



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2017-0094213
(43) 공개일자 2017년08월17일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
H01L 21/304 (2006.01) B24B 57/02 (2006.01)
(52) CPC특허분류
H01L 21/304 (2013.01)
B24B 57/02 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2017-7016099
(22) 출원일자(국제) 2015년11월25일
심사청구일자 없음
(85) 번역문제출일자 2017년06월13일
(86) 국제출원번호 PCT/JP2015/005847
(87) 국제공개번호 WO 2016/098286
국제공개일자 2016년06월23일
(30) 우선권주장
JP-P-2014-253069 2014년12월15일 일본(JP)

(71) 출원인
신에쓰 한도타이 가부시키키가이샤
일본 도쿄도 치요다쿠 오테마치 2초메 2-1
(72) 발명자
사사키, 마사나오
일본, 후쿠시마 9618061, 니시시라카와-군, 니시
고-무라, 오아자 오다쿠라, 아자 오히라, 150, 신
에쓰 한도타이 가부시키키가이샤, 시라카와공장내
하시모토, 히로마사
일본, 후쿠시마 9618061, 니시시라카와-군, 니시
고-무라, 오아자 오다쿠라, 아자 오히라, 150, 신
에쓰 한도타이 가부시키키가이샤, 시라카와공장내
후지야마, 케이
일본, 후쿠시마 9618061, 니시시라카와-군, 니시
고-무라, 오아자 오다쿠라, 아자 오히라, 150, 신
에쓰 한도타이 가부시키키가이샤, 시라카와공장내
(74) 대리인
특허법인씨엔에스

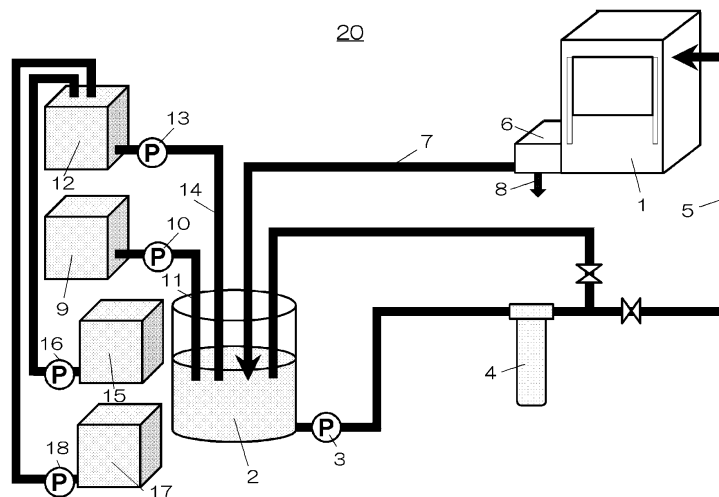
전체 청구항 수 : 총 7 항

(54) 발명의 명칭 실리콘 웨이퍼의 연마방법

(57) 요약

본 발명은, 실리콘 웨이퍼의 연마방법으로서, 실리콘 웨이퍼에 공급되어 연마에 사용된 연마지립함유의 사용완료 슬러리를 회수하고, 이 회수한 사용완료 슬러리를 실리콘 웨이퍼에 순환공급하여 연마를 행하는 연마방법이며, 회수한 사용완료 슬러리에, 미사용의 연마지립을 추가하지 않고, 킬레이트제와, pH조정제 및 연마레이트 촉진제 중의 일방 또는 양방을 포함하는 혼합 알칼리용액을 추가하여, 회수한 사용완료 슬러리를 실리콘 웨이퍼에 순환 공급하여 연마를 행하는 것을 특징으로 하는 실리콘 웨이퍼의 연마방법이다. 이에 따라, 사용완료 슬러리를 실리콘 웨이퍼에 순환공급하여 연마를 행하는 경우에, 금속 불순물 오염의 발생을 억제하고, 또한, 사용완료 슬러리의 조성(킬레이트제의 농도 등)을 안정시킬 수 있는 실리콘 웨이퍼의 연마방법이 제공된다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

H01L 21/02013 (2013.01)

명세서

청구범위

청구항 1

실리콘 웨이퍼의 연마방법으로서,

상기 실리콘 웨이퍼에 공급되어 연마에 사용된 연마지립함유의 사용완료 슬러리를 회수하고, 이 회수한 사용완료 슬러리를 상기 실리콘 웨이퍼에 순환공급하여 연마를 행하는 연마방법이며,

상기 회수한 사용완료 슬러리에, 미사용의 연마지립을 추가하지 않고,

킬레이트제와,

pH조정제 및 연마레이트 촉진제 중의 일방 또는 양방

을 포함하는 혼합알칼리용액을 추가하여, 상기 회수한 사용완료 슬러리를 상기 실리콘 웨이퍼에 순환공급하여 연마를 행하는 것을 특징으로 하는 실리콘 웨이퍼의 연마방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 pH조정제로서, KOH, NaOH, TMAH, K_2CO_3 , Na_2CO_3 , $KHCO_3$, $NaHCO_3$ 중 1종류 이상을 이용하고,

상기 연마레이트 촉진제로서, 아민류를 이용하고,

상기 킬레이트제로서, 분자 내에 카르복산 또는 인산을 갖는 합질소 화합물을 이용하는 것을 특징으로 하는 실리콘 웨이퍼의 연마방법.

청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서,

상기 사용완료 슬러리를 순환공급할 때에, 상기 회수한 사용완료 슬러리 중의 상기 킬레이트제의 농도를 흡광도 측정법에 의해 측정하는 공정과,

이 측정의 결과로부터, 상기 사용완료 슬러리 중의 상기 킬레이트제를 정량하는 공정과,

이 정량의 결과로부터, 상기 혼합 알칼리용액 중으로의 상기 킬레이트제의 혼합조건을, 상기 사용완료 슬러리 중의 상기 킬레이트제의 농도가 일정하도록 설정하는 공정,

을 갖는 것을 특징으로 하는 실리콘 웨이퍼의 연마방법.

청구항 4

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 실리콘 웨이퍼의 연마가공 중의 연마레이트를 정기적으로 모니터하고, 상기 연마레이트가 일정하도록, 상기 pH조정제 및 상기 연마레이트 촉진제 중의 일방 또는 양방의 상기 혼합알칼리용액에 대한 혼합조건을 설정하는 것을 특징으로 하는 실리콘 웨이퍼의 연마방법.

청구항 5

제1항 내지 제4항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 실리콘 웨이퍼로서 직경 300mm 이상인 것을 연마하는 것을 특징으로 하는 실리콘 웨이퍼의 연마방법.

청구항 6

제1항 내지 제5항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 실리콘 웨이퍼의 연마에 있어서, 연마마진을 $0.1\mu\text{m}$ 이상으로 하는 것을 특징으로 하는 실리콘 웨이퍼의 연마방법.

청구항 7

제1항 내지 제6항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 연마지립을 실리카지립으로 하는 것을 특징으로 하는 실리콘 웨이퍼의 연마방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은, 연마 슬러리를 이용하여 실리콘 웨이퍼를 가공하는 연마공정에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 일반적으로 직경 300mm 이상의 실리콘 웨이퍼(이하에서는, 간단히 웨이퍼라 호칭하기도 함)는, 이하와 같은 제조공정을 거쳐 제조된다. 우선, 실리콘잉곳을 슬라이스하여 박 원판상의 실리콘 웨이퍼를 얻는 슬라이스 공정을 행하고, 이 슬라이스 공정에 의해 얻어진 웨이퍼의 균열, 결함을 방지하기 위하여 그 외주부를 면취하는 면취 공정을 행한다. 계속해서, 면취된 웨이퍼를 평탄화하는 래핑 공정과, 면취 및 래핑된 웨이퍼에 잔류하는 가공변형을 제거하는 에칭 공정을 행한다. 계속해서, 에칭된 웨이퍼의 표면을 경면화하고, 평탄화하는 연마(폴리싱) 공정과, 연마된 웨이퍼를 세정하여, 이에 부착된 연마 슬러리카 이물을 제거하는 세정 공정을 실시한다.

[0003] 상기의 공정은, 주된 공정만을 나타낸 것으로, 그 밖에 열처리 공정이나 평면연삭 공정 등이 추가되거나, 공정의 순번이 바뀌거나 한다. 또한, 동일한 공정을 복수회 실시하는 경우도 있다. 그 후, 검사 등을 행하고, 디바이스 제조 공정으로 이송되고, 실리콘 웨이퍼의 표면상에 절연막이나 금속배선을 형성하여, 메모리 등의 디바이스가 제조된다.

