

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2013年3月7日(07.03.2013)



(10) 国際公開番号

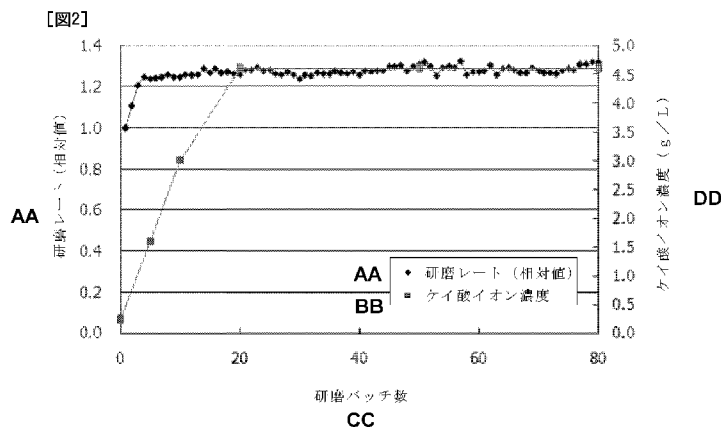
WO 2013/031111 A1

- (51) 国際特許分類:
H01L 21/304 (2006.01) B24B 57/02 (2006.01)
B24B 37/00 (2012.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2012/005135
- (22) 国際出願日: 2012年8月13日(13.08.2012)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願 2011-190916 2011年9月1日(01.09.2011) JP
- (71) 出願人(米国を除く全ての指定国について): 信越半導体株式会社(Shin-Etsu Handotai Co., Ltd.) [JP/JP]; 〒1000004 東京都千代田区大手町二丁目6番2号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者; および
- (75) 発明者/出願人(米国についてのみ): 大葉 茂(OBA, Shigeru) [JP/JP]; 〒9618061 福島県西白河郡西郷村大字小田倉字大平150番地信越半導体株式会社 白河工場内 Fukushima (JP). 川俣 孝男(KAWAMATA, Takao) [JP/JP]; 〒9618061 福島県西白河郡西郷村大字小田倉字大平150番地信越半導体株式会社 白河工場内 Fukushima (JP).
- (74) 代理人: 好宮 幹夫(YOSHIMIYA, Mikio); 〒1100005 東京都台東区上野7丁目6番11号第一下谷ビル8F Tokyo (JP).
- (81) 指定国(表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.
- (84) 指定国(表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

[続葉有]

(54) Title: SILICON WAFER POLISHING METHOD AND ABRASIVE

(54) 発明の名称: シリコンウェーハの研磨方法及び研磨剤



AA Polishing rate (relative value)
BB Silicate ion concentration
CC Number of polishing batches
DD Silicate ion concentration (g/L)

(57) Abstract: The present invention is a silicon wafer polishing method for polishing a silicon wafer (W) in sliding contact with an abrasive cloth (4) affixed onto a surface plate (2, 3) while supplying an abrasive stored in a tank (12) to the abrasive cloth, collecting the supplied abrasive into the tank, and circulating the abrasive therein, and is characterized by comprising a step of polishing the silicon wafer while adjusting the concentration of silicate ions contained in the abrasive in the tank to a concentration within a predetermined range. Consequently, an abrasive that enables the maintenance of a high polishing rate between batches, and a silicon wafer polishing method capable of high-precision control to a target polishing margin or finished thickness using the abrasive are provided.

(57) 要約: 本発明は、タンク(12)内に貯蔵された研磨剤を定盤(2, 3)上に貼り付けられた研磨布(4)に供給しながらシリコンウェーハ(W)を前記研磨布に摺接させて研磨し、前記供給した研磨剤を前記タンク内に回収して循環させるシリコン

ウェーハの研磨方法であって、前記タンク内の研磨剤中に含まれるケイ酸イオンの濃度を所定の範囲内の濃度となるように調整しながら前記シリコンウェーハを研磨する工程を有することを特徴とするシリコンウェーハの研磨方法である。これにより、高い研磨速度を各バッチ間で一定に保つことができる研磨剤、及びその研磨剤を用いて、目標とする研磨取代又は仕上がり厚さに高精度に制御できるシリコンウェーハの研磨方法が提供される。

WO 2013/031111 A1



添付公開書類:

— 国際調査報告 (条約第 21 条(3))

明 細 書

発明の名称：シリコンウェーハの研磨方法及び研磨剤

技術分野

[0001] 本発明は、研磨剤を供給しながらシリコンウェーハを研磨布に摺接させて研磨する研磨方法及び、その研磨剤に関する。

背景技術

[0002] 一般にシリコンウェーハの製造方法は、シリコンインゴットをスライスして薄円板状のウェーハを得るスライス工程と、該スライス工程によって得られたウェーハの割れ、欠けを防止するためにその外周部を面取りする面取り工程と、面取りされたウェーハを平坦化するラッピング工程と、面取り及びラッピングされたウェーハに残留する加工歪みを除去するエッチング工程と、エッチングされたウェーハの表面を鏡面化する研磨（ポリッシング）工程と、研磨されたウェーハを洗浄して、これに付着した研磨剤や異物を除去する洗浄工程を有している。

[0003] 以上は、主な工程のみを示したもので、他に熱処理工程や平面研削工程等が加わったり、工程の順番が入れ換えられたりする。また、同一の工程を複数回実施することもある。その後、検査等を行い、デバイス製造工程に送られ、シリコンウェーハの表面上に絶縁膜や金属配線を形成し、メモリー等のデバイスが製造される。

