

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE  
—  
**INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE**  
—  
COURBEVOIE  
—

①1 N° de publication : **3 094 376**

(à n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction)

②1 N° d'enregistrement national : **20 03028**

⑤1 Int Cl<sup>8</sup> : **C 09 K 3/14** (2019.12), C 09 G 1/02, C 23 F 1/28,  
H 01 L 21/304, B 24 B 37/04

⑫

## BREVET D'INVENTION

**B1**

⑤4 Procédé de polissage mécano-chimique du cobalt ayant des taux élevés de retrait du cobalt et une corrosion réduite du cobalt.

②2 Date de dépôt : 27.03.20.

③0 Priorité : 29.03.19 US 16/369,085.

⑥0 Références à d'autres documents nationaux  
apparentés :

Demande(s) d'extension :

⑦1 Demandeur(s) : *ROHM AND HAAS ELECTRONIC  
MATERIALS CMP HOLDINGS, INC. Droit étranger  
américain — US.*

④3 Date de mise à la disposition du public  
de la demande : 02.10.20 Bulletin 20/40.

④5 Date de la mise à disposition du public du  
brevet d'invention : 06.01.23 Bulletin 23/01.

⑦2 Inventeur(s) : THEIVANAYAGAM Murali Ganth.

⑤6 Liste des documents cités dans le rapport de  
recherche :

*Se reporter à la fin du présent fascicule*

⑦3 Titulaire(s) : *ROHM AND HAAS ELECTRONIC  
MATERIALS CMP HOLDINGS, INC. Droit étranger  
américain.*

⑦4 Mandataire(s) : CABINET BEAU DE LOMENIE.

**FR 3 094 376 - B1**



## **Description**

### **Titre de l'invention : Procédé de polissage mécano-chimique du cobalt ayant des taux élevés de retrait du cobalt et une corrosion réduite du cobalt**

#### **Domaine de l'invention**

[0001] La présente invention concerne un procédé pour le polissage mécano-chimique du cobalt ayant des taux élevés de retrait du cobalt et une corrosion réduite du cobalt. De façon plus spécifique, la présente invention concerne un procédé pour le polissage mécano-chimique du cobalt avec des taux élevés de retrait du cobalt et une corrosion réduite du cobalt, utilisant une composition de polissage mécano-chimique contenant de l'acide aspartique et des acides phosphoniques, dans laquelle les acides phosphoniques ont un groupe alkyle de plus de dix atomes de carbone et les acides phosphoniques sont à des concentrations pour permettre les taux élevés de retrait du cobalt et la corrosion réduite du cobalt ; et mettant à disposition un tampon de polissage mécano-chimique, ayant une surface de polissage ; créant un contact dynamique à une interface entre le tampon de polissage et le substrat ; et distribuant la composition de polissage mécano-chimique sur la surface de polissage au niveau ou à proximité de l'interface entre le tampon de polissage et le substrat où une partie du cobalt est éliminée du substrat par polissage.

#### **Arrière-plan de l'invention**

[0002] Dans la fabrication de circuits intégrés et d'autres dispositifs électroniques, de multiples couches de matériaux conducteurs, semi-conducteurs et diélectriques sont déposées sur ou retirées d'une surface d'une galette de semi-conducteur. Des couches minces de matériaux conducteurs, semi-conducteurs et diélectriques peuvent être déposées par de nombreuses techniques de déposition. Les techniques courantes de déposition dans les traitements modernes comprennent le dépôt physique en phase vapeur (PVD), également appelée pulvérisation cathodique, le dépôt chimique en phase vapeur (CVD), le dépôt chimique en phase vapeur assisté par plasma (PECVD), et le placage électrochimique (ECP).

[0003] Lorsque les couches de matériaux sont successivement déposées et retirées, la surface la plus supérieure de la galette devient non plane. Comme un traitement de semi-conducteur subséquent (par exemple une métallisation) requiert que la galette présente une surface plate, la galette doit être planarisée. La planarisation est utile pour retirer les topographies de surface et les défauts de surface non souhaités, tels que les rugosités de surface, les matériaux agglomérés, les réseaux cristallins endommagés, les rayures, et les couches ou matériaux contaminés.

- [0004] La planarisation chimique mécanique, ou le polissage mécano-chimique (CMP), est une technique couramment utilisée pour planariser les substrats tels que des galettes de semi-conducteur. Dans un CMP conventionnel, une galette est montée sur un assemblage de support et positionnée en contact avec un tampon de polissage dans un dispositif de CMP. L'assemblage de support offre une pression contrôlable à la galette, en la pressant contre le tampon de polissage. Le tampon est déplacé (par exemple mis en rotation) par rapport à la galette au moyen d'une force d'entraînement externe. Simultanément, une composition de polissage (« suspension ») ou une autre solution de polissage est fournie entre la galette et le tampon de polissage. Ainsi, la surface de la galette est polie et rendue plane par l'action chimique et mécanique de la surface du tampon et de la suspension. Il y a toutefois beaucoup de complexité impliquée dans un CMP. Chaque type de matériau requiert une composition de polissage unique, un tampon de polissage convenablement conçu, des réglages de procédé optimisés tant pour le polissage que pour le nettoyage post-CMP, et d'autres facteurs qui doivent être individuellement ajustés à l'application de polissage de matériaux spécifiques.
- [0005] Pour les nœuds techniques avancés, de 10 nm et moins, le cobalt est en cours d'adoption pour remplacer les plots de tungstène connectant des grilles de transistor à des interconnexions métalliques en extrémité arrière de ligne (back end of line, BEOL) et remplacer le cuivre dans les trous d'interconnexion et les lignes métalliques pour les quelques premières couches métalliques en BEOL. Tous ces nouveaux procédés requièrent un CMP pour réaliser une planarité jusqu'à l'épaisseur et la sélectivité souhaitées des matériaux. Toutefois, le cobalt est enclin à une corrosion importante dans les solutions aqueuses, et son potentiel redox plus faible en fait une cible de corrosion galvanique aisée lorsqu'il est en contact avec d'autres métaux plus nobles. Les suspensions CMP pour cobalt du commerce présentent très souvent de graves défauts de corrosion tels qu'une piqûre, une surface rugueuse et une ligne de cobalt manquante. Par conséquent, les suspensions de CMP pour cobalt doivent contenir des inhibiteurs efficaces de corrosion du cobalt pouvant éliminer les défauts de corrosion tout en assurant toujours des taux de retrait acceptables de 2000 Å/min ou plus.
- [0006] On a donc besoin d'une composition et d'un procédé de polissage CMP pour le cobalt permettant à la fois des taux de retrait de cobalt de 2000 Å/min ou plus et une inhibition substantielle de la corrosion du cobalt.

