



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2013년05월06일
(11) 등록번호 10-1259703
(24) 등록일자 2013년04월24일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
H01L 21/304 (2006.01) B24B 37/00 (2006.01)
C09K 3/14 (2006.01)
(21) 출원번호 10-2011-7003011
(22) 출원일자(국제) 2009년07월06일
심사청구일자 2011년09월30일
(85) 번역문제출일자 2011년02월09일
(65) 공개번호 10-2011-0046465
(43) 공개일자 2011년05월04일
(86) 국제출원번호 PCT/US2009/003955
(87) 국제공개번호 WO 2010/005543
국제공개일자 2010년01월14일
(30) 우선권주장
12/170,954 2008년07월10일 미국(US)
(56) 선행기술조사문헌
US20050136807 A1
US6332831 B1
JP2004204152 A
전체 청구항 수 : 총 18 항

(73) 특허권자
캐보트 마이크로일렉트로닉스 코포레이션
미국 60504 일리노이주 오로라 노쓰 코몬스 드라이브 870
(72) 발명자
발라수브라마니암 벤카타라마난
미국 60504 일리노이주 오로라 노쓰 커먼스 드라이브 870 캐보트 마이크로일렉트로닉스 코포레이션 리갈 디파트먼트 내
예웅 평-하
미국 60504 일리노이주 오로라 노쓰 커먼스 드라이브 870 캐보트 마이크로일렉트로닉스 코포레이션 리갈 디파트먼트 내
(74) 대리인
제일특허법인

심사관 : 정성용

(54) 발명의 명칭 니켈-인 연마 방법

(57) 요약

본 발명은, 니켈-인을 포함하는 기판 표면을, 습식-가공 실리카, 니켈-인을 산화시키는 산화제, 및 아미노폴리카복실산을 포함하는 pH 1 내지 5의 화학-기계적 연마 조성물과 접촉시키는 단계; 및 상기 니켈-인의 적어도 일부를 연삭하여 기판을 연마하는 단계를 포함하는, 기판 표면의 화학-기계적 연마 방법에 관한 것이다.

특허청구의 범위

청구항 1

(i) 니켈-인(phosphorous)을 포함하는 기관을 제공하는 단계,
 (ii) 상기 기관을, (a) 습식-가공 실리카, (b) 니켈-인을 산화시키는 산화제, 및 (c) 아미노폴리카복실산을 포함하는 pH 1 내지 5의 화학-기계적 연마 조성물과 접촉시키는 단계,
 (iii) 상기 연마 조성물을, 니켈-인의 적어도 일부를 연삭하도록 상기 기관에 대해 움직여, 기관을 연마하는 단계를 포함하는, 기관의 화학-기계적 연마 방법.

청구항 2

제 1 항에 있어서,
 상기 연마 조성물이 0.1 중량% 내지 5 중량%의 습식-가공 실리카를 포함하는, 연마 방법.

청구항 3

제 2 항에 있어서,
 상기 연마 조성물이 0.5 중량% 내지 3 중량%의 습식-가공 실리카를 포함하는, 연마 방법.

청구항 4

제 1 항에 있어서,
 상기 습식-가공 실리카가 20 nm 내지 125 nm의 평균 입자 크기를 갖는, 연마 방법.

청구항 5

제 1 항에 있어서,
 상기 산화제가 과산화 수소인, 연마 방법.

청구항 6

제 5 항에 있어서,
 상기 연마 조성물이 0.05 내지 0.5 중량%의 과산화 수소를 포함하는, 연마 방법.

청구항 7

제 1 항에 있어서,
 상기 아미노폴리카복실산이, 베타 알라닌다이아세트산, 메틸글리신 다이아세트산, 하이드록시에틸에틸렌다이아민트라이아세트산, 다이에틸렌트라이아민펜타아세트산, N,N-비스(카복실메틸)알라닌, 이들의 염, 및 이들의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택되는, 연마 방법.

청구항 8

제 1 항에 있어서,
 상기 아미노폴리카복실산이 메틸렌글리신다이아세트산인, 연마 방법.

청구항 9

제 1 항에 있어서,
 상기 아미노폴리카복실산이 하이드록시에틸에틸렌다이아민트라이아세트산인, 연마 방법.

청구항 10

제 1 항에 있어서,

상기 연마 조성물이 0.1 중량% 내지 5 중량%의 아미노폴리카복실산을 포함하는, 연마 방법.

청구항 11

제 10 항에 있어서,

상기 연마 조성물이 0.5 중량% 내지 2 중량%의 아미노폴리카복실산을 포함하는, 연마 방법.

청구항 12

제 1 항에 있어서,

상기 연마 조성물의 pH가 2 내지 4인, 연마 방법.

청구항 13

제 1 항에 있어서,

상기 연마 조성물의 pH가 2 내지 3인, 연마 방법.

청구항 14

제 1 항에 있어서,

상기 기판이, 니켈-인 코팅된 알루미늄 디스크를 포함하는, 연마 방법.

청구항 15

제 14 항에 있어서,

상기 디스크가 메모리 디스크인, 연마 방법.

청구항 16

삭제

청구항 17

삭제

청구항 18

삭제

청구항 19

제 1 항에 있어서,

상기 연마 조성물이,

(a) 0.1 중량% 내지 5 중량%의 축-중합된 실리카,

(b) 0.05 중량% 내지 0.5 중량%의 과산화 수소, 및

(c) 0.1 중량% 내지 5 중량%의 메틸글리신 다이아세트산 또는 하이드록시에틸에틸렌디아민트라이아세트산을 포함하며 2 내지 4의 pH를 갖는, 연마 방법.

청구항 20

제 19 항에 있어서,

상기 기판이, 니켈-인 코팅된 알루미늄 디스크를 포함하는, 연마 방법.

