(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2008-0059266
(43) 공개일자 2008년06월26일

(51) Int. Cl.
C09K 3/14 (2006.01) *H01L 21/304* (2006.01)
(21) 출원번호 10-2008-7010231
(22) 출원일자 2008년04월28일
심사청구일자 없음
번역문제출일자 2008년04월28일
(86) 국제출원번호 PCT/US2006/037065
국제출원일자 2006년09월22일
(87) 국제공개번호 WO 2007/038321
국제공개일자 2007년04월05일
(30) 우선권주장
60/720,611 2005년09월26일 미국(US)

(71) 출원인
플레이너 솔루션즈 엘엘씨
미국 미시간주 49221 아드레인 서턴 로드 3301
(72) 발명자
마후리카 디팩
미국 씨티 06443 매디슨 마트레샴헤쓰 레인 20
왕 유후
미국 씨에이 95409 산타 로사 아파트먼트 630 퀵 드라이브 4667
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
정홍식

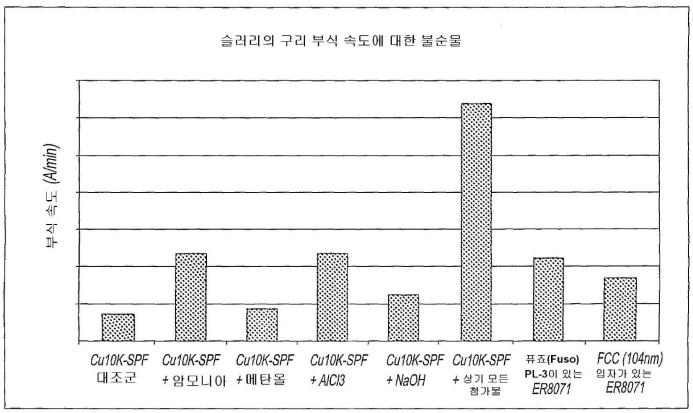
전체 청구항 수 : 총 22 항

(54) 화학적 기계적 연마 용도로 사용되기 위한 초고순도의콜로이드 실리카

(57) 요 약

포타슘 및 소듐을 제외하고 각 미량 금속 불순물이 200 ppb 미만이고, 2ppm 미만의 잔류 알콜을 갖고, 포타슘 및 소듐을 제외한 누적 미량 금속 농도가 약 0.5 내지 약 5ppm 범위인 복수의 콜로이드 실리카 입자; 및 입자를 분산시키기 위한 매질을 포함하는 조성물과 기재를 접촉시키는 단계를 포함하는 기재 표면의 화학적 기계적 연마 방법으로서, 상기 조성물이 초고순도 콜로이드 실리카 분산물이고, 상기 접촉 단계는 기재를 평탄화하기에 충분한 온도에서 기재를 평탄화하기에 충분한 시간 동안 수행되는 방법.

대표도



(72) 발명자

델브릿지 켄 에이

미국 에이제트 85225 챈들러 엔. 아리조나 에비뉴 #221 2800

모예츠 커트 알. 엠.

미국 에이제트 85044 포닉스 에스. 32엔디 스트리트 13831

모세니 시드 에이

미국 오에이치 43560 실베니아 화이트 이글 이스트 8962

쿤츠 니콜 알

미국 에이제트 85212 메사 에스. 위슬리 드라이브 2262

휴 빈

미국 에이제트 85226 챈들러 웨스트 툴사 스트리트 4859

웬 리켕

미국 에이제트 85204 메사 이. 잭싱턴 에비뉴 3350

특허청구의 범위

청구항 1

(i) 포타슘 및 소듐을 제외하고 각 미량 금속 불순물이 200ppb 미만이고, 2ppm 미만의 잔류 알콜을 갖고, 포타슘 및 소듐을 제외한 누적 미량 금속 농도가 약 0.5 내지 약 5ppm 범위인 복수의 콜로이드 실리카 입자; 및 (ii) 상기 입자를 현탁시키기 위한 매질을 포함하는 조성물과 기재를 접촉시키는 단계를 포함하는 기재 표면의 화학적 기계적 연마 방법으로서,

상기 조성물이 초고순도 콜로이드 실리카 분산물이고, 상기 접촉 단계는 기재를 평탄화하기에 충분한 온도에서 기재를 평탄화하기에 충분한 시간 동안 수행되는 방법.

청구항 2

제 1 항에 있어서, 콜로이드 실리카 입자가 조성물 총 중량의 약 0.2중량% 내지 약 45중량%인 방법.

청구항 3

제 2 항에 있어서, 콜로이드 실리카 입자가 조성물 총 중량의 약 2중량% 내지 약 24중량%인 방법.

청구항 4

제 1 항에 있어서, 콜로이드 실리카 입자가 약 $20m^2/g$ 내지 약 $300m^2/g$의 표면적을 갖는 방법.

청구항 5

제 1 항에 있어서, 조성물이 음이온성 계면활성제, 양이온성 계면활성제, 비이온성 계면활성제, 앙쪽성 계면활성제 및 이들의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택되는 계면활성제를 추가로 포함하는 방법.

청구항 6

제 5 항에 있어서, 상기 계면활성제가 알콕실화 비이온성 계면활성제인 방법.

청구항 7

제 1 항에 있어서, 조성물이 약 0.01중량% 내지 약 0.9중량% 농도의 카복실산; 약 10ppm 내지 약 2.5% 농도의 산화제; 및 약 10ppm 내지 약 1000ppm 농도의 부식 억제제로 이루어진 군으로부터 선택된 하나 이상의 첨가제를 추가로 포함하는 방법.

청구항 8

제 1 항에 있어서, 조성물이 유화액, 콜로이드 현탁액, 용액 및 슬러리로 이루어진 군으로부터 선택된 형태인 방법.

청구항 9

제 1 항에 있어서, 매질이 물, 유기 용매 및 이들의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택되는 방법.

청구항 10

제 1 항에 있어서, 매질이 조성물 총 중량의 약 1중량% 내지 약 86중량%인 방법.

청구항 11

제 1 항에 있어서, 매질의 pH가 약 2.0 내지 약 11인 방법.

청구항 12

제 1 항에 있어서, 콜로이드 실리카 입자가

흄드 실리카를 알칼리 금속 하이드록사이드를 포함하는 수성 용매에 용해시켜서 알칼리 실리케이트 용액을 제조하는 단계;

이온 교환을 통하여 알칼리 금속을 제거하여 알칼리 실리케이트 용액을 규산 용액으로 전환시키는 단계;

규산 용액의 온도, 농도 및 pH를 핵화 및 입자 성장을 개시하기에 충분한 값으로 조절하는 단계;

규산 용액을 콜로이드 실리카 분산물을 생성하기에 충분한 속도로 냉각시키는 단계; 및

상기 콜로이드 실리카 분산물로부터 콜로이드 실리카 입자를 분리하여 약 10nm 내지 약 200nm의 평균 또는 응집 입자 크기를 갖는 콜로이드 실리카 입자 및 총 금속 농도 약 300ppm 미만의 Li, Rb, Cs, Fr, Fe, Al 및 이들의 임의의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택된 금속을 제조하는 단계

를 포함하는 공정에 의하여 제조되는 방법.

청구항 13

제 1 항에 있어서, 각 미량 금속이 포타슘 및 소듐을 제외하고 약 5 내지 약 200ppb 범위로 분산물 내에 존재하는 방법.

청구항 14

제 13 항에 있어서, 조성물이 K를 포함한 알칼리 화합물 또는 암모니아 화합물로부터 선택되는 안정화제를 추가로 포함하는 방법.

청구항 15

제 1 항에 있어서, 포타슘 및 소듐을 제외하고, 분산물의 누적 미량 금속 농도가 약 0.5 내지 약 3ppm의 범위인 방법.

청구항 16

약 10 내지 약 200nm의 평균 또는 응집 입자 크기를 갖는 콜로이드 실리카 입자를 포함하고, 포타슘 및 소듐을 제외하고 각 미량 금속 불순물이 200ppb 미만이며, 잔류 알콜이 2ppm 미만인 초고순도 콜로이드 실리카 분산물.

청구항 17

제 16 항에 있어서, 콜로이드 실리카 분산물이

흄드 실리카를 알칼리 금속 하이드록사이드를 포함하는 수성 용매에 용해시켜서 알칼리 실리케이트 용액을 제조하는 단계;

이온 교환을 통하여 알칼리 금속을 제거하여 규산 용액을 생성시키는 단계;

규산 용액의 온도, 농도 및 pH를 핵화 및 입자 성장을 개시하기에 충분한 값으로 조절하는 단계; 및

규산 용액을 콜로이드 실리카 분산물을 생성하기에 충분한 속도로 냉각시키는 단계

를 포함하는 방법에 의하여 제조된 초고순도 콜로이드 실리카 분산물.

청구항 18

제 16 항에 있어서, 콜로이드 실리카 분산물이 콜로이드 실리카 입자를 수성 용매에 현탁시키는 단계를 포함하는 방법에 의하여 제조된 초고순도 콜로이드 실리카 분산물.

청구항 19

제 16 항에 있어서, 포타슘 및 소듐을 제외하고, 각 미량 금속이 분산물에 약 5 내지 약 200ppb 범위로 존재하는 초고순도 콜로이드 실리카 분산물.

청구항 20

제 16 항에 있어서, 포타슘 및 소듐을 제외한 분산물의 누적 미량 금속 농도가 약 0.5 내지 약 5ppm 범위인 콜

로이드 실리카 분산물.

청구항 21

약 10 내지 약 200nm의 평균 또는 응집 입자 크기를 갖는 콜로이드 실리카 입자를 포함하고, 포타슘 및 소듐을 제외하고 각 미량 금속 불순물이 200ppb 미만이며, 2ppm 미만의 잔류 알콜을 갖는 초고순도 콜로이드 실리카 분산물을 기재와 접촉시키는 단계를 포함하고,

상기 접촉이 기재를 평탄화하기에 충분한 온도에서 기재를 평탄화하기에 충분한 시간 동안 수행되는 기재 표면의 화학적 기계적 연마 방법.

청구항 22

포타슘 및 소듐을 제외하고, Li, Rb, Cs, Fr, Fe 및 Al로 이루어진 군으로부터 선택되는 각 미량 금속 불순물이 200ppb 미만이고, 잔류 알콜이 2ppm 미만인 포타슘 실리케이트 용액.

명 세 서

기 술 분 야

<1> 본 발명은 초고순도의 콜로이드 실리카 분산물 및 그의 슬러리의 제조방법에 관한 것이다. 보다 구체적으로, 본 발명은 본 발명에 따라서 제조한 초고순도의 콜로이드 실리카를 이용한 기재 표면의 화학적 기계적 연마 방법에 관한 것이다.

배 경 기 술

<2> 산업상 콜로이드 실리카의 가장 일반적인 제조 방법은 1200℃ 미만의 온도에서 천연 규사를 탄산 나트륨과 함께 용융시켜 제조한 물 유리로부터 콜로이드 실리카 입자를 제조하는 것이다. 용융 후, 용융된 실리케이트 소듐을 급냉하고 물에 완전히 용해시키면 고도로 부식성인 물 유리가 형성된다.

