溶液がほぼ透明になるまで60分攪拌を継続した。

【0088】

50

次に、この液中に、平均二次粒径が71nmである濃度20質量%のコロイダルシリカ水分散液を50g投入し、24時間放置した。24時間経過した時点でほぼシランカップリング剤のシラノール基とコロイダルシリカ表面のシラノール基間での縮合反応が終了し、アミノシランカップリング剤修飾コロイダルシリカ含有液Gが得られた。なお、原料としてのコロイダルシリカは、所定の攪拌速度とアンモニア濃度を設定したテトラエトキシシランのアンモニア溶液中での加水分解により作製したものをを用いた。

【0089】

<研磨液の調製>

濃度96%の硫酸10.4gを純水600g中に加えた後、上記作製したアミノシランカップリング剤修飾コロイダルシリカ含有液Gを374.067g加え十分に攪拌し、混合液を得た。次に、濃度25質量%のアンモニア水により混合液のpHを2.5に調整し、最後に全量が1000gとなるように純水を加えて、研磨液を得た。

10

【0090】

<アルミニウム基板の研磨>

上記研磨液を使用して実施例1と同様に研磨を行い、同様の評価を行った。評価の結果、アルミニウムの研磨速度は120nm/min、平均表面粗さRaは0.5nmであり、後述する未修飾のコロイダルシリカを用いた系(比較例5)と比較すると、研磨速度が25%向上することが確認された。これらの結果を表1及び図1に示す。

【0091】

(実施例8)

20

<アミノシランカップリング剤修飾コロイダルシリカ(砥粒)の作製>

スターラーで攪拌されている純水324g中に、3-アミノプロピルトリメトキシシラン0.067gをゆっくりと滴下した。その後、水溶液がほぼ透明になるまで60分攪拌を継続した。

【0092】

次に、この液中に、平均二次粒径が71nmである濃度20質量%のコロイダルシリカ水分散液を50g投入し、24時間放置した。24時間経過した時点でほぼシランカップリング剤のシラノール基とコロイダルシリカ表面のシラノール基間での縮合反応が終了し、アミノシランカップリング剤修飾コロイダルシリカ含有液Hが得られた。なお、原料としてのコロイダルシリカは、所定の攪拌速度とアンモニア濃度を設定したテトラエトキシシランのアンモニア溶液中での加水分解により作製したものをを用いた。

30

【0093】

<研磨液の調製>

濃度85%のリン酸11.8gを純水600g中に加えた後、上記で作製したアミノシランカップリング剤修飾コロイダルシリカ含有液Hを374.067g加え十分に攪拌し、混合液を得た。次に、濃度25質量%のアンモニア水により混合液のpHを2.5に調整し、最後に全量が1000gとなるように純水を加えて、研磨液を得た。

【0094】

<アルミニウム基板の研磨>

上記研磨液を使用して実施例1と同様に研磨を行い、同様の評価を行った。評価の結果、アルミニウムの研磨速度は120nm/min、平均表面粗さRaは0.4nmであり、後述する未修飾のコロイダルシリカを用いた系(比較例6)と比較すると、研磨速度が21%向上することが確認された。これらの結果を表1及び図1に示す。

40

【0095】

(実施例9)

<アミノシランカップリング剤修飾砥粒の作製>

スターラーで攪拌されている純水324g中に、3-アミノプロピルトリメトキシシラン0.067gをゆっくりと滴下した。その後、水溶液がほぼ透明になるまで60分攪拌を継続した。

【0096】

50

次に、この液中に、平均二次粒径が71nmである濃度20質量%のコロイダルシリカ水分散液を50g投入し、24時間放置した。24時間経過した時点でほぼシランカップリング剤のシラノール基とコロイダルシリカ表面のシラノール基間での縮合反応が終了し、アミノシランカップリング剤修飾コロイダルシリカ含有液Iが得られた。なお、原料としてのコロイダルシリカは、所定の攪拌速度とアンモニア濃度を設定したテトラエトキシシランのアンモニア溶液中での加水分解により作製したものをを用いた。

