



(19)대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(51) 。 Int. Cl. (11) 공개번호 10-2006-0132046
C09K 3/14 (2006.01) (43) 공개일자 2006년12월20일

(21) 출원번호 10-2006-7024947(분할)
(22) 출원일자 2006년11월27일
심사청구일자 2006년11월27일
번역문 제출일자 2006년11월27일
(62) 원출원 특허10-2003-7005273
원출원일자 : 2003년04월15일 심사청구일자 2003년04월15일
(86) 국제출원번호 PCT/JP1998/005736 (87) 국제공개번호 WO 1999/31195
국제출원일자 1998년12월18일 국제공개일자 1999년06월24일

(30) 우선권주장 JP-P-1997-00349240 1997년12월18일 일본(JP)
JP-P-1998-00083042 1998년03월30일 일본(JP)
JP-P-1998-00083043 1998년03월30일 일본(JP)

(71) 출원인 히다치 가세고교 가부시끼가이샤
일본국 도쿄도 신쥬구구 니시신쥬구 2쵸오메 1반 1고

(72) 발명자 요시다, 마사또
일본 305-0035 이바라끼켄 쓰꾸바시 마쯔시로 3-4-3 히다치 가세마쯔
시로 하우스 202고
아시자와, 도라노스께
일본 312-0003 이바라끼켄 히다치나까시 다라자끼 315-18
데라자끼, 히로끼
일본 305-0035 이바라끼켄 쓰꾸바시 마쯔시로 3-4-3 히다치 가세마쯔
시로 하우스 비310고
오투끼, 유포
일본 316-0021 이바라끼켄 히다치시 다이하라쵸 1-4-8
구라따, 야스시
일본 305-0027 이바라끼켄 쓰꾸바시 히가시오까 563-3
마쯔자와, 준
일본 305-0821 이바라끼켄 쓰꾸바시 가스가 3-10-11-403
단노, 기요히토
일본 319-1416 이바라끼켄 히다치시 다지리쵸 2-45 5-102고

(74) 대리인 장수길
구영창

전체 청구항 수 : 총 13 항

(54) 연마제

(57) 요약

본 발명에서는 SiO₂ 절연막 등의 피연마면을 흠 없이 고속으로 연마하기 위하여 2개 이상의 결정자로 구성되어 결정 입계를 갖거나, 부피 밀도가 6.5 g/cm³ 이하인 산화세륨 입자와 기공을 갖는 지립 중 적어도 하나를 매체에 분산시킨 슬러리를 포함하는 연마제, 상기 연마제를 사용하는 기관의 연마 방법 및 반도체 장치의 제조 방법이 제공된다.

특허청구의 범위

청구항 1.

2개 이상의 결정자로 구성되어 결정 입계를 갖는 산화세륨 입자를 포함하는 산화세륨 입자를 매체에 분산시킨 슬러리를 포함하는 연마제를 이용하여 기관을 연마하는 것을 특징으로 하는 연마 방법이며, 연마시의 응력에 의해 상기 산화세륨 입자의 결정 입계를 파괴하여 새로운 면을 생성시키는 연마 방법.

청구항 2.

제1항에 있어서, 결정 입계를 갖는 산화세륨 입자가 기공을 갖는 것인 연마 방법.

청구항 3.

제1항에 있어서, 피크노미터를 사용하여 측정된 진밀도와 X선 리트벨트 해석으로 구한 이론 밀도비로부터 구한, 연마제 중의 산화세륨 입자의 기공률이 10 내지 30 %인 연마 방법.

청구항 4.

제1항에 있어서, B.J.H. (Barret, Joyner, Halende)법에 의해 측정된, 연마제 중의 산화세륨 입자의 세공 용적이 0.02 내지 0.05 cm³/g인 연마 방법.

청구항 5.

제1항에 있어서, 연마제 중의 산화세륨 입자의 부피 밀도가 6.5 g/cm³ 이하인 연마 방법.

청구항 6.

제5항에 있어서, 부피 밀도가 5.0 내지 5.9 g/cm³인 연마 방법.

청구항 7.

제1항에 있어서, 결정 입계의 파괴에 의해 생성되는 새로운 면이 생성되기 전에 매체에 접촉되지 않는 연마 방법.

청구항 8.

제1항에 있어서, 기관의 강도가 산화세륨 입자의 입계 파괴 강도보다 큰 연마 방법.

청구항 9.

제1항에 있어서, 레이저 회절법에 의해 측정된, 기관을 연마한 후의 D99 체적%의 산화세륨 입자경의, 연마 전의 상기 입자경에 대한 비율이 0.4 내지 0.9인 연마 방법.

청구항 10.

제1항에 있어서, 레이저 회절법에 의해 측정된, 기관을 연마한 후의 D90 체적%의 산화세륨 입자경의, 연마 전의 상기 입자경에 대한 비율이 0.7 내지 0.95인 연마 방법.

청구항 11.

제1항에 있어서, 매체가 물인 연마 방법.

청구항 12.

제1항 내지 제11항 중 어느 한 항에 있어서, 슬러리가 분산제를 포함하는 것인 연마 방법.

청구항 13.

제12항에 있어서, 분산제가 수용성 유기 고분자, 수용성 음이온 계면활성제, 수용성 비이온성 계면활성제 및 수용성 아민으로부터 선택되는 1종 이상인 연마 방법.

명세서

발명의 상세한 설명

발명의 목적

발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

본 발명은 연마제, 기관의 연마법 및 반도체 장치의 제조법에 관한 것이다.

종래부터 반도체 장치의 제조 공정에 있어서 플라즈마-CVD(화학 증착), 저압-CVD 등의 방법으로 형성되는 SiO₂ 절연막 등의 무기 절연막층을 평탄화하기 위한 화학 기계 연마제로서 콜로이드성 실리카계의 연마제가 일반적으로 검토되고 있다. 콜로이드성 실리카계의 연마제는, 사업화규산을 열분해하는 등의 방법으로 실리카 입자를 입자 성장시키고, 암모니아 등의 알칼리 금속을 포함하지 않는 알칼리 용액으로 pH 조정을 행하여 제조하고 있다. 그러나, 이러한 연마제는 무기 절연막의 연마 속도가 충분한 속도를 갖지 않아 실용화에는 저연마 속도라는 기술 과제가 있었다.

한편, 포토마스크용 유리 표면 연마로서 산화세륨 연마제가 사용되고 있다. 산화세륨 입자는 실리카 입자나 알루미늄 입자와 비교하여 경도가 낮아 연마 표면에 흠이 생기지 않기 때문에 마무리 경면 연마에 유용하다. 또한, 산화세륨은 강산화제로서 알려져 있는 바와 같이, 화학적 활성인 성질을 갖고 있다. 이 잇점을 살려 절연막용 화학 기계 연마제로의 적용이 유용하다. 그러나, 포토마스크용 유리 표면 연마용 산화세륨 연마제를 그대로 무기 절연막 연마에 적용하면, 1차 입자경이 커서 절연막 표면에 육안으로 관찰할 수 있는 연마 흠이 생기게 된다.

