

(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(51) Int. Cl. ⁶ H01L 21/304	(11) 공개번호 (43) 공개일자	특2001-0004982 2001년01월15일
---	------------------------	------------------------------

(21) 출원번호	10-1999-0025761
(22) 출원일자	1999년06월30일
(71) 출원인	현대전자산업 주식회사 김영환
(72) 발명자	경기도 이천시 부발읍 아미리 산 136-1 박성기 경기도성만시분당구정자동엘지아파트204-901 유재근 서울특별시서초구잠원동73한신2차아파트113-911
(74) 대리인	신영무, 최승민

심사청구 : 있음

(54) 반도체 소자의 산화막 연마용 슬러리 제조 방법

요약

본 발명은 반도체 소자의 산화막 연마용 슬러리 제조 방법에 관한 것으로, 이소프로판올의 혼합비를 변화시키면서 TEOS를 증류수, 염산, 암모니아와 함께 이소프로판올에 용해시켜 가수분해하고, 이 가수분해의 결과물에 염산과 암모니아를 각각의 졸 조건에 따라 다른 비율로 첨가하고 반응시켜 각 졸 조건에 따른 콜로이달 실리카 졸을 제조하며, 각 콜로이달 실리카 졸 용액의 산도, 점도, 농도 등의 특성을 파악하고 각 콜로이달 실리카 졸 용액을 초임계건조반응시켜 실리카 연마제 분말을 제조한 후, 실리카 연마제 분말을 염기성 용액과 반응시켜 최종적인 슬러리를 제조하므로써, 선택할 수 있는 슬러리의 범위를 확장시킬 수 있고, 슬러리의 입도 균일성 및 연마 특성을 향상시킬 수 있는 반도체 소자의 산화막 연마용 슬러리 제조방법이 제시된다.

색인어

슬러리, TEOS, 이소프로판올, 졸-겔 분말합성법, 초임계건조

명세서

발명의 상세한 설명

발명의 목적

발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

본 발명은 반도체 소자의 산화막 연마용 슬러리 제조 방법에 관한 것이다.

일반적으로 CMP(Chemical Mechanical Polishing) 공정에서 산화막 평탄화용으로 사용되는 슬러리에는 염기성계의 용액에 미세한 실리카(SiO₂)가 포함되는데, 이와 같은 슬러리는 제조공정 후의 연마제의 형상에 따라 콜로이달계 실리카와 폼드 실리카로 대별할 수 있다.

콜로이달계 실리카의 제조 방법은 다음과 같다. 먼저, 출발물질로 소듐실리케이트에 물을 첨가하여 가수분해한다. 이후, 양이온 교환법에 의해 Na⁺, K⁺, Ca²⁺, Mg²⁺와 같은 알칼리 성분을 추출하고 산도(pH)가 2 내지 3인 산성 실리카졸을 1차적으로 결합시킨다. 여기에 연마 실리카 입자의 입도 안정성을 위하여 NaOH나 Na₂Si₂O₈과 같은 염기성 용액을 결합하여 최종 pH 범위가 10 내지 11인 산화막 연마용 실리카가 제조된다. 이러한 방법으로 제조된 상용 슬러리로는 Fujimi사의 4101 산화막용 슬러리와 Rodel사의 Klebosol 1050 산화막용 슬러리가 있다.

폼드 실리카의 제조 방법은 다음과 같다. 먼저, 출발물질로 실리콘클로라이드(SiCl₄)에 산소와 수소를 동시에 공급하면서 분무열분해 시켜 실리카 합성물을 얻는다. 이후, 이 실리카 합성물로부터 HCl 성분과 물 성분을 제거시키는 방법으로 1차 폼드 실리카 연마입자를 추출하고, 이를 염기성 용액에 분산제와 함께 기계적인 방법에 의해 분산시키므로써 슬러리가 제조된다. 이러한 방법으로 제조된 상용 슬러리에는 Cabot사의 SS 시리즈와 Moyco사의 P-1500 슬러리가 있다.

