

WO 2005/010966 A1



CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE,
IT, LU, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF,
BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN,
TD, TG).

2文字コード及び他の略語については、定期発行される
各*PCT*ガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語
のガイダンスノート」を参照。

添付公開書類:

— 国際調査報告書

明 細 書

ウエーハの研磨方法

技術分野

- [0001] 本発明は、シリコンウエーハ等のウエーハを研磨するための研磨方法の改良に関する。

背景技術

- [0002] 従来、メモリーデバイスなどに用いられる半導体基板材料として用いられるシリコンウエーハの製造方法は、一般にチョクラルスキー (Czochralski; CZ) 法や浮遊帯域溶融 (Floating Zone; FZ) 法等を使用して単結晶インゴットを製造する単結晶成長工程と、この単結晶インゴットをスライスし、少なくとも一主面が鏡面状に加工されるウエーハ製造 (加工) 工程とからなる。このように製造された鏡面研磨ウエーハ上にデバイスが形成される。
- [0003] 更に詳しくウエーハ製造 (加工) 工程について示すと、単結晶インゴットをスライスして薄円板状のウエーハを得るスライス工程と、該スライス工程によって得られたウエーハの割れ、欠けを防止するためにその外周部を面取りする面取り工程と、このウエーハを平坦化するラッピング工程と、面取り及びラッピングされたウエーハに残留する加工歪みを除去するエッチング工程と、そのウエーハ表面を鏡面化する研磨 (ポリッシング) 工程と、研磨されたウエーハを洗浄して、これに付着した研磨剤や異物を除去する洗浄工程を有している。上記ウエーハ加工工程は、主な工程を示したもので、他に平面研削工程や、熱処理工程等の工程が加わったり、同じ工程を多段で行ったり、工程順が入れ換えられたりする。
- [0004] 特に研磨工程では、粗研磨と称される1次研磨工程と精密研磨と称される仕上げ研磨工程に区分けされ、場合により1次研磨工程を更に2工程以上に分け、1次、2次研磨工程等と称されている。
- [0005] 研磨工程では、定盤上で回転する研磨布と、研磨ヘッドのウエーハ支持盤に支持されたエッチング済みのシリコンウエーハ等を、適切なる圧力で接触させて研磨する。この際にコロイダルシリカを含有したアルカリ溶液 (スラリー、研磨剤などと呼ばれる)

が用いられている。このような研磨剤を研磨布とシリコンウエーハの接触面に添加することにより、研磨剤とシリコンウエーハがメカノケミカル作用を起こし研磨が進行する。

- [0006] 研磨装置には様々な形態のものが用いられており、例えば、図3に示すように1つの研磨ヘッドに複数枚のウエーハを保持した状態で研磨するバッチ式のものがある。図3において、研磨装置Aは回転軸37により所定の回転数で回転せしめられる研磨定盤30を有している。該研磨定盤30の上面には研磨布Pが貼設されている。
- [0007] 33はワーク保持盤で上部荷重35を介して回転シャフト38によって回転せしめられるとともに揺動手段によって揺動せしめられる。複数枚のウエーハWは接着の手段によってワーク保持盤33の下面に保持された状態で上記研磨布Pの表面に押し付けられ、同時にスラリー供給装置(図示せず)よりスラリー供給管34を通して所定の流量でスラリー(研磨剤)39を研磨布P上に供給し、このスラリー39を介してウエーハWの被研磨面が研磨布P表面と摺擦されてウエーハWの研磨が行われる。
- [0008] その他に、1つの研磨ヘッドに1枚のウエーハを保持し研磨する枚様式の研磨装置などもある。またウエーハの保持方法も真空吸着により保持するものや、ワーク保持盤にワックスにより貼り付けるもの、水の表面張力等を利用して貼り付けるものなど種々の形態がある。これらは片面を研磨するタイプの研磨装置であるが、この他にも両面を同時に研磨する研磨装置もある。

発明の開示

発明が解決しようとする課題

- [0009] このような研磨工程を行いウエーハを平坦かつ鏡面状に研磨したウエーハ表面において、更にエピタキシャル成長等を行うと欠陥が観察されることがあった。鋭意調査するとエピ基板となる研磨後の鏡面ウエーハの状態では線状の欠陥(以下この欠陥を線状欠陥と呼ぶ)が観察された。またこの欠陥は研磨工程で発生していることが明らかになった。
- [0010] 線状欠陥は、従来の検査装置ではほとんど検出できないような微小な欠陥であるが、例えばコンフォーカル光学系のレーザー顕微鏡を用いシリコンウエーハの表面を観察すると容易に観察される。その特徴としては図2に示すように高さが数nmで長さ

が概ね $0.5\mu\text{m}$ 以上である線状でかつ突起状の欠陥である。

- [0011] 従って、本発明の目的は、このような線状欠陥が生じないようにしたウエーハ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

- [0012] 本発明者が鋭意調査したところ、この線状欠陥の発生要因の一つとして研磨剤が原因であることが明らかになった。

- [0013] 特に従来用いていたpH調整用の Na_2CO_3 が過剰に添加された場合など、このような欠陥の発生につながることもある。これは研磨剤の主成分として用いられているシリカが Na_2CO_3 の過剰添加によってマイクロ凝集してしまい、ウエーハ表面に悪影響を与えるものと考えられる。

