

수열처리에 의한 세리아가 코팅된 실리카 연마제의 제조 및 Oxide Film의 연마특성

유대선 · 김대성 · 이승호[†]
요업기술원 복합재료센터

Preparation of Ceria Coated Silica Abrasive by Hydrothermal Treatment and Polishing Rate on Oxide Film

Dae Sun Ryu, Dae Sung Kim and Seung-Ho Lee[†]

Composite Materials Center, Korea Institute of Ceramic Eng. & Tech., Seoul 153-801, Korea

(2005년 11월 8일 받음, 2005년 11월 26일 최종수정본 받음)

Abstract Sub-micron colloidal silica particles coated with nano-sized ceria were prepared by mixing of its silica and cerium salts hydrolysis, and modified by hydrothermal reaction. By using the slurries with and without hydrothermal modification, containing above particles, oxide film coated on silicon wafer was polished. The modified slurries had higher polish rate due to increase of ceria fraction to silica through hydrothermal reaction. They revealed higher stability in wide range of pH 2~10 than ceria coated silica slurries without its modification.

Key words ceria coated silica, hydrothermal treatment, CMP, abrasive, nano-sized ceria.

1. 서 론

반도체 소자의 고집적화 및 정밀유리를 위한 CMP(chemical mechanical planarization)용 연마슬러리로 SiO₂, Al₂O₃, CeO₂ 등의 다양한 소재가 발전되어 왔다.^{1,2)} 이 슬러리는 연마적용시 낮은 표면 결함, 뛰어난 global 및 local 평탄도와 함께 높은 연마율이 필요하며, 이를 위해서는 분산성이 뛰어나며 균일한 입자크기를 지닌 연마슬러리 제조기술이 요구되어 진다.

Oxide 연마에서 CeO₂슬러리는 연마율이 SiO₂, Al₂O₃, SnO₂, TiO₂ 등에 비해 높을 뿐만 아니라,³⁾ 연마시 가장 문제점이 되는 스크래치 발생빈도가 비교적 낮고 SiO₂ 막에 대한 Si₃N₄막의 연마율 즉 선택비가 낮기 때문에 반도체의 STI공정에 반드시 사용되어야 한다. 또한 IED 집적도의 감소 및 고평탄화가 요구된다. 국내에서 ILD 막에 사용되고 있는 Fumed silica계를 대체하는 슬러리로 발전하는 등 그 중요성이 점점 증가하고 있다. 지금까지 나노 또는 마이크론 크기로 잘 분산된 CeO₂는 다양한 제조방법하에서 시도되어 왔다.⁴⁻¹⁰⁾ CMP용 연마슬러리에 적용을 위해 세립염으로부터 제조된 서브마이크론 크기의 균일하며 단분산된 CeO₂ 입자를 제조하기는

용이하지 않지만, 50 nm 이하의 경우는 상대적으로 쉽게 제조가 가능하다. 그러나, 50 nm 이하의 CeO₂연마제의 경우는 연마율이 급격하게 감소하는 문제점을 지니고 있다. CeO₂를 연마입자로 한 슬러리는 CMP 연마속도가 실리카계에 비해 3~4배 빠르고, 중성에서 높은 연마율을 보이는 것이 특징이나 가격이 비싸고, 기존 상업용 CeO₂ 입자가 가지는 다각형, 불균일한 입자 크기, 큰 입자 및 응집 입자로 인하여 CMP 공정시 웨이퍼 표면에 스크래치가 발생하고 웨이퍼 내의 평탄화도를 감소시키는 문제가 있었다. 지금까지 이러한 문제점들을 해결하기 위한 방법으로 연마슬러리의 조성, pH, 연마제의 크기, 경도, 연마제의 분산 안정성, 점도, 연마슬러리의 온도, 연마패드 및 연마장비의 조건 등이 연구되어져 왔다.^{11,12)} 최근 연구 가운데, 연마제의 조성 및 연마제의 표면개질을 통한 연구가 활발하게 진행되고 있다. Matijević 그룹은 나노크기의 세리아가 코팅된 실리카 입자를 제조하여 oxide film에 연마시 연마특성이 향상됨을 보고한 바 있으며,⁵⁾ core 입자로서 hematite의 입자모양에 따라 나노 크기의 CeO₂를 코팅하여 연마특성을 비교하였다.¹³⁾ 이러한 슬러리는 CMP 공정중에 연마율(removal rate)과 비균일도(WIWN; within-wafer non uniformity) 등에 중요한 역할을 한다.