【0097】

<研磨液の調整>

シュウ酸2水和物10gを純水600g中に溶解した後、上記で作製したアミノシランカップリング剤修飾コロイダルシリカ含有液Iを374.067g加え十分に攪拌し、混合液を得た。次に、濃度25質量%のアンモニア水により混合液のpHを3.5に調整し、最後に全量が1000gとなるように純水を加えて、研磨液を得た。

10

【0098】

<アルミニウム基板の研磨>

上記研磨液を使用して実施例1と同様に研磨を行い、同様の評価を行った。評価の結果、アルミニウムの研磨速度は124nm/min、平均表面粗さRaは0.5nmであり、後述する未修飾のコロイダルシリカを用いた系(比較例1)と比較すると、研磨速度が25%向上することが確認された。これらの結果を表1及び図1に示す。

【0099】

(比較例1)

20

<研磨液の調製>

シュウ酸2水和物10gを純水600g中に溶解した後、平均二次粒径が71nmである濃度20質量%のコロイダルシリカ水分散液を50g加え十分に攪拌し、混合液を得た。次に、濃度25質量%のアンモニア水により混合液のpHを2.5に調整し、最後に全量が1000gとなるように純水を加えて、研磨液を得た。なお、原料としてのコロイダルシリカは、所定の攪拌速度とアンモニア濃度を設定したテトラエトキシシランのアンモニア溶液中での加水分解により作製したものをを用いた。

【0100】

<アルミニウム基板の研磨>

上記研磨液を使用して実施例1と同様に研磨を行い、同様の評価を行った。評価の結果、アルミニウムの研磨速度は99nm/min、平均表面粗さRaは0.5nmであった。結果を表2に示す。

30

【0101】

(比較例2)

<研磨液の調製>

シュウ酸2水和物10gを純水600g中に溶解した後、平均二次粒径が71nmである濃度20質量%のコロイダルシリカ水分散液を100g加え十分に攪拌し、混合液を得た。次に、濃度25質量%のアンモニア水により混合液のpHを2.5に調整し、最後に全量が1000gとなるように純水を加えて、研磨液を得た。なお、原料としてのコロイダルシリカは、所定の攪拌速度とアンモニア濃度を設定したテトラエトキシシランのアンモニア溶液中での加水分解により作製したものをを用いた。

40

【0102】

<アルミニウム基板の研磨>

上記研磨液を使用して実施例1と同様に研磨を行い、同様の評価を行った。評価の結果、アルミニウムの研磨速度は102nm/min、平均表面粗さRaは0.4nmであった。結果を表2に示す。

【0103】

(比較例3)

<研磨液の調製>

シュウ酸2水和物10gを純水600g中に溶解した後、平均二次粒径が199nmで

50

ある濃度 20 質量%のコロイダルシリカ水分散液を 50 g 加え十分に攪拌し、混合液を得た。次に、濃度 25 質量%のアンモニア水により混合液の pH を 2.5 に調整し、最後に全量が 1000 g となるように純水を加えて、研磨液を得た。なお、原料としてのコロイダルシリカは、所定の攪拌速度とアンモニア濃度を設定したテトラエトキシシランのアンモニア溶液中での加水分解により作製したものをを用いた。

【0104】

<アルミニウム基板の研磨>

上記研磨液を使用して実施例 1 と同様に研磨を行い、同様の評価を行った。評価の結果、アルミニウムの研磨速度は 72 nm/min、平均表面粗さ Ra は 0.7 nm であった。結果を表 2 に示す。

10

【0105】

(比較例 4)