- [0014] つまり、研磨剤中に含まれているシリカの形状、シリカの粒径及びその分散度合いが大きく影響していることが明らかとなった。そこで、本発明のウエーハの研磨方法の第1の態様は、回転可能なウエーハ保持板にウエーハを保持し、回転可能な定盤に貼付された研磨布に研磨剤を供給するとともに前記ウエーハと研磨布を摺接させてウエーハ表面を研磨する方法において、研磨剤として略球形状のシリカを主成分とし、更に有機塩基又はその塩を含有するアルカリ溶液を用い研磨することを特徴とする。

- [0015] 本発明のウエーハの研磨方法の第2の態様は、回転可能なウエーハ保持板にウエーハを保持し、回転可能な定盤に貼付された研磨布に研磨剤を供給するとともに前記ウエーハと研磨布を摺接させてウエーハ表面を研磨する方法において、研磨剤として略均一に分散されたシリカを有し、該シリカの形状が略球形状であり、かつシリカの平均粒子径が 12nm 以下であるアルカリ溶液を用い研磨することを特徴とする。

- [0016] 特に、分散状態でのシリカの平均粒子径が 5nm ～ 10nm 、特に好ましくはシリカの最大粒子径が 12nm 以下であると良い。このような条件であれば、線状欠陥を著しく低減できる。

- [0017] 好ましくは、上記アルカリ水溶液のpHが 10 ～ 13 の状態で行研磨する。また、好ましくは研磨中のpH調整に Na_2CO_3 を用いる。このような条件であれば、研磨速度も向上しかつ安定した研磨速度を得ることができる。 Na_2CO_3 はシリカの凝集の原因のひとつ

つではあるが、pHの調整が行いやすく操業上取り扱いやすい。

- [0018] 本発明のウエーハの研磨方法の第2の態様において用いられる研磨剤は、本発明のウエーハの研磨方法の第1の態様の場合と同様に、上記シリカを主成分とし、更に有機塩基又はその塩を含有するアルカリ溶液とすることができる。
- [0019] 有機塩基又はその塩は、炭酸ナトリウム(Na_2CO_3)の代わりに添加されてもよく、また炭酸ナトリウムと併用して添加されても良い。有機塩基又はその塩としては、特に第4級アンモニウム水酸化物などが用いることができ、例えば以下のような化学種のものがある。
- [0020] 第4級アンモニウム水酸化物としては、テトラメチルアンモニウムハイドロオキシド(TMAH)、テトラエチルアンモニウムハイドロオキシド(TEAH)、メチルトリエチルアンモニウムハイドロオキシド、テトラプロピルアンモニウムハイドロオキシド、テトラブチルアンモニウムハイドロオキシド、メチルトリブチルアンモニウムハイドロオキシド、セチルトリメチルアンモニウムハイドロオキシド、コリン、トリメチルベンジルアンモニウムハイドロオキシドなどがあげられる。
- [0021] このような有機塩基又はその塩を添加することで分散性を向上させ、シリカの凝集が防止でき、線状欠陥の発生を抑制できる。但し、これらの有機塩基及びその塩は、必ずしも分散性が良くならない場合があるので、複数のアミンや第4級アンモニウム水酸化物を組み合わせ使用することが好ましい。
- [0022] このようにシリカを均一に分散させる為に、有機塩基又はその塩、例えば、第4級アンモニウム水酸化物、特にTMAHを添加した研磨剤を用いると良い。この有機塩基又はその塩の添加量としては、使用する研磨剤の溶解限界まで添加することが好ましい。このようにすれば研磨速度も向上でき、さらに研磨後の洗浄で除去しやすい。また、 Na_2CO_3 が過剰に添加された場合でも、凝集が起こりづらい。なお、上記した第4級アンモニウム水酸化物、例えば、TMAHそのものは分散剤ではないが、その分子が立体構造を有する為、シリカの凝集を妨げる作用を有すると考えられる。
- [0023] 上記ウエーハとしてはシリコンウエーハをあげることができる。特に鏡面研磨工程の粗研磨工程(1次研磨及び2次研磨工程)で実施することが好ましい。このような工程でシリカ濃度が2〜20重量%で使用するのが好適である。

[0024] このような工程ではウエーハの研磨代が $1\mu\text{m}$ 以上と比較的多く、また研磨圧力等の研磨条件も厳しく設定して、研磨速度が比較的早く処理されている。そのため、比較的機械的作用も大きく、研磨剤とウエーハが接触することによって線状欠陥も発生しやすい工程である。従って、このような工程で本発明のウエーハの研磨方法を実施することで線状欠陥の発生が防止できる。

発明の効果

[0025] 本発明のウエーハの研磨方法によれば、ウエーハの研磨後に現れていた線状欠陥の発生を防止し、優れた表面状態の鏡面ウエーハを製造できる。

図面の簡単な説明

[0026] [図1]本発明方法に用いられる研磨装置及びスラリー供給循環システムを示す側面的概略説明図である。

[図2]コンフォーカル光学系によるレーザー顕微鏡によりウエーハ表面に観察される線状欠陥の1例を示す写真である。

[図3]研磨装置の1例を示す側面的概略説明図である。

符号の説明

[0027] 30:研磨定盤、33:ワーク保持盤、34:スラリー供給管、35:上部荷重、37:回転軸、38:回転シャフト、39:スラリー、39a:スラリー新液、39b:使用済スラリー、50:スラリー供給タンク、52:スラリー調合タンク、54:スラリー原液投入管、56:純水投入管、58:添加剤投入管、60, 74:pHメータ、62:スラリー新液供給管、64:スラリー回収槽、66:排水口、68:スラリー回収管、70:ポンプ、72:pH調整剤供給管、A:研磨装置、B:スラリー供給循環システム、P:研磨布、W:ウエーハ。