본 연구에서는 연마특성이 뛰어난 연마슬러리를 개발

[†]E-Mail : shlee@kicet.re.kr

하기 위하여 연마제의 표면처리 및 수열처리를 통하여 개선할 수 있는 방법을 연구하였다. 나노크기로 제조한 콜로이드 CeO_2 입자를 사용하여 서브마이크론 크기의 구형 SiO_2 표면에 코팅하여 나노크기의 세리아가 코팅된 실리카(CeO_2/SiO_2) 입자의 제조 및 이 슬러리의 수열처리를 통하여 실리카표면에 대한 세리아의 코팅율을 높이고 세리아-실리카간의 결합강도를 높이고자 하였다. 특히, 수열처리 온도 및 pH에 따른 CeO_2/SiO_2 슬러리의 연마특성에 미치는 영향을 연구하고자 한다.

2. 실험 방법

2.1 CeO_2/SiO_2 연마슬러리 제조

나노크기의 세리아가 코팅된 콜로이드 실리카(CeO_2/SiO_2) 슬러리를 제조하기 위한 출발물질로 Cerium nitrate hexahydrate ($Ce(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$, 99.5%, Acros), 암모니아수(NH_4OH , 4.94N, Aldrich)와 300nm 크기를 지닌 콜로이드 실리카(SiO_2 , MP-3040, Nissan)를 사용하였다. 나노크기의 CeO_2 는 Hanawa et al.¹⁴⁾의 특허에서 기술된 과정에 따라서 아래와 같이 제조하였다. 0.2 M $Ce(NO_3)_3$ 용액 200 ml를 0.2 M 암모니아수 300 ml에 한꺼번에 넣고 800 rpm의 교반 속도로 5분 동안 반응시킨다. 이때 반응온도는 93°C로 조절하였다. 이 CeO_2 콜로이드 용액에 잘 분산시킨 콜로이드 실리카(MP-3040)를 반응기에 넣어 혼합하고 5분 더 반응시킨 후 교반 속도를 400 rpm으로 낮추고 2시간 동안 숙성을 하였다. 이 혼합물은 상온에서 냉각 및 정지시킨 뒤 상등액을 제거한 후에 침전된 생성물을 분리하였다. 반응기 내에 존재하는 Ce^{3+} , NH_4^+ 및 미반응 CeO_2 나노입자를 제거하기 위해 원심분리 또는 멤브레인 필터를 이용하여 증류수로 세척하여 최종 생성물인 세리아가 코팅된 실리카 슬러리를 제조하였다. 이 때, 여액의 이온 전도도가 $\sim 100 \mu S/cm^2$ 에서 pH 3.5 또는 pH 3.9로 될 때까지 세척을 반복하였다. 위에서 제조한 CeO_2/SiO_2 슬러리는 수열합성 장치를 이용하여 1시간동안 150 또는 190°C의 온도로 각각 수열처리하였다. 최종 생성물은 증류수로 세척하여 이온전도도가 $\sim 70 \mu S/cm^2$ 가 되도록 조절하였다. 위와 같이 합성한 시료들은 Table 1에 요약하였다.

2.2 입자 특성 분석

X선 회절 분석(XRD, Cu-K α radiation)을 이용하여 입자들의 결정구조를 측정하였고, Scherrer 방법으로 CeO_2 의 결정립 크기를 평가하였다. 입자크기 및 형상은 전계 방사형 주사전자현미경(FE-SEM, JSM-6700F, Jeol)과 투과전자현미경(TEM, JEM-2000EX, Jeol)으로 관찰하였다. CeO_2/SiO_2 시료의 제타전위는 HNO_3 또는 KOH 로 pH를 조절한 후 Zeta Potential Analyzer(ELS-8000, Photal)를 이용하여 전기이동도를 측정하였고, 입도분포 및 평균입자크기는 Particle Size Analyzer(ELS-8000, Photal)를 이용하여 Dynamic Light Scattering(DLS)에 의해 측정하였다. Energy Dispersive X-ray spectrometry (EDX)로 코팅된 입자의 조성과 Inductively Coupled Plasma(ICP)로 CeO_2 와 SiO_2 입자의 화학조성을 평가하였다.