[0004] 上記研磨工程は、研磨剤を供給しながらシリコンウェーハを研磨布に摺接させることによって表面を鏡面化する工程であり、シリコンウェーハを高平坦度に鏡面研磨すること、及び研磨速度の向上が望まれる。この研磨工程で用いられる研磨剤として、主にアルミナやコロイダルシリカ（ SiO_2 ）を含有した研磨剤が多く使用されている。特に、アルミナやコロイダルシリカを水で希釈し、更にアルカリが添加された懸濁液（スラリー）状の研磨剤が使用されている。

[0005] ここで、研磨速度を向上する方法として、研磨に使用する研磨剤を工夫す

ることがある。例えば、上記シリカ系の研磨剤は、粒径が10～150 nm程度のものが用いられている。研磨剤に含まれるシリカの粒度を大きくすればするほど研磨能力は向上する。しかし、粒径が大きくなるほどウェーハ表面に研磨ダメージ等が生じやすい。

[0006] また、研磨速度の向上のための他の方法として、研磨剤にpH調整剤を入れ、pHを一定に保つ方法がある（例えば、特許文献1参照）。ここで、添加剤としては水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、炭酸ナトリウム、炭酸カリウム、炭酸水素ナトリウム、炭酸水素カリウム等が使用される。

先行技術文献

特許文献

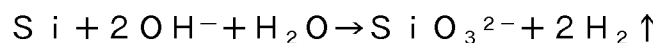
[0007] 特許文献1：特開2000-263441号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0008] 一般に、このpH調整剤を研磨剤中に添加する際、pHを10.5以上に保持すると研磨速度が向上する一方、このような高いpH状態を保つと、デバイス作製時に有害なニッケル、銅などの金属不純物がシリコンウェーハへ導入されやすくなることが知られている。従って、従来では、研磨剤のpHを10.5程度に保持するようにして研磨剤を使用している。

ここで、シリコンウェーハの研磨において用いられるシリカ系の研磨剤は、水、シリカ、アルカリを含み、研磨中に以下の式で示す反応を起こす。



[0009] この式を基に従来では研磨速度kを以下のように考えていた。通常、Siは固体であり、H₂Oは余剰である。研磨剤はシリカを含み、SiO₃²⁻のポリマーと考えられ、これも余剰とすると、研磨速度kを以下のように示すことができる。

$$k \propto C \times [\text{H}_2\text{O}] [\text{OH}^-]^2 / [\text{SiO}_3^{2-}] \rightarrow k \propto C' \times [\text{OH}^-]^2$$

[0010] このように、副生成物であるケイ酸イオンSiO₃²⁻の濃度よりも水酸化物

イオンの濃度が高い場合のみを考え、 $[\text{OH}^-]$ の制御に重点を置いている。すなわち、研磨剤のpHを測定し、測定したpHが所定値（例えば10.5）を下回った際に、 NaOH 、 KOH 、 Na_2CO_3 、 K_2CO_3 などのpH調整剤を加える調整をしている。

しかし、このような従来のpHを所定値に保つ方法で調整した研磨剤を用いてシリコンウェーハを研磨すると、研磨速度を向上できるものの、研磨バッチ間で研磨速度のばらつきが発生してしまい、毎バッチ同じ研磨時間で研磨しても目標厚さに対し1～数 μm 程度の誤差が発生するという問題を生じる。

[0011] より高精度な研磨取代や仕上がり厚さを制御するには、毎バッチ研磨速度がほぼ一定になるように研磨剤の状態を調整し、研磨時間を正確に設定する必要があり、上記したように研磨速度が一定にならないと、正確な研磨時間の設定ができない。

近年、研磨後のシリコンウェーハに対してより高平坦度が要求されるのに伴い、取代の許容範囲が0.1 μm 程度以下となっており、従来の方法ではこの要件を満たすことができない。また、従来の方法では、研磨バッチ処理の進行とともに、研磨速度が大きく低下し、使用できるバッチ処理数が短いという問題もある。

[0012] 本発明は前述のような問題に鑑みてなされたもので、高い研磨速度を各バッチ間で一定に保つことができる研磨剤、及びその研磨剤を用いて、目標とする研磨取代又は仕上がり厚さに高精度に制御できるシリコンウェーハの研磨方法を提供することを目的とする。

課題を解決するための手段

[0013] 上記目的を達成するために、本発明によれば、タンク内に貯蔵された研磨剤を定盤上に貼り付けられた研磨布に供給しながらシリコンウェーハを前記研磨布に摺接させて研磨し、前記供給した研磨剤を前記タンク内に回収して循環させるシリコンウェーハの研磨方法であって、前記タンク内の研磨剤中に含まれるケイ酸イオンの濃度を所定の範囲内の濃度となるように調整しな

がら前記シリコンウェーハを研磨する工程を有することを特徴とするシリコンウェーハの研磨方法が提供される。

[0014] このような研磨方法であれば、研磨速度を高く保つことができ、かつ、研磨速度を各バッチ間で一定に保つことができる。その結果、研磨時間を正確に設定できるので、目標とする研磨取代又は仕上がり厚さに高精度に制御できる。

[0015] このとき、前記供給した研磨剤のうち前記タンク内に回収できない一部の前記研磨剤と同量の新研磨剤を前記タンク内に加える工程を有し、前記研磨剤の一部が前記タンク内に回収されないことによって減少する前記ケイ酸イオンの濃度を、前記シリコンウェーハの研磨中に前記タンク内の研磨剤にアルカリを加え、該アルカリと前記シリコンウェーハとの反応で前記ケイ酸イオンを生成することによって前記所定の範囲内の濃度となるように調整することが好ましい。

[0016] このようにすれば、研磨剤の一部がタンク内に回収されないことによって減少するケイ酸イオンの濃度を容易に所定の範囲内の濃度となるように調整できる。また、ケイ酸イオンをアルカリとシリコンウェーハとの反応で生成させるので、コストの増加を抑制できる。また、タンク内に回収されない一部の研磨剤の量と、タンク内の研磨剤に加えるアルカリの量を調整することによって、研磨速度を調整できる。

