

【公報種別】 特許法第 17 条の 2 の規定による補正の掲載
【部門区分】 第 7 部門第 2 区分
【発行日】 平成 17 年 5 月 12 日 (2005.5.12)

【公表番号】 特表 2001-501369(P2001-501369A)

【公表日】 平成 13 年 1 月 30 日 (2001.1.30)

【出願番号】 特願 平 10-515996

【国際特許分類第 7 版】

H 0 1 L 21/304

B 2 4 B 37/00

C 0 9 K 3/14

【F I】

H 0 1 L 21/304 6 2 2 D

B 2 4 B 37/00 H

C 0 9 K 3/14 5 5 0 D

C 0 9 K 3/14 5 5 0 Z

【誤訳訂正書】

【提出日】 平成 16 年 9 月 15 日 (2004.9.15)

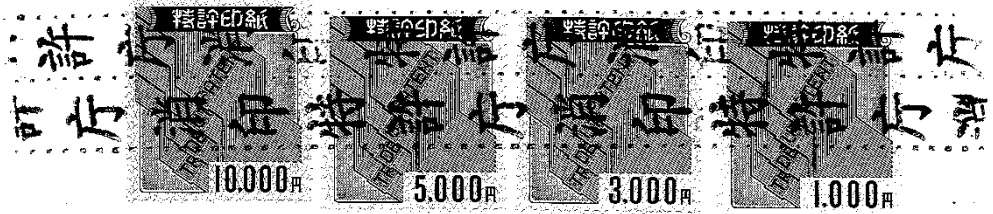
【誤訳訂正 1】

【訂正対象書類名】 明細書

【訂正対象項目名】 補正の内容のとおり

【訂正方法】 変更

【訂正の内容】



誤 訳 訂 正 書

(19,000 円)



平成16年9月15日

特許庁長官 殿

1. 事件の表示

平成10年特許願第515996号

2. 特許出願人

名 称 ロデール ホールディングス インコーポレイテッド

3. 代 理 人

住 所 〒105-0001 東京都港区虎ノ門 1-22-12 SVAX TS ビル

氏 名 弁理士 (7866) 津 国 肇

電話 (3502) 7212



4. 訂正の対象

請求の範囲及び明細書の欄

5. 訂正の内容

I. 請求の範囲の欄

別紙1のとおり誤訳訂正及び補正を行う。

II. 明細書の欄

別紙2のとおり誤訳訂正及び補正を行う。

6. 訂正の理由等

本誤訳訂正書における第1の訂正の理由は、平成11年3月5日に提出した特許法第184条の5第1項の規定による書面中の明細書及び特許請求の範囲の翻訳文において、国際出願日における明細書及び請求の範囲（原文）に用いられている用語の誤訳を訂正する誤訳訂正である。また、第2の訂正の理由は、原文に記載されていた事項を補充するものである。

第1の訂正の理由及び第2の訂正の理由につき、誤訳訂正前の明細書の該当箇所、原文の対応箇所と対比させて、以下の表に示す。

訂正対象 箇所 頁/行	原文対象 箇所 頁/行	原文用語	訂正前	誤訳訂正後	備考
1/2	1/6	COMPOSITION	合成物	組成物	
1/6	1/12	compositions	合成物	組成物	以下同
1/12	1/20	dielectric material	誘電剤	絶縁材料	
1/16	1/23	selectivity	選択度	選択比	以下同
1/24	1/28	6.2 to 1	6.1対1	6.2対1	
2/8	2/5	dissociable proton	分離可能 陽子	解離できるプロト ン	以下同
3/5	3/1	carboxylic groups	カルボン 基	カルボン酸基	
3/7	3/3	acid salts	酸性塩	酸の塩	以下同
3/29	3/21	silica	セリカ	シリカ	
	4/29	Percent surfactant, ZFSP, was either 0.2 % as in Sample 4 or 0.0%		表面活性剤ZFSPの 割合は、サンプル 4と同様に0.2%又 は0.0%の何れかで あった。	原文記載 の補充

9/14	7/18	hydroxyl group	カルボキシル基	ヒドロキシシル基	
10/5	8/9	hydroxyl group	カルボキシル基	ヒドロキシシル基	