<3> 콜로이드 실리카를 가공하기 위하여, 물 유리를 추가로 강산성의 이온 교환 수지 베드 또는 칼럼을 통과시켜서 규산으로 전환시킨다. 이어서, 일반적으로 대략 pH 2-3인 규산을 용기에 넣고, 안정화를 위하여 알칼리를 사용하여 약 pH 8로 pH를 조절한 후, 입자 형성을 위하여 80-100℃의 고온으로 가열한다.

<4> 가공 조건에 따라서, 최종 생성물의 입자 크기 분포는 조절될 수 있고, 5nm 내지 약 100nm 이하로 제어될 수 있다. 그러나, 원료 물질, 규사의 성질 때문에, 이러한 공정으로부터 제조된 최종 콜로이드 실리카는 대체로 100ppm 내지 1000ppm 이하의 Fe, Al 및 Na와 같은 미량 금속을 포함한다.

<5> 이온 교환으로 일정량의 미량 금속을 제거할 수 있지만, 이러한 공정에서 불순물을 100ppm 미만으로 낮추는 것은 고품질의 천연 SiO_2를 사용한다고 하여도 매우 힘들다.(예컨대, "The Chemistry of Silica" by Ralph K. Iler, John Wiley & Sons, Inc., Ed.(1979) 및 미국특허 제3,947,376호 참조)

<6> 매우 순도가 높은 콜로이드 실리카를 얻기 위한 또 다른 시도는 졸-겔 공정에 의한 것이다. 이러한 공정에서, 고순도의 알콕사이드, 예컨대, 테트라메톡시 실란(TMOS) 또는 테트라에톡시 실란(TEOS)을 원료 물질로서 사용한다. TMOS 또는 TEOS를 메탄올 또는 에탄올에 우선 용해시킨 다음, 촉매로서 NH_4OH를 사용하여 가수분해를 위해 탈이온수와 혼합한다.

<7> 콜로이드 실리카가 형성된 다음, 암모니아 및 유기 용매를 증발시켜 제거할 수 있도록 용액을 고온으로 가열한다(W. Stober, et al., J. Colloid Interface Sci., 26, 62(1968)). 이와 같이 가공된 콜로이드 실리카는 고순도의 원료 물질로 인하여 매우 순도가 높다.

<8> 그러나, 이러한 접근 방법은 몇몇 단점을 갖는다. 하나는 이러한 공정에서 제조된 콜로이드 실리카는 매우 비싼 원료물질 때문에 가격이 훨씬 비싸다는 것이다. 두 번째로, 대량의 불순한 메탄올 또는 에탄올이 생성되어서 환경친화적이지 못하다. 마지막으로, 콜로이드 실리카가 높은 수준의 암모니아 및 잔류 유기 용매를 함유할 수 있는데, 이는 화학적 기계적 연마(CMP) 용도로 매우 바람직하지 못할 수 있다.

<9> 콜로이드 실리카는 상이한 크기 및 형상으로 나온다. 흄드 실리카(fumed silica)에 비하여 콜로이드 실리카의 주된 잇점은 이들이 5 내지 10nm의 매우 작은 입자를 생성할 수 있다는 것이다. 또한, 흄드 실리카 입자는 항

상 응집되는 반면에, 콜로이드 실리카는 1차 구형 입자로 양호하게 분산될 수 있다. 화학적 기계적 연마(CMP) 분야에서, 이 점은 매우 낮은 결함 및 특정 금속에 대한 높은 제거율로 해석된다.

<10> 그러나, 대부분의 콜로이드 실리카는 상당히 불순하다. 그레이스(Grace)사로부터 상업적으로 이용가능한 루독스(Ludox) 콜로이드 실리카는 2자리 ppm 범위의 미량 금속을 포함한다. 미량 금속은 치명적인 결함을 일으킬 수 있다. 이로 인하여, 이 제품은 화학적 기계적 연마(CMP) 용도로는 허용될 수 없다.

<11> 고순도 콜로이드 실리카는 TEOS 또는 TMOS로부터 제조할 수 있다. 그러나, 이러한 유형의 실리카는 순수한 원료물질 및 복잡한 가공 공정을 요구하고 상당량의 폐기물을 발생시키기 때문에 가격이 매우 비싸다. 예컨대, TEOS 3부는 약 1부의 실리카 및 2부의 불순한 에탄올을 생산한다.(TEOS는 28%SiO_2-72%EtOH로 이루어져 있다.)

<12> 흄드 실리카는 일반적으로 상당히 순수하다. 이들은 대략 20 내지 40nm의 1차 입자 크기를 갖는 75 내지 300nm 범위의 평균 입자 크기(MPS)를 갖는 고체 입자이다. 그러나, (용액 성장된) 콜로이드 실리카와 달리, 이들은 물, 습윤제 및 안정화제를 사용하는 고 전단 분쇄 공정에 의하여 화학적 기계적 연마(CMP) 슬러리로 제조하여야만 한다. 또한, 이들 분산물은 큰 입자를 제거하기 위하여 여과를 필요로 한다. 또한, 흄드 실리카에는 낮거나 중간 정도의 비용이 들지만, 최종 분산물은 비교적 가격이 비쌀 수 있다. 흄드 실리카와 관련된 다른 문제는 이들이 높은 CMP 결함을 야기한다는 것이다.

<13> 그 내용 전체가 본원에 편입되는, 본원과 공동으로 양도되어 함께 계류중인 미국 특허출원 제11/152,873호(출원일:2005년 6월 15일)에는 고순도의 콜로이드 실리카 분산물을 제조하기 위한 또 다른 공정이 개시되어 있다. 이 방법은 알칼리 금속 하이드록사이드를 포함하는 수성 용매에 흄드 실리카를 용해시켜서 포타슘 실리케이트 용액과 같은 알칼리 실리케이트 용액을 제조하는 단계; 이온 교환을 통하여 알칼리 이온의 대부분을 제거하여 규산 용액을 제조하는 단계; 규산 용액의 온도, 농도 및 pH를 핵화 및 입자 성장을 개시하기에 충분한 값으로 조절하는 단계; 및 규산 용액을 충분히 냉각하여 콜로이드 실리카 분산물을 제조하는 단계를 포함한다. 콜로이드 실리카 분산물에서 콜로이드 실리카 입자는 약 2nm 내지 약 100nm의 1차 입자 크기 및 20 내지 200nm의 평균 입자 크기(MPS)를 갖는다.

<14> 반도체 제조 공정은 일반적으로 고순도의 화학물질, 예컨대, 과산화수소, HF, TMAF 등을 사용한다. 이러한 필요성은 일정 불순물이 IC 장치의 수율에 엄청난 영향을 미칠 수 있기 때문이다.

<15> 그러나, CMP 공정은 사정이 다르다. 이는 130 및 90nm의 장치에 대하여, 후-CMP 세정 이후 웨이퍼 표면에 남은 불순물의 양이 결정적인 인자로 고려되기 때문이다. 따라서, 양호한 후-CMP 세정은 이러한 노드에서 대부분의 입자 및 불순물을 제거할 수 있다. 그러므로, 슬러리에서의 불순물 요구량은 다른 전자 화학물질만큼 엄격하지는 않다. 매우 불순한 콜로이드 실리카(예컨대, 높은 수준의 Na, Al, Ca, B 등)가 이들 노드, 특히 130nm 노드에서 산화물층을 연마하기 위해서 사용되었다.

<16> 그러나, 65nm 및 그 이하의 노드에서는, 요구 조건이 급격히 바뀐다. 이들 노드는 낮은 K 및 ULK 물질 및 캡을 포함하는 복잡한 구조를 갖는다. 130 nm노드에서 결정적이지 않은(또는 허용가능한) 다양한 결점이 결정적으로 치명적인 결점이 될 수 있다.

<17> 부식과 팽스(fangs)가 두 가지 예이다. 팽스 또는 트렌치에서 Ta 및 Cu 사이의 계면의 이음매 에칭(seam etching)은 130nm 노드에서 일정 수준까지 허용가능하다. 65nm 노드에서 100A 이상의 팽스는 허용될 수 없다. 또한, 극히 낮은 결함, 특히 스크래치는 입자 크기 및 큰 입자의 수(Large Particles Count, LPC)를 매우 주의 깊게 제어해야 함을 의미한다. 불순물은 결함에 강력한 영향을 미칠 수 있다.

<18> 다음은 웨이퍼에 공지된 또는 잠재적인 해로운 영향을 미치는 불순물의 목록이다:

<19> (1) 전기적 영향: Na 및 K와 같은 이동성 이온;

<20> (2) 개방 또는 단락을 야기하는 Cu의 부식: F, Cl, Br 및 I와 같은 할라이드, 및 설페이트;

<21> (3) 팽스: 용매, 알콜, 및 아민; 및

<22> (4) 스크래치: Al, Fe, 지르코니아 및 알루미나와 같은 연마성 화합물.

<23> 이들에 더하여, 불순물의 간접적인 영향이 있다. 교차 오염이 그것이다. 예컨대, Cu CMP 공정에서, 단계 1에서 슬러리에 일부 Cl 이온이 포함된 경우, 단계 2의 슬러리를 오염시키고 연마 성능을 변화시킬 수 있다. 다수의 상업적 Cu 및 배리어 슬러리가 1ppm 미만 수준의 미량 금속을 갖는 비교적 순수한 것임을 주지하여야 한다.

<24> 본 발명의 목적은 초고순도의, 즉 각 개별 미량금속, 알콜, 암모니아, 특정 양이온 및 Cl 및 F와 같은 음이온이 200ppb 미만인 슬러리를 제조함으로써 순도 관련 문제를 해결하는 것이다.

발명의 상세한 설명

<25> 발명의 요약

<26> 본 발명은 기재 표면의 화학적 기계적 연마 방법을 제공한다. 방법은 기재와 (i) 포타슘 및 소듐을 제외하고 각 미량 금속 불순물이 200 ppb 미만이고, 2ppm 미만의 잔류 알콜을 갖고, 포타슘 및 소듐을 제외한 누적 미량 금속 농도가 약 0.5 내지 약 5ppm 범위 내인 복수의 콜로이드 실리카 입자; 및 (ii) 입자를 현탁시키기 위한 매질을 포함하는 조성물을 접촉시키는 단계를 포함하고, 상기 조성물은 초고순도 콜로이드 실리카 분산물이고, 상기 접촉 단계는 기재를 평탄화하기에 충분한 온도에서 기재를 평탄화하기에 충분한 시간 동안 수행된다.

<27> 또한, 본 발명은 약 10 내지 약 200nm의 평균 또는 응집 입자 크기를 갖는 콜로이드 실리카 입자를 포함하고, 포타슘 및 소듐을 제외하고 이에 존재하는 각 미량 금속 불순물이 200ppb 미만이고, 2ppm 미만의 잔류 알콜을 갖는 초고순도 콜로이드 실리카 분산물을 제공한다.

