

(19) 日本国特許庁(JP)

## (12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第5144516号  
(P5144516)

(45) 発行日 平成25年2月13日(2013.2.13)

(24) 登録日 平成24年11月30日(2012.11.30)

(51) Int.Cl.

H01L 21/304 (2006.01)

F 1

H01L 21/304 622C  
H01L 21/304 622X

請求項の数 12 (全 12 頁)

(21) 出願番号 特願2008-526997 (P2008-526997)  
 (86) (22) 出願日 平成18年8月9日 (2006.8.9)  
 (65) 公表番号 特表2009-505423 (P2009-505423A)  
 (43) 公表日 平成21年2月5日 (2009.2.5)  
 (86) 國際出願番号 PCT/US2006/030982  
 (87) 國際公開番号 WO2007/021716  
 (87) 國際公開日 平成19年2月22日 (2007.2.22)  
 審査請求日 平成21年7月30日 (2009.7.30)  
 (31) 優先権主張番号 11/205,428  
 (32) 優先日 平成17年8月17日 (2005.8.17)  
 (33) 優先権主張国 米国(US)

(73) 特許権者 500397411  
 キャボット マイクロエレクトロニクス  
 コーポレイション  
 アメリカ合衆国, イリノイ 60504,  
 オーロラ, ノース コモンズ ドライブ  
 870  
 (74) 代理人 100099759  
 弁理士 青木 篤  
 (74) 代理人 100077517  
 弁理士 石田 敏  
 (74) 代理人 100087413  
 弁理士 古賀 哲次  
 (74) 代理人 100111903  
 弁理士 永坂 友康

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 砥材を有しない研磨システム

## (57) 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

タンタルを含む基板を研磨するための化学的機械的研磨システムであって、

(a) 一般式:  $M_x O_y \cdot m SiO_2$ , によって表されるケイ酸カリウム(式中、Mはカリウムであり、mはゼロでない正の数である)である水溶性シリケート化合物、

(b) 基板の少なくとも一部を酸化する酸化剤、

(c) 水、及び

(d) 研磨パッド

を含み、そして該研磨システムが砥材粒子を有していないことを特徴とする化学的機械的研磨システム。

10

## 【請求項 2】

前記ケイ酸カリウムが2.8~3.9のSiO<sub>2</sub>:K<sub>2</sub>Oモル比を有している、請求項1に記載の研磨システム。

## 【請求項 3】

前記酸化剤が、過酸化水素、ヨウ素酸カリウム、過マンガン酸カリウム、過硫酸アンモニウム、水素ペルオキシ硫酸硫酸カリウム、モリブデン酸アンモニウム、硝酸第二鉄、硝酸カリウム及びそれらの組み合わせからなる群から選ばれる、請求項1又は2に記載の研磨システム。

## 【請求項 4】

9もしくはそれ以上のpHを有している、請求項1~3のいずれか1項に記載の研磨シ

20

ステム。

**【請求項 5】**

4もしくはそれ未満のpHを有している、請求項1～3のいずれか1項に記載の研磨システム。

**【請求項 6】**

1～50ppmのカルシウムイオンをさらに含んでいる、請求項1～5のいずれか1項に記載の研磨システム。

**【請求項 7】**

- (i) タンタルを含む基板に、
- (a) 一般式：M<sub>2</sub>O·mSiO<sub>2</sub>によって表されるケイ酸カリウム（式中、Mはカリウムであり、mはゼロでない正の数である）である水溶性シリケート化合物、
- (b) 基板の少なくとも一部を酸化する酸化剤、
- (c) 水、及び
- (d) 研磨パッド

を含み、そして砥材粒子を有していない研磨システムを接触させること、

(ii) 前記研磨パッドを前記基板に関して移動させること、及び

(iii) 前記基板の少なくとも一部を砥磨して前記基板を研磨することを含む、基板を研磨する方法。

**【請求項 8】**

前記ケイ酸カリウムが2.8～3.9のSiO<sub>2</sub>：K<sub>2</sub>Oモル比を有している、請求項7に記載の方法。 20

**【請求項 9】**

前記酸化剤が、過酸化水素、ヨウ素酸カリウム、過マンガン酸カリウム、過硫酸アンモニウム、水素ペルオキシー硫酸硫酸カリウム、モリブデン酸アンモニウム、硝酸第二鉄、硝酸カリウム及びそれらの組み合わせからなる群から選ばれる、請求項7又は8に記載の方法。

**【請求項 10】**

前記研磨システムが9もしくはそれ以上のpHを有している、請求項7～9のいずれか1項に記載の方法。

**【請求項 11】**

前記研磨システムが4もしくはそれ未満のpHを有している、請求項7～9のいずれか1項に記載の方法。 30

**【請求項 12】**

前記研磨システムが1～50ppmのカルシウムイオンをさらに含んでいる、請求項7～11のいずれか1項に記載の方法。

**【発明の詳細な説明】**

**【技術分野】**

**【0001】**

本発明は、研磨システムと、そのシステムを使用して基板を研磨する方法に関する。

**【背景技術】**

**【0002】**

特に化学的機械的研磨(CMP)を行うため、基板の表面を平坦化したり研磨したりする組成物及び方法がこの技術分野においてよく知られている。研磨組成物(研磨スラリーとしても知られている)は、通常、砥材を水溶液中に含有しており、また、研磨組成物を飽和させた研磨パッドを表面に接触させることによってその表面に対する適用が行われている。典型的には、砥材は、二酸化ケイ素、酸化セリウム、酸化アルミニウム、酸化ジルコニア及び酸化スズを包含する。研磨組成物は、典型的には、研磨パッド(例えば、研磨布又はディスク)と組み合わせて使用されている。別法によれば、研磨パッド中に砥材を混入してもよい。