[0004] 그런데, 상기의 연마공정은, 일반적으로, 연마 슬러리를 공급하면서 실리콘 웨이퍼를 연마포에 슬라이딩 접촉시킴으로써 표면을 경면화하고, 평탄화하는 공정이다. 실리콘 웨이퍼의 연마공정에서는, 통상, 조연마로부터 마무리 연마로 복수의 단계를 거쳐 연마가 행해진다. 일반적으로, 양면연마에 의해 1차 연마를 행하고, 이어서 1차 연마에서 발생한 흠집 등을 제거하고, 표면거칠기를 개선하기 위하여, 편면연마에 의해 2차 연마, 나아가 마무리 연마가 행해진다.

[0005] 양면연마에서는, 캐리어의 유지구멍(保持孔)에 실리콘 웨이퍼를 유지하고, 캐리어를 연마포가 첩부된 상하정반간에 끼워서 배치한다. 계속해서, 연마포에 연마 슬러리를 공급하면서, 상하정반을 서로 반대방향으로 회전시킴으로써, 웨이퍼의 양면을 연마포에 슬라이딩 접촉시켜 동시에 연마한다(예를 들어, 특허문헌 1 참조). 또한, 양면연마에 있어서는, 복수의 실리콘 웨이퍼를 한번에 동시에 연마하고, 이것을 배치식으로 반복하는 방식이 채용되는 경우가 많다.

[0006] 또한, 편면연마는, 연마헤드로 실리콘 웨이퍼를 유지하고, 정반에 첩부된 연마포상에 연마 슬러리를 공급함과 함께, 정반과 연마헤드를 각각 회전시켜 실리콘 웨이퍼의 편면을 연마포에 슬라이딩 접촉시킴으로써 연마한다(예를 들어, 특허문헌 2 참조). 또한, 편면연마는, 실리콘 웨이퍼의 표면거칠기를 개선하기 위한 마무리 연마공정에 채용되는 경우가 많다. 이 마무리 연마공정에서, 제거되는 실리콘 웨이퍼의 두께(연마마진)는 $0.1\mu\text{m}$ 이하의 미소량이다. 또한, 마무리 연마에 있어서는, 흠집 등의 발생을 방지하기 위하여, 연마에 사용하는 슬러리는

일회용으로 사용되는 경우가 많다.

- [0007] 상기와 같은 실리콘 웨이퍼의 연마에 있어서 사용되는 슬러리에는, 미세한 SiO_2 (실리카)지립(砥粒)이나 CeO_2 (세리아)지립을 pH=9~12 정도의 알칼리수용액 중에 콜로이드상으로 분산시킨 연마제가 이용된다. 이러한 슬러리는, SiO_2 또는 CeO_2 에 의한 기계적 작용과, 알칼리용액에 의해 실리콘을 에칭하는 화학적 작용의 복합작용에 의해, 실리콘 웨이퍼를 연마한다. 그러나, 실리카지립 또는 세리아지립에는 미량이기는 하나 금속 불순물이 포함되어 있다. 실리카지립 또는 세리아지립 등의 연마지립에 포함되는 금속 불순물로는 니켈, 크롬, 철, 구리 등을 들 수 있다.
- [0008] 특히, 실리카지립 중에 존재하는 수소보다 이온화 경향이 작은 구리, 니켈 등의 금속 불순물은 알칼리성 슬러리 중에 금속이온으로서 용출되어, 실리콘 웨이퍼 연마가공 중에 웨이퍼 표면에 석출되고, 실리콘 내부에 깊게 확산되어, 웨이퍼 품질을 열화시켜서, 이 웨이퍼에 의해 형성된 반도체 디바이스의 특성을 현저히 저하시킨다.
- [0009] 상기와 같이 연마지립을 함유하는 슬러리에 기인하는 웨이퍼품질의 열화를 방지하기 위한 대책으로서, 예를 들어, 고순도화한 실리카지립을 함유하는 연마 슬러리가 이용되고 있다. 그러나, 실리카지립 중의 금속 불순물을 완전히 제거하는 것은 어렵고, 수용성 킬레이트제를 연마 슬러리에 첨가하고, 금속이온을 킬레이트제에 의해 포착하는 방법이 개시되어 있다(예를 들어, 특허문헌 3 참조).
- [0010] 이에 따라, 연마지립과 수용성 킬레이트제는 동시에 일정 농도비로 공급되지 않으면, 금속 불순물이 증가할 위험성이 있다. 또한, 연마지립을 함유하는 슬러리에는 연마레이트의 향상을 목적으로, 연마레이트 촉진제로서 알칼리성인 아민류를 첨가하여 사용되는 경우가 많다.
- [0011] 그러나, 알칼리성인 아민류는 실리콘 에칭레이트가 빠르고, 연마종료된 실리콘 웨이퍼의 표면을, 잔류한 아민류가 국소적으로 에칭함으로써 국소적인 요철을 발생시켜, 불량품을 발생시키는 경우가 있다. 이로 인해, 연마지립을 함유하고, 또한 알칼리성인 아민류를 포함한 슬러리로 연마가공한 후에는, 계속해서 순수를 사용하여 후가공하고, 실리콘 웨이퍼의 표면에 알칼리성의 아민류를 잔류시키지 않도록 하고 있다.
- [0012] 또한, 상기의 마무리 연마공정에서는, 흠집 등의 발생을 방지하기 위하여, 연마 슬러리는 일회용으로 사용되는 데, 이 마무리 연마공정보다 전의 연마공정에서는, 비용 삭감을 위해, 사용완료 슬러리를 리사이클 사용하고 있다. 구체적으로는, 사용완료 슬러리를 실리콘 웨이퍼에 순환공급하여 연마를 행하고 있다.
- [0013] 사용완료 슬러리를 리사이클 사용하는 기술로는, 예를 들어, 특허문헌 4에, 연마 슬러리의 재생장치가 개시되어 있다. 이 연마 슬러리의 재생장치는, 연마에 사용완료 슬러리를 회수하는 슬러리 회수수단과, 회수된 회수슬러리를 회수탱크에 유도하는 회수슬러리 유도수단과, 신액슬러리를 회수슬러리 중에 공급하는 신액슬러리 공급수단과, 신액(新液)슬러리와 회수슬러리를 교반하여 균일농도의 재생슬러리를 생성하는 재생슬러리 생성수단과, 재생슬러리 생성수단으로 생성된 재생슬러리의 농도를 측정하는 측정수단을 구비하고 있다.
- [0014] 신액슬러리 공급수단은, 회수슬러리의 농도보다 고농도의 신액슬러리를 공급함과 함께, 측정수단에 의해 측정된 재생슬러리의 농도가 공급되는 슬러리농도의 규정값을 상회한 경우에 신액슬러리의 공급을 정지한다. 사용완료 슬러리를 실리콘 웨이퍼에 순환공급하여 연마를 행한다.

선행기술문헌

특허문헌

- [0015] (특허문헌 0001) 일본특허공개 2010-34462호 공보
(특허문헌 0002) 일본특허공개 2008-93811호 공보
(특허문헌 0003) 일본특허공고 H4-20742호 공보
(특허문헌 0004) 일본특허공개 2000-71172호 공보

발명의 내용

해결하려는 과제

[0016] 그러나, 연마지립 함유의 연마 슬러리를 리사이클 사용하면, 연마된 실리콘의 입자, 및 반응생성물인 규산염 등의 슬러리로의 유입량이 증가하고, 사용완료 슬러리 중의 실리카지립 등의 연마지립의 농도의 측정정도, 및 pH의 측정정도가 현저히 저하된다. 이로 인해, 회수한 사용완료 슬러리의 성분을 인라인 측정하고, 측정결과에 기초하여 신액슬러리나 케미칼성분의 공급량을 제어하는 피드백을 행하는 경우, 사용완료 슬러리의 조성을 고정도로 일정하게 유지하는 것은 어렵다. 특히, 연마하는 대상이 직경 300mm 이상의 실리콘 웨이퍼이고, 또한, 연마마진이 0.1 μ m를 초과하는 연마공정에서, 상기한 바와 같이, 실리콘의 입자, 및 반응생성물인 규산염 등의 슬러리로의 유입량이 더욱 증가하고, 사용완료 슬러리의 조성의 불안정화가 현저해진다.