<28> 또한, 본 발명은 하기 단계를 포함하는 초고순도 콜로이드 실리카 분산물의 제조방법을 제공한다:

<29> 흄드 실리카를 알칼리 금속 하이드록사이드를 포함하는 수성 용매에 용해시켜서 알칼리 실리케이트 용액을 제조하는 단계;

<30> 이온 교환을 통하여 알칼리 금속의 대부분을 제거하여 규산 용액을 제조하는 단계;

<31> 규산의 온도, 농도 및 pH를 핵화 및 입자 성장을 개시하기에 충분한 값으로 조절하는 단계; 및

<32> 규산 용액을 냉각시켜서 콜로이드 실리카 분산물을 제조하는 단계.

<33> 또한, 본 발명은, 약 10 내지 약 200nm의 평균 또는 응집 입자 크기를 갖는 콜로이드 실리카 입자를 포함하고, 포타슘 및 소듐을 제외한 각 미량 금속 불순물이 200ppb 미만이고, 2ppm 미만의 잔류 알콜을 갖는 초고순도 콜로이드 실리카 분산물을 기재와 접촉시키는 단계를 포함하고 상기 접촉이 기재를 평탄화하기에 충분한 온도에서 기재를 평탄화하기에 충분한 시간 동안 수행되는 기재 표면의 화학적 기계적 연마 방법을 제공한다.

<34> 본 발명은 추가로 K 및 Na를 제외하고 이에 존재하는 각 미량 금속 불순물이 200ppb 미만이고 잔류 알콜이 2ppm 미만인 포타슘 실리케이트 용액을 제공한다.

<35> 본 발명의 방법의 이와 같은 그리고 다른 측면 및 잇점은 이하에서 바람직한 실시태양의 상세한 설명으로부터 보다 명백해질 것이다.

<36> **바람직한 실시태양의 상세한 설명**

<37> 화학적 기계적 연마 슬러리는 1ppm 미만의 양으로 존재할 수 있는 소듐을 제외하고, 약 200ppb 미만의 각 개별 미량 금속 불순물 및 알콜, 보다 구체적으로는 약 5 내지 약 200ppb의 각 개별 미량 금속 또는 알콜을 포함한다. 더욱이, 본 발명에 따른 이러한 초고순도 슬러리에 존재하는 미량 금속 불순물의 누적량은 약 0.5 내지 약 5ppm, 보다 바람직하게는 약 1 내지 약 3ppm의 범위이다. 이러한 초고순도 슬러리는 결함의 감소와 함께 새로운 제거율을 나타낸다. 이러한 슬러리는 선택적으로 포타슘과 같은 안정화 이온을 포함할 수 있다.

<38> 콜로이드 실리카 입자는 조성물 총 중량의 약 0.2중량% 내지 약 45중량%, 보다 바람직하게는 약 2중량% 내지 약 24중량%이다. 콜로이드 실리카 입자는 약 $20m^2/g$ 내지 약 $300m^2/g$의 표면적을 갖는다.

<39> 조성물은 추가로 음이온성, 양이온성, 비이온성 및 양쪽성 계면활성제 및 이들의 혼합물로부터 선택된 계면활성제를 포함한다. 이러한 계면활성제는 알콕실화 비이온성 계면활성제일 수 있다.

<40> 조성물은 추가로 약 0.01중량% 내지 약 0.9중량% 농도의 카복실산; 약 10ppm 내지 약 2.5%, 보다 바람직하게는 약 10ppm 내지 약 2500ppm 농도의 산화제; 및 약 10ppm 내지 약 1000ppm 농도의 부식 억제제로부터 선택되는 하나 이상의 첨가제를 포함한다.

<41> 조성물은 유화액, 콜로이드 현탁액, 용액 및 슬러리로부터 선택되는 형태이다. 매질은 조성물 전체 중량의 약 1중량% 내지 약 86중량%이다. 매질은 약 2 내지 약 11의 pH를 갖는다. 매질은 물, 유기 용매 및 이들의 혼합

물로부터 선택된다.

<42> 콜로이드 실리카 분산물은 콜로이드 실리카 분산물로부터 콜로이드 실리카 입자를 분리하지 않고 화학적 기계적 연마 조성물로서 사용된다. 바람직하게는, 알칼리 금속 하이드록사이드는 포타슘 하이드록사이드이다.

<43> 콜로이드 실리카 입자는 흄드 실리카를 알칼리 금속 하이드록사이드를 포함하는 수성 용매에 용해시켜서 알칼리 실리케이트 용액을 제조하고, 이온 교환을 통하여 알칼리 금속을 제거하여 알칼리 실리케이트 용액을 규산 용액으로 전환시키고, 규산 용액의 온도, 농도 및 pH를 핵화 및 입자 성장을 개시하기에 충분한 값으로 조절하고, 규산 용액을 콜로이드 실리카 분산물을 생성하기에 충분한 속도로 냉각시키고, 그리고 콜로이드 실리카 분산물로부터 콜로이드 실리카 입자를 분리하여, 약 10nm 내지 약 200nm의 평균 또는 응집 입자 크기를 갖는 콜로이드 실리카 입자 및 전체 금속 농도 약 10ppm 이하의 Li, Rb, Cs, Fr, Fe, Al 및 이들의 임의의 조합으로부터 선택되는 금속을 제조함으로써 제조한다.

<44> 1ppm 미만의 양으로 존재할 수 있는 소듐을 제외하고, 미량 금속은 약 5 내지 약 200ppb 범위로 분산물 내에 존재한다. 또한, 포타슘을 제외한, 분산물의 누적 미량 금속 농도는 약 1 내지 5ppm, 보다 바람직하게는 약 1 내지 약 3ppm 범위이다.

<45> 본 발명의 실시태양에 따르면, 화학적 기계적 연마 슬러리는 암모니아와 같은 아민을 200ppb 미만으로 함유한다.

<46> 본 발명은 흄드 실리카를 알칼리 금속 하이드록사이드를 포함하는 수성 용매에 용해시켜서 알칼리 실리케이트 용액을 제조하는 단계; 이온 교환을 통하여 알칼리 금속 대부분을 제거하여 규산 용액을 제조하는 단계; 규산 용액의 온도, 농도 및 pH를 핵화 및 입자 성장을 개시하기에 충분한 값으로 조절하는 단계; 및 규산 용액을 냉각시켜서 콜로이드 실리카 분산물을 생성하는 단계를 포함하는, 콜로이드 실리카 분산물의 제조방법을 제공한다.

<47> 콜로이드 실리카 입자를 콜로이드 실리카 분산물로부터 분리하여 용매가 없는 콜로이드 실리카 입자를 제조할 수 있다. 그러나, 분산물은 대개는 "그대로" 사용하거나, 다른 성분들, 예컨대, 유기 용매, 첨가제 및 계면활성제를 첨가함으로써 기재 표면의 화학적 기계적 연마에 사용되기에 적합한 조성물을 제조하여 사용한다.

<48> 콜로이드 실리카 분산물은 수성 용매를 제거하거나, 보다 바람직하게는 콜로이드 실리카 입자를 여과한 다음 건조함으로써 원래의 콜로이드 실리카 분산물로부터 농축될 수 있다.

<49> 본 발명의 방법에 의하여 제조된 콜로이드 실리카 입자는 약 10nm 내지 약 200nm의 평균 또는 응집 입자 크기(MPS)를 갖는다.

<50> 바람직하게는, 콜로이드 실리카 입자는 약 300ppm 이하의 전체 금속 농도를 나타낸다. 금속은 Li, Rb, Cs, Fr, Fe, Al 또는 이들의 임의의 조합일 수 있다. 보다 바람직하게는, 이들 금속의 농도는 약 10ppm 이하이다.

<51> 본 발명의 방법을 실시함에 있어서, 흄드 실리카 출발물질을 수성 용매, 예컨대, 수성 알칼리, 알콜, 또는 이들의 조합에 용해하여 알칼리 실리케이트 용액을 제조한다. 이어서, 알칼리의 대부분을 이온 교환에 의하여 제거하여 알칼리 실리케이트 용액을 규산 용액으로 전환한다.

<52> 이 용액, 즉 규산 용액의 온도, 농도 및 pH는 용액의 핵화를 개시하고 핵화된 입자가 콜로이드 실리카 분산물을 형성할 수 있도록 하는 선택된 값으로 조절한다.

<53> 바람직하게는, 핵화 시작 전의 규산 용액의 온도는 약 5℃ 내지 약 40℃이다.

<54> 바람직하게는, 핵화 시작 전 규산 용액에서 규산의 농도는 규산 용액의 약 2중량% 내지 약 30중량%이다.

<55> 바람직하게는, 규산 용액의 pH는 약 1.5 내지 약 5, 보다 바람직하게는 1.5 내지 약 4.0이다.

<56> 바람직하게는, 규산 용액의 냉각 속도는 약 5℃/분 내지 약 100℃/분이다.

<57> 상기한 바와 같이 제조된 고순도 콜로이드 실리카 분산물을 반도체 등급의 원료 물질, 예컨대, 과산화수소, BTA, KOH, 유기산 등과 혼합하여 초고순도의 최종 슬러리 생성물을 제조한다.

<58> 이하의 실시예는 본 발명의 초고순도 콜로이드 실리카 분산물과 기존의 순도가 떨어지는 콜로이드 실리카 분산물의 비교 연구 결과를 보여준다. 이러한 비교 실험 결과는 소량의 불순물이 제거율, 큰 입자의 수(LPC's) 및 결함에 유의적인 영향을 미칠 수 있음을 보여 준다. 초고순도 슬러리는 다른 슬러리보다 전반적인 성능이 양호

하다. 이하의 실시예에서 사용된 조성물을 하기 표 1 및 표 2에 제시한다.