発明を実施するための最良の形態

[0028] 以下、本発明のウエーハの研磨方法に用いられる研磨装置及びスラリー供給循環システムの1例を添付図面によって説明する。

[0029] 図1は本発明の研磨方法に用いられる研磨装置及びスラリー供給循環システムの1例を示す側面的概略説明図である。

[0030] 図1において、研磨装置Aは、前述した図3に示した研磨装置の構成と同様の構成

を有している。この研磨装置Aにスラリー供給循環システムBが付設されている例で説明する。即ち、該研磨装置Aは回転軸37により回転せしめられる研磨定盤30を有している。該研磨定盤30の上面には研磨布Pが貼設されている。

- [0031] 33はワーク保持盤で上部荷重35を介して回転シャフト38によって回転せしめられるとともに揺動手段によって揺動せしめられる。複数枚のウエーハWはワーク保持盤33の下面に保持された状態で上記研磨布Pの表面に押し付けられ、同時にスラリー供給循環システムBのスラリー供給タンク50よりスラリー供給管34を通してスラリー（研磨剤）39を研磨布P上に供給し、このスラリー39を介してウエーハWの被研磨面が研磨布P表面に摺接されてウエーハWの研磨が行われる。
- [0032] 上記スラリー供給タンク50の上方にはスラリー調合タンク52が設置されている。該スラリー調合タンク52にはスラリー原液を投入するスラリー原液投入管54、純水を投入する純水投入管56及びpH調整剤や有機塩基などの添加剤を投入する添加剤投入管58がそれぞれ設けられ、所望の組成割合のスラリー新液39aを調合することができるようになっている。60は該スラリー調合タンク52内で調合されたスラリー新液39aのpHを測定するpHメータであり、該スラリー新液39aのpH管理が行われる。
- [0033] 該スラリー調合タンク52内で調合されたスラリー新液39aはスラリー新液供給管62を通してスラリー供給タンク50に供給される。一方、スラリー供給管34を通して研磨布Pに供給されたスラリー39は研磨作用を行いつつ流下し定盤30の下方に設けられたスラリー回収槽64に回収される。この回収された使用済みスラリー39bは該スラリー回収槽64の底部に開口された排水口66に接続するスラリー回収管68を通してスラリー供給タンク50にポンプ70によって圧送され回収される。72はスラリー供給タンク50にpH調整剤を供給するためのpH調整剤供給管である。
- [0034] したがって、該スラリー供給タンク50には使用済みスラリー39b、スラリー新液39a及びpH調整剤が供給され、所望の組成割合の研磨用スラリー39を作製することができる。74は該スラリー供給タンク50内に作製されたスラリー39のpHを測定するpHメータであり、該スラリー39のpH管理が行われる。
- [0035] このような構成のスラリー供給循環システムBを研磨装置Aに接続することによって、使用済みスラリー39bを回収して循環使用することができ、スラリーの有効利用を図る

ことができる。なお、このようにスラリーを循環して使用する場合、研磨屑（例えば、研磨布屑）の量によっては、研磨屑を除去するようなフィルター等をスラリー回収管68またはスラリー供給管34等に適宜設置する。

[0036] 続いて、本発明のウェーハの研磨方法についてさらに詳述する。本発明のウェーハの研磨方法に用いる研磨剤は、固形成分、各種添加剤、純水からなるアルカリ溶液である。

[0037] 上記研磨剤の固形成分は略球形の形状をしたシリカであり、かつ有機塩基及びその塩を含むことで分散性を良くしたものが用いられる。また、上記研磨剤としては略均一に分散されたシリカを有し、特に分散状態でのシリカの平均粒子径が12nm以下、好ましくは5〜10nmの範囲内にあるものも用いられる。平均粒子径が5nm未満であると、球形の状態のシリカを製造するのが難しくなり形状の安定性が悪化し、12nmを超えると、線状欠陥の発生が増えてしまうために好ましくない。

[0038] なお、本発明のウェーハの研磨方法において用いる研磨剤中の分散状態でのシリカは平均粒子径が上記範囲内であれば良いが、好ましくは個々のシリカの粒子径が上記範囲を超えないようにすると良い。つまり最大粒径が12nm以下であることが好ましい。なお、平均粒径や最大粒径はBET法により確認した値である。

[0039] 更に、本発明方法に用いるシリカは、本発明方法で用いるウェーハ研磨剤中の分散状態でのシリカ平均粒子径及び形状が上記の通りとなり得るものであればどのようなものでも使用することができ、例えば、シリカ微粉末であってもよいが、水ガラスから製造される水性コロイダルシリカ（シリカゾル）液を使用するのが分散安定性の点から好ましい。又、水性コロイダルシリカ液がアルカリ性のものであると、ウェーハの研磨剤としてのpH条件に調整し易いので好ましい。但し、この時のシリカの形状は略球状である必要がある。形状が崩れるほど線状欠陥の発生が増えてしまう。このようなアルカリ性コロイダルシリカは、一般に市販されている製品を使用することもできる。