[0017] またこのとき、前記所定の範囲内のケイ酸イオンの濃度を、1. 0～4. 6 g/Lの範囲内に調整することが好ましい。

このようにすれば、確実に、高い研磨速度を各バッチ間で一定に保つことができる。

[0018] またこのとき、前記シリコンウェーハの研磨中に前記タンク内の研磨剤に加えるアルカリの量を所定時間当たり一定量となるように調整することが好ましい。

このようにすれば、アルカリを加えることによって一時的にケイ酸イオンの濃度が低下して研磨速度が不安定になることもなく、より簡潔かつ確実に

ケイ酸イオンの濃度を所定の範囲内の濃度となるように調整できる。

[0019] またこのとき、前記シリコンウェーハの研磨中に加えるアルカリを、炭酸ナトリウム、炭酸カリウム、炭酸水素ナトリウム、炭酸水素カリウム、水酸化ナトリウム、水酸化カリウムのうち少なくとも1つとすることができる。

このように、本発明のシリコンウェーハの研磨方法では、様々なアルカリを適用できる。

[0020] また、本発明によれば、シリコンウェーハを定盤上に貼り付けられた研磨布に摺接させて研磨する際に前記研磨布に供給する研磨剤であって、水、シリカ、アルカリ、及びケイ酸イオンを含み、前記ケイ酸イオンの濃度が1.0～4.6 g/Lの範囲内に調整されたものであることを特徴とする研磨剤が提供される。

[0021] このような研磨剤を用いて研磨することによって、研磨速度を高く保つことができ、かつ、研磨速度を各バッチ間で一定に保つことができる。その結果、研磨時間を正確に設定できるので、目標とする研磨取代又は仕上がり厚さに高精度に制御できる研磨剤となる。

発明の効果

[0022] 本発明では、シリコンウェーハの研磨方法において、タンク内の研磨剤中に含まれるケイ酸イオンの濃度を所定の範囲内の濃度となるように調整しながらシリコンウェーハを研磨するので、研磨速度を高く保つことができ、かつ、研磨速度を各バッチ間で一定に保つことができる。その結果、研磨時間を正確に設定できるので、目標とする研磨取代又は仕上がり厚さに高精度に制御できる。また、研磨速度が長期に亘って変動しにくいので、研磨剤のライフを長く設定できる。

図面の簡単な説明

[0023] [図1]本発明のシリコンウェーハの研磨方法を実施するために用いることができる両面研磨装置の一例を示した概略図である。(A)側面断面図。(B)上方から見た内部構造図。

[図2]実施例の結果を示す図である。

[図3]比較例の結果を示す図である。

発明を実施するための形態

[0024] 以下、本発明について実施の形態を説明するが、本発明はこれに限定されるものではない。

シリコンウェーハの研磨において、従来、研磨速度を向上するために研磨剤のpHの値を管理し、例えば10.5程度に保つように調整しながら研磨を行っている。しかし、このようにしてシリコンウェーハを研磨した場合、上記したように研磨速度は向上されるものの、研磨速度が各バッチ間で一定とならず、ばらつきが発生してしまう。また、特に研磨剤を新規に希釈調製した直後からしばらくの間は、研磨速度が向上しにくいことも分かってきた。

[0025] そこで、本発明者等はこのような問題を解決すべく鋭意検討を重ねた。その結果、従来では考慮されていないケイ酸イオンの濃度が研磨速度を変化させる要因となることに想到した。特に研磨剤を新規に希釈調製した直後からしばらくの間、研磨速度が向上しにくいのは、例えpHを十分高い状態としても、ケイ酸イオン濃度が十分に高くなっていないためであることを見出した。そして、このケイ酸イオンの濃度を所定範囲内の濃度となるように調整することによって、高研磨速度を安定して一定に保つことができることに想到し、本発明を完成させた。

[0026] 本発明の研磨剤は、シリコンウェーハを定盤上に貼り付けられた研磨布に摺接させて研磨する際に研磨布に供給する研磨剤である。

また、本発明のシリコンウェーハの研磨方法は、タンク内に貯蔵された本発明の研磨剤を定盤上に貼り付けられた研磨布に供給しながらシリコンウェーハを研磨布に摺接させて研磨し、供給した研磨剤をタンク内に回収して循環させるシリコンウェーハの研磨方法である。

[0027] ここで、本発明は、シリコンウェーハの両面を同時に研磨する両面研磨、及び片面を研磨する片面研磨のどちらにも適応されることができる。

以下、本発明の研磨剤について説明する。

本発明の研磨剤は、水、シリカ、アルカリ、及びケイ酸イオンを含むものである。例えば、砥粒が10～150nm程度のコロイダルシリカを水で希釈し、アルカリを添加し、ケイ酸イオンを含む懸濁液状の研磨剤である。ここで、添加するアルカリは、例えば、炭酸ナトリウム、炭酸カリウム、炭酸水素ナトリウム、炭酸水素カリウム、水酸化ナトリウム、水酸化カリウムのうち少なくとも1つである。また、金属不純物汚染を防ぐためのキレート剤を含むものであっても良い。

[0028] さらに、本発明の研磨剤は、ケイ酸イオンの濃度が1.0～4.6g/Lの範囲内に調整されたものである。ここで、ケイ酸イオンとしては、系外から導入したケイ酸イオンとシリコンウェーハの研磨中にシリコンウェーハとアルカリとの反応によって生成されるケイ酸イオンを含む。すなわち、シリコンウェーハの研磨中にケイ酸イオンの濃度が上記範囲内に調整された状態のものである。

[0029] このような研磨剤をシリコンウェーハの研磨に用いれば、研磨速度を高く保つことができ、かつ、研磨速度を各バッチ間で一定に保つことができる。その結果、研磨時間を正確に設定できるので、目標とする研磨取代又は仕上がり厚さに高精度に制御できる。

