



(19) 대한민국특허청(KR)  
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2024년03월26일  
(11) 등록번호 10-2650942  
(24) 등록일자 2024년03월20일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)  
C09G 1/02 (2006.01) B24B 37/04 (2006.01)  
C09G 1/04 (2006.01) C09K 3/14 (2006.01)  
H01L 21/306 (2006.01) H01L 21/321 (2006.01)  
(52) CPC특허분류  
C09G 1/02 (2013.01)  
B24B 37/044 (2013.01)  
(21) 출원번호 10-2017-7027602  
(22) 출원일자(국제) 2016년03월01일  
심사청구일자 2021년02월16일  
(85) 번역문제출일자 2017년09월28일  
(65) 공개번호 10-2017-0125378  
(43) 공개일자 2017년11월14일  
(86) 국제출원번호 PCT/US2016/020261  
(87) 국제공개번호 WO 2016/140968  
국제공개일자 2016년09월09일  
(30) 우선권주장  
14/639,564 2015년03월05일 미국(US)  
(56) 선행기술조사문헌  
KR1020140133604 A  
(뒷면에 계속)  
전체 청구항 수 : 총 27 항

(73) 특허권자  
씨엠씨 머티리얼즈 엘엘씨  
미국 60504 일리노이주 오로라 노쓰 코몬스 드라이브 870  
(72) 발명자  
라이쓰, 브라이언  
미국 60504 일리노이주 오로라 노쓰 코몬스 드라이브 870  
사우터 반 네스, 다나  
미국 60504 일리노이주 오로라 노쓰 코몬스 드라이브 870  
(뒷면에 계속)  
(74) 대리인  
양영준, 김영

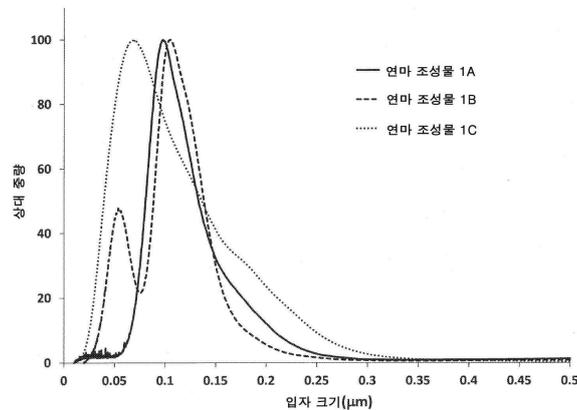
심사관 : 유밀

(54) 발명의 명칭 세리아 연마제를 함유하는 연마 조성물

(57) 요약

본 발명은 제1 연마 입자로서, 상기 제1 연마 입자가 습식 세리아 입자이고, 약 40 nm 내지 약 100 nm의 메디언 입자 크기를 가지며, 연마 조성물 중에 약 0.005 중량% 내지 약 2 중량%의 농도로 존재하고, 적어도 약 300 nm의 입자 크기 분포를 가지는 것인 제1 연마 입자, 작용화 헤테로환, pH 조절제, 및 수성 담체를 포함하며, pH가 약 1 내지 약 6인 화학 기계적 연마 조성물을 제공한다. 본 발명은 또한 상기 연마 조성물을 사용하여, 기관, 특히 실리콘 산화물 층을 포함하는 기관을 연마하는 방법을 제공한다.

대표도



(52) CPC특허분류

*C09G 1/04* (2013.01)  
*C09K 3/1454* (2013.01)  
*C09K 3/1463* (2013.01)  
*H01L 21/30625* (2013.01)  
*H01L 21/3212* (2013.01)

(72) 발명자

**램, 비에트**

미국 60504 일리노이주 오로라 노쓰 코몬스 드라이브 870

**하인즈, 알렉산더**

미국 60504 일리노이주 오로라 노쓰 코몬스 드라이브 870

**크라프트, 스티븐**

미국 60504 일리노이주 오로라 노쓰 코몬스 드라이브 870

**지아, 런허**

미국 60504 일리노이주 오로라 노쓰 코몬스 드라이브 870

(56) 선행기술조사문헌

KR1020060041220 A  
W02008023858 A1  
KR1020120024881 A  
US20130264515 A1  
W02014011678 A1

**명세서**

**청구범위**

**청구항 1**

(a) 제1 연마 입자로서, 상기 제1 연마 입자가 습식 세리아 입자이고, 40 nm 내지 100 nm의 메디언 입자 크기를 가지며, 연마 조성물 중에 0.005 중량% 내지 2 중량%의 농도로 존재하고, 적어도 300 nm의 입자 크기 분포를 가지는 것인 제1 연마 입자,

(b) 작용화 질소 함유 헤테로환, 작용화 황-함유 헤테로환, 나프토산 및 이들의 조합으로부터 선택된 작용화 환으로서, 연마 조성물 중에 100 ppm 내지 1500 ppm의 농도로 존재하는 작용화 환,

(c) pH 조절제, 및

(d) 수성 담체를 포함하며,

pH가 1 내지 6이며,

상기 제1 연마 입자가 세 자리 하이드록시기를 포함하는 표면을 가지며, 상기 제1 연마 입자가  $2.0 \times 10^{-5}$  몰 /  $m^2$  이상인 세 자리 하이드록시기의 표면 피복률을 갖고,

상기 제1 연마 입자의 라만 스펙트럼은  $458 \text{ cm}^{-1}$ 에서의 피크 및  $583 \text{ cm}^{-1}$ 에서의 피크를 포함하고, 상기  $458 \text{ cm}^{-1}$ 에서의 피크의 강도의  $583 \text{ cm}^{-1}$ 에서의 피크의 강도에 대한 비가 100 이하인, 화학 기계적 연마 조성물.

**청구항 2**

제1항에 있어서, 상기 제1 연마 입자가 연마 조성물 중에 0.1 중량% 내지 0.5 중량%의 농도로 존재하는, 화학 기계적 연마 조성물.

**청구항 3**

제1항에 있어서, 상기 작용화 환이 피콜린산, 퀴날딘산 및 이들의 조합으로부터 선택된 작용화 질소 함유 헤테로환을 포함하는, 화학 기계적 연마 조성물.

**청구항 4**

제1항에 있어서, 상기 pH 조절제가 알킬 아민, 알콜 아민, 4급 아민 하이드록사이드, 암모니아 및 이들의 조합으로부터 선택되는, 화학 기계적 연마 조성물.

**청구항 5**

제4항에 있어서, 상기 pH 조절제가 트리에탄올 아민인, 화학 기계적 연마 조성물.

**청구항 6**

제1항에 있어서, 상기 연마 조성물의 pH가 3.5 내지 5인, 화학 기계적 연마 조성물.

**청구항 7**

제1항에 있어서, 상기 연마 조성물이,

카르복실산 단량체, 술폰화 단량체 또는 포스폰화 단량체의 음이온성 공중합체, 및 아크릴레이트 또는 폴리비닐 알콜,

폴리비닐피롤리돈 또는 폴리에틸렌글리콜인 비이온성 중합체,

아미노 실란, 우레이도 실란 또는 글리시딜 실란인 실란,

작용화 피리딘의 N-옥사이드,

전분,

사이클로 텍스트린, 및

이들의 조합으로부터 선택되는 첨가제를 추가로 포함하며,

상기 첨가제가 화학 기계적 연마 조성물중에 25 ppm 내지 500 ppm의 농도로 존재하는, 화학 기계적 연마 조성물.

**청구항 8**

제7항에 있어서, 상기 첨가제가 2-하이드록시 에틸메타크릴산 및 메타크릴 산의 공중합체, 폴리비닐피롤리돈, 아미노프로필실란트리올, 피콜린산 N-옥사이드, 전분, 알파-시클로텍스트린, 베타-사이클로텍스트린 및 이들의 조합으로부터 선택되는, 화학 기계적 연마 조성물.

**청구항 9**

제1항에 있어서, 상기 연마 조성물이 양이온성 중합체 및 카르복실산을 추가로 포함하고,

여기서 양이온성 중합체가 4급 아민이고, 상기 양이온성 중합체가 연마 조성물 중에 1 ppm 내지 250 ppm의 농도로 존재하고,

여기서 상기 카르복실산의 pKa는 1 내지 6이고, 상기 카르복실산은 연마 조성물 중에 25 ppm 내지 500 ppm의 농도로 존재하고,

상기 연마 조성물의 pH가 상기 카르복실산의 pKa의 2 단위 이내인, 화학 기계적 연마 조성물.

**청구항 10**

제9항에 있어서, 상기 양이온성 중합체가 폴리(비닐이미다졸륨)인, 화학 기계적 연마 조성물.

**청구항 11**

제9항에 있어서, 상기 카르복실산의 pKa가 3.5 내지 5인, 화학 기계적 연마 조성물.

**청구항 12**

제9항에 있어서, 상기 카르복실산이 아세트산인, 화학 기계적 연마 조성물.

**청구항 13**

제1항에 있어서, 상기 연마 조성물이 폴리비닐알콜 및 셀룰로스로부터 선택된 중합체를 추가로 포함하고, 상기 중합체가 연마 조성물 중에 1 ppm 내지 250 ppm의 농도로 존재하는, 화학 기계적 연마 조성물.

**청구항 14**

하기 단계를 포함하는 기관의 연마 방법:

- (i) 기관을 제공하는 단계;
- (ii) 연마 패드를 제공하는 단계;
- (iii) 제1항의 화학 기계적 연마 조성물을 제공하는 단계;
- (iv) 상기 기관을 연마 패드 및 화학 기계적 연마 조성물과 접촉시키는 단계; 및
- (v) 상기 연마 패드 및 화학 기계적 연마 조성물을 기관에 대하여 이동시켜, 기관의 적어도 일부분을 연마하여 기관을 연마하는 단계.

**청구항 15**

하기 단계를 포함하는 기관의 연마 방법:

- (i) 기관을 제공하는 단계로서, 상기 기관이 실리콘 산화물 층을 포함하는 것인 단계;

(ii) 연마 패드를 제공하는 단계;

(iii) (a) 제1 연마 입자로서, 상기 제1 연마 입자가 습식 세리아 입자이고, 40 nm 내지 100 nm의 메디언 입자 크기를 가지며, 연마 조성물 중에 0.005 중량% 내지 2 중량%의 농도로 존재하고, 적어도 300 nm의 입자 크기 분포를 가지는 것인 제1 연마 입자,

(b) 작용화 질소 함유 헥테로환, 작용화 황-함유 헥테로환, 나프토산 및 이들의 조합으로부터 선택된 작용화 환으로서, 연마 조성물 중에 100 ppm 내지 1500 ppm의 농도로 존재하는 작용화 환,

(c) pH 조절제, 및

(d) 수성 담체를 포함하며,

pH가 1 내지 6이며,

상기 제1 연마 입자가 세 자리 하이드록시기를 포함하는 표면을 가지며, 상기 제1 연마 입자가  $2.0 \times 10^{-5}$  몰 /  $m^2$  이상인 세 자리 하이드록시기의 표면 피복률을 갖고,

상기 제1 연마 입자의 라만 스펙트럼은  $458 \text{ cm}^{-1}$ 에서의 피크 및  $583 \text{ cm}^{-1}$ 에서 피크를 포함하고, 상기  $458 \text{ cm}^{-1}$ 에서의 피크의 강도의  $583 \text{ cm}^{-1}$ 에서의 피크의 강도에 대한 비가 100 이하인, 화학 기계적 연마 조성물을 제공하는 단계;

(iv) 상기 기판을 연마 패드 및 화학 기계적 연마 조성물과 접촉시키는 단계; 및

(v) 상기 연마 패드 및 화학 기계적 연마 조성물을 기판에 대하여 이동시켜, 기판의 표면상의 실리콘 산화물 층의 적어도 일부분을 연마하여 기판을 연마하는 단계.

#### 청구항 16

제15항에 있어서, 상기 제1 연마 입자가 연마 조성물 중에 0.1 중량% 내지 0.5 중량%의 농도로 존재하는, 방법.

#### 청구항 17

제15항에 있어서, 상기 작용화 환이 피콜린산, 퀴날딘산 및 이들의 조합으로부터 선택된 작용화 질소 함유 헥테로환을 포함하는, 방법.

#### 청구항 18

제15항에 있어서, 상기 pH 조절제가 알킬 아민, 알콜 아민, 4급 아민 하이드 록사이드, 암모니아 및 이들의 조합으로부터 선택되는, 방법.

#### 청구항 19

제18항에 있어서, 상기 pH 조절제가 트리에탄올아민인, 방법.

#### 청구항 20

제15항에 있어서, 상기 연마 조성물의 pH가 3.5 내지 5인, 방법.

#### 청구항 21

제15항에 있어서, 상기 연마 조성물이

카르복실산 단량체, 술폰화 단량체 또는 포스폰화 단량체의 음이온성 공중합체, 및 아크릴레이트 또는 폴리비닐 알콜,

폴리비닐피롤리돈 또는 폴리에틸렌글리콜인 비이온성 중합체,

아미노 실란, 우레이도 실란 또는 글리시딜 실란인 실란,

작용화 피리딘의 N-옥사이드,

전분,

사이클로 텍스트린, 및

이들의 조합으로부터 선택되는 첨가제를 추가로 포함하며,

상기 첨가제가 화학 기계적 연마 조성물중에 25 ppm 내지 500 ppm의 농도로 존재하는, 방법.

**청구항 22**

제21항에 있어서, 상기 첨가제가 2-하이드록시에틸메타크릴산 및 메타크릴 산의 공중합체, 폴리비닐피롤리돈, 아미노프로필실란트리올, 피콜린산 N-옥사이드, 전분, 알파-사이클로텍스트린, 베타-사이클로텍스트린 및 이들의 조합으로부터 선택되는, 방법.

**청구항 23**

제15항에 있어서, 상기 연마 조성물이 양이온성 중합체 및 카르복실산을 추가로 포함하고,

여기서 상기 양이온성 중합체가 4급 아민이고, 상기 양이온성 중합체가 연마 조성물 중에 1 ppm 내지 250 ppm의 농도로 존재하고,

여기서 상기 카르복실산의 pKa는 1 내지 6이고, 상기 카르복실산은 연마 조성물 중에 25 ppm 내지 500 ppm의 농도로 존재하고,

상기 연마 조성물의 pH가 상기 카르복실산의 pKa의 2 단위 이내인, 방법.

**청구항 24**

제23항에 있어서, 상기 양이온성 중합체가 폴리(비닐이미다졸륨)인, 방법.

**청구항 25**

제23항에 있어서, 상기 카르복실산의 pKa가 3.5 내지 5인, 방법.

**청구항 26**

제25항에 있어서, 상기 카르복실산이 아세트산인, 방법.

**청구항 27**

제15항에 있어서, 상기 연마 조성물이 폴리비닐알콜 및 셀룰로스로부터 선택된 중합체를 추가로 포함하고, 상기 중합체가 연마 조성물 중에 1 ppm 내지 250 ppm의 농도로 존재하는, 방법.

**청구항 28**

삭제

**청구항 29**

삭제

**청구항 30**

삭제

**청구항 31**

삭제

**발명의 설명**

**기술 분야**

[0001] 집적 회로 및 다른 전자 디바이스의 제조에 있어서, 전도성, 반도체성 및 유전성 재료의 복수의 층이 기판 표면

상에 증착되거나 기판 표면으로부터 제거된다. 재료 층이 기판 상에 순차적으로 증착되고 기판으로부터 제거됨에 따라, 기판의 최상면은 비평면이 되어 평탄화를 필요로 할 수 있다. 표면을 평탄화하거나 표면을 "연마한다"는 것은 기판의 표면에서 재료를 제거하여 일반적으로 고르고 평탄한 표면을 형성하는 공정이다. 평탄화(planarization)는 거친 표면, 응집된 재료, 결정 격자의 손상, 스크래치 및 오염된 층 또는 재료와 같은 원하지 않는 표면 토포그래피(topography) 및 표면 결함을 제거하는데 유용하다. 평탄화는 또한 특징부를 충전하고 그 후의 금속화 및 처리 레벨을 위한 평활한 표면을 제공하기 위해 사용된 과도하게 증착된 재료를 제거함으로써 기판상에 특징부를 형성하는 데 유용하다.

[0002] 기판의 표면을 평탄화 또는 연마하기 위한 조성물 및 방법은 당해 기술분야에서 잘 알려져 있다. 화학 기계적 평탄화 또는 화학 기계적 연마(CMP)는 기판을 평탄화하기 위해 사용되는 일반적인 기술이다. CMP는 기판으로부터 재료를 선택적으로 제거하기 위해 CMP 조성물 또는 보다 간단하게는 연마 조성물(연마 슬러리로도 지칭됨)로 알려져 있는 화학 조성물을 이용한다. 연마 조성물은 전형적으로 기판의 표면을 연마 조성물로 포화된 연마 패드(예를 들어, 연마포 또는 연마 디스크)와 접촉시킴으로써 기판에 도포된다. 기판의 연마는 전형적으로 연마 조성물의 화학적 활성 및/또는 연마 조성물 중에 현탁되거나 연마 패드(예를 들어, 고정 연마제 연마 패드)에 혼합된 연마제의 기계적 활성에 의해 추가로 보조된다.

**배경 기술**

[0003] 집적 회로의 크기가 축소되고 칩상의 집적 회로의 수가 증가함에 따라, 회로를 구성하는 구성 요소들은 전형적인 칩에서 이용 가능한 제한된 공간에 적합하도록, 서로 더욱 근접하여 배치되어야 한다. 최적의 반도체 성능을 보장하기 위해서는 회로 간의 효과적인 분리가 중요하다. 이를 위해, 얇은 트렌치가 반도체 기판 내로 에칭되어, 집적 회로의 활성 영역을 분리시키는 절연체로 충전된다. 보다 구체적으로, 얇은 트렌치 분리(STI)는 실리콘 기판 상에 실리콘 질화물 층을 형성하고, 에칭 또는 포토리소그래피를 통해 얇은 트렌치를 형성하고, 트렌치를 충전하기 위해 유전체 층을 증착하는 공정이다. 이와 같이 하여 형성된 트렌치 깊이의 변화로 인해, 통상적으로, 모든 트렌치의 완전한 충전을 보장하기 위해 기판의 상부에 과량의 유전체 재료를 증착하는 것이 필요하다. 유전체 재료(예를 들어, 실리콘 산화물)는 기판의 하부에 있는 토포그래피에 일치한다. 따라서, 기판의 표면은, 산화물 패턴으로 지칭되는, 트렌치 사이의 상부에 있는 산화물의 용기된 영역을 특징으로 한다. 산화물 패턴은 트렌치 외부에 있는 과잉 산화물 유전체 재료의 단계 높이에 의해 특징화된다. 과잉의 유전체 재료는 전형적으로 CMP 공정에 의해 제거되며, 이것은 추가 공정을 위한 평탄한 표면을 부가적으로 제공한다. 패턴 산화물이 연마되고 표면의 평탄성이 가까워짐에 따라, 산화물 층은 블랭킷 산화물로 언급된다.

[0004] 연마 조성물은 연마 속도(즉, 제거 속도) 및 그 평탄화 효율에 따라 특징화될 수 있다. 연마 속도는 기판의 표면으로부터 재료를 제거하는 속도를 말하며, 통상 단위 시간당 길이(두께)(예를 들어, 분당 옹스트롬(Å)) 단위로 표현된다. 평탄화 효율은 기판으로부터 제거된 재료의 양에 대한 단계 높이 감소와 관련한다. 구체적으로, 연마 표면, 예컨대 연마 패드는 우선 그 표면의 "높은 지점"에 접촉하고 평탄한 표면을 형성하기 위해 재료를 제거해야 한다. 보다 적은 재료의 제거로 평탄한 표면을 달성하는 공정은 평탄성을 달성하기 위해 더 많은 재료의 제거를 요구하는 공정보다 더 효율적이라고 여겨진다.

[0005] 종종, 실리콘 산화물 패턴의 제거 속도는 STI 프로세스에서 유전체 연마 단계에 대한 속도를 제한할 수 있으며, 따라서 실리콘 산화물 패턴의 높은 제거속도가 디바이스 처리량을 증가시키는데 바람직하다. 그러나, 블랭킷 제거 속도가 너무 빠르면, 노출된 트렌치에서 산화물의 과다 연마로 인하여 트렌치 부식을 초래하고 디바이스 결함을 증가시킨다.

**발명의 내용**

**해결하려는 과제**

[0006] 개선된 평탄화 효율을 제공하면서 유용한 제거 속도를 제공할, 실리콘 산화물 함유 기판의 화학 기계적 연마를 위한 조성물 및 방법이 여전히 필요하다. 본 발명은 이러한 연마 조성물 및 방법을 제공한다. 본 발명의 이점 및 다른 장점뿐만 아니라 추가의 발명적 특징은 본 명세서에 제공된 본 발명의 설명으로부터 명백해질 것이다.

**과제의 해결 수단**

[0007] 본 발명은 화학 기계적 연마 조성물에 있어서, (a) 제1 연마 입자로서, 상기 제1 연마 입자가 습식 세리아 입자이고, 약 40 nm 내지 약 100 nm의 메디언 입자 크기를 가지며, 상기 연마 조성물 중에 약 0.005 중량% 내지 약

2 중량%의 농도로 존재하고, 적어도 약 300 nm의 입자 크기 분포를 가지는 것인 제1 연마 입자, (b) 작용화 질소 함유 헤테로환, 작용화 황 함유 헤테로환, 나프토산 및 그의 조합으로부터 선택된 작용화 헤테로환으로서, 연마 조성물 중에 약 100 ppm 내지 약 1500 ppm의 농도로 존재하는 작용화 헤테로환, (c) pH 조절제, 및 (d) 수성 담체를 포함하며, pH가 약 1 내지 약 6인 화학 기계적 연마 조성물을 제공한다.