표 1

목적: 대조군 SPF/ER8071 및 오염물에서의 차이를 위한 연마

스크러버 레시피: 슬러리 — DI H2O만

	대조군 SPF 142116	SPF + 100ppm 암모니아	SPF + 15ppm Al 산화물	SPF + 150ppm 메탄올
롯트#	1366-82A	1366-82B	1366-82C	1366-82D
웨이퍼 유형 :	Cu 사용됨	Cu 사용됨	Cu 사용됨	Cu 사용됨
평균 (옹스트롬)	1017	1152	1031	1024
계수된 결함 :	8	10	67	8
웨이퍼 유형 :	Ta사용됨	Ta사용됨	Ta사용됨	Ta사용됨
제거됨 (옹스트롬)	668	703	734	736
웨이퍼 유형 :	TEOS사용됨	TEOS사용됨	TEOS사용됨	TEOS사용됨
평균 제거량	1809	1821	1786	1773
LPC's 0.56	1379	1237	9964	1252
LPC's 1.01	320	243	457	211
MPS 가우시안	147.4	146.5	146.4	148.7
C-0.56*	3780	3560	70001	6718
C01.0*	395	546	35645	1942

<59> * C는 큰 입자의 수(LPCs)를 측정하는 또 다른 광산란 기법임

표 2

목적: 대조군 **SPF/ER8071** 및 오염물에서의 차이를 위한 연마

스크러버 레시피: DI H2O만

슬러리	대조군 8071 1366-83	8071 + 100ppm 암모니아	8071 + 15ppm Al 산화물	8071 + 150ppm 메탄올
롯트#	1366-82A	1366-82B	1366-82C	1366-82D
웨이퍼 유형 :	Cu 사용됨	Cu 사용됨	Cu 사용됨	Cu 사용됨
평균 (옹스트롬)	36	78	71	171
계수된 결함 :	3	1	70	4
평균 결함	3	1	70	4
웨이퍼 유형:	Ta 사용됨	Ta 사용됨	Ta 사용됨	Ta 사용됨
제거됨 (옹스트롬)	678	671	663	661
웨이퍼 유형:	TEOS 사용됨	TEOS 사용됨	TEOS 사용됨	TEOS 사용됨
평균 제거량	713	725	708	715
LPC's .56	2358	2884	44878	6883
LPC's 1.01	309	320	20666	1358
MPS 가우시안	66.8	66.6	66.2	66.1
C-0.56	10247	9277	425314	12288
C-1.0	1722	1389	219690	5829

<60>

실 시 예

<72> 실시예 1

<73> 본 발명자들은 Cu10K-SPF(즉, 플래나 솔루션 인코포레이티드(Planar Solutions Inc.)에 의하여 제조 및 판매되는 상용화된 배리어층 연마 슬러리로서, 10% 흄드 실리카, KOH, 부식 억제제 및 산화제로서의 과산화수소를 포함함) 및 ER8071(6.75% 초고순도 콜로이드 실리카 입자, KOH, 부식 억제제, 계면 활성제 및 과산화수소를 갖는 시험 배리어층 슬러리)에 몇몇 오염물을 혼합하였다. 즉, 본 발명자들은 상기한 제조 공정에 의하여 제조된 초고순도 콜로이드 실리카 분산물을 사용하였다. 또한, 본 발명자들은 반도체 등급의 원료 물질, 예컨대, 과산화수소 또는 BTA(부식억제제)를 사용하여 최종 슬러리 생성물을 제조하였다.

<74> 비교 목적으로, 두개의 슬러리, 즉, 표준 Cu10K-2 및 시험 배리어 슬러리 ER8071를 대조군 시료로서 제조하였다. 그 후, 본 발명자들은 의도적으로 Al, Cl, 암모니아, 메탄올 등의 몇몇 불순물을 첨가하여, 큰 입자의 수(LPC's)를 측정하고 연마 시험을 수행하였다. 큰 입자의 수(아큐사이저 및 셀러리티(Accusizer and Celerity)), 평균 입자 크기(MPS) 및 하드 패드에서의 연마에 대한 미가공 데이타를 첨부한다.

<75> 본원에 첨부된 도 1 및 2는 대조군인 Cu10K-SPF와 고정량의 암모니아(100ppm), 알루미나(5ppm) 및 메탄올

(150ppm)을 첨가한 경우 다양한 특성을 시험한 데이타를 제공한다. 이러한 시험은 암모니아가 구리 제거율을 증가시키고 결함을 약간 증가시킨다는 점을 보여주었다. 또한, 알루미나는 큰 입자의 수 및 결함을 급격하게 증가시켰다. 나아가, 메탄올은 C-LPC's에서 큰 입자의 수를 유의성있게 증가시켰다.

<76> 본원에 첨부된 도 3 및 4는 ER8071 슬러리를 사용한 경우 및 고정량의 암모니아(100ppm), 알루미나(5ppm) 및 메탄올(150ppm)을 첨가한 경우 다양한 특성을 시험한 데이타를 제공한다. 이러한 시험은 암모니아가 구리 제거율을 증가시킨다는 점을 보여주었다. 알루미나는 큰 입자의 수 및 결함을 증가시켰고 메탄올은 결함 및 큰 입자의 수를 증가시켰다.

<77> 실시예 2

<78> 도 5~8은 흄드 실리카 및 FCC 입자 모두에서 오염물을 2차 스크리닝하여 얻은 데이타를 포함한다. 실시예 1로부터 산화 알루미늄은 염화 알루미늄으로 대체하였고, 콜로이드 실리카 입자는 FCC 입자로 대체하였다.

<79> 본원에 첨부된 도 5 및 6은 대조군인 Cu10K-SPF와 고정량의 암모니아(100ppm), 알루미나(5ppm), 메탄올(150ppm), NaOH(5ppm), 에탄올(150ppm) 및 오염물의 혼합물을 첨가한 경우 다양한 특성을 시험한 데이타를 제공한다. 첫번째 세트의 데이타는 Cu, Ta, TEOS 연마 및 결함에 대한 표준화된 데이타를 보여준다. 이러한 시험은 암모니아 첨가가 구리 제거율을 증가시키고 결함을 감소시킴을 나타내었다. 메탄올 시료에서는 큰 변화는 관찰되지 않았다. 염화 알루미늄 시료는 대조군보다 높은 결함을 보였다. NaOH는 에탄올 시료에서처럼 훨씬 높은 결함을 나타내었다. 그리고, 모든 오염물을 포함한 시료는 약간 더 높은 구리 제거율 및 결함을 나타내었다.

<80> 평균 입자 크기 및 큰 입자의 수에 대하여, 매우 큰 값을 나타낸 유일한 시료는 AlCl 시료이었는데, 큰 입자의 수는 아큐사이저 및 C-LPCs에서 모두 매우 컸다. 평균 입자 크기는 어떠한 시료에서도 큰 영향이 없었다.

<81> 본원에 첨부된 도 7 및 8은 ER8071 슬러리를 사용한 경우 및 고정량의 암모니아(100ppm), 알루미나(5ppm), 메탄올(150ppm), NaOH(5ppm), 에탄올(150ppm) 및 오염물의 혼합물을 첨가한 경우 다양한 특성을 시험한 데이타를 제공한다. FCC/ER8071 시료는 훨씬 작은 영향을 받았다. 암모니아 첨가시 결함이 매우 높았고, "불량 예"의 시료에서 결함이 보다 작았다. 제거율은 크게 변화된 것으로는 보이지 않았다.

<82> 평균 입자 크기 및 제타(Zeta)는 이러한 표준화된 그래프에서 영향이 있는 것으로 보이지만, 실제 수는 크게 변화하지 않는다. 스케일의 검토는 대조군의 -29.1 대비 메탄올 제타가 -28.1인 "불량 예"까지 포함하여, FCC 입자는 오염물에 의하여 큰 영향을 받지 않았음을 보여준다.

<83> 흄드 실리카 시료는 큰 입자의 수에 관한 한 바람직하지 못하다. 오염물이 있는 시료를 연마함으로써 영향을 받는 주된 인자는 결함 및 구리 제거율이다. 오염물이 첨가된 경우, FCC 입자는 니콤프(Nicomp) 및 콜로이달 다이나믹스(colloidal dynamics) 실행시 큰 영향을 받지 않는다. 오염물이 있는 FCC 입자는 결함을 증가시킬 수 있으나, 제거율은 대체로 일정하게 유지된다.

<84> 실시예 3

<85> 도 9~11은 불순물이 Cu10K-SPF 및 ER8071에서 이들 각각의 구리 부식 특성에 미치는 영향을 나타낸다.

<86> 상기 도면의 시료는 대조군으로서 Cu10K-SPF, 각각 100ppm(wt/wt) 수산화 암모늄, 150ppm(wt/wt) 메탄올, 5ppm(wt/wt) 염화 알루미늄, 5ppm(wt/wt) 수산화 나트륨으로 오염시킨 대조군, 및 상기 모든 오염물을 함께 포함하는 하나의 대조군을 포함한다. 두 개의 ER8071 시료는 연마 입자만이 상이하고, 동일한 화학특성을 갖는 것이었다: 200ppb 미만의 개별 미량 금속을 갖지만, 특정 수준의 알콜 및 암모니아 불순물을 포함하는 것으로 알려진 TMOS계 콜로이드 실리카를 갖는 것과 FCC 콜로이드 종류를 갖는 것.

<87> 도 9는 시료의 선형 분극 및 타펠 플롯(Tafel plot)로 얻은 데이타에 기초하여 스턴-기아리(Stern-Geary) 식을 이용하여 계산된 부식 속도를 보여준다. 암모니아 및 염화 알루미늄 모두 Cu10K-SPF 슬러리의 부식 속도의 2배를 초과하였다. 상기 오염물을 모두 첨가한 경우 구리 부식 속도의 상승적 증가 및 부동태화 보호의 악화가 초래되었다(도 10 참조).

<88> 도 11은 두 개의 ER8071 시료의 순환 분극 비교이다. 이는 부식 속도 계산(도 9)과 일치되게, TMOS계 연마재를 사용하였을 때, 구리 표면의 부식 보호가 감소됨을 보여주었다.

<89> 본 발명자들은 예기치 않게 소량의 불순물이 제거율, 큰 입자의 수 및 결함에 유의적인 영향을 미칠 수 있고, 본 발명에 따른 초고순도 슬러리가 기존의 슬러리보다 전반적으로 양호한 성능을 나타낸다는 점을 발견하였다.

<90> 또 다른 실시태양에서, 본 발명은 기재의 화학적 기계적 연마 방법을 제공한다. 이러한 방법은 본 발명에 따른 복수의 콜로이드 실리카 입자 및 이러한 입자를 현탁시키기 위한 매질을 포함하는 조성물과 기재를 접촉시키는 단계를 포함한다. 이러한 접촉은 기재를 평탄화하기에 충분한 온도에서 기재를 평탄화하기에 충분한 시간 동안 수행된다.

<91> 입자를 다양한 매질에 현탁 또는 분산시켜서 연마 조성물을 제조할 수 있다. 예를 들면, 입자는 보다 고농도의 더 큰 입자 또는 1차 입자를, 보다 낮은 농도의 더 작은 입자 또는 2차 입자와 함께 비례적으로 포함할 수 있다. 이러한 입자 변동의 결과는 기존의 연마물이 제공할 수 없었던, 향상된 표면 불순물 제거율 및 제어된 표면 형상이다.

<92> 조성물은 약 0.01중량% 내지 약 0.9중량% 농도로 존재하는 카복실산 또는 카복실산 혼합물; 약 10ppm 내지 약 250,000ppm, 보다 바람직하게는 약 10ppm 내지 약 1000ppm 농도로 존재하는 산화제; 및 약 10ppm 내지 약 1000ppm의 범위로 존재하는 부식 억제제로부터 선택되는 첨가제를 추가로 포함할 수 있다.

<93> 바람직한 실시태양에서, 조성물은 약 2nm 내지 약 200nm의 평균 입자 크기를 갖는 1차 입자를 포함한다.

<94> 조성물은 입자가 균일하게 분산되어 있고 염기성 및 산성 pH 환경 모두에서 안정한, 유화액, 콜로이드 현탁액, 용액 및 슬러리로부터 선택되는 형태일 수 있고, 계면활성제를 포함한다.

<95> 바람직한 실시태양에서, 조성물은 양이온성, 음이온성, 비이온성, 양쪽성 계면활성제 또는 이들의 혼합물을 포함할 수 있다. 보다 바람직하게는, 조성물은 표면 제거율을 약 50ppm까지 유의성 있게 감소시키기 위하여 사용되는, 비이온성 계면활성제를 포함한다. 바람직한 비이온성 계면활성제는 알콕실화 비이온성 계면활성제이다.