청구항 21

제 20 항에 있어서,

상기 디스크가 메모리 디스크인, 연마 방법.

명세서

기술분야

[0001] 본 발명은 니켈-인 연마 방법에 관한 것이다.

배경기술

[0002] 메모리 또는 강성(rigid) 디스크에서의 저장 용량 증가에 대한 요구 및 메모리 또는 강성 디스크의 소형화 경향 (컴퓨터 장치에서의 보다 소형의 하드 드라이브에 대한 요건 때문)으로 인해, 최대 성능을 보장하기 위한 이러한 디스크의 평탄화 또는 연마를 비롯한 메모리 또는 강성 디스크의 제조 공정의 중요성이 계속 강조되고 있다. 반도체 디바이스 제조와 관련된 몇몇 화학-기계적 연마(CMP) 조성물 및 사용 방법이 존재하지만, 통상의 CMP 방법 또는 상업적으로 입수가능한 CMP 조성물 중에서 메모리 또는 강성 디스크의 평탄화 또는 연마에 적합한 것은 거의 없다.

[0003] 저장 용량 증가에 대한 요구가 증가됨에 따라서, 이러한 메모리 또는 강성 디스크의 개선된 연마 방법에 대한 필요성이 존재한다. 용어 "메모리 또는 강성 디스크"는, 전자기 형태의 정보를 보유하는 임의의 자기 디스크, 하드 디스크, 강성 디스크 또는 메모리 디스크를 의미한다. 상기 메모리 또는 강성 디스크는 전형적으로 니켈-인을 포함하는 표면을 갖지만, 임의의 다른 적합한 물질을 포함할 수도 있다. 메모리 또는 강성 디스크에 대한 더 낮은 자기(magnetic) 헤드 비행 높이(flying height)를 요구하는 기록 밀도의 개선과 함께 디스크 드라이브의 기록 헤드와 메모리 또는 강성 디스크의 표면 사이의 거리가 감소되기 때문에, 메모리 또는 강성 디스크는 그 평탄성이 개선되어야 한다. 보다 낮은 자기 헤드 비행 높이를 가능케 하기 위해, 메모리 또는 강성 디스크의 표면 마감처리에 대한 개선이 요구된다.

[0004] 표면 조도(roughness)는, 실제적으로 성취가능한 디스크 표면과 디스크 드라이브의 기록 헤드 사이의 갭(gap)의 감소를 제한하기 때문에 메모리 디스크의 성능에 영향을 미치는 측정 표면의 고 주파수 단 파장 요소이다. 따라서, 성능 관점에서는 메모리 디스크의 표면 조도가 감소하는 것이 매우 바람직하다. 메모리 디스크용 연마 조성물에서 보다 작은 입자 크기를 갖는 연마제를 사용하여 표면 조도를 감소시키려는 시도가 수행되었다. 그러나, 전형적으로 보다 작은 연마제 입자는 메모리 디스크 표면의 제거 속도를 감소시키며, 이는 목적하는 표면 마감처리를 성취하는 데에 필요한 시간의 양을 증가시켜 제조 시간 및 비용을 증가시킨다. 따라서, 증가된 연마 속도를 보이면서 감소된 수준의 표면 조도를 생성하는 메모리 디스크의 연마 방법에 대한 요구가 당업계에 존재한다.

발명의 내용

[0005] 발명의 요약

[0006] 본 발명은,

[0007] (i) 니켈-인(phosphorous)을 포함하는 기판을 제공하는 단계,

[0008] (ii) 상기 기판을, (a) 습식-가공 실리카, (b) 니켈-인을 산화시키는 산화제, 및 (c) 아미노폴리카복실산을 포함하는 pH 1 내지 5의 화학-기계적 연마 조성물과 접촉시키는 단계,