발명이 이루고자 하는 기술적 과제

본 발명은 SiO₂ 절연막 등의 피연마면을 흠 없이 고속으로 연마할 수 있는 연마제, 기관의 연마법 및 반도체 장치의 제조법을 제공하는 것이다.

발명의 구성

본 발명에 의해 2개 이상의 결정자로 구성되어 결정 입계를 갖는 산화세륨 입자를 매체에 분산시킨 슬러리를 포함하는 연마제가 제공된다.

결정 입계를 갖는 산화세륨 입자경의 중앙값은 60 내지 1500 nm가 바람직하고, 100 내지 1200 nm가 보다 바람직하며, 300 내지 1000 nm가 가장 바람직하다. 결정자 직경의 중앙값은 5 내지 250 nm가 바람직하고, 5 내지 150 nm가 보다 바람직하다. 결정 입계를 갖는 산화세륨 입자경의 중앙값은 300 내지 1000 nm이고, 결정자 직경의 중앙값이 10 내지 50 nm인 입자가 바람직하게 사용된다. 또한, 결정 입계를 갖는 산화세륨 입자경의 중앙값이 300 내지 1000 nm이고, 결정자 직경의 중앙값이 50 내지 200 nm인 입자가 바람직하게 사용된다. 결정 입계를 갖는 산화세륨 입자의 최대 직경은 3000 nm 이하가 바람직하고, 결정자의 최대 직경은 600 nm 이하가 바람직하다. 결정자 직경이 10 내지 600 nm인 것이 바람직하다.

또한, 본 발명에 의해 기공을 갖는 지립을 매체에 분산시킨 슬러리를 포함하는 연마제가 제공된다. 지립으로서는 산화세륨 입자가 바람직하게 사용된다.

기공은 피크노미터를 사용하여 측정된 진밀도와 X선 리트벨트 해석으로 구한 이론 밀도의 비로부터 구한 기공율이 10 내지 30 %인 것이 바람직하다. 또한, B.J.H.(Barret, Joyner, Halende)법에 의해 측정된 세공 용적이 0.02 내지 0.05 cm³/g인 기공이 바람직하다.

또한, 본 발명에 의해 부피 밀도가 6.5 g/cm³ 이하인 산화세륨 입자를 매체에 분산시킨 슬러리를 포함하는 연마제가 제공된다. 부피 밀도가 5.0 g/cm³ 이상 5.9 g/cm³ 이하인 것이 바람직하다.

매체로서는 물이 바람직하게 사용된다. 슬러리에는 분산제를 포함할 수 있으며, 분산제로서는 수용성 유기 고분자, 수용성 음이온계 계면활성제, 수용성 비이온계 계면활성제 및 수용성 아민에서 선택되는 1종 이상이 바람직하고, 폴리아크릴산 암모늄염을 바람직하게 사용할 수 있다.

또한, 본 발명에 의해 2개 이상의 결정자로 구성되어 결정 입계를 갖는 산화세륨 입자를 포함하고, 입경 1 μm 이상의 산화세륨 입자가 산화세륨 입자 전체량의 0.1 중량% 이상을 차지하며, 상기 결정 입계를 갖는 산화세륨 입자는 연마시에 붕괴되면서 소정의 기관을 연마하는 것을 특징으로 하는 연마제가 제공된다.

또한, 본 발명에 의해 2개 이상의 결정자로 구성되어 결정 입계를 갖는 산화세륨 입자를 포함하고, 상기 결정 입계를 갖는 산화세륨 입자는 연마시에 매체와 접촉하지 않은 새로운 면을 생성하면서, 소정의 기관을 연마하는 것을 특징으로 하는 연마제가 제공된다.

또한, 본 발명에 의해 2개 이상의 결정자로 구성되어 결정 입계를 갖는 산화세륨 입자를 포함하는 연마제로서,

(1) 소정의 기관을 연마한 후, 원심 침강법에 의해 측정된 연마 전의 입경 0.5 μm 이상의 산화세륨 입자 함유량에 대한 동일하게 원심 침강법에 의해 측정된 연마 후의 입경 0.5 μm 이상의 산화세륨 입자 함유량의 비율이 0.8 이하가 되는 것을 특징으로 하는 연마제,

(2) 소정의 기관을 연마한 후, 레이저 회절법에 의해 측정된 연마 전의 D 99 %의 산화세륨 입자경에 대한 동일하게 레이저 회절법에 의해 측정된 연마 후의 D 99 체적%의 산화세륨 입자경의 비율이 0.4 이상 0.9 이하가 되는 것을 특징으로 하는 연마제, 및

(3) 소정의 기관을 연마한 후, 레이저 회절법에 의해 측정된 연마 전의 D 90 %의 산화세륨 입자경에 대한 동일하게 레이저 회절법에 의해 측정된 연마 후의 D 90 체적%의 산화세륨 입자경의 비율이 0.7 이상 0.95 이하가 되는 것을 특징으로 하는 연마제가 제공된다.

본 발명의 기관 연마법은 상술한 연마제를 사용하여 소정의 기관을 연마하는 것으로, 이 소정의 기관 강도가 산화세륜 입자의 입계 파괴 강도보다 큰 것이 바람직하다. 소정의 기관은 실리카막이 형성된 반도체 칩일 수 있다.

본 발명의 반도체 장치의 제조법은 실리카막이 형성된 반도체 칩을 상기한 연마제로 연마하는 공정을 포함한다.

일반적으로 산화세륜은 탄산염, 황산염, 옥살산염 등의 세륜 화합물을 소성함으로써 얻을 수 있다. TEOS(테트라에톡시실란)-CVD법 등으로 형성되는 SiO₂ 절연막은 입자경이 크고, 또한 결정 비틀림이 적을 수록, 즉 결정성이 좋을 수록 고속 연마가 가능한데, 연마 흡이 생기기 쉬운 경향이 있다. 따라서, 본 발명에서 사용하는 산화세륜 입자는 너무 결정성을 증가시키지 않고 제조된다. 또한, 반도체 칩 연마에 사용하기 때문에, 알칼리 금속 및 할로겐류의 함유율은 1 ppm 이하로 억제하는 것이 바람직하다.

본 발명의 연마제는 고순도의 것으로, Na, K, Si, Mg, Ca, Zr, Ti, Ni, Cr, Fe는 각각 1 ppm 이하, Al은 10 ppm 이하이다.