<96> 계면활성제의 유익한 효과는 연마 마찰의 감소를 포함한다.

<97> 바람직하게는, 상한이 약 1000ppm인데, 이는 이 수준에서, 유기 잔기, 결함이 웨이퍼 표면에서 관찰되기 때문이다. 그러므로, 다른 필름들, 예컨대 Cu 및 Ta가 있는 필름들에 대하여 불활성인 반응 특성 때문에, 비이온성 계면활성제가 바람직하다.

<98> 또한, 조성물에서 입자는 낮은 수준의 미량 금속, 예컨대, Fe, Al, Li, Rb, Cs 및 F를 갖는다. 바람직하게는, 콜로이드 실리카 입자는 총 금속 농도가 약 300ppm 이하이다. 금속은 Fe, Al, Li, Rb, Cs, Fr 또는 이들의 임의의 조합일 수 있다. 보다 바람직하게는, 이들 금속의 농도는 약 10ppm 이하이다. 가장 바람직하게는, 이들 금속의 농도는 안정화제로 사용될 수 있는 K, 또는 Na를 제외하고 약 2ppm 미만이다.

<99> 바람직하게는, 약 $20m^2/g$ 내지 약 $300m^2/g$의 표면적을 갖는 실리카 입자가 조성물 총 중량의 약 1중량% 내지 20중량%이고, 매질은 조성물의 약 81중량% 내지 99중량%이다.

<100> 상기한 바와 같이, 매질은 물, 알칼리 용액, 유기 용매 또는 이들의 혼합물일 수 있다. 매질은 유화액, 콜로이드 현탁액 또는 슬러리의 형태일 수 있다.

<101> 연마 조성물의 매질은 수성 유기 용매, 예컨대, 수성 알콜, 수성 케톤, 수성 에테르, 수성 에스테르 또는 이들의 혼합물을 포함할 수 있다.

<102> 바람직한 매질은 수성 알콜이며, 바람직한 알콜은 메탄올, 에탄올, 프로판올, 부탄올, 에틸렌 글리콜, 프로필렌 글리콜 또는 이들의 혼합물이다.

<103> 매질은 본 발명에 따른 콜로이드 실리카 분산물의 제조 공정에서 일반적으로 사용되는 수성 유기 용매와 동일 또는 상이할 수 있다. 콜로이드 실리카 분산물은 콜로이드 실리카 분산물로부터 콜로이드 실리카 입자를 분리하지 않고 화학적 기계적 연마 조성물로서 사용할 수 있다.

<104> 연마 조성물의 pH는 약 9.0 내지 약 11의 범위, 또는 약 2.0 내지 약 4.0의 산성 영역에서 유지된다.

<105> 본 발명은 또한 탈수된 슬러리로부터 제조된 입자를 포함한다.

<106> 본 발명을 바람직한 실시 태양을 구체적으로 참조하여 설명하였다. 상기 설명 및 실시예는 단지 발명의 예시일 뿐임을 주지하여야 한다. 이의 다양한 대안 및 변형이 본 발명의 요지 및 범위를 벗어나지 않고 관련 분야의 통상의 기술자에 의하여 고안될 수 있다. 따라서, 본 발명은 첨부된 특허청구범위의 범위 내에 속하는 이러한 모든 대안, 변형 및 변화를 포함하는 것으로 의도된다.

도면의 간단한 설명

<61> 도 1은 오염물이 있는 Cu10K-SPF의 표준화된 데이터를 플롯팅한 그래프이다.

<62> 도 2는 오염물이 있는 Cu10K-SPF의 연마에 대한 표준화된 데이터를 플롯팅한 그래프이다.

<63> 도 3은 오염물이 있는 ER8071 슬러리를 플롯팅한 그래프이다.

<64> 도 4는 오염물이 있는 ER8071의 연마에 대한 데이터를 플롯팅한 그래프이다.

<65> 도 5는 오염물이 있는 Cu10K-SPF의 연마에 대한 표준화된 데이터를 플롯팅한 그래프이다.

<66> 도 6은 오염물이 있는 Cu10K-SPF의 표준화된 데이터를 플롯팅한 그래프이다.

<67> 도 7은 오염물이 있는 ER8071의 연마에 대한 데이터를 플롯팅한 그래프이다.

<68> 도 8은 오염물이 있는 ER8071 슬러리를 플롯팅한 그래프이다.

<69> 도 9는 Cu10K-SPF 및 ER8071 시료의 부식 속도를 플롯팅한 그래프이다.

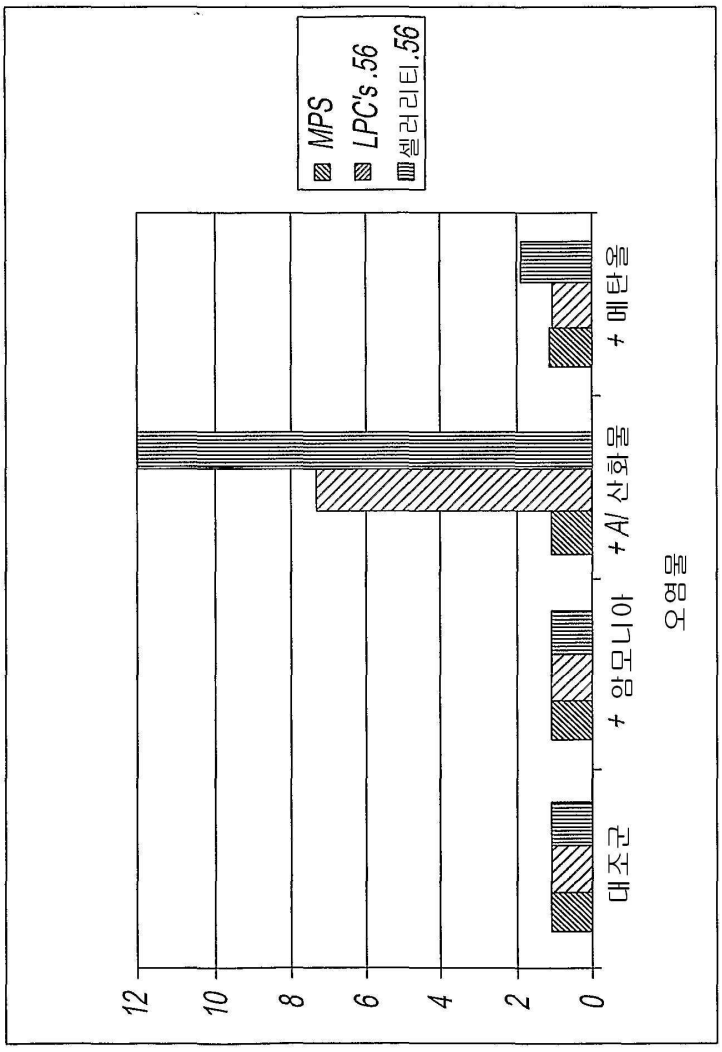
<70> 도 10은 오염된 Cu10K-SPF 시료들의 순환분극 비교를 플롯팅한 그래프이다.

<71> 도 11은 ER8071 시료들의 순환분극 비교를 플롯팅한 그래프이다.