2.3 연마 특성 측정

연마 실험은 IC-1000 Groove pad(Rodel)를 사용하여 CNP-POLI-500CE에서 8 inch의 HDP oxide film 웨이퍼에 대한 연마율(nm/min)을 측정하였다. 이때 슬러리는 연마 전에 초음파로 양호한 분산성을 유지하였다. 그 후에 슬러리는 300 ml/min의 유속으로 주입하면서, 3.0 psi의 압력으로 연마하였다. Head 및 Pad의 회전속도는 각각 50 rpm을 설정하였다. 연마 전 후의 막 두께는 Optical interferometry(Filmetrics)를 사용하여 연마율을 측정하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1 CeO_2/SiO_2 의 수열처리에 따른 영향

나노 및 마이크론 크기의 CeO_2 입자들은 기존에 연마제로 사용하기에는 가장 문제가 되는 응집으로 인한 연마제 입자의 불안정성 때문이다. CeO_2 는 입자간 상호 잡아당기는 힘의 척도인 하마키(haymaker) 상수가 SiO_2 (5.99)나 Al_2O_3 (15.4) 보다 월등히 큰 27.7의 값을 지니고 있어서, 입자 크기가 증가할수록 입자간의 반발력, 즉 분산성을 유지하는 힘이 거의 존재하지 않기 때문에 자발적으로 재응집하여 침전함으로써 연마특성에 문제점을

Table 1. Summary of reaction condition of ceria coated silica and its particle size.

Samples	Before hydrothermal treatment			After hydrothermal treatment		
	Temp. (°C)	Reaction time (hr)	pH	Temp. (°C)	Reaction time (hr)	Particle size* (nm)
C300-I			3.5	150		310
C300-II	93	2	3.5	190	1	314
C300-III			3.9	190		299

*Average particle size obtained by Particle Size Analysis(PSA).

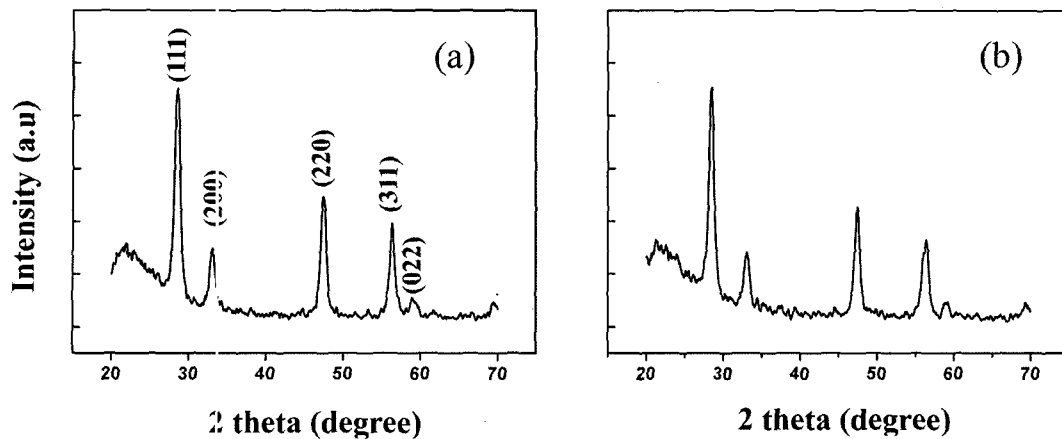


Fig. 1. X-ray diffractions of nano-sized CeO_2 coated SiO_2 particle(C300-III) before (a) and after (b) hydrothermal treatment.

야기할 수 있다. 그러므로, 본장에서는 CeO_2 를 효과적으로 분산시키고 동시에 연마력을 향상시키기 위하여 $\text{CeO}_2/\text{SiO}_2$ 슬러리 제조 및 수열처리에 따른 영향에 관하여 연구하고자 한다.

Table 1에는 pH 및 수열처리 온도에 따른 $\text{CeO}_2/\text{SiO}_2$ 슬러리의 수열처리 전후의 제조조건 및 평균입자크기의 변화를 나타내었다. 각 시료들의 입자크기는 수열처리 전후 비슷한 값으로 얻어졌으며, 이 결과는 수열처리 후에도 입자들의 응집없이 단분산된 형태로 존재함을 의미한다.