[0030] 次に本発明のシリコンウェーハの研磨方法について説明する。ここでは、図1に示すような、複数のシリコンウェーハの両面を同時に研磨するタイプの両面研磨装置を用いて実施する場合を例として説明するが、本発明はこれに限定されず、例えば、1枚のシリコンウェーハの両面を同時に研磨する枚様式の両面研磨装置や、シリコンウェーハの片面を研磨する片面研磨装置を用いて実施することもできる。

[0031] 図1(A)(B)に示すように、両面研磨装置1は上下に相対向して設けられた上定盤2と下定盤3を備えており、上下定盤2、3には、それぞれ研磨布4が貼付されている。そして上下定盤2、3の間の中心部にはサンギヤ9が、周縁部にはインターナルギヤ10が設けられている。キャリア5にはシリコンウェーハWを保持するための保持孔6が設けられ、複数のキャリア

5が上下定盤2、3の間に挟まれるようになっている。

[0032] また、サンギヤ9及びインターナルギヤ10の各歯部にはキャリア5の外周歯が噛合しており、上下定盤2、3が上回転軸7、及び下回転軸8により所定の回転速度でそれぞれ回転されるのに伴い、それぞれのキャリア5は自転しつつサンギヤ9の周りを公転する。キャリア5の保持孔6に保持されたシリコンウェーハWは、上下の研磨布4と摺接されて両面が同時に研磨される。この際、タンク12内の研磨剤13をノズル11から研磨布4に供給する。

[0033] ここで供給する研磨剤13の組成は上記した本発明の研磨剤とされる。供給した研磨剤13は、例えば、研磨中に一部が飛び散ったり、ミストとして排気されるなどにより回収できない分を除いて、定盤受け14に流れ落ちて集められた後、タンク12内に回収され、以降の研磨に用いられる。このように、研磨剤13はタンク12と両面研磨装置1の間を循環する。

[0034] 本発明のシリコンウェーハの研磨方法では、このタンク12内の研磨剤13中に含まれるケイ酸イオンの濃度を所定の範囲内の濃度となるように調整しながらシリコンウェーハWを研磨する。このように、本発明は、従来考慮されていなかった研磨剤中のケイ酸イオンの濃度を調整することによって、研磨速度の安定化を図るものである。

ここで、ケイ酸イオンの濃度の調整方法は特に限定されないが、例えば以下のようにして行うことができる。濃度を減少させる場合には、供給した研磨剤の一部を排液し、ケイ酸イオンが含まれない、又はその調整する濃度より低い濃度のケイ酸イオンが含まれた新研磨剤を加える。濃度を増加させる場合には、ケイ酸イオンを直接加える方法の他に、後述するような、アルカリを加えて研磨中にシリコンウェーハとの反応によってケイ酸イオンを生成させる方法も適用できる。

[0035] このような研磨方法であれば、研磨速度を高く保つことができ、かつ、研磨速度を各バッチ間で一定に保つことができる。その結果、研磨時間を正確に設定できるので、目標とする研磨取代又は仕上がり厚さに高精度に制御で

きる。また、研磨速度が長期に亘って変動しにくいので、研磨剤のライフを長く設定できる。また、シリコンウェーハの抵抗率に応じて係数を設けることによって、異なる抵抗率のシリコンウェーハを研磨するときに研磨速度を予め予測できる。

[0036] 研磨後のシリコンウェーハの表面は金属シリコンが露出した状態となり、研磨剤が付着したままで表面を空気にさらすと、金属シリコンとアルカリが不均一に反応するため面荒れを起こすことがある。そこで、研磨を終了した直後にシリコンウェーハの表面からアルカリを除去するため、純水又は界面活性剤をシリコンウェーハの表面に流すことが一般的に行われている。また、研磨を終了した後、次の研磨（次のバッチ）が行われる前には、通常、洗浄水を流しながら研磨布をブラシなどでこすることによって、研磨布に付着した異物、副生成物、及び研磨剤の凝集物などが除去される。

[0037] このようにして使用された洗浄水や界面活性剤が一部の未回収の研磨剤と混ざり、定盤受けから配管までの区間に残るが、洗浄水や界面活性剤がタンク内の研磨剤に混ざるのを防ぐために、この混合液中の研磨剤は回収できず、排液される。研磨材の回収と排液の切り替えは、配管とタンクとの間にセパレータを設けることによって行われる。

供給した研磨剤のうち、このように排液される研磨剤と、上記したような研磨中に飛び散る研磨剤などのような、タンク内に回収できない一部の研磨剤による減少分を補うため、それと同量の新研磨剤をタンク内に加える。

[0038] ここで、新研磨剤はタンク内の研磨剤 1 3 のシリカ、水などの比率が変わらないように加えられる。

そして、研磨剤の一部がタンク内に回収されないことによって減少するケイ酸イオンの濃度を、シリコンウェーハの研磨中にタンク内の研磨剤にアルカリを加え、該アルカリとシリコンウェーハとの反応でケイ酸イオンを生成することによって所定の範囲内の濃度となるように調整する。

[0039] このとき、研磨開始からの経過時間によってセパレータを切り替えることで、排液される研磨剤の量を調整することができる。また、飛び散りなどに

よって回収できない研磨剤の量も各バッチでほぼ一定となる。すなわち、タンク内に回収できない研磨剤の量は各バッチで一定となるので、タンク内の研磨剤に加えるアルカリの量を調整することによって容易にケイ酸イオンの濃度を調整できる。また、ケイ酸イオンをアルカリとシリコンウェーハとの反応で生成させるので、コストの増加を抑制できる。