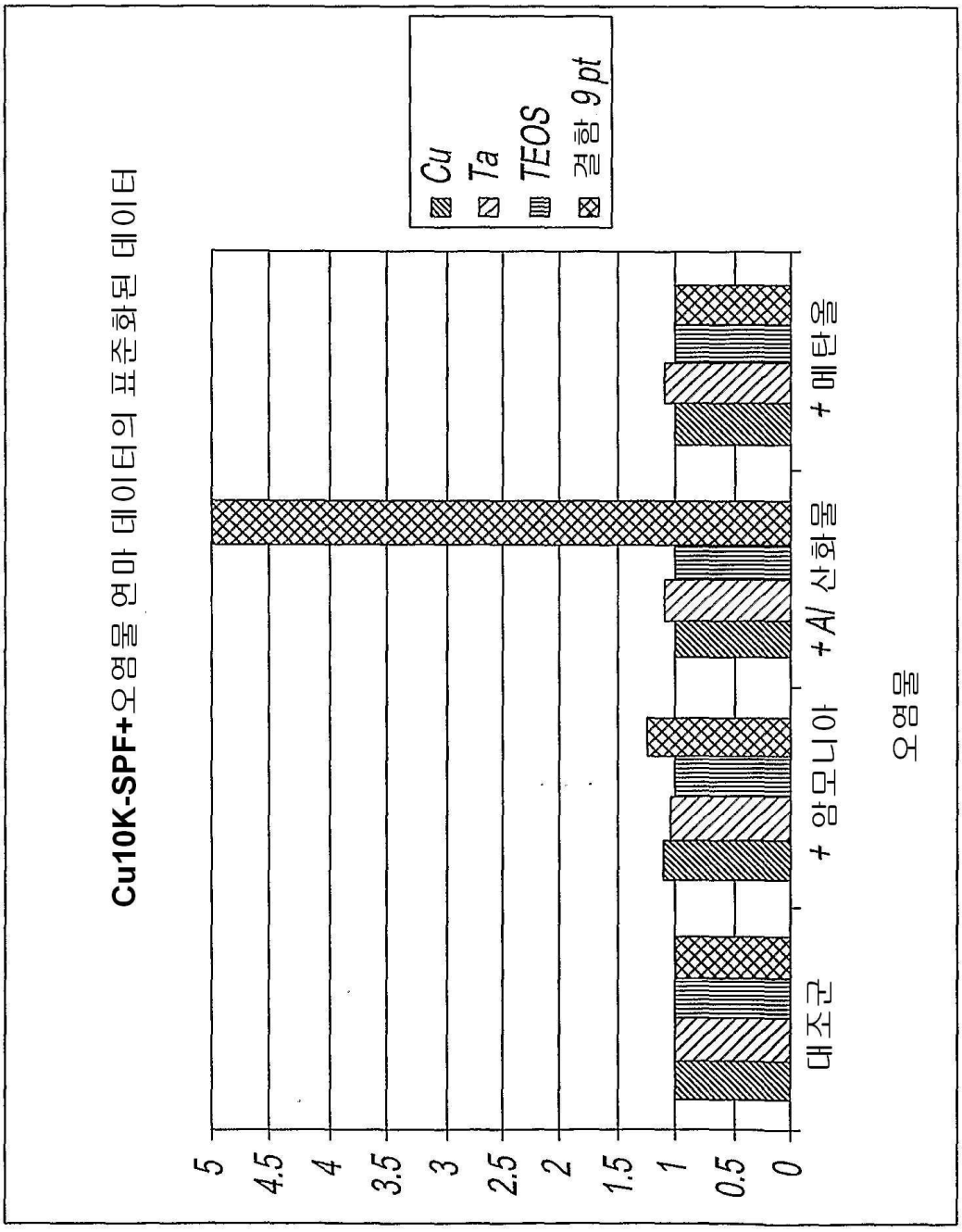
도면

도면1

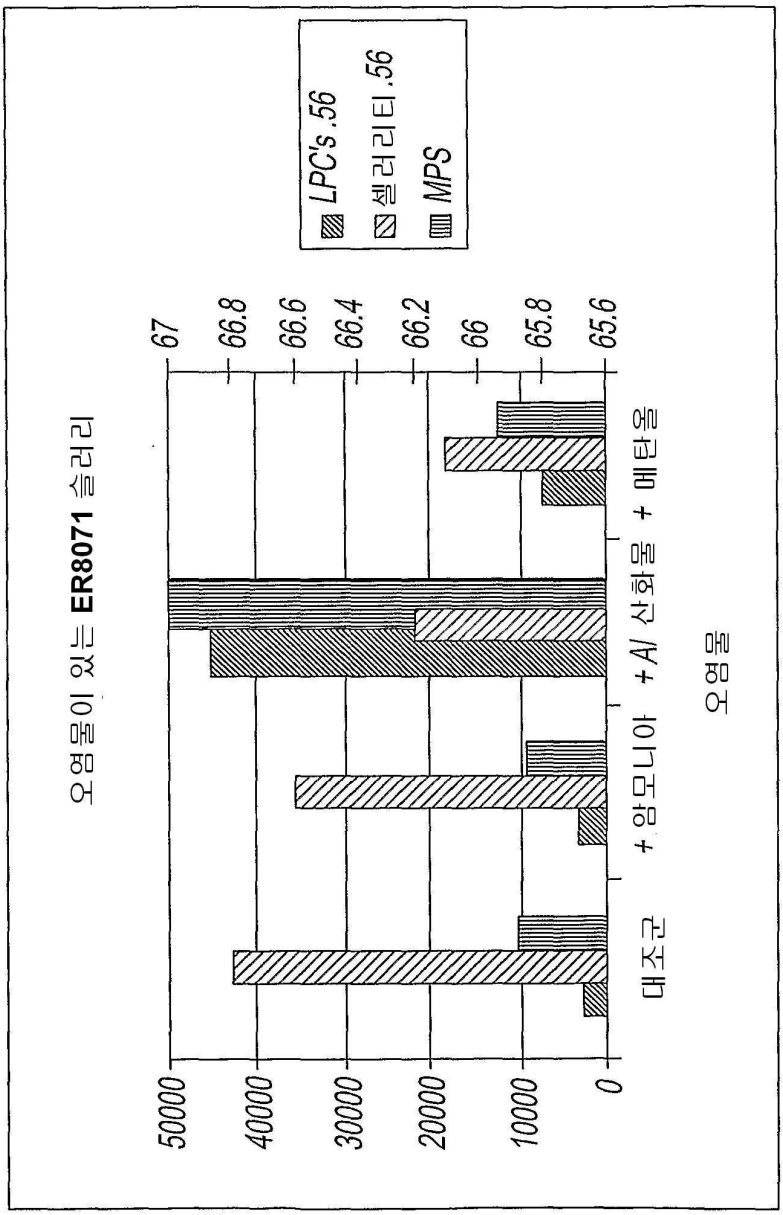
오염물이 있는 **Cu10K-SPF**의 표준화된 데이터



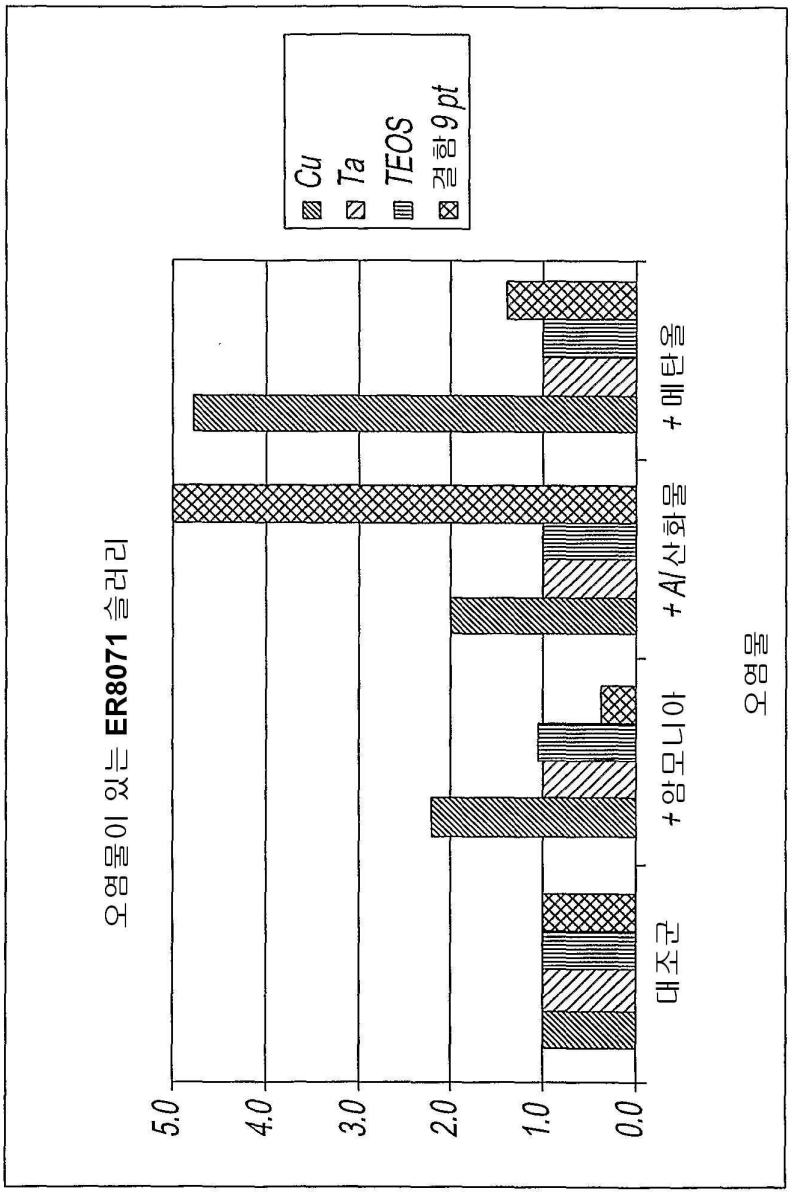
도면2


Cu10K-SPF+오염물 연마 데이터의 표준화된 데이터
Cu
Ta
TEOS
결함 9 pt
5
4.5
4
3.5
3
2.5
2
1.5
1
0.5
0
대조군
+ 암모니아
+Al/ 산화물
+ 메탄올
오염물

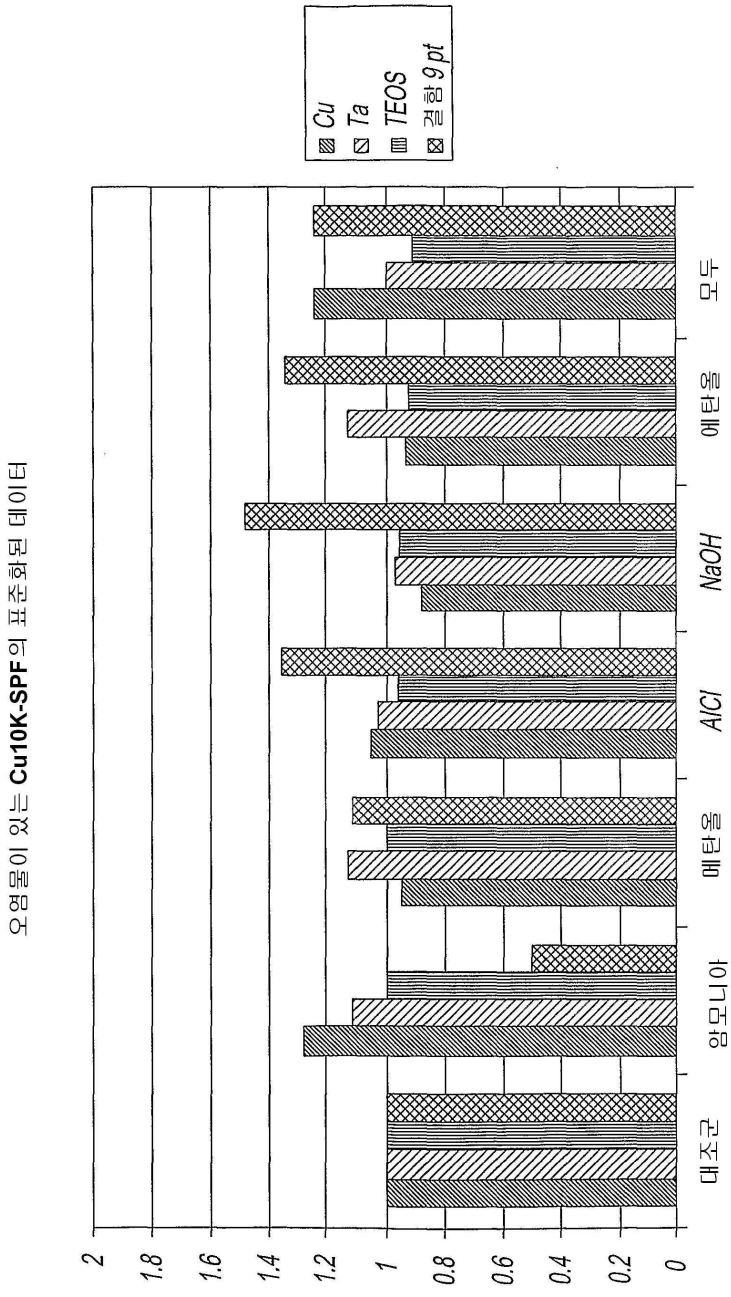
도면3


오염물이 있는 ER8071 슬러리
LPC's .56
셀러리티 .56
MPS
67
66.8
66.6
66.4
66.2
66
65.8
65.6
50000
40000
30000
20000
10000
0
대조군
+ 암모니아
+ Al 산화물
+ 메탄올
오염물