### **Résumé de l'invention**

- [0007] La présente invention concerne un procédé de polissage mécano-chimique du cobalt, incluant :
- la fourniture d'un substrat comprenant du cobalt ;
  - la fourniture d'une composition de polissage mécano-chimique comprenant, en tant

que composants initiaux : de l'eau ;  
 un agent oxydant,  
 de l'acide aspartique ou d'un sel de celui-ci ;  
 des particules abrasives de silice colloïdale ; et  
 un acide phosphonique ayant un groupe alkyle de plus de dix atomes de carbone,  
 lequel acide phosphonique est en des quantités inférieures à 0,002 % en poids mais supérieures à 0 ; et  
 éventuellement un biocide ;  
 éventuellement un agent d'ajustement du pH ;  
 éventuellement un tensioactif ; et  
 la fourniture d'un tampon de polissage mécano-chimique ayant une surface de polissage ;  
 la création d'un contact dynamique à une interface entre le tampon de polissage mécano-chimique et le substrat ; et  
 la distribution de la composition de polissage mécano-chimique sur la surface de polissage du tampon de polissage mécano-chimique au niveau ou à proximité de l'interface entre le tampon de polissage mécano-chimique et le substrat pour retirer au moins une partie du cobalt.

[0008] La présente invention concerne aussi un procédé de polissage mécano-chimique du cobalt, incluant :

- la fourniture d'un substrat comprenant du cobalt ;
- la fourniture d'une composition de polissage mécano-chimique comprenant, en tant que composants initiaux : de l'eau ;
- du peroxyde d'hydrogène ;
- 0,1 % en poids ou plus d'acide aspartique ou d'un sel de celui-ci ;
- des particules abrasives de silice colloïdale, lesquelles particules abrasives de silice colloïdale ont un potentiel zêta négatif ; et
- un acide phosphonique ayant un groupe alkyle de plus de dix atomes de carbone, lequel acide phosphonique est en des quantités de 0,0001 % en poids à 0,001 % en poids ;
- éventuellement un biocide ;
- éventuellement un tensioactif ;
- éventuellement un agent d'ajustement du pH ; et
- dans lequel la composition de polissage mécano-chimique a un pH de 7 ou plus ; et
- la fourniture d'un tampon de polissage mécano-chimique ayant une surface de polissage ;
- la création d'un contact dynamique à une interface entre le tampon de polissage mécano-chimique et le substrat ; et

la distribution de la composition de polissage mécano-chimique sur la surface de polissage du tampon de polissage mécano-chimique au niveau ou à proximité de l'interface entre le tampon de polissage mécano-chimique et le substrat pour retirer au moins une partie du cobalt.

[0009] La présente invention concerne en outre un procédé de polissage mécano-chimique du cobalt comprenant la fourniture d'un substrat comprenant du cobalt ;

la fourniture d'une composition de polissage mécano-chimique comprenant, en tant que composants initiaux : de l'eau ;

0,1 % en poids à 2 % en poids de peroxyde d'hydrogène ;

0,1 % en poids à 5 % en poids d'acide aspartique ou d'un sel de celui-ci ;

0,01 % en poids à 5 % en poids de particules abrasives de silice colloïdale ayant un potentiel zêta négatif ; et

un acide phosphonique ayant un groupe alkyle de douze à vingt atomes de carbone, lequel acide phosphonique est en des quantités de 0,00025 % en poids à 0,001 % en poids ;

un biocide ;

éventuellement un agent d'ajustement du pH ;

éventuellement un tensioactif ; et

dans lequel la composition de polissage mécano-chimique a un pH de 7 à 11 ; et

la fourniture d'un tampon de polissage mécano-chimique ayant une surface de polissage ;

la création d'un contact dynamique à une interface entre le tampon de polissage mécano-chimique et le substrat ; et

la distribution de la composition de polissage mécano-chimique sur la surface de polissage du tampon de polissage mécano-chimique au niveau ou à proximité de l'interface entre le tampon de polissage mécano-chimique et le substrat pour retirer au moins une partie du cobalt.

[0010] La présente invention concerne un procédé de polissage mécano-chimique du cobalt, comprenant :

la fourniture d'un substrat comprenant du cobalt ;

la fourniture d'une composition de polissage mécano-chimique comprenant, en tant que composants initiaux : de l'eau ;

0,1 % en poids à 1 % en poids de peroxyde d'hydrogène ;

0,1 % en poids à 3 % en poids d'acide aspartique ou d'un sel de celui-ci ;

0,01 % en poids à 3 % en poids de particules abrasives de silice colloïdale, ayant un potentiel zêta négatif ; et

un acide phosphonique choisi dans le groupe constitué par l'acide undécylphosphonique, l'acide dodécylphosphonique, l'acide tétradécylphosphonique, l'acide hexa-

décylphosphonique et l'acide octadécylphosphonique, lequel acide phosphonique est en des quantités de 0,0005 % en poids à 0,001 % en poids ;  
 0,001 % en poids à 0,1 % en poids d'un biocide ;  
 éventuellement un tensioactif ;  
 éventuellement un agent d'ajustement du pH, lequel agent d'ajustement du pH est le KOH ; et  
 où la composition de polissage mécano-chimique a un pH de 7,5 à 8,5 ; et  
 la fourniture d'un tampon de polissage mécano-chimique ayant une surface de polissage ;  
 la création d'un contact dynamique à une interface entre le tampon de polissage mécano-chimique et le substrat ; et  
 la distribution de la composition de polissage mécano-chimique sur la surface de polissage du tampon de polissage mécano-chimique au niveau ou à proximité de l'interface entre le tampon de polissage mécano-chimique et le substrat pour retirer au moins une partie du cobalt.

[0011] Le procédé de la présente invention permet un taux de retrait du cobalt  $\geq 2000 \text{ \AA}/\text{min}$  et une corrosion du cobalt sensiblement réduite.

[0012] Le procédé de la présente invention permet aussi un taux de retrait du cobalt  $\geq 2000 \text{ \AA}/\text{min}$  avec une vitesse de platine de 93 tours par minute, une vitesse de support de 87 tours par minute, un débit de la composition de polissage mécano-chimique de 200 ml/min, une force descendante nominale de 13,8 kPa sur une machine de polissage de 200 mm ; et où le tampon de polissage mécano-chimique comprend une couche de polissage en polyuréthane contenant des microparticules polymères à cœur creux et un sous-tampon non tissé imprégné de polyuréthane.