[0040] また、タンク内に回収されない一部の研磨剤の量と、タンク内の研磨剤に加えるアルカリの量とのバランスを調整することによってケイ酸イオンの濃度を所定の範囲内で微調整し、延いては研磨速度を調整することもできる。

ここで、ケイ酸イオンの濃度を所定の範囲内に調整するために加えるアルカリ量及び排液する研磨剤量を、シミュレーションを行うなどして決定することができる。

以下にシミュレーションの一例を示す。

[0041] シミュレーションの条件として、表1に示すように、直径300mmのシリコンウェーハを5枚同時に研磨する場合において、取代を $16\mu\text{m}$ とすると、研磨重量は 13.18g （研磨する部分の体積 $\times$ Si密度 $\times$ 枚数）、反応によって生成する SiO_3^{2-} の量は 28.23g （分子量 $\times$ 研磨重量）となる。また、置換率はタンク内に回収される研磨剤の割合を示す。残留率はシリコンウェーハがアルカリと反応して生成するケイ酸イオンが研磨剤中に残存する割合を示し、残留しない分は回収できない研磨剤中に含まれている系外に排出される分である。すなわち、残留率は研磨剤を排液する量と研磨中に加えるアルカリ量に基づいて決定される。この残留率をパラメータとして任意のバッチ後のケイ酸イオンの濃度をシミュレーションできる。

[0042]

[表1]

Si 密度	2.33 g/cm ³
ウェーハ半径	15 cm
取代	16 μm
ウェーハ枚数	5枚
研磨重量	13.18 g
生成SiO ₃ ²⁻ 量	28.23 g
残留率	39.6%
置換率	87.1%
研磨剤追加量	0.8 L
ケイ酸イオン初期濃度	0.23 g/L

[0043] 具体的には、生成SiO₃²⁻量×残留率によって得られる増加分を初期濃度に加えていくことにより、研磨後の濃度を算出することができる。

表1の条件でシミュレーションを行った結果を表2に示す。表2に示すように、研磨バッチを繰り返すことによってケイ酸イオンの濃度が増加し、20バッチ以降からはほぼ一定の濃度が保たれていることが分かる。この濃度の結果が所定の範囲内に入るようにシミュレーションすることによって、各バッチで排液する研磨剤の量及び加えるアルカリの量を決定することができる。

[0044] [表2]

バッチ数	濃度
0	0.23
5	1.6
10	3.0
20	4.6
50	4.6
100	4.6

[0045] また、所定の範囲内のケイ酸イオンの濃度は、1.0～4.6 g/Lの範囲内に調整されることが好ましい。

このようにすれば、研磨速度を高く、かつ、各バッチ間で一定に確実に保つことができる。

またこのとき、シリコンウェーハの研磨中にタンク内の研磨剤に加えるア

ルカリの量を所定時間当たり一定量となるように調整することが好ましい。
ここで、加えるアルカリの所定時間当たり一定量は、使用する研磨装置やタンクの容量などによって適宜決定される。

このようにすれば、アルカリを加えることによって一時的にケイ酸イオンの濃度が低下して研磨速度が不安定になることもなく、より確実にケイ酸イオンの濃度を所定の範囲内の濃度となるように調整することができる。

[0046] 或いは、特に研磨サイクルが十分に短く、必要なアルカリ量が少ない場合には、研磨中、又は研磨前後に必要な量のアルカリをまとめてタンク内に加えることもできる。

ここで、シリコンウェーハの研磨中に加えるアルカリは、炭酸ナトリウム、炭酸カリウム、炭酸水素ナトリウム、炭酸水素カリウム、水酸化ナトリウム、水酸化カリウムのうち少なくとも1つとすることができ、様々なアルカリを適用できる。

[0047] 尚、研磨剤を新規に作成した場合には、ケイ酸イオンの濃度を所定の範囲内に調整するために、ケイ酸イオンを加える、又は、アルカリを加えながらダミーのシリコンウェーハを研磨するなどしてケイ酸イオンを増やす調整が必要であるが（例えば、上記シミュレーションにおける0～15バッチの間）、その調整後、本発明のシリコンウェーハの研磨方法を用いてケイ酸イオンの濃度を所定の範囲内に調整しながらシリコンウェーハを繰り返し研磨することにより、長期に亘り安定して研磨速度を一定に保つことができる。

[0048] 研磨剤中のケイ酸イオンの濃度の簡便な評価方法として、例えば、研磨剤の比重、電気導電率、濁度などが挙げられる。これらが一定のとき、ケイ酸イオンの濃度も一定であると考えることができる。

[0049] 尚、循環される研磨剤に溶解するケイ酸イオンの濃度は、タンクの容量とシリコンウェーハの仕込み枚数（同時に研磨するシリコンウェーハの枚数）が一定の場合、研磨取代に依存するので必要な取代が増えればケイ酸イオンの濃度が高くなる。両面研磨のような取代が多い研磨では、図のように4.6 g/Lを上限とすることが好ましい。

また、仕上研磨のような研磨取代が極僅かな研磨では、溶解するケイ酸イオン濃度の増加があまり期待できない。この場合、スラリー原液に含まれるケイ酸イオン濃度に依存することになるが、高い研磨レートを期待するためには、 1.0 g/L 以上含まれることが好ましい。

実施例

[0050] 以下、本発明の実施例及び比較例を示して本発明をより具体的に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

[0051] (実施例)

図1に示すような5枚のシリコンウェーハを同時に研磨可能な両面研磨装置を用い、本発明のシリコンウェーハの研磨方法に従って、研磨剤中のケイ酸イオンの濃度を 4.6 g/L に調整しながら、直径 300 mm のシリコンウェーハの研磨をバッチ式に繰り返した。ここで、1バッチ当たりの研磨枚数を5枚とした。また、エッチング済みのシリコンウェーハを、研磨前の厚さが $793 \pm 2 \mu\text{m}$ 程度から $777 \mu\text{m}$ となるように、すなわち、研磨取代が $16 \mu\text{m}$ 程度となるように研磨時間を設定し、研磨圧 200 g/cm^2 で研磨した。研磨後のシリコンウェーハの厚さを測定して研磨代を調べ、この研磨代と研磨時間とから研磨速度を算出して評価した。