[0008] 본 발명은 또한 (i) 기판을 제공하는 단계로서, 상기 기판이 실리콘 산화물 층을 포함하는 것인 단계; (ii) 연마 패드를 제공하는 단계; (iii) (a) 제1 연마 입자로서, 상기 제1 연마 입자가 습식 세리아 입자이고, 약 40 nm 내지 약 100 nm의 메디언 입자 크기를 가지며, 연마 조성물 중에 약 0.005 중량% 내지 약 2 중량%의 농도로 존재하고, 적어도 약 300 nm의 입자 크기 분포를 가지는 것인 제1 연마 입자, (b) 작용화 질소 함유 헤테로환, 작용화 황 함유 헤테로환, 나프토산 및 그의 조합으로부터 선택된 작용화 헤테로환으로서, 연마 조성물 중에 약 100 ppm 내지 약 1500 ppm의 농도로 존재하는 작용화 헤테로환, (c) pH 조절제, 및 (d) 수성 담체를 포함하며, pH가 약 1 내지 약 6인 화학 기계적 연마 조성물을 제공하는 단계; (iv) 상기 기판을 상기 연마 패드 및 화학 기계적 연마 조성물과 접촉시키는 단계; 및 (v) 상기 연마 패드 및 화학 기계적 연마 조성물을 기판에 대하여 이동시켜, 상기 기판의 표면상의 실리콘 산화물 층의 적어도 일부분을 연마하여 기판을 연마하는 단계를 포함하는 기판의 연마 방법을 제공한다.

**도면의 간단한 설명**

[0009] 도 1은, (1) 약 103 nm의 메디언 입자 크기 및 약 200 nm의 입자 크기 분포를 가지는 습식 세리아 입자(즉, 연마 조성물 1A에 포함된 비교 세리아 입자), (2) 약 54 nm의 메디언 입자 크기를 가지는 습식 세리아 입자 및 약 103 nm의 메디언 입자 크기를 가지는 습식 세리아 입자의 혼합물로서, 약 200 nm의 입자 크기 분포를 가지는 혼합물(즉, 연마 조성물 1B에 포함된 비교 세리아 입자), 및 (3) 약 73 nm의 메디언 입자 크기 및 약 380 nm의 입자 크기 분포를 가지는 습식 세리아 입자(즉, 연마 조성물 1C에 포함된 본 발명에 따른 제1 연마 입자)에 대한 입자의 상대 중량 대 입자의 입자 크기( $\mu\text{m}$ )를 도시한다.

도 2는 본 발명에 따른 제1 연마 입자, 즉, 약 73 nm의 메디언 입자 크기를 가지며, 약 380 nm의 입자 크기 분포를 가지는 습식 세리아 입자의 구현예의 적정 곡선뿐만 아니라, 약 103 nm의 메디언 입자 크기 및 약 200 nm의 입자 크기 분포를 가지는 비교 습식 세리아 입자의 적정 곡선을 도시하기 위해 pH 대 KOH의 용적(mL)을 플롯팅한다.

도 3은 본 발명에 따른 제1 연마 입자, 즉, 약 73 nm의 메디언 입자 크기 및 약 380 nm의 입자 크기 분포를 가지는 습식 세리아 입자의 구현예뿐만 아니라, 약 103 nm의 메디언 입자 크기 및 약 200 nm의 입자 크기 분포를 가지는 비교 습식 세리아 입자의 적정 곡선의 정규화된 1차 도함수(derivative)를 도시한다.

도 4는 본 발명에 따른 제1 연마 입자, 즉, 약 73 nm의 메디언 입자 크기 및 약 380 nm의 입자 크기 분포를 가지는 습식 세리아 입자의 구현예의 라만 스펙트럼의 라만 강도 대 파수( $\text{cm}^{-1}$ )를 도시한다.

도 5는 본 발명에 따른 제1 연마 입자의 구현예의 3가지 로트, 즉, 약 73 nm의 메디언 입자 크기를 가지며, 약 380 nm의 입자 크기 분포를 가지는 습식 세리아 입자의 3가지 로트의 라만 스펙트럼 상 약  $458 \text{ cm}^{-1}$ 에서의 피크 강도 대 약  $583 \text{ cm}^{-1}$ 에서의 피크 강도의 비뿐만 아니라, 약 103 nm의 메디언 입자 크기 및 약 200 nm의 입자 크기 분포를 가지는 비교 습식 세리아 입자의 1가지 로트의 라만 스펙트럼 상 약  $458 \text{ cm}^{-1}$ 에서의 피크 강도 대 약  $583 \text{ cm}^{-1}$ 에서의 피크 강도의 비를 도시한다.

도 6은 약 54 nm의 메디언 입자 크기를 가지는 습식 세리아 입자 및 약 103 nm의 메디언 입자 크기를 가지는 습식 세리아 입자의 혼합물로서, 약 200 nm의 입자 크기 분포를 가지는 혼합물(즉, 연마 조성물 1B에 포함된 비교 세리아 입자)을 포함하는 연마 조성물뿐만 아니라, 약 73 nm의 메디언 입자 크기 및 약 380 nm의 입자 크기 분포를 가지는 습식 세리아 입자(즉, 연마 조성물 1C에 포함된 본 발명에 따른 제1 연마 입자)를 포함하는 연마 조성물에 대한 잔여 단계 높이( $\text{\AA}$ ) 대 트렌치 손실( $\text{\AA}$ )을 도시한다.

**발명을 실시하기 위한 구체적인 내용**

[0010] 본 발명은 화학 기계적 연마 조성물에 있어서, (a) 제1 연마 입자로서, 제1 연마 입자가 습식 세리아 입자이고, 약 40 nm 내지 약 100 nm의 메디언 입자 크기를 가지며, 연마 조성물 중에 약 0.005 중량% 내지 약 2 중량%의 농도로 존재하고, 적어도 약 300 nm의 입자 크기 분포를 가지는 것인 제1 연마 입자, (b) 작용화 질소 함유 헤

테로환, 작용화 황 함유 헤테로환, 나프토산 및 이들의 조합으로부터 선택된 작용화 헤테로환으로서, 연마 조성물 중에 약 100 ppm 내지 약 1500 ppm의 농도로 존재하는 작용화 헤테로환, (c) pH 조절제, 및 (d) 수성 담체를 포함하며, pH가 약 1 내지 약 6인 화학 기계적 연마 조성물을 제공한다.

- [0011] 상기 연마 조성물은 제1 연마 입자를 포함한다. 제1 연마 입자는 습식 세리아 입자다. 예를 들어, 제1 연마 입자는 콜로이드상 세리아 입자를 포함하는 침전된 세리아 입자 또는 축합-중합된 세리아 입자일 수 있다.
- [0012] 제1 연마 입자는 임의의 적절한 공정에 의해 제조될 수 있다. 예를 들어, 제1 연마 입자는 하기 공정에 따라 제조된 습식 세리아 입자일 수 있다. 전형적으로, 본 발명에 따른 습식 세리아 입자를 합성하는 첫 번째 단계는 세리아 전구체를 물에 용해시키는 것이다. 상기 세리아 전구체는 임의의 적절한 세리아 전구체일 수 있으며, 임의의 적절한 전하, 예를 들어,  $Ce^{3+}$  또는  $Ce^{4+}$ 를 가지는 세리아 염을 포함할 수 있다. 적절한 세리아 전구체는, 예를 들어, 질산 세륨(III), 질산 세륨(IV) 암모늄, 탄산 세륨(III), 황산 세륨(IV) 및 염화 세륨(III)을 포함한다. 바람직하게는, 상기 세리아 전구체는 질산 세륨(III)이다.
- [0013] 상기 세리아 전구체 용액의 pH는 전형적으로 증가되어 비정질  $Ce(OH)_3$ 를 형성한다. 상기 용액의 pH는 임의의 적절한 pH로 증가될 수 있다. 예를 들어, 상기 용액의 pH는 약 10 이상의 pH, 예를 들어, 약 10.5 이상의 pH, 약 11 이상의 pH 또는 약 12 이상의 pH로 증가될 수 있다. 전형적으로, 상기 용액은 약 14 이하의 pH, 예를 들어, 약 13.5 이하의 pH 또는 약 13 이하의 pH를 가질 것이다. 임의의 적절한 염기가 상기 용액의 pH를 증가시키는데 사용될 수 있다. 적절한 염기에는, 예를 들어, KOH, NaOH,  $NH_4OH$  및 수산화 테트라메틸암모늄이 포함된다. 예를 들어, 에탄올아민 및 디에탄올아민과 같은 유기 염기가 또한 적합하다. 상기 용액은 pH가 증가하고, 비정질  $Ce(OH)_3$ 가 형성됨에 따라, 하얗게 흐려질 것이다.
- [0014] 상기 세리아 전구체 용액은 전형적으로 수 시간 동안 혼합된다. 예를 들어, 상기 용액은 약 1시간 이상, 예를 들어, 약 2시간 이상, 약 4시간 이상, 약 6시간 이상, 약 8시간 이상, 약 12시간 이상, 약 16시간 이상, 약 20시간 이상, 또는 약 24시간 이상 동안 혼합할 수 있다. 전형적으로, 상기 용액은 약 1시간 내지 약 24시간, 예를 들어, 약 2시간, 약 8시간 또는 약 12시간 동안 혼합된다. 혼합이 완료되면, 상기 용액을 가압 용기로 옮기고 가열할 수 있다.
- [0015] 상기 세리아 전구체 용액은 임의의 적절한 온도로 가열될 수 있다. 예를 들어, 상기 용액은 약 50°C 이상, 예를 들어, 약 75°C 이상, 약 100°C 이상, 약 125°C 이상, 약 150°C 이상, 약 175°C 이상 또는 약 200°C 이상의 온도로 가열될 수 있다. 대안적으로 또는 부가적으로, 상기 용액은 약 500°C 이하, 예를 들어, 약 450°C 이하, 약 400°C 이하, 약 375°C 이하, 약 350°C 이하, 약 300°C 이하, 약 250°C 이하, 약 225°C 이하 또는 약 200°C 이하의 온도로 가열될 수 있다. 따라서, 상기 용액은 전술한 종말점 중 임의의 2개에 의해 한정되는 범위 내의 온도로 가열될 수 있다. 예를 들어, 상기 용액은 약 50°C 내지 약 300°C, 예를 들어, 약 50°C 내지 약 275°C, 약 50°C 내지 약 250°C, 약 50°C 내지 약 200°C, 약 75°C 내지 약 300°C, 약 75°C 내지 약 250°C, 약 75°C 내지 약 200°C, 약 100°C 내지 약 300°C, 약 100°C 내지 약 250°C, 또는 약 100°C 내지 약 225°C의 온도로 가열될 수 있다.
- [0016] 상기 세리아 전구체 용액은 전형적으로 수 시간 동안 가열된다. 예를 들어, 상기 용액은 약 1시간 이상, 예를 들어, 약 5시간 이상, 약 10시간 이상, 약 25시간 이상, 약 50시간 이상, 약 75시간 이상, 약 100시간 이상, 또는 약 110시간 이상 동안 가열될 수 있다. 대안적으로 또는 부가적으로, 상기 용액은 약 200시간 이하, 예를 들어, 약 180시간 이하, 약 165시간 이하, 약 150시간 이하, 약 125시간 이하, 약 115시간 이하, 또는 약 100시간 이하 동안 가열될 수 있다. 따라서, 상기 용액은 전술한 종말점 중 임의의 2개로 한정되는 시간 동안 가열될 수 있다. 예를 들어, 상기 용액은 약 1시간 내지 약 150시간, 예를 들어, 약 5시간 내지 약 130시간, 약 10시간 내지 약 120시간, 약 15시간 내지 약 115시간, 또는 약 25시간 내지 약 100시간 동안 가열될 수 있다.
- [0017] 가열 후, 상기 세리아 전구체 용액을 여과하여, 침전된 세리아 입자를 분리할 수 있다. 상기 침전물을 과량의 물로 세정하여, 미반응 세리아 전구체를 제거할 수 있다. 침전물과 과량의 물의 혼합물을 각 세정 단계 후에 여과하여, 불순물을 제거할 수 있다. 충분히 세정되면, 상기 세리아 입자를 추가적인 처리, 예를 들어, 소결을 위해 건조하거나, 또는 상기 세리아 입자를 직접 재분산시킬 수 있다.
- [0018] 상기 세리아 입자는 선택적으로 재분산 전에 건조 및 소결될 수 있다. 용어 "소결" 및 "소성"은 본 명세서에서 상호 교환적으로 사용되고, 하기에서 설명되는 조건 하의 상기 세리아 입자의 가열을 지칭한다. 세리아 입자의 소결은 결과적으로 그의 결정성에 영향을 미친다. 임의의 특정 이론에 결부시키고자 하는 것은 아니나, 연장된

시간 동안 고온에서 상기 세리아 입자를 소결시키면, 상기 입자의 결정 격자 구조의 결함이 감소하는 것으로 생각된다. 임의의 적절한 방법이 세리아 입자를 소결시키는데 사용될 수 있다. 예를 들어, 상기 세리아 입자는 건조될 수 있으며, 이어서 상승된 온도에서 소결될 수 있다. 건조는 실온 또는 상승된 온도에서 수행될 수 있다. 특히, 건조는 약 20°C 내지 약 40°C, 예를 들어, 약 25°C, 약 30°C, 또는 약 35°C의 온도에서 수행될 수 있다. 대안적으로 또는 부가적으로, 건조는 약 80°C 내지 약 150°C, 예를 들어, 약 85°C, 약 100°C, 약 115°C, 약 125°C, 또는 약 140°C의 상승된 온도에서 수행될 수 있다. 세리아 입자가 건조된 후, 이를 갈아서, 분말을 만들 수 있다. 분쇄는 지르코니아와 같은 임의의 적절한 분쇄 재료를 사용하여 수행할 수 있다.

[0019] 세리아 입자는 임의의 적절한 오븐 내에서 임의의 적절한 온도에서 소결될 수 있다. 예를 들어, 세리아 입자는 약 200°C 이상, 예를 들어, 약 215°C 이상, 약 225°C 이상, 약 250°C 이상, 약 275°C 이상, 약 300°C 이상, 약 350°C 이상, 또는 약 375°C 이상의 온도에서 소결될 수 있다. 대안적으로 또는 부가적으로, 세리아 입자는 약 1000°C 이하, 예를 들어, 약 900°C 이하, 약 750°C 이하, 약 650°C 이하, 약 550°C 이하, 약 500°C 이하, 약 450°C 이하, 또는 약 400°C 이하의 온도에서 소결될 수 있다. 따라서, 세리아 입자는 전술한 종말점 중 임의의 2개에 의해 한정되는 온도에서 소결될 수 있다. 예를 들어, 세리아 입자는 약 200°C 내지 약 1000°C, 예를 들어, 약 250°C 내지 약 800°C, 약 300°C 내지 약 700°C, 약 325°C 내지 약 650°C, 약 350°C 내지 약 600°C, 약 350°C 내지 약 550°C, 약 400°C 내지 약 550°C, 약 450°C 내지 약 800°C, 약 500°C 내지 약 1000°C, 또는 약 500°C 내지 약 800°C의 온도에서 소결될 수 있다.

[0020] 세리아 입자는 임의의 적절한 시간 길이에서 소결될 수 있다. 예를 들어, 세리아 입자는 약 1시간 이상, 예를 들어, 약 2시간 이상, 약 5시간 이상, 또는 약 8시간 이상 동안 소결될 수 있다. 대안적으로 또는 부가적으로, 세리아 입자는 약 20시간 이하, 예를 들어, 약 18시간 이하, 약 15시간 이하, 약 12시간 이하, 또는 약 10시간 이하 동안 소결될 수 있다. 따라서, 세리아 입자는 전술한 종말점 중 임의의 2개에 의해 한정되는 시간 동안 소결될 수 있다. 예를 들어, 세리아 입자는 약 1시간 내지 약 20시간, 예를 들어, 약 1시간 내지 약 15시간, 약 1시간 내지 약 10시간, 약 1시간 내지 약 5시간, 약 5시간 내지 약 20시간, 또는 약 10시간 내지 약 20시간 동안 소결될 수 있다.

[0021] 상기 세리아 입자는 또한 다양한 온도에서 및 전술한 범위 내의 다양한 시간 길이 동안 소결될 수 있다. 예를 들어, 세리아 입자는 구역 노(zone furnace)내에서 소결될 수 있으며, 여기서, 세리아 입자는 다양한 시간 길이 동안 하나 이상의 온도에 노출된다. 예를 들어, 세리아 입자는 약 200°C 내지 약 1000°C의 온도에서 약 1시간 이상 동안 소결될 수 있고, 이어서, 약 200°C 내지 약 1000°C의 범위 내의 다른 온도에서 약 1시간 이상 동안 소결될 수 있다.

[0022] 세리아 입자는 전형적으로 적절한 담체, 예를 들어, 수성 담체, 특히 물에 재분산된다. 세리아 입자가 소결되면, 그 후 세리아 입자는 소결 완료 후에 재분산된다. 임의의 적절한 공정이 세리아 입자를 재분산시키는데 사용될 수 있다. 전형적으로, 세리아 입자는 적절한 산을 사용하여 세리아 입자 및 물의 혼합물의 pH를 저하시킴으로써 재분산된다. pH가 저하됨에 따라, 세리아 입자의 표면은 양이온 제타 전위를 발생시킨다. 이러한 양이온 제타 전위는 세리아 입자 사이에 반발력을 유발시켜, 이들의 재분산을 용이하게 한다. 임의의 적절한 산을 사용하여 상기 혼합물의 pH를 저하시킬 수 있다. 적절한 산에는, 예를 들어, 염산 및 질산이 포함된다. 고도로 수용성이고, 친수성 작용기를 가지는 유기산이 또한 적합하다. 적절한 유기산에는, 예를 들어, 아세트산이 포함된다. H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> 및 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>와 같은 다가 음이온을 가지는 산은 일반적으로 바람직하지 않다. 상기 혼합물의 pH는 임의의 적절한 pH로 저하시킬 수 있다. 예를 들어, 상기 혼합물의 pH는 약 2 내지 약 5, 예를 들어, 약 2.5, 약 3, 약 3.5, 약 4, 또는 약 4.5로 저하될 수 있다. 전형적으로, 상기 혼합물의 pH는 약 2 미만으로 저하되지 않는다.

[0023] 재분산된 세리아 입자는 전형적으로 그 입자 크기를 감소시키기 위해 분쇄된다. 바람직하게는, 세리아 입자는 재분산과 동시에 분쇄된다. 분쇄는 지르코니아와 같은 임의의 적절한 분쇄 재료를 사용하여 수행할 수 있다. 분쇄는 또한 초음파 또는 습식 제트 공정을 사용하여 수행할 수 있다. 분쇄 후, 세리아 입자를 여과하여, 임의의 남아있는 거대 입자를 제거할 수 있다. 예를 들어, 세리아 입자는 약 0.3 μm 이상, 예를 들어, 약 0.4 μm 이상, 또는 약 0.5 μm 이상의 세공 크기를 가지는 필터를 사용하여 여과될 수 있다.

[0024] 제1 연마 입자는 약 40 nm 내지 약 100 nm의 메디언 입자 크기를 가진다. 입자의 입자 크기는 입자를 포괄하는 최소 구의 직경이다. 제1 연마 입자의 입자 크기는 임의의 적절한 기술을 사용하여 측정될 수 있다. 예를 들어, 제1 연마 입자의 입자 크기는 디스크 원심분리기, 즉 차동 원심분리 침전(differential centrifugal sedimentation; DCS)을 사용하여 측정될 수 있다. 적절한 디스크 원심분리 입자 크기 측정 기구는, 예를 들어,

CPS 인스트루먼트(CPS Instruments) (미국 루이지애나주 프레이빌)에서 상업적으로 입수가 가능하며, 예를 들어 CPS 디스크 원심분리기 모델 DC24000UHR이다. 달리 명시되지 않는 한, 본 명세서에서 보고되고 청구된 메디언 입자 크기 값은 디스크 원심분리 측정에 기초한다.

[0025] 예를 들어, 제1 연마 입자는 약 40 nm 이상, 예를 들어, 약 45 nm 이상, 약 50 nm 이상, 약 55 nm 이상, 약 60 nm 이상, 약 65 nm 이상, 약 70 nm 이상, 약 75 nm 이상, 또는 약 80 nm 이상의 메디언 입자 크기를 가질 수 있다. 대안적으로, 또는 부가적으로, 제1 연마 입자는 약 100 nm 이하, 예를 들어, 약 95 nm 이하, 약 90 nm 이하, 약 85 nm 이하, 약 80 nm 이하, 약 75 nm 이하, 약 70 nm 이하, 또는 약 65 nm 이하의 메디언 입자 크기를 가질 수 있다. 따라서, 제1 연마 입자는 전술한 종말점 중 임의의 2개에 의해 한정되는 범위 내의 메디언 입자 크기를 가질 수 있다. 예를 들어, 제1 연마 입자는 약 40 nm 내지 약 100 nm, 예를 들어, 약 40 nm 내지 약 80 nm, 약 40 nm 내지 약 75 nm, 약 40 nm 내지 약 60 nm, 약 50 nm 내지 약 100 nm, 약 50 nm 내지 약 80 nm, 약 50 nm 내지 약 75 nm, 약 50 nm 내지 약 70 nm, 약 60 nm 내지 약 100 nm, 약 60 nm 내지 약 80 nm, 약 60 nm 내지 약 85 nm, 또는 약 65 nm 내지 약 75 nm의 메디언 입자 크기를 가질 수 있다. 바람직하게는, 제1 연마 입자는 약 60 nm 내지 약 80 nm의 메디언 입자 크기, 예를 들어, 약 65 nm의 메디언 입자 크기, 약 70 nm의 메디언 입자 크기 또는 약 75 nm의 메디언 입자 크기를 가진다.