Fig. 1은 수열처리 전후에 따른 $\text{CeO}_2/\text{SiO}_2$ (C300-III)의 XRD 회절패턴을 나타내고 있다. 수열처리 전후 XRD 회절패턴처럼, 제조된 모든 시료에서 비정질의 SiO_2 와 Cubic 결정상을 지닌 CeO_2 (JCPDS No. 34-0394)로 비슷하게 얻어졌다. Scherrer 방법에 의해 CeO_2 의 결정립 크기는 약 ~ 10 nm로 계산되었다. 수열처리 전(Fig. 1(a))보다 수열처리 후(Fig. 1(b)), CeO_2 의 주 피크의 반가폭이 약간 좁아졌다. 이는 수열처리로 인한 CeO_2 의 결정상에는 변화가 없었으나, 결정성은 약간 향상 되었음을 의미한다. 일반적으로 세리아가 코팅된 실리카 연마재는 중성 pH에서 불안정하고, 나노크기의 CeO_2 입자가 SiO_2 표면에 강하게 코팅되지 못하는 단점이 있다.

Fig. 2는 나노크기의 CeO_2 입자와 콜로이드 SiO_2 입자 및 SiO_2 입자위에 코팅된 CeO_2 입자의 수열처리 전후의 TEM 사진을 보여주고 있다. 나노크기의 CeO_2 입자는 약 10-15 nm 크기로 Scherrer 방법에서 계산된 크기와 비슷하게 잘 합성되어졌음을 확인할 수 있다(Fig. 2(a)). Fig. 2(b)는 300 nm 크기의 콜로이드 SiO_2 입자와, Fig. 2(c)는 수열처리 전에 이 SiO_2 입자표면에 CeO_2 가 코팅된 입자의 TEM 사진을 보여주고 있다. 이 입자들은 수열처리 후에는 SiO_2 입자의 표면에 수열처리 전보다 더 많은 CeO_2 입자가 코팅되어 있음을 확인할 수 있다(Fig. 2(d)). Goto¹⁶⁾의 pH에 따른 SiO_2 의 용해도 결과를 보면 pH가 8 이하의 상온에서는 용해도의 차이가 크게 없었

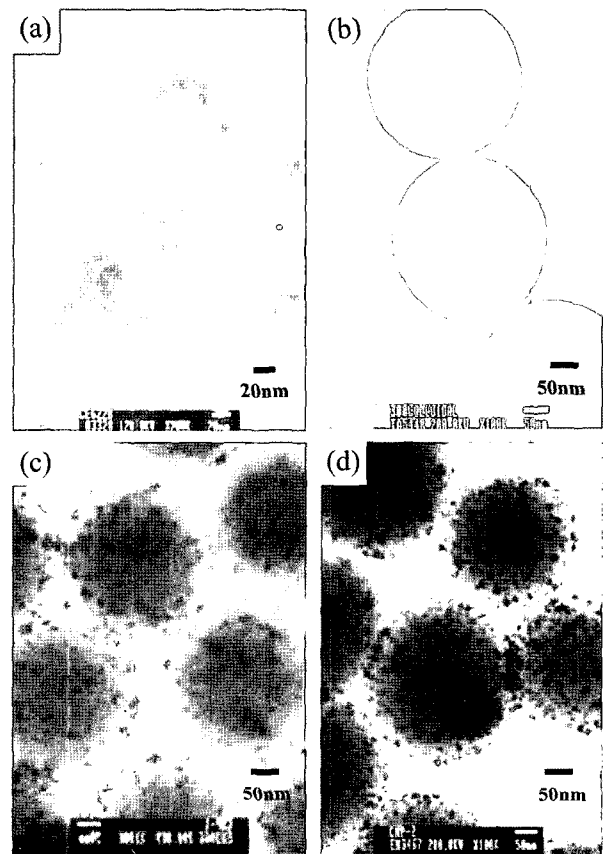


Fig. 2. Transmission electron micrographs of (a) nano-sized ceria particles prepared by $\text{Ce}(\text{NO}_3)_3$ solution, (b) colloidal silica particles, (c) silica particles coated with (a)'s CeO_2 before hydrothermal treatment and (d) (c)'s particles after hydrothermal treatment.