[0040] また、本発明のウェーハの研磨方法で用いる研磨剤は、pHが10〜13に調整されたものが好ましい。特に研磨剤の使用時（研磨時）にはpH10.5〜11.5の範囲で使用することが好ましい。pHが上記範囲未満であると研磨効率が悪く実用性に乏しく、pHが上記範囲を超えると研磨剤（シリカ）の凝集が起こる可能性があるために好

ましくない。なお、pHの調整は使用前に任意の公知アルカリ剤（例えば、NaOH、KOH、アンモニア、有機アミン等）を添加剤として使用して調整することができる。また、研磨に使用された研磨剤は繰り返し再利用（循環使用）されておりこのような場合、pHコントロールしやすい Na_2CO_3 などにより微調整される。

- [0041] 更に、本発明の研磨方法で用いる研磨剤は、シリカが十分に分散されている必要がある。シリカ粒子同士が凝集しないような処理または添加剤を添加すると好ましい。分散させる為の方法は特に限定するものではないが、例えば、有機塩基又はその塩を添加する。
- [0042] 有機塩基及びその塩としては、特に第4級アンモニウム水酸化物などを用いることができる。特にその分子が立体構造を有しており、シリカの凝集を妨げる作用を有する有機塩基及びその塩が好ましい。
- [0043] 特に、シリカを十分に分散させる為にテトラメチルアンモニウムハイドロオキシド(TMAH)を添加すると良い。このようにTMAHを研磨剤中に添加するとシリカ表面をTMAHが覆うように作用し(吸着し)、シリカ同士が凝集されることが低減され、均一な分散状態を維持できる。同様に表面が活性な状態のシリカ粒子の表面にアルミをコートしたりして、シリカ粒子同士が凝集せず、分散性の良い状態の研磨剤を用いても良い。
- [0044] シリカ粒子は分散していれば分散しているほど好ましい為、有機塩基等の添加はできるだけ多くすることが好ましい。しかし、有機塩基の中には重金属を含有しているものもあり、ウエーハを汚染させないようなレベルで添加する。
- [0045] 特にTMAHは重金属の影響もなく、できるだけ多く添加することが好ましく、研磨剤中に溶解する限界まで添加すればよいが、少なくとも研磨剤全量に対し5重量%以上添加する。なお、TMAHの溶解の上限は使用する溶媒（通常純水にアルカリ成分を添加したもの）や使用温度等により変化する。
- [0046] ウエーハを研磨するための研磨剤（特に原液）の固形成分（シリカ）濃度は、特に限定するものではなく固形成分（シリカ）濃度が5〜80重量%、好ましくは10〜70重量%で製造すればよいが、これを研磨に使用する際には水で組成物全体の固形成分濃度（シリカ濃度）を2〜20重量%に希釈して使用する。研磨時の濃度等は研磨装

置の形態や研磨条件等により適宜設定すればよい。

[0047] このような構成を有する研磨剤を用い、ウエーハを研磨する。なお、線状欠陥を無くすには上記したシリカの形状及び粒径、更にはその分散状態が特に重要であるが、その他に研磨剤としては研磨速度の向上や、金属汚染等に対する問題も解決しなくてはならない。TMAHのような添加剤である程度改善されるものの、このような問題点については、上記研磨剤に更に金属汚染を防止するためキレート効果のある物質、例えばトリポリリン酸ソーダやその他キレート剤が添加されていても良い。更に研磨速度を向上させるため、有機アミンやピペラジン等を添加するのも任意である。また、シリカ粒子の製造段階でイオン交換樹脂等を用い重金属等が十分に除去されていることが好ましい。研磨剤中のCuやNiの濃度が1ppb以下に管理されていることが好ましい。

[0048] また、この研磨で使用する研磨布は、不織布タイプの研磨布であると効果が大きく、特に硬度(アスカーC硬度)が50以上の研磨布を使用し研磨工程で実施すると効果が大きい。線状欠陥の発生原因は主に研磨剤の影響と考えられるが、このタイプの研磨布を用いた1次、2次研磨で発生が多いことから、このような研磨布との相性も線状欠陥の発生要因のひとつとして考えられる。本発明の研磨方法であれば、例えこのような研磨布を用いても線状欠陥の発生を防止することが出来る。なお、アスカーC硬度とは、スプリング硬さ試験機的一种であるアスカーゴム硬度計C型により測定した値であり、SRIS(日本ゴム協会規格)0101に準じた値である。

実施例

[0049] 以下に実施例をあげて本発明をさらに具体的に説明するが、これらの実施例は例示的に示されるもので限定的に解釈されるべきでないことはいうまでもない。

[0050] (実施例1〜3及び比較例1〜3)

線状欠陥に対する研磨剤(特に粒径、形状、分散性)の影響について確認した結果を示す。研磨剤中に含まれる固形分として、Na水ガラスをイオン交換し活性ケイ酸を得、これを加熱することによって縮重合させたシリカゾルを使用した。これに純水やpH調整の為にNaOHを添加し、固形成分(シリカ)濃度が50%の研磨剤を用意した。更にこの研磨剤にトリポリリン酸を添加した。