[0009] (iii) 상기 연마 조성물을, 니켈-인의 적어도 일부를 연삭하도록 상기 기판에 대해 움직여 기판을 연마하는 단계

[0010] 를 포함하는, 기판의 화학-기계적 연마 방법을 제공한다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0011] 본 발명은 니켈-인을 포함하는 기관의 화학-기계적 연마 방법을 제공한다. 상기 방법은, (i) 니켈-인(phosphorous)을 포함하는 기관을 제공하는 단계, (ii) 상기 기관을, (a) 습식-가공 실리카, (b) 니켈-인을 산화시키는 산화제, 및 (c) 아미노폴리카복실산을 포함하는, 이들로 본질적으로 이루어진 또는 이들로 이루어진 pH 1 내지 5의 화학-기계적 연마 조성물과 접촉시키는 단계, (iii) 상기 연마 조성물을, 니켈-인의 적어도 일부를 연삭하도록 상기 기관에 대해 움직여 기관을 연마하는 단계를 포함한다.
- [0012] 상기 연마 조성물은 습식-가공 실리카를 포함한다. 습식 가공 실리카는, 가용성 실리카 전구체를 그의 수용액으로부터 중합시켜 제조되는 것을 특징으로 한다. 습식-가공 실리카는, 전형적으로 비응집된 개별적으로 불연속적인 입자를 포함하며, 이는 일반적으로 구형 또는 거의 구형의 형상이지만, 다른 형상(예컨대, 대체로 타원형, 사각형 또는 직사각형 단면을 갖는 형상)을 가질 수 있다. 이런 입자는 전형적으로 발연(fumed)(즉, 발열성) 실리카와는 구조적으로 상이하며, 상기 발연 실리카 입자는 휘발성 전구체의 플레임(flame) 가수분해를 통해 제조되고, 보다 높은 프랙탈 차원(fractal dimension)을 갖는 응집된 주 입자의 사슬형 구조를 갖는다.
- [0013] 습식-가공 실리카의 적합한 예는 축-중합된 실리카 및 염기-안정화된 콜로이드성 실리카를 포함한다. 축-중합된 실리카 입자는 전형적으로 $\text{Si}(\text{OH})_4$ 를 축합시켜 실질적으로 구형의 입자를 형성함에 의해 제조된다. 전구체 $\text{Si}(\text{OH})_4$ 는 예컨대 고 순도의 알콕시실란의 가수분해 또는 실리케이트 수용액의 산성화에 의해 수득될 수 있다. 이런 축-중합된 실리카 입자는 미국 특허 제5,230,833호에 따라 제조될 수 있거나, 다양한 상업적으로 입수가능한 제품, 예컨대 EKA 케미칼즈의 바인드질(BINDZIL) 50/80, 30/310, 40/130 및 40/170 제품, 후소(Fuso) PL-1, PL-2, PL-3, PL-3H 및 PL-7 제품, 뿐만 아니라 듀폰, 바이엘, 어플라이드 리서치 및 클라리언트 등으로부터 입수가능한 다른 유사 제품 중 임의의 것으로서 수득될 수 있다.
- [0014] 염기-안정화된 콜로이드성 실리카 입자는, 예컨대 9 내지 11의 pH를 갖는 알칼리 실리케이트 용액으로부터 유도된 규산으로부터 제조될 수 있으며, 이때 실리케이트 음이온은, 수성 분산액의 형태로 목적하는 평균 입자 크기를 갖는 불연속적 실리카 입자를 생성하는 중합을 수행한다. 콜로이드성 실리카는 나트륨 하이드록사이드와 같은 염기의 존재에 의해 안정화된다. 본 발명에 사용하기에 적합한 상업적으로 입수가능한 콜로이드성 실리카의 비제한적 예는 스노우텍스(SNOWTEX)TM 제품(니산 케미칼), 넥스실(NEXSIL)TM 및 넥스실 ATM 계열 제품(나이아콜(Nyacol) 나노테크놀러지스 인코포레이티드), TX13112, TX11005, DVSTS006, 1034A, 1050, 2327, 및 2329 제품(날코 케미칼), 및 레바실(LEVASIL)TM 제품(H. C. 스타크)을 포함한다.
- [0015] 습식-가공 실리카 연마제 입자는 전형적으로 4 nm 내지 200 nm의 평균 입자 크기(예컨대 평균 입자 직경)를 갖는다. 예컨대, 습식-가공 실리카 연마제 입자는 4 nm 이상, 10 nm 이상, 20 nm 이상, 30 nm 이상, 40 nm 이상 또는 50 nm 이상의 평균 입자 크기를 가질 수 있다. 또한, 다르게는, 습식-가공 실리카 연마제 입자는 200 nm 이하, 150 nm 이하, 125 nm 이하, 110 nm 이하, 100 nm 이하 또는 50 nm 이하의 평균 입자 크기를 가질 수 있다. 일부 실시양태에서, 습식-가공 실리카 연마제 입자는 4 nm 내지 40 nm(예컨대 8 nm 내지 30 nm)의 평균 입자 크기를 갖는다. 다른 실시양태에서, 습식-가공 실리카 연마제 입자는 40 nm 내지 90 nm(예컨대 50 nm 내지 80 nm)의 평균 입자 크기를 갖는다. 또 다른 실시양태에서, 습식-가공 실리카 입자는 90 nm 내지 200 nm(예컨대 100 nm 내지 150 nm)의 평균 입자 크기를 갖는다. 일반적으로, 보다 작은 입자 크기를 갖는 실리카의 사용은 보다 작은 표면 조도를 생성하지만, 보다 큰 입자 크기를 갖는 실리카의 사용에 비해 제거 속도가 더 낮다는 단점이 존재한다. 여기서, 입자 크기는 입자를 포함하는 최소 구의 직경을 의미한다.
- [0016] 상기 연마 조성물은 전형적으로 0.1 중량 이상(예컨대, 0.2 중량% 이상, 또는 0.5 중량% 이상)의 습식-가공 실리카를 포함한다. 바람직하게는, 상기 연마 조성물은 5 중량% 이하(예컨대, 4 중량% 이하, 또는 3 중량% 이하)의 습식-가공 실리카를 포함한다. 보다 바람직하게는, 상기 연마 조성물은 0.1 중량% 내지 5 중량%(예컨대, 0.2 중량% 내지 4 중량%, 또는 0.5 중량% 내지 3 중량%)의 습식-가공 실리카를 포함한다.
- [0017] 바람직하게는 실리카는 연마 조성물 중에, 보다 구체적으로는 연마 조성물의 물 중에 현탁된다. 실리카가 연마 조성물 중에 현탁되는 경우, 실리카는 바람직하게는 콜로이드적으로 안정하다. 용어 "콜로이드"는, 물 중 실리카 입자의 현탁액을 의미한다. "콜로이드 안정성"은, 시간 경과에 대한 현탁액의 유지능을 의미한다. 본 발명의 문맥에서 "실리카"는, 물 중 실리카의 현탁액을 100 ml 눈금 실린더에 넣고, 2시간 동안 비교반된 상태로 정치시켰을 때에, 상기 눈금 실린더의 하부 50 ml 내의 입자 농도([B], g/ml)와 상기 눈금 실린더의 상부 50 ml 내의 입자 농도([T], g/ml) 간의 차를 실리카 조성물 중의 초기 입자 농도([C], g/ml)로 나눈 것이 0.5 이하일 경우(즉, $\frac{[B]-[T]}{[C]} \leq 0.5$)에 콜로이드적으로 안정한 것으로 고려된다. $\frac{[B]-[T]}{[C]}$ 값은 소망하게는

0.3 이하이고, 바람직하게는 0.1 이하이다.