다. 그러나 온도의 변화에 따라서는 용해도가 온도의 상승과 함께 비례적으로 증가함을 보였다. 이는 수열 반응 온도의 증가로 인한 실리카의 용해도가 증가하여 SiO_2 표면의 불안정성으로 CeO_2 가 SiO_2 표면에 결합이 용이

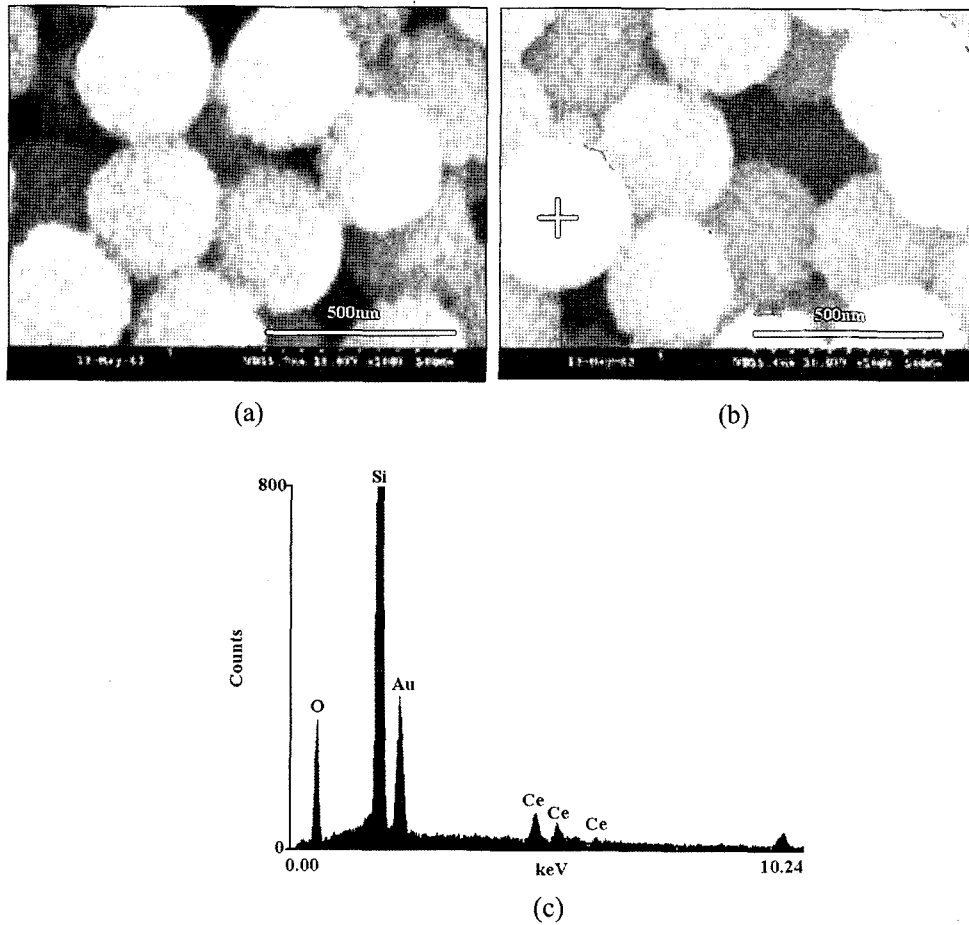


Fig. 3. Scanning electron microscope images of ceria coated silica particles prepared (a) at 150°C(C300-I) and (b) at 190°C (C300-III), and (c) Energy dispersive X-ray spectrometry of (b) sample.

해지기 때문으로 판단된다.^{15,16)} 즉, 수열처리 과정을 거치면서 CeO_2 와 SiO_2 두 입자간의 Si-O-Ce의 화학 결합을 통한 실리카표면에 CeO_2 입자의 코팅율을 높인 것으로 생각된다.

Fig. 3은 수열처리 온도에 따라 제조된 CeO_2/SiO_2 입자의 SEM 사진과 이들 입자표면의 EDX 분석에 의한 화학적 성분을 분석하였다. Fig. 3(a)와 3(b)는 수열처리 온도가 각각 150°C(pH 3.5), 190 °C(pH 3.9)에서 CeO_2/SiO_2 (C300-I, C300-III) 슬러리를 가열하였다. 이때 SEM 사진에서 보는 바와 같이 표면에 나노크기의 CeO_2 입자가 균일하게 SiO_2 입자 표면에 잘 코팅되어 있음을 확인할 수 있었다. 특히 수열 처리온도 및 pH에 따라 제조된 CeO_2 의 코팅정도는 SEM사진으로는 크게 구분하기는 용이하지 않았다. 그러나 수열처리를 통한 CeO_2 의 코팅성의 향상은 연마결과와 밀접한 관련이 있으리라 여겨지며, 이 시료들의 수열처리 전후의 연마결과는 뒤에서 비교 언급하겠다. Fig. 3(c)는 Fig. 3(b)의 CeO_2/SiO_2 (C300-II) 입자위에 + 표기한 부분의 EDX 분석을 통하여 Si, O, Ce, Au성분이 관찰되었다. 이는 SiO_2 입자에