(別紙1)

請求の範囲

1. シリカ及び窒化ケイ素を含む複合物を研磨する方法であって、シリカ及び窒化ケイ素を含む複合物と研磨パッドとの間の研磨インターフェースにスラリーを適用する工程を含み、このスラリーは、水性媒体、研磨粒子、界面活性剤、並びに前記シリカ及び窒化ケイ素と錯化する化合物を含み、前記化合物が、各々が解離できるプロトンを有する同じ又は異なる二以上の官能基を有することを特徴とする方法。
2. シリカ及び窒化ケイ素と錯化する前記化合物がベンゼン環を有する、請求項1記載の方法。
3. シリカ及び窒化ケイ素と錯化する前記化合物が、カルボキシレート基に対して α 位にある第二級のヒドロキシル基を有する直鎖モノーもしくはジ-カルボン酸又はその塩である、請求項1記載の方法。
4. シリカ及び窒化ケイ素と錯化する前記化合物が、カルボキシレート基に対して α 位にある第二級の又は第三級のヒドロキシル基を有するトリ-もしくはポリ-カルボン酸又はその塩である、請求項1記載の方法。
5. 前記研磨粒子がセリアを含む、請求項1記載の方法。
6. 前記界面活性剤がフルオロ界面活性剤である、請求項1記載の方法。
7. シリカ及び窒化ケイ素と錯化する前記化合物がフタル酸水素カリウムである、請求項2記載の方法。
8. 前記研磨組成物が、水、0.2～5重量%のセリア、0.5～3.5重量%のフタル酸水素カリウム、0.1～0.5重量%のフルオロ界面活性剤を含み、塩基又はアミン化合物を前記研磨組成物に添加することによって前記研磨組成物のpHを6～7に調整する、請求項2記載の方法。
9. シリカ及び窒化ケイ素を含む複合物を研磨する組成物であって、水性媒体、研磨粒子、界面活性剤、並びに前記シリカ及び窒化ケイ素と錯化する化合物を含み、前記化合物が、各々が解離できるプロトンを有する同じ又は異なる二以上の官能基を有することを特徴とする組成物。

10. シリカ及び窒化ケイ素と錯化する前記化合物がベンゼン環を有する、請求項9記載の組成物。

11. シリカ及び窒化ケイ素と錯化する前記化合物が、カルボキシレート基に対して α 位にある第二級のヒドロキシル基を有する直鎖モノーもしくはジ-カルボン酸又はその塩である、請求項9記載の組成物。

12. シリカ及び窒化ケイ素と錯化する前記化合物が、カルボキシレート基に対して α 位にある第二級の又は第三級のヒドロキシル基を有するトリ-もしくはポリ-カルボン酸又はその塩である、請求項9記載の組成物。

13. 前記研磨粒子がセリアを含む、請求項9記載の組成物。

14. 前記界面活性剤がフルオロ界面活性剤である、請求項9記載の組成物。

15. シリカ及び窒化ケイ素と錯化する前記化合物がフタル酸水素カリウムである、請求項10記載の組成物。

16. 水、0.2～5重量%のセリア、0.5～3.5重量%のフタル酸水素カリウム、0.1～0.5重量%のフルオロ界面活性剤を含み、塩基又はアミン化合物を添加することによってpHを6～7に調整する、請求項9記載の組成物。

(別紙2)

明細書

複合物を研磨するための組成物及び方法

発明の背景

発明の技術分野

本発明は、基板、特にシリカ及び窒化ケイ素を含む基板をケミカル－メカニカル ポリッシングするスラリーとして有用な組成物に関する。より詳細には、本発明のスラリーは、水性媒体、研磨粒子、界面活性剤、並びにシリカ及び窒化ケイ素と錯化する成分を含む。

関連技術の説明

集積回路技術においては、種々の能動素子及び受動素子は集積回路構造内では通常互いに分離されていなければならない。大抵は、ディープ又はシャロートチンチ分離技術によってこの要求は満たされている。この技術は、典型的には、絶縁材料として二酸化ケイ素（シリカ）を、ストップ層として窒化ケイ素を使用しており、各回路層のケミカル－メカニカル ポリッシング（平坦化）が必要である。効果的な研磨及び好適な平坦化を達成するためには、一般に研磨スラリーが有用であり、このスラリーは窒化ケイ素に対するシリカの除去速度に関し高い選択比をもたらすべきものである。