[0026] 제1 연마 입자는 연마 조성물 중에 약 0.005 중량% 내지 약 2 중량%의 농도로 존재한다. 예를 들어, 제1 연마 입자는 연마 조성물 중에 약 0.005 중량% 이상, 예를 들어, 약 0.0075 중량% 이상, 약 0.01 중량% 이상, 약 0.025 중량% 이상, 약 0.05 중량% 이상, 약 0.075 중량% 이상, 약 0.1 중량% 이상, 또는 약 0.25 중량% 이상의 농도로 존재할 수 있다. 대안적으로 또는 부가적으로, 제1 연마 입자는 연마 조성물 중에 약 2 중량% 이하, 예를 들어, 약 1.75 중량% 이하, 약 1.5 중량% 이하, 약 1.25 중량% 이하, 약 1 중량% 이하, 약 0.75 중량% 이하, 약 0.5 중량% 이하, 또는 약 0.25 중량% 이하의 농도로 존재할 수 있다. 따라서, 제1 연마 입자는 전술한 종말점 중 임의의 2개에 의해 한정되는 범위 내의 농도로 연마 조성물 중에 존재할 수 있다. 예를 들어, 제1 연마 입자는 연마 조성물 중에 약 0.005 중량% 내지 약 2 중량%, 예를 들어, 약 0.005 중량% 내지 약 1.75 중량%, 약 0.005 중량% 내지 약 1.5 중량%, 약 0.005 중량% 내지 약 1.25 중량%, 약 0.005 중량% 내지 약 1 중량%, 약 0.01 중량% 내지 약 2 중량%, 약 0.01 중량% 내지 약 1.5 중량%, 약 0.05 중량% 내지 약 2 중량%, 약 0.05 중량% 내지 약 1.5 중량%, 약 0.1 중량% 내지 약 2 중량%, 약 0.1 중량% 내지 약 1.5 중량%, 또는 약 0.1 중량% 내지 약 1 중량%의 농도로 존재할 수 있다.

[0027] 바람직하게는, 제1 연마 입자는 연마 조성물 중에 약 0.1 중량% 내지 약 0.5 중량%, 예를 들어, 약 0.15 중량% 내지 약 0.4 중량%, 약 0.15 중량% 내지 약 0.35 중량%, 또는 약 0.2 중량% 내지 약 0.3 중량%의 농도로 존재한다. 더욱 바람직하게는, 제1 연마 입자는 연마 조성물 중에 약 0.1 중량% 내지 약 0.3 중량%, 예를 들어, 약 0.1 중량%, 약 0.15 중량%, 약 0.2 중량%, 약 0.25 중량%, 약 0.28 중량%, 또는 약 0.29 중량%의 농도로 존재한다.

[0028] 제1 연마 입자는 적어도 약 300 nm의 입자 크기 분포를 가진다. 입자 크기 분포는 최대 입자의 입자 크기와 최소 입자의 입자 크기 간의 차이를 지칭한다. 예를 들어, 제1 연마 입자는 적어도 약 315 nm, 예를 들어, 적어도 약 320 nm, 적어도 약 325 nm, 적어도 약 330 nm, 적어도 약 340 nm, 적어도 약 350 nm, 적어도 약 355 nm, 적어도 약 360 nm, 적어도 약 365 nm, 적어도 약 370 nm, 적어도 약 375 nm, 또는 적어도 약 380 nm의 입자 크기 분포를 가질 수 있다. 바람직하게는, 제1 연마 입자는 적어도 약 320 nm, 예를 들어, 적어도 약 325 nm, 적어도 약 335 nm, 또는 적어도 약 350 nm의 입자 크기 분포를 가진다. 전형적으로, 제1 연마 입자는 약 500 nm 이하, 예를 들어, 약 475 nm 이하, 약 450 nm 이하, 약 425 nm 이하, 또는 약 415 nm 이하의 입자 크기 분포를 가질 것이다. 따라서, 제1 연마 입자는 전술한 종말점 중 임의의 2개에 의해 한정되는 범위 내의 입자 크기 분포를 가질 수 있다. 예를 들어, 제1 연마 입자는 약 315 nm 내지 약 500 nm, 예를 들어, 약 320 nm 내지 약 480 nm, 약 325 nm 내지 약 475 nm, 약 335 nm 내지 약 460 nm, 또는 약 340 nm 내지 약 450 nm의 입자 크기 분포를 가질 수 있다.

[0029] 제1 연마 입자는, 제1 연마 입자의 입자 크기 분포가 적어도 약 300 nm인 한, 임의의 적절한 최대 입자 크기 및 임의의 적절한 최소 입자 크기를 가질 수 있다.

[0030] 예를 들어, 제1 연마 입자는 약 1 nm 내지 약 50 nm, 예를 들어, 약 1 nm 내지 약 40 nm, 약 1 nm 내지 약 30 nm, 약 1 nm 내지 약 25 nm, 약 1 nm 내지 약 20 nm, 약 5 nm 내지 약 25 nm, 또는 약 10 nm 내지 약 25 nm의 최소 입자 크기를 가질 수 있다. 바람직하게는, 제1 연마 입자는 약 10 nm 내지 약 30 nm, 예를 들어, 약 15 nm, 약 20 nm, 또는 약 25 nm의 최소 입자 크기를 가진다.

[0031] 제1 연마 입자는 약 250 nm 내지 약 500 nm, 예를 들어, 약 250 nm 내지 약 450 nm, 약 250 nm 내지 약 400 nm, 약 300 nm 내지 약 500 nm, 또는 약 300 nm 내지 약 400 nm의 최대 입자 크기를 가질 수 있다. 바람직하게는, 제1 연마 입자는 약 350 nm 내지 약 450 nm, 예를 들어, 약 375 nm, 약 400 nm, 또는 약 425 nm의 최대 입자 크기를 가진다.

[0032] 세리아 입자는 하기와 같이 그의 표면에 3개의 우세한 유형의 하이드록시기를 가진다:

[0033] 표 1: 세리아 입자의 표면에 존재하는 하이드록시기의 특성

하이드록시기 유형	약칭	pK <sub>a</sub>
한자리	Ce-OH	24
두자리	Ce <sub>2</sub> -OH	14.8
세자리	Ce <sub>3</sub> -OH	5.5

[0034] 표 1에 나타난 바와 같이, 세리아 입자의 표면상의 하이드록시기는 상이한 pK<sub>a</sub> 값을 가진다. 이들의 상이한 pK<sub>a</sub> 값의 결과로서, 하이드록시기는 상이한 반응성을 가진다. 임의의 특정 이론에 결부시키고자 하는 것은 아니나, 세리아 입자는 그의 표면에 우세하게 두 자리 하이드록시기를 함유하지만, 증가된 세 자리 양을 함유하는 세리아 입자는 화학 기계적 연마 조성물에서 더 높은 제거속도를 제공한다고 생각된다. 따라서, 세리아 입자의 표면에 세 자리 하이드록시기의 양을 최적화하는 것이 연마 성능을 향상시킬 수 있다고 생각된다.

[0035] 세 자리 하이드록시기의 pKa 값이 낮으므로, 산/염기 적정을 사용하여, 세리아 입자의 표면에 존재하는 세 자리 하이드록시기의 양을 근사시킬 수 있다. 특히, 세리아 입자는 적절한 산으로 산성 pH로 조절된 다음, 적절한 염기로 적정될 수 있다. 예를 들어, 세리아 입자는 적절한 산, 예를 들어, HClO<sub>4</sub>, HCl, 또는 HNO<sub>3</sub>을 사용하여, 약 4 미만의 pH, 예를 들어, 약 3.5의 pH, 약 3의 pH, 약 2.5의 pH 또는 약 2의 pH로 조절된 후, 이어서, 적절한 염기, 예를 들어, KOH, NaOH 또는 NH<sub>4</sub>OH로 적정될 수 있다. 세리아 입자가 입자 표면에 세 자리 하이드록시기를 포함하는 경우, 적정 곡선의 정규화된 1차 도함수는 2개의 피크를 포함할 것이다: pH 6 바로 아래의 준 피크(peak shoulder) 및 약 pH 7의 물의 탈양성자화의 우세한 피크. pH 6 바로 아래의 준 피크는 세리아 입자 표면에 존재하는 세 자리 하이드록시기에 해당한다. 준 피크 면적을 계산하여, 입자와 반응한 염기, 예를 들어, KOH, NaOH 또는 NH<sub>4</sub>OH의 양을 측정할 수 있다. 세 자리 하이드록시기의 양은 세리아 입자의 표면에 존재하는 세 자리 하이드록시기의 양과 세리아 입자와 반응한 염기의 양 사이에 1:1 대응을 가정함으로써 계산될 수 있다. 세 자리 하이드록시기의 양은 세리아 입자의 BET 표면적으로 나누어, 세리아 입자의 표면에 존재하는 세 자리 하이드록시기의 표면 피복률을 계산할 수 있다.

[0036] 바람직하게는, 제1 연마 입자는 세 자리 하이드록시기를 포함하는 표면을 가진다. 예를 들어, 제1 연마 입자는 약 2.0 x 10<sup>-5</sup> 몰/m<sup>2</sup> 이상, 예를 들어, 약 2.1 x 10<sup>-5</sup> 몰/m<sup>2</sup> 이상, 약 2.2 x 10<sup>-5</sup> 몰/m<sup>2</sup> 이상, 약 2.3 x 10<sup>-5</sup> 몰/m<sup>2</sup> 이상, 약 2.4 x 10<sup>-5</sup> 몰/m<sup>2</sup> 이상, 약 2.5 x 10<sup>-5</sup> 몰/m<sup>2</sup> 이상, 약 2.75 x 10<sup>-5</sup> 몰/m<sup>2</sup> 이상, 약 3.0 x 10<sup>-5</sup> 몰/m<sup>2</sup> 이상, 또는 약 3.25 x 10<sup>-5</sup> 몰/m<sup>2</sup> 이상의 세 자리 하이드록시기의 표면 피복률을 가질 수 있다. 대안적으로, 또는 부가적으로, 제1 연마 입자는 약 6.0 x 10<sup>-5</sup> 몰/m<sup>2</sup> 이하, 예를 들어, 약 5.5 x 10<sup>-5</sup> 몰/m<sup>2</sup> 이하, 약 5.0 x 10<sup>-5</sup> 몰/m<sup>2</sup> 이하, 약 4.5 x 10<sup>-5</sup> 몰/m<sup>2</sup> 이하, 약 4.0 x 10<sup>-5</sup> 몰/m<sup>2</sup> 이하, 약 3.5 x 10<sup>-5</sup> 몰/m<sup>2</sup> 이하, 약 3.0 x 10<sup>-5</sup> 몰/m<sup>2</sup> 이하, 약 2.75 x 10<sup>-5</sup> 몰/m<sup>2</sup> 이하, 또는 약 2.5 몰/m<sup>2</sup> 이하의 세 자리 하이드록시기의 표면 피복률을 가질 수 있다. 따라서, 제1 연마 입자는 전술한 종말점 중 임의의 2개에 의해 한정되는 범위 내의 세 자리 하이드록시기의 표면 피복률을 가질 수 있다. 예를 들어, 제1 연마 입자는 약 2.0 x 10<sup>-5</sup> 몰/m<sup>2</sup> 내지 약 6 x 10<sup>-5</sup> 몰/m<sup>2</sup>, 예를 들어, 약 2.2 x 10<sup>-5</sup> 몰/m<sup>2</sup> 내지 약 5.0 x 10<sup>-5</sup> 몰/m<sup>2</sup>, 약 2.2 x 10<sup>-5</sup> 몰/m<sup>2</sup> 내지 약 4.0 x 10<sup>-5</sup> 몰/m<sup>2</sup>, 약 2.3 x 10<sup>-5</sup> 몰/m<sup>2</sup> 내지 약 3.0 x 10<sup>-5</sup> 몰/m<sup>2</sup>, 약 2.5 x 10<sup>-5</sup> 몰/m<sup>2</sup> 내지 약 3.75 x 10<sup>-5</sup> 몰/m<sup>2</sup>, 또는 약 2.75 x 10<sup>-5</sup> 몰/m<sup>2</sup> 내지 약 4.0 x 10<sup>-5</sup> 몰/m<sup>2</sup>의 세 자리 하이드록시기의 표면 피복률을 가질 수 있다.

[0037] 제1 연마 입자는 또한 바람직하게는 입자의 표면에 결함을 가진다. 임의의 특정 이론에 결부시키고자 하는 것은 아니나, 세리아 입자의 분쇄는 세리아 입자의 표면에 결함을 초래할 수 있으며, 이러한 결함은 또한 화학 기계적 연마 조성물 중 세리아 입자의 성능에 영향을 미친다. 특히, 세리아 입자는 분쇄될 때 파쇄될 수 있어, 덜 유리한 표면 상태가 노출될 수 있다. 이 과정은 이완(relaxation)으로 알려져 있으며, 세리아 입자의 표면

주위에 있는 제한된 재구성 능력 및 제한된 보다 유리한 상태로의 복귀 능력을 가지는 원자가 입자 표면에 결합을 형성하도록 한다.

[0039] 라만 분광법은 입자 표면에 존재하는 결합의 양을 정량화하는데 사용할 수 있다. 특히, 세리아 입자를 원심분리할 수 있고, 상청액을 제거할 수 있으며, 세리아 입자를 60°C에서 밤새 건조시킬 수 있다. 적절한 레이저를 사용하여 건조 분말 상에서 라만 스펙트럼을 수집할 수 있다. 예를 들어, 532 nm 레이저를 사용하여, 건조 분말 상에서 라만 스펙트럼을 수집할 수 있다. 라만 스펙트럼 상에서의 가장 우세한 피크는 약 458 cm<sup>-1</sup>에서 존재할 것이며, 이는 Ce-O 진동에 해당한다. 약 458 cm<sup>-1</sup>에서의 피크 이후 훨씬 작은 일련의 피크(예를 들어, 583 cm<sup>-1</sup>, 660 cm<sup>-1</sup> 및 1159 cm<sup>-1</sup>에서의 피크)는 표면 결합에 민감하고, 세리아 입자 표면의 결합이 증가함에 따라 강도가 증가할 것이다. 표면 결합의 양은 약 458 cm<sup>-1</sup>에서의 피크 강도를 약 583 cm<sup>-1</sup>에서의 피크 강도로 나눔으로써 근사화될 수 있다. 표면 결합의 양이 증가함에 따라, 약 458 cm<sup>-1</sup>에서의 피크 강도 대 약 583 cm<sup>-1</sup>에서의 피크 강도의 비는 더욱 작아진다. 달리 명시하지 않는 한, 본 명세서에 보고되고 청구된 약 458 cm<sup>-1</sup>에서의 피크 강도 대 약 583 cm<sup>-1</sup>에서의 피크 강도의 비를 계산하는데 사용된 라만 스펙트럼은 532 nm 레이저를 사용하여 생성된다.

[0040] 바람직하게는, 제1 연마 입자의 라만 스펙트럼은 약 458 cm<sup>-1</sup>에서의 피크 및 약 583 cm<sup>-1</sup>에서의 피크를 포함하고, 약 458 cm<sup>-1</sup>에서의 피크 강도 대 약 583 cm<sup>-1</sup>에서의 피크 강도의 비는 약 100 이하, 예를 들어, 약 90 이하, 약 80 이하, 약 75 이하, 약 65 이하, 또는 약 55 이하이다. 더욱 바람직하게는, 약 458 cm<sup>-1</sup>에서의 피크 강도 대 약 583 cm<sup>-1</sup>에서의 피크 강도의 비는 약 60 이하, 예를 들어, 약 59 이하, 약 58 이하, 약 57 이하, 약 56 이하, 또는 약 55 이하이다. 대안적으로, 또는 부가적으로, 약 458 cm<sup>-1</sup>에서의 피크 강도 대 약 583 cm<sup>-1</sup>에서의 피크 강도의 비는 약 2 이상, 예를 들어, 약 5 이상, 약 7 이상, 약 10 이상, 약 12 이상, 약 15 이상, 약 20 이상, 약 25 이상, 또는 약 30 이상일 수 있다. 따라서, 약 458 cm<sup>-1</sup>에서의 피크 강도 대 약 583 cm<sup>-1</sup>에서의 피크 강도의 비는 진술한 종말점 중 임의의 2개에 의해 한정되는 범위 내의 임의의 수일 수 있다. 예를 들어, 약 458 cm<sup>-1</sup>에서의 피크 강도 대 약 583 cm<sup>-1</sup>에서의 피크 강도의 비는 약 2 내지 약 100, 예를 들어, 약 4 내지 약 90, 약 6 내지 약 80, 약 10 내지 약 60, 약 25 내지 약 58, 약 30 내지 약 56, 또는 약 30 내지 약 55일 수 있다.

[0041] 본 명세서에 기술된 방법에 따라 제조된 제1 연마 입자는, 상술한 방법에 따라 스크리닝하여, 본 명세서에 기술된 바람직한 표면 화학을 가지는 제1 연마 입자, 예를 들어, 약 40 nm 내지 약 100 nm의 메디언 입자 크기 및 적어도 약 300 nm의 입자 크기 분포를 가지는 제1 연마 입자로서, 여기서, 제1 연마 입자가 세 자리 하이드록시기를 포함하는 표면을 가지며, 제1 연마 입자가 약 2.0 x 10<sup>-5</sup> 몰/m<sup>2</sup> 이상의 세 자리 하이드록시기의 표면 피복률을 가지는 제1 연마 입자 및/또는 약 40 nm 내지 약 100 nm의 메디언 입자 크기 및 적어도 약 300 nm의 입자 크기 분포를 가지는 제1 연마 입자로서, 여기서, 제1 연마 입자의 라만 스펙트럼이 약 458 cm<sup>-1</sup>에서의 피크 및 약 583 cm<sup>-1</sup>에서의 피크를 포함하며, 약 458 cm<sup>-1</sup>에서의 피크 강도 대 약 583 cm<sup>-1</sup>에서의 피크 강도의 비가 약 100 이하인 제1 연마 입자를 확인할 수 있다. 본 명세서에 기술된 연마 조성물은 바람직하게는 본 명세서에 기술된 방법에 따라 제조되고, 본 명세서에 기술된 바람직한 표면 화학을 가지는 제1 연마 입자를 포함한다.

[0042] 상기 연마 조성물은 선택적으로 추가 연마 입자(예를 들어, 제2 연마 입자, 제3 연마 입자 등)를 포함할 수 있다. 상기 추가 연마 입자는, 예를 들어, 지르코니아(예를 들어, 산화 지르코늄), 티타니아(예를 들어, 이산화 티타늄), 게르마니아(예를 들어, 이산화 게르마늄, 산화 게르마늄), 마그네시아(예를 들어, 산화 마그네슘), 산화 니켈, 이들의 공성형물 또는 이들의 조합의 금속산화물 연마 입자와 같은 제1 연마 입자와 다른 금속의 금속산화물 연마 입자일 수 있다. 상기 추가 연마 입자는 또한 젤라틴, 라텍스, 셀룰로스, 폴리스티렌 또는 폴리아크릴레이트의 유기 입자일 수 있다. 대안적으로, 상기 연마 조성물은 약 40 nm 내지 약 100 nm의 메디언 입자 크기 및 적어도 약 300 nm의 입자 크기 분포를 가지는 습식 세리아 입자인 제1 연마 입자를 포함할 수 있으며, 상기 연마 조성물은 임의의 추가 연마 입자를 포함하지 않는다.

[0043] 상기 추가 연마 입자는 또한 제1 연마 입자와 다른 유형의 세리아인 세리아(예를 들어, 산화 세륨)의 금속산화물 연마 입자, 즉, 습식 세리아 입자가 아닌 세리아 입자, 예를 들어 폼드 세리아 입자(fumed ceria particle)

일 수 있다. 대안적으로, 상기 연마 조성물은 약 40 nm 내지 약 100 nm의 메디언 입자 크기 및 적어도 약 300 nm의 입자 크기 분포를 가지는 습식 세리아 입자인 제1 연마 입자를 포함할 수 있으며, 상기 연마 조성물은 임의의 추가 세리아 입자를 포함하지 않는다.

[0044] 상기 추가 연마 입자는 또한 본 명세서에 기술된 제1 연마 입자의 바람직한 표면 화학과 다른 표면 화학을 가지는 습식 세리아 입자, 예를 들어, 세 자리 하이드록시기를 포함하지 않는 표면을 가지는 습식 세리아 입자; 세 자리 하이드록시기를 포함하는 표면을 가지며, 약  $2.3 \times 10^{-5}$  몰/㎡ 미만의 세 자리 하이드록시기의 표면 피복률을 가지는 습식 세리아 입자; 습식 세리아 입자의 라만 스펙트럼이 약  $583 \text{ cm}^{-1}$ 에서의 피크를 포함하지 않는 습식 세리아 입자; 또는, 습식 세리아 입자의 라만 스펙트럼이 약  $458 \text{ cm}^{-1}$ 에서의 피크 및 약  $583 \text{ cm}^{-1}$ 에서의 피크를 포함하고, 약  $458 \text{ cm}^{-1}$ 에서의 피크 강도 대 약  $583 \text{ cm}^{-1}$ 에서의 피크 강도의 비가 약 100을 초과하는 습식 세리아 입자일 수 있다.

[0045] 대안적으로, 상기 연마 조성물은 약 40 nm 내지 약 100 nm의 메디언 입자 크기 및 적어도 약 300 nm의 입자 크기 분포를 가지며, 본 명세서에 기술된 바람직한 표면 화학을 가지는 습식 세리아 입자인 제1 연마 입자를 포함할 수 있고, 상기 연마 조성물은 임의의 추가 습식 세리아 입자를 포함하지 않는다. 예를 들어, 상기 연마 조성물은 약 40 nm 내지 약 100 nm의 메디언 입자 크기 및 적어도 약 300 nm의 입자 크기 분포를 가지는 습식 세리아 입자인 제1 연마 입자를 포함할 수 있으며, 제1 연마 입자는 세 자리 하이드록시기를 포함하는 표면을 가지고, 제1 연마 입자는 약  $2.3 \times 10^{-5}$  몰/㎡ 이상의 세 자리 하이드록시기의 표면 피복률을 가지며, 상기 연마 조성물은 임의의 추가 습식 세리아 입자를 포함하지 않는다. 상기 연마 조성물은 또한 약 40 nm 내지 약 100 nm의 메디언 입자 크기 및 적어도 약 300 nm의 입자 크기 분포를 가지는 습식 세리아 입자인 제1 연마 입자를 포함할 수 있으며, 제1 연마 입자의 라만 스펙트럼은 약  $458 \text{ cm}^{-1}$ 에서의 피크 및 약  $583 \text{ cm}^{-1}$ 에서의 피크를 포함하며, 약  $458 \text{ cm}^{-1}$ 에서의 피크 강도 대 약  $583 \text{ cm}^{-1}$ 에서의 피크 강도의 비는 약 100 이하이고, 상기 연마 조성물은 임의의 추가 습식 세리아 입자를 포함하지 않는다.