CeO_2 성분이 코팅되어 있음을 의미한다. 또한, 수열처리 전후의 C300-III 시료의 SiO_2 와 CeO_2 의 정량적인 성분 변화를 관찰하기 위하여 ICP 분석을 하였다. 수열처리전의 시료의 경우 CeO_2 와 SiO_2 의 wt%비가 0.14였으나, 수열처리후의 경우 0.26으로 높게 얻어졌다. Fig. 2의 사진에서 이미 보여준 바와 같이 실리카표면에 코팅된 세리아 입자의 걸보기 밀도가 증가한 결과와 일치하고 있다.

Fig. 4는 CeO_2 , SiO_2 , CeO_2/SiO_2 (C300-III) 슬러리의 pH 변화에 따른 제타전위 곡선을 측정하였다. Fig. 4(a)와 4(d)는 각각 CeO_2 (IEP=7.3)와 SiO_2 (IEP=2)의 표면전하가 pH 7 이하에서 각각 양전하와 음전하를 띄고 있음을 알 수 있다. 그러므로 pH 3.5-4.0 정도에서는 두 입자간의 정전기적 인력으로 인하여 양전하를 띤 CeO_2 를 음전하를 띤 SiO_2 입자표면에 효과적으로 deposition할 수 있게 된다. Fig. 4b)는 수열처리 전에 CeO_2/SiO_2 슬러리의 제타전위 곡선의 등전점이 ~6.5에서 수열처리 후 ~2 (Fig. 4(c))로 이동하였다. 이는 CeO_2/SiO_2 입자가 수열처리과정을 거치면서 등전점이 실리카의 등전점으로 이동하였음을 관찰할 수 있었다. 특히, 표면전하가 양전

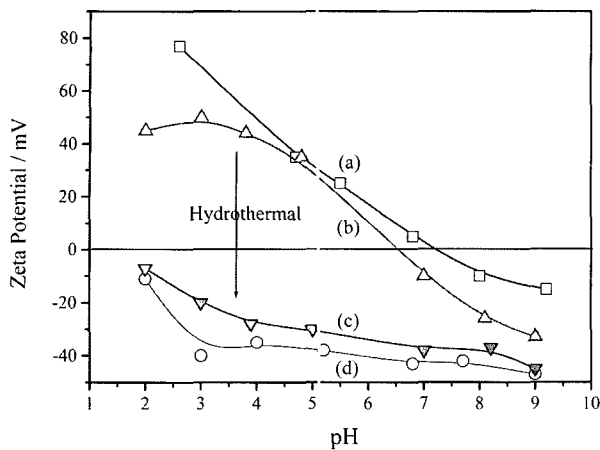


Fig. 4. Zeta potentials of (a) CeO_2 , (b) $\text{CeO}_2/\text{SiO}_2$ (C300-III) before hydrothermal treatment, (c) $\text{CeO}_2/\text{SiO}_2$ (C300-III) after hydrothermal treatment, and (d) SiO_2 .

하에서 음전하로 반전되는 현상을 관찰할 수 있는데, 이 결과는 앞에서 언급한 수열 처리 온도에 따른 실리카의 용해도와 밀접한 관련이 있는 것으로 보여지며,^{15,16)} 실리카 입자의 용해도의 증가로 인하여 용액안에 녹아 있는 실리카 성분이 $\text{CeO}_2/\text{SiO}_2$ 입자상에 나노크기의 CeO_2 입자 표면에 재코팅됨에 따른 원인으로 판단된다. 그리고, Fig. 4(c)에서 보는 바와 같이 $\text{CeO}_2/\text{SiO}_2$ 슬러리는 pH 2~10의 넓은 영역에서 수열처리 전보다 처리 후에 입자의 안정성이 높아진 슬러리를 제조할 수 있었다. 이는 연마시 연마제의 응집으로 인한 문제점을 해결할 수 있는 장점이 있을 것으로 보인다.