본 발명에 있어서, 산화세륜 입자를 제조하는 방법으로서 소성법을 사용할 수 있다. 단, 연마 흡이 생기지 않는 입자를 제조하기 위하여, 가능한 한 결정성을 증가시키지 않는 저온 소성이 바람직하다. 세륜 화합물의 산화 온도가 300 °C이므로 소성 온도는 400 °C 이상 900 °C 이하가 바람직하다. 탄산세륜을 400 °C 이상 900 °C 이하에서 5 내지 300분, 산소 가스 등의 산화 분위기에서 소성하는 것이 바람직하다.

소성된 산화세륜은 제트 밀, 볼 밀 등의 건식 분쇄, 비드 밀, 볼 밀 등의 습식 분쇄로 분쇄할 수 있다. 소성 산화세륜을 분쇄한 산화세륜 입자에는, 결정자 크기가 작은 단결정 입자와 결정자 크기로 분쇄되지 않은 분쇄 입자가 포함되며, 이 분쇄 입자는 단결정 입자가 재응집한 응집체와는 달리 2개 이상의 결정자로 구성되어 결정 입계를 갖고 있다. 이 결정 입계를 갖는 분쇄 입자를 포함하는 연마제로 연마를 행하면, 연마시의 응력에 의해 파괴되어 활성면을 발생시키는 것으로 추정되며, SiO₂ 절연막 등의 피연마면을 흡 없이 고속으로 연마하는데 기여하는 것으로 생각된다.

본 발명에 있어서 산화세륜 슬러리는, 상기한 방법에 의해 제조된 산화세륜입자를 함유하는 수용액 또는 이 수용액으로부터 회수한 산화세륜 입자, 물 및 필요에 따라 분산제를 포함하는 조성물을 분산시킴으로써 얻을 수 있다. 필요에 따라 산화세륜 입자는 필터 등으로 분급할 수 있다. 여기에서, 산화세륜 입자의 농도에 제한은 없지만, 현탁액(연마제)의 취급이 용이하다는 점에서 0.5 내지 10 중량%의 범위가 바람직하다.

분산제로서는 금속 이온류를 포함하지 않는 것으로서 아크릴산계 중합체, 폴리비닐알코올 등의 수용성 유기 고분자류, 라우릴 황산암모늄 및 폴리옥시에틸렌 라우릴 에테르 황산암모늄 등의 수용성 음이온성 계면활성제, 폴리옥시에틸렌라우릴 에테르 및 폴리에틸렌 글리콜 모노스테아레이트 등의 수용성 비이온성 계면활성제, 및 모노에탄올아민 및 디에탄올아민 등의 수용성 아민류 등을 들 수 있다. 또한, 아크릴산계 중합체에는 예를 들면 아크릴산 중합체 및 그의 암모늄염, 메타크릴산 중합체 및 그의 암모늄염, 및 아크릴산 암모늄염과 아크릴산 알킬(메틸, 에틸 또는 프로필)과의 공중합체 등을 들 수 있다.

이들 중, 폴리아크릴산 암모늄염, 또는 아크릴산 암모늄염과 아크릴산 메틸과의 공중합체가 바람직하다. 후자를 사용하는 경우, 아크릴산 암모늄염과 아크릴산 메틸의 몰 비는 아크릴산 암모늄염/아크릴산 메틸이 10/90 내지 90/10인 것이 바람직하다.

또한, 아크릴산계 중합체의 중량 평균 분자량은 1000 내지 20000인 것이 바람직하다. 중량 평균 분자량이 20000를 넘으면, 재응집에 의한 입도 분포의 시간 경과에 따른 변화가 생기기 쉽다. 중량 평균 분자량이 1000 미만에서는 분산성 및 침강 방지의 효과가 충분하지 않은 경우가 있다.

이들 분산제의 첨가량은 슬러리 중의 입자의 분산성 및 침강 방지성 등으로부터, 산화세륜 입자 100 중량부에 대하여 0.01 중량부 내지 5 중량부의 범위가 바람직하며, 그 분산 효과를 높이기 위해서는 분산 처리시에 분산기 중에 입자와 동시에 넣는 것이 바람직하다. 산화세륜 입자 100 중량부에 대하여 0.01 중량부 미만에서는 침강하기 쉽고, 5 중량부를 넘으면 재응집에 의한 입도 분포의 시간 경과에 따른 변화가 발생하기 쉽다.

이들 산화세륨 입자를 수중에 분산시키는 방법으로서, 통상의 교반기에 의한 분산 처리 외에 호모게나이저, 초음파 분산기, 볼 밀 등을 사용할 수 있다. 마이크로미터 이하 차수의 산화세륨 입자를 분산시키기 위해서는, 볼 밀, 진동 볼 밀, 유성 볼 밀, 매체 교반식 밀 등의 습식 분산기를 사용하는 것이 바람직하다. 또한, 슬러리의 알칼리성을 높이고 싶은 경우에는, 분산 처리시 또는 처리 후에 암모니아수 등의 금속 이온을 포함하지 않는 알칼리성 물질을 첨가할 수 있다.

본 발명의 산화세륨 연마제는 상기 슬러리를 그대로 사용할 수도 있지만, N,N-디에틸에탄올아민, N,N-디메틸에탄올아민, 아미노에틸에탄올아민, 음이온성 계면활성제, 폴리비닐알코올, 또는 상술한 분산제와 같은 첨가제를 사용 형태에 따라 적절하게 첨가하여 연마제로 할 수 있다.

본 발명의 슬러리에 분산되는 결정 입계를 갖는 산화세륨 입자경의 중앙값은 60 내지 1500 nm가 바람직하고, 결정자 직경의 중앙값은 5 내지 250 nm가 바람직하다.

결정 입계를 갖는 산화세륨 입자경의 중앙값이 60 nm 미만이거나 또는 결정자 직경의 중앙값이 5 nm 미만이면, SiO₂ 절연막 등의 피연마면을 고속으로 연마하는 것이 어려워지는 경향이 있고, 결정 입계를 갖는 산화세륨 입자경의 중앙값이 1500 nm를 넘거나 또는 결정자의 중앙값이 250 nm를 넘으면, SiO₂ 절연막 등의 피연마면에 흠이 발생하기 쉽다. 결정 입계를 갖는 산화세륨 입자경의 최대값이 3000 nm를 넘으면, SiO₂ 절연막 등의 피연마면에 흠이 발생하기 쉽다. 결정 입계를 갖는 산화세륨 입자는 전체 산화세륨 입자의 5 내지 100 체적%인 것이 바람직하고, 5 체적% 미만인 경우에는 SiO₂ 절연막 등의 피연마면에 흠이 발생하기 쉽다.

상기한 산화세륨 입자에서는 결정자의 최대 직경은 600 nm 이하가 바람직하고, 결정자 직경은 10 내지 600 nm인 것이 바람직하다. 결정자가 600 nm를 넘으면 흠이 발생하기 쉽고, 10 nm 미만이면 연마 속도가 작아지는 경향이 있다.