[0052] まず、本発明の研磨剤を以下のようにして作製した。

70 L の容量のタンク内に一次粒子径が 35 nm のコロイダルシリカを約 0.6 重量%、アルカリとして KOH を約 0.075 重量%入れて攪拌し、ベース研磨剤とした。その後、このベース研磨剤を供給しながらダミーのシリコンウェーハを研磨し、研磨中に $5\% \text{ KOH}$ を加えることによって、研磨剤中のケイ酸イオンの濃度が 4.6 g/L になるように調整した。

[0053] このようにして作製した本発明の研磨剤を用いてシリコンウェーハの研磨を繰り返し、各バッチの研磨速度を評価した。ここで、研磨剤中のケイ酸イオンの濃度は、研磨後に供給した研磨剤のうち、 9 L の研磨剤を排液し、その分の新研磨剤を補充し、研磨中には、タンク内の研磨剤に $5\% \text{ KOH}$ を2分当たり 3 ml となるように加えることによって、 4.6 g/L になるよう

に調整した。

[0054] そして、研磨後のケイ酸イオンの濃度を、モリブデン黄色法によって測定した。

その結果を図2に示す。図中の研磨速度は、研磨剤を作製するためにダイヤモンドウェーハを研磨した際の研磨速度を1としたときの相対値で示されている。図2に示すように、ケイ酸イオンの濃度を4.6 g/Lに調整しながら研磨することによって、図3に示す比較例の結果と比べ、同等の高い研磨速度を保ちつつ、研磨速度が各バッチ間で一定になっていることが分かった。また、目的の研磨取代も安定して達成できていることが分かった。

[0055] このように、本発明のシリコンウェーハの研磨方法及び研磨剤は、高い研磨速度を各バッチ間で一定に保つことを可能にすることが確認できた。これにより、目標とする研磨取代又は仕上がり厚さに高精度に制御できる。

[0056] (比較例)

ケイ酸イオンの濃度を考慮せず、研磨剤のpHを一定に保ちながら研磨する従来の研磨方法を用いた以外、実施例と同様な条件でシリコンウェーハを研磨し、実施例と同様に評価した。

その結果を図3に示す。図中の研磨速度は、実施例の研磨速度に対する相対値で示されている。図3に示すように、研磨剤のpHが一定になっているにも関わらず、研磨速度のばらつきが実施例と比べ大きくなっていることが分かった。この研磨速度のばらつきによって、研磨取代にもばらつきが発生してしまった。

[0057] なお、本発明は、上記実施形態に限定されるものではない。上記実施形態は例示であり、本発明の特許請求の範囲に記載された技術的思想と実質的に同一な構成を有し、同様な作用効果を奏するものは、いかなるものであっても本発明の技術的範囲に包含される。