<研磨液の調製>

シュウ酸 2 水和物 10 g を純水 600 g 中に溶解した後、平均二次粒径が 199 nm である濃度 20 質量%のコロイダルシリカ水分散液を 100 g 加え十分に攪拌し、混合液を得た。次に、濃度 25 質量%のアンモニア水により混合液の pH を 2.5 に調整し、最後に全量が 1000 g となるように純水を加えて、研磨液を得た。なお、原料としてのコロイダルシリカは、所定の攪拌速度とアンモニア濃度を設定したテトラエトキシシランのアンモニア溶液中での加水分解により作製したものをを用いた。

20

【0106】

<アルミニウム基板の研磨>

上記研磨液を使用して実施例 1 と同様に研磨を行い、同様の評価を行った。評価の結果、アルミニウムの研磨速度は 94 nm/min、平均表面粗さ Ra は 0.9 nm であった。結果を表 2 に示す。

【0107】

(比較例 5)

<研磨液の調製>

濃度 96%の硫酸 10.4 g を純水 600 g 中に加えた後、平均二次粒径が 71 nm である濃度 20 質量%のコロイダルシリカ水分散液を 50 g 加え十分に攪拌し、混合液を得た。次に、濃度 25 質量%のアンモニア水により混合液の pH を 2.5 に調整し、最後に全量が 1000 g となるように純水を加えて、研磨液を得た。なお、原料としてのコロイダルシリカは、所定の攪拌速度とアンモニア濃度を設定したテトラエトキシシランのアンモニア溶液中での加水分解により作製したものをを用いた。

30

【0108】

<アルミニウム基板の研磨>

上記研磨液を使用して実施例 1 と同様に研磨を行い、同様の評価を行った。評価の結果、アルミニウムの研磨速度は 96 nm/min、平均表面粗さ Ra は 0.5 nm であった。結果を表 2 に示す。

【0109】

(比較例 6)

<研磨液の調製>

濃度 85%のリン酸 11.8 g を純水 600 g 中に加えた後、平均二次粒径が 71 nm である濃度 20 質量%のコロイダルシリカ水分散液を 50 g 加え十分に攪拌し、混合液を得た。次に、濃度 25 質量%のアンモニア水により混合液の pH を 2.5 に調整し、最後に全量が 1000 g となるように純水を加えて、研磨液を得た。なお、原料としてのコロイダルシリカは、所定の攪拌速度とアンモニア濃度を設定したテトラエトキシシランのアンモニア溶液中での加水分解により作製したものをを用いた。

40

【0110】

<アルミニウム基板の研磨>

上記研磨液を使用して実施例 1 と同様に研磨を行い、同様の評価を行った。評価の結果

50

、アルミニウムの研磨速度は  $89 \text{ nm/min}$ 、平均表面粗さ  $R_a$  は  $0.4 \text{ nm}$  であった。結果を表 2 に示す。

【0111】

(比較例 7)

< シランカップリング剤修飾コロイダルシリカ (砥粒) の作製 >

スターラーで攪拌されている純水  $324 \text{ g}$  中に、3 - グリシドキシトリメトキシシラン  $0.088 \text{ g}$  をゆっくりと滴下した。その後、水溶液がほぼ透明になるまで  $60$  分攪拌を継続した。

【0112】

次に、この液中に、平均二次粒径が  $71 \text{ nm}$  である濃度  $20$  質量%のコロイダルシリカ水分散液を  $50 \text{ g}$  投入し、 $24$  時間放置した。 $24$  時間経過した時点でほぼシランカップリング剤のシラノール基とコロイダルシリカ表面のシラノール基の間での縮合反応が終了し、シランカップリング剤修飾コロイダルシリカ含有液 J が得られた。なお、原料としてのコロイダルシリカは、所定の攪拌速度とアンモニア濃度を設定したテトラエトキシシランのアンモニア溶液中での加水分解により作製したものをを用いた。

10

【0113】

< 研磨液の調製 >

シュウ酸 2 水和物  $10 \text{ g}$  を純水  $600 \text{ g}$  中に溶解した後、上記で作製したシランカップリング剤修飾コロイダルシリカ含有液 J を  $374.088 \text{ g}$  加え十分に攪拌し、混合液を得た。次に、濃度  $25$  質量%のアンモニア水により混合液の  $\text{pH}$  を  $2.5$  に調整し、最後に全量が  $1000 \text{ g}$  となるように純水を加えて、研磨液を得た。