- [0051] 上記のような研磨剤を主成分とし、シリカの平均粒径や形状を振った6種類の研磨剤を下記の(1)〜(6)に示すように準備した。シリカの平均粒径や形状はシリカゾルを形成する縮重合工程等を変更することで制御できる。そこで異なった粒径や形状のシリカを含む研磨剤を数水準用意し、研磨後に現れる線状欠陥との関係を確認した。
- [0052] (1) 研磨剤(研磨中にシリカ同士が凝集しやすく均一に分散していない研磨剤)として、 Na_2CO_3 を添加してpH調整したシリカの平均粒径が約13nm、シリカ形状が球形である研磨剤を準備した(比較例1)。
- [0053] (2) 研磨剤(形状が球状でない研磨剤)として、 Na_2CO_3 を添加してpH調整したシリカの平均粒径が約13nm、シリカ形状がいびつな形状をした研磨剤を準備した(比較例2)。
- [0054] (3) 研磨剤(平均粒径が大きい研磨剤)として、 Na_2CO_3 を添加してpH調整したシリカの平均粒径が約20nm(最大粒径約60nm程度)、シリカ形状が球形である研磨剤を準備した(比較例3)。
- [0055] (4) 研磨剤(研磨中でも分散性良く粒径が小さく球状の研磨剤)として、TMAHが10重量%添加されており、上記研磨剤中のシリカの平均粒径が12nm(最大粒径約15nm、最小粒径約8nm)、シリカ形状が球形である研磨剤を準備した(実施例1)。
- [0056] (5) 研磨剤(研磨中でも分散性良く、粒径が更に小さく球状の研磨剤)として、TMAHが10重量%添加されており、上記研磨剤中のシリカの平均粒径が8nm(最大粒径約12nm、最小粒径約5nm)、シリカ形状が球形である研磨剤を準備した(実施例2)。
- [0057] (6) 研磨剤(研磨中でも分散性がすばらしく良く粒径が小さく球状の研磨剤)として、TMAHが溶解限界(本研磨剤の場合20重量%)まで添加されており、上記研磨剤中のシリカの平均粒径が8nm(最大粒径約12nm、最小粒径約5nm)、シリカ形状が球形である研磨剤を準備した(実施例3)。
- [0058] ウエーハの研磨装置及び研磨条件等については特に限定するものではないが、本例では直径300mmウエーハを2枚同時に支持できる研磨ヘッドを用いた片面研磨装置を用いた。

- [0059] 研磨の手順としては、直径300mmの両面研磨済み(1次研磨済み)のシリコンウエーハを上記研磨ヘッドのウエーハ支持盤に1バッチ2枚貼付け、不織布からなる研磨布を用い研磨した。研磨の際に上記研磨剤を8リットル／分で添加した。この研磨剤は、シリカ濃度が3.0重量%になるように純水で薄めて使用した。更に、pH調整の為に Na_2CO_3 を添加した。初期pHは10.5に調整した。
- [0060] 研磨条件としては、不織布タイプの研磨布(アスカーC硬度80)を用い、研磨圧が20kPaとして、シリコン表面を約 $1.5\mu\text{m}$ 研磨した。これらの研磨条件は2次研磨といわれる研磨条件に相当する研磨である。
- [0061] このように研磨したウエーハの表面をコンフォーカル光学系のレーザー顕微鏡(レーザーテック社製MAGICS)を用い欠陥の観察を行った。
- [0062] その結果、比較例1～比較例3の研磨剤では図2に示すような線状の欠陥が観察された。
- [0063] 比較例1の研磨剤ではこのような欠陥の個数は100個(300mmウエーハ当たり)と大変多く存在した。特に同じ研磨剤を繰り返し使用したので、pH調整の為に、研磨途中で Na_2CO_3 を添加したが、初めは線状欠陥は少なかったものの、ある程度 Na_2CO_3 を添加すると研磨剤がマイクロ凝集してしまい分散性が悪くなり、これに伴い線状欠陥の発生も急増した。この結果から、研磨中のシリカの分散状態が重要であることがわかった。
- [0064] 比較例2の研磨剤では、球状のシリカを酸処理して形状がいびつになったシリカを用いたものであるが、球状の形状が若干いびつになった場合、線状欠陥の発生を促進してしまうことがわかった。特に今回の研磨では、1000個(300mmウエーハ当たり)と大変多くの欠陥が存在していた。このことから、シリカの形状はできるだけ球状に近くすることが好ましいことがわかった。
- [0065] 比較例3の研磨剤は、シリカ粒子の粒径を比較的大きくしたものである。この研磨では、150個(300mmウエーハ当たり)程度の線状欠陥が観察された。粒径はそれ程影響ないが、粒径を大きくすると線状欠陥が若干増える傾向にあることがわかった。
- [0066] 一方、実施例1～実施例3では線状欠陥が著しく減少していた。
- [0067] 実施例1の研磨剤としては、有機塩基としてTMAHを10重量%程度加え、シリカ

の分散性を良くし、更に粒径をなるべく小さくし球状のシリカを用いたものであるが、これにより線状欠陥の発生が著しく低減した。特に、この研磨では、線状欠陥は30個(300mmウェーハ当たり)と大変少なかった。

[0068] 実施例2の研磨剤では、更に粒径を小さくしている。このように粒径を小さくすれば、繰り返し研磨剤を使用しても(Na_2CO_3 等が添加されても)シリカ同士が凝集することが防止でき安定して研磨することが出来る。特に、この研磨では、線状欠陥は20個(300mmウェーハ当たり)と大変少なかった。