[0046] 바람직하게는, 상기 연마 조성물은 약 40 nm 내지 약 100 nm의 메디언 입자 크기 및 적어도 약 300 nm의 입자 크기 분포를 가지는 습식 세리아 입자인 제1 연마 입자를 포함할 수 있으며, 상기 연마 조성물은 임의의 추가 습식 세리아 입자를 포함하지 않는다.

[0047] 상기 연마 조성물이 추가 연마 입자(예를 들어, 제2 연마 입자, 제3 연마 입자 등)를 포함하는 경우, 상기 추가 연마 입자는 임의의 적절한 메디언 입자 크기를 가질 수 있다. 예를 들어, 상기 연마 조성물은 제2 연마 입자를 포함할 수 있고, 제2 연마 입자는 약 1 nm 내지 약 60 nm, 예를 들어, 약 1 nm 내지 약 55 nm, 약 1 nm 내지 약 50 nm, 약 1 nm 내지 약 40 nm, 약 1 nm 내지 약 35 nm, 약 1 nm 내지 약 30 nm, 약 1 nm 내지 약 25 nm, 약 1 nm 내지 약 20 nm, 약 5 nm 내지 약 50 nm, 약 5 nm 내지 약 35 nm, 또는 약 15 nm 내지 약 30 nm의 메디언 입자 크기를 가질 수 있다. 대안적으로, 제2 연마 입자는 약 100 nm 내지 약 350 nm, 예를 들어, 약 100 nm 내지 약 300 nm, 약 105 nm 내지 약 350 nm, 약 115 nm 내지 약 350 nm, 약 135 nm 내지 약 325 nm, 약 150 nm 내지 약 315 nm, 약 175 nm 내지 약 300 nm, 약 200 nm 내지 약 275 nm, 또는 약 225 nm 내지 약 250 nm의 메디언 입자 크기를 가질 수 있다. 바람직하게는, 상기 추가 연마 입자(예를 들어, 제2 연마 입자, 제3 연마 입자 등)는 약 1 nm 내지 약 35 nm의 메디언 입자 크기 또는 약 125 nm 내지 약 300 nm의 메디언 입자 크기를 가진다.

[0048] 상기 추가 연마 입자(즉, 통틀어 제2 연마 입자, 제3 연마 입자 등)는 연마 조성물 중에 임의의 적절한 농도로 존재할 수 있다. 바람직하게는, 상기 추가 연마 입자는 연마 조성물 중에 약 0.005 중량% 내지 약 2 중량%의 농도로 존재한다. 예를 들어, 상기 추가 연마 입자는 연마 조성물 중에 약 0.005 중량% 이상, 예를 들어, 약 0.0075 중량% 이상, 약 0.01 중량% 이상, 약 0.025 중량% 이상, 약 0.05 중량% 이상, 약 0.075 중량% 이상, 약 0.1 중량% 이상, 또는 약 0.25 중량% 이상의 농도로 존재할 수 있다. 대안적으로 또는 부가적으로, 상기 추가 연마 입자는 연마 조성물 중에 약 2 중량% 이하, 예를 들어, 약 1.75 중량% 이하, 약 1.5 중량% 이하, 약 1.25 중량% 이하, 약 1 중량% 이하, 약 0.75 중량% 이하, 약 0.5 중량% 이하, 또는 약 0.25 중량% 이하의 농도로 존재할 수 있다. 따라서, 상기 추가 연마 입자는 연마 조성물 중에 전술한 종말점 중 임의의 2개에 의해 한정되는 범위 내의 농도로 존재할 수 있다. 예를 들어, 상기 연마 조성물은 제2 연마 입자를 포함할 수 있고, 제2 연마 입자는 연마 조성물 중에 약 0.005 중량% 내지 약 2 중량%, 예를 들어, 약 0.005 중량% 내지 약 1.75 중량%, 약 0.005 중량% 내지 약 1.5 중량%, 약 0.005 중량% 내지 약 1.25 중량%, 약 0.005 중량% 내지 약 1 중량%, 약

0.01 중량% 내지 약 2 중량%, 약 0.01 중량% 내지 약 1.75 중량%, 약 0.01 중량% 내지 약 1.5 중량%, 약 0.05 중량% 내지 약 2 중량%, 약 0.05 중량% 내지 약 1.5 중량%, 약 0.1 중량% 내지 약 2 중량%, 또는 약 0.1 중량% 내지 약 1.5 중량%의 농도로 존재할 수 있다. 더욱 바람직하게는, 상기 추가 연마 입자는 연마 조성물 중에 약 0.01 중량% 내지 약 0.5 중량%, 예를 들어, 약 0.025 중량%, 약 0.05 중량%, 약 0.08 중량%, 약 0.1 중량%, 약 0.15 중량%, 약 0.2 중량%, 약 0.25 중량%, 약 0.3 중량%, 또는 약 0.4 중량%의 농도로 존재한다.

[0049] 상기 연마 조성물이 추가 연마 입자(예를 들어, 제2 연마 입자, 제3 연마 입자 등)를 포함하는 경우, 상기 연마 조성물은 선택적으로 다중 모드 입자 크기 분포를 나타낼 수 있다. 본 명세서에 사용되는 용어 "다중 모드 (multimodal)"는 상기 연마 조성물이 적어도 2개의 최대치(예를 들어, 2개 이상의 최대치, 3개 이상의 최대치, 4개 이상의 최대치 또는 5개 이상의 최대치)를 가지는 메디언 입자 크기 분포를 나타내는 것을 의미한다. 특히, 상기 연마 조성물이 제2 연마 입자를 포함하는 경우, 상기 연마 조성물은 이중 모드 입자 크기 분포를 나타낼 수 있으며, 즉, 상기 연마 조성물은 2개의 메디언 입자 크기 최대치를 가지는 입자 크기 분포를 나타낸다. 용어 "최대치" 및 "최대치들"은 입자 크기 분포의 피크 또는 피크들을 의미한다. 상기 피크 또는 피크들은 제1, 제2 및 임의의 추가 연마 입자에 대한 본 명세서에서 기술된 메디언 입자 크기에 상응한다. 따라서, 예를 들어, 상기 연마 조성물이 제1 연마 입자 및 제2 연마 입자를 함유하고, 추가 연마 입자를 함유하지 않는 경우, 입자 크기 대 입자 수 또는 상대 입자 중량의 플롯은, 제1 피크가 약 40 nm 내지 약 100 nm의 입자 크기 범위이고, 제2 피크가 약 1 nm 내지 약 35 nm의 입자 크기 범위인 이중 모드 입자 크기 분포를 반영할 수 있다.

[0050] 상기 연마 조성물 중에 존재하는 제1 연마 입자 및 임의의 추가 연마 입자는 바람직하게는 연마 조성물 중에, 더욱 구체적으로는 연마 조성물의 수성 담체 중에 현탁된다. 연마 입자가 연마 조성물 중에 현탁되는 경우, 상기 연마 입자는 바람직하게는 콜로이드적으로 안정하다. 콜로이드라는 용어는 수성 담체 중 연마 입자의 현탁을 지칭한다. 콜로이드 안정성은 시간 경과에 따른 현탁액의 유지를 지칭한다. 본 발명의 문맥에서, 연마 입자를 100 ml 눈금 실린더에 넣고, 2시간 동안 교반하지 않고 방치되도록 하는 경우, 상기 눈금 실린더의 하부 50 ml의 입자 농도([B], g/ml)와 상기 눈금 실린더의 상부 50 ml의 입자 농도([T], g/ml) 사이의 차를 상기 연마 조성물의 초기 입자 농도([C], g/ml)로 나눈 값이 0.5 이하이면(즉,  $\frac{[B]-[T]}{[C]} \leq 0.5$ ), 연마 조성물은 콜로이드적으로 안정한 것으로 간주된다. [B]-[T]/[C]의 값은 바람직하게는 0.3 이하이고, 바람직하게는 0.1 이하이다.

[0051] 상기 연마 조성물은 작용화 질소 함유 헤테로환, 작용화 황 함유 헤테로환, 나프토산 및 이들의 조합으로부터 선택된 작용화 헤테로환을 추가로 포함한다. 상기 작용화 헤테로환은 임의의 적절한 작용기로 작용화될 수 있다. 예를 들어, 상기 작용화 헤테로환은 카르복실산, 술폰산, 인산, 아민 또는 이들의 조합으로 작용화될 수 있다. 바람직하게는, 상기 작용화 헤테로환은 카르복실산으로 작용화된다.

[0052] 상기 작용화 질소 함유 헤테로환은 임의의 적절한 작용화 질소 함유 헤테로환일 수 있다. 예를 들어, 상기 작용화 질소 함유 헤테로환은 피리딘, 피라진, 피리미딘, 피리다진, 퀴놀린, 벤조트리아졸, 벤조티아졸, 트리아졸, 인돌, 벤즈이미다졸 및 이들의 조합으로부터 선택될 수 있다. 특히, 상기 작용화 질소 함유 헤테로환은 피콜린산, 피콜릴아민, 퀴날딘산 및 이들의 조합으로부터 선택될 수 있다.

[0053] 상기 작용화 질소 함유 헤테로환의 질소는 임의의 적절한 pKa를 가질 수 있다. 예를 들어, 상기 작용화 질소 함유 헤테로환의 질소는 약 5 이상, 예를 들어, 약 6 이상, 약 8 이상, 약 10 이상, 또는 약 15 이상의 pKa를 가질 수 있다. 바람직하게는, 상기 작용화 질소 함유 헤테로환의 질소는 연마 조성물의 pH보다 큰 pKa를 가진다. 예를 들어, 상기 연마 조성물의 pH가 약 1인 경우, 상기 작용화 질소 함유 헤테로환의 질소는 약 1 초과, 예를 들어, 약 2 초과, 약 3 초과, 약 3.5 초과, 약 4 초과, 약 4.5 초과, 약 5 초과, 또는 약 5.5 초과의 pKa를 가질 수 있다.

[0054] 상기 작용화 황 함유 헤테로환은 임의의 적절한 작용화 황 함유 헤테로환일 수 있다. 예를 들어, 상기 작용화 황 함유 헤테로환은 티오펜일 수 있다. 특히, 상기 작용화 황 함유 헤테로환은 2-카복스티오펜일 수 있다.

[0055] 상기 작용화 헤테로환은 임의의 적절한 나프토산일 수 있다. 예를 들어, 상기 작용화 헤테로환은 2-하이드록시-1-나프토산, 3-하이드록시-2-나프토산, 3,5-디하이드록시-2-나프토산, 1,4-디하이드록시-2-나프토산 및 이들의 조합으로부터 선택된 나프토산일 수 있다.

[0056] 바람직하게는, 상기 연마 조성물은 작용화 질소 함유 헤테로환인 작용화 헤테로환을 포함한다. 더욱 바람직하게는, 상기 연마 조성물은 피리딘, 퀴놀린 및 이들의 조합으로부터 선택된 작용화 질소 함유 헤테로환을 포함한다. 보다 더욱 바람직하게는, 상기 연마 조성물은 피콜린산, 퀴날딘산 및 이들의 조합으로부터 선택된 작

용화 질소 함유 헤테로환을 포함한다.

- [0057] 따라서, 상기 작용화 헤테로환은 작용화 질소 함유 헤테로환을 포함할 수 있으며, 상기 작용화 질소 함유 헤테로환은 피콜린산이다. 또한, 상기 연마 조성물은 작용화 질소 함유 헤테로환을 포함할 수 있으며, 상기 작용화 질소 함유 헤테로환은 퀴날딘산이다.
- [0058] 상기 작용화 헤테로환은 연마 조성물 중에 약 100 ppm 내지 약 1500 ppm의 농도로 존재한다. 예를 들어, 상기 작용화 헤테로환은 연마 조성물 중에 약 100 ppm 내지 약 1300 ppm, 예를 들어, 약 100 ppm 내지 약 1200 ppm, 약 100 ppm 내지 약 1000 ppm, 약 100 ppm 내지 약 800 ppm, 약 100 ppm 내지 약 750 ppm, 약 100 ppm 내지 약 650 ppm, 약 100 ppm 내지 약 500 ppm, 약 250 ppm 내지 약 1000 ppm, 약 250 ppm 내지 약 800 ppm, 약 500 ppm 내지 약 1000 ppm, 또는 약 500 ppm 내지 약 800 ppm의 농도로 존재할 수 있다. 바람직하게는, 상기 작용화 헤테로환은 연마 조성물 중에 약 100 ppm 내지 약 800 ppm, 예를 들어, 약 200 ppm, 약 300 ppm, 약 450 ppm, 약 500 ppm, 약 600 ppm, 약 700 ppm, 또는 약 750 ppm의 농도로 존재한다.
- [0059] 상기 연마 조성물은 pH 조절제를 추가로 포함한다. 상기 pH 조절제는 임의의 적절한 pH 조절제일 수 있다. 예를 들어, 상기 pH 조절제는 알킬 아민, 알코올 아민, 4급 아민 하이드록사이드, 암모니아 또는 이들의 조합일 수 있다. 특히, 상기 pH 조절제는 트리에탄올아민, 테트라메틸암모늄 하이드록사이드(TMAH 또는 TMA-OH) 또는 테트라에틸암모늄 하이드록사이드(TEAH 또는 TEA-OH)일 수 있다. 바람직하게는, 상기 pH 조절제는 트리에탄올아민이다.
- [0060] 상기 pH 조절제는 연마 조성물 중에 임의의 적절한 농도로 존재할 수 있다. 바람직하게는, 상기 pH 조절제는 연마 조성물 중에 본 명세서에 기술된 pH 범위, 예를 들어, 약 1 내지 약 6의 범위 또는 약 3.5 내지 약 5의 범위 내에서 상기 연마 조성물의 pH를 확립 및/또는 유지하기에 충분한 농도로 존재한다. 예를 들어, 상기 pH 조절제는 연마 조성물 중에 약 10 ppm 내지 약 300 ppm, 예를 들어, 약 50 ppm 내지 약 200 ppm, 또는 약 100 ppm 내지 약 150 ppm의 농도로 존재할 수 있다.
- [0061] 상기 연마 조성물은 수성 담체를 포함한다. 상기 수성 담체는 물(예를 들어, 탈 이온수)을 함유하고, 하나 이상의 수혼화성(water-miscible) 유기 용매를 함유할 수 있다. 사용될 수 있는 유기 용매의 예로는 알코올, 예를 들어 프로페닐 알코올, 이소프로필 알코올, 에탄올, 1-프로판올, 메탄올, 1-헥사놀 등; 알데히드, 예를 들어 아세틸알데히드 등; 케톤, 예를 들어 아세톤, 디아세톤 알코올, 메틸 에틸 케톤 등; 에스테르, 예를 들어 에틸 포르메이트, 프로필 포르메이트, 에틸 아세테이트, 메틸 아세테이트, 메틸 락테이트, 부틸 락테이트, 에틸 락테이트 등; 술폭사이드, 예를 들어 디메틸 술폭사이드(DMSO), 테트라히드로푸란, 디옥산, 디글림 등을 포함한 에테르; 아미드, 예를 들어 N,N-디메틸포름아미드, 디메틸이미다졸리디논, N-메틸피롤리돈 등; 다가 알코올 및 이들의 유도체, 예를 들어 에틸렌 글리콜, 글리세롤, 디에틸렌 글리콜, 디에틸렌 글리콜 모노메틸 에테르 등; 및 질소 함유 유기 화합물, 예를 들어 아세토니트릴, 아밀아민, 이소프로필아민, 이미다졸, 디메틸아민 등이 포함된다. 바람직하게는, 상기 수성 담체는 물만이고, 즉 유기 용매가 존재하지 않는 것이다.
- [0062] 상기 연마 조성물의 pH는 약 1 내지 약 6이다. 전형적으로, 상기 연마 조성물은 약 3 이상의 pH를 가진다. 또한, 상기 연마 조성물의 pH는 전형적으로 약 6 이하이다. 예를 들어, pH는 약 3.5 내지 약 6의 범위, 예를 들어, 약 3.5의 pH, 약 4의 pH, 약 4.5의 pH, 약 5의 pH, 약 5.5의 pH, 약 6의 pH, 또는 이들 pH 값 중 임의의 2 개에 의해 정의되는 범위의 pH일 수 있다.
- [0063] 상기 연마 조성물은 또한 카르복실산 단량체, 술폰화 단량체 또는 포스포화 단량체의 음이온성 공중합체 및 아크릴레이트, 폴리비닐피롤리돈 또는 폴리비닐알코올(예를 들어, 2-하이드록시에틸메타크릴산과 메타크릴산의 공중합체); 폴리비닐피롤리돈 또는 폴리에틸렌 글리콜인 비이온성 중합체; 아미노 실란, 우레이드 실란 또는 글리시딜 실란인 실란; 작용화 피리딘의 N-옥사이드(예를 들어, 피콜린산 N-옥사이드); 전분; 사이클로덱스트린(예를 들어, 알파-사이클로덱스트린 또는 베타-사이클로덱스트린) 및 이들의 조합으로부터 선택된 첨가제를 포함할 수 있다.
- [0064] 상기 첨가제가 비이온성 중합체이고, 상기 비이온성 중합체가 폴리비닐피롤리돈인 경우, 폴리비닐피롤리돈은 임의의 적절한 분자량을 가질 수 있다. 예를 들어, 폴리비닐피롤리돈은 약 10,000 g/몰 내지 약 1,000,000 g/몰, 예를 들어, 약 20,000 g/몰, 약 30,000 g/몰, 약 40,000 g/몰, 약 50,000 g/몰, 또는 약 60,000 g/몰의 분자량을 가질 수 있다. 상기 첨가제가 비이온성 중합체이고, 상기 비이온성 중합체가 폴리에틸렌 글리콜인 경우, 폴리에틸렌 글리콜은 임의의 적절한 분자량을 가질 수 있다. 예를 들어, 폴리에틸렌 글리콜은 약 200 g/몰 내지 약 200,000 g/몰, 예를 들어, 약 8000 g/몰, 약 100,000 g/몰의 분자량을 가질 수 있다.