20

【0114】

< アルミニウム基板の研磨 >

上記研磨液を使用して実施例 1 と同様に研磨を行い、同様の評価を行った。評価の結果、アルミニウムの研磨速度は  $97 \text{ nm/min}$ 、平均表面粗さ  $R_a$  は  $0.5 \text{ nm}$  であり、未修飾のコロイダルシリカを用いた系 (比較例 1) と比較すると研磨速度が  $2\%$  低下し、研磨速度の向上は見られなかった。結果を表 2 に示す。

【0115】

(比較例 8)

< シランカップリング剤修飾コロイダルシリカ (砥粒) の作製 >

スターラーで攪拌されている純水  $324 \text{ g}$  中に、エチルトリエトキシシラン  $0.082 \text{ g}$  をゆっくりと滴下した。その後、水溶液がほぼ透明になるまで  $60$  分攪拌を継続した。

30

【0116】

次に、この液中に、平均二次粒径が  $71 \text{ nm}$  である濃度  $20$  質量%のコロイダルシリカ水分散液を  $50 \text{ g}$  投入し、 $24$  時間放置した。 $24$  時間経過した時点でほぼシランカップリング剤のシラノール基とコロイダルシリカ表面のシラノール基間での縮合反応が終了し、シランカップリング剤修飾コロイダルシリカ含有液 K が得られた。なお、原料としてのコロイダルシリカは、所定の攪拌速度とアンモニア濃度を設定したテトラエトキシシランのアンモニア溶液中での加水分解により作製したものをを用いた。

40

【0117】

< 研磨液の調製 >

シュウ酸 2 水和物  $10 \text{ g}$  を純水  $600 \text{ g}$  中に溶解した後、上記で作製したシランカップリング剤修飾コロイダルシリカ含有液 K を  $374.084 \text{ g}$  加え十分に攪拌し、混合液を得た。次に、濃度  $25$  質量%のアンモニア水により混合液の  $\text{pH}$  を  $2.5$  に調整し、最後に全量が  $1000 \text{ g}$  となるように純水を加えて、研磨液を得た。

【0118】

< アルミニウム基板の研磨 >

上記研磨液を使用して実施例 1 と同様に研磨を行い、同様の評価を行った。評価の結果、アルミニウムの研磨速度は  $100 \text{ nm/min}$ 、平均表面粗さ  $R_a$  は  $0.4 \text{ nm}$  であり、未修飾のコロイダルシリカを用いた系 (比較例 1) と比較すると、研磨速度の向上は  $1$

50

%で、顕著な研磨速度の向上は見られなかった。結果を表2に示す。

【0119】

(比較例9)

<アミノシランカップリング剤修飾コロイダルシリカ(砥粒)の作製>

スターラーで攪拌されている純水648g中に、3-アミノプロピルトリメトキシシラン0.134gをゆっくりと滴下した。その後、水溶液がほぼ透明になるまで60分攪拌を継続した。

【0120】

次に、この液中に、平均二次粒径が71nmである濃度20質量%のコロイダルシリカ水分散液を50g投入し、24時間放置した。24時間経過した時点でほぼシランカップリング剤のシラノール基とコロイダルシリカ表面のシラノール基の間での縮合反応が終了し、アミノシランカップリング剤修飾コロイダルシリカ含有液Lが得られた。なお、原料としてのコロイダルシリカは、所定の攪拌速度とアンモニア濃度を設定したテトラエトキシシランのアンモニア溶液中での加水分解により作製したものをを用いた。