- [0018] 상기 연마 조성물은, 니켈-인을 산화시키는 산화제를 포함한다. 상기 니켈-인을 산화시키는 산화제는 상기 연마 조성물의 pH에서 적합한 산화 전위를 갖는 임의의 제제일 수 있다. 전형적으로, 상기 니켈-인을 산화시키는 산화제는 과산화물이다. 적합한 과산화물의 비제한적 예는 과산화 수소, 알킬 하이드로퍼옥사이드(예컨대, t-부틸 하이드로퍼옥사이드), 과산화 나트륨 등을 포함한다. 바람직하게는, 상기 니켈-인을 산화시키는 산화제는 과산화 수소이다.
- [0019] 상기 연마 조성물은 전형적으로 0.01 중량% 이상(예컨대, 0.05 중량% 이상 또는 0.1 중량% 이상)의 니켈-인을 산화시키는 산화제를 포함한다. 바람직하게는, 상기 연마 조성물은 2 중량% 이하(예컨대, 1 중량% 이하, 0.5 중량% 이하, 0.4 중량% 이하, 0.3 중량% 이하 또는 0.2 중량% 이하)의 니켈-인을 산화시키는 산화제를 포함한다. 보다 바람직하게는, 상기 연마 조성물은 0.01 중량% 내지 1 중량%(예컨대, 0.05 중량% 내지 0.5 중량%, 또는 0.05 중량% 내지 0.4 중량%)의 니켈-인을 산화시키는 산화제를 포함한다.
- [0020] 상기 연마 조성물은 아미노폴리카복실산을 포함한다. 본원의 문맥에서, 용어 "아미노폴리카복실산"은, 하나 이상의 아미노 작용기 및 2개 이상의 카복실산 작용기를 포함하는 화합물을 의미한다. 상기 아미노 작용기(들)는 1급 아미노 기(들), 2급 아미노 기(들) 또는 3급 아미노 기(들)일 수 있지만, 바람직하게는 3급 아미노 기(들)이다. 바람직하게는, 상기 아미노폴리카복실산은 β -알라닌다이아세트산, 메틸글리신 다이아세트산, 하이드록시메틸에틸렌다이아민트리아세트산, 다이메틸렌트리아민펜타아세트산, N,N-비스(카복시메틸)알라닌, 이들의 염, 및 이들의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택된다. 보다 바람직하게는, 상기 아미노폴리카복실산은 메틸글리신다이아세트산 또는 하이드록시메틸에틸렌다이아민트리아세트산이다.
- [0021] 전술된 아미노폴리카복실산은 염, 산, 또는 이들의 부분적 염의 형태로 존재할 수 있음이 이해될 것이다. 예컨대, 아미노다이카복실산은 아미노다이카복실산뿐만 아니라 이의 일염 및 이염을 포함한다. 또한, 상기 아미노폴리카복실산은 아미노 작용기의 산 염 형태로 존재할 수 있다. 아미노폴리카복실산의 적당한 카복실레이트 염은 예컨대 나트륨 염, 칼륨 염, 암모늄 염, 테트라알킬암모늄 염(예컨대, 테트라메틸암모늄 염) 등을 포함한다. 아미노 작용기(들)의 적합한 산 염은 염산 염, 황산 염 등을 포함한다.
- [0022] 상기 연마 조성물은 전형적으로 0.1 중량% 이상(예컨대, 0.2 중량% 이상 또는 0.5 중량% 이상)의 아미노폴리카복실산을 포함한다. 바람직하게는, 상기 연마 조성물은 5 중량% 이하(예컨대, 4 중량% 이하, 3 중량% 이하 또는 2 중량% 이하)의 아미노폴리카복실산을 포함한다. 보다 바람직하게는, 상기 연마 조성물은 0.1 중량% 내지 5 중량%(예컨대, 0.2 중량% 내지 4 중량%, 또는 0.5 중량% 내지 2 중량%)의 아미노폴리카복실산을 포함한다.
- [0023] 임의의 특정 이론에 구속됨이 없이, 상기 아미노폴리카복실산은 착화제로서 작용하고, 본 발명의 방법이 니켈-인을 포함하는 기관의 연마에 사용되는 경우 생성되는 니켈 이온을 격리시키는 역할을 하여 유리 니켈 이온에 의해 촉진되는 니켈-인을 산화시키는 산화제의 분해를 최소화시키는 것으로 여겨진다.
- [0024] 바람직하게는, 상기 연마 조성물은 1 이상(예컨대, 2 이상)의 pH를 가질 것이다. 바람직하게는, 상기 연마 조성물은 5 이하(예컨대, 4 이하 또는 3 이하)의 pH를 가질 것이다. 보다 바람직하게는, 상기 연마 조성물은 2 내지 4(예컨대, 2 내지 3)의 pH를 가질 것이다.
- [0025] 상기 연마 조성물의 pH는 임의의 적합한 수단에 의해 성취 및/또는 유지될 수 있다. 보다 구체적으로는, 상기 연마 조성물은 pH 조절제, pH 완충제 또는 이들의 조합을 추가로 포함할 수 있다. 상기 pH 조절제는 임의의 적합한 pH-조절 화합물일 수 있다. 예컨대, 상기 pH 조절제는 질산, 수산화 칼륨 또는 이들의 조합일 수 있다. pH 완충제는 임의의 적합한 완충제, 예컨대 포스페이트, 설페이트, 아세테이트, 보레이트, 암모늄 염 등일 수 있다. 상기 연마 조성물은 임의의 적당량의 pH 조절제 및/또는 pH 완충제를 포함할 수 있으나, 단 적당량의 완충제는 본원에 개시된 범위 내로 상기 연마 조성물의 pH를 달성 및/또는 유지하기 위해 사용된다.
- [0026] 상기 연마 조성물은 임의적으로 살생물제를 추가로 포함한다. 상기 살생물제는 임의의 적합한 살생물제, 예컨대 이소티아졸리논 살생물제일 수 있다. 상기 연마 조성물에서 사용되는 살생물제의 양은 전형적으로 1 ppm 내지 500 ppm, 바람직하게는 10 ppm 내지 200 ppm이다.
- [0027] 상기 연마 조성물은 임의의 적합한 기법으로 제조될 수 있고, 이들 중 다수는 당업자에게 공지되어 있다. 상기 연마 조성물은 배취식 또는 연속식 공정으로 제조될 수 있다. 일반적으로, 연마 조성물은 임의의 순서로 성분들을 조합시킴에 의해 제조될 수 있다. 본원에 사용된 용어 "성분"은 개별적 요소(예컨대, 실리카, 니켈-인을 산화시키는 산화제, 아미노폴리카복실산 등)뿐만 아니라 요소들(예컨대, 실리카, 니켈-인을 산화시키는 산화제,