- [0065] 상기 첨가제가 실란인 경우, 실란은 임의의 적절한 아미노 실란, 우레이도 실란 또는 글리시딜 실란일 수 있다. 예를 들어, 실란은 3-아미노프로필트리메톡시실란, 3-아미노프로필실란트리올, N-(2-아미노에틸)-3-아미노프로필트리메톡시실란, N-(2-아미노에틸)-3-아미노프로필트리메톡시실란트리올, (N,N-디메틸-3-아미노프로필)트리메톡시실란, N-페닐-3-아미노프로필트리메톡시실란, 우레이도프로필트리에톡시실란 또는 3-글리시도프로필디메틸 에톡시실란일 수 있다.
- [0066] 바람직하게는, 상기 연마 조성물이 첨가제를 포함하는 경우, 상기 첨가제는 2-하이드록시에틸메타크릴산과 메타크릴산의 공중합체, 폴리비닐피롤리돈, 아미노프로필실란트리올, 피롤린산 N-옥사이드, 전분, 알파-사이클로텍스트린, 베타-사이클로텍스트린 및 이들의 조합으로부터 선택된다.
- [0067] 상기 첨가제(즉, 통틀어 카르복실산 단량체, 술폰화 단량체 또는 포스폰화 단량체의 음이온성 공중합체 및 아크릴레이트, 폴리비닐피롤리돈 또는 폴리비닐알코올; 실란; 작용화 피리딘의 N-옥사이드; 전분, 사이클로텍스트린 또는 이들의 조합)는 화학 기계적 연마 조성물 중에 임의의 적절한 농도로 존재할 수 있다. 바람직하게는, 상기 첨가제는 연마 조성물 중에 약 1 ppm 내지 약 500 ppm, 예를 들어, 약 5 ppm 내지 약 400 ppm, 약 10 ppm 내지 약 400 ppm, 약 15 ppm 내지 약 400 ppm, 약 20 ppm 내지 약 400 ppm, 약 25 ppm 내지 약 400 ppm, 약 10 ppm 내지 약 300 ppm, 약 10 ppm 내지 약 250 ppm, 약 30 ppm 내지 약 350 ppm, 약 30 ppm 내지 약 275 ppm, 약 50 ppm 내지 약 350 ppm, 또는 약 100 ppm 내지 약 300 ppm의 농도로 존재한다. 더욱 바람직하게는, 상기 첨가제는 연마 조성물 중에 약 1 ppm 내지 약 300 ppm, 예를 들어, 약 1 ppm 내지 약 275 ppm, 약 1 ppm 내지 약 250 ppm, 약 1 ppm 내지 약 100 ppm, 약 1 ppm 내지 약 50 ppm, 약 10 ppm 내지 약 250 ppm, 약 10 ppm 내지 약 100 ppm, 또는 약 35 ppm 내지 약 250 ppm의 농도로 존재한다.
- [0068] 상기 연마 조성물은 선택적으로 양이온성 중합체를 추가로 포함한다. 상기 양이온성 중합체는 4급 아민, 양이온성 폴리비닐 알코올, 양이온성 셀룰로스 및 이들의 조합으로부터 선택된다. 상기 연마 조성물은 선택적으로, 전술된 첨가제 중 하나 이상, 즉, 카르복실산 단량체, 술폰화 단량체 또는 포스폰화 단량체의 음이온성 공중합체 및 아크릴레이트, 폴리비닐피롤리돈 또는 폴리비닐알코올; 비이온성 중합체; 실란; 작용화 피리딘의 N-옥사이드; 전분; 사이클로텍스트린 중 하나 이상에 더하여, 4급 아민, 양이온성 폴리비닐 알코올, 양이온성 셀룰로스 및 이들의 조합으로부터 선택된 양이온성 중합체를 포함할 수 있다. 대안적으로, 상기 연마 조성물은 전술한 첨가제 중 하나 이상을 함유하지 않고, 즉 카르복실산 단량체, 술폰화 단량체 또는 포스폰화 단량체의 음이온성 공중합체 및 아크릴레이트, 폴리비닐피롤리돈 또는 폴리비닐알코올; 비이온성 중합체; 실란; 작용화 피리딘의 N-옥사이드; 전분; 사이클로텍스트린 중 하나 이상을 함유하지 않고, 양이온성 중합체를 포함할 수 있다.
- [0069] 상기 양이온성 중합체는 임의의 적절한 4급 아민일 수 있다. 예를 들어, 상기 양이온성 중합체는 폴리(비닐이미다졸륨), 폴리(메타크릴로일옥시에틸트리메틸암모늄)할로겐화물, 예를 들어 폴리(메타크릴로일옥시에틸트리메틸암모늄) 클로라이드(폴리MADQUAT), 폴리(디알릴디메틸암모늄) 할로겐화물, 예를 들어 폴리(디알릴디메틸암모늄) 클로라이드(폴리DADMAC), 및 폴리쿼터늄-2로부터 선택된 4급 아민일 수 있다. 바람직하게는, 상기 양이온성 중합체가 4급 아민인 경우, 상기 양이온성 중합체는 폴리(비닐이미다졸륨)이다.
- [0070] 상기 양이온성 중합체는 임의의 적절한 양이온성 폴리비닐 알코올 또는 양이온성 셀룰로스일 수 있다. 바람직하게는, 상기 양이온성 중합체는 양이온성 폴리비닐 알코올이다. 예를 들어, 상기 양이온성 폴리비닐 알코올은 니폰 고세이 고세퍼머 K210(Nippon Gosei GOHSEFIMER K210)<sup>TM</sup> 폴리비닐 알코올 제품일 수 있다.
- [0071] 상기 양이온성 중합체(즉, 통틀어 4급 아민, 양이온성 폴리비닐 알코올, 양이온성 셀룰로스 또는 이들의 조합)는 연마 조성물 중에 임의의 적절한 농도로 존재할 수 있다. 바람직하게는, 상기 양이온성 중합체는 연마 조성물 중에 약 1 ppm 내지 약 250 ppm, 예를 들어, 약 1 ppm 내지 약 100 ppm, 약 1 ppm 내지 약 50 ppm, 약 1 ppm 내지 약 40 ppm, 약 1 ppm 내지 약 25 ppm, 약 5 ppm 내지 약 225 ppm, 약 5 ppm 내지 약 100 ppm, 약 5 ppm 내지 약 50 ppm, 약 10 ppm 내지 약 215 ppm, 약 10 ppm 내지 약 100 ppm, 약 15 ppm 내지 약 200 ppm, 약 25 ppm 내지 약 175 ppm, 약 25 ppm 내지 약 100 ppm, 또는 약 30 ppm 내지 약 150 ppm의 농도로 존재한다.
- [0072] 상기 양이온성 중합체가 폴리(비닐이미다졸륨)인 경우, 상기 양이온성 중합체는 바람직하게는 약 1 ppm 내지 약 10 ppm, 예를 들어, 약 2 ppm, 약 5 ppm, 약 6 ppm, 약 7 ppm, 약 8 ppm, 또는 약 9 ppm의 농도로 연마 조성물 중에 존재한다. 더욱 바람직하게는, 상기 양이온성 중합체가 폴리(비닐이미다졸륨)인 경우, 상기 양이온성 중합체는 바람직하게는 약 1 ppm 내지 약 5 ppm, 예를 들어, 약 2 ppm, 약 3 ppm, 또는 약 4 ppm의 농도로 연마 조성물 중에 존재한다.

- [0073] 상기 연마 조성물이 양이온성 중합체를 포함하고, 상기 양이온성 중합체가 4급 아민인 경우, 상기 연마 조성물은 카르복실산을 추가로 포함한다. 상기 연마 조성물이 양이온성 중합체를 포함하고, 상기 양이온성 중합체가 양이온성 폴리비닐 알코올 및 양이온성 셀룰로스로부터 선택된 경우, 상기 연마 조성물은 선택적으로 카르복실산을 추가로 포함한다. 카르복실산의 pKa는 약 1 내지 약 6이다. 바람직하게는, 카르복실산의 pKa는 약 2 내지 약 6이다. 더욱 바람직하게는, 카르복실산의 pKa는 약 3.5 내지 약 5이다.
- [0074] 카르복실산은 약 1 내지 약 6의 pKa를 가지는 임의의 적절한 카르복실산일 수 있다. 예를 들어, 카르복실산은 아세트산, 프로피온산 및 부탄산으로부터 선택될 수 있다. 바람직하게는, 카르복실산은 아세트산이다.
- [0075] 카르복실산은 연마 조성물 중에 임의의 적절한 농도로 존재할 수 있다. 바람직하게는, 카르복실산은 연마 조성물 중에 약 10 ppm 내지 약 1000 ppm, 예를 들어, 약 10 ppm 내지 약 500 ppm, 약 10 ppm 내지 약 250 ppm, 약 25 ppm 내지 약 750 ppm, 약 25 ppm 내지 약 500 ppm, 약 25 ppm 내지 약 250 ppm, 약 30 ppm 내지 약 250 ppm, 약 35 ppm 내지 약 350 ppm, 약 50 ppm 내지 약 425 ppm, 약 55 ppm 내지 약 400 ppm, 또는 약 75 ppm 내지 약 350 ppm의 농도로 존재한다. 더욱 바람직하게는, 카르복실산은 연마 조성물 중에 약 25 ppm 내지 약 150 ppm, 예를 들어, 약 40 ppm, 약 50 ppm, 약 60 ppm, 약 75 ppm, 약 100 ppm, 또는 약 125 ppm의 농도로 존재한다.
- [0076] 바람직하게는, 상기 연마 조성물의 pH는 카르복실산의 pKa의 약 2 단위 이내이다. 일 예로서, 상기 연마 조성물의 pH가 약 3.5인 경우, 카르복실산의 pKa는 바람직하게는 약 1.5 내지 약 5.5이다.
- [0077] 상기 연마 조성물은 선택적으로 하나 이상의 다른 첨가제를 추가로 포함한다. 상기 연마 조성물은 점도 증진제 및 응고제(예를 들어, 우레탄 중합체와 같은 고분자 레올로지 조절제)를 비롯한 계면 활성제 및/또는 레올로지 조절제, 분산제, 살생제(예를 들어, 카톤(KATHON)<sup>TM</sup> LX) 등을 포함할 수 있다. 적절한 계면 활성제에는, 예를 들어, 양이온성 계면 활성제, 음이온성 계면 활성제, 음이온성 고분자 전해질, 비이온성 계면 활성제, 양쪽성 계면 활성제, 플루오르화 계면 활성제, 이들의 혼합물 등이 포함된다.
- [0078] 상기 연마 조성물은, 다수의 기술이 당업자에 공지되어 있는 임의의 적절한 기술에 의해 제조될 수 있다. 상기 연마 조성물은 배치식 또는 연속식 공정으로 제조될 수 있다. 일반적으로, 상기 연마 조성물은 임의의 순서로 본 명세서의 성분들을 조합하여 제조될 수 있다. 본 명세서에 사용되는 용어 "구성 성분"에는 개개의 성분들(예를 들어, 제1 연마 입자, 작용화 헤테로환, pH 조절제 등)뿐만 아니라, 성분들(예를 들어, 제1 연마 입자, 작용화 헤테로환, pH 조절제 등)의 임의의 조합이 포함된다.
- [0079] 예를 들어, 상기 작용화 헤테로환은 원하는 농도(들)로 물에 첨가될 수 있다. 이어서, pH를 (필요에 따라) 조절할 수 있으며, 제1 연마 입자를 원하는 농도로 혼합물에 첨가하여, 연마 조성물을 생성할 수 있다. 상기 연마 조성물은, 사용 직전(예를 들어, 사용 전 약 1분 이내, 또는 사용 전 약 1시간 이내, 또는 사용 전 약 7일 이내)에 상기 연마 조성물에 첨가된 하나 이상의 구성 성분을 사용하여 사용 전에 제조될 수 있다. 상기 연마 조성물은 또한 연마 작업 동안 기관의 표면에서 구성 성분들을 혼합함으로써 제조될 수 있다.
- [0080] 상기 연마 조성물은 또한 사용 전에 적정량의 수성 담체, 특히 물로 희석하도록 의도된 농축물로서 제공될 수 있다. 이러한 구현예에서, 상기 연마 조성물 농축물은, 적정량의 물로 농축물을 희석하는 경우, 상기 연마 조성물의 각 구성 성분이 각 구성 성분에 대해 상기에서 열거된 적정 범위 내의 양으로 상기 연마 조성물 중에 존재하도록 하는 양으로 제1 연마 입자, 작용화 헤테로환, pH 조절제 및 물을 포함할 수 있다. 또한, 당업자가 이해할 바와 같이, 상기 농축물은, 다른 구성 성분이 상기 농축물에 적어도 부분적으로 또는 완전히 용해되도록 하기 위해, 최종 연마 조성물 중에 존재하는 물의 적정한 분획을 함유할 수 있다.
- [0081] 상기 연마 조성물은 사용 전에 또는 심지어 사용 직전에 제조될 수 있지만, 상기 연마 조성물은 또한 사용 지점 또는 그 부근에서 상기 연마 조성물의 구성 성분들을 혼합함으로써 생성될 수 있다. 본 명세서에서 사용되는 용어 "사용 지점"은 연마 조성물이 기관 표면(예를 들어, 연마 패드 또는 기관 표면 자체)에 적용되는 지점을 지칭한다. 상기 연마 조성물을 사용 직전 혼합 과정을 사용하여 제조하는 경우, 상기 연마 조성물의 구성 성분들은 2개 이상의 저장 디바이스에 별도로 저장된다.
- [0082] 사용 지점에서 또는 그 부근에서 상기 연마 조성물을 제조하기 위해 저장 디바이스에 함유된 구성 성분을 혼합하기 위해, 상기 저장 디바이스에는 전형적으로 각각의 저장 디바이스로부터 상기 연마 조성물의 사용 지점(예를 들어, 플래튼(platen), 연마 패드 또는 기관 표면)으로 연결되는 하나 이상의 유선(flow line)이 제공된다. 용어 "유선"은 개별 저장 용기로부터 그 내부에 저장된 구성 성분의 사용 지점까지의 흐름 경로를 의미한다. 상기 하나 이상의 유선은 각각 사용 지점으로 직접 연결될 수 있거나, 또는, 하나 초과와 유선이 사용되는 상황의 경우, 2개 이상의 유선이, 사용 지점에 연결된 단일 유선으로 임의의 지점에서 합쳐질 수 있다. 또한, 상기 하

나 이상의 유선(예를 들어, 개개의 유선 또는 조합 유선) 중 임의의 하나는 상기 구성 성분(들)의 사용 지점에 도달되기 전에, 우선 하나 이상의 다른 디바이스(예를 들어, 펌핑 디바이스, 측정 디바이스, 혼합 디바이스 등)에 연결될 수 있다.

[0083] 상기 연마 조성물의 구성 성분들은 독립적으로 사용 지점으로 전달될 수 있거나(예를 들어, 연마 과정 동안 상기 구성 성분이 혼합되는 기관 표면으로 상기 구성 성분들이 전달되거나), 또는 상기 구성 성분들이 사용 지점으로 전달되기 직전에 조합될 수 있다. 구성 성분들은, 이들이 사용 지점에 도달되기 10초 미만 전에, 바람직하게는 사용 지점에 도달되기 5초 미만 전에, 더욱 바람직하게는 사용 지점에 도달되기 1초 미만 전에 또는 심지어 상기 구성 성분의 사용 지점에서의 전달과 동시에(예를 들어, 상기 구성 성분들은 디스펜서에서 조합됨) 조합되는 경우, "사용 지점에서의 전달 직전"에 조합된다. 구성 성분들은 또한, 이들이 사용 지점 5 m 이내에, 예를 들어 사용 지점 1 m 이내에 또는 심지어 사용 지점 10 cm 이내에(예를 들어, 사용 지점 1 cm 이내에) 조합되는 경우, "사용 지점에서의 전달 직전"에 조합된다.

[0084] 상기 연마 조성물의 2개 이상의 구성 성분들이 사용 지점에 도달되기 전에 조합되는 경우, 상기 구성 성분들은 유선에서 조합될 수 있으며, 혼합 디바이스를 사용하는 일 없이, 사용 지점에 전달될 수 있다. 대안적으로, 하나 이상의 유선은 2개 이상의 구성 성분들의 조합을 용이하게 하는 혼합 디바이스로 연결될 수 있다. 임의의 적절한 혼합 디바이스가 사용될 수 있다. 예를 들어, 상기 혼합 디바이스는 2개 이상의 구성 성분이 유동하는 노즐 또는 분출구(jet)(예를 들어, 고압 노즐 또는 분출구)일 수 있다. 대안적으로, 상기 혼합 디바이스는, 상기 연마 조성물의 2개 이상의 구성 성분들이 혼합기에 도입되는 하나 이상의 유입구 및 혼합된 성분이 상기 혼합기로부터 유출되어 직접적으로 또는 상기 장치의 다른 요소를 통하여(예를 들어, 하나 이상의 유선을 통하여) 사용 지점에 전달되는 적어도 하나의 유출구를 포함하는 용기형 혼합 디바이스일 수 있다. 또한, 상기 혼합 디바이스는, 각각의 챔버가 적어도 하나의 유입구 및 적어도 하나의 유출구를 가지고, 두 개 이상의 구성 성분이 각 챔버에서 조합되는, 하나 초과 챔버를 포함할 수 있다. 용기형 혼합 디바이스가 사용되는 경우, 상기 혼합 디바이스는 바람직하게는 구성 성분들의 조합을 더욱 용이하게 하기 위한 혼합 메커니즘을 포함한다. 혼합 메커니즘은 당 업계에 일반적으로 공지되어 있으며, 교반기, 분쇄기, 교반기, 패들 배플(paddled baffles), 가스 분출 시스템, 진동기 등을 포함한다.

[0085] 본 발명은 또한 본 명세서에 기술된 연마 조성물로 기관을 연마하는 방법을 제공한다. 기관의 연마 방법은 (i) 기관을 제공하는 단계; (ii) 연마 패드를 제공하는 단계; (iii) 전술한 화학 기계적 연마 조성물을 제공하는 단계; (iv) 상기 기관을 연마 패드 및 화학 기계적 연마 조성물과 접촉시키는 단계; 및 (v) 상기 연마 패드 및 화학 기계적 연마 조성물을 기관에 대하여 이동시켜, 기관의 적어도 일부분을 연마하여 기관을 연마하는 단계를 포함한다.

[0086] 또한, 본 발명은 (i) 기관을 제공하는 단계로서, 상기 기관이 실리콘 산화물 층을 포함하는 단계; (ii) 연마 패드를 제공하는 단계; (iii) 전술한 화학 기계적 연마 조성물을 제공하는 단계; (iv) 기관을 연마 패드 및 화학 기계적 연마 조성물과 접촉시키는 단계; 및 (v) 상기 연마 패드 및 화학 기계적 연마 조성물을 기관에 대하여 이동시켜, 상기 기관의 표면상의 실리콘 산화물 층의 적어도 일부분을 연마하여 기관을 연마하는 단계를 포함하는 기관 연마 방법을 제공한다.

[0087] 더욱 구체적으로는, 본 발명은 (i) 기관을 제공하는 단계로서, 상기 기관이 실리콘 산화물 층을 포함하는 단계; (ii) 연마 패드를 제공하는 단계; (iii) (a) 제1 연마 입자로서, 제1 연마 입자가 습식 세리아 입자이고, 약 40 nm 내지 약 100 nm의 메디언 입자 크기를 가지며, 연마 조성물 중에 약 0.005 중량% 내지 약 2 중량%의 농도로 존재하고, 적어도 약 300 nm의 입자 크기 분포를 가지는 제1 연마 입자, (b) 작용화 질소 함유 헤테로환, 작용화 황 함유 헤테로환, 나프토산 및 이들의 조합으로부터 선택된 작용화 헤테로환으로서, 연마 조성물 중에 약 100 ppm 내지 약 1500 ppm의 농도로 존재하는 작용화 헤테로환, (c) pH 조절제 및 (d) 수성 담체를 포함하는 화학 기계적 연마 조성물로서, pH가 약 1 내지 약 6인 화학 기계적 연마 조성물을 제공하는 단계; (iv) 기관을 상기 연마 패드 및 상기 화학 기계적 연마 조성물과 접촉시키는 단계; 및 (v) 상기 연마 패드 및 화학 기계적 연마 조성물을 기관에 대하여 이동시켜, 상기 기관의 표면상의 실리콘 산화물 층의 적어도 일부분을 연마하여 기관을 연마하는 단계를 포함하는 기관의 연마 방법을 제공한다.

[0088] 본 발명의 연마 조성물은 임의의 적절한 기관을 연마하는데 유용하다. 상기 연마 조성물은 실리콘 산화물 층을 포함하는 기관의 연마에 특히 유용하다. 적절한 기관에는, 이로 제한되는 것은 아니나, 평면 패널 디스플레이, 집적 회로, 메모리 또는 강성 디스크, 금속, 반도체, 층간 절연막(inter-layer dielectric, ILD) 장치, 마이크로전기기계 시스템(microelectromechanical system, MEMS), 강유전체 및 자기 헤드(magnetic head)가

포함된다. 상기 연마 조성물은 얇은 트렌치 분리(shallow trench isolation, STI) 공정을 거친 기판을 평탄화 또는 연마하는데 특히 적합하다. 기판은 적어도 하나의 다른 층, 예를 들어, 절연 층을 추가로 포함할 수 있다. 상기 절연 층은 금속 산화물, 다공성 금속 산화물, 유리, 유기 중합체, 플루오르화 유기 중합체 또는 임의의 다른 적절한 고 또는 저- $\kappa$  절연층일 수 있다. 상기 절연 층에는 실리콘 산화물, 실리콘 질화물 또는 이들의 조합이 포함되거나, 이들로 필수적으로 구성되거나 또는 이들로 구성될 수 있다. 상기 실리콘 산화물 층에는 많은 것들이 당 업계에 공지되어 있는 임의의 적절한 실리콘 산화물이 포함되거나, 이들로 필수적으로 구성되거나 또는 이들로 구성될 수 있다. 예를 들어, 상기 실리콘 산화물 층에는 테트라에톡시실란(TEOS), 고밀도 플라즈마(HDP) 산화물, 보로포스포실리케이트 유리(BPSG), 고 종횡비 공정(HARP) 산화물, 스핀 온 유전체(SOD) 산화물, 화학 기상 증착(CVD) 산화물, 플라즈마 강화 테트라에틸 오르소 실리케이트(PETEOS), 열 산화물 또는 비 도핑 규산염 유리가 포함될 수 있다. 상기 기판에는 금속 층이 추가로 포함될 수 있다. 상기 금속에는, 예를 들어, 구리, 탄탈, 텅스텐, 티탄, 백금, 루테튬, 이리듐, 알루미늄, 니켈 또는 이들의 조합과 같이 많은 것들이 당 업계에 공지된 임의의 적절한 금속이 포함되거나, 이들로 필수적으로 구성되거나 또는 이들로 구성될 수 있다.

[0089] 본 발명에 따르면, 기판은 임의의 적절한 기술에 의해 본 명세서에 기술된 연마 조성물을 사용하여 평탄화되거나 연마될 수 있다. 본 발명의 연마 방법은 특히 화학 기계적 연마(CMP) 장치와 함께 사용하기에 적합하다. 전형적으로, CMP 장치는, 사용시에 운동 중에 있고 웨도, 선형 또는 원운동으로부터 발생하는 속도를 가지는 플레틴, 플레틴과 접촉되어 있고, 운동 중에 플레틴과 함께 이동하는 연마 패드, 및 상기 연마 패드의 표면에 접촉하여 이에 대해 이동함으로써 연마될 기판을 유지하는 캐리어가 포함된다. 기판의 연마는, 기판을 본 발명의 연마 조성물 및 전형적으로 연마 패드와 접촉되도록 배치시킨 다음, 상기 연마 조성물 및 전형적으로 상기 연마 패드를 사용하여, 기판의 표면, 예를 들어 실리콘 산화물 또는 본 발명에 기술된 하나 이상의 기판 재료의 적어도 일부분을 연마시킴으로써, 이루어진다. 본 발명에 따른 기판의 연마를 위해, 임의의 적절한 연마 조건이 사용될 수 있다.

[0090] 기판은 임의의 적절한 연마 패드(예를 들어, 연마 표면)와 함께 상기 화학 기계적 연마 조성물을 이용하여 평탄화되거나 연마될 수 있다. 적절한 연마 패드에는, 예를 들어, 직포 및 부직포 연마 패드가 포함된다. 또한, 적절한 연마 패드에는 다양한 밀도, 경도, 두께, 압축률, 압축시 반발력 및 압축 탄성률의 임의의 적절한 중합체가 포함될 수 있다. 적절한 중합체에는, 예를 들어, 폴리비닐클로라이드, 폴리비닐플루오라이드, 나일론, 플루오로카본, 폴리카보네이트, 폴리에스테르, 폴리아크릴레이트, 폴리에테르, 폴리에틸렌, 폴리아미드, 폴리우레탄, 폴리스티렌, 폴리프로필렌, 이들의 공성형물 및 이들의 혼합물이 포함된다.