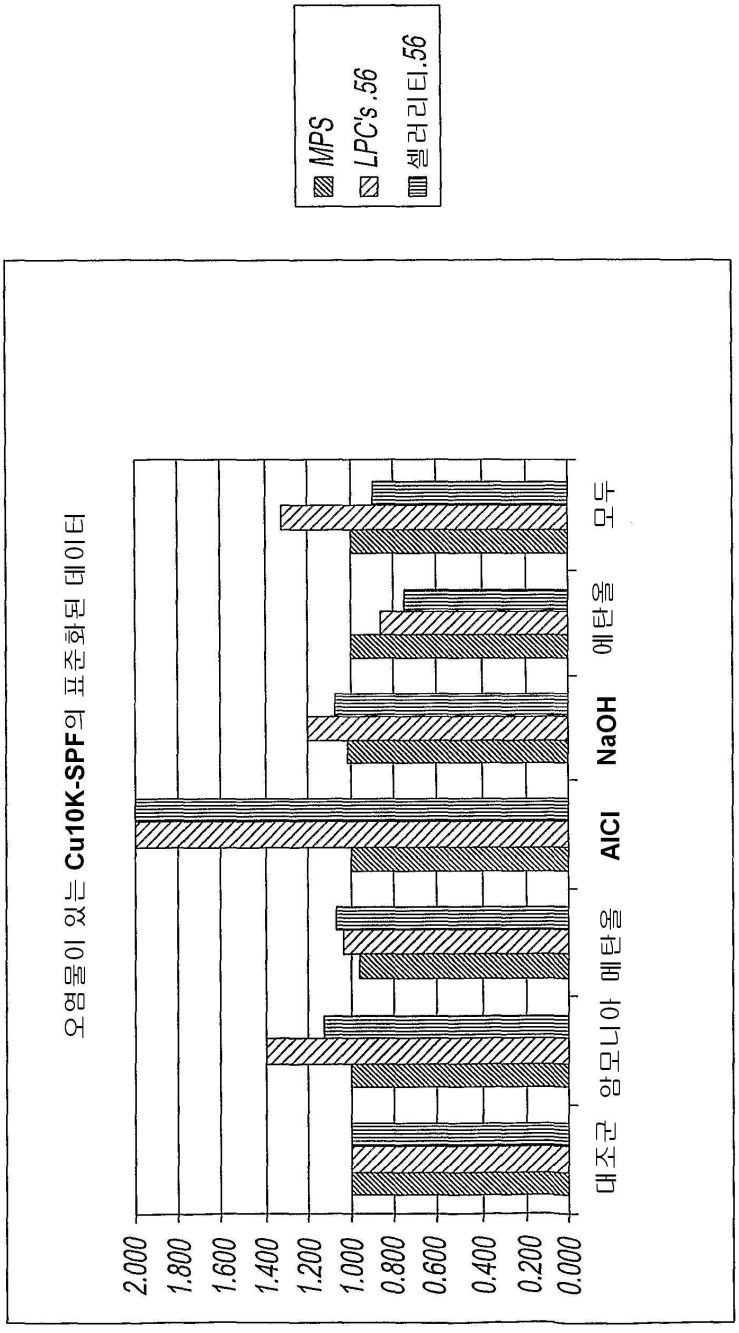
도면4


오염물이 있는 ER8071 슬러리
Cu
Ta
TEOS
결함 9 pt
5.0
4.0
3.0
2.0
1.0
0.0
대조군
+암모니아
+Al산화물
+메탄올
오염물

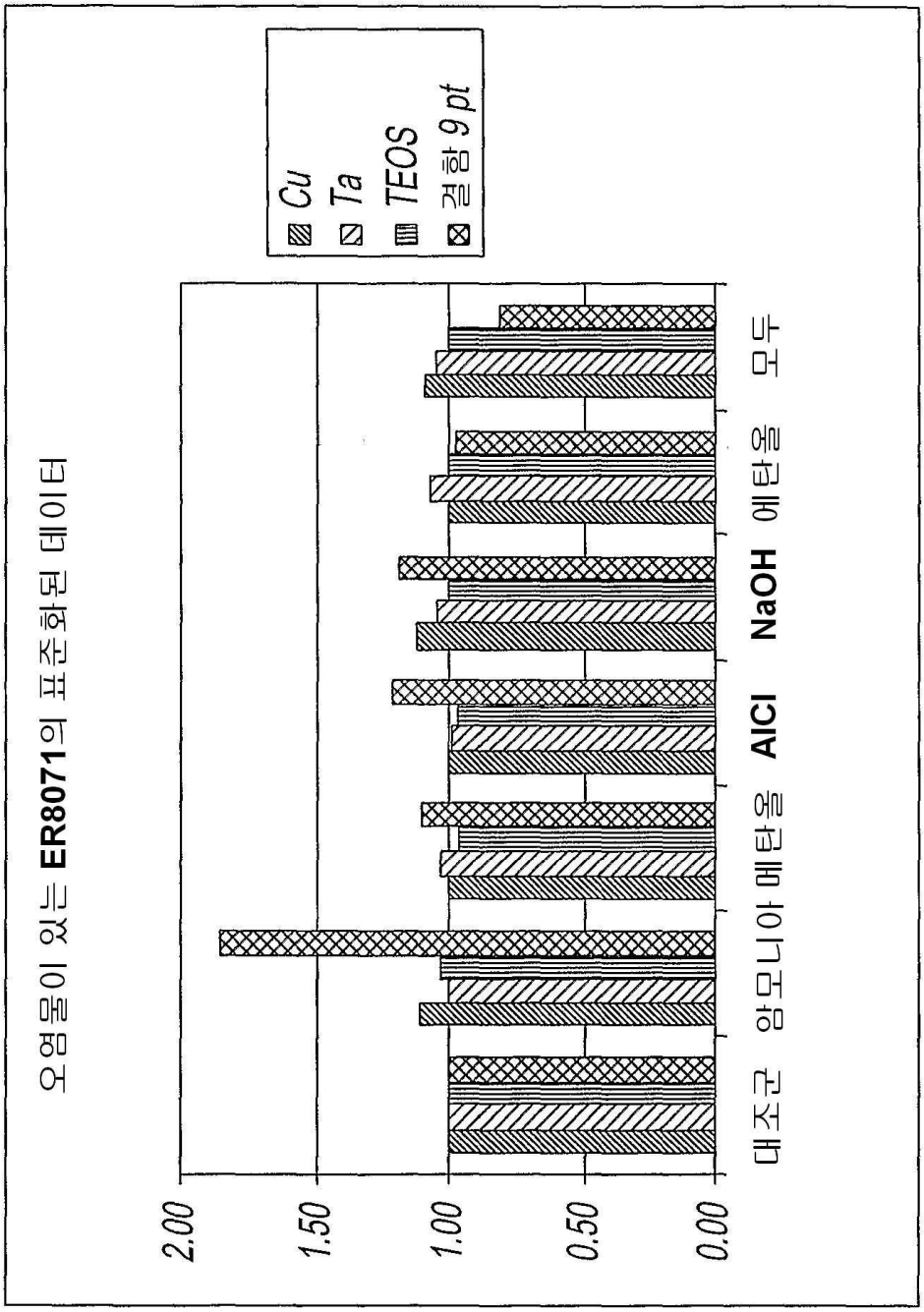
도면5


오염물이 있는 Cu10K-SPF의 표준화된 데이터
Cu
Ta
TEOS
결함 9 pt
2
1.8
1.6
1.4
1.2
1
0.8
0.6
0.4
0.2
0
대조군
암모니아
메탄올
AlCl
NaOH
에탄올
모두

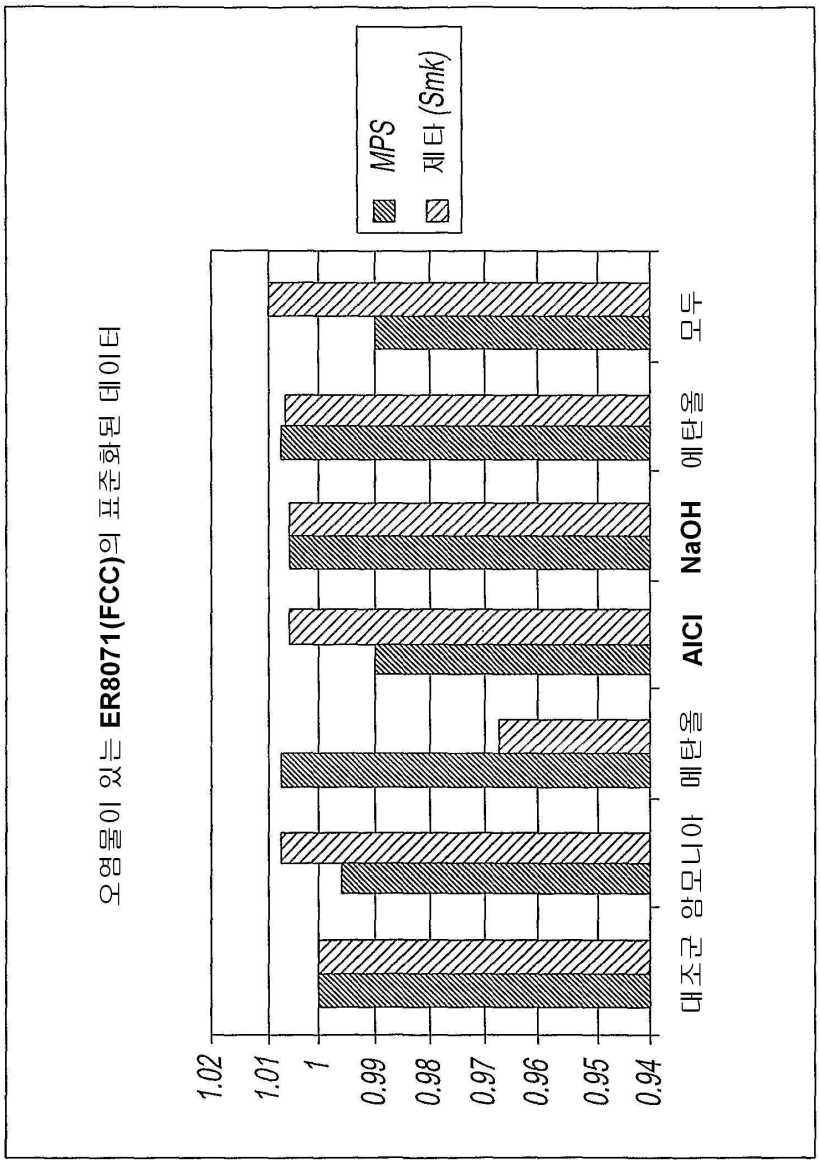
도면6


MPS
LPC's .56
셀 러 리 티.56
오염물이 있는 Cu10K-SPF의 표준화된 데이터
2.000
1.800
1.600
1.400
1.200
1.000
0.800
0.600
0.400
0.200
0.000
대조군
암모니아
메탄올
AlCl
NaOH
에탄올
모두

