

## ■私の経験したコロイダルシリカ発展の経緯とデバイスCMPスラリー

技術コンサルタント(工学博士) 吉田明利

コロイダルシリカは透過型電子顕微鏡の発展に伴い大きく進歩した、1961年頃日立製作所の透過型電子顕微鏡の商品1号機を日産化学工業の王子研究所で私は幸運にも使う機会に恵まれ、新しいコロイダルシリカの製造研究を行い、シリカ粒子の大きさ、形状、粒子分布が解るようになって、急速な品質向上につながった。またイオン交換樹脂の登場で、従来の中和法(解膠法)に比べ製造工程の簡素化ができ、品質安定と大量生産低コスト化が達成出来た。

ベアシリコン基板研磨用の当初の国産コロイダルシリカを検討し、1965年頃当時信越化学工業(株)磯部工場へ採用してもらい供給始めた。この頃、シリコン基板向けコロイダルシリカはSiO<sub>2</sub> 20wt%品が約2000円/kgであった。半導体基板様さまの時代がしばらくあった。

1979年コロイダルシリカ世界一のメーカー米国Dupont社の研究のトップであったDr.Ralph, K. Iler氏が住むウイリントンのご自宅を訪問し、面談技術デスクッションは、その後の日本国内コロイダルシリカ技術の大きな躍進となり、日産化学が各用途分野の銘柄を増やし国内シェア70%を超え売上世界のトップクラスに到達できた。

このIlerさんのコロイダルシリカ研究の功績を讃えて、1990年のアメリカ化学会200回記念講演のkeynoteスピーチとして招かれコロイダルシリカの製造技術について講演した。当時アメリカのCMPスラリーのシリカ砥粒は、水ガラスを原料としイオン交換樹脂でNaイオンを除去して作ったコロイダルシリカにするか、四塩化ケイ素を高温加水分解した煙霧状シリカ超微粒子(Fumed Silica)の水分散液にするかを定める時期の講演であった、私の不純物に関する話がILDスラリーの砥粒として後者の煙霧状超微粒子シリカに決まる事になったようだ、私たちが工業化したコロイダルシリカは単分散でスクラッチが出にくい特徴を持つが、おおよそNa500ppm、重金属100ppm含まれており、ベアシリコン研磨剤として永い実績を持っているのに、デバイスCMP平坦化用砥粒では純度の高いFumed Silicaに敗れることになった。

その後、数々のコロイダルシリカメーカー、スラリーメーカーやCMP装置メーカーで研磨剤に使えるハイレートなシリカ粒子やエッジポシッシュスラリー、オートストップのセリアスラリーを作る研究に参加させて頂き、それなりのお役に立ったと思うが、まだまだやりたい研究が多い、例えば、MEMSに使える各用途別の超高速研磨剤、STI膜平坦化に使うセリア粒子の如き表面物性を持つハイレートなシリカ粒子などを作り出すことへ、現役引退は考えられない。

@@@



Dr.Ralph、K. Iler氏の米国ウイルミントンの自宅で  
Iler氏(右)と私(左)