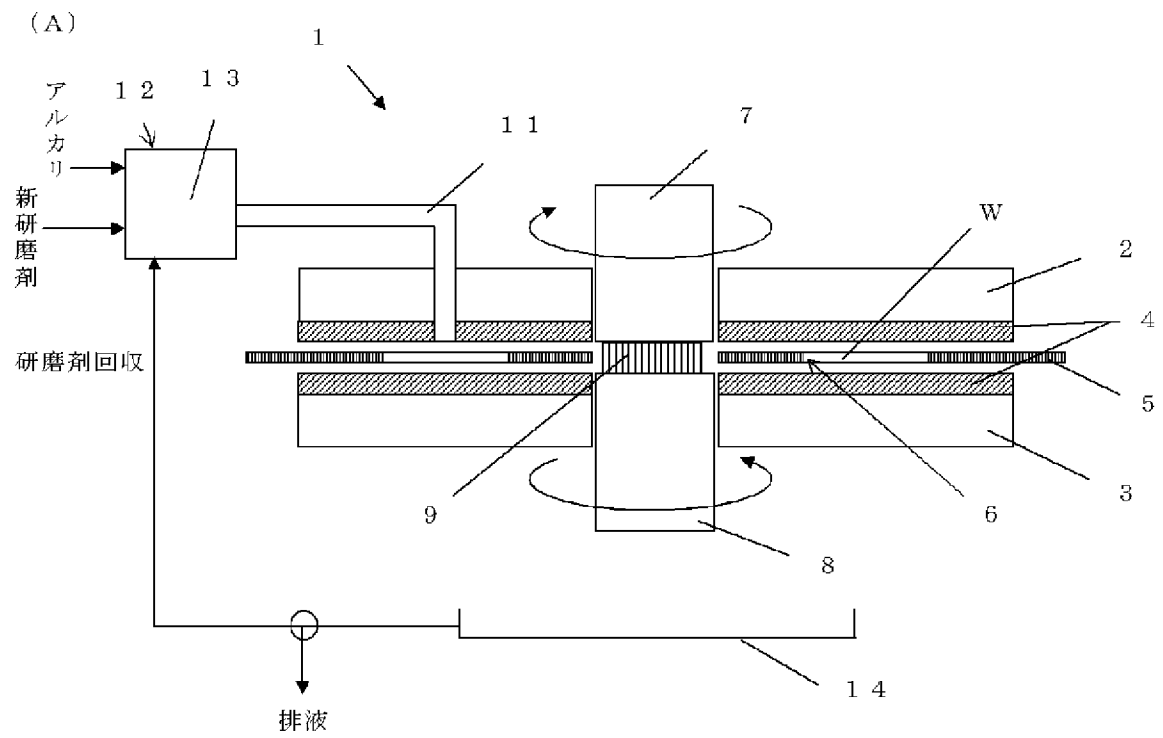
請求の範囲

- [請求項1] タンク内に貯蔵された研磨剤を定盤上に貼り付けられた研磨布に供給しながらシリコンウェーハを前記研磨布に摺接させて研磨し、前記供給した研磨剤を前記タンク内に回収して循環させるシリコンウェーハの研磨方法であって、
- 前記タンク内の研磨剤中に含まれるケイ酸イオンの濃度を所定の範囲内の濃度となるように調整しながら前記シリコンウェーハを研磨する工程を有することを特徴とするシリコンウェーハの研磨方法。
- [請求項2] 前記供給した研磨剤のうち前記タンク内に回収できない一部の前記研磨剤と同量の新研磨剤を前記タンク内に加える工程を有し、前記研磨剤の一部が前記タンク内に回収されないことによって減少する前記ケイ酸イオンの濃度を、前記シリコンウェーハの研磨中に前記タンク内の研磨剤にアルカリを加え、該アルカリと前記シリコンウェーハとの反応で前記ケイ酸イオンを生成することによって前記所定の範囲内の濃度となるように調整することを特徴とする請求項1に記載のシリコンウェーハの研磨方法。
- [請求項3] 前記所定の範囲内のケイ酸イオンの濃度を、 $1.0 \sim 4.6 \text{ g/L}$ の範囲内に調整することを特徴とする請求項1又は請求項2に記載のシリコンウェーハの研磨方法。
- [請求項4] 前記シリコンウェーハの研磨中に前記タンク内の研磨剤に加えるアルカリの量を所定時間当たり一定量となるように調整することを特徴とする請求項2又は請求項3に記載のシリコンウェーハの研磨方法。
- [請求項5] 前記シリコンウェーハの研磨中に加えるアルカリを、炭酸ナトリウム、炭酸カリウム、炭酸水素ナトリウム、炭酸水素カリウム、水酸化ナトリウム、水酸化カリウムのうち少なくとも1つとすることを特徴とする請求項2乃至請求項4のいずれか1項に記載のシリコンウェーハの研磨方法。
- [請求項6] シリコンウェーハを定盤上に貼り付けられた研磨布に摺接させて研

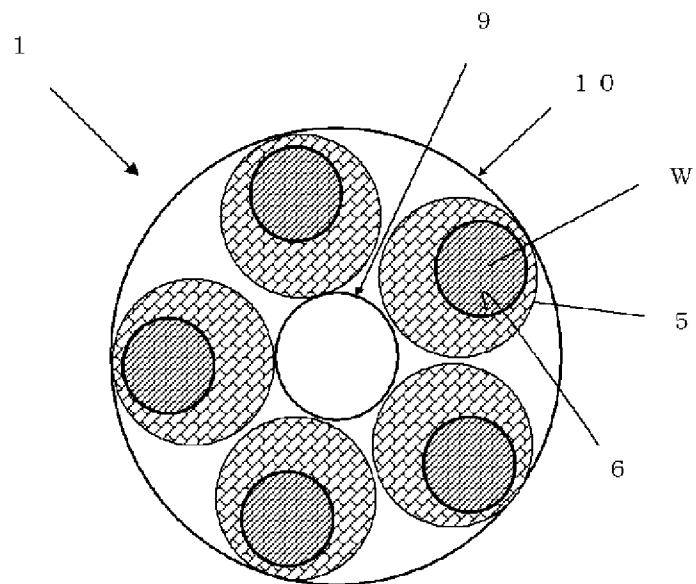
磨する際に前記研磨布に供給する研磨剤であって、

水、シリカ、アルカリ、及びケイ酸イオンを含み、前記ケイ酸イオンの濃度が1.0～4.6 g／Lの範囲内に調整されたものであることを特徴とする研磨剤。

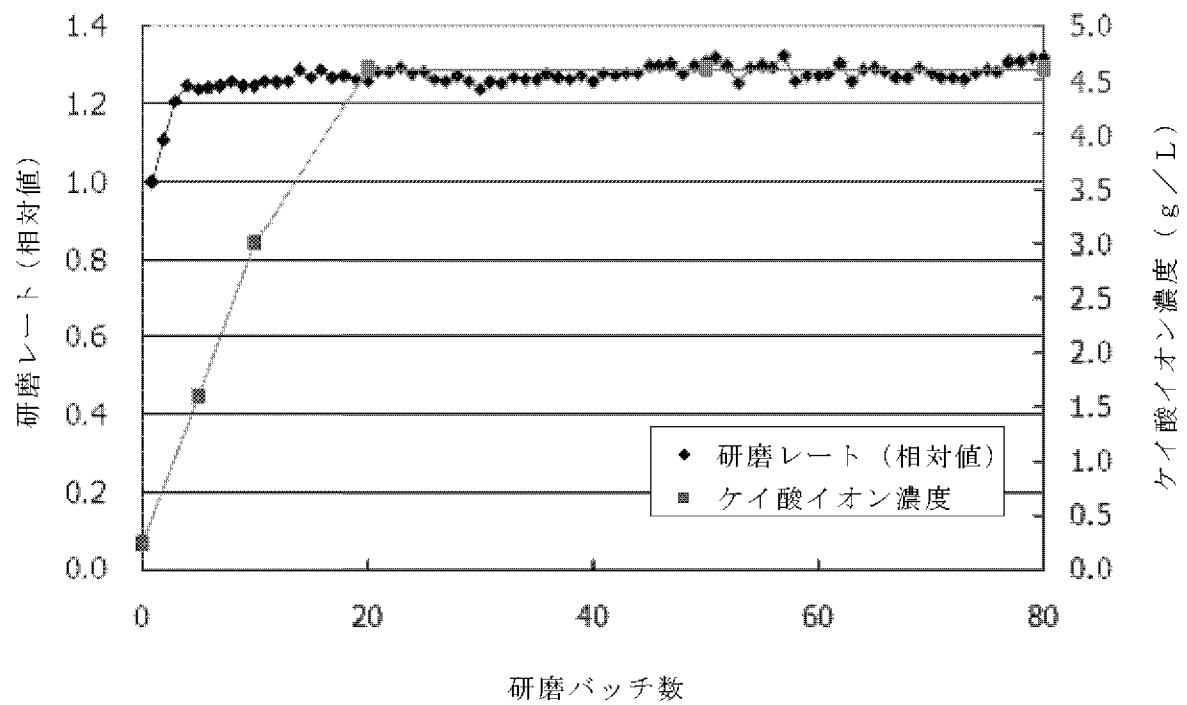
[図1]