[0017] 또한, 연마레이트의 향상을 목적으로 연마레이트 촉진제로서 알칼리성인 아민류를 첨가하여 사용되는 경우가 많으나, 아민류의 농도의 인라인 측정은 어렵다.

[0018] 또한, 실리카지립이나 세리아지립 등의 연마지립 중의 금속불순물이, 연마에 아직 사용되지 않은 미사용의 신액슬러리가 리사이클 슬러리에 공급되고 있는 한 혼입될 위험성이 있고, 연마지립과 수용성 킬레이트제가 동시에 일정 농도비로 리사이클 슬러리에 공급되어도, 수용성이고 금속불순물과 유효하게 반응하는 킬레이트제는 알칼리성 슬러리 사용 직후의 순수를 이용한 후가공 중에 용출될 위험성이 있다.

[0019] 본 발명은 상기 서술한 바와 같은 문제를 감안하여 이루어진 것으로, 사용완료 슬러리를 실리콘 웨이퍼에 순환공급하여 연마를 행하는 경우에, 금속 불순물 오염의 발생을 억제하고, 또한, 사용완료 슬러리의 조성(킬레이트제의 농도 등)을 안정시킬 수 있는 실리콘 웨이퍼의 연마방법을 제공하는 것을 목적으로 한다.

과제의 해결 수단

[0020] 상기 목적을 달성하기 위하여, 본 발명은, 실리콘 웨이퍼의 연마방법으로서, 상기 실리콘 웨이퍼에 공급되어 연마에 사용된 연마지립 함유의 사용완료 슬러리를 회수하고, 이 회수한 사용완료 슬러리를 상기 실리콘 웨이퍼에 순환공급하여 연마를 행하는 연마방법이며, 상기 회수한 사용완료 슬러리에, 미사용의 연마지립을 추가(注加)하지 않고, 킬레이트제와, pH조정제 및 연마레이트 촉진제 중의 일방 또는 양방을 포함하는 혼합 알칼리용액을 추가하여, 상기 회수한 사용완료 슬러리를 상기 실리콘 웨이퍼에 순환공급하여 연마를 행하는 것을 특징으로 하는 실리콘 웨이퍼의 연마방법을 제공한다.

[0021] 본 발명에서는, 회수한 사용완료 슬러리에 미사용의 연마지립을 추가하는 일이 없으므로, 연마지립에 기인하는 금속 불순물이 증가하는 경우가 없다. 이로 인해, 종래와 비교했을 때, 연마공정에 있어서의 불순물 오염의 발생을 저감시킬 수 있다. 또한, 회수한 사용완료 슬러리에 킬레이트제를 포함하는 혼합 알칼리용액을 추가함으로써, 사용완료 슬러리 중의 킬레이트제의 양을 적절한 값으로 유지할 수 있고, 킬레이트제에 의한 금속불순물의 포착효과를 높게 유지할 수 있다. 나아가, 혼합알칼리용액에는 pH조정제 및 연마레이트 촉진제 중의 일방 또는 양방이 포함되어 있으므로, 사용완료 슬러리에 혼합 알칼리용액을 추가함으로써, 연마레이트의 조정도 가능하여 원하는 연마레이트가 얻어지는 연마방법이 된다. 게다가, 연마지립의 추가투입을 행하지 않는 점, 및 금속 불순물오염이 적은 점에서, 연마지립 및 킬레이트제의 사용량을 삭감할 수 있으므로 저렴하게 실리콘 웨이퍼를 연마하는 것이 가능하다.

[0022] 이때, 상기 pH조정제로서, KOH, NaOH, TMAH(수산화테트라메틸암모늄: Tetramethylammonium hydroxide), K_2CO_3 , Na_2CO_3 , $KHCO_3$, $NaHCO_3$ 중 1종류 이상을 이용하고, 상기 연마레이트 촉진제로서, 아민류를 이용하고, 상기 킬레이트제로서, 분자내에 카르복산 또는 인산을 갖는 합질소 화합물을 이용할 수 있다.

[0023] pH조정제, 연마레이트 촉진제, 킬레이트제로는 구체적으로 상기의 것을 사용할 수 있다.

[0024] 또한 이때, 상기 사용완료 슬러리를 순환공급할 때에, 상기 회수한 사용완료 슬러리 중의 상기 킬레이트제의 농도를 흡광도 측정법에 의해 측정하는 공정과, 이 측정의 결과로부터, 상기 사용완료 슬러리 중의 상기 킬레이트제를 정량하는 공정과, 이 정량의 결과로부터, 상기 혼합 알칼리용액 중에 대한 상기 킬레이트제의 혼합조건을, 상기 사용완료 슬러리 중의 상기 킬레이트제의 농도가 일정하도록 설정하는 공정을 갖는 것이 바람직하다.

[0025] 이와 같이, 킬레이트제의 농도를 흡광도 측정법(흡광광도법에 의한 측정법)에 의해 측정함으로써, 정도(精度) 좋게 킬레이트제의 농도를 측정할 수 있다. 또한, 이와 같이 정도가 좋은 측정결과에 기초하여, 혼합 알칼리용액 중에 대한 킬레이트제의 혼합조건을 설정함으로써, 사용완료 슬러리 중의 킬레이트제의 농도를, 연마공정을 통하여 보다 확실하게 일정하게 하는 것이 가능해진다.

[0026] 이때, 상기 실리콘 웨이퍼의 연마가공 중의 연마레이트를 정기적으로 모니터하고, 상기 연마레이트가 일정하도

록, 상기 pH조정제 및 상기 연마레이트 촉진제 중의 일방 또는 양방의 상기 혼합 알칼리용액에 대한 혼합조건을 설정하는 것이 바람직하다.

[0027] 이와 같이, 연마레이트의 모니터 결과로부터, pH조정제 및 연마레이트 촉진제 중의 일방 또는 양방의 혼합 알칼리용액 중에 대한 혼합조건을 설정함으로써, 사용완료 슬러리 중의 연마레이트를, 연마공정을 통하여 보다 확실히 일정하게 하는 것이 가능해진다.

[0028] 또한 이때, 본 발명에서는, 상기 실리콘 웨이퍼로서 직경 300mm 이상인 것을 연마할 수 있다.

[0029] 본 발명에서는, 사용완료 슬러리의 조성의 제어가 어려운 대직경의 실리콘 웨이퍼의 연마에 있어서도, 보다 확실히 불순물 오염의 억제 및 사용완료 슬러리의 조성의 안정화가 가능하다.

[0030] 이때, 본 발명에서는, 상기 실리콘 웨이퍼의 연마에 있어서, 연마마진을 0.1 μ m 이상으로 할 수 있다.

[0031] 본 발명에서는, 사용완료 슬러리의 조성의 제어가 어려운, 연마마진을 0.1 μ m 이상으로 한 연마에 있어서도, 보다 확실히 불순물 오염의 억제 및 사용완료 슬러리의 조성의 안정화가 가능하다.

[0032] 또한 이때, 본 발명에서는, 상기 연마지립을 실리카지립으로 할 수 있다.

[0033] 본 발명은, 실리카지립을 연마지립으로서 사용하는 경우에 호적한 연마방법이다.

발명의 효과

[0034] 본 발명의 실리콘 웨이퍼의 연마방법이면, 사용완료 슬러리에 대한 미사용의 연마지립의 추가를 행하지 않으므로, 연마지립에 기인하는 불순물오염의 발생을 저감시킬 수 있다. 또한, 회수한 사용완료 슬러리에 킬레이트제를 포함하는 혼합 알칼리용액을 추가함으로써, 사용완료 슬러리 중의 킬레이트제의 양을 적절한 값으로 유지할 수 있고, 킬레이트제에 의한 금속 불순물의 포착효과를 높게 유지할 수 있다. 또한, 혼합 알칼리용액에는 pH조정제 및 연마레이트 촉진제 중의 일방 또는 양방이 포함되어 있으므로, 사용완료 슬러리에 혼합 알칼리용액을 추가함으로써, 연마레이트의 조정도 가능하여 원하는 연마레이트를 얻을 수 있다. 게다가, 연마지립의 추가투입을 행하지 않는 점, 및 금속 불순물오염이 적은 점에서, 연마지립 및 킬레이트제의 사용량을 삭감할 수 있으므로 저렴하게 실리콘 웨이퍼를 연마하는 것이 가능하다.