아미노폴리카복실산, 임의적 살생물제 등)의 임의의 조합물을 포함한다.

- [0028] 예컨대, 실리카는 물에 분산될 수 있다. 그 후 아미노폴리카복실산 및 임의적 살생물제가 첨가되고, 상기 성분들을 연마 조성물에 혼입시킬 수 있는 임의의 방법에 의해 혼합될 수 있다. 니켈-인을 산화시키는 산화제는 연마 조성물의 제조 동안 임의의 시점에서 첨가될 수 있다. 상기 연마 조성물은 사용 전에 제조될 수 있으며, 사용 직전에(예컨대, 사용 전 1분 내에, 사용 전 1시간 내에 또는 사용 전 7일 내에) 연마 조성물에 하나 이상의 성분, 예컨대 니켈-인을 산화시키는 산화제가 첨가된다. 또한 상기 연마 조성물은 연마 조작 동안 기관의 표면에서 성분들을 혼합시킴에 의해 제조될 수도 있다.
- [0029] 상기 연마 조성물은 실리카, 니켈-인을 산화시키는 산화제, 아미노폴리카복실산, 임의적 살생물제 및 물을 포함하는 1-팩키지 시스템으로서 공급될 수 있다. 다르게는, 실리카가 물 중 분산액으로서 제 1 용기에 공급될 수 있고, 아미노폴리카복실산 및 임의적 살생물제가 건조 형태로 또는 물 중 용액 또는 분산액으로서 제 2 용기에 공급될 수 있다. 니켈-인을 산화시키는 산화제는 상기 연마 조성물의 다른 성분들과는 별도로 공급되고, 최종 사용자에 의해 사용 직전에(예컨대, 사용 전 1분 내에, 사용 전 10분 내에, 사용 전 1시간 내에, 사용 전 1일 내에 또는 사용 전 1주일 내에) 연마 조성물의 다른 성분들과 합쳐진다. 제 1 용기 또는 제 2 용기 내의 성분은 건조 형태일 수 있고, 다른 용기 내의 성분은 수성 분산액 형태일 수 있다. 또한, 제 1 및 제 2 용기 내의 성분들이 상이한 pH 값, 다르게는 실질적으로 유사하거나 심지어 동일한 pH 값을 갖는 것이 적합하다. 연마 조성물 성분들의 다른 2-용기 조합 또는 3 이상-용기 조합은 당업자의 지식 범위 내에 있다.
- [0030] 본 발명의 연마 조성물은, 사용 전에 적당량의 물로 희석되도록 의도된 농축물로서 제공될 수 있다. 이런 실시양태에서, 연마 조성물 농축물은 실리카, 아미노폴리카복실산, 임의적 살생물제 및 물을, 니켈-인을 산화시키는 산화제와 함께 또는 상기 산화제 없이, 적절한 양의 물 및 니켈-인을 산화시키는 산화제(적절한 양으로 이미 존재하지 않는 경우)로, 상기 농축물 희석 시에 연마 조성물의 각 성분이 각 성분에게 대해 상기 기재된 적절한 범위 내의 양으로 존재하도록 하는 양으로 포함할 수 있다. 예컨대, 실리카, 아미노폴리카복실산 및 임의적 살생물제는, 농축물이 적합한 양의 니켈-인을 산화시키는 산화제와 함께 동 부피의 물(예컨대, 각각 2배 부피의 물, 3배 부피의 물, 또는 4배 부피의 물)로 희석되는 경우 각 성분이 각 성분에게 대해 상기 기재된 범위 내의 양으로 연마 조성물 내에 존재하게 되도록, 각 성분에게 대해 상기 기재된 농도보다 2배(예컨대, 3배, 4배 또는 5배)인 양으로 각각 농축물에 존재할 수 있다. 또한, 당업자에게 이해되는 바와 같이, 상기 농축물은 확실하게 다른 성분들이 농축물 내에 적어도 부분적으로 또는 완전히, 용해되도록 최종 연마 조성물 내에 존재하는 적정 분율의 물을 함유할 수 있다.
- [0031] 본 발명의 방법을 이용하여 연마되는 기관은 니켈-인을 함유하는 임의의 적합한 기관일 수 있다. 바람직한 기관은 니켈-인을 포함하는 층을 하나 이상 포함한다. 특히 적합한 기관은, 메모리 또는 강성 디스크, 예컨대 니켈-인으로 코팅된 알루미늄 디스크를 포함하지만, 이로 한정되지는 않는다.
- [0032] 본 발명의 연마 방법은 화학-기계적 연마(CMP) 장치와 관련한 사용에 특히 적합하다. 전형적으로, 상기 장치는, 사용 시에 움직이며 궤도형, 선형 또는 원형 운동에 기인하는 속도를 갖는 평판(platen), 상기 평판과 접촉하며 움직일 때에 상기 평판과 함께 움직이는 연마 패드, 및 기관이 상기 연마 패드의 표면과 접촉되어 그 표면에 대해 움직이게 함으로써 연마되도록 기관을 고정시키는 캐리어를 포함한다. 기관의 연마는, 기관을 상기 연마 패드 및 본 발명의 연마 조성물과 접촉하도록 위치시키고, 그 후 상기 연마 패드를 기관에 대해 움직이게 하여 상기 기관의 적어도 일부를 연삭하여 기관을 연마함으로써 수행된다.
- [0033] 기관은 임의의 적합한 연마 패드(예컨대, 연마 표면)를 사용하여 화학-기계적 연마 조성물로 평탄화 또는 연마될 수 있다. 적합한 연마 패드는 예컨대 제직 및 부직 연마 패드를 포함한다. 또한, 적합한 연마 패드는 다양한 밀도, 경도, 두께, 압축능, 압축 시 리바운드되는 능력, 및 압축 모듈러스를 갖는 임의의 적합한 중합체를 포함할 수 있다. 적합한 중합체는 예컨대 폴리비닐클로라이드, 폴리비닐플루오라이드, 나일론, 플루오로카본, 폴리카보네이트, 폴리에스터, 폴리아크릴레이트, 폴리에터, 폴리에틸렌, 폴리아미드, 폴리우레탄, 폴리스티렌, 폴리프로필렌, 이들의 공형성된 제품 및 이들의 혼합물을 포함한다.
- [0034] 바람직하게는, 상기 CMP 장치는 동일 반응계 내 연마 종점(endpoint) 검출 시스템을 추가로 포함하며, 이 중 다수는 당업계에 공지되어 있다. 작업편의 표면으로부터 반사되는 광 또는 다른 복사선을 분석함으로써 연마 공정을 조사 및 모니터링하는 기법이 당업계에 공지되어 있다. 이런 방법은 예컨대 미국 특허 제5,196,353호, 미국 특허 제5,433,651호, 미국 특허 제5,609,511호, 미국 특허 제5,643,046호, 미국 특허 제5,658,183호, 미국 특허 제5,730,642호, 미국 특허 제5,838,447호, 미국 특허 제5,872,633호, 미국 특허 제5,893,796호, 미국 특허 제5,949,927호, 및 미국 특허 제5,964,643호에 기재되어 있다. 바람직하게는, 연마되는 작업편에 대한 연마