[0091] 바람직하게는, CMP 장치에는, 많은 것들이 당 업계에 공지되어 있는 현장 연마 종말점 검출 시스템이 추가로 포함된다. 가공물의 표면으로부터 반사된 빛 또는 다른 방사선을 분석함으로써 연마 공정을 검사 및 모니터링하기 위한 기술은 당 업계에 공지되어 있다. 이러한 방법은, 예를 들어, 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 제5,949,927, 및 미국 특허 제5,964,643호에 기술되어 있다. 바람직하게는, 연마되는 가공물에 대한 연마 공정의 진행의 검사 또는 모니터링은 연마 종말점의 측정, 즉 특정 가공물에 대한 연마 공정이 종료되는 시점의 측정을 가능하게 한다.

[0092] 구현예

[0093] (1) 구현예(1)에서,

[0094] (a) 제1 연마 입자로서, 상기 제1 연마 입자가 습식 세리아 입자이고, 약 40 nm 내지 약 100 nm의 메디언 입자 크기를 가지며, 연마 조성물 중에 약 0.005 중량% 내지 약 2 중량%의 농도로 존재하고, 적어도 약 300 nm의 입자 크기 분포를 가지는 것인 제1 연마 입자,

[0095] (b) 작용화 질소 함유 헤테로환, 작용화 황 함유 헤테로환, 나프토산 및 그의 조합으로부터 선택된 작용화 헤테로환으로서, 연마 조성물 중에 약 100 ppm 내지 약 1500 ppm의 농도로 존재하는 작용화 헤테로환,

[0096] (c) pH 조절제, 및

[0097] (d) 수성 담체를 포함하고,

[0098] pH가 약 1 내지 약 6인 화학 기계적 연마 조성물이 제공된다.

[0099] (2) 구현예(2)에서 제1 연마 입자가 세 자리 하이드록시기를 포함하는 표면을 가지며, 제1 연마 입자가 약 2.0

$\times 10^{-5}$  몰/m<sup>2</sup> 이상의 세 자리 하이드록시기의 표면 피복률을 가지는, 구현예(1)의 화학 기계적 연마 조성물이 제공된다.

- [0100] (3) 구현예(3)에서는 제1 연마 입자의 라만 스펙트럼이 약 458 cm<sup>-1</sup>에서의 피크 및 약 583 cm<sup>-1</sup>에서의 피크를 포함하며, 약 458 cm<sup>-1</sup>에서의 피크 강도 대 약 583 cm<sup>-1</sup>에서의 피크 강도의 비가 약 100 이하인, 구현예(1) 또는 구현예(2)의 화학 기계적 연마 조성물이 제공된다.
- [0101] (4) 구현예(4)에서 제1 연마 입자가 연마 조성물 중에 약 0.1 중량% 내지 약 0.5 중량%의 농도로 존재하는, 구현예(1) 내지 (3) 중 어느 하나의 화학 기계적 연마 조성물이 제공된다.
- [0102] (5) 구현예(5)에서 상기 작용화 헤테로환이 피콜린산, 퀴날딘산 및 이들의 조합으로부터 선택되는 작용화 질소 함유 헤테로환을 포함하는, 구현예(1) 내지 (4) 중 어느 하나의 화학 기계적 연마 조성물이 제공된다.
- [0103] (6) 구현예(6)에서 pH 조절제가 알킬 아민, 알코올 아민, 4급 아민 하이드록사이드, 암모니아 및 이들의 조합으로부터 선택되는, 구현예(1) 내지 (5) 중 어느 하나의 화학 기계적 연마 조성물이 제공된다.
- [0104] (7) 구현예(7)에서 pH 조절제가 트리에탄올아민인, 구현예(6)의 화학 기계적 연마 조성물이 제공된다.
- [0105] (8) 구현예(8)에서 상기 연마 조성물의 pH가 약 3.5 내지 약 5인, 구현예(1) 내지 (7) 중 어느 하나의 화학 기계적 연마 조성물이 제공된다.
- [0106] (9) 구현예(9)에서 상기 연마 조성물이
- [0107] 카르복실산 단량체, 술폰화 단량체 또는 포스폰화 단량체의 음이온성 공중합체 및 아크릴레이트, 폴리비닐피롤리돈 또는 폴리비닐알코올,
- [0108] 폴리비닐피롤리돈 또는 폴리에틸렌 글리콜인 비이온성 중합체,
- [0109] 아미노 실란, 우레이도 실란 또는 글리시딜 실란인 실란,
- [0110] 작용화 피리딘의 N-옥사이드,
- [0111] 전분,
- [0112] 사이클로텍스트린, 및
- [0113] 이들의 조합으로부터 선택된 첨가제를 추가로 포함하고,
- [0114] 상기 첨가제가 화학 기계적 연마 조성물 중에 약 25 ppm 내지 약 500 ppm의 농도로 존재하는, 구현예(1) 내지 (8) 중 어느 하나의 화학 기계적 연마 조성물이 제공된다.
- [0115] (10) 구현예(10)에서 상기 첨가제가 2-하이드록시에틸메타크릴산 및 메타크릴산의 공중합체, 폴리비닐피롤리돈, 아미노프로필실란트리아올, 피콜린산 N-옥사이드, 전분, 알파-사이클로텍스트린, 베타-사이클로텍스트린 및 이들의 조합으로부터 선택되는, 구현예(9)의 화학 기계적 연마 조성물이 제공된다.
- [0116] (11) 구현예(11)에서, 상기 연마 조성물이
- [0117] 4급 아민이고, 연마 조성물 중에 약 1 ppm 내지 약 250 ppm의 농도로 존재하는 양이온성 중합체, 및
- [0118] pKa가 약 1 내지 약 6이고, 연마 조성물 중에 약 25 ppm 내지 약 500 ppm의 농도로 존재하는 카르복실산을 추가로 포함하고,
- [0119] 상기 연마 조성물의 pH가 상기 카르복실산의 pKa의 약 2 단위 이내인, 구현예(1) 내지 (10) 중 어느 하나의 화학 기계적 연마 조성물이 제공된다.
- [0120] (12) 구현예(12)에서 상기 양이온성 중합체가 폴리(비닐이미다졸륨)인, 구현예(11)의 화학 기계적 연마 조성물이 제공된다.
- [0121] (13) 구현예(13)에서 상기 카르복실산의 pKa가 약 3.5 내지 약 5인, 구현예(11) 또는 (12)의 화학 기계적 연마 조성물이 제공된다.
- [0122] (14) 구현예(14)에서 상기 카르복실산이 아세트산인, 구현예(11) 내지 (13) 중 어느 하나의 화학 기계적 연마 조성물이 제공된다.

- [0123] (15) 구현예(15)에서 양이온성 폴리비닐 알코올 및 양이온성 셀룰로스로부터 선택된 양이온성 중합체를 추가로 포함하고, 여기서 상기 양이온성 중합체가 연마 조성물 중에 약 1 ppm 내지 약 250 ppm의 농도로 존재하는, 구현예(1) 내지 (10) 중 어느 하나의 화학 기계적 연마 조성물이 제공된다.
- [0124] (16) 구현예(16)에서
- [0125] (i) 기관을 제공하는 단계;
- [0126] (ii) 연마 패드를 제공하는 단계;
- [0127] (iii) 구현예(1) 내지 (15) 중 어느 하나의 화학 기계적 연마 조성물을 제공하는 단계;
- [0128] (iv) 상기 기관을 상기 연마 패드 및 상기 화학 기계적 연마 조성물과 접촉시키는 단계; 및
- [0129] (v) 상기 연마 패드 및 상기 화학 기계적 연마 조성물을 기관에 대해 이동시켜, 상기 기관의 적어도 일부분을 연마하여 기관을 연마하는 단계를 포함하는 기관의 연마 방법이 제공된다.
- [0130] (17) 구현예(17)에서
- [0131] (i) 기관을 제공하는 단계로서, 상기 기관이 실리콘 산화물 층을 포함하는 것인 단계;
- [0132] (ii) 연마 패드를 제공하는 단계;
- [0133] (iii) 구현예(1) 내지 (15) 중 어느 하나의 화학 기계적 연마 조성물을 제공하는 단계,
- [0134] (iv) 기관을 상기 연마 패드 및 상기 화학 기계적 연마 조성물과 접촉시키는 단계; 및
- [0135] (v) 상기 연마 패드 및 상기 화학 기계적 연마 조성물을 기관에 대해 이동시켜 상기 기관의 표면상의 실리콘 산화물 층의 적어도 일부분을 연마하여 기관을 연마하는 단계를 포함하는 기관의 연마 방법이 제공된다.
- [0136] 실시예
- [0137] 하기 실시예는 본 발명을 추가로 예시하지만, 물론, 본 발명의 범위를 어떠한 방식으로도 제한하는 것으로 해석되지 않아야 한다.
- [0138] 실시예 1
- [0139] 본 실시예에서는 습식 세리아 입자이고, 약 40 nm 내지 약 100 nm의 메디언 입자 크기를 가지며, 적어도 약 300 nm의 입자 크기 분포를 가지는 연마 입자, 즉, 본 발명에 따른 제1 연마 입자를 포함하는 연마 조성물의 유효성이 입증된다.
- [0140] 테트라에톡시실란(TEOS) 블랭킷 웨이퍼를 3종의 연마 조성물(즉, 연마 조성물 1A 내지 1C)로 연마하였다. 각각의 연마 조성물 1A 내지 1C는 350 ppm의 피콜린산 및 물을 함유하였으며, 트리에탄올아민을 사용하여 pH 4.0으로 pH 조절하였다. 각각의 연마 조성물은 또한 표 2에 열거된 유형의 습식 세리아 입자를 0.2 중량% 함유하였다. 특히, 연마 조성물 1A 내지 1C에 포함된 연마 입자 각각에 대해, 표 2에서는 디스크 원심분리기, 즉 CPS 디스크 원심분리기 모델 DC24000UHR에 의해 측정된 연마 입자의 메디언 입자 크기("MPS") 및 입자 크기 분포("PSD")가 열거된다. 세리아 입자의 혼합물을 포함하는 연마 조성물 1B에 대해, 표 2는 디스크 원심분리기, 즉 CPS 디스크 원심분리기 모델 DC24000UHR에 의해 측정된 세리아 입자의 혼합물의 입자 크기 분포를 반영한다.
- [0141] 표 2에서는 또한 연마 조성물 1A 내지 1C에 포함된 연마 입자의 표면에 존재하는 세 자리 하이드록시기("표면 세 자리 하이드록실")의 표면 피복률이 열거된다. 더욱 구체적으로, 연마 조성물 1A 내지 1C에 포함된 연마 입자는 입자 표면에 존재하는 세 자리 하이드록시기의 함량에 따라 특성화되었다. 입자의 표면에 존재하는 세 자리 하이드록시기의 양을 본 명세서에 기술된 절차에 따라 측정하였다. 특히, 산/염기 적정을 사용하여 입자 표면에 존재하는 세 자리 하이드록시기의 양을 근사시켰다. 상기 입자를 HClO<sub>4</sub>로 pH 2.5로 조절한 후, KOH로 적정하였다. pH 6 바로 아래의 준 피크의 면적을 계산하여, 상기 입자 표면에 존재하는 세 자리 하이드록시기의 양을 측정하는데 사용하였다. 상기 입자의 표면에 존재하는 세 자리 하이드록시기의 양을 상기 입자의 BET 표면적으로 나누어서, 세 자리 하이드록시기의 표면 피복률(몰/m<sup>2</sup>)을 측정하였다. 연마 조성물 1A에 포함된 제1 연마 입자는 약 13 m<sup>2</sup>/g의 BET 표면적을 가졌으며; 연마 조성물 1B에 포함된 제1 연마 입자는 약 30 m<sup>2</sup>/g의 BET 표면적을 가졌고; 연마 조성물 1B에 포함된 제2 연마 입자는 약 13 m<sup>2</sup>/g의 BET 표면적을 가졌으며; 연마 조성물 1C에 포함된 제1 연마 입자는 약 30.8 m<sup>2</sup>/g의 BET 표면적을 가졌다.

[0142] 표 2에서는 또한 연마 조성물 1A 내지 1C에 포함된 연마 입자의 라만 스펙트럼 상 약 458  $\text{cm}^{-1}$ 에서의 피크 강도 대 약 583  $\text{cm}^{-1}$ 에서의 피크 강도의 비 ("피크 비")가 열거된다. 더욱 구체적으로, 연마 조성물 1A 내지 1C에 포함된 입자에 대한 약 458  $\text{cm}^{-1}$ 에서의 피크 강도 대 약 583  $\text{cm}^{-1}$ 에서의 피크 강도의 비를 본 명세서에 기술된 절차에 따라 측정하였다. 특히, 상기 입자를 원심분리한 후, 상청액을 제거하고, 입자를 60°C에서 밤새 건조하였다. 532 nm 레이저를 사용하여 건조 분말 상에서 라만 스펙트럼을 수집하였다.

[0143] 표 2: 연마 입자의 입자 크기 및 표면 특성

연마 조성물	제1 연마 입자			제2 연마 입자			PSD (nm)
	MPS (nm)	표면 세자리 하이드록시 (moles/m <sup>2</sup> )	피크 비	MPS (nm)	표면 세자리 하이드록시 (moles/m <sup>2</sup> )	피크 비	
1A (비교)	103	0	229.3	--	--	--	약 200
1B (비교)	54	1.76 x 10 <sup>-6</sup>	71.4	103	0	229.3	약 200
1C (본 발명)	73	2.3 x 10 <sup>-5</sup>	54.8	--	--	--	약 380

[0144]

[0145] 도 1은 연마 조성물 1A 내지 1C에 포함된 상이한 유형의 습식 세리아 입자에 의해 나타나는 메디언 입자 크기 및 입자 크기 분포에서의 차이를 도시한다. 특히, 도 1은 (1) 약 103 nm의 메디언 입자 크기 및 약 200 nm의 입자 크기 분포를 가지는 습식 세리아 입자(즉, 연마 조성물 1A에 포함된 비교 세리아 입자), (2) 약 54 nm의 메디언 입자 크기를 가지는 습식 세리아 입자 및 약 103 nm의 메디언 입자 크기를 가지는 습식 세리아 입자의 혼합물로서, 약 200 nm의 입자 크기 분포를 가지는 혼합물(즉, 연마 조성물 1B에 포함된 비교 세리아 입자) 및 (3) 약 73 nm의 메디언 입자 크기 및 약 380 nm의 입자 크기 분포를 가지는 습식 세리아 입자(연마 조성물 1C에 포함된 본 발명에 따른 제1 연마 입자)에 대한 메디언 입자 크기 및 입자 크기 분포를 도시한다. 도 1에 나타난 바와 같이, 연마 조성물 1B가 2개의 별개 메디언 입자 크기를 가지는 세리아 입자의 혼합물을 포함한다 할지라도, 연마 조성물 1C에 포함된 본 발명에 따른 제1 연마 입자는 연마 조성물 1A 및 1B에 포함된 비교 세리아 입자의 입자 크기 분포에 비해 훨씬 더 넓은 입자 크기 분포를 나타낸다.

[0146] 도 2는 약 103 nm의 메디언 입자 크기 및 약 200 nm의 입자 크기 분포를 가지는 습식 세리아 입자(즉, 연마 조성물 1A에 포함된 비교 세리아 입자)의 적정 곡선뿐만 아니라, 약 73 nm의 메디언 입자 크기 및 약 380 nm의 입자 크기 분포를 가지는 습식 세리아 입자(즉, 연마 조성물 1C에 포함된 본 발명에 따른 제1 연마 입자)의 적정 곡선을 도시한다. 특히, 도 2는 본 발명에 따른 제1 연마 입자 및 비교 세리아 입자에 대한 pH 대 KOH의 용적 (mL)을 플롯팅한다.

[0147] 도 3은 도 2에 나타난 적정 곡선의 정규화된 1차 도함수를 도시한다. 더욱 구체적으로는, 도 3은 본 발명에 따른 제1 연마 입자 및 비교 세리아 입자의 적정 곡선의 정규화된 1차 도함수를 도시한다. 도 3에 나타난 바와 같이, 비교 세리아 입자에 대한 적정 곡선의 정규화된 1차 도함수는 약 pH 7에서 단 하나의 피크를 나타내며, 이는 측정된 단 하나의 피크가 물의 탈양성자화라는 것을 시사한다. 반대로, 본 발명에 따른 제1 연마 입자에 대한 적정 곡선의 정규화된 1차 도함수는 2개의 피크, 즉 pH 6 바로 아래의 준 피크 및 약 pH 7에서의 물의 탈양성자화에 대한 우세한 피크를 나타낸다. pH 6 바로 아래의 준 피크는 본 발명에 따른 제1 연마 입자의 표면상에 존재하는 세 자리 하이드록시기에 해당한다.

[0148] 도 4는 73 nm의 메디언 입자 크기 및 380 nm의 입자 크기 분포를 가지는 습식 세리아 입자(즉, 연마 조성물 1C에 포함된 본 발명에 따른 제1 연마 입자)의 라만 스펙트럼을 도시한다. 도 4에 나타난 바와 같이, 스펙트럼에서 가장 우세한 피크는 Ce-O 진동에 해당하는 것으로서, 약 458  $\text{cm}^{-1}$ 에 존재한다. 도 4는 또한 약 583  $\text{cm}^{-1}$ 에서의 더 작은 피크를 도시하며, 이는 표면 결합에 민감하고, 입자 표면의 결합이 증가함에 따라 강도가 증가한다.

[0149] 도 5는 73 nm의 메디언 입자 크기 및 380 nm의 입자 크기 분포를 가지는 습식 세리아 입자의 상이한 3가지 로트(즉, 본 발명에 따른 제1 연마 입자의 3가지의 로트)의 라만 스펙트럼 상 약 458  $\text{cm}^{-1}$ 에서의 피크 강도 대 약 583  $\text{cm}^{-1}$ 에서의 피크 강도의 비를 도시한다. 로트 1의 제1 연마 입자는 연마 조성물 1C에 포함되었다. 도 5는 또한 약 103 nm의 메디언 입자 크기 및 약 200 nm의 입자 크기 분포를 가지는 습식 세리아 입자(즉, 연마 조성물

1A에 포함된 비교 세리아 입자)의 라만 스펙트럼 상 약 458 cm<sup>-1</sup>에서의 피크 강도 대 약 583 cm<sup>-1</sup>에서의 피크 강도의 비를 도시한다. 도 5에 나타낸 바와 같이, 라만 스펙트럼 상 약 458 cm<sup>-1</sup>에서의 피크 강도 대 약 583 cm<sup>-1</sup>에서의 피크 강도의 비는 하기와 같다:

[0150] 표 3: 라만 분광학에 의한 입자 표면 결합의 특성화

세리아 입자	458 cm <sup>-1</sup> 에서의 피크 강도	583 cm <sup>-1</sup> 에서의 피크 강도	약 458 cm <sup>-1</sup> 에서의 피크 강도 대 약 583 cm <sup>-1</sup> 에서의 피크 강도의 비
제1 연마 입자 - 로트 1	9482.7	173.1	54.8
제1 연마 입자 - 로트 2	19688.2	381.1	51.7
제1 연마 입자 - 로트 3	6336.1	116.5	54.4
비교 세리아 입자	16420.6	71.6	229.3

[0151]

[0152] 도 5 및 표 3에 도시된 바와 같이, 본 발명에 따른 제1 연마 입자는, 약 458 cm<sup>-1</sup>에서의 피크 강도 대 약 583 cm<sup>-1</sup>에서의 피크 강도의 비가 더 큰 비교 세리아 입자에 비해, 약 458 cm<sup>-1</sup>에서의 피크 강도 대 약 583 cm<sup>-1</sup>에서의 피크 강도의 비가 더 작다. 따라서, 도 5는 본 발명에 따른 제1 연마 입자가 입자 표면상에 더 많은 양의 결합을 가진다는 것을 도시한다.

[0153] TEOS 블랭킷 웨이퍼를 연마 조성물 1A 내지 1C를 사용하여 동일한 연마 조건하에서 연마하였다. 특히, 웨이퍼를 미라(Mirra)<sup>TM</sup> 연마기(어플라이드 머테리얼스(Applied Materials))에서 IC 1010<sup>TM</sup> 패드(다우 케미칼(Dow Chemical))를 사용하여 연마하였다. 연마 파라미터는 하기와 같았다: 20.68 kPa(3 psi)의 다운포스(downforce), 100 rpm의 플래턴 속도, 85 rpm의 헤드 속도 및 150 ml/min의 연마 유동. 연마 후, 블랭킷 TEOS의 제거 속도를 Å/min으로 측정하였다. 결과는 표 4에 요약되어 있다.

[0154] TEOS 패턴 웨이퍼(TEOS partem wafer)를 또한 연마 조성물 1B 및 1C를 사용하여 연마하였다. TEOS 패턴 웨이퍼는 50% 밀도로 500 μm 피쳐 크기(feature size)를 가졌다. TEOS 패턴 웨이퍼를 연마 조성물 1A 및 1B를 사용하여 동일한 연마 조건하에서 연마하였다. 특히, 리플렉션(Reflexion)<sup>TM</sup> 연마기(어플라이드 머테리얼스)에서 IC 1010<sup>TM</sup> 패드(다우 케미칼)를 사용하여 웨이퍼를 연마하였다. 연마 파라미터는 하기와 같았다: 12.41 kPa(1.8 psi)의 다운포스, 126 rpm의 플래턴 속도, 125 rpm의 헤드 속도 및 200 mL/min의 연마 유동. 55초의 연마("55초"), 60초의 연마("60초"), 65초 연마("65초"), 및 70초의 연마("70초") 후, 잔여 TEOS 단계 높이(Å) 및 트렌치 손실(Å)을 측정하였다. 결과는 표 4에 요약되어 있다.