[0069] 実施例3の研磨剤は、TMAHを溶解する限界まで添加したものである。このような研磨剤でも線状欠陥の発生が抑えられ、更に繰り返し研磨剤を使用しても(Na_2CO_3 等が添加されても)シリカ同士が凝集することが防止でき、さらに研磨速度も向上して安定して研磨することが出来る。特に、この研磨では、ほとんど欠陥は観察されなかった。

[0070] (実施例4)

以下に本発明のウェーハの研磨方法によってシリコンウェーハを研磨した場合を説明する。エッチング済みの直径200mmウェーハに対して1次、2次、仕上げの3段の片面研磨を行った。この1次、2次研磨に本発明の研磨方法を適用した。

[0071] つまり、1次研磨及び2次研磨では研磨剤として、TMAHを20重量%添加した、シリカの平均粒子径約8nm(最大粒径約12nm、最小粒径約5nm)、シリカ固形分30重量%のアルカリ性コロイダルシリカの原液(研磨剤)を、シリカ固形成分の濃度が3重量%、pH=10〜11になるように純水で希釈した研磨剤を用いた。

[0072] (1次研磨)

1次研磨では研磨装置として、図1に示したようなバッチ式のワックスマウント方式の片面研磨装置を用いた。研磨条件としては、不織布タイプの研磨布(アスカーC硬度60)を用い、研磨圧が30kPaとして、シリコンウェーハの表面を約 $10\mu\text{m}$ 研磨した。これらの研磨条件は1次研磨といわれる研磨条件に相当する研磨である。直径200mmのシリコンウェーハを1バッチ5枚で行い20バッチ研磨した。

[0073] 研磨剤は循環して使用し、複数枚のウェーハを繰り返し研磨した。この時pHの調整は Na_2CO_3 で行った。初期pHは10.5に調整した。研磨剤の流量は10リットル／

分で実施した。

[0074] (2次研磨)

2次研磨でも研磨装置としては図1に示したような形態の片面研磨装置を用いた。研磨条件としては、1次研磨されたウエーハ表面を不織布タイプの研磨布(アスカーC硬度80)を用い、研磨圧が20kPaとして、シリコン表面を約 $1.5\mu\text{m}$ 研磨した。これらの研磨条件は2次研磨といわれる研磨条件に相当する研磨である。

[0075] 2次研磨でも研磨剤は循環して使用し、複数枚のウエーハを繰り返し研磨した。この時pHの調整は Na_2CO_3 で行った。初期pHが10.5に調整されている。研磨剤の流量は8リットル／分で実施した。

[0076] 仕上げ研磨では研磨装置としては図3に示したような形態の片面研磨装置を用いた。研磨条件としては、2次研磨されたウエーハ表面をスエードタイプの研磨布(アスカーC硬度50)を用い、研磨圧が15kPaとして、シリコン表面を若干($1\mu\text{m}$ 以下)研磨した。これらの研磨条件は仕上げ研磨といわれる研磨条件に相当する研磨である。研磨剤はpH10に調整されたシリカ固形成分の濃度が0.4重量%のアルカリ溶液を用い、掛け捨てで使用した。

[0077] このような研磨をしても線状欠陥はほとんど観察されず、観察されたウエーハでも15個以下と大変少量であった。また繰り返し研磨剤を使用して研磨しても研磨したウエーハにおける線状欠陥の増加はほとんど観察されず、かつ平坦度も良好であった。

[0078] また、この研磨したシリコンウエーハを基板としエピタキシャル成長を行った。その結果、エピタキシャルウエーハ表面にも欠陥は観察されなかった。

[0079] (比較例4)

実施例4と同じ条件で研磨剤にTMAHを添加しておらず、シリカの形状がいびつな研磨剤を使用し研磨した。

[0080] その結果、1バッチ目から線状欠陥が観察され、繰り返し研磨剤を使用する毎に線状欠陥の発生が増えた。

[0081] 実施例4と同様にウエーハ上にエピタキシャル層を形成したところ、欠陥が観察された。この欠陥は線状欠陥が現れていた部分と略同様な位置に観察された。

[0082] 以上のように本発明のウエーハの研磨方法に特有の研磨剤を使用することで線状欠陥の発生を防止することが出来る。

[0083] なお、本発明方法は、上記実施形態に限定されるものではない。上記実施形態は、例示であり、本特許請求の範囲に記載された技術的思想と実質的に同一な構成を有し、同様な作用効果を奏するものは、いかなるものであっても本発明の技術的範囲に包含される。

[0084] 例えば、両面研磨装置、片面研磨装置など研磨装置の形態は特に限定されない。また、ウエーハは複数枚同時に研磨するバッチ式、また1枚ずつ研磨する枚葉式等の形態も問わない。