### **Description détaillée de l'invention**

[0013] Telles qu'utilisées ici, les abréviations suivantes ont les significations suivantes, sauf indication contraire liée au contexte : °C = degrés Celsius ; g = grammes ; L = litres ; mL = millilitres ;  $\mu$  =  $\mu\text{m}$  = micromètres ; kPa = kilopascals ;  $\text{\AA}$  = angströms ; mV = millivolts ; DI = désionisée ; mm = millimètres ; cm = centimètres ; min = minutes ; s = secondes ; tr/min = tours par minute ; lbs = livres ; kg = kilogrammes ; Co = cobalt ;  $\text{H}_2\text{O}_2$  = peroxyde d'hydrogène ; KOH = hydroxyde de potassium ; P = phosphore ; % pds = pourcents en poids ; PVD = déposé par dépôt physique en phase vapeur ; RR = taux de retrait ; SER = taux de gravure statique ; PS = suspension de polissage de l'invention ; et CS = suspension comparative.

[0014] L'expression « polissage mécano-chimique » ou « CMP » se réfère à un procédé dans lequel un substrat est poli au moyen de seules forces chimiques et mécaniques, et se distingue du polissage mécano-électrochimique(ECMP) dans lequel une polarisation

électrique est appliquée au substrat. L'expression « acide aspartique » signifie l'acide  $\alpha$ -aminé et peut englober l'acide L-aspartique, l'acide D-aspartique, ou leurs mélanges racémiques. L'expression « groupe alkyle », dans le cadre de la présente invention, signifie un groupe fonctionnel organique ayant uniquement des atomes de carbone et des atomes d'hydrogène présents dans sa structure, la formule générale du groupe alkyle étant  $C_nH_{2n+1}$  où  $n$  est un entier. Les termes « composition » et « suspension » sont ici utilisés de façon interchangeable. Les termes « un » et « une » se réfèrent tant au singulier qu'au pluriel. Tous les pourcentages sont en poids, sauf indication contraire. Toutes les plages numériques sont bornes comprises et combinables dans n'importe quel ordre, sauf lorsqu'il est logique que ces plages numériques soient limitées pour s'additionner jusqu'à concurrence de 100 %.

[0015] Le procédé de polissage du cobalt sur un substrat de la présente invention utilise une composition de polissage mécano-chimique qui contient, en tant que composants initiaux, de l'eau ; un agent oxydant ; de l'acide aspartique ou d'un sel de celui-ci ; des particules abrasives de silice colloïdale ; et un acide phosphonique ayant un groupe alkyle de plus de dix atomes de carbone, lequel acide phosphonique est en une quantité inférieure à 0,002 % en poids mais supérieure à 0 ; éventuellement un tensioactif ; éventuellement un biocide ; et éventuellement un agent d'ajustement du pH pour planariser le cobalt et le substrat et retirer au moins une partie du cobalt de la surface du substrat avec un taux de retrait élevé, de préférence  $\geq 2000 \text{ \AA}/\text{min}$ , et en même temps inhiber une corrosion substantielle du cobalt.

[0016] De préférence, le procédé de polissage du cobalt de la présente invention inclut : la fourniture d'un substrat, lequel substrat comprend du cobalt ; la fourniture d'une composition de polissage mécano-chimique comprenant (de préférence constitué de), en tant que composants initiaux ; de l'eau ; un agent oxydant, de préférence en des quantités de 0,01 % en poids à 2 % en poids, de préférence encore en des quantités de 0,1 % en poids à 1 % en poids, de préférence encore de 0,1 % en poids à 0,5 % en poids ; de l'acide aspartique ou d'un sel de celui-ci ou leurs mélanges en des quantités égales ou supérieures à 0,1 % en poids, de préférence de 0,1 % en poids à 5 % en poids, de préférence encore de 0,1 % en poids à 3 % en poids, de préférence encore de 0,3 % en poids à 1 % en poids, de préférence encore de 0,3 % en poids à 0,9 % en poids ; et de préférence encore de 0,5 % en poids à 0,9 % en poids ; des particules abrasives de silice colloïdale, de préférence en des quantités de 0,01 % en poids à 5 % en poids, de préférence encore de 0,01 % en poids à 3 % en poids ; de préférence encore en des quantités de 0,3 % en poids à 3 % en poids ; et un acide phosphonique ayant un groupe alkyle de plus de dix atomes de carbone, lequel acide phosphonique est en des quantités inférieures à 0,002 % en poids mais supérieures à 0, de préférence de 0,0001 % en poids à 0,001 % en poids, de préférence encore de 0,00025 % en poids

à 0,001 % en poids, de préférence encore de 0,0005 % en poids à 0,001 % en poids, de préférence encore de 0,00075 % en poids à 0,001 % en poids ; éventuellement un biocide ; éventuellement un tensioactif ; et éventuellement un agent d'ajustement du pH ; dans lequel la composition de polissage mécano-chimique a un pH de 7 ou plus ; de préférence de 7 à 11 ; mieux encore de 7,5 à 10 ; plus particulièrement de 7,5 à 9 ; et tout spécialement de 7,5 à 8,5 (tel que de 7,5 à 8, ou de 8 à 8,5) ; la fourniture d'un tampon de polissage mécano-chimique ayant une surface de polissage ; la création d'un contact dynamique à une interface entre le tampon de polissage et le substrat ; et la distribution de la composition de polissage mécano-chimique sur la surface de polissage du tampon de polissage mécano-chimique au niveau ou à proximité de l'interface entre le tampon de polissage mécano-chimique et le substrat ; où au moins une partie du cobalt est retirée par polissage du substrat avec un taux de retrait de préférence  $\geq 2000 \text{ \AA}/\text{min}$  et la corrosion du cobalt est sensiblement réduite ou inhibée, comme cela est mis en évidence par des taux de gravure statique faibles.

[0017] De préférence, dans le procédé de polissage du cobalt de la présente invention, l'eau contenue, en tant que composant initial, dans la composition de polissage mécano-chimique fournie est au moins désionisée ou distillée pour limiter les impuretés accidentelles.

[0018] De préférence, dans le procédé de polissage du cobalt de la présente invention, la composition de polissage mécano-chimique fournie contient, en tant que composant initial, un agent oxydant, lequel agent oxydant est choisi dans l'ensemble constitué par le peroxyde d'hydrogène ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ), les monopersulfates, les iodates, le perphthalate de magnésium, l'acide peracétique et d'autres peracides, le persulfate, les bromates, le perbromate, le persulfate, l'acide peracétique, le periodate, les nitrates, les sels de fer, les sels de cérium, les sels de Mn(III), Mn(IV) et Mn(VI), les sels d'argent, les sels de cuivre, les sels de chrome, les sels de cobalt, les halogènes, les hypochlorites et leurs mélanges. De préférence encore, l'agent oxydant est choisi dans l'ensemble constitué par le peroxyde d'hydrogène, le perchlorate, le perbromate ; le periodate, le persulfate et l'acide peracétique. Tout spécialement, l'agent oxydant est le peroxyde d'hydrogène.