[0155] 표 4: 연마 입자의 함수로서 블랭킷 실리콘 산화물 제거 속도, 트렌치 손실 및 잔여 실리콘 산화물 단계 높이

연마 조성물	블랭킷 TEOS 제거 속도 (Å/min)	트렌치 손실 (Å)				잔여 TEOS 단계 높이 (Å)			
		55 초	60 초	65 초	70 초	55 초	60 초	65 초	70 초
1A (비교)	3697	--	--	--	--	--	--	--	--
1B (비교)	4881	--	--	493	1028	--	--	1860	784
1C (본 발명)	7365	163	278	871	--	2223	1771	759	--

[0156]

[0157] 이러한 결과는 본 발명에 따른 제1 연마 입자를 포함하는 연마 조성물이 실리콘 산화물 층(즉, TEOS)을 포함하는 기판을 연마하는데 특히 효과적이라는 것을 입증한다. 특히, 연마 조성물 1C는, 본 발명에 따른 제1 연마 입자를 함유하지 않으나, 300 nm보다 현저히 작은 입자 크기 분포를 가지는 습식 세리아 입자를 함유하는 연마 조성물 1A 및 1B에 의해 제공되는 블랭킷 TEOS 제거 속도보다 현저히 큰 블랭킷 TEOS 제거 속도를 나타내었다. 따라서, 이들 결과는 넓은 입자 크기 분포 및 최적화된 표면 화학을 가지는 습식 세리아 입자가 제거 속도의 개선을 제공한다는 것을 입증한다.

[0158] 이들 결과는 본 발명에 따른 제1 연마 입자를 포함하는 연마 조성물이 개선된 평탄화 효율을 제공한다는 것을 추가로 입증한다. 도 6 및 표 4는 연마 조성물 1B 및 1C에 대한 트렌치 손실(Å) 및 잔여 단계 높이(Å) 사이의 관계를 도시한다. 특히, 도 6은 약 73 nm의 메디언 입자 크기 및 약 380 nm의 입자 크기 분포를 가지는 습식 세리아 입자를 포함하는 연마 조성물 1C뿐만 아니라, 약 54 nm의 메디언 입자 크기를 가지는 습식 세리아 입자 및 약 103 nm의 메디언 입자 크기를 가지는 습식 세리아 입자의 혼합물로서, 약 200 nm의 입자 크기 분포를 가지는 세리아 입자 혼합물을 포함하는 연마 조성물 1B에 대한 잔여 단계 높이(Å) 대 트렌치 손실(Å)을 도시한다. 도 6에 나타난 바와 같이, 연마 조성물 1C는, 연마가 진행되고, 잔여 단계 높이가 감소함에 따라, 더 낮은 트렌치 손실을 나타냈다. 따라서, 이들 결과는 연마 조성물 1C가 연마 조성물 1B에 비해 평탄화 효율에 있어서 개선을 제공한다는 것을 입증한다.

[0159] 실시예 2

[0160] 본 실시예는 본 발명에 따른 제1 연마 입자 및 카르복실산 단량체, 술폰화 단량체 또는 포스폰화 단량체의 음이온성 공중합체 및 아크릴레이트, 폴리비닐피롤리돈 또는 폴리비닐알코올인 첨가제를 포함하는 연마 조성물의 유효성을 입증한다.

[0161] 테트라에톡시실란(TEOS) 블랭킷 웨이퍼를 4종의 연마 조성물(즉, 연마 조성물 2A 내지 2D)을 사용하여 연마하였다. 각각의 연마 조성물 2A 내지 2D는 약 73 nm의 메디언 입자 크기, 약 380 nm의 입자 크기 분포, 약  $2.3 \times 10^{-5}$  몰/㎡의 세 자리 하이드록시기의 표면 피복률 및 라만 스펙트럼 상에서의, 약 54.8의 약  $458 \text{ cm}^{-1}$ 에서의 피크 강도 대 약  $583 \text{ cm}^{-1}$ 에서의 피크 강도의 비를 가지는 0.285 중량%의 습식 세리아 입자를 함유하였다. 각각의 연마 조성물 2A 내지 2D는 또한 500 ppm의 피콜린산 및 물을 함유하였으며, 트리에탄올아민을 사용하여, pH 4.0으로 pH 조절하였다. 연마 조성물 2B 내지 2D는 또한 표 5에 열거된 양으로 열거된 유형의 메타크릴산 및 2-하이드록시에틸메타크릴산의 공중합체를 함유하였다. 특히, 표 5에서 상기 음이온성 공중합체에 포함된 2-하이드록시에틸메타크릴산 대 메타크릴산의 비가 보고된다.

[0162] TEOS 패턴 웨이퍼를 또한 50초 동안 연마 조성물 2A 내지 2D를 사용하여 연마하였다. TEOS 패턴 웨이퍼는 50% 밀도로  $500 \mu\text{m}$  피쳐 크기를 가졌다. TEOS 블랭킷 웨이퍼 및 TEOS 패턴 웨이퍼를 연마 조성물 2A 내지 2D를 사용하여 동일한 연마 조건하에서 연마하였다. 특히, 미라™ 연마기(어플라이드 머테리얼스)에서 IC 1010™ 패드(다우 케미칼)를 사용하여 웨이퍼를 연마하였다. 연마 파라미터는 하기와 같았다: 20.68 kPa(3 psi)의 다운포스, 100 rpm의 플래튼 속도, 85 rpm의 헤드 속도 및 150 mL/min의 연마 유동. 연마 후, 블랭킷 TEOS 및 패턴 TEOS의 제거 속도(Å/min), 트렌치 손실(Å) 및 잔여 TEOS 단계 높이(Å)를 측정하였다. 결과는 표 5에 요약되어 있다.

[0163] 표 5: 음이온성 공중합체 첨가제의 함수로서, 블랭킷 및 패턴 실리콘 산화물 제거 속도, 트렌치 손실 및 잔여 실리콘 산화물 단계 높이

연마 조성물	음이온성 공중합체		블랭킷 TEOS 제거 속도 (Å/min)	패턴 TEOS 제거 속도 (Å/min)	트렌치 손실 (Å)	잔여 TEOS 단계 높이 (Å)
	비율	양 (ppm)				
2A (본 발명)	--	0	8022	10158	1754	1318
2B (본 발명)	90:10	250	7670	9452	1370	1526
2C (본 발명)	80:20	250	8017	9560	1457	1518
2D (본 발명)	70:30	250	8114	9367	1078	1300

[0164]

[0165] 이러한 결과는 본 발명에 따른 제1 연마 입자를 포함하는 연마 조성물이, 선택적으로 음이온성 공중합체와 조합하여 사용되는 경우, 실리콘 산화물 층(즉, TEOS)을 포함하는 기판을 연마하는데 특히 효과적이라는 것을 입증한다. 특히, 각각의 연마 조성물 2A 내지 2D는 높은 블랭킷 TEOS 및 패턴 TEOS 제거 속도를 나타냈다. 따라서, 이들 결과는, 본 발명에 따른 제1 연마 입자, 즉, 넓은 입자 크기 분포 및 최적화된 표면 화학을 가지는 습식 세리아 입자가 바람직한 제거 속도를 제공한다는 것을 입증한다.

[0166] 이들 결과는 본 발명에 따른 제1 연마 입자를 포함하는 연마 조성물이 음이온성 공중합체와 조합하여 사용될 때

개선된 평탄화 효율을 제공한다는 것을 추가로 입증한다. 특히, 연마 조성물 2D는 연마 조성물 2A의 패턴 TEOS 제거 속도보다 단지 약간 낮은 패턴 TEOS 제거 속도를 나타내었으나, 연마 조성물 2D는 유사한 잔여 단계 높이와 거의 700 Å의 트렌치 손실의 개선을 나타내었다. 또한, 연마 조성물 2B 및 2C는 연마 조성물 2A에 비해 트렌치 손실에 있어서 상당한 개선을 나타내었다.

[0167] 실시예 3

[0168] 본 실시예는 본 발명에 따른 제1 연마 입자 및 비이온성 중합체인 첨가제를 포함하는 연마 조성물의 유효성을 입증한다.

[0169] 테트라에톡시실란(TEOS) 블랭킷 웨이퍼를 60초 동안 5종의 연마 조성물(즉, 연마 조성물 3A 내지 3E)을 사용하여 연마하였다. 각각의 연마 조성물 3A 내지 3E는 약 73 nm의 메디언 입자 크기, 약 380 nm의 입자 크기 분포, 약  $2.3 \times 10^{-5}$  몰/㎡의 세 자리 하이드록시기의 표면 피복률 및 라만 스펙트럼 상에서의, 약 54.8의 약  $458 \text{ cm}^{-1}$ 에서의 피크 강도 대 약  $583 \text{ cm}^{-1}$ 에서의 피크 강도의 비를 가지는 0.285 중량%의 습식 세리아 입자를 함유하였다. 또한, 각각의 연마 조성물 3A 내지 3E는 500 ppm의 피콜린산 및 물을 함유하였으며, 트리에탄올아민을 사용하여, pH 4.0으로 pH 조절하였다. 연마 조성물 3B 내지 3E는 또한 표 6에 열거된 양으로 비이온성 중합체 첨가제, 즉, 40,000의 분자량을 가지는 폴리비닐피롤리돈을 함유하였다.

[0170] TEOS 패턴 웨이퍼를 또한 50초 동안 연마 조성물 3A 내지 3D를 사용하여 연마하였다. TEOS 패턴 웨이퍼는 50% 밀도로 500 μm 피치 크기를 가졌다. TEOS 블랭킷 웨이퍼와 TEOS 패턴 웨이퍼를 동일한 연마 조건하에서 연마하였다. 특히, 리플렉션™ 연마기(어플라이드 머테리얼스)에서 IC 1010™ 패드(다우 케미칼)를 사용하여 웨이퍼를 연마하였다. 연마 파라미터는 하기와 같았다: 22.06 kPa(3.2 psi)의 다운포스, 125 rpm의 플래틴 속도, 126 rpm의 헤드 속도 및 200 ml/min의 연마 유동. 연마 후, 블랭킷 TEOS 및 패턴 TEOS의 제거 속도(Å/min), 트렌치 손실(Å), 및 잔여 TEOS 단계 높이(Å)를 측정하였다. 결과는 표 6에 요약되어 있다.

[0171] 표 6: 비이온성 중합체 첨가제의 함수로서, 블랭킷 및 패턴 실리콘 산화물 제거속도, 트렌치 손실 및 잔여 실리콘 산화물 단계 높이

연마 조성물	비이온성 중합체의 양 (ppm)	블랭킷 TEOS 제거속도 (Å/min)	패턴 TEOS 제거속도 (Å/min)	트렌치 손실 (Å)	잔여 TEOS 단계 높이 (Å)
3A (본 발명)	0	9448	12193	376	533
3B (본 발명)	10	9389	--	--	--
3C (본 발명)	25	9187	--	--	--
3D (본 발명)	75	8354	9084	243	453
3E (본 발명)	100	8339	--	--	--

[0172]

[0173] 이들 결과는 본 발명에 따른 제1 연마 입자를 포함하는 연마 조성물이, 선택적으로 비이온성 중합체와 조합하여 사용할 때, 실리콘 산화물 층(즉, TEOS)을 포함하는 기판을 연마하는데 특히 효과적이라는 것을 입증한다. 특히, 연마 조성물 3A 내지 3E는 높은 블랭킷 TEOS 제거속도를 나타내었으며, 연마 조성물 3A 및 3D는 높은 패턴 TEOS 제거속도를 나타내었다.

[0174] 이들 결과는 본 발명에 따른 제1 연마 입자를 포함하는 연마 조성물이, 비이온성 중합체와 조합하여 사용할 때, 개선된 평탄화 효율을 제공한다는 것을 추가로 입증한다. 특히, 연마 조성물 3D는 연마 조성물 3A의 패턴 TEOS 제거속도보다 다소 낮은 패턴 TEOS 제거속도를 나타내었지만, 연마 조성물 3D는 연마 조성물 3A에 비해 트렌치 손실 및 잔여 단계 높이에 있어서 상당한 개선을 나타냈다.

[0175] 실시예 4

[0176] 본 실시예는 본 발명에 따른 제1 연마 입자 및 실란인 첨가제를 포함하는 연마 조성물의 유효성을 입증한다.

[0177] 테트라에톡시실란(TEOS) 블랭킷 웨이퍼를 3종의 연마 조성물(즉, 연마 조성물 4A 내지 4C)을 사용하여 연마하였다. 각각의 연마 조성물 4A 내지 4C는, 약 73nm의 메디언 입자 크기, 약 380 nm의 입자 크기 분포, 약  $2.3 \times$

$10^{-5}$  몰/ $m^2$ 의 세 자리 하이드록시기의 표면 피복률 및 라만 스펙트럼 상에서의, 약 54.8의 약  $458\text{ cm}^{-1}$ 에서의 피크 강도 대 약  $583\text{ cm}^{-1}$ 에서의 피크 강도의 비를 가지는 0.285 중량%의 습식 세리아 입자를 함유하였다. 또한, 각각의 연마 조성물 4A 내지 4C는 500 ppm의 피콜린산 및 물을 함유하였으며, 트리에탄올아민을 사용하여, pH 4.0으로 pH 조절하였다. 연마 조성물 4B 및 4C는 또한 표 7에 열거된 양으로 실란 첨가제, 즉, 아미노프로필실란트리올을 함유하였다.

[0178] TEOS 패턴 웨이퍼를 또한 50초 동안 연마 조성물 4A 내지 4C를 사용하여 연마하였다. TEOS 패턴 웨이퍼는 50% 밀도로  $500\text{ }\mu\text{m}$  피치 크기를 가졌다. TEOS 블랭킷 웨이퍼와 TEOS 패턴 웨이퍼를 연마 조성물 4A 내지 4C를 사용하여 동일한 연마 조건하에서 연마하였다. 특히, 미라™ 연마기(어플라이드 머테리얼스)에서 IC 1010™ 패드(다우 케미칼)를 사용하여 웨이퍼를 연마하였다. 연마 파라미터는 하기와 같았다: 20.68 kPa (3 psi)의 다운포스, 100 rpm의 플래틴 속도, 85 rpm의 헤드 속도 및 150 ml/min의 연마 유동. 연마 후, 블랭킷 TEOS 및 패턴 TEOS의 제거속도( $\text{\AA}/\text{min}$ ), 트렌치 손실( $\text{\AA}$ ), 및 잔여 TEOS 단계 높이( $\text{\AA}$ )를 측정하였다. 결과는 표 7에 요약되어 있다.

[0179] 표 7: 실란 첨가제의 함수로서, 블랭킷 실리콘 산화물 및 패턴 실리콘 산화물 제거속도, 트렌치 손실 및 잔여 실리콘 산화물 단계 높이

연마 조성물	실란의 양 (ppm)	블랭킷 TEOS 제거속도 ( $\text{\AA}/\text{min}$ )	패턴 TEOS 제거속도 ( $\text{\AA}/\text{min}$ )	트렌치 손실 ( $\text{\AA}$ )	잔여 TEOS 단계 높이 ( $\text{\AA}$ )
4A (본 발명)	0	8092	10475	1418	745
4B (본 발명)	10	4641	10314	1249	707
4C (본 발명)	50	2946	9763	703	622

[0180] 이들 결과는 본 발명에 따른 제1 연마 입자를 포함하는 연마 조성물이, 선택적으로 실란과 조합하여 사용할 때, 실리콘 산화물 층(즉, TEOS)을 포함하는 기판을 연마하는데 특히 효과적이라는 것을 입증한다. 특히, 연마 조성물 4A 내지 4C는 높은 패턴 TEOS 제거속도를 나타냈다. 또한, 이들 결과는, 연마 조성물 4A의 패턴 TEOS 제거속도와 유사한 패턴 TEOS 제거속도를 가지지만, 또한 연마 조성물 4A에 비해 낮은 블랭킷 TEOS 제거속도를 가지는 연마 조성물 4B 및 4C의 "자기-정지(self-stopping)" 특성을 입증한다. 달리 말하면, 연마 조성물 4B 및 4C는 먼저 패턴 TEOS를 매우 높은 제거속도로 연마하고, 블랭킷 TEOS에 도달되면, 감소된 제거속도를 나타내며, 따라서, 원치않는 트렌치 손실을 방지한다. 표 7에 도시한 바와 같이, 각각의 연마 조성물 4B 및 4C는 연마 조성물 4A보다 더 낮은 트렌치 손실을 나타냈다.

[0182] 이들 결과는 본 발명에 따른 제1 연마 입자를 포함하는 연마 조성물이 실란과 조합하여 사용할 때 개선된 평탄화 효율을 제공한다는 것을 추가로 입증한다. 특히, 연마 조성물 4B 및 4C는 연마 조성물 4A의 패턴 TEOS 제거속도와 유사한 패턴 TEOS 제거속도를 나타내었지만, 연마 조성물 4B 및 4C는 연마 조성물 4A에 비해 트렌치 손실 및 잔여 단계 높이에 있어서 개선을 나타냈다.

[0183] 실시예 5

[0184] 본 실시예는 본 발명에 따른 제1 연마 입자 및 작용화 피리딘의 N-옥사이드인 첨가제를 포함하는 연마 조성물의 유효성을 입증한다.

[0185] 테트라에톡시실란(TEOS) 패턴 웨이퍼를 2종의 연마 조성물(즉, 연마 조성물 5A 및 5B)을 사용하여 연마하였다. 각각의 연마 조성물 5A 및 5B는 약 73 nm의 메디언 입자 크기, 약 380 nm의 입자 크기 분포, 약  $2.3 \times 10^{-5}$  몰/ $m^2$ 의 세 자리 하이드록시기의 표면 피복률 및 라만 스펙트럼 상에서의, 약 54.8의 약  $458\text{ cm}^{-1}$ 에서의 피크 강도 대 약  $583\text{ cm}^{-1}$ 에서의 피크 강도의 비를 가지는 습식 세리아 입자를 함유하였다. 각각의 연마 조성물 5A 및 5B는 또한 피콜린산 및 물을 함유하였으며, 트리에탄올아민을 사용하여, pH 4.0으로 pH 조절하였다. 특히, 연마 조성물 5A는 0.285 중량%의 습식 세리아 입자 및 500 ppm의 피콜린산을 함유하였으며, 연마 조성물 5B는 0.2 중량%의 습식 세리아 입자 및 350 ppm의 피콜린산을 함유하였다. 연마 조성물 5B는 또한 50 ppm의 피콜린산 N-옥사이드

드를 함유하였다.

[0186] TEOS 패턴 웨이퍼를 50초 동안 연마 조성물 5A 및 5D를 사용하여 연마하였다. TEOS 패턴 웨이퍼는 50% 밀도로 500 μm 피처 크기를 가졌다. TEOS 패턴 웨이퍼를 연마 조성물 5A 및 5B를 사용하여 동일한 연마 조건하에서 연마하였다. 특히, 미라™ 연마기(어플라이드 머테리얼스)에서 IC 1010™ 패드(다우 케미칼)를 사용하여 웨이퍼를 연마하였다. 연마 파라미터는 하기와 같았다: 20.68 kPa (3 psi)의 다운포스, 100 rpm의 플래턴 속도, 85 rpm의 헤드 속도 및 150 ml/min의 연마 유동. 연마 후, TEOS 제거속도(Å/min) 및 잔여 TEOS 단계 높이(Å)를 측정하였다. 결과는 표 8에 요약되어 있다.

[0187] 표 8: 피콜린산 N-옥사이드 첨가제의 함수로서, 패턴 실리콘 산화물 제거속도 및 잔여 실리콘 산화물 단계 높이

연마 조성물	피콜린산 N-옥사이드의 양 (ppm)	패턴 TEOS 제거율 (Å/min)	잔여 TEOS 단계 높이 (Å)
5A ( 본 발명 )	0	10532	674
5B ( 본 발명 )	50	10536	270

[0188]

[0189] 이들 결과는 본 발명에 따른 제1 연마 입자를 포함하는 연마 조성물이, 선택적으로 작용화 피리딘의 N-옥사이드와 조합하여 사용할 때 실리콘 산화물 층(즉, TEOS)을 포함하는 기판을 연마하는데 특히 효과적이라는 것을 입증한다. 특히, 각각의 연마 조성물 5A 및 5B는 높은 패턴 TEOS 제거속도를 나타냈다.

[0190] 이들 결과는 본 발명에 따른 제1 연마 입자를 포함하는 연마 조성물이, 작용화 피리딘의 N-옥사이드와 조합하여 사용할 때 개선된 평탄화 효율을 제공한다는 것을 추가로 입증한다. 특히, 연마 조성물 5B는 연마 조성물 5A에 의해 제공되는 패턴 TEOS 제거속도와 유사한 패턴 TEOS 제거속도를 나타내었지만, 연마 조성물 5B는 연마 조성물 5A에 비해, 잔여 단계 높이에 있어서 실질적 개선을 나타냈다.

[0191] 실시예 6

[0192] 본 실시예는 본 발명에 따른 제1 연마 입자 및 전분인 첨가제를 포함하는 연마 조성물의 유효성을 입증한다.

[0193] 테트라에톡시실란(TEOS) 패턴 웨이퍼를 2종의 연마 조성물(즉, 연마 조성물 6A 및 6B)을 사용하여 연마하였다. 각각의 연마 조성물 6A 및 6B는 약 73 nm의 메디언 입자 크기, 약 380 nm의 입자 크기 분포, 약  $2.3 \times 10^{-5}$  물/m<sup>2</sup>의 세 자리 하이드록시기의 표면 피복률 및 라만 스펙트럼 상에서의, 약 54.8의 약 458 cm<sup>-1</sup>에서의 피크 강도 대 약 583 cm<sup>-1</sup>에서의 피크 강도의 비를 가지는 0.285 중량%의 습식 세리아 입자를 함유하였다. 또한, 각각의 연마 조성물 6A 및 6B는 500 ppm의 피콜린산 및 물을 함유하였으며, 트리에탄올아민을 사용하여, pH 4.0으로 pH 조절하였다. 연마 조성물 6B는 또한 250 ppm의 전분을 함유하였다.