이러한 실리카계 슬러리의 제조공정 중에서, 1차로 합성된 연마제까지의 화학적인 제조공정을 정확하게 조절하는 것이 연마입자의 순도, 평균입자 크기와 분포 및 비중 등 최종 슬러리의 물성에 중요한 영향을 미치고 있기 때문에, 이에 대한 정밀한 검토 및 제어가 필요하게 된다. 실제적으로 상용되고

있는 일련의 슬러리들을 연마에 적용한 결과 다량의 스크래치(scratch)와 연마된 막 표면의 오염이 심각한 문제로 대두되고 있으며, 이는 슬러리 중에 포함된 연마입자들의 입도 불균일에 의한 것으로 판단되고 있다.

발명이 이루고자하는 기술적 과제

따라서, 본 발명은 졸-겔 분말합성 방법과 초임계건조 방법에 의하여 매우 균일화되고 작은 입자 크기를 갖는 실리카 분말의 코로이달 실리카 입자를 제조함으로써 슬러리의 입도 균일성을 향상시키고 연마 특성을 향상시킬 수 있는 반도체 소자의 산화막 연마용 슬러리 제조 방법을 제공하는데 그 목적이 있다.

상술한 목적을 달성하기 위한 본 발명에 따른 반도체 소자의 산화막 연마용 슬러리 제조 방법은 이소프로판올의 혼합비를 달리하면서 TEOS를 증류수, 염산, 암모니아와 함께 이소프로판올에 용해시켜 가수분해하는 단계; 상기 가수분해의 결과물에 염산과 암모니아를 각각의 졸 조건에 따라 다른 비율로 첨가하여 반응시키고, 이로 인하여 각각의 졸 조건에 따른 콜로이달 실리카 졸이 제조되는 단계; 상기 각 콜로이달 실리카 졸 용액의 산도, 점도, 농도 등의 특성을 파악하고 각 콜로이달 실리카 졸 용액을 초임계건조반응시켜 실리카 연마제 분말이 제조되는 단계; 상기 실리카 연마제 분말을 염기성 용액과 반응시키는 단계를 포함하여 이루어지는 것을 특징으로 한다.

발명의 구성 및 작용

본 발명은 슬러리를 제조하기 위한 연마입자의 제조 방법에 졸-겔 분말합성 방법과 초임계건조 방법을 도입하여, 균일도가 매우 우수하고 입자의 크기가 미세한 실리카 분말의 콜로이달 실리카 입자를 제조함으로써, 슬러리의 입도 불균일로 인한 단점을 보완하고 연마 특성이 우수한 슬러리를 제작할 수 있다. 더욱 구체적으로 설명하면 다음과 같다.

본 발명에 따른 슬러리의 연마입자를 제조하기 위한 출발물질로는 TEOS와 이소프로판올 및 증류수가 사용되고, 산성 및 염기성 촉매제로서 염산(HCl)과 암모니아(NH₄OH) 용액이 사용된다.