[0019] De préférence, dans le procédé de polissage du cobalt de la présente invention, la composition de polissage mécano-chimique fournie contient, en tant que composant initial, 0,01 % en poids à 2 % en poids, de préférence encore 0,1 % en poids à 1 % en poids ; de préférence encore 0,1 % en poids à 0,5 % en poids ; de préférence encore 0,2 % en poids à 0,4 % en poids d'un agent oxydant.

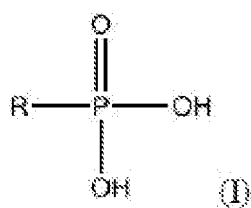
[0020] Dans le procédé de polissage du cobalt de la présente invention, la composition de polissage mécano-chimique fournie contient, en tant que composant initial, de l'acide aspartique, d'un sel d'acide aspartique, ou leurs mélanges en des quantités d'au moins 0,1 % en poids. Les sels d'acide aspartique comprennent, mais sans s'y limiter, le sel

sodique d'acide L-aspartique monohydraté, le sel potassique d'acide L-aspartique et le sel potassique d'acide DL-aspartique. De préférence, dans le procédé de polissage du cobalt de la présente invention, l'acide L-aspartique est inclus dans la composition de polissage mécano-chimique de la présente invention. Dans le procédé de polissage du cobalt de la présente invention, la composition de polissage mécano-chimique fournie contient, en tant que composant initial, de préférence 0,1 % en poids à 5 % en poids, mieux encore 0,1 % en poids à 3 % en poids, plus particulièrement de 0,3 % en poids à 1 % en poids, encore plus particulièrement de 0,3 % en poids à 0,9 % en poids, et tout spécialement de 0,5 % en poids à 0,9 % en poids d'acide L-aspartique, d'acide D-aspartique, de leurs mélanges racémiques, de leurs sels, ou de leurs mélanges.

[0021] Dans le procédé de polissage du cobalt de la présente invention, la composition de polissage mécano-chimique fournie contient, en tant que composant initial, un acide phosphonique ayant un groupe alkyle de plus de dix (10) atomes de carbone, lequel acide phosphonique est en des quantités inférieures à 0,002 % en poids mais supérieures à 0. De préférence, dans le procédé de polissage du cobalt de la présente invention, l'acide phosphonique répond à la formule générale :

[Formule 1]

(I)



dans laquelle R est un groupe alkyle linéaire ou ramifié de plus de dix (10) atomes de carbone, de préférence R est un groupe alkyle linéaire ou ramifié de douze (12) à vingt (20) atomes de carbone, de préférence encore R est un groupe alkyle linéaire de douze (12) à dix-huit (18) atomes de carbone, de préférence encore R est un groupe alkyle linéaire de douze (12) à seize (16) atomes de carbone, de préférence encore R est un groupe alkyle linéaire de douze (12) ou quatorze (14) atomes de carbone. Des exemples d'acides phosphoniques de la présente invention sont l'acide undécylphosphonique, l'acide dodécylphosphonique, l'acide tétradécylphosphonique, l'acide hexadécylphosphonique et l'acide octadécylphosphonique, et on préfère tout spécialement l'acide dodécylphosphonique et l'acide tétradécylphosphonique.

[0022] De préférence, dans le procédé de polissage du cobalt de la présente invention, les acides phosphoniques ou leurs sels ayant un groupe alkyle de plus de dix (10) atomes de carbone sont inclus dans les compositions de polissage mécano-chimique en des quantités de 0,0001 % en poids à 0,001 % en poids, mieux encore de 0,00025 % en

poids à 0,001 % en poids, plus particulièrement de 0,0005 % en poids à 0,001 % en poids, tout spécialement de 0,00075 % en poids à 0,001 % en poids.

- [0023] Dans le procédé de polissage du cobalt de la présente invention, la composition de polissage mécano-chimique fournie contient des particules abrasives de silice colloïdale. De préférence, dans le procédé de polissage du cobalt de la présente invention, la composition de polissage mécano-chimique fournie contient des particules abrasives de silice colloïdale ayant une granulométrie moyenne de 25 nm ou moins et un potentiel zêta négatif permanent, laquelle composition de polissage mécano-chimique a un pH de 7 ou plus ; de préférence de 7 à 11 ; mieux encore de 7,5 à 10 ; plus particulièrement de 7,5 à 9 ; et tout spécialement de 7,5 à 8,5 (tel que de 7,5 à 8, ou de 8 à 8,5). De préférence encore, dans le procédé de polissage du cobalt de la présente invention, la composition de polissage mécano-chimique fournie contient des particules abrasives de silice colloïdale ayant une granulométrie moyenne de 30 nm ou moins et un potentiel zêta négatif permanent, laquelle composition de polissage mécano-chimique a un pH de 7 ou plus ; de préférence de 7 à 11 ; de préférence encore de 7,5 à 10 ; de préférence encore de 7,5 à 9 ; et de préférence encore de 7,5 à 8,5 (tel que de 7,5 à 8, ou de 8 à 8,5) ; dans lequel le potentiel zêta est de  $-0,1$  mV à  $-35$  mV.
- [0024] Dans le procédé de polissage du cobalt de la présente invention, la composition de polissage mécano-chimique fournie contient, en tant que composant initial, des particules abrasives de silice colloïdale ayant un diamètre moyen de particules de 30 nm ou moins, de préférence de 5 nm à 30 nm ; de préférence encore de 10 nm à moins de 30 nm ; de préférence encore de 10 nm à 28 nm, de préférence encore de 15 nm à 25 nm, de préférence encore de 15 nm à 23 nm, telle que mesurée par des techniques de diffusion dynamique de la lumière. Des instruments de mesure de granulométrie convenables sont disponibles par exemple auprès de CPS Instruments, Inc. (Prairieville, LA, USA) ou Malvern Instruments (Malvern, Royaume-Uni).
- [0025] De préférence, les abrasifs de silice colloïdale sont sphériques, en contraste avec les abrasifs de silice colloïdale en forme de cocon qui sont des sphères accolées ou combinées. Les particules de silice colloïdale sphériques ne sont pas des sphères accolées. La taille des particules de silice colloïdale sphériques est mesurée par le diamètre de la particule. Par contraste, la taille des particules en cocon, qui sont des sphères collées, est le diamètre de la sphère la plus petite qui englobe la particule et la longueur de la particule. Des exemples de particules de silice colloïdale sphériques avec des potentiels zêta négatifs sont les particules Fuso™ PL-2L (diamètre moyen de particule de 23 nm) disponibles chez Fuso Chemical Co., LTD et K1598-B-12 (diamètre moyen de particule de 20 nm) disponibles chez EMD Performance Materials, Merck KGaA.
- [0026] De préférence, dans le procédé de polissage du cobalt de la présente invention, la

composition de polissage mécano-chimique contient, en tant que composants initiaux, de préférence en des quantités de 0,01 % en poids à 5 % en poids, de préférence encore de 0,01 % en poids à 3 % en poids ; de préférence encore en des quantités de 0,3 % en poids à 3 % en poids, des particules abrasives de silice colloïdale ayant un diamètre de particule inférieur ou égal à 30 nm, de préférence de 5 nm à 30 nm ; de préférence encore de 10 nm à moins de 30 nm ; de préférence encore de 10 nm à 28 nm de préférence encore de 15 nm à 25 nm, de préférence encore de 15 nm à 23 nm, telle que mesurée par des techniques de diffusion dynamique de la lumière. De préférence, les particules abrasives de silice colloïdale ont un potentiel zêta négatif permanent.