공정의 진행의 조사 및 모니터링은 연마 종점, 즉 특정 작업편에 대한 연마 공정의 종결 시점의 결정을 가능케 한다.

[0035] 기관의 제거 속도는 임의의 적합한 기법을 이용하여 측정될 수 있다. 기관의 제거 속도 측정에 적합한 임의의 기법의 예는, 본 발명의 연마 방법의 사용 전후에 기관을 칭량하여 단위 연마 시간 당 제거된 기관의 양(이는 단위 연마 시간 당 제거된 기관의 두께의 관점에서의 제거 속도와 관련될 수 있다)을 결정하는 것, 및 본 발명의 연마 방법의 사용 전후에 기관의 두께를 측정하여 단위 연마 시간 당 기관의 제거 속도를 직접 결정하는 것을 포함한다.

[0036] 표면 조도의 측정은 당업계에 공지되어 있다. 기관 표면 조도 측정에 적합한 기법은, 표면 프로파일측정법(profilometry), 광 산란 기법, 간섭굴절측정법(interferometry) 및 원자력 현미경법을 포함한다. 표면 조도 측정에 유용한 장비는 슈미트 인더스트리즈(오리건주 포틀랜드 소재), 라이트머시너리 인코포레이티드(캘리포니아주 소재) 및 비코 인스트루먼트(뉴욕주 플레인필드 소재)로부터 상업적으로 입수가능하다.

[0037] 하기 실시예는 본 발명을 추가로 예시하지만, 당연히 어떠한 경우에도 본 발명의 범위를 한정하는 것으로 해석되어서는 안 된다.

[0038] 실시예 1

[0039] 이 실시예는 본 발명의 연마 방법에 의해 성취가능한, 니켈-인에서 관찰된 제거 속도에 대한 착화제의 효과를 보여 준다.

[0040] 니켈-인 코팅된 알루미늄 디스크를 포함하는 유사한 기관을 14개의 상이한 연마 조성물(조성물 1A 내지 1N)로 별도로 연마하였다. 각 조성물 1A 내지 1N은 1.8 중량% 콜로이드 실리카, 착화제로서의 글리신 또는 메틸글리신다이아세트산, 과산화 수소 및 물을 포함하였고, pH는 2.35이었다. 조성물 1A 내지 1C는 0.8 중량% 글리신, 110 nm의 평균 입자 크기를 갖는 콜로이드성 실리카, 및 각각 0.10 중량%, 0.20 중량% 또는 0.45 중량%의 과산화 수소를 함유하였다. 조성물 1D 내지 1F는 1.0 중량% 메틸글리신다이아세트산, 110 nm의 평균 입자 크기를 갖는 콜로이드성 실리카, 및 각각 0.10 중량%, 0.20 중량% 또는 0.45 중량%의 과산화 수소를 함유하였다. 조성물 1G 및 1H는 0.8 중량% 글리신, 70 nm의 평균 입자 크기를 갖는 콜로이드성 실리카, 및 각각 0.20 중량% 또는 0.45 중량%의 과산화 수소를 함유하였다. 조성물 1I 및 1J는 1.0 중량% 메틸글리신다이아세트산, 70 nm의 평균 입자 크기를 갖는 콜로이드성 실리카, 및 각각 0.20 중량% 또는 0.45 중량%의 과산화 수소를 함유하였다. 조성물 1K 및 1L은 0.8 중량% 글리신, 23 nm의 평균 입자 크기를 갖는 콜로이드성 실리카, 및 각각 0.20 중량% 또는 0.45 중량%의 과산화 수소를 함유하였다. 조성물 1M 및 1N은 1.0 중량% 메틸글리신다이아세트산, 23 nm의 평균 입자 크기를 갖는 콜로이드성 실리카, 및 각각 0.20 중량% 또는 0.45 중량%의 과산화 수소를 함유하였다.