請求の範囲

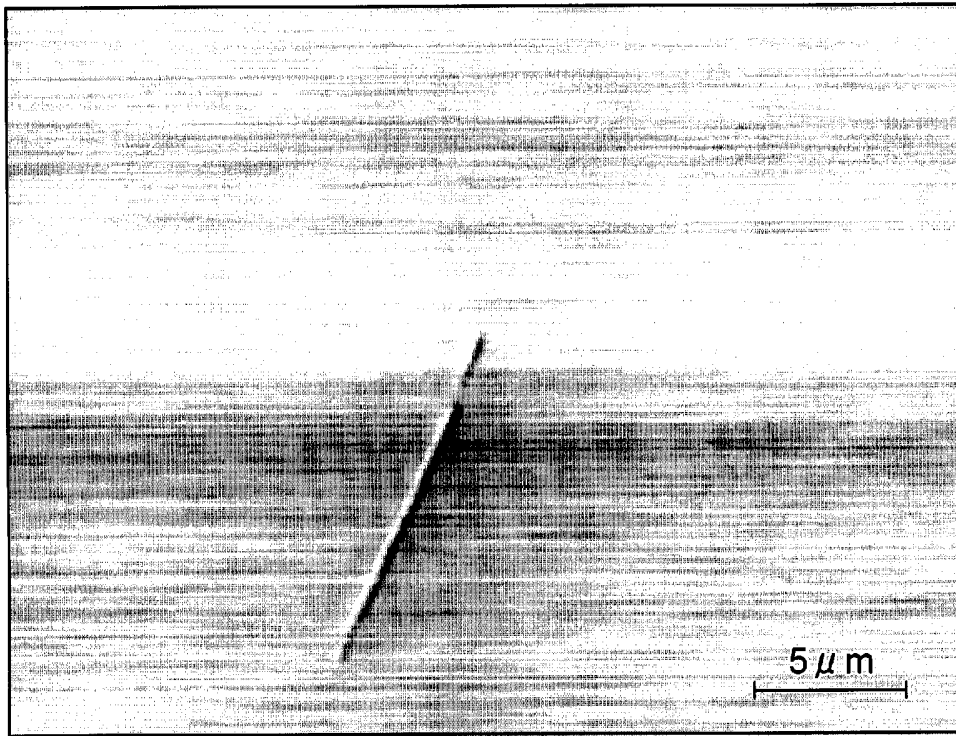
- [1] 回転可能なウェーハ保持板にウェーハを保持し、回転可能な定盤に貼付された研磨布に研磨剤を供給するとともに前記ウェーハと研磨布を摺接させてウェーハ表面を研磨する方法において、研磨剤として略球形状のシリカを主成分とし、更に有機塩基又はその塩を含有するアルカリ溶液を用い研磨することを特徴とするウェーハの研磨方法。
- [2] 回転可能なウェーハ保持板にウェーハを保持し、回転可能な定盤に貼付された研磨布に研磨剤を供給するとともに前記ウェーハと研磨布を摺接させてウェーハ表面を研磨する方法において、研磨剤として略均一に分散されたシリカを有し、該シリカの形状が略球形状であり、かつシリカの平均粒子径が12nm以下であるアルカリ溶液を用い研磨することを特徴とするウェーハの研磨方法。
- [3] 前記研磨剤が前記シリカを主成分とし、更に有機塩基又はその塩を含有するアルカリ溶液であることを特徴とする請求項2記載のウェーハの研磨方法。
- [4] 前記有機塩基又はその塩が第4級アンモニウム水酸化物であることを特徴とする請求項1又は3記載のウェーハの研磨方法。
- [5] 前記シリカの分散状態での平均粒子径が5nm～10nmであることを特徴とする請求項2～4のいずれか1項記載のウェーハの研磨方法。
- [6] 前記シリカの分散状態での最大粒子径が12nm以下であることを特徴とする請求項2～5のいずれか1項記載のウェーハの研磨方法。
- [7] 前記アルカリ溶液のpHが10～13であることを特徴とする請求項1～6のいずれか1項記載のウェーハの研磨方法。
- [8] 前記アルカリ溶液のpH調整に Na_2CO_3 が用いられていることを特徴とする請求項1～7のいずれか1項記載のウェーハの研磨方法。
- [9] 前記第4級アンモニウム水酸化物がテトラメチルアンモニウムハイドロオキシドであることを特徴とする請求項4～8のいずれか1項記載のウェーハの研磨方法。
- [10] 前記有機塩基又はその塩を、使用する研磨剤の溶解限界まで添加することを特徴とする請求項1、3～9のいずれか1項記載のウェーハの研磨方法。
- [11] 前記ウェーハがシリコンウェーハであることを特徴とする請求項1～10のいずれか1