[0027] Eventuellement, la composition de polissage mécano-chimique contient un agent d'ajustement du pH. De préférence, l'agent d'ajustement du pH est choisi dans l'ensemble constitué par les agents d'ajustement du pH inorganiques et organiques. De préférence encore, l'agent d'ajustement du pH est choisi dans l'ensemble constitué par les acides inorganiques et les bases inorganiques. De préférence encore, l'agent d'ajustement du pH est choisi dans l'ensemble constitué par l'acide nitrique et l'hydroxyde de potassium. De préférence encore, l'agent d'ajustement du pH est l'hydroxyde de potassium. Des quantités suffisantes de l'agent d'ajustement du pH sont ajoutées à la composition de polissage mécano-chimique pour maintenir un pH ou une plage de pH souhaité.

[0028] Eventuellement, dans le procédé de la présente invention, la composition de polissage mécano-chimique contient un (ou plusieurs) biocide(s), tels que KORDEK™ PLX (9,5 - 9,9 % de méthyl-4-isothiazolin-3-one, 89,1 - 89,5 % d'eau et  $\leq 1,0$  % de produit réactionnel apparenté) ou KATHON™ ICP III contenant des ingrédients actifs de 2-méthyl-4-isothiazolin-3-one et 5-chloro-2-méthyl-4-isothiazolin-3-one, chacun fabriqué par The Dow Chemical Company (KATHON et KORDEK sont des marques déposées de The Dow Chemical Company).

[0029] Dans le procédé de polissage du cobalt de la présente invention, éventuellement, la composition de polissage mécano-chimique fournie peut contenir, en tant que composant initial, 0,001 % en poids à 0,1 % en poids, de préférence 0,001 % en poids à 0,05 % en poids, de préférence encore 0,001 % en poids à 0,01 % en poids, de préférence encore 0,001 % en poids à 0,005 % en poids de biocide.

[0030] Eventuellement, dans le procédé de la présente invention, la composition de polissage mécano-chimique peut en outre contenir un (ou plusieurs) agent(s) antimousse, tels que des tensioactifs non-ioniques, y compris des esters, des oxydes d'éthylène, des alcools, un éthoxylate, des composés du silicium, des composés fluorés, des éthers, des glycosides et leurs dérivés. Des éther-sulfates anioniques tels que le lauryl-éther-sulfate de sodium (SLES) ainsi que les sels de potassium et d'ammonium. Le tensioactif peut aussi être un tensioactif amphotère.

- [0031] Dans le procédé de polissage du cobalt de la présente invention, éventuellement, la composition de polissage mécano-chimique fournie peut contenir, en tant que composant initial, 0,001 % en poids à 0,1 % en poids, de préférence 0,001 % en poids à 0,05 % en poids, de préférence encore 0,01 % en poids à 0,05 % en poids, de préférence encore de 0,01 % en poids à 0,025 % en poids d'un tensioactif.
- [0032] De préférence, dans le procédé de polissage du cobalt de la présente invention, le tampon de polissage mécano-chimique fourni peut être n'importe quel tampon de polissage convenable connu dans la technique. Les personnes ayant une connaissance ordinaire de la technique savent comment sélectionner un tampon de polissage mécano-chimique approprié pour une utilisation dans le procédé de la présente invention. De préférence encore, dans le procédé de polissage du cobalt de la présente invention, le tampon de polissage mécano-chimique fourni est choisi parmi les tampons de polissage tissés et non tissés. De préférence encore, dans le procédé de polissage du cobalt de la présente invention, le tampon de polissage mécano-chimique fourni comprend une couche de polissage en polyuréthane. De préférence encore, dans le procédé de polissage du cobalt de la présente invention, le tampon de polissage mécano-chimique fourni comprend une couche de polissage en polyuréthane contenant des microparticules à cœur creux et un sous-tampon non tissé imprégné de polyuréthane. De préférence, le tampon de polissage mécano-chimique fourni a au moins une rainure sur la surface de polissage.
- [0033] De préférence, dans le procédé de polissage du cobalt de la présente invention, la composition de polissage mécano-chimique fournie est distribuée sur une surface de polissage du tampon de polissage mécano-chimique fourni au niveau ou à proximité d'une interface entre le tampon de polissage mécano-chimique et le substrat contenant du cobalt.
- [0034] De préférence, dans le procédé de polissage du cobalt de la présente invention, un contact dynamique est créé à l'interface entre le tampon de polissage mécano-chimique fourni et le substrat contenant du cobalt avec une force descendante de 0,69 à 34,5 kPa perpendiculaire à une surface du substrat qui est poli.
- [0035] Dans le procédé de polissage du cobalt de la présente invention, la composition de polissage mécano-chimique fournie a un taux de retrait du cobalt de préférence  $\geq 2000$  Å/min, de préférence encore  $\geq 2200$  Å/min ; de préférence encore  $\geq 2300$  Å/min ; de préférence encore  $\geq 2380$  Å/min, de préférence encore  $\geq 2390$  Å/min, de préférence encore  $\geq 2400$  Å/min ; et, avec une vitesse de platine de 93 tours par minute, une vitesse de support de 87 tours par minute, un débit de composition de polissage mécano-chimique de 200 ml/min, une force descendante nominale de 13,8 kPa sur une machine de polissage de 200 mm ; et où le tampon de polissage mécano-chimique comprend une couche de polissage en polyuréthane contenant des microparticules à

cœur creux polymères et un sous-tampon non tissé imprégné de polyuréthane ; et où la corrosion du cobalt est sensiblement réduite ou inhibée, comme cela est mis en évidence par le taux de gravure statique (SER).

[0036] Les exemples qui suivent sont destinés à illustrer le taux de retrait élevé du cobalt et l'inhibition de la corrosion du cobalt pour un ou plusieurs modes de réalisation de la présente invention, mais ne sont pas destinés à limiter sa portée.