도면의 간단한 설명

[0035] 도 1은 본 발명의 연마방법으로 사용할 수 있는 슬러리 리사이클 시스템의 일례를 나타낸 개략도이다.

도 2는 양면연마기의 일례를 나타낸 개략도이다.

도 3은 편면연마기의 일례를 나타낸 개략도이다.

도 4는 흡광도와 Cu-DTPA착체의 농도의 상관을 나타낸 도면이다.

도 5는 실시예, 비교예에 있어서의 DTPA농도의 측정결과이다.

도 6은 실시예, 비교예에 있어서의 DTPA농도와 연마 후의 실리콘 웨이퍼의 표면의 Cu농도의 상관을 나타낸 도면이다.

도 7은 실시예, 비교예에 있어서의 연마레이트의 측정결과이다.

도 8은 비교예에서 사용한 슬러리 리사이클 시스템을 나타낸 개략도이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0036] 이하, 본 발명에 대하여 실시의 형태를 설명하나, 본 발명은 이것으로 한정되는 것은 아니다.

[0037] 우선, 본 발명의 연마방법으로 사용할 수 있는 슬러리의 리사이클 시스템에 대하여, 도 1을 참조하여 설명한다.

[0038] 슬러리 리사이클 시스템(20)에서는, 실리콘 웨이퍼의 연마를 행하는 연마기(1)와, 연마기(1)에 공급하는 슬러리를 수용하는 슬러리 공급탱크(2)가 설치되어 있다. 또한, 펌프(3)에 의해, 슬러리 공급탱크(2) 중의 슬러리가 슬러리 공급라인(5)을 개재하여 연마기(1)에 공급된다. 이때, 슬러리를 필터(4)로 여과한 후에 연마기(1)에 공급할 수 있다.

[0039] 또한, 연마기(1)에 있어서의 연마가공에서 사용된 슬러리는 회수율이 최대가 되도록, 슬러리 세퍼레이터(6)에서

배수라인(8)과 슬러리 회수라인(7)으로 분리된다. 슬러리 회수라인(7)은, 슬러리 공급탱크(2)에 연결되어 있어, 연마에 사용완료된 슬러리(사용완료 슬러리)가 슬러리 공급탱크(2)에 회수된다.

- [0040] 슬러리 공급탱크(2)에는, 미사용의 연마지립을 공급하는 지립공급탱크(9)로부터 펌프(10)에 의해 미사용의 연마지립이 공급가능하게 된다. 이때, 미사용의 지립은 지립공급라인(11)을 개재(介)하여 공급된다. 본 발명에 있어서는, 미사용의 연마지립의 공급은, 초기 슬러리(아직 연마에 사용되지 않은 슬러리) 제작시에만 행해진다. 따라서, 연마기(1)에 공급된 후에 회수된 사용완료 슬러리에 대하여 미사용의 연마지립이 추가되는 일은 없다.
- [0041] 슬러리 공급탱크(2)에는, 혼합 알칼리용액 공급라인(14)을 개재(介)하여, 킬레이트제와, pH조정제 및 연마레이트 촉진제 중의 일방 또는 양방을 포함하는 혼합 알칼리용액을 수용하는 혼합 알칼리용액 공급탱크(12)가 접속되어 있다. 그리고, 펌프(13)에 의해, 혼합 알칼리용액 공급탱크(12)로부터 슬러리 공급탱크(2)에, 혼합 알칼리용액이 추가된다.
- [0042] 혼합 알칼리용액 공급탱크(12)에는, 킬레이트제를 공급하는 킬레이트제 공급탱크(15)로부터 펌프(16)에 의해 킬레이트제가 공급된다. 또한, 혼합 알칼리용액 공급탱크(12)에는, pH조정제를 공급하는 pH조정제 공급탱크(17)로부터 펌프(18)에 의해 pH조정제가 공급된다.
- [0043] 또한, 도 1에서는, pH조정제 공급탱크(17)로부터, 혼합 알칼리용액 공급탱크(12) 중의 혼합 알칼리용액에, pH조정제를 혼합하는 경우를 나타내고 있으나, 연마레이트 촉진제를 혼합 알칼리용액에 혼합하는 경우에는, pH조정제 공급탱크(17) 대신에 연마레이트 촉진제를 공급하는 연마레이트 촉진제 공급탱크를 설치하여 연마레이트 촉진제를 공급하면 된다. 또한, 혼합 알칼리용액에 pH조정제 및 연마레이트 촉진제의 양방을 혼합하는 경우에는, pH조정제 공급탱크와 연마레이트 촉진제 공급탱크를 양방 설치할 수도 있고, pH조정제 공급탱크에 연마레이트 촉진제도 수용하여 사용할 수도 있다.
- [0044] 또한, 슬러리 공급탱크(2) 중의 사용완료 슬러리의 조성을 일정하게 유지하기 위하여, 사용완료 슬러리보다 고농도의 킬레이트제와, 사용완료 슬러리보다 고농도의 pH조정제 및 연마레이트 촉진제의 일방 또는 양방이, 슬러리 공급탱크(2)에 공급된다.
- [0045] 또한, 지립공급탱크(9), 혼합 알칼리용액 공급탱크(12), 킬레이트제 공급탱크(15), pH조정제 공급탱크(17)(연마레이트 촉진제 공급탱크일 수도 있음)에는 도시되지 않은 순수 공급라인이 연결되어 있어, 시판의 실리카지립, 킬레이트제, pH조정제(연마레이트 촉진제일 수도 있음)의 농도를 최적의 농도로 희석하는 것이 가능하다.
- [0046] 이러한, 슬러리 리사이클 시스템(20)에 배설되는 연마기(1)는, 양면연마기 및 편면연마기 중 어느 것이어도 된다. 또한, 연마 슬러리를 사용하여 연마를 행하는 연마기이면 되고, 특별히 한정되는 것은 아니다. 여기서, 양면연마기 및 편면연마기의 주된 구성에 대하여, 각각 도 2, 도 3을 참조하여 설명한다.
- [0047] 우선, 연마기(1)로서 사용할 수 있는 양면연마기로서, 도 2에 나타난 바와 같은 유성운동방식의 양면연마기에 대하여 설명한다. 양면연마기는, 도 2에 나타난 바와 같이, 상하로 서로 대향(相向)하여 마련된 상정반(21)과 하정반(22)을 구비하고 있고, 각 정반(21, 22)에는, 각각 연마포(23)가 첩부되어 있다. 상정반(21)과 하정반(22)간의 중심부에는 선기어(24)가, 주연부에는 인터널기어(25)가 마련되어 있다. 실리콘 웨이퍼(W)는 캐리어(26)의 유지구멍에 유지되고, 상정반(21)과 하정반(22)의 사이에 끼워진다.
- [0048] 또한, 선기어(24) 및 인터널기어(25)의 각 톱니부에는 캐리어(26)의 외주톱니가 교합되어 있고, 상정반(21) 및 하정반(22)이 도시하지 않은 구동원에 의해 회전되는 것에 수반하여, 캐리어(26)는 자전하면서 선기어(24)의 주위를 공전한다. 이때, 캐리어(26)의 유지구멍으로 유지된 실리콘 웨이퍼(W)는, 상하의 연마포(23)에 의해 양면을 동시에 연마된다. 그리고, 실리콘 웨이퍼(W)의 연마시에는, 도시하지 않은 노즐로부터 실리콘 웨이퍼(W)에 슬러리가 공급된다.
- [0049] 이어서, 연마기(1)로서 사용할 수 있는 편면연마기로서, 도 3에 나타난 바와 같은 편면연마기에 대하여 설명한다. 도 3에 나타난 바와 같이, 편면연마기는, 주로, 연마포(31)가 첩부된 정반(32)과, 슬러리 공급기구(33)과, 연마헤드(34) 등으로 구성되어 있다. 이 편면연마기에서는, 연마헤드(34)로 실리콘 웨이퍼(W)를 유지하고, 슬러리 공급기구(33)로부터 연마포(31) 상에 슬러리를 공급하고, 슬러리를 실리콘 웨이퍼(W)에 공급함과 함께, 정반(32)과 연마헤드(34)를 각각 회전시켜 반도체 웨이퍼(W)의 표면을 연마포(31)에 슬라이딩 접촉시킴으로써 편면연마를 행할 수 있다.
- [0050] 계속해서, 본 발명의 실리콘 웨이퍼의 연마방법에 대하여, 상기의 슬러리 재생시스템(20)을 사용하는 경우를 예로 설명한다.