10

【0121】

<研磨液の調製>

シュウ酸2水和物10gを純水600g中に溶解した後、上記で作製したアミノシランカップリング剤修飾コロイダルシリカ含有液Lを374.067g加え十分に攪拌し、混合液を得た。次に、濃度25質量%のアンモニア水により混合液のpHを5.0に調整し、最後に全量が1000gとなるように純水を加えて、研磨液を得た。

20

【0122】

<アルミニウム基板の研磨>

上記研磨液を使用して実施例1と同様に研磨を行い、同様の評価を行った。評価の結果、アルミニウムの研磨速度は35nm/min、平均表面粗さRaは4.5nmであり、前述したpH2.5の系(実施例1)と比較すると、研磨速度が71%低下し、表面粗さRaも4.5nmと大きく低下することが確認された。結果を表2に示す。

【0123】

【表 1】

	実施例 1	実施例 2	実施例 3	実施例 4	実施例 5	実施例 6	実施例 7	実施例 8	実施例 9
砥粒	コロイダルシリカ								
粒径 (nm)	71	71	71	71	199	199	71	71	71
シラン	3-アミノプロピルトリメトキシシラン								
カッピング剤種									
研磨液中における濃度 (質量%)	1	2	1	2	1	2	1	1	1
種	シュウ酸 2水和物	硫酸	リン酸	シュウ酸 2水和物					
研磨液中における濃度 (質量%)	1	1	1	1	1	1	1	1	1
pH	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	3.5
研磨速度 (nm/min)	121	123	122	125	103	123	120	120	124
シランカッピング剤修飾による研磨速度向上率 (%)	22	21	23	26	43	31	25	35	25
表面粗さ Ra (nm)	0.4	0.5	0.4	0.4	0.7	0.8	0.4	0.4	0.5

10

20

30

40

【表 2】

	比較例 1	比較例 2	比較例 3	比較例 4	比較例 5	比較例 6	比較例 7	比較例 8	比較例 9
砥粒	比較例 1 コロイダル シリカ	比較例 2 コロイダル シリカ	比較例 3 コロイダル シリカ	比較例 4 コロイダル シリカ	比較例 5 コロイダル シリカ	比較例 6 コロイダル シリカ	比較例 7 コロイダル シリカ	比較例 8 コロイダル シリカ	比較例 9 コロイダル シリカ
粒径 (nm)	71	71	199	199	71	71	71	71	71
シリカ カッピング剤種	—	—	—	—	—	—	3-グリシド キシ プロピル トリメトキシ シラン	エチル トリエトキシ シラン	3-アミノ プロピル トリメトキシ シラン
研磨液中における 濃度 (質量%)	1	2	1	2	1	1	1	1	1
酸	シュウ酸 2 水 和物	シュウ酸 2 水和物	シュウ酸 2 水和物	シュウ酸 2 水和物	硫酸	リン酸	シュウ酸 2 水和物	シュウ酸 2 水和物	シュウ酸 2 水和物
研磨液中における 濃度 (質量%)	1	1	1	1	1	1	1	1	1
pH	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	5.0
研磨速度 (nm/min)	99	102	72	94	96	89	97	100	35
シリカカッピング剤 修飾による研磨速度 向上率 (%)	—	—	—	—	—	—	-2	1	1
表面粗さ Ra (nm)	0.5	0.4	0.7	0.9	0.5	0.4	0.4	0.4	4.5