### Exemple 1

#### Formulations de suspensions

[0037] Les suspensions de polissage mécano-chimique suivantes ont été préparées dans de l'eau DI à la température ambiante. Le pH de chaque suspension a été ajusté à 8 avec une solution aqueuse à 45 % en poids de KOH.

[Tableaux1]

Suspension N°	Acide aspartique <sup>1</sup> (% en poids)	Acide phosphonique <sup>1</sup> (% en poids)	Particules de FUSO™ PL-2L <sup>2</sup> (% en poids)	H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (% en poids)	Biocide KORDEK™ MLX (% en poids)
PS-1	0,5	0,001 Dodécyle	3	0,3	0,02
PS-2	0,5	0,001 Tétradécyle	3	0,3	0,02
PS-3	0,5	0,001 Dodécyle	—	0,3	0,02
PS-4	0,5	0,001 Tétradécyle	—	0,3	0,02

<sup>1</sup> Disponible chez Sigma-Aldrich Corporation.

<sup>2</sup> Disponible chez Fuso Chemical Company LTD, Japon.

### Exemple 2

#### Formulations de suspension comparatives

[0038] Les suspensions de polissage mécano-chimique comparatives suivantes ont été préparées dans de l'eau DI à la température ambiante. Le pH de chaque suspension a été ajusté à 8 avec une solution aqueuse à 45 % en poids de KOH.

[Tableaux2]

Suspension comparative N°	Acide aspartique (% en poids)	Inhibiteur de corrosion (% en poids)	Particules de FUSO™ FL-2L (% en poids)	H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (% en poids)	Biocide KORDEX™ MLX (% en poids)
CS-1	0,5	—————	3	0,3	0,02
CS-2	0,5	0,001 Acide hexylphosphonique	3	0,3	0,02
CS-3	0,5	0,002 Acide hexylphosphonique	3	0,3	0,02
CS-4	0,5	0,001 Acide décylphosphonique	3	0,3	0,02
CS-5	0,5	0,02 Acide décylphosphonique	3	0,3	0,02
CS-6	0,5	0,002 Acide dodécylphosphonique	3	0,3	0,02
CS-7	0,5	0,002 Acide tétradécylphosphonique	3	0,3	0,02
CS-8	0,5	—————	—————	0,3	0,02
CS-9	0,5	0,001 Acide hexylphosphonique	—————	0,3	0,02

### Exemple 3

#### [0039] Polissage mécano-chimique du cobalt et SER du cobalt

Les procédures et le dispositif utilisés pour polir le cobalt et déterminer le taux de gravure statique (SER) pour les suspensions des Tableaux 1–2 sont décrits immé-

diatement ci-dessous.

Conditions de polissage CMP et de nettoyage

Outil de polissage	AMAT-MIRRA
Tampon	Tampon VISIONPAD™ 6000 – un polyuréthane ; dureté Shore D de 57, pores à alvéoles fermées ayant des diamètres moyens de 30 et 60 µm et rainures circulaires ayant une profondeur, une largeur et un pas respectivement de 760, 510 et 3050 µm
Conditionneur	Saesol 8031C1 – taille des diamants 170 µm ; saillie des diamants 40 µm et espacement des diamants 310 µm
Procédé	13,8 kPa (2 psi), 93/87 tr/min, 200 ml/min (force descendante, vitesse de platine/vitesse de support, débit de suspension)
Nettoyage post CMP	Synergy – ATMI PlanarClean™ Composition : éthanolamine (1 à 10 % en poids), hydroxyde de tétraméthylammonium (1 à 10 % en poids), pH > 13,5 et dilution au 1/20
Temps de polissage	Galette en Co : 20 s
Galettes	Galette en cobalt PVD de 200 mm obtenue auprès de Novati (épaisseur environ 1700 Å)

[0040] Les galettes polies ont été passées dans un laveur de galettes double face DSS-200 Synergy™ (OnTrak) faisant passer une chimie ATMI PlanarClean, les taux de retrait du cobalt ont été mesurés avec un outil de mesure d'épaisseur de film métallique RS200 de KLA Tencor. Les résultats de RR du cobalt sont présentés dans le Tableau 4.

#### Analyses de gravure statique (corrosion)

[0041] Des galettes en Co Blanket de Novati Technologies (200 nm, épaisseur environ 1700 Å, Co déposé par PVD sur un substrat en silicium) ont été utilisées telles que reçues. Des cellules de test de peinture Gamry PTC1™ ont été utilisées pour l'analyse, toute la galette en Co de 200 mm a été serrée entre un tube en verre avec un joint torique et une base en TEFLON™ faite sur mesure. Une bande de galvanoplaste 3M-470 avec 3,0 cm<sup>2</sup> de surface ouverte a été utilisée entre la galette et le joint torique pour éviter toute corrosion locale de type crevasse ou contrainte. Pour une analyse à température élevée, 30 ml de suspension de gravure statique ont été maintenus dans un four à 55 °C pour simuler des températures locales plus élevées au niveau d'un contact aspérité de tampon/galette durant le polissage, et préchauffés pendant 60 minutes et ensuite la suspension a été immédiatement ajoutée à la cellule de gravure statique et maintenue en contact avec la galette pendant 3 minutes. Après le temps de maintien souhaité, la solution de gravure statique a été collectée et analysée pour les ions Co par analyse par

spectrométrie à plasma à couplage inductif – spectrométrie à émission optique (ICP–OES pour Inductively Coupled Plasma - Optical Emission Spectrometer) après centrifugation et séparation des abrasifs en silice colloïdale quand ils étaient présents dans la formulation. Les abrasifs en silice colloïdale ont été exclus de certaines formulations dans des expériences de gravure statique pour faciliter l'analyse ICP–OES. Au moins deux points de données ont été collectés pour toutes les suspensions testées afin de vérifier la reproductibilité.