[0194] TEOS 패턴 웨이퍼를 50초 동안 연마 조성물 6A를 사용하여 연마하고, 80초 동안 연마 조성물 6B를 사용하여 연마하였다. TEOS 패턴 웨이퍼는 50% 밀도로 500μm 피처 크기를 가졌다. TEOS 패턴 웨이퍼를 연마 조성물 6A 및 6B를 사용하여 동일한 연마 조건하에서 연마하였다. 특히, 미라™ 연마기(어플라이드 머테리얼스)에서 IC 1010™ 패드(다우 케미칼)를 사용하여 웨이퍼를 연마하였다. 연마 파라미터는 하기와 같았다: 20.68 kPa(3 psi)의 다운포스, 100 rpm의 플래턴 속도, 85 rpm의 헤드 속도 및 150 ml/min의 연마 유동. 연마 후, TEOS 제거속도(Å/min) 및 잔여 TEOS 단계 높이(Å)를 측정하였다. 결과는 표 9에 요약되어 있다.

[0195] 표 9: 전분 첨가제의 함수로서, 패턴 실리콘 산화물 제거속도 및 잔여 실리콘 산화물 단계 높이

연마 조성물	패턴 TEOS 제거속도 (Å/min)	잔여 TEOS 단계 높이 (Å)
6A ( 본 발명 )	10532	674
6B ( 본 발명 )	9700	64

[0196]

[0197] 이들 결과는 본 발명에 따른 제1 연마 입자를 포함하는 연마 조성물이, 선택적으로 전분과 조합하여 사용할 때 실리콘 산화물 층(즉, TEOS)을 포함하는 기판을 연마하는데 특히 효과적이라는 것을 입증한다. 특히, 각각의 연

마 조성물 6A 및 6B는 높은 패턴 TEOS 제거속도를 나타냈다.

[0198] 이들 결과는 본 발명에 따른 제1 연마 입자를 포함하는 연마 조성물이 전분과 조합하여 사용할 때 개선된 평탄화 효율을 제공한다는 것을 추가로 입증한다. 특히, 연마 조성물 6B는 연마 조성물 6A에 의해 제공되는 패턴 TEOS 제거속도보다 단지 약간 낮은 패턴 TEOS 제거속도를 나타내었지만, 연마 조성물 6B는 연마 조성물 6A에 비해 잔여 단계 높이에 있어서 상당한 개선을 나타냈다.

[0199] 실시예 7

[0200] 본 실시예는 본 발명에 따른 제1 연마 입자 및 사이클로텍스트린인 첨가제를 포함하는 연마 조성물의 유효성을 입증한다.

[0201] 테트라에톡시실란(TEOS) 패턴 웨이퍼를 50초 동안 5종의 연마 조성물(즉, 연마 조성물 7A 내지 7E)을 사용하여 연마하였다. 각각의 조성물 7A 내지 7E는 약 73 nm의 메디언 입자 크기, 약 380 nm의 입자 크기 분포, 약  $2.3 \times 10^{-5}$  물/㎡의 세 자리 하이드록시기의 표면 피복률 및 라만 스펙트럼 상에서의, 약 54.8의 약  $458 \text{ cm}^{-1}$ 에서의 피크 강도 대 약  $583 \text{ cm}^{-1}$ 에서의 피크 강도의 비를 가지는 0.285 중량%의 습식 세리아 입자를 함유하였다. 각각의 연마 조성물 7A 내지 7E는 500 ppm의 피콜린산 및 물을 함유하였으며, 트리에탄올아민을 사용하여, pH 4.0으로 pH 조절하였다. 연마 조성물 7B 내지 7E는 또한 표 10에 열거된 양으로 알파 또는 베타 사이클로텍스트린을 함유하였다.

[0202] TEOS 패턴 웨이퍼는 50% 밀도로 500 μm 피치 크기를 가졌다. TEOS 패턴 웨이퍼를 연마 조성물 7A 내지 7E를 사용하여 동일한 연마 조건하에서 연마하였다. 특히, 미라™ 연마기(어플라이드 머테리얼스)에서 IC 1010™ 패드(다우 케미칼)를 사용하여 웨이퍼를 연마하였다. 연마 파라미터는 하기와 같았다: 20.68 kPa(3 psi)의 다운포스, 100 rpm의 플래튼 속도, 85 rpm의 헤드 속도 및 150 ml/min의 연마 유동. 연마 후, TEOS 제거속도 (Å/min) 및 잔여 TEOS 단계 높이(Å)를 측정하였다. 결과는 표 10에 요약되어 있다.

[0203] 표 10: 사이클로텍스트린 첨가제의 함수로서, 패턴 실리콘 산화물 제거속도 및 잔여 실리콘 산화물 단계 높이

연마 조성물	사이클로텍스트린의 유형	사이클로텍스트린의 양 (ppm)	패턴 TEOS 제거속도 (Å/min)	잔여 TEOS 단계 높이 (Å)
7A (본 발명)	-	--	10532	674
7B (본 발명)	알파	35	10479	528
7C (본 발명)	알파	250	10640	653
7D (본 발명)	베타	35	10484	592
7E (본 발명)	베타	250	10631	668

[0204]

[0205] 이들 결과는 본 발명에 따른 제1 연마 입자를 포함하는 연마 조성물이, 선택적으로 사이클로텍스트린과 조합하여 사용할 때 실리콘 산화물 층(즉, TEOS)을 포함하는 기판을 연마하는데 특히 효과적이라는 것을 입증한다. 특히, 각각의 연마 조성물 7A 내지 7E는 높은 패턴 TEOS 제거속도를 나타냈다.

[0206] 이들 결과는 본 발명에 따른 제1 연마 입자를 포함하는 연마 조성물이, 사이클로텍스트린과 조합하여 사용할 때 개선된 평탄화 효율을 제공한다는 것을 추가로 입증한다. 특히, 연마 조성물 7B 내지 7E는 연마 조성물 7A에 의해 제공되는 패턴 TEOS 제거속도와 유사한 패턴 TEOS 제거속도를 나타내었지만, 연마 조성물 7B 내지 7E는 연마 조성물 7A에 비해 잔여 단계 높이에 있어서 개선을 나타냈다.

[0207] 본 명세서에 인용된 특허공보, 특허 출원 및 특허를 포함한 모든 참조 문헌은, 각각의 참조 문헌이 본 명세서에서 개별적이고 구체적으로 그 전문이 참조로서 포함되는 것으로 지정되고, 설명된 것과 같이, 동일한 정도로 본 명세서에서 참조로서 포함된다.

[0208] 본 발명을 기술하는 맥락에서 (특히, 하기의 청구 범위의 맥락에서), 용어 "관사"(a, an) 및 "상기"(the) 및 "적어도 하나의" 및 유사한 지시 대상물은, 본 명세서에서 달리 지정되거나 맥락상 명백히 모순되지 않는 한, 단수 및 복수 형태를 모두 포함하는 것으로 이해되어야 한다. 하나 이상의 항목의 목록 앞에 용어 "적어도

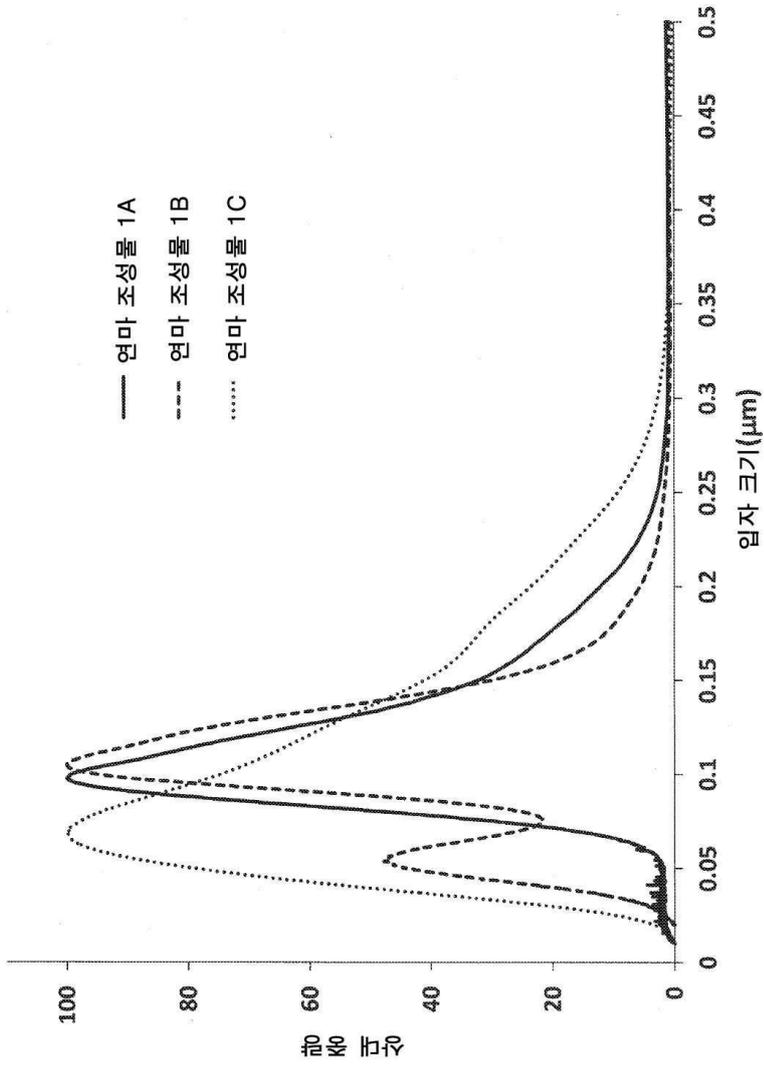
하나의"가 사용된 경우(예를 들어, "A 및 B 중 적어도 하나")에는 본 명세서에서 달리 지정되거나 맥락상 명백히 모순되지 않는 한, 열거 항목으로부터 선택되는 하나의 항목(A 또는 B) 또는 2개 이상의 열거 항목의 임의의 조합(A 및 B)를 의미하는 것으로 이해되어야 한다. 용어 "~를 포함하는", "~를 가지는", "~를 비롯한" 및 "~를 함유하는"은 달리 언급되지 않는 한, 개방형 용어로서 이해되어야 한다(즉, "이로 제한되는 것은 아니나, ~를 포함한다"를 의미함). 본 명세서에서 값의 범위가 열거된 경우, 이는 본 명세서에서 달리 지시되지 않는 한, 단지, 상기 범위 내에 속하는 각각의 개개의 값을 개별적으로 언급하는 약식 방법으로 제공되는 것이며, 각각의 개개의 값은 본 명세서에서 개별적으로 열거된 것과 같이, 본 명세서에 포함된다. 본 명세서에 기술된 모든 방법은 본 명세서에서 달리 지시되거나 맥락상 명백하게 모순되지 않는 한, 임의의 적절한 순서로 수행될 수 있다. 본 명세서에서 제공되는 임의의 예 및 모든 예 또는 예시적 용어(예를 들어, "~와 같은")의 사용은 단지 본 발명을 더 잘 설명하기 위한 것이며, 달리 청구되지 않는 한, 본 발명의 범위를 제한하지 않는다. 본 명세서 내의 어떠한 용어도 임의의 청구되지 않은 요소를 본 발명의 실시예에 필수적인 것으로 지정하는 것으로 해석되지 않아야 한다.

[0209]

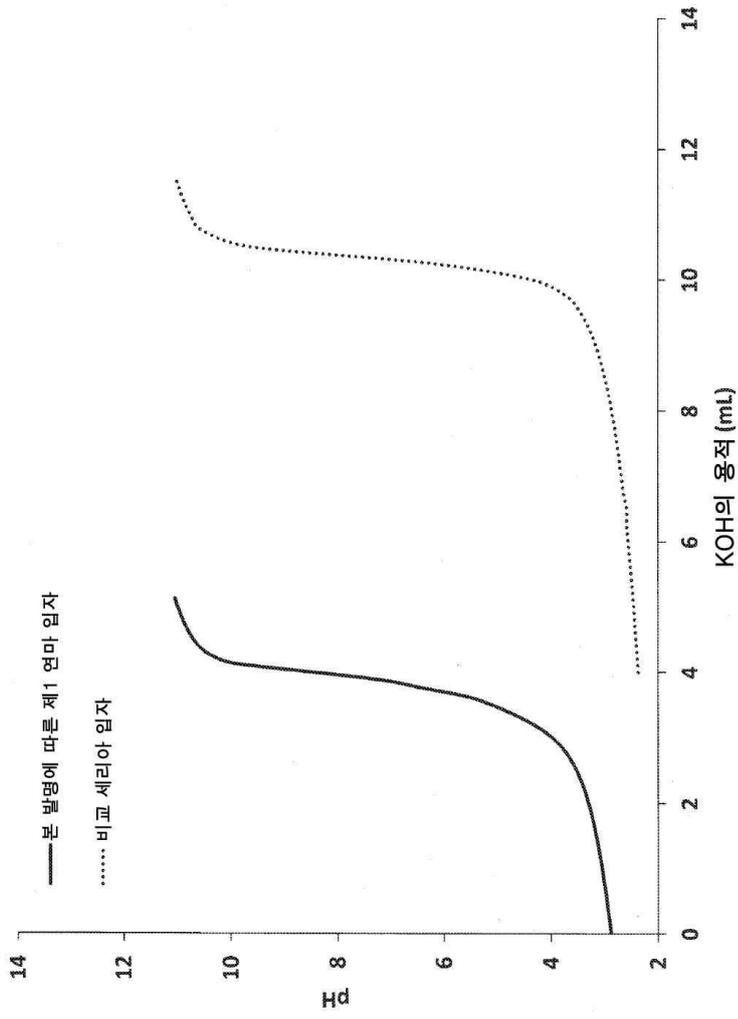
본 발명의 실시를 위해, 본 발명자들이 알고 있는 최상의 방식을 포함하여, 본 발명의 바람직한 구현예가 본 명세서에서 기술된다. 전술된 설명을 읽는다면, 당업자에게 이러한 바람직한 구현예의 변형이 명백해질 것이다. 본 발명자들은 당업자가 이러한 변형을 적절하게 사용할 수 있을 것으로 기대하며, 본 발명자들은 본 명세서에서 구체적으로 기술된 것과 다르게 본 발명이 실시되는 것을 의도한다. 따라서, 본 발명은 적용 범규에 의해 허용되는 바와 같이, 본 명세서에 첨부된 청구 범위에 열거되는 청구객체의 모든 변형 형태 및 등가물을 포함한다. 또한, 본 명세서에서 달리 지시되거나 맥락상 명백하게 모순되지 않는 한, 전술된 요소의 모든 가능한 변형에서의 임의의 조합이 본 발명에 포괄된다.

도면

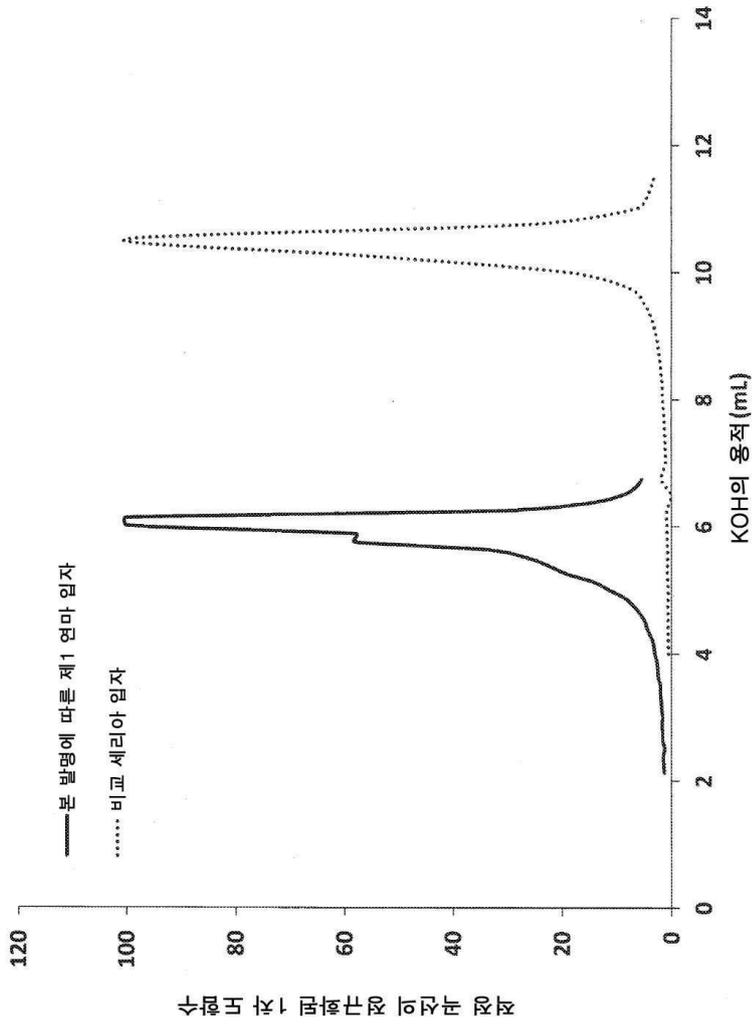
도면1



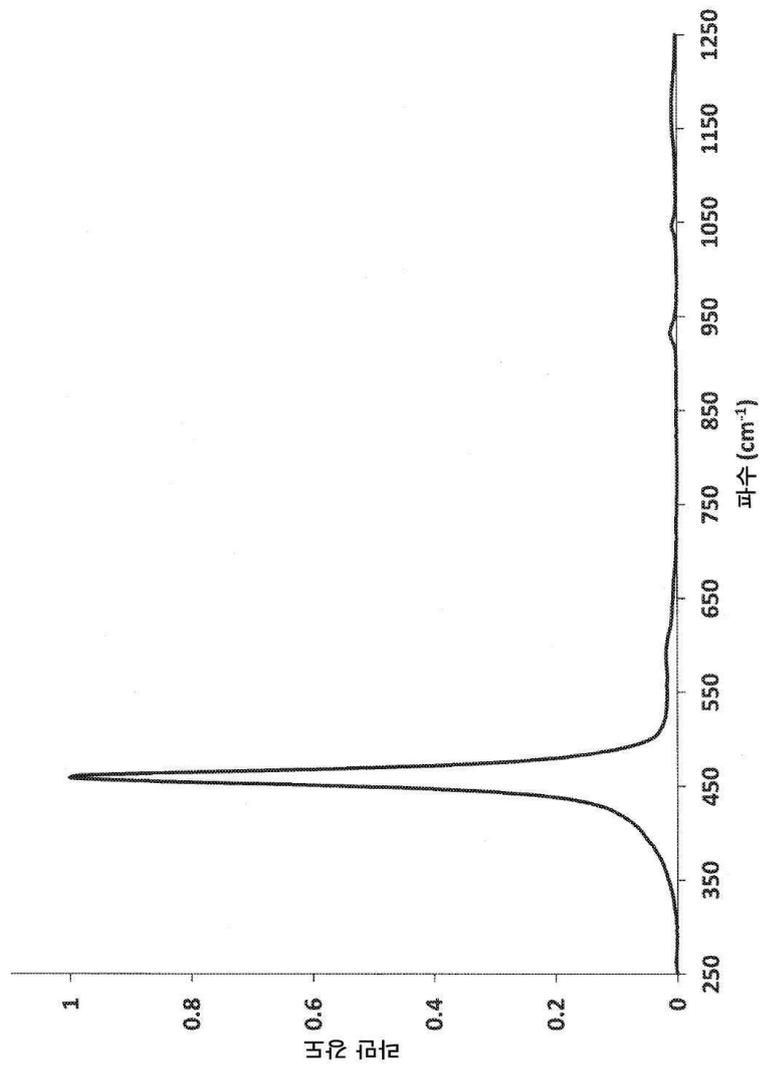
도면2



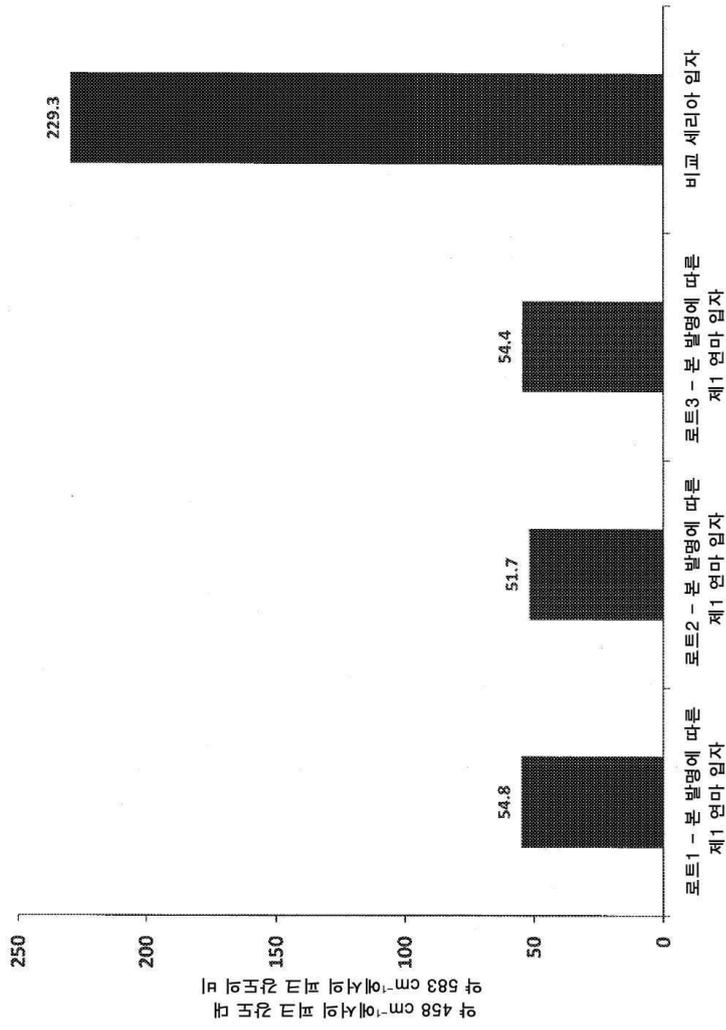
도면3



도면4



도면5



도면6