본 발명에서 결정자 직경 및 결정 입계를 갖는 산화세륨 입자경은 주사형 전자 현미경(예를 들면, (주)히따찌 세이사꾸쇼 제조 S-900형)에 의한 관찰로 측정한다. 또한, 입자의 입자경은 그 입자의 긴 직경과 짧은 직경으로부터 구한다. 즉, 그 입자의 긴 직경과 짧은 직경을 측정하여 긴 직경과 짧은 직경의 곱의 평방근을 입자경으로 한다. 또한, 이렇게 해서 정해진 입자경으로부터 구해지는 구의 체적을 그 입자의 체적으로 한다.

또한, 중앙값은 체적 입자경 분포의 중앙값으로서, 입자경이 미세한 것으로부터 그 입자의 체적 비율을 적산하여 50%가 되었을 때의 입자경을 의미한다. 즉, 어느 한 구간 Δ 의 입자경 범위에 체적 비율 V_i % 양의 입자가 존재할 때, 구간 Δ 의 평균 입자경을 d_i 라 하면 입자경 d_i 의 입자가 V_i 체적% 존재한다고 한다. 입자경 d_i 가 작은 쪽으로부터 입자의 존재 비율 V_i (체적%)를 적산하여 $V_i=50$ %가 되었을 때의 d_i 를 중앙값으로 한다.

본 발명의 슬러리에 분산되는 기공을 갖는 산화세륨 입자의 기공율은 10 내지 30 %인 것이 바람직하다. 이 기공율의 산출 방법은, 피크노미터를 사용하여 측정(정제수, 20 °C)한 진밀도와 X선 리트벨트 해석으로 구한 이론 밀도비로부터 산출하였다. 기공을 갖는 산화세륨 입자의 세공 용적이 0.02 내지 0.05 cm³/g인 것이 바람직하다.

기공율이 10 % 미만이거나 또는 세공 용적이 0.02 cm³/g 미만이면, SiO₂ 절연막 등의 피연마면을 고속으로 연마할 수 있지만, 연마 흠이 발생하기 쉽다. 또한, 기공율이 30 %를 넘거나 또는 세공 용적이 0.05 cm³/g를 넘으면, SiO₂ 절연막 등의 피연마면에 연마 흠은 생기지 않지만, 연마 속도가 늦어지는 경향이 있다.

또한, 본 발명에서는 부피 밀도가 6.5 g/cm³ 이하인 산화세륨 입자가 분산되어 있는 슬러리가 제공된다. 산화세륨의 부피 밀도가 6.5 g/cm³를 넘으면, SiO₂ 절연막의 피연마면에 흠이 발생한다. 산화세륨의 부피 밀도는 5.0 내지 5.9 g/cm³가 바람직하고, 이 하한치 미만이면 연마 속도가 작아지고, 상한치를 넘으면 흠이 발생하기 쉽다. 또한, 본 명세서에서 사용한 부피 밀도는 피크노미터로 측정된 분체의 밀도이다. 측정에 있어서 피크노미터에 주입하는 액체로는 정제수를 사용하고, 20 °C에서 측정하였다.

본 발명의 슬러리에 분산된 산화세륨 입자를 구성하는 1차 입자의 가로세로비(aspect ratio)는 1 내지 2이고, 중앙값은 1.3이 바람직하다. 가로세로비는 주사형 전자 현미경(예를 들면, (주)히따찌 세이사꾸쇼 제조 S-900형)에 의한 관찰로 측정한다.

본 발명의 슬러리의 pH는 7 이상 10 이하가 바람직하고, 8 이상 9 이하가 보다 바람직하다.

또한, 슬러리는 pH를 조정한 후, 폴리에틸렌 등의 용기에 넣어 5 내지 55 °C에서 7일 이상, 보다 바람직하게는 30일 이상 방치하고 나서 사용하면 흠의 발생이 적어진다. 본 발명의 슬러리는 분산성이 우수하고, 침강 속도가 느리며, 직경 10 cm, 높이 1 m의 원주 용기 내 어느 높이에서도 2시간 방치 농도 변화율이 10 % 미만이었다.

또한, 본 발명에서는 2개 이상의 결정자로 구성되어 결정 입계를 갖는 산화세륨 입자를 포함하는 것으로, 입경 1 μm 이상의 산화세륨 입자가 산화세륨 입자 전체량의 0.1 중량% 이상을 차지하며, 결정 입계를 갖는 산화세륨 입자는 소정의 기판을 연마할 때, 붕괴되면서 연마하는 연마제가 제공된다. 입경 1 μm 이상의 산화세륨 입자의 함유량은 0.1 내지 50 중량%인 것이 바람직하고, 0.1 내지 30 중량% 인 것이 보다 바람직하다.

입경 1 μm 이상의 산화세륨 입자의 함유량의 측정은, 액 중 파티클 카운터를 사용하여 입자에 의해 차단된 투과광 강도를 측정함으로써 행하고, 측정 장치로서는 예를 들면, model 770 AccuSizer(상품명, Particle Sizing System, Inc. 제조)를 사용할 수 있다.

또한, 본 발명에서는 소정의 기판을 연마할 때, 결정 입계를 갖는 산화세륨 입자가 매체와 접촉하지 않은 새로운 면을 생성하면서 연마하는 연마제가 제공된다.

또한, 본 발명에서는 기판을 연마한 후, 원심 침강법에 의해 측정된 연마 전의 0.5 μm 이상의 산화세륨 입자 함유량에 대한 연마 후의 0.5 μm 이상의 산화세륨 입자 함유량의 비율이 0.001 이상이 되는 연마제가 제공된다. 또한, 원심 침강법은 원심력에 의해 침강시킨 입자를 투과광의 강도에 의해 산화세륨 입자 함유량을 측정하는 것이다. 측정 장치로는, 예를 들면 시마즈 세이사쿠쇼 SA-CP4L(상품명)을 사용할 수 있다.

또한, 본 발명에서는 기판을 연마한 후, 레이저 회절법에 의해 측정된 연마 후의 D 99 체적%의 산화세륨 입자경의, 연마전의 D 99 %의 산화세륨 입자경에 대한 비율이 0.4 이상 0.9 이하가 되는 연마제가 제공된다.

또한, 본 발명의 연마제에서는 소정의 기판을 연마한 후, 레이저 회절법에 의해 측정된 연마 후의 D 90 체적%의 산화세륨 입자경과 연마 전의 D 90 %의 산화세륨 입자경의 비가 0.7 이상 0.95 이하가 된다.