3.2 $\text{CeO}_2/\text{SiO}_2$ 의 수열처리에 따른 연마특성

본 장에서는 수열처리 온도 및 pH에 변화에 따라 제조된 $\text{CeO}_2/\text{SiO}_2$ 슬러리의 연마특성과의 상관성을 논의하고자 한다.

Table 2에서는 수열처리 온도 및 pH에 변화에 따라 제조된 $\text{CeO}_2/\text{SiO}_2$ 슬러리의 8 inch wafer(HDP oxide film)의 연마율(nm/min)을 나타내었다. 수열처리 전의 슬러리는 pH의 변화는 연마결과에 큰 변화가 없는 106-110 nm/min의 값을 얻을 수 있었다. Lee 등의 보고에 의하면 나노크기의 CeO_2 , SiO_2 , 및 CeO_2 와 SiO_2 가 혼합된 슬러리는 11-28 nm/min 정도의 매우 낮은 연마율을 보여주었

다.⁵⁾ 이는 단독 또는 혼합 슬러리만으로는 연마특성을 향상시킬 수 없음을 보고하였었다. 그러나, 수열처리 후의 연마율은 전반적으로 210-292 nm/min로 수열처리 전의 CeO_2 가 코팅된 SiO_2 슬러리보다 2배 이상 상승하였음을 확인할 수 있었다. 연마율이 SiO_2 에 비해 높은 CeO_2 는 나노크기의 입자로 슬러리에 혼합됨에 따라 연마표면과의 화학적인 작용 및 접촉되는 면적이 증가하여 연마율이 높아진다고 보고하였으며,³⁾ CeO_2 입자의 SiO_2 film 표면의 연마 메커니즘에 대해서는 화학적인 작용(Ce-O-Si bonding) 및 기계적인 작용($\text{Si}(\text{OH})_4$ 단분자 대신에 SiO_2 lump 형태로 tearing)으로 연마됨을 보고하였다.²⁾ 특히 수열처리 후에 CeO_2 가 SiO_2 표면에 코팅됨에도 불구하고 CeO_2 의 연마특성을 가진과 동시에 연마율이 상승한 것은 CeO_2 가 연마 중에 가해지는 압력과 회전력으로 부터 발생된 전단력에 의해 마모되는 현상과, 나노 CeO_2 입자가 SiO_2 입자 표면에 고분산되어 넓은 접촉면을 지닌 $\text{CeO}_2/\text{SiO}_2$ 입자로 제조되면서 oxide 막에 기계적 및 화학적 연마작용을 효과적으로 기여했으리라 판단된다.

C300-I와 C300-II 슬러리의 수열처리 온도를 150°C 에서 190°C 로 상승시킬 경우 연마율이 증가함을 Table 2에서 나타내고 있다. 이 결과는 수열처리 전후의 Fig. 2의 TEM 사진에서 볼 수 있듯이 SiO_2 입자의 표면에 코팅된 CeO_2 나노입자가 증가됨을 통하여 설명되어진다. C300-II와 C300-III 슬러리의 경우는 수열처리 전후에 연마율이 상대적으로 미미하게 감소하였다. 이는 pH 변화로 모든 것을 설명하기는 어렵겠지만, pH 3.9로 조절하기 위하여 pH 3.5의 C300-II의 슬러리보다 세척량이 많아지기 때문에 SiO_2 입자의 표면에 상대적으로 CeO_2 입자의 코팅량이 감소로 인하여 연마율이 소폭 감소된 것으로 판단된다. AFM으로 측정하여 평가한 $\text{CeO}_2/\text{SiO}_2$ 연마 슬러리의 거칠기(Roughness)는 1-2 nm 정도를 보였다. 이는 이전의 Lee 등의 보고에⁵⁾ 의하면 수열처리 없이 세리아가 코팅된 실리카의 연마제의 거칠기(0.7-1.7 nm)와 큰 차이없이 우수한 연마특성을 지닌 $\text{CeO}_2/\text{SiO}_2$ 연마 슬러리를 수열처리과정을 거치면서 제조할 수 있었다.