シルベストリ（Silvestri）らの米国特許第4526631号においては、KOHを使用してpHを約12に調整した6重量%のコロイダルシリカのスラリーが、 $\text{SiO}_2 : \text{Si}_3\text{N}_4 = \text{約}10 : 1$ の研磨比をもたらしている。バイエル（Bayer）らの米国特許第4671851号は、 SiO_2 と Si_3N_4 の間の研磨比が、下限は4対1、上限は40対1の間であることが好ましいと記載している。バイエルは、コロイダルシリカを少量のジクロロイソシアヌル酸のナトリウム塩と炭酸ナトリウムとを含む水に使用することによって6.2対1の研磨比を得たことを述べている。

さらに最近の特許、例えばムラセ（Murase）の米国特許第5502007号は、研磨

剤としてコロイダルシリカスラリーを用いて、 SiO_2 ： Si_3N_4 =約10：1の研磨速度の選択比を得たとも記載している。コデラ（Kodera）らの米国特許第5445996号は、スラリー中の研磨粒子としてシリカと同様にセリアを使用しているが、 Si_3N_4 除去速度に対する SiO_2 の除去速度の選択比は、2から3の範囲であると報告している。

発明の概要

シリカ及び窒化ケイ素を含む複合物を研磨するために提供される組成物であって、水性媒体、研磨粒子、界面活性剤、並びにシリカ及び窒化ケイ素と錯化する化合物を含み、この錯化剤は、各々が解離できるプロトンを有する同じ又は異なる二以上の官能基を含む。

本発明の他の態様は、シリカ及び窒化ケイ素を含む複合物を研磨する方法であって、研磨パッドとシリカ及び窒化ケイ素を含む複合物との間の研磨インターフェースに、水性媒体、研磨粒子、界面活性剤、並びにシリカ及び窒化ケイ素と錯化する化合物を含むスラリーであって、この錯化剤が、各々が解離できるプロトンを有する同じ又は異なる二以上の官能基を含むスラリーを適用する方法である。

好ましい実施態様の説明

シリカ及び窒化ケイ素を含む複合物のケミカル－メカニカル ポリッシングに使用する研磨スラリーにシリカ及び窒化ケイ素と錯化する化合物を添加することにより、錯化剤と共に界面活性剤が使用されるときであって、スラリー中の錯化剤の濃度が、研磨スラリーのpHにおいて、 SiO_2 の除去にさほど影響せずに Si_3N_4 の除去を阻止するのに充分であるとき、 Si_3N_4 の除去速度に対する SiO_2 の除去速度が非常に高い選択比を得ることができる。

本明細書の一部として参照される米国特許第5391258号及び第5476606号が、 SiO_2 及び Si_3N_4 の錯化剤又はキレート剤として作用する化合物について詳しく記載している。これら化合物は、シリカ及び窒化ケイ素の表面への錯化に影響する構造中に存在する少なくとも二つの酸基を有していなければならない。酸の種

類は、解離できるプロトンを有する官能基として定義される。例えば、これらは、カルボキシレート基、ヒドロキシル基、スルホン酸基及びホスホン酸基を含むが、これらに限定されるものではない。カルボキシレート基及びヒドロキシル基は、最も広範囲の多様な有効な種類に存在するものとして好ましい。特に効果があるのは、例えば、リンゴ酸とリンゴ酸塩、酒石酸と酒石酸塩、グルコン酸とグルコン酸塩等の直鎖モノー及びジカルボン酸と塩のような α 位にヒドロキシル基を有する二以上のカルボキシレート基を持つ構造である。また、クエン酸とクエン酸塩のようなカルボン酸基に対して α 位にある第二級の又は第三級のヒドロキシル基を有するトリー又はポリカルボン酸が効果がある。さらに、オルト ジー及びポリヒドロキシ安息香酸と酸の塩、フタル酸と酸の塩、ピロカテコール、ピロガロール、没食子酸と没食子酸塩、タンニン酸とタンニン酸塩等のベンゼン環を有する化合物も効果がある。以下に述べる例においては、フタル酸の塩が錯化剤として使用され、従って、このような塩は本発明の好ましい錯化剤である。フタル酸水素カリウム「KHP」が、後述する実験において使用されたフタル酸塩であった。