또한, "소정의 기판을 연마한 후"란, 연마 대상이 되는 기판을 유지하기 위한 기판 부착용 흡착 패드를 접착한 홀더에 소정의 기판을 셋트하고, 다공질 우레탄 수지로 제조된 연마 패드를 부착한 정반 위에 피연마면을 밀로 하여 홀더를 엮고, 다시 가공 하중이 300 g/cm²가 되도록 누름돌을 엮어 정반 위에 상기한 연마제를 50 ml/분의 속도로 적가하면서 정반을 30 rpm으로 1시간 회전시킴으로써 피연마면을 연마한 후를 의미한다. 이 때, 연마 후의 연마제는 순환시켜 재사용하고, 연마제의 총량은 750 ml로 한다.

레이저 회절법에 의한 측정은, 예를 들면 마루반 인스투루먼트사 제조 마스터 사이저 마이크로플러스(Master Sizer microplus, 굴절율: 1.9285, 광원: He-Ne 레이저, 흡수 0)에 의해 행할 수 있다.

또한, D 99 %, D 90 %는 체적 입자경 분포에 있어서 입자경이 미세한 것에서 그 입자의 체적 비율을 적산하여 각각 99 %, 90 %가 되었을 때의 입자경을 의미한다.

본 발명의 산화세륨 연마제가 사용되는 무기 절연막으로서, SiH₄ 또는 테트라에톡시실란을 Si원으로 하고, 산소 또는 오존을 산소원으로 한 CVD법에 의해 형성된 SiO₂막을 들 수 있다.

소정의 기판으로서 회로 소자와 알루미늄 배선이 형성된 단계의 반도체 기판, 회로 소자가 형성된 단계의 반도체 기판 등의 반도체 기판상에 SiO₂ 절연막층이 형성된 기판 등을 사용할 수 있다. 또한, 반도체 분리(샤로·트렌치 분리)의 목적으로 형성된 SiO₂ 절연막을 함유하는 기판도 사용할 수 있다. 이러한 반도체 기판상에 형성된 SiO₂ 절연막층을 상기 연마제로 연마함으로써, SiO₂ 절연막층 표면의 요철을 해소하고, 반도체 기판 전면에 걸쳐 평활한 면으로 할 수 있다. 여기에서, 연마 장치로서는 반도체 기판을 유지하는 홀더와 연마포(패드)를 부착한(회전수가 변경 가능한 모터 등을 부착한) 정반을 갖는 일반적인 연마 장치를 사용할 수 있다. 연마포로서는 일반적인 부직포, 발포 폴리우레탄, 다공질 불소 수지 등을 사용할 수 있으며, 특히 제한되지 않는다. 또한, 연마포에는 슬러리가 고이도록 흠 가공을 행하는 것이 바람직하다. 연마 조건에

제한은 없지만, 정반의 회전 속도는 반도체가 튀어나오지 않도록 100 rpm 이하의 저회전이 바람직하고, 반도체 기관에 가하는 압력은 연마 후에 흠이 발생하지 않도록 1 kg/cm² 이하가 바람직하다. 연마하는 동안, 연마포에는 슬러리를 펌프 등으로 연속적으로 공급한다. 공급량에 제한은 없지만, 연마포의 표면이 항상 슬러리로 피복되어 있는 것이 바람직하다.

연마 종료 후의 반도체 기관은 유수 중에서 잘 세정한 후, 스핀 드라이어 등을 사용하여 반도체 기관상에 부착된 물방울을 제거하고 나서 건조시키는 것이 바람직하다. 이와 같이 하여 평탄화된 SiO₂ 절연막층상에 제2층재의 알루미늄 배선을 형성하고, 그 배선 사이 및 배선상에 다시 상기 방법에 의해 SiO₂ 절연막을 형성한 후, 상기 산화세륜 연마제를 사용하여 연마함으로써 절연막 표면의 요철을 없애고, 반도체 기관 전면에 걸쳐 평활한 면으로 한다. 이 공정을 소정의 횟수로 반복함으로써 원하는 층수의 반도체를 제조한다.

본 발명의 산화세륜 연마제는 반도체 기관에 형성된 SiO₂ 절연막 뿐만 아니라, 소정의 배선을 갖는 배선판에 형성된 SiO₂ 절연막, 유리, 질화규소 등의 무기 절연막, 포토마스크·렌즈·프리즘 등의 광학 유리, ITO(산화주석인듐) 등의 무기 도전막, 유리 및 결정질 재료로 구성되는 광 집적 회로·광 스위칭 소자·광 도파로, 광 파이버의 단면, 신틸레이터 등의 광학용 단결정, 고체 레이저 단결정, 청색 레이저용 LED 사파이어 기관, SiC, GaP, GaAS 등의 반도체 단결정, 자기 디스크용 유리 기관, 자기 헤드 등을 연마하기 위하여 사용된다.

이와 같이 본 발명에서 소정의 기관이란, SiO₂ 절연막이 형성된 반도체 기관, SiO₂ 절연막이 형성된 배선판, 유리, 질화규소 등의 무기 절연막, 포토마스크·렌즈·프리즘 등의 광학 유리, ITO 등의 무기 도전막, 유리 및 결정질 재료로 구성되는 광 집적 회로·광 스위칭 소자·광도파로(光導婆路), 광 파이버의 단면, 신틸레이터 등의 광학용 단결정, 고체 레이저 단결정, 청색 레이저용 LED 사파이어 기관, SiC, GaP, GaAS 등의 반도체 단결정, 자기 디스크용 유리 기관, 자기 헤드 등을 포함한다.

<실시예 1>

(1) 산화세륜 입자의 제조

a. 산화세륜 입자 A의 제조

탄산세륜 수화물 2 kg을 백금제 용기에 넣어 800 °C에서 2시간, 공기 중에서 소성함으로써 황백색의 분말을 약 1 kg 얻었다. 이 분말의 상 동정을 X선 회절법으로 행하여 산화세륜인 것을 확인하였다.

얻어진 소성 분말의 입자경은 30 μm 내지 100 μm였다. 소성 분말 입자의 표면을 주사형 전자 현미경으로 관찰했더니, 산화세륜의 입계가 관찰되었다. 입계에 둘러싸인 산화세륜 결정자 직경을 측정했더니, 그 분포의 중앙값이 190 nm, 최대값이 500 nm였다.

이어서, 얻어진 소성 분말 1 kg을 제트 밀을 사용하여 건식 분쇄하였다. 분쇄 후의 입자를 주사형 전자 현미경으로 관찰했더니, 결정자 직경과 동일한 크기의 작은 단결정 입자 외에, 1 μm 내지 3 μm의 큰 다결정 입자와 0.5 μm 내지 1 μm의 다결정 입자가 혼재되어 있었다. 다결정 입자는 단결정 입자의 응집체는 아니었다. 분쇄에 의해 얻어진 산화세륜 입자를 이하 산화세륜 입자 A라고 한다.

b. 산화세륜 입자 B의 제조

탄산세륜 수화물 2 kg을 백금제 용기에 넣어 750 °C에서 2시간, 공기 중에서 소성함으로써 황백색의 분말을 약 1 kg 얻었다. 이 분말의 상 동정을 X선 회절법으로 행하여 산화세륜인 것을 확인하였다. 소성 분말의 입자경은 30 μm 내지 100 μm였다.