4. 결 론

나노크기의 CeO_2 (~10 nm) 입자가 구형의 SiO_2 (~300

Table 2. Polish rates for 8 inch HDP oxide wafer using $\text{CeO}_2/\text{SiO}_2$ slurry.

Samples	Condition of slurry			Polish rate for 8 inch wafer (nm/min)	
	pH	Temp.($^\circ\text{C}$)	Solid content (wt.%)	Before hydrothermal treatment	After hydrothermal treatment
C300-I	3.5	150	1	110	210
C300-II	3.5	190	1	106	292
C300-III	3.9	190	1	106	246

nm) 입자에 pH 3.5-3.9에서 균일하게 코팅된 단분산 $\text{CeO}_2/\text{SiO}_2$ 입자를 제조하였다. $\text{CeO}_2/\text{SiO}_2$ 슬러리를 150°C 또는 190°C 하에서 수열처리를 통하여 수열처리 전보다 CeO_2 코팅양이 증가된 $\text{CeO}_2/\text{SiO}_2$ 입자를 효과적으로 제조할 수 있었다. 이는 TEM, SEM, EDX, XRD 및 제타 전위 분석 결과를 통하여 나노크기의 CeO_2 가 실리카 입자표면에 균일하게 잘 코팅되어 있음을 확인할 수 있었다. 특히 수열처리 후 $\text{CeO}_2/\text{SiO}_2$ 슬러리는 pH 2~10의 넓은 영역에서 안정성이 높은 단분산된 연마슬러리를 제조할 수 있었다.

$\text{CeO}_2/\text{SiO}_2$ 슬러리의 연마특성은 수열처리 전보다 수열처리 후에 연마율이 2배 이상 증가한 결과를 얻을 수 있었다. pH에 따른 $\text{CeO}_2/\text{SiO}_2$ 슬러리의 연마특성에는 큰 차이점을 확인하기 어려웠지만, 수열처리를 150°C 에서 190°C 로 상승시킬 경우 연마율이 증가한 $\text{CeO}_2/\text{SiO}_2$ 복합연마재를 제조할 수 있었다.

감사의 글

본 연구는 동진 세미켐 주식회사의 재정적 지원을 받아 이루어졌습니다.

참 고 문 헌

1. H. Nojo, M. Kodera and R. Nakata, IEEE, **96**, 349 (1996).
2. T. Hoshino, Y. Kurata, Y. Terasaki and K. Susa, J. Non-Cryst. Solids, **283**, 129 (2001).
3. L. M. Cook, J. Non-Cryst. Solids, **120**, 152 (1990).
4. R. Brands, T. Konthe, F. Klaessig, F. Menzel, W. Lortz and G. Varga, CMP-MIC Conference, 73-76 (2003)
5. S.-H. Lee, Z. Lu, S. V. Babu and E. Metjjević, J. Mater. Res., **17**, 2744 (2002).
6. S. Lakhwani and M. N. Rahaman, J. Mater. Res., **14**, 1455-61 (1999).
7. M. Hirano, Y. Fukuda, H. Iwata, Y. Hotta and M. Inagaki, J. Am. Ceram. Soc., **83**(5), 1287-89 (1993).
8. M. Hirano and E. Kato, J. Am. Ceram. Soc., **79**, 777-80 (1996).
9. Pei-Lin Chen and I-Wei Chen, J. Am. Ceram. Soc., **76**(5), 1577-83 (1993).
10. W. P. Hsu, L. Rönnquist and E. Metjjević, Langmuir, **4**, 31 (1988).
11. J. M. Steigerwald, S.P. Murarka and R.J. Gutman, "Chemical Mechanical Planarization of Microelectronic Materials", John Wiley & Sons, p 40 (1997).
12. P.-J. Ko, S.-W. Park, N.-H. Kim, Y.-J. Seo and W.-S. Lee, J. Korea Institute of Electrical and Electronic Mater. Eng., **18**, 219 (2005).
13. Z. Lu, S.-H. Lee, V. R. K. Gorantla, S. V. Babu and E. Metjjević, J. Mater. Res., **18**, 2323 (2003).
14. K. Hanawa, N. Mochizuki and N. Ueda, U.S. Patent 5938837 (1999).
15. R. K. Iler, "The chemistry of silica," John Wiley & Sons, p 48 (1979).
16. K. Goto, J. Chem. Soc. Jap. Pure Chem. Sect., **76**, 1364 (1955).