- [0051] 최초로, 초기 슬러리를 슬러리 공급탱크(2)에 수용한다. 여기서는, 실리카지립이나 세리아지립 등의 연마지립, 킬레이트제, pH조정제, 연마레이트 촉진제, 순수 등을 각각의 탱크로부터 도입하여 혼합함으로써 초기 슬러리를 제작하면 된다.
- [0052] 계속해서, 제작한 초기 슬러리를, 슬러리 공급라인(5)을 개재하여 연마기(1)에 있어서 실리콘 웨이퍼에 공급하고, 실리콘 웨이퍼의 연마를 실시한다. 여기서는, 상기 서술한 바와 같이, 양면연마공정 및 편면연마공정 중 어느 하나의 연마공정을 실시할 수도 있다.
- [0053] 이어서, 연마에 사용한 사용완료 슬러리를 회수한다. 이때, 슬러리는 상기 서술한 슬러리 세퍼레이터(6)에서 배수라인(8)과 슬러리 회수라인(7)으로 분리된다. 그리고, 슬러리 회수라인(7)을 개재하여, 사용완료 슬러리가 슬러리 공급탱크(2)에 회수된다. 이와 같이, 본 발명에서는, 슬러리를 실리콘 웨이퍼의 연마에 사용한 후에 회수하고, 회수한 사용완료 슬러리를 실리콘 웨이퍼에 순환공급하여 연마를 행한다.
- [0054] 여기서, 본 발명은, 회수한 사용완료 슬러리에, 미사용의 연마지립을 추가하지 않고, 킬레이트제와, pH조정제 및 연마레이트 촉진제 중의 일방 또는 양방을 포함하는 혼합 알칼리용액을 추가한다. 상기 서술한 바와 같이, 종래, 회수한 사용완료 슬러리의 조성을 조정하기 위하여, 연마지립을 포함하는 미사용의 슬러리를 사용완료 슬러리에 추가했었다. 그러나, 미사용의 연마지립에는, 사용완료된 연마지립에 비해 많은 금속 불순물이 포함되어 있으므로, 사용완료 슬러리 중의 금속 불순물이 증가한다는 문제가 있었다.
- [0055] 이에, 미사용의 연마지립을 추가하지 않고, 킬레이트제, pH조정제 및 연마레이트 촉진제 중의 일방 또는 양방을 포함하는 알칼리용액만을 추가함으로써, 금속 불순물오염을 억제하고 또한, 사용완료 슬러리의 조성의 조정을 하는 것이 가능해졌다. 게다가, 연마지립의 추가투입을 행하지 않는 점, 및 금속 불순물 오염이 적은 점에서, 연마지립 및 킬레이트제의 사용량을 삭감할 수 있으므로 저렴하게 실리콘 웨이퍼를 연마하는 것이 가능하다.
- [0056] 또한, pH조정제 및 연마레이트 촉진제의 추가에 의해, 연마레이트가 안정화되므로, 가공시간을 원하는 값으로 설정할 수 있다.
- [0057] 또한, 본 발명에서는, pH조정제로서, KOH, NaOH, TMAH, K_2CO_3 , Na_2CO_3 , $KHCO_3$, $NaHCO_3$ 중 1종류 이상을 이용할 수 있다. 나아가, 연마레이트 촉진제로서, 아민류를 이용할 수 있다. 이 아민류로는, 구체적으로는, TMAH, 피페라진, N-(2-아미노에틸)에탄올 등을 들 수 있다. 또한, 킬레이트제로서, 분자내에 카르복산 또는 인산을 갖는 합질소 화합물을 이용할 수 있다. 분자내에 카르복산을 갖는 합질소 화합물로는, 예를 들어, DTPA(디에틸렌트리아미펜타아세트산: Diethylene Triamine Pentaacetic Acid) 등을 이용할 수 있다. 또한, 분자내에 인산을 갖는 합질소 화합물로는, NTA(니트릴로삼아세트산: Nitrilo Triacetic Acid) 등을 이용할 수 있다.
- [0058] 또한, 본 발명의 연마방법은, 사용완료 슬러리를 순환공급할 때에, 회수한 사용완료 슬러리 중의 킬레이트제의 농도를 흡광도 측정법에 의해 측정하는 공정(측정 공정)과, 이 측정의 결과로부터, 사용완료 슬러리 중의 상기 킬레이트제를 정량하는 공정(정량 공정)과, 이 정량의 결과로부터, 혼합 알칼리용액 중에 대한 킬레이트제의 혼합조건을, 상기 사용완료 슬러리 중의 상기 킬레이트제의 농도가 일정하도록 설정하는 공정(설정 공정)을 갖는 것이 바람직하다.
- [0059] 상기의 측정 공정에 있어서는, 흡광도 측정법(흡광광도법에 의한 측정법)에 의해 회수한 사용완료 슬러리 중의 킬레이트제의 농도를 측정한다. 구체적으로는, 우선, 슬러리 공급탱크(2) 중으로부터 회수한 사용완료 슬러리의 일부를 채집한다. 계속해서, 채집한 일부의 사용완료 슬러리에, 이미 알려진 농도의 금속용액을 첨가하고, 정색(呈色)시킨다. 여기서 사용하는 이미 알려진 농도의 금속용액으로는, 예를 들어, 구리가 용해된 용액 등을 사용할 수 있다. 그리고, 흡광광도계를 사용하여, 정색한 사용완료 슬러리의 흡광도를 측정함으로써, 흡광도로부터 킬레이트제의 농도를 측정할 수 있다.
- [0060] 이어서, 정량 공정을 실시한다. 이 정량 공정에서는 상기 측정 공정에서 측정한, 일부의 사용완료 슬러리에 있어서의 킬레이트제의 농도로부터, 사용완료 슬러리 전체의 킬레이트제를 정량한다.
- [0061] 이어서, 설정 공정을 실시한다. 설정 공정에서는 정량 공정에서의 킬레이트제의 정량 결과로부터, 혼합 알칼리용액 중에 대한 킬레이트제의 혼합조건을 사용완료 슬러리 중의 킬레이트제의 농도가 일정하도록 설정한다. 여기서, 혼합 조건으로는, 예를 들어, 혼합 알칼리용액에 킬레이트제를 첨가할 때의, 킬레이트제의 농도, 첨가량 등을 설정할 수 있다.
- [0062] 또한, 본 발명에서는, 실리콘 웨이퍼의 연마가공 중의 연마레이트를 정기적으로 모니터하고, 연마레이트가 일정하도록, pH조정제 및 상기 연마레이트 촉진제 중의 일방 또는 양방의 혼합알칼리용액에 대한 혼합조건을 설정하

는 것이 바람직하다.