[0042] Les taux de gravure statique du cobalt (SER) ont été calculés à partir de la concentration de cobalt dans l'analyse ICP par utilisation de la formule suivante :

$$\text{SER du cobalt } (\text{Å}/\text{min}) = \{ [C \text{ (g/l)} * V \text{ (l)}] / [A \text{ (cm}^2) * D \text{ (g/cm}^3) * T \text{ (min)}] \} * 10^8$$

C = concentration de Co d'après l'analyse ICP (g/l)

V = volume de la solution de test utilisée ajoutée dans l'établissement de la gravure statique (l)

A = surface du cobalt métallique exposée à la solution de test (cm<sup>2</sup>)

D = masse volumique du cobalt (8,9 g/cm<sup>3</sup>)

T = temps d'exposition (min)

10<sup>8</sup> = conversion des unités cm en Å

RR du cobalt

[Tableaux4]

Suspension N°	Å/min
PS-1	2440
PS-2	2387
CS-1	2287
CS-2	2417
CS-3	2396
CS-4	2432
CS-5	2303
CS-6	239
CS-7	660

[0043] A l'exception de CS-6 et CS-7, pour lesquelles la formulation de suspension contenait 0,002 % en poids d'acide dodécylphosphonique et 0,002 % en poids d'acide tétradécylphosphonique, respectivement, les formulations de suspensions du Tableau 4 avaient un RR du Co > 2000 Å/min. Toutefois, comme le montre le Tableau 5, le SER de PS-3 (0,001 % en poids d'acide dodécylphosphonique) et de PS-4 (0,001 % en poids d'acide tétradécylphosphonique) avaient un SER de seulement 8,5 et 6,6 respec-

tivement. Par contraste, les suspensions comparatives CS-8 à CS-12 avaient un SER du Co allant d'une valeur haute de 14,7 à une valeur basse de 12,9. L'inhibiteur de corrosion du Co de PS-3 et PS-4 était supérieur à celui des suspensions comparatives CS-8 et CS-12. Bien que CS-13 (0,002 % en poids d'acide dodécylphosphonique) et CS-14 (0,002 % en poids d'acide tétradécylphosphonique) aient un SER du Co  $< 1,5$ , les suspensions comprenant 0,002 % en poids d'acide dodécylphosphonique et 0,002 % en poids d'acide tétradécylphosphonique présentaient un RR du Co inférieur, de seulement 239 Å/min et 660 Å/min respectivement. Seules les suspensions qui contenaient 0,001 % en poids d'acide dodécylphosphonique ou 0,001 % en poids d'acide tétradécylphosphonique avaient un RR du CO  $> 2000$  Å/min et en même temps avaient une inhibition supérieure de la corrosion du Co.

#### **Exemple 4**

[0044] **Compositions de suspensions d'acide phosphonique comparatives**

[0045] Les suspensions de polissage mécano-chimique à l'acide phosphonique comparatives suivantes ont été préparées dans de l'eau DI à la température ambiante. Le pH de chaque suspension a été ajusté à 8 avec une solution aqueuse à 45 % en poids de KOH.

[Tableaux6]

Suspension comparative N°	Acide aspartique (% en poids)	Acide phosphonique (% en poids)	Particules de FUSO™ PL-2L (% en poids)	H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (% en poids)	Biocide KORDEN™ MLX (% en poids)
CS-15	0,5	0,1 Acide phénylphosphonique	3	0,3	0,002
CS-16	0,5	0,1 Acide éthylphosphonique	3	0,3	0,002
CS-17	0,5	0,1 Acide butylphosphonique	3	0,3	0,002
CS-18	0,5	0,01 Acide hexylphosphonique	—	0,3	0,002
CS-19	0,5	0,01 Acide hexylphosphonique	3	0,3	0,002
CS-20	0,5	0,1 Acide hexylphosphonique	3	0,3	0,002
CS-21	0,5	0,01 Acide décylphosphonique	—	0,3	0,002
CS-22	0,5	0,01 Acide décylphosphonique	3	0,3	0,002
CS-23	0,5	0,1 Acide décylphosphonique	3	0,3	0,002
CS-24	0,5	0,01 Acide dodécylphosphonique	—	0,3	0,002

**Exemple 5**

[0046] Polissage mécano-chimique du cobalt avec des suspensions de polissage mécano-

**chimique contenant des acides phosphoniques et inhibition de la corrosion du cobalt**

[0047] Un polissage mécano-chimique de cobalt a été effectué conformément à la procédure, et utilisant les matériels, dispositifs et conditions tels que décrits dans le Tableau 3 de l'Exemple 3 ci-dessus. Les résultats du polissage du cobalt sont divulgués dans le Tableau 7 ci-dessous.

RR du cobalt

[Tableaux7]

Suspension N°	Å/min
PS-1	2440
PS-2	2387
CS-19	2345
CS-22	117
CS-25	55
CS-27	45

SER du cobalt

[Tableaux8]

Suspension N°	Å/min
PS-1	8,5
PS-2	6,6
PS-3	5,0
PS-4	4,1
CS-15	15,4
CS-16	21,4
CS-17	14,5
CS-18	11,2
CS-20	14,2
CS-21	3,7
CS-23	2,5
CS-24	<1,5
CS-26	<1,5
CS-28	15,9
CS-29	36,5
CS-30	15,4
CS-31	47,0

[0048] Alors que la suspension comparative CS-19 avait un RR du Co > 2000 Å/min comme PS-1 (0,001 % en poids d'acide dodécylphosphonique) et PS-2 (0,001 % en poids d'acide tétradécylphosphonique), les suspensions comparatives CS-22, CS-25 et CS-27 avaient des valeurs de RR du Co sensiblement inférieures à celles de PS-3 (0,001 % en poids d'acide dodécylphosphonique) et de PS-4 (0,001 % en poids d'acide tétradécylphosphonique).

[0049] Alors que les suspensions comparatives CS-21, CS-23, CS-24 et CS-26 avaient des valeurs de SER du Co inférieures à celles des PS-1 à PS-4, le reste des suspensions comparatives du Tableau 8 avait des valeurs de SER du Co significativement supérieures à celles des PS-1 à PS-4. Les suspensions de polissage mécano-chimique de la présente invention avaient globalement à la fois un RR du Co > 2000 Å/min et une inhibition significative de la corrosion du cobalt, contrairement aux suspensions comparatives.

### Exemple 6

[0050] **Compositions de suspensions d'acide gras comparatives**

[0051] Les suspensions de polissage mécano-chimique avec acide gras comparatives suivantes ont été préparées dans de l'eau DI à la température ambiante. Le pH de

chaque suspension a été ajusté à 8 avec une solution aqueuse à 45 % en poids de KOH.  
[Tableaux9]

Suspension comparative N°	Acide aspartique (% en poids)	Acide gras (% en poids)	H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (% en poids)	Biocide KORDEX™ MLX (% en poids)
CS-32	0,5	0,001 Acide hexanoïque	0,3	0,002
CS-33	0,5	0,002 Acide hexanoïque	0,3	0,002
CS-34	0,5	0,01 Acide hexanoïque	0,3	0,002
CS-35	0,5	0,001 Acide décanoïque	0,3	0,002
CS-36	0,5	0,002 Acide décanoïque	0,3	0,002
CS-37	0,5	0,01 Acide décanoïque	0,3	0,002
CS-38	0,5	0,001 Acide dodécanoïque	0,3	0,002
CS-39	0,5	0,002 Acide dodécanoïque	0,3	0,002
CS-40	0,5	0,01 Acide dodécanoïque	0,3	0,002

### Exemple 7

#### CER du cobalt

[0052] Le SER du Co a été déterminé suivant la procédure et les paramètres tels que divulgués dans l'Exemple 3 ci-dessus. Les résultats sont divulgués dans le Tableau 10 ci-dessous.