10

20

30

40

【図面の簡単な説明】

【0125】

50

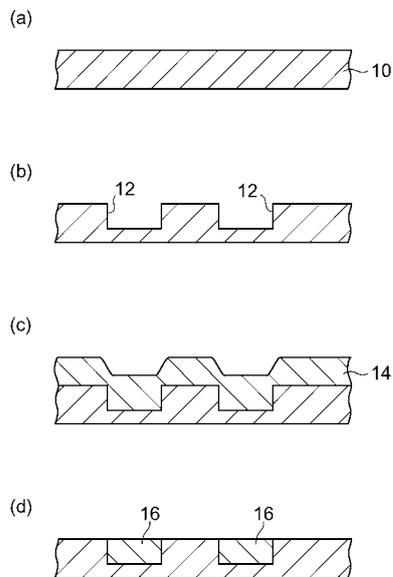
【図1】アルミニウムダマシン配線を形成する工程を説明する模式断面図である。

【図2】エッチングによりアルミニウム配線を形成する工程を説明する模式断面図である。

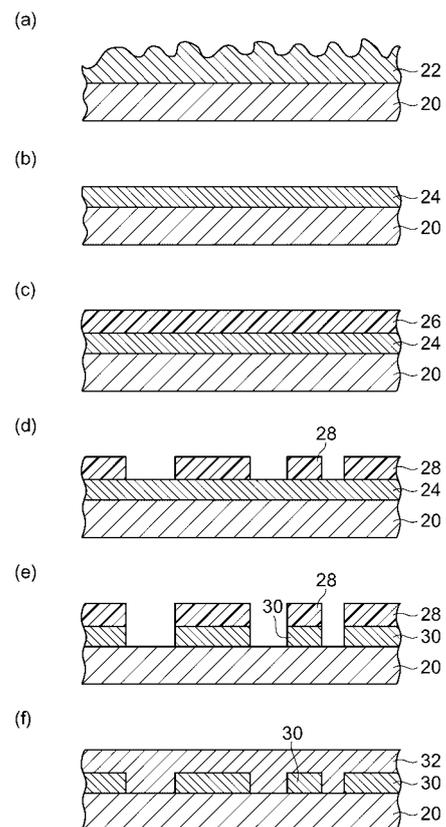
【図3】反射型液晶表示パネルの構成について説明する模式断面図である。

【図4】アミノシランカップリング剤修飾コロイダルシリカを含む研磨液及び未修飾コロイダルシリカを含む研磨液の研磨速度を比較するグラフである。

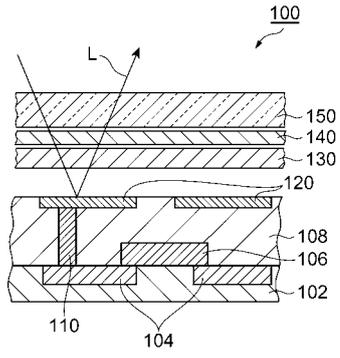
【図1】



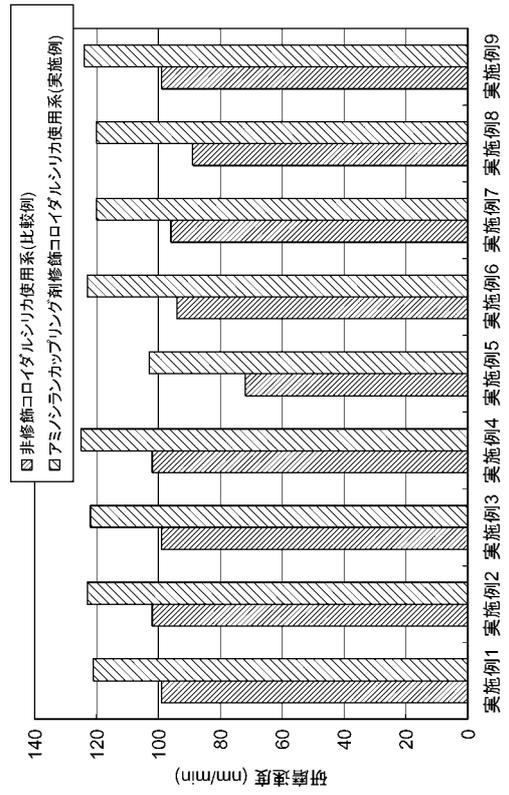
【図2】



【 図 3 】



【 図 4 】



フロントページの続き

(72)発明者 上方 康雄

茨城県筑西市小川1500番地 日立化成工業株式会社電子材料研究所内

Fターム(参考) 3C058 AA07 AA09 CB01 DA12 DA17