- [0063] 이 경우, 실리콘 웨이퍼의 연마가공 중의 연마레이트는, 연마가 종료된 실리콘 웨이퍼에 있어서의 연마마진을 측정하고, 연마마진을 연마시간으로 나누면 용이하게 산출할 수 있다. 이와 같이, 정기적으로 모니터링한 연마레이트에 기초하여, 연마레이트가 일정하도록, pH조정제 및 연마레이트 촉진제의 혼합 알칼리용액에 대한 혼합조건을 설정하면, 원하는 연마시간으로 연마를 실시할 수 있다.
- [0064] 또한, 본 발명에서는, 연마대상으로서 직경 300mm 이상의 실리콘 웨이퍼를 연마할 수 있고, 실리콘 웨이퍼의 연마에 있어서, 연마마진을 0.1 μ m 이상으로 할 수도 있다. 이와 같이, 실리콘 웨이퍼가 대직경인 점이나, 연마마진이 큰 점 등으로부터, 연마에 의해 발생하는 실리콘의 입자, 및 반응생성물인 규산염 등의 슬러리에 대한 유입량이 증가하는 경우에도, 본 발명이라면, 사용완료 슬러리의 조성을 일정하게 유지하는 것이 가능해진다.
- [0065] [실시예]
- [0066] 이하, 본 발명의 실시예 및 비교예를 나타내어 본 발명을 보다 구체적으로 설명하나, 본 발명은 실시예로 한정되는 것은 아니다.
- [0067] (실시예)
- [0068] 본 발명의 실리콘 웨이퍼의 연마방법에 따라서, 도 1에 나타낸 바와 같은 슬러리 리사이클 시스템(20)에서, 실리콘 웨이퍼를 양면연마하였다. 또한, 이때, 연마기(1)로는, 후지코시기계사(不二越機械社)제 20B양면연마장치를 사용하였다. 또한, 연마포는 발포우레탄타입을 사용하고, 연마시에 실리콘 웨이퍼에 가해지는 면압을 200g/cm²로 설정하였다. 연마량은 양면에서 20 μ m로 하였다. 이러한 연마조건으로, 직경 300mm 실리콘 웨이퍼를 1배치에서 5매, 연속으로 200배치 연마를 행하였다.
- [0069] 초기 슬러리는, 이하와 같이 제작한 것을 사용하였다. 우선, 시판의 1차 평균입경 0.035 μ m의 고순도 콜로이드알 실리카(실리카농도가 20질량%)를 연마지립 공급탱크(9)에 준비하고, 슬러리 공급탱크(2)에서 실리카농도가 2%가 되도록 순수로 희석하였다. 또한, 슬러리 공급탱크(2)에서 초기 슬러리 중의 킬레이트제(DTPA)농도가 87ppm, 연마레이트 촉진제(TMAH)의 농도가 740ppm, 초기 슬러리의 pH10.85가 되도록 혼합 알칼리용액(DTPA, KOH, 및 TMAH의 혼합용액)을 슬러리 공급탱크(2)에 첨가하였다. 또한, pH조정제로서 KOH, 연마레이트 촉진제로서 TMAH를 사용하고, KOH수용액, TMAH수용액을 pH조정제(연마레이트 촉진제) 공급탱크(17)에 준비하였다. 이들 pH조정제, 연마레이트 촉진제를 혼합알칼리용액에 혼합하여 혼합알칼리용액을, 슬러리 공급탱크(2)에 추가하고, 초기 슬러리가 pH10.85가 되도록 조정하였다. 이와 같이, 슬러리에 관해서는, 연마지립으로서 실리카지립을, 킬레이트제로서 DTPA를, pH조정제로서 KOH를, 연마레이트 촉진제로서 TMAH를 사용하였다.
- [0070] 또한, 사용완료 슬러리의 일부를 배치마다 채집하고, Cu농도가 이미 알려진 금속용액으로 정색시키고, 히다찌(日立)제 흡광광도계 U-2001을 사용하여, 흡광도측정으로부터 DTPA농도를 측정하였다.
- [0071] 여기서, 도 4에 289nm의 파장으로의 흡광도(ABS)와 Cu-DTPA착체의 농도의 관계를 나타낸다. 도 4와 같이, ABS와 Cu-DTPA착체의 농도에 좋은 직선관계가 얻어지고 있어, 이 검량선(量線)으로부터 DTPA농도를 정확하게 측정할 수 있었다.
- [0072] 이와 같이, 정확히 측정한 DTPA농도로부터, 연마 중의 사용완료 슬러리 중의 DTPA농도를 일정하게 하기 위한 혼합 알칼리용액 중에 대한 DTPA의 혼합조건을 설정하였다.
- [0073] 연마가공 중의 리사이클 슬러리의 pH를 모니터링하면서, pH10.85가 되도록 조정함과 동시에, 실리콘 연마레이트를 정기적으로 모니터링하여, 연마레이트를 가능한 한 빠르고, 일정해지도록 혼합 알칼리용액 중의 추가조건을 결정하였다.
- [0074] 또한, 사용완료 슬러리에는 혼합알칼리용액(DTPA 0.27%/KOH 4.7%/TMAH 1.5%)만을 연마 중에 인터벌 60초로 6cc 추가하였다.
- [0075] 이상과 같이, 실리콘 웨이퍼의 양면연마를 실시하였다.
- [0076] 그 결과, 사용완료 슬러리의 pH는, pH 10.85로 항상 안정되었다.
- [0077] 배치마다의 슬러리 중의 DTPA농도의 측정결과를, 도 5에 나타낸다. 도 5에 나타낸 바와 같이, 200배치 연속연마에서, DTPA농도는 86ppm~104ppm이 되어 안정되었다.
- [0078] 또한, 웨이퍼 표면의 불순물 측정을 위하여, 양면연마가 종료된 실리콘 웨이퍼의 표면을 불질산으로 주사한 후,

주사 후 불질산을 시판의 ICP-MS로 측정을 행하였다. 그 결과, DTPA농도 95.7ppm이고 Cu농도는 0.009×10^{10} atoms/cm²였다. 또한, 도 6에, DTPA농도와 Cu농도의 대응을 나타낸다. 도 6으로부터 알 수 있는 바와 같이, DTPA농도 95.7ppm이고 Cu농도는 0.009×10^{10} atoms/cm²이며, DTPA농도가 높으면 Cu농도는 낮아진다. 이와 같이 실시예에 있어서의 DTPA농도의 범위에 있어서는, Cu농도를 낮게 억제하는 것이 가능하여, 금속 불순물 오염을 억제할 수 있는 것을 알 수 있었다.

[0079] 또한, 연마레이트의 측정에는, 연마 전후의 웨이퍼두께를 Nanometro300TT(쿠로다세이코사제)로 측정하였다. 그 결과, 도 7에 나타낸 바와 같이, 200배치 연속연마에서 0.80 μm/min~0.85 μm/min였다. 이와 같이, 연마레이트는, 모든 배치에서 안정되어 있었다.

[0080] (비교예)

[0081] 비교예에서는, 종래와 마찬가지로, 사용완료 슬러리에 미사용의 연마지립을 추가하면서, 양면연마를 실시하였다. 비교예에서 사용한 슬러리 리사이클 시스템을 도 8에 나타낸다. 도 8에 나타낸 바와 같이, 슬러리 리사이클 시스템(120)은, 연마기(101)와 슬러리 공급탱크(102)가 설치되고, 리사이클 슬러리 공급펌프(103)에 의해, 연마기(101)에 리사이클 슬러리가 필터(104)로 여과된 후에 공급된다. 연마가공으로 사용된 슬러리는 회수율을 최대로 하도록 슬러리 세퍼레이터(106)에서 배수라인(108)과 슬러리 회수라인(107)으로 분리된다. 슬러리 회수라인(107)은, 슬러리 공급탱크(102)에 연결되어 있다.

[0082] 슬러리 공급탱크(102)에는, 킬레이트제(DTPA)와 연마레이트 촉진제(TMAH)가 첨가된 미사용 실리카 슬러리를 공급하는 탱크(109)로부터 미사용 실리카 슬러리 공급펌프(110)에 의해 미사용의 실리카 슬러리가 공급된다. 또한, 슬러리 공급탱크(102)에는, pH조정제(KOH)를 공급하는 탱크(113)로부터 pH조정제 공급펌프(114)에 의해 pH조정제(KOH)가 공급된다.

[0083] 또한, 슬러리 공급탱크(102) 중의 슬러리의 조성을 일정하게 유지하기 위하여, 사용완료 슬러리보다 고농도의 실리카 슬러리(사용완료 슬러리보다 고농도의 킬레이트제 및 연마레이트 촉진제를 포함함), pH조정제가 슬러리 공급탱크(102)에 공급된다. 미사용 실리카 슬러리 공급탱크(109), pH조정제 공급탱크(113)에는 도시되지 않은 순수 공급라인이 연결되어 있어, 실리카 슬러리, pH조정제의 농도를 최적의 농도로 희석하여 공급 가능하게 되어 있다.

[0084] 슬러리 공급탱크(102)에는, 슬러리용 레벨계(도시하지 않음)가 구비되어 있고, 슬러리 회수율은 100%는 아니므로, 리사이클 슬러리의 양이 규정 이하가 된 경우에, 슬러리용 레벨계와 연동하는 미사용 실리카 슬러리 공급펌프(110)가 작동하여, 슬러리 공급탱크(102)에 고농도의 미사용 실리카 슬러리가 공급된다. 리사이클 슬러리의 양이 규정 이상이 된 경우에 미사용 실리카 슬러리 공급펌프(110)가 정지된다.

[0085] 또한, 슬러리 공급탱크(102)에는, 실리카농도 측정용 센서로서 비중계(112)가 부착되어 있다. 규정의 농도를 상회한 경우에는, 슬러리 공급탱크(102)에는, 실리카농도 측정용 센서와 연동하는 순수공급라인(도시하지 않음)이 연결되어 있어, 희석용 순수가 공급되고, 규정의 농도를 하회한 경우에, 순수공급이 정지된다.