얻어진 소성 분말의 입자 표면을 주사형 전자 현미경으로 관찰했더니, 산화세륜의 입계가 관찰되었다. 입계에 둘러싸인 산화세륜 결정자 직경을 측정했더니, 그 분포의 중앙값이 141 nm, 최대값이 400 nm였다.

이어서, 얻어진 소성 분말 1 kg을 제트 밀을 사용하여 건식 분쇄하였다. 분쇄 후의 입자를 주사형 전자 현미경으로 관찰했더니, 결정자 직경과 동일한 크기의 작은 단결정 입자 외에, 1 μm 내지 3 μm 의 큰 다결정 입자와 0.5 μm 내지 1 μm 의 다결정 입자가 혼재되어 있었다. 다결정 입자는 단결정 입자의 응집체는 아니었다. 분쇄에 의해 얻어진 산화세륨 입자를, 이하 산화세륨 입자 B라고 한다.

(2) 연마제의 제조

a. 연마제 A, B의 제조

상기 (1)에서 얻어진 산화세륨 입자 A 또는 B 1 kg과, 폴리아크릴산 암모늄염 수용액(40 중량%) 23 g과, 탈이온수 8977 g을 혼합하여 교반하면서 초음파를 10분간 조사하여 산화세륨 입자를 분산시키고, 슬러리를 얻었다.

얻어진 슬러리를 1 μm 의 필터로 여과하고, 탈이온수를 더 첨가함으로써 고형분 3 중량%의 연마제를 얻었다. 산화세륨 입자 A 또는 B에서 얻어진 연마제를 이하, 각각 연마제 A 또는 B라고 한다. 상기 연마제 A, B의 pH는 각각 8.3, 8.3이었다.

연마제 중의 입자를 주사형 전자 현미경으로 관찰하기 위하여, 각 연마제를 각각 적당한 농도로 희석한 후 건조시키고, 그 중에 포함되어 있는 다결정 입자경을 측정했더니, 산화세륨 입자 A를 사용한 연마제 A에서는 중앙값이 825 nm, 최대값이 1230 nm였다. 또한, 산화세륨 입자 B를 사용한 연마제 B에서는 중앙값이 768 nm, 최대값이 1200 nm였다.

연마제 A를 건조하고, 얻어진 입자의 밀도(부피 밀도)를 피크노미터를 사용하여 측정했더니 5.78 g/ml였다. 또한, X선 리트벨트 해석에 의한 이론 밀도는 7.201 g/ml였다. 이들 값으로부터 기공율을 산출했더니 19.8 %였다. 슬러리를 건조하여 얻어진 입자에 대하여 B.J.H.법에 의해 그 세공 용적을 측정했더니 0.033 ml/g이었다.

이어서, 연마제의 분산성 및 분산 입자의 전하를 조사하기 위하여, 연마제 A, B의 제타 전위를 조사하였다. 즉, 대향하는 측면의 양극에 백금제 전극을 부착해 둔 측정 셀에 산화세륨 슬러리를 넣고, 양 전극에 10 V의 전압을 인가하였다. 전압을 인가함으로써 전하를 갖는 분산 입자는 그 전하와 반대극을 갖는 전극측으로 이동하였다. 이 이동 속도를 구함으로써 입자의 제타 전위를 구하였다. 제타 전위의 측정 결과, 연마제 A, B 모두 분산 입자가 각각 마이너스로 하전되어 -50 mV, -63 mV로 절대치가 크고 분산성이 양호한 것으로 확인되었다.

b. 연마제 A', B'의 제조

산화세륨 입자 A 또는 B 1 kg과, 폴리아크릴산 암모늄염 수용액(40 중량%) 23 g과, 탈이온수 8977 g을 혼합하여 교반하면서 초음파를 10분간 조사하여 산화세륨 입자를 분산시키고, 슬러리를 얻었다.

얻어진 슬러리를 0.8 μm 의 필터로 여과하고, 더욱 탈이온수를 첨가함으로써 고형분 3 중량%의 연마제를 얻었다. 산화세륨 입자 A 또는 B에서 얻어진 연마제를 이하, 각각 연마제 A' 또는 B'라고 한다. 상기 연마제 A', B'의 pH는 각각 8.3, 8.3이었다.

연마제 중의 입자를 주사형 전자 현미경으로 관찰하기 위하여 연마제 A', B'를 각각 적당한 농도로 희석하여 건조시킨 후, 포함되는 다결정 입자의 입경을 측정했더니, 산화세륨 입자 A를 사용하여 제조된 연마제 A'에서는 중앙값이 450 nm, 최대값이 980 nm였다. 또한, 산화세륨 입자 B를 사용하여 제조된 연마제 B'에서는 중앙값이 462 nm, 최대값이 1000 nm였다.

이어서, 연마제 중의 입자의 분산성, 및 분산 입자의 전하를 조사하기 위하여, 상술한 연마제 A, B의 경우와 동일하게 연마제 A', B'의 제타 전위를 조사했더니, 모든 연마제의 분산 입자가 마이너스로 하전되어 각각 -53 mV, -63 mV로 절대치가 크고, 분산성이 양호한 것으로 확인되었다.

(3) 절연막의 연마

홀더에 접촉된 기관 부착용 흡착 패드에 TEOS-플라즈마 CVD법으로 SiO₂ 절연막을 형성한 Si 웨이퍼를 흡착시켜 고정하였다. 이 홀더에 Si 웨이퍼를 유지한 채 절연막면을 밀므로 하여 다공질 우레탄 수지로 제조된 연마 패드를 부착한 정반 위에 탑재하고, 또한 가공 하중이 300 g/cm²가 되도록 누름돌을 얹었다.

이어서, 정반 위에 본 실시예에서 제조한 연마제 A, B, A' 또는 B'(고형분: 3 중량%)를 50 ml/분의 속도로 적가하면서 정반을 30 rpm으로 2분간 회전시켜 Si 웨이퍼 표면의 절연막을 연마하였다. 연마후 웨이퍼를 홀더에서 제거하고, 유수로 잘 세정한 후, 초음파 세정기에 의해 20분간 더 세정하였다. 세정한 후, 스펀 드라이어로 웨이퍼의 물방울을 제거하고, 120 °C의 건조기에서 10분간 건조시켰다.