項記載のウエーハの研磨方法。

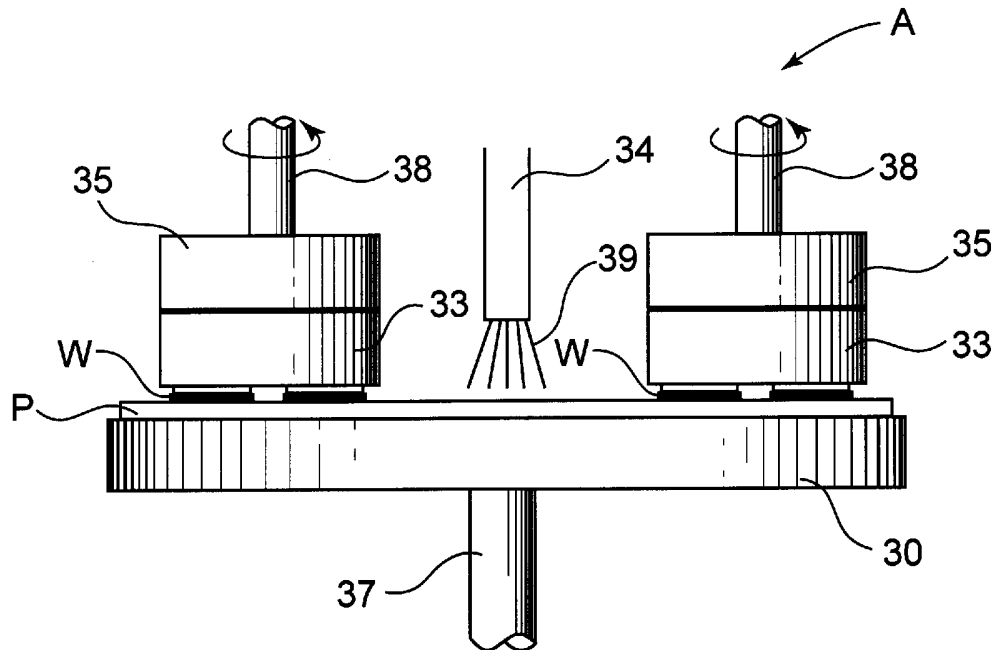
- [12] 鏡面研磨工程の粗研磨工程(1次研磨及び2次研磨工程)で実施されることを特徴とする請求項1〜11のいずれか1項記載のウエーハの研磨方法。
- [13] 前記粗研磨工程が2次研磨工程であることを特徴とする請求項12記載のウエーハの研磨方法。
- [14] 前記シリカを2〜20重量%の濃度で使用することを特徴とする請求項1〜13のいずれか1項記載のウエーハの研磨方法。
- [15] 不織布タイプの研磨布を使用し研磨することを特徴とする請求項1〜14のいずれか1項記載のウエーハの研磨方法。
- [16] 前記研磨布の硬度(アスカーC硬度)が50以上であることを特徴とする請求項1〜15のいずれか1項記載のウエーハの研磨方法。
- [17] 前記ウエーハの研磨代が1 μ m以上となるように研磨することを特徴とする請求項1〜16のいずれか1項記載のウエーハの研磨方法。

[図2]

線状欠陥



[図3]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2004/009731

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER Int.Cl ⁷ H01L21/304, B24B37/00		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) Int.Cl ⁷ H01L21/304, B24B37/00		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Jitsuyo Shinan Koho 1922-1996 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2004 Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2004 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2004		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y A	JP 2002-190458 A (JSR Corp.), 05 July, 2002 (05.07.02), Page 3, right column, line 48 to page 4, left column, line 3; page 4, left column, lines 11 to 14 (Family: none)	1, 4, 7-17 2, 3, 5, 6
Y A	JP 11-111657 A (NEC Corp.), 23 April, 1999 (23.04.99), Page 4, right column, lines 44 to 48; page 7, right column, lines 5 to 12 (Family: none)	1, 4, 7-17 2, 3, 5, 6
Y A	JP 63-74911 A (Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.), 05 April, 1988 (05.04.88), Page 5, upper right column, lines 6 to 13 & US 4842837 A	1, 4, 7-17 2, 3, 5, 6
☒ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☐ See patent family annex.		
* Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search 04 October, 2004 (04.10.04)		Date of mailing of the international search report 19 October, 2004 (19.10.04)
Name and mailing address of the ISA/ Japanese Patent Office		Authorized officer
Facsimile No.		Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2004/009731

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 2002-252189 A (Mitsubishi Material Silicon Kabushiki Kaisha), 06 September, 2002 (06.09.02), Claim 2 (Family: none)	8

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))			
Int. Cl ⁷ H01L 21/304, B24B 37/00			
B. 調査を行った分野			
調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))			
Int. Cl ⁷ H01L 21/304, B24B 37/00			
最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの			
日本国実用新案公報 1922-1996年			
日本国公開実用新案公報 1971-2004年			
日本国登録実用新案公報 1994-2004年			
日本国実用新案登録公報 1996-2004年			
国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)			
C. 関連すると認められる文献			
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号	
Y	JP 2002-190458 A (ジェイエスアール株式会社)	1, 4, 7-17	
A	2002. 07. 05, 第3頁右欄第48行-第4頁左欄第3行, 第4頁左欄第11-14行 (ファミリーなし)	2, 3, 5, 6	
Y	JP 11-111657 A (日本電気株式会社) 1999. 0	1, 4, 7-17	
A	4. 23, 第4頁右欄第44-48行, 第7頁右欄第5-12行 (ファミリーなし)	2, 3, 5, 6	
☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。 ☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。			
* 引用文献のカテゴリー		の日の後に公表された文献	
「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの		「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの	
「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの		「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの	
「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)		「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの	
「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献		「&」 同一パテントファミリー文献	
「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願			
国際調査を完了した日 04. 10. 2004		国際調査報告の発送日 19.10.2004	
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁 (ISA/JP) 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号		特許庁審査官 (権限のある職員) 紀本 孝	3 P 8815
		電話番号 03-3581-1101 内線 3363	

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y	JP 63-74911 A (信越化学工業株式会社) 1988. 04. 05, 第5頁右上欄第6-13行	1, 4, 7-17
A	& US 4842837 A	2, 3, 5, 6
Y	JP 2002-252189 A (三菱マテリアルシリコン株式会 社) 2002. 09. 06, 【請求項2】 (ファミリーなし)	8