[0041] 연마 후, 니켈-인에 대한 제거 속도를 각 조성물에 대해 측정하였다. 그 결과를 표 1에 기재하였다.

표 1

조성물	착화제	H ₂ O ₂ 중량%	Ni-P 제거 속도(mg/분)
1A(비교예)	글리신	0.10	6.04
1B(비교예)	글리신	0.20	7.21
1C(비교예)	글리신	0.45	7.42*
1D(본발명)	메틸글리신다이아세트산	0.10	6.60
1E(본발명)	메틸글리신다이아세트산	0.20	8.55
1F(본발명)	메틸글리신다이아세트산	0.45	9.54
1G(비교예)	글리신	0.20	6.74
1H(비교예)	글리신	0.45	6.47*
1I(본발명)	메틸글리신다이아세트산	0.20	7.48
1J(본발명)	메틸글리신다이아세트산	0.45	8.15
1K(비교예)	글리신	0.20	4.07
1L(비교예)	글리신	0.45	4.18*
1M(본발명)	메틸글리신다이아세트산	0.20	6.07
1N(본발명)	메틸글리신다이아세트산	0.45	7.01

[0043] * 2회 실험의 평균

[0044] 상기 표 1에 기재된 결과로부터 명확한 바와 같이, 조성물 1D 내지 1F(메틸글리신다이아세트산 및 110 nm의 평균 입자 크기를 갖는 콜로이드성 실리카를 함유)는 조성물 1A 내지 1C(글리신 및 110 nm의 평균 입자 크기를 갖는 콜로이드성 실리카를 함유)에서 나타난 니켈-인 제거 속도보다 약 9.3% 내지 29% 큰 니켈-인 제거 속도를 보였고, 0.45 중량% 과산화 수소를 함유한 조성물 1C와 1F간에서 최대 차이(20%)를 보였다. 조성물 1I 및 1J(메틸글리신다이아세트산 및 70 nm의 평균 입자 크기를 갖는 콜로이드성 실리카를 함유)는 조성물 1G 및 1H(글리신 및 70 nm의 평균 입자 크기를 갖는 콜로이드성 실리카를 함유)에서 나타난 니켈-인 제거 속도보다 각각 약 11% 및 26% 큰 니켈-인 제거 속도를 보였다. 조성물 1M 및 1N(메틸글리신다이아세트산 및 23 nm의 평균 입자 크기를 갖는 콜로이드성 실리카를 함유)은 조성물 1K 및 1L(글리신 및 23 nm의 평균 입자 크기를 갖는 콜로이드성 실리카를 함유)에서 나타난 니켈-인 제거 속도보다 각각 약 49% 및 68% 큰 니켈-인 제거 속도를 보였다.

[0045] 실시예 2

[0046] 이 실시예는 본 발명의 연마 방법의 이용에 의한 니켈-인에서 관찰된 표면 조도에 대한 착화제의 효과를 보여 준다.

[0047] 니켈-인 코팅된 알루미늄 디스크를 포함하는 유사한 기관을 실시예 1에 기재된 14개의 상이한 연마 조성물(조성물 1A 내지 1N)로 별도로 연마하였다. 연마 후, 상기 기관들의 평균 표면 조도("R_a")를, 슈미트 인더스트리즈(오리건주 포틀랜드 소재)로부터 입수한 광 산란 텍스처 측정 장치를 사용하여 측정하고, 그 결과를 표 2에 기재하였다.

표 2

[0048]

조성물	착화제	H ₂ O ₂ 중량%	R _a (Å)
1A(비교예)	글리신	0.10	0.62
1B(비교예)	글리신	0.20	0.69
1C(비교예)	글리신	0.45	0.71*
1D(본발명)	메틸글리신다이아세트산	0.10	0.48
1E(본발명)	메틸글리신다이아세트산	0.20	0.58
1F(본발명)	메틸글리신다이아세트산	0.45	0.75
1G(비교예)	글리신	0.20	0.47
1H(비교예)	글리신	0.45	0.50
1I(본발명)	메틸글리신다이아세트산	0.20	0.43
1J(본발명)	메틸글리신다이아세트산	0.45	0.47
1K(비교예)	글리신	0.20	0.32
1L(비교예)	글리신	0.45	0.33*
1M(본발명)	메틸글리신다이아세트산	0.20	0.32
1N(본발명)	메틸글리신다이아세트산	0.45	0.33

[0049] * 2회 실험의 평균

[0050] 상기 표 2에 기재된 결과로부터 명확한 바와 같이, 조성물 1D 및 1E(메틸글리신다이아세트산, 110 nm의 평균 입자 크기를 갖는 콜로이드성 실리카, 및 0.1 중량% 및 0.20 중량% 과산화 수소를 각각 함유)의 사용은, 니켈-인 코팅된 알루미늄을 포함하는 기관의 연마에 사용 시에 조성물 1A 및 1B(1.0 중량% 메틸글리신다이아세트산 대신 0.8 중량% 글리신을 함유한 것을 제외하고는 조성물 1D 및 1E와 동일함)를 사용하여 얻은 표면 조도보다 각각 약 23% 내지 19% 작은 표면 조도를 획득하였다. 조성물 1F(메틸글리신다이아세트산, 110 nm의 평균 입자 크기를 갖는 콜로이드성 실리카, 및 0.45 중량% 과산화 수소를 함유)의 사용은, 조성물 1C(1.0 중량% 메틸글리신다이아세트산 대신 0.8 중량% 글리신을 함유한 것을 제외하고는 조성물 1F와 동일함)를 사용하여 얻은 표면 조도보다 약 5.6% 큰 표면 조도를 획득하였다. 조성물 1I 및 1J(메틸글리신다이아세트산, 70 nm의 평균 입자 크기를 갖는 콜로이드성 실리카, 및 0.2 중량% 및 0.45 중량% 과산화 수소를 각각 함유)의 사용은, 조성물 1G 및 1H(1.0 중량% 메틸글리신다이아세트산 대신 0.8 중량% 글리신을 함유한 것을 제외하고는 조성물 1I 및 1J와 동일함)를 사용하여 얻은 표면 조도보다 각각 약 8.5% 내지 6% 작은 표면 조도를 획득하였다. 조성물 1M 및 1N