本発明において錯化剤と共に使用される界面活性剤は、粒子の分散を安定させるというスラリーにおける通常の界面活性剤の作用を奏するために存在するのではない。後述する例にみられるように、錯化剤と共に界面活性剤は、複合物表面からの Si_3N_4 の除去速度に影響する。アニオン性界面活性剤、カチオン性界面活性剤、ノニオン性界面活性剤又は両性イオン性界面活性剤のいずれかの界面活性剤であっても、本発明の組成物においては有効である。特に有用なのは、フォスフェート末端基を有するフルオロカーボン又は炭化水素であると思われる。下記の例においては、数種の異なる界面活性剤が効果的であることが示されている。デュポン社によって製造されている「ZFSP」(ZONYL (商標) FSP フルオロ界面活性剤) が、本発明のスラリーに添加される特に効果的な界面活性剤として示されている。この界面活性剤は、一方の末端にフォスフェート基を、他方の末端にフルオリドを有する長直鎖炭化水素である。

これら例においては、スラリー中の研磨粒子としてセリアが使用された。理由は、セリアはあらゆるpH条件においてケミカルーメカニカル ポリッシングに

とって効果的な研磨粒子であると共に、ゲル化に対して安定しているからである。アルミナ、ジルコニア、シリカ、チタニア、炭酸バリウム等のその他の研磨剤も同様に使用することができる。

どのような塩基又はアミン化合物も、 Si_3N_4 の除去に対する SiO_2 の除去が最も高い選択比となるpHの範囲に本発明のスラリーを調整するために使用することができる。以下の例においては、KOHが、スラリー組成物のpHを調整するために使用されている。水酸化カリウム、水酸化アンモニウム、その他のあらゆるタイプの可溶性アミン化合物が、ケミカル・メカニカル ポリッシング用スラリーのpHを調整するのに使用することができる。

例 1

表 1 は、選択された pH レベルで錯化剤の量をいろいろに変えたスラリーを用いて、二酸化ケイ素と窒化ケイ素のウェーハを研磨した結果を示している。これらの実験は、ストラスボー 6DS SP プラナライザー (Strasbaugh 6DS SP Planarizer) 上で、IC 1000 / スバ IV 研磨パッド (IC 1000 / Suba IV polishing pad) を使用し、下記条件で行われた。

ダウンプレッシャー	7 psi
バックプレッシャー	1.5 psi
キャリアスピード	30 rpm
テーブルスピード	32 rpm
スラリーのフロー速度	125 ml/min

6 インチのウェーハが使用され、各ウェーハが研磨された後にパッドはコンディショニングされた。この一連の実験で使用したスラリーは全て、0.45%のコロイダルセリア、0.2%のZFS界面活性剤を含み、スラリーのpHは、水酸化カリウムを使用して調整した。

表 1

サンプル	KHP*(%)	pH	SiO ₂ の除去速度	Si ₃ N ₄ の除去速度	選択比
1	0	4	1419	256	5.5
2	3.1	4	6	3	2
3	0.5	7	3019	189	16
4	1	7	3000	15	200
5	3.1	7	1185	4	296
6	1	10	3397	994	3.5
7	2	10	3246	920	3.5

(*フタル酸水素カリウム)

これらの結果は、錯化剤と界面活性剤を含むスラリーを、これら添加剤が窒化ケイ素の除去速度を効果的に低下させる一方で二酸化ケイ素の除去速度にはさほど影響することないpHレベルで使用するることによって、今まで報告されていたものよりも非常に高い、窒化ケイ素の除去速度に対する二酸化ケイ素の除去速度の選択比が得られることを明瞭に示している。上に示すように、この進歩性のある研磨方法によって選択比200以上が得られている。