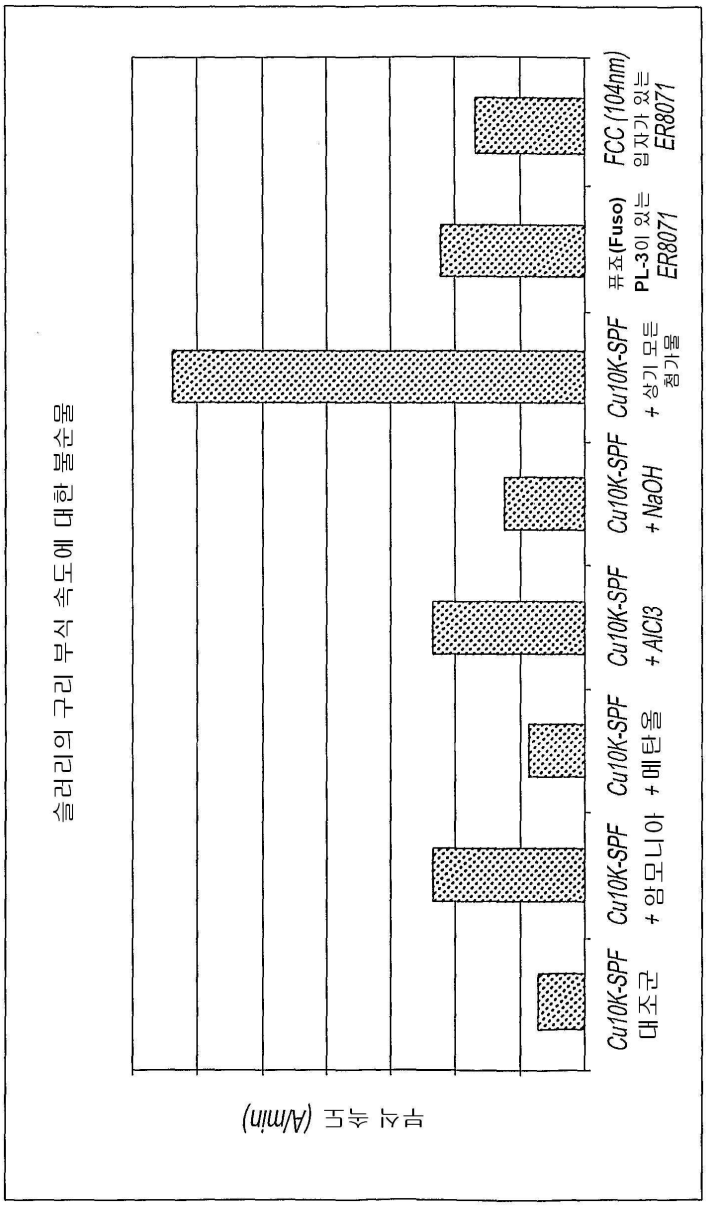
도면7


오염물이 있는 ER8071의 표준화된 데이터
Cu
Ta
TEOS
결함 9 pt
2.00
1.50
1.00
0.50
0.00
대조군 암모니아 메탄올 AlCl NaOH 에탄올 모두

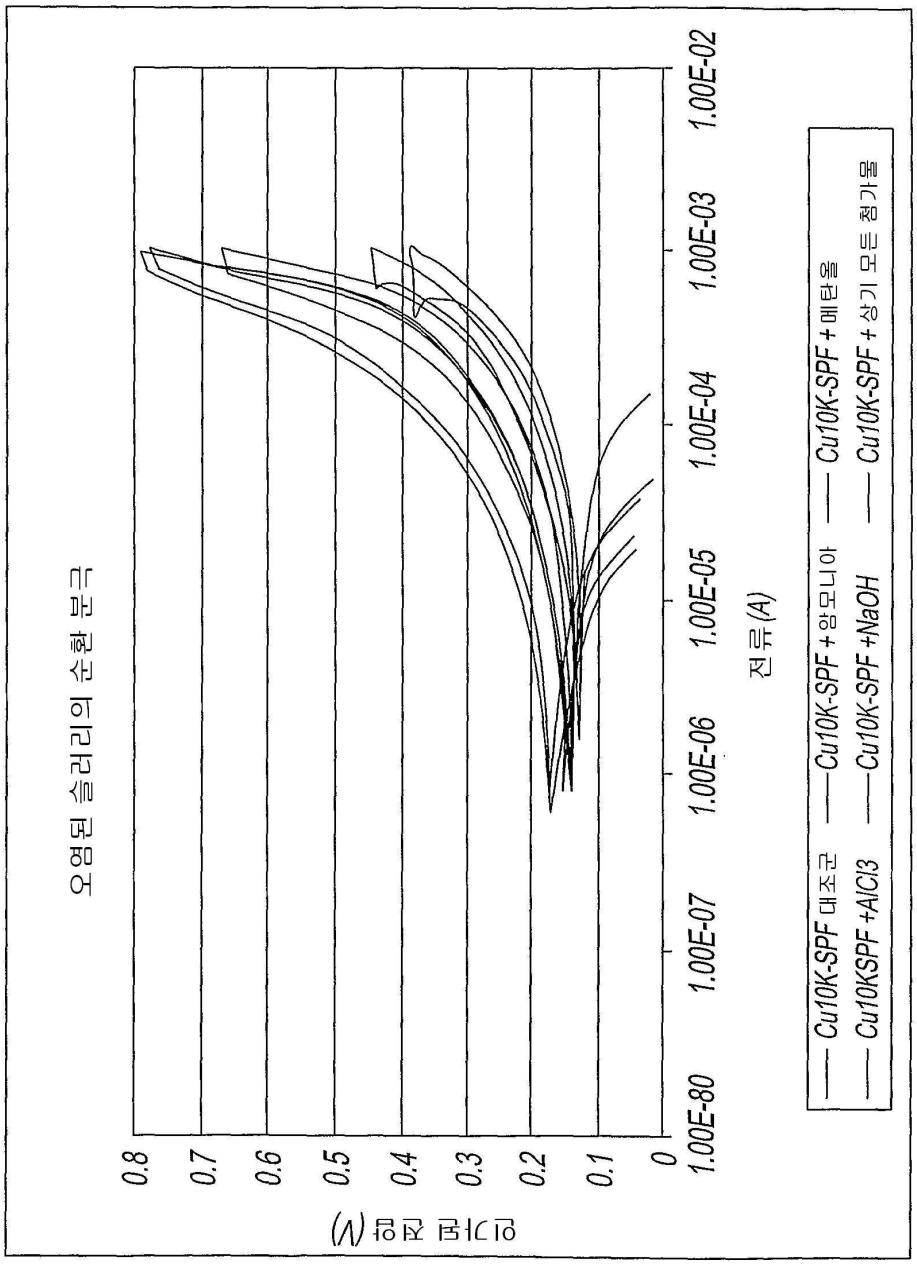
도면8


오염물이 있는 ER8071(FCC)의 표준화된 데이터
MPS
제타 (Smk)
1.02
1.01
1
0.99
0.98
0.97
0.96
0.95
0.94
대조군
암모니아
메탄올
AlCl
NaOH
에탄올
모두

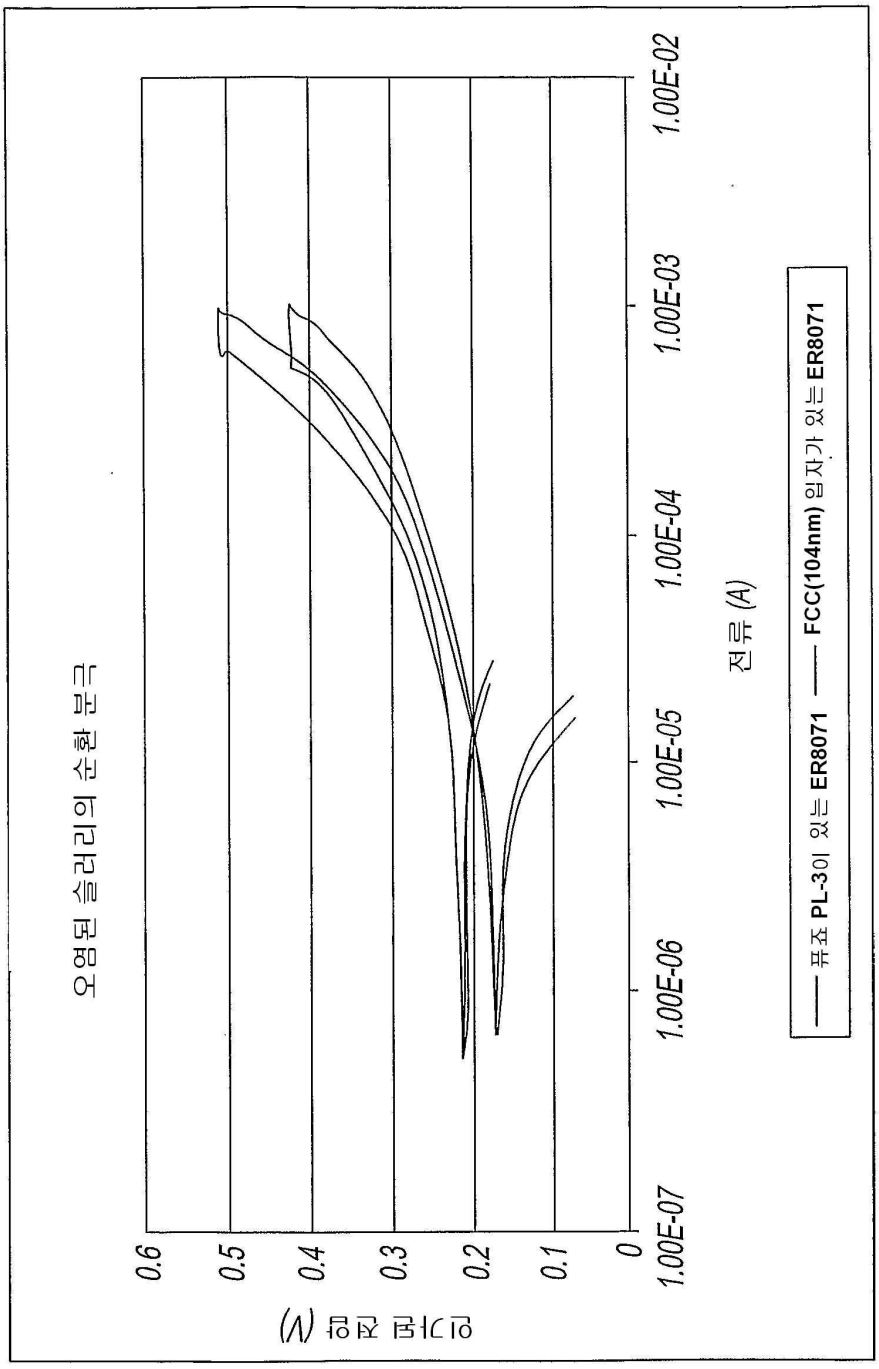
도면9


슬러리의 구리 부식 속도에 대한 불순물
부식 속도 (Å/min)
Cu10K-SPF 대조군
Cu10K-SPF + 암모니아
Cu10K-SPF + 메탄올
Cu10K-SPF + AlCl3
Cu10K-SPF + NaOH
Cu10K-SPF + 상기 모든 첨가물
퓨죠(Fuso) PL-3이 있는 ER8071
FCC (104nm) 입자가 있는 ER8071

도면10


오염된 슬러리의 순환 분극
인가된 전압 (V)
0.8
0.7
0.6
0.5
0.4
0.3
0.2
0.1
0
1.00E-80
1.00E-07
1.00E-06
1.00E-05
1.00E-04
1.00E-03
1.00E-02
전류 (A)
Cu10K-SPF 대조군
Cu10K-SPF + 암모니아
Cu10K-SPF + 메탄올
Cu10KSPF +AlCl3
Cu10K-SPF +NaOH
Cu10K-SPF + 상기 모든 첨가물

도면11


오염된 슬러리의 순환 분극
인가된 전압 (V)
0.6
0.5
0.4
0.3
0.2
0.1
0
1.00E-07
1.00E-06
1.00E-05
1.00E-04
1.00E-03
1.00E-02
전류 (A)
퓨죠 PL-3이 있는 ER8071
FCC(104nm) 입자가 있는 ER8071