건조 후의 웨이퍼에 대해서, 광 간섭식 막후 측정 장치를 사용하여 연마 전후의 SiO₂ 절연막의 막후 변화를 측정한 결과, 연마제 A를 사용한 경우는 600 nm(연마 속도: 300 nm/분), 연마제 B를 사용한 경우는 580 nm(연마 속도: 290 nm/분), 연마제 A'를 사용한 경우는 590 nm(연마 속도: 295 nm/분), 연마제 B'를 사용한 경우는 560 nm(연마 속도: 280 nm/분)의 절연막이 각각 깎여, 어떠한 연마제를 사용하더라도 웨이퍼 전면에 걸쳐 균일한 두께로 되어 있다는 것을 알았다. 또한, 광학 현미경을 사용하여 절연막 표면을 관찰했더니, 모두 명확한 흠은 보이지 않았다.

또한, 연마제 A를 사용하여 상술한 경우와 동일하게 Si 웨이퍼 표면의 SiO₂ 절연막을 연마하고, 연마 후의 연마제 A의 입경을 원심 침강식 입도 분포계에 의해 측정했더니, 0.5 μm 이상의 입자 함유량(체적%)의 연마 전 값에 대한 비율은 0.385였다. 단, 연마시의 정반을 회전시키는 시간은 1시간으로 하고, 순차 교환하면서 15장의 Si 웨이퍼를 연마하였다. 또한, 연마 후의 연마제는 순환시켜 재사용하고, 연마제의 총량은 750 ml로 하였다. 연마 후의 연마제 A의 입경을 레이저 산란식 입도 분포계에 의해 측정했더니, D 99 % 및 D 90 %에서의 입경은 연마 전 값에 대하여 각각 0.491, 0.804였다. 이들 값으로부터, 연마제 A는 붕괴되면서 연마하는 성질 및 매체와 접촉하지 않는 새로운 면을 생성하면서 연마하는 성질을 구비하고 있는 것으로 여겨진다.

<실시예 2>

(1) 산화세륨 입자의 제조

a. 산화세륨 입자 C의 제조

탄산세륨 수화물 2 kg을 백금제 용기에 넣어 700 °C에서 2시간, 공기 중에서 소성함으로써 황백색의 분말을 약 1 kg 얻었다. 이 분말의 상 동정을 X선 회절법으로 행하여 산화세륨인 것을 확인하였다. 얻어진 소성 분말의 입자경은 30 내지 100 μm였다. 소성 분말 입자의 표면을 주사형 전자 현미경으로 관찰했더니, 산화세륨의 입계가 관찰되었다. 입계에 둘러싸인 산화세륨 결정자 직경을 측정했더니, 그 분포의 중앙값이 50 nm, 최대값이 100 nm였다.

이어서, 얻어진 소성 분말 1 kg을 제트 밀을 사용하여 건식 분쇄하였다. 분쇄한 입자에 대하여 주사형 전자 현미경으로 관찰했더니, 결정자 직경과 동일한 크기의 작은 단결정 입자 외에, 2 μm 내지 4 μm의 큰 다결정 입자와 0.5 μm 내지 1.2 μm의 다결정 입자가 혼재되어 있었다. 다결정 입자는 단결정 입자의 응집체는 아니었다. 분쇄에 의해 얻어진 산화세륨 입자를, 이하 산화세륨 입자 C라고 한다.

b. 산화세륨 입자 D의 제조

탄산세륨 수화물 3 kg을 백금제 용기에 넣어 700 °C에서 2시간, 공기 중에서 소성함으로써 황백색의 분말을 약 1.5 kg 얻었다. 이 분말의 상 동정을 X선 회절법으로 행하여 산화세륨인 것을 확인하였다. 소성 분말의 입자경은 30 μm 내지 100 μm였다.

얻어진 소성 분말의 입자 표면을 주사형 전자 현미경으로 관찰했더니, 산화세륨의 입계가 관찰되었다. 입계에 둘러싸인 산화세륨 결정자 직경을 측정했더니, 그 분포의 중앙값이 30 nm, 최대값이 80 nm였다.

이어서, 얻어진 소성 분말 1 kg을 제트 밀을 사용하여 건식 분쇄하였다. 분쇄 후의 입자에 대하여 주사형 전자 현미경으로 관찰했더니, 결정자 직경과 동일한 크기의 작은 단결정 입자 외에, 1 μm 내지 3 μm의 큰 다결정 입자와 0.5 μm 내지 1 μm의 다결정 입자가 혼재되어 있었다. 다결정 입자는 단결정 입자의 응집체는 아니었다. 분쇄에 의해 얻어진 산화세륨 입자를, 이하 산화세륨 입자 D라고 한다.

c. 산화세륨 입자 E의 제조

탄산세륨 수화물 2 kg을 백금제 용기에 넣어 650 °C에서 2시간, 공기 중에서 소성함으로써 황백색의 분말을 약 1 kg 얻었다. 이 분말의 상 동정을 X선 회절법으로 행하여 산화세륨인 것을 확인하였다.

얻어진 소성 분말의 입자경은 30 μm 내지 100 μm 였다. 소성 분말 입자의 표면을 주사형 전자 현미경으로 관찰했더니 산화세륨의 입계가 관찰되었다. 입계에 둘러싸인 산화세륨 결정자 직경을 측정했더니, 그 분포의 중앙값이 15 nm, 최대값이 60 nm였다.

이어서, 얻어진 소성 분말 1 kg을 제트 밀을 사용하여 건식 분쇄하였다. 분쇄 후의 입자에 대하여 주사형 전자 현미경으로 관찰했더니, 결정자 직경과 동일한 크기의 작은 단결정 입자 외에, 1 μm 내지 3 μm 의 큰 다결정 입자와 0.5 μm 내지 1 μm 의 다결정 입자가 혼재되어 있었다. 다결정 입자는 단결정 입자의 응집체는 아니었다. 분쇄에 의해 얻어진 산화세륨 입자를, 이하 산화세륨 입자 E라고 한다.

d. 산화세륨 입자 F의 제조

탄산세륨 수화물 2 kg을 백금제 용기에 넣어 600 °C에서 2시간, 공기 중에서 소성함으로써 황백색의 분말을 약 1 kg 얻었다. 이 분말의 상 동정을 X선 회절법으로 행하여 산화세륨인 것을 확인하였다. 소성 분말의 입자경은 30 μm 내지 100 μm 였다.

얻어진 소성 분말의 입자 표면을 주사형 전자 현미경으로 관찰했더니, 산화세륨의 입계가 관찰되었다. 입계에 둘러싸인 산화세륨 결정자 직경을 측정했더니, 그 분포의 중앙값이 10 nm, 최대값이 45 nm였다.