(메틸글리신다이아세트산 및 23 nm의 평균 입자 크기를 갖는 콜로이드성 실리카를 함유)의 사용은, 조성물 1K 및 1L(1.0 중량% 메틸글리신다이아세트산 대신 0.8 중량% 글리신을 함유한 것을 제외하고는 조성물 1M 및 1N과 동일함)을 사용하여 얻은 표면 조도와 대략적으로 동일한 표면 조도를 수득하였다.

[0051] 실시예 3

[0052] 이 실시예는 본 발명의 연마 방법의 이용에 의한 니켈-인에서 관찰된 표면 조도에 대한 착화제의 효과를 보여 준다.

[0053] 니켈-인 코팅된 알루미늄 디스크를 포함하는 유사한 기관을 7개의 상이한 연마 조성물(조성물 3A 내지 3G)로 별도로 연마하였다. 조성물 3A 내지 3G 각각은 2.35의 pH에서 물 중 1.8 중량% 콜로이드 실리카(70 nm의 평균 입자 크기를 가짐) 및 0.45 중량% 과산화 수소를 함유하였다. 조성물 3A 내지 3G는 각각 0.8 중량% 글리신, 2.0 중량% 글리콜산, 0.8 중량% 시트르산, 0.8 중량% 타르타르산, 0.8 중량% 알라닌, 0.8 중량% 하이드록시에틸에틸렌다이아민트라이아세트산 및 0.8 중량% 메틸글리신다이아세트산을 추가로 함유하였다.

[0054] 연마 후, 니켈-인에 대한 제거 속도를 측정하고, 그 결과를 표 3에 기재하였다.

표 3

조성물	착화제	Ni-P 제거 속도(mg/분)
3A(비교예)	글리신	7.0 [*]
3B(비교예)	글리콜산	7.4
3C(비교예)	시트르산	6.8
3D(비교예)	타르타르산	6.3
3E(비교예)	알라닌	6.8
3F(본발명)	하이드록시에틸에틸렌다이아민트라이아세트산	7.7
3G(본발명)	메틸글리신다이아세트산	8.6

[0056] ^{*} 2회 실험의 평균

[0057] 상기 표 3에 기재된 결과로부터 명확한 바와 같이, 조성물 3F(하이드록시에틸에틸렌다이아민트라이아세트산을 함유)는 조성물 3A 내지 3D에서 나타난 제거 속도보다 약 4.1% 내지 22% 큰 니켈-인 제거 속도를 보였다. 조성물 3G(메틸글리신다이아세트산을 함유)는 조성물 3A 내지 3D에서 나타난 제거 속도보다 약 16% 내지 37% 큰 니켈-인 제거 속도를 보였다.

[0058] 실시예 4

[0059] 이 실시예는 본 발명의 연마 방법의 이용에 의한 니켈-인에서 관찰된 표면 조도에 대한 착화제의 효과를 보여 준다.

[0060] 니켈-인 코팅된 알루미늄 디스크를 포함하는 유사한 기관을 5개의 상이한 연마 조성물(조성물 4A 내지 4E)로 별도로 연마하였다. 상기 조성물 각각은 2.35의 pH에서 물 중 1.8 중량% 콜로이드 실리카(70 nm의 평균 입자 크기를 가짐) 및 0.45 중량% 과산화 수소를 함유하였다. 조성물 4A 내지 4E는 각각 0.8 중량% 글리신, 1.8 중량% 글리콜산, 3.0 중량% 글리콜산, 1.0 중량% 하이드록시에틸에틸렌다이아민트라이아세트산 및 1.0 중량% 메틸글리신다이아세트산을 추가로 함유하였다.

[0061] 연마 후, 상기 기관들의 평균 표면 조도("R_a")를, 슈미트 인더스트리즈(오리건주 포틀랜드 소재)로부터 입수한 광 산란 텍스처 측정 장치를 사용하여 측정하고, 그 결과를 표 4에 기재하였다.

표 4

조성물	착화제	R _a (Å)
4A	글리신	0.51 [*]
4B	글리콜산(1.8 중량%)	0.56
4C	글리콜산(3.0 중량%)	0.53

4D	하이드록시에틸에틸렌디아민트라이아세트산	0.45
4E	메틸글리신다이아세트산	0.46

[0063] * 3회 실험의 평균

[0064] 상기 표 4에 기재된 결과로부터 명확한 바와 같이, 조성물 4D(하이드록시에틸에틸렌디아민트라이아세트산을 함유)의 사용은, 니켈-인 코팅된 알루미늄을 포함하는 기관의 연마에 사용 시에 조성물 4A 내지 4C를 사용하여 얻은 표면 조도보다 약 12% 내지 20% 작은 표면 조도를 수득하였다. 조성물 4E(메틸글리신다이아세트산을 함유)의 사용은, 니켈-인 코팅된 알루미늄을 포함하는 기관의 연마에 사용 시에 조성물 4A 내지 4C를 사용하여 얻은 표면 조도보다 약 9.8% 내지 18% 작은 표면 조도를 수득하였다.