[0086] 또한, 슬러리 공급탱크(102)에는, pH센서(116)가 부착되어 있다. 규정의 pH를 하회한 경우에는, 연동하는 pH조정제 공급펌프(114)가 작동하여, 슬러리 공급탱크(102)에 pH조정제가 탱크(113)로부터 공급된다. 규정의 pH를 상회한 경우에는, pH조정제 공급펌프(114)가 정지된다.

[0087] 양면연마는 실시예와 동일한 양면연마기를 사용하고, 연마조건을 실시예와 동일하게 하였다. 초기연마 슬러리 조성은 이하와 같이 조정하였다.

[0088] 또한, 킬레이트제 DTPA와 연마레이트 촉진제 TMAH가 첨가되어 있는 시판의 1차평균입경 0.035 μm 고순도 콜로이드실리카 20%(W/W)를 미사용 실리카 슬러리 공급탱크(109)에 준비하고, 슬러리 공급탱크(102)에서 2%가 되도록 순수로 희석하였다. 이 때의 초기 킬레이트제 DTPA농도는 87ppm이고 초기 레이트 촉진제 TMAH농도는 740ppm이었다.

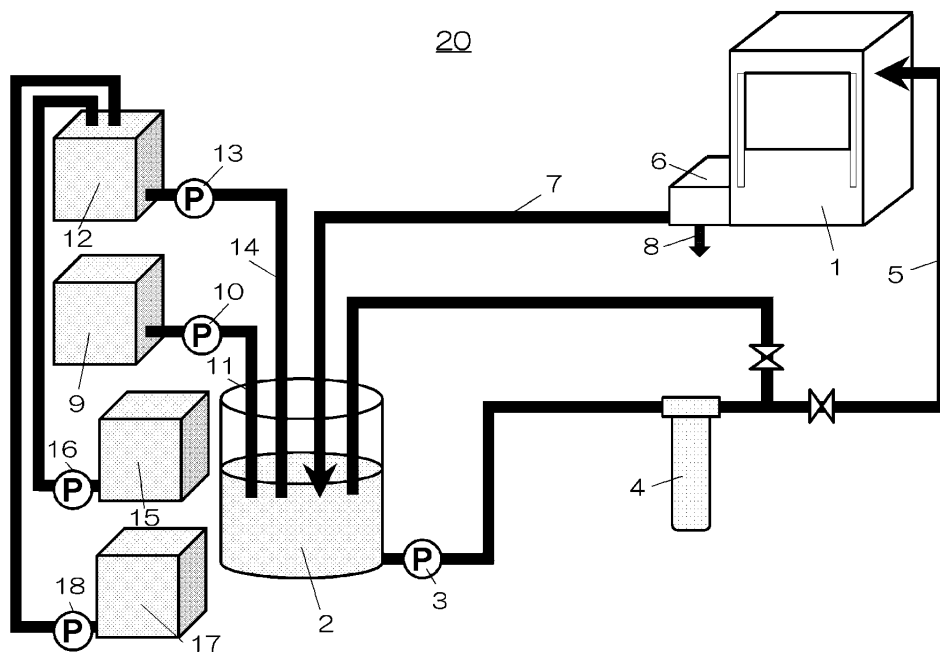
[0089] pH조정제 KOH 5%를 공급탱크(113)에 준비하고, 슬러리 공급탱크(102)의 pH센서(116)에 의한 측정으로 pH10.85가 되도록 조정하였다. 이와 같이, 초기 슬러리 제작시의 조성은 실시예와 동일한 것으로 하였다.

[0090] 비교예에서는, 비중계(112)에 의한 측정으로 실리카농도가 2%가 되도록, 미사용 실리카 슬러리 공급탱크(109)로부터 미사용 실리카 슬러리를 슬러리 공급탱크(102)에 공급하였다. 동시에 pH센서(116)에 의한 측정으로 pH10.85가 되도록, KOH 5%를 공급탱크(113)로부터 슬러리 공급탱크(102)로 공급하였다.

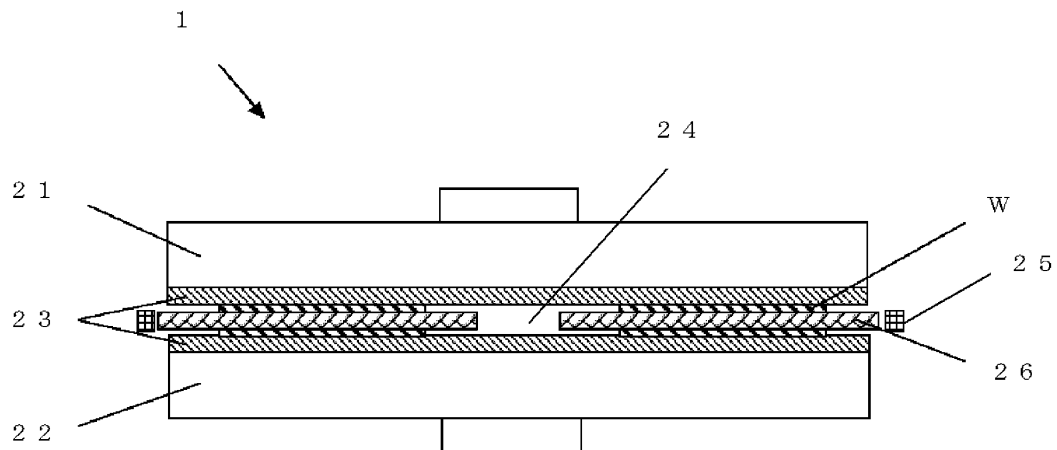
- [0091] 이상과 같이 양면연마를 실시한 결과, 도 5에 나타낸 바와 같이, 슬러리 중의 DTPA농도는 200배치의 연마로 27ppm~88ppm이 되고, 연마가 진행됨에 따라 DTPA농도는 저하되었다.
- [0092] 또한, 실시예와 마찬가지로, 웨이퍼 표면의 불순물농도 측정을 행하였다. 그 결과를 도 6에 나타내었다. 비교예에서는, DTPA농도가 30ppm 이하가 되고, Cu농도는 $0.023 \times 10^{10} \text{ atoms/cm}^2$ 이상으로, 실시예와 비교했을 때 악화되었다.
- [0093] 또한, 도 7에 나타낸 바와 같이, 연마레이트는 $0.76 \mu\text{m/min} \sim 0.83 \mu\text{m/min}$ 였다. 실시예와 비교했을 때 연마레이트의 격차가 크고, 또한 연마레이트의 값 자체도 작다.
- [0094] 또한, 본 발명은, 상기 실시형태로 한정되는 것은 아니다. 상기 실시형태는 예시이며, 본 발명의 특허청구의 범위에 기재된 기술적 사상과 실질적으로 동일한 구성을 갖고, 동일한 작용효과를 나타낸 것은, 어떠한 것이어도 본 발명의 기술적 범위에 포함된다.