먼저, 일정량의 TEOS를 이소프로판올에 용해시킨다. 이때에는 점도에 따른 연마 입자의 크기를 조절하기 위하여 TEOS 및 증류수에 대한 이소프로판올의 혼합비를 변화시켜 반응시킨다. 예를 들어, TEOS : 이소프로판올 : 증류수 = 1 : X(X=3, 6, 9) : 10이 되도록 하고, 반응의 활성화 및 중합반응을 위하여 상온의 반응조에 칭량된 염산과 암모니아를 각각 몰비에 맞추어 첨가하고 반응시켜 1시간동안 빠르게 가수분해시킨다. 또한, 가수분해시에는 반응 속도를 빠르게 하기 위해 반응조를 강하게 교반시킨다. 이상과 같은 조건 하에서 이루어진 가수분해의 결과물에 이후 형성될 졸의 점도와 졸 내의 입자 크기를 조절하는 펃티제이션(petization)용으로 염산과 암모니아를 각각의 졸 조건에 따라 비율을 달리하여 첨가시키고 2시간동안 반응시켜 콜로이달 실리카 졸(sol)을 얻는다. 콜로이달 실리카 졸의 점도 및 최종 입자크기 조절을 위하여 첨가하는 염산의 양은 TEOS 1몰에 대하여 1.5 내지 2.0×10⁻³몰이 되도록 하고, 암모니아의 양은 TEOS 1몰에 대하여 7.5 내지 8.5×10⁻³몰이 되도록 한다. 이후, 합성된 각 콜로이달 실리카 졸 용액의 산도, 점도, 농도 등의 특성을 파악한다. 다음에, 이와 같이 제조된 여러 종류의 졸 용액을 250℃, 1100 내지 1160psi의 조건에서 초임계건조반응시켜 최종 슬러리를 제조하기 위한 실리카 연마제 분말을 확보한다. 이후, 실리카 연마제 분말을 염기성 용액과 결합함으로써, 최종 슬러리가 제조되게 된다.

발명의 효과

상술한 바와 같이 본 발명은 졸-겔 분말합성 방법과 초임계건조 방법에 의하여 매우 균일화되고 작은 입자 크기를 갖는 실리카 분말의 코로이달 실리카 입자를 제조함으로써, 선택할 수 있는 슬러리의 범위를 확장시킬 수 있으며, 슬러리의 입도 균일성을 향상시키고 우수한 연마 특성을 확보할 수 있는 효과가 있다.

(57) 청구의 범위

청구항 1

이소프로판올의 혼합비를 달리하면서 TEOS를 증류수와 함께 이소프로판올에 용해시켜 가수분해하는 단계;

상기 가수분해의 결과물에 염산과 암모니아를 각각의 졸 조건에 따라 다른 비율로 첨가하여 반응시키고, 이로 인하여 각각의 졸 조건에 따른 콜로이달 실리카 졸이 제조되는 단계;

상기 각 콜로이달 실리카 졸 용액의 산도, 점도, 농도 등의 특성을 파악하고 각 콜로이달 실리카 졸 용액을 초임계건조반응시켜 실리카 연마제 분말이 제조되는 단계;

상기 실리카 연마제 분말을 염기성 용액과 반응시키는 단계를 포함하여 이루어지는 것을 특징으로 하는 반도체 소자의 산화막 연마용 슬러리 제조 방법.

청구항 2

제 1 항에 있어서,

상기 TEOS, 증류수 및 이소프로판올의 혼합비는 TEOS : 이소프로판올 : 증류수 = 1 : X(X=3, 6, 9) : 10이 되도록 하는 것을 특징으로 하는 반도체 소자의 산화막 연마용 슬러리 제조 방법.

청구항 3

제 1 항에 있어서,

상기 가수분해는 1시간동안 실시하는 것을 특징으로 하는 반도체 소자의 산화막 연마용 슬러리 제조 방법.

청구항 4

제 1 항에 있어서,

상기 가수분해의 결과물에 염산과 암모니아를 첨가한 반응 과정은 2시간동안 진행되는 것을 특징으로 하는 반도체 소자의 산화막 연마용 슬러리 제조 방법.

청구항 5

제 1 항에 있어서,

상기 가수분해의 결과물에 첨가되는 염산의 양은 TEOS 1몰에 대하여 1.5 내지 2.0×10^{-3} 몰이 되도록 하고, 암모니아의 양은 TEOS 1몰에 대하여 7.5 내지 8.5×10^{-3} 몰이 되도록 하는 것을 특징으로 하는 반도체 소자의 산화막 연마용 슬러리 제조 방법.

청구항 6

제 1 항에 있어서,

상기 초임계건조반응은 250℃, 1100 내지 1160psi의 조건에서 실시하는 것을 특징으로 하는 반도체 소자의 산화막 연마용 슬러리 제조 방법.