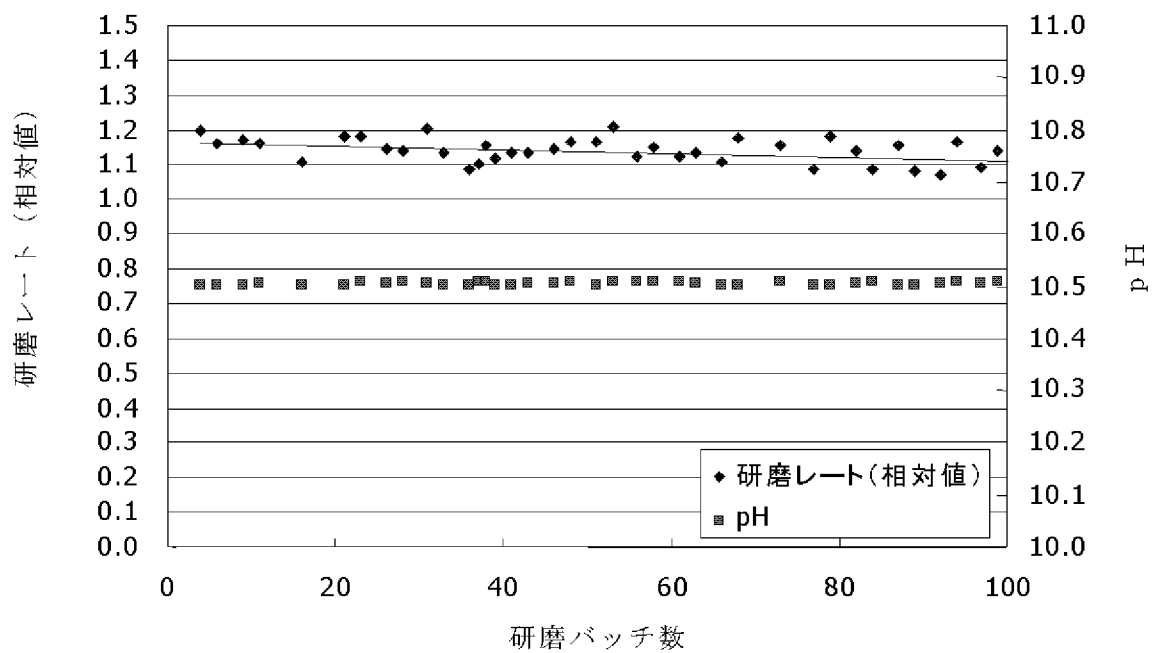
(B)



[図2]



[図3]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2012/005135

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

H01L21/304(2006.01) i, B24B37/00(2012.01) i, B24B57/02(2006.01) i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

H01L21/304, B24B37/00, B24B57/02

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2012
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2012	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2012

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X Y A	JP 2004-186350 A (Sanyo Chemical Industries, Ltd.), 02 July 2004 (02.07.2004), claims 1, 4; paragraphs [0008] to [0010], [0018] (Family: none)	6 1, 3-5 2
Y A	JP 11-010540 A (Speedfam Co., Ltd.), 19 January 1999 (19.01.1999), paragraph [0012]; fig. 1 & US 6106728 A & TW 400268 B	1, 3-5 2



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

16 October, 2012 (16.10.12)

Date of mailing of the international search report

30 October, 2012 (30.10.12)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（I P C）） Int.Cl. H01L21/304(2006.01)i, B24B37/00(2012.01)i, B24B57/02(2006.01)i			
B. 調査を行った分野 調査を行った最小限資料（国際特許分類（I P C）） Int.Cl. H01L21/304, B24B37/00, B24B57/02			
最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの 日本国実用新案公報 1922-1996年 日本国公開実用新案公報 1971-2012年 日本国実用新案登録公報 1996-2012年 日本国登録実用新案公報 1994-2012年			
国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）			
C. 関連すると認められる文献			
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号	
X Y A	JP 2004-186350 A（三洋化成工業株式会社）2004.07.02, 【請求項1】, 【請求項4】, 【0008】-【0010】, 【0018】（ファミリーなし）	6 1, 3-5 2	
Y A	JP 11-010540 A（スピードファム株式会社）1999.01.19, 【0012】, 【図1】 & US 6106728 A & TW 400268 B	1, 3-5 2	
☐ C欄の続きにも文献が列挙されている。 ☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。			
* 引用文献のカテゴリー 「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの 「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの 「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す） 「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献 「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願		の日の後に公表された文献 「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの 「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの 「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの 「&」 同一パテントファミリー文献	
国際調査を完了した日 16.10.2012		国際調査報告の発送日 30.10.2012	
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁（I S A / J P） 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号		特許庁審査官（権限のある職員） 山本 健晴 電話番号 03-3581-1101 内線 3364	3 P 4652