[Tableaux10]

Suspension N°	A/min
PS-3	5,0
PS-4	4,1
CS-32	10,2
CS-33	9,7
CS-34	10
CS-35	10,7
CS-36	10,3
CS-37	11,2
CS-38	9,1
CS-39	10,2
CS-40	10,4
CS-32	7,0

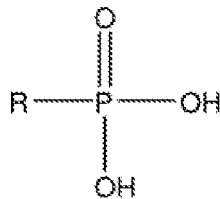
[0053] Les PS-3 et PS-4 présentaient une inhibition significative de la corrosion du cobalt, contrairement aux compositions de suspensions comparatives.

## Revendications

[Revendication 1]

Procédé de polissage mécano-chimique du cobalt, comprenant :

- la fourniture d'un substrat comprenant du cobalt ;
- la fourniture d'une composition de polissage mécano-chimique consistant en, en tant que composants initiaux :
- de l'eau ;
- un agent oxydant ;
- 0,3 à 1% en masse d'acide aspartique ou d'un sel de celui-ci ;
- des particules abrasives de silice colloïdale ; et
- un acide phosphonique ou un sel de celui-ci ayant la formule suivante :



dans laquelle R est un groupe alkyle linéaire de douze à dix-huit atomes de carbone, et l'acide phosphonique ou un sel de celui-ci est inclus dans la composition de polissage mécano-chimique en des quantités de 0,0001 % en poids à 0,001 % et éventuellement un biocide ; éventuellement un agent d'ajustement du pH, lequel agent d'ajustement est choisi dans l'ensemble constitué par l'acide nitrique et l'hydroxyde de potassium ; éventuellement un tensioactif et où la composition de polissage mécano-chimique a un pH de 7 à 11 ; la fourniture d'un tampon de polissage mécano-chimique ayant une surface de polissage ; la création d'un contact dynamique à une interface entre le tampon de polissage mécano-chimique et le substrat ; et la distribution de la composition de polissage mécano-chimique sur la surface de polissage du tampon de polissage mécano-chimique au niveau ou à proximité de l'interface entre le tampon de polissage mécano-chimique et le substrat pour retirer au moins une partie du cobalt.

[Revendication 2]

Procédé selon la revendication 1, dans lequel l'acide phosphonique de la composition de polissage mécano-chimique est choisi dans l'ensemble constitué par l'acide dodécylphosphonique et l'acide tétradécylphos-

phonique et les sels de ceux-ci.

[Revendication 3]

Procédé selon la revendication 1 ou 2, dans lequel la composition de polissage mécano-chimique fournie a un taux de retrait du cobalt  $\geq 2000 \text{ \AA}/\text{min}$  avec une vitesse de platine de 93 tours par minute, une vitesse de support de 87 tours par minute, un débit de la composition de polissage mécano-chimique de 200 ml/min, une force descendante nominale de 13,8 kPa sur une machine de polissage de 200 mm ; et dans lequel le tampon de polissage mécano-chimique comprend une couche de polissage en polyuréthane contenant des microparticules à cœur creux polymères et un sous-tampon non tissé imprégné de polyuréthane.

# RAPPORT DE RECHERCHE

articles L.612-14, L.612-53 à 69 du code de la propriété intellectuelle

## OBJET DU RAPPORT DE RECHERCHE

---

L'I.N.P.I. annexe à chaque brevet un "RAPPORT DE RECHERCHE" citant les éléments de l'état de la technique qui peuvent être pris en considération pour apprécier la brevetabilité de l'invention, au sens des articles L. 611-11 (nouveau) et L. 611-14 (activité inventive) du code de la propriété intellectuelle. Ce rapport porte sur les revendications du brevet qui définissent l'objet de l'invention et délimitent l'étendue de la protection.

Après délivrance, l'I.N.P.I. peut, à la requête de toute personne intéressée, formuler un "AVIS DOCUMENTAIRE" sur la base des documents cités dans ce rapport de recherche et de tout autre document que le requérant souhaite voir prendre en considération.

## CONDITIONS D'ETABLISSEMENT DU PRESENT RAPPORT DE RECHERCHE

---

Le demandeur a présenté des observations en réponse au rapport de recherche préliminaire.

Le demandeur a maintenu les revendications.

Le demandeur a modifié les revendications.

Le demandeur a modifié la description pour en éliminer les éléments qui n'étaient plus en concordance avec les nouvelles revendications.

Les tiers ont présenté des observations après publication du rapport de recherche préliminaire.

Un rapport de recherche préliminaire complémentaire a été établi.

## DOCUMENTS CITES DANS LE PRESENT RAPPORT DE RECHERCHE

---

La répartition des documents entre les rubriques 1, 2 et 3 tient compte, le cas échéant, des revendications déposées en dernier lieu et/ou des observations présentées.

Les documents énumérés à la rubrique 1 ci-après sont susceptibles d'être pris en considération pour apprécier la brevetabilité de l'invention.

Les documents énumérés à la rubrique 2 ci-après illustrent l'arrière-plan technologique général.

Les documents énumérés à la rubrique 3 ci-après ont été cités en cours de procédure, mais leur pertinence dépend de la validité des priorités revendiquées.

Aucun document n'a été cité en cours de procédure.

**1. ELEMENTS DE L'ETAT DE LA TECHNIQUE SUSCEPTIBLES D'ETRE PRIS EN  
CONSIDERATION POUR APPRECIER LA BREVETABILITE DE L'INVENTION**

US 2017362464 A1 (REICHARDT ROBERT [DE] ET AL)  
21 décembre 2017 (2017-12-21)

US2016107289 A1 (CAVANAUGH MARY [US] ET AL)  
21 avril 2016 (2016-04-21)

US2017009101 A1 (YASUI AKIHITO [JP])  
12 janvier 2017 (2017-01-12)

US2013186850 A1 (WANG YOU [US] ET AL)  
25 juillet 2013 (2013-07-25)

US2018016468 A1 (REICHARDT ROBERT [DE] ET AL)  
18 janvier 2018 (2018-01-18)

**2. ELEMENTS DE L'ETAT DE LA TECHNIQUE ILLUSTRANT L'ARRIERE-PLAN  
TECHNOLOGIQUE GENERAL**

NEANT

**3. ELEMENTS DE L'ETAT DE LA TECHNIQUE DONT LA PERTINENCE DEPEND  
DE LA VALIDITE DES PRIORITES**

NEANT