도면

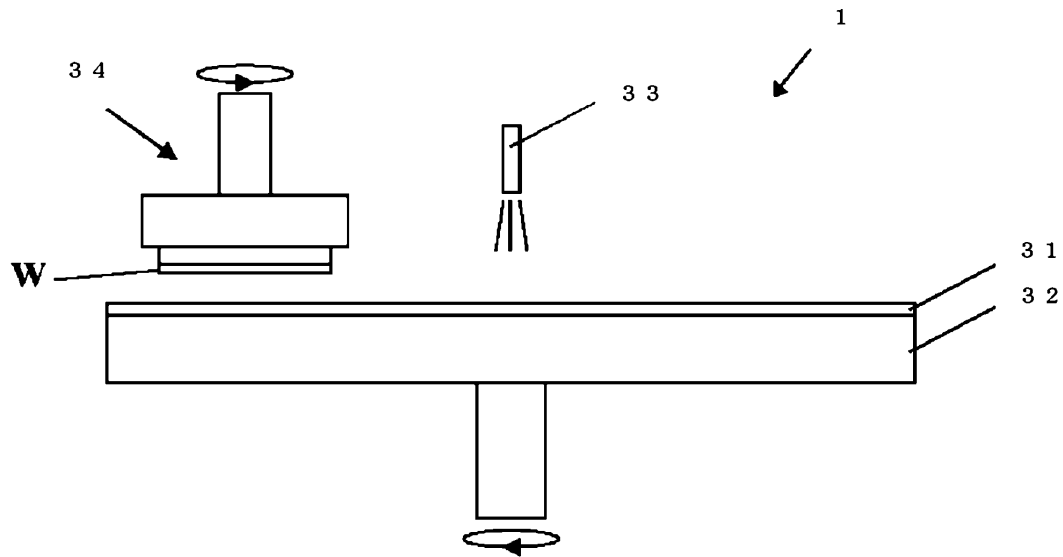
도면1



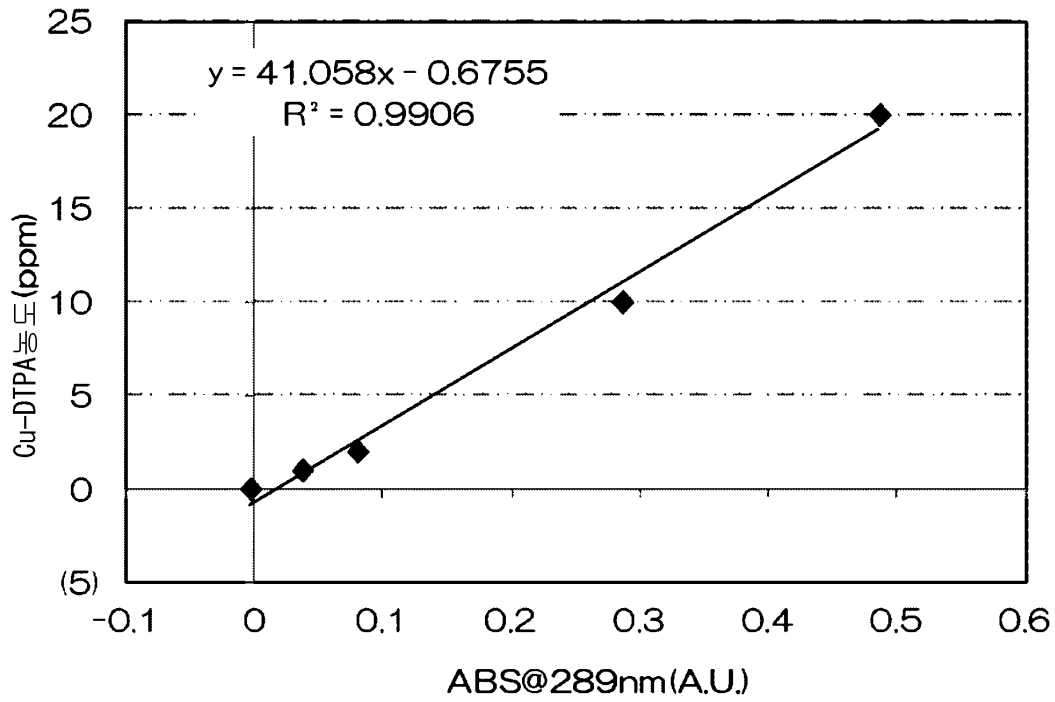
도면2



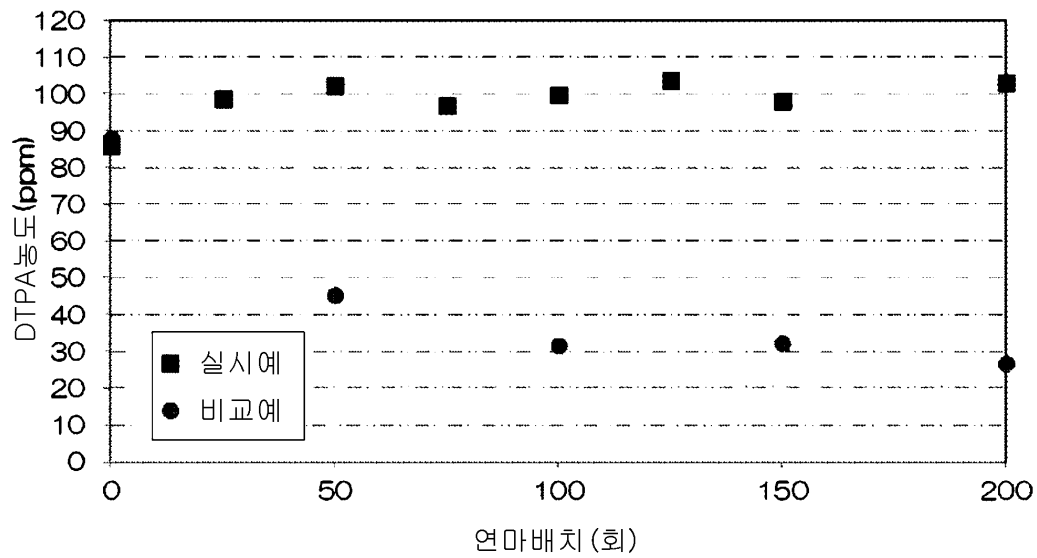
도면3



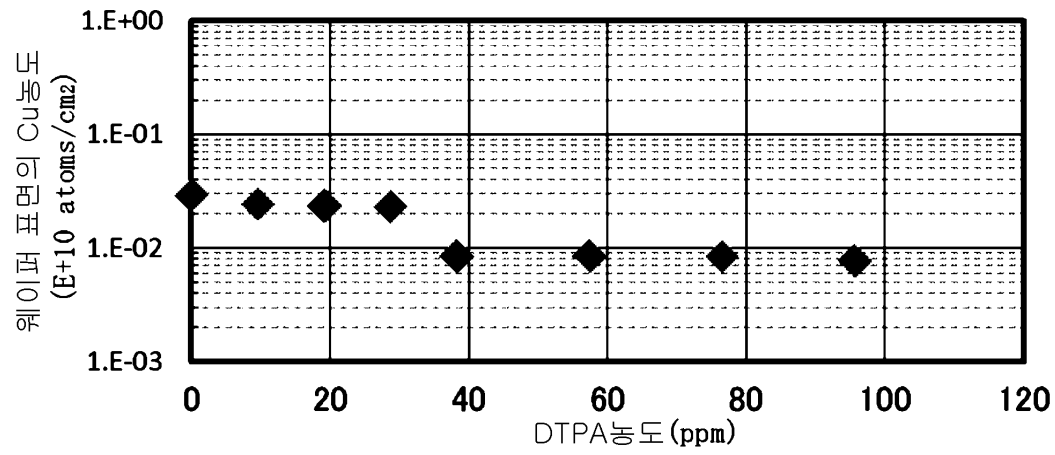
도면4



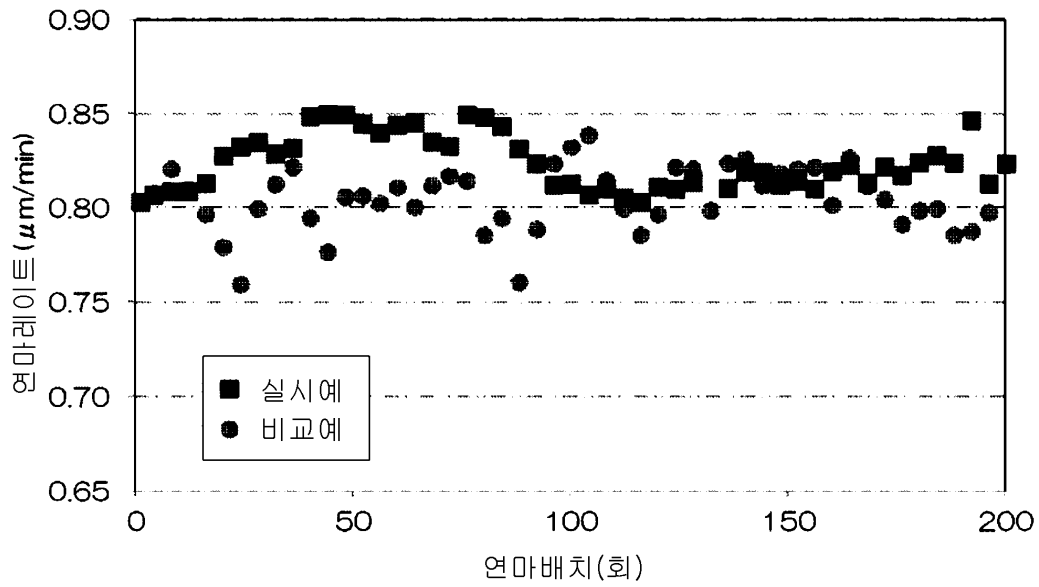
도면5



도면6



도면7



도면8