이어서, 얻어진 소성 분말 1 kg을 제트 밀을 사용하여 건식 분쇄하였다. 분쇄 후의 입자에 대하여 주사형 전자 현미경으로 관찰했더니, 결정자 직경과 동일한 크기의 작은 단결정 입자 외에, 1 μm 내지 3 μm 의 큰 다결정 입자와 0.5 μm 내지 1 μm 의 다결정 입자가 혼재되어 있었다. 다결정 입자는 단결정 입자의 응집체는 아니었다. 분쇄에 의해 얻어진 산화세륨 입자를, 이하 산화세륨 입자 F라고 한다.

(2) 연마제의 제조

a. 연마제 C, D, E, F의 제조

상기 (1)에서 얻어진 산화세륨 입자 C, D, E 또는 F 1 kg과, 폴리아크릴산 암모늄염 수용액(40 중량%) 23 g과, 탈이온수 8977 g을 혼합하여 교반하면서 초음파를 10분간 조사하여 산화세륨 입자를 분산시키고, 슬러리를 얻었다.

얻어진 슬러리를 2 μm 의 필터로 여과하고, 더욱 탈이온수를 첨가함으로써 고형분 3 중량%의 연마제를 얻었다. 산화세륨 입자 C, D, E 또는 F에서 얻어진 연마제를, 이하 각각 연마제 C, D, E 또는 F라고 한다. 연마제 C, D, E 또는 F의 pH는 각각 8.0, 8.1, 8.4, 8.4였다.

연마제 중의 입자를 주사형 전자 현미경으로 관찰하기 위해서, 각 연마제를 각각 적당한 농도로 희석한 후 건조시키고, 그 중에 포함되어 있는 다결정 입자경을 측정했더니, 산화세륨 입자 C를 사용한 연마제 C에서는 중앙값이 882 nm, 최대값이 1264 nm였다. 또한, 산화세륨 입자 D를 사용한 연마제 D에서는 중앙값이 800 nm, 최대값이 1440 nm였다. 산화세륨 입자 E를 사용한 연마제 E에서는 중앙값이 831 nm, 최대값이 1500 nm였다. 산화세륨 입자 F를 사용한 연마제 F에서는 중앙값이 840 nm, 최대값이 1468 nm였다.

이어서, 연마제의 분산성 및 분산 입자의 전하를 조사하기 위하여, 연마제 C, D, E 또는 F의 제타 전위를 실시예 1과 동일하게 조사했더니, 모두 연마제의 입자가 마이너스로 하전되어 각각 -64 mV, -35 mV, -38 mV, -41 mV로 절대치가 크고, 분산성이 양호한 것으로 확인되었다.

b. 연마제 C', D', E', F'의 제조

산화세륨 입자 C, D, E 또는 F 1 kg과, 폴리아크릴산 암모늄염 수용액(40 중량%) 23 g과, 탈이온수 8977 g을 혼합하여 교반하면서 초음파를 10분간 조사하여 산화세륨 입자를 분산시키고, 슬러리를 얻었다.

얻어진 슬러리를 0.8 μm 의 필터로 여과하고, 더욱 탈이온수를 첨가함으로써 고형분 3 중량%의 연마제를 얻었다. 산화세륨 입자 C, D, E 또는 F에서 얻어진 연마제를, 이하 각각 연마제 C', D', E' 또는 F'라고 한다. 연마제 C', D', E' 또는 F'의 pH는 각각 8.0, 8.1, 8.4, 8.4였다.

연마제 중의 입자를 주사형 전자 현미경으로 관찰하기 위하여 연마제 C', D', E' 또는 F'를 각각 적당한 농도로 희석하여 건조시킨 후, 포함되는 다결정 입자의 입경을 측정했더니, 산화세륨 입자 C를 사용한 연마제 C'에서는 중앙값이 398 nm, 최대값이 890 nm였다. 또한, 산화세륨 입자 D를 사용한 연마제 D'에서는 중앙값이 405 nm, 최대값이 920 nm였다. 산화세륨 입자 E를 사용한 연마제 E'에서는 중앙값이 415 nm, 최대값이 990 nm였다. 산화세륨 입자 F를 사용한 연마제 F'에서는 중앙값이 450 nm, 최대값이 1080 nm였다.

이어서, 연마제 중의 입자의 분산성 및 분산 입자의 전하를 조사하기 위하여 실시예 1과 동일하게 각 연마제의 제타 전위를 조사했더니, 모두 연마제의 분산 입자가 마이너스로 하전되어 각각 -58 mV, -55 mV, -44 mV, -40 mV로 절대치가 크고, 분산성이 양호한 것으로 확인되었다.

(3) 절연막층의 연마

연마제로서 본 실시예에서 제조한 연마제 C, D, E, F, C', D', E' 또는 F'를 사용한 것 이외는, 실시예 1과 동일하게 하여 Si 웨이퍼 표면의 SiO_2 절연막을 연마하고 세정·건조하여 SiO_2 절연막의 막후 변화를 측정했더니, 연마제 C를 사용한 경우는 740 nm(연마 속도: 370 nm/분), 연마제 D를 사용한 경우는 730 nm(연마 속도: 365 nm/분), 연마제 E를 사용한 경우는 750 nm(연마 속도: 375 nm/분), 연마제 F를 사용한 경우는 720 nm(연마 속도: 360 nm/분), 연마제 C'를 사용한 경우는 700 nm(연마 속도: 350 nm/분), 연마제 D'를 사용한 경우는 690 nm(연마 속도: 345 nm/분), 연마제 E'를 사용한 경우는 710 nm(연마 속도: 355 nm/분), 연마제 F'를 사용한 경우는 710 nm(연마 속도: 355 nm/분)의 절연막이 각각 깎여, 어떠한 연마제를 사용하더라도 웨이퍼 전면에 걸쳐 균일한 두께로 되어 있는 것을 알았다. 또한, 광학 현미경을 사용하여 절연막 표면을 관찰했더니, 모두 명확한 흠은 보이지 않았다.

<비교예>

기공을 갖지 않는 실리카가 분산된 실리카 슬러리를 연마제로서 사용하고, 실시예 1, 2와 동일하게 하여 Si 웨이퍼 표면에 TEOS-CVD법에 의해 형성된 SiO_2 절연막의 연마를 행하였다. 이 슬러리의 pH는 10.3이고, SiO_2 입자를 12.5 중량% 포함하였다. 또한, 연마 조건은 실시예 1, 2와 동일하게 하였다.

연마 후의 절연막을 관찰했더니 연마에 의한 흠은 보이지 않았고, 또한 균일하게 연마가 이루어졌지만, 2분간의 연마에 의해 150 nm(연마 속도: 75 nm/분)의 절연막층밖에 깎을 수 없었다.

발명의 효과

상술한 바와 같이, 본 발명에 따르면 SiO_2 절연막 등의 피연마면을 흠 없이 고속으로 연마하는 것이 가능하다.