例 2

下記の実験は、本発明のスラリーには界面活性剤を使用することが必要であることを示している。これら実験は、ストラスボー6DS SP プラナライザー上において、例1に記載しているのと同じ条件で行われた。スラリーは、表1のサンプル4に使用したものと同じ、即ち、このスラリーは1%のKHP、0.45%のコロイダルセリアを含み、そのpHはKOHを使用して7に調整されたものであった。界面活性剤ZESPの割合は、サンプル4と同様に0.2%又は0.0%の何れかであった。Si₃N₄の除去速度(オンGSTローム/分)が下の表2に示されている。

表 2

Z F S P (%)	S i ₃ N ₄ の除去速度
0	793
0	768
0	736
0.2	10
0.2	8

これらのデータから、S i₃N₄の除去速度を抑制するためには界面活性剤が重要であり、これによって並外れた選択比が得られることが明らかである。

例 3

下記の実験においては、スラリー中の研磨剤は、市販の乳白色のセリアであって、使用前に粉碎したものである。ウェーハの研磨は、例 1 と同じ条件で行われた。結果は、以下の表 3 に示されている。

表 3

サンプル	研磨剤 (%)	KHP (%)	Z F S P (%)	p H	S i O ₂ の除去速度	S i ₃ N ₄ の除去速度	選択比
8	2	0	0	7	5804	3504	2
9	2	1	0.2	7	2642	22	120
10	3.5	1	0.2	6.5	3195	13	246
11	5	1	0.2	6.5	3705	33	112
12	3.5	2	0.4	7	2123	10	212
13	5	2	0.4	7.5	3609	1105	3

これらの結果は、錯化剤と界面活性剤は、所望の p H の範囲に調整したスラリー中で使用すると、S i₃N₄の除去速度を効果的に抑制することを示している。p H が 6. 5 及び 7 の場合、窒化ケイ素の除去に対するシリカの除去の選択比は 1 0 0 を超え（サンプル 9 から 1 2）、S i₃N₄の除去速度を非常によく抑制し

ている。しかしながら、pHが7.5の場合（サンプル13）、窒化ケイ素の除去速度はもはや抑制されず、選択比は非常に劣るものとなる。

例4

ここでの実験において、複数の界面活性剤が、pH6.5で、窒化ケイ素の除去速度を低下させるのに効果的であることが判った。使用された界面活性剤は、スリーエム社が販売しているアニオン性フルオロケミカル界面活性剤であるFC-93、Fluorad（商標）FC-93；市販のポリスルホン酸ビニルのナトリウム塩「PVS」；及び、デュポン社から販売されているノニオン性界面活性剤である「ZFSN」、ZONYL（商標）FSNであった。この例のスラリーは、すべて、1.5%のKHP（フタル酸水素カリウム）と、研磨剤として市販の乳白色のセリアを0.45%含んでいた。ウェーハの研磨は、例1と同一の条件の下で行われた。結果は、以下の表4に示されている。

表4

サンプル	界面活性剤	界面活性剤 (%)	SiO ₂ の 除去速度	Si ₃ N ₄ の 除去速度	選択比
14	FC-93	0.2	2975	464	6
15	PVS	0.3	3406	35	98
16	ZFSN	0.3	2678	39	68

これらの結果は、複数の界面活性剤が、窒化ケイ素の除去速度を低下させるために準備したスラリー中で効果的であることを示している。pHとスラリー組成物を最適にすれば、使用された界面活性剤はより効果的に作用するであろう。

例5

この例で使用した研磨剤は、ロデール インコーポレイテッドが販売しているWS2000であった。WS2000は、セリアとシリカの両方を含む研磨剤である。この実験に使用されたスラリーは、3.5%の研磨剤、1.5%のKHP

(フタル酸水素カリウム)、及び、0.2%のZFSP (ZONYL (商標) FSP)) を含んでいた。pHは約6.5であった。例1と同じ条件でのウェーハの研磨の結果は、以下の表5に示されている。

表5

サンプル	SiO ₂ の 除去速度	Si ₃ N ₄ の 除去速度	選択比
17	2209	9	244

上記の例は本発明の多くの実施態様を示しているが、これらはいかなる意味においても本発明を限定するものではない。本発明の範囲は、以下の請求の範囲によってのみ定義される。