**【0003】**

40

50

半導体工業の分野では、ケイ素系の金属層間の誘電体層のための研磨組成物がとりわけ良好に開発されており、また、ケイ素系の誘電体についての研磨及び磨耗の化学的及び機械的性質もかなり良好に理解されている。しかしながら、ケイ素系の誘電体材料には、それらの誘電率が比較的に高く、例えば残留水分の含有量のようなファクタに依存してほぼ3.9もしくはそれ以上であるといった問題が存在している。結果として、導電性層間の電気容量（キャパシタンス）も比較的に高くなり、これによりさらに、回路を運転するとのできる速度（周波数）が制限されている。電気容量を低下させるために開発されている戦略は、（1）より低い抵抗値を金属（例えば、銅）を混入すること、及び（2）二酸化ケイ素に比べてより低い誘電率をもった絶縁材料で電気的な絶縁を行うことを包含する。

10

#### 【0004】

二酸化ケイ素基板上に平面的な銅回路のトレースを加工する1つの方法は、ダマシン法と呼ばれている。この方法に従うと、二酸化ケイ素誘電体の表面を常用のドライエッチプロセスでパターニングして垂直方向及び水平方向の相互接続を行うためのホール（孔）及び溝を形成する。パターン形成後の表面には、接着促進層、例えばチタン又はタンタル及び（又は）拡散障壁層、例えば窒化チタン又は窒化タンタルを被覆する。次いで、接着促進層及び（又は）拡散障壁層の上に銅層をオーバーコートする。化学的機械的研磨（CMP）を使用して、二酸化ケイ素表面の隆起部分が露出する平坦な表面が得られるまで、銅のオーバーコート層の厚さならびに任意の接着促進層及び（又は）拡散障壁層の厚さを低下させる。ビアや溝には導電性の銅が充填されたままであり、回路の相互接続体を形成している。

20

#### 【0005】

タンタル及び窒化タンタルは、ダマシン法で、銅をベースとしたデバイス用の接着促進層及び（又は）拡散障壁層として使用するのにとりわけ適当な材料である。タンタル及び窒化タンタルの性質は、銅の性質とは異なっていて、化学的な不活性がかなり大きく、したがって、銅を研磨するのに有用な研磨組成物は、下地のタンタル及び窒化タンタルを除去するためにはしばしば不適当である。したがって、銅-タンタル誘電体の研磨を行うため、一般的には2段階の工程のアプローチが使用されている。すなわち、第1の工程は、銅の大半を除去することを含み、そして第2の工程は、残っている銅と障壁薄膜（例えば、タンタル）を除去することを含んでいる。タンタル及びタンタル窒化物の研磨には、典型的には、砥材を使用することが必要である。砥材は、ビアや溝に残っている銅のスクラッチを引き起こすことがしばしばであり、また、表面に残っている残留砥材については、引き続くポスト研磨クリーニング工程が必要とされることがしばしばであり、この工程でデバイスの生産性の低下や製造コストの増加が引き起こされる。

30

#### 【発明の開示】

#### 【発明が解決しようとする課題】

#### 【0006】

したがって、この技術分野では、タンタルを含む基板の化学的機械的研磨を行うための改良された研磨組成物及び方法の必要性が残されている。

#### 【課題を解決するための手段】

40

#### 【0007】

本発明は、基板を研磨するための化学的機械的研磨システムであって、（a）水溶性シリケート化合物、（b）基板の少なくとも一部を酸化する酸化剤、（c）水、及び（d）研磨パッドを含み、そして該研磨システムが砥材粒子を実質的に含んでいない化学的機械的研磨システムを提供する。また、本発明は、基板を研磨する方法であって、（i）基板に、（a）水溶性シリケート化合物、（b）基板の少なくとも一部を酸化する酸化剤、（c）水、及び（d）研磨パッドを含み、そして砥材粒子を実質的に含んでいない研磨システムを接触させることと、（ii）前記研磨パッドを前記基板に関して移動させることと、（iii）前記基板の少なくとも一部を砥磨して前記基板を研磨することとを含む方法を提供する。

50

## 【発明を実施するための最良の形態】

## 【0008】

本発明は、(a)水溶性シリケート化合物、(b)基板の少なくとも一部を酸化する酸化剤、(c)水、及び(d)研磨パッドを含む化学的機械的研磨システムを提供する。この研磨システムは、砥材粒子を実質的に含んでいない。

## 【0009】

本研磨システムは、水溶性のシリケート化合物を含んでいる。この水溶性シリケート化合物は、任意の適当な水溶性シリケート化合物であることができる。望ましくは、この水溶性シリケート化合物は、アルカリ金属シリケートである。好ましくは、水溶性シリケート化合物は、ケイ酸カリウム、ケイ酸ナトリウム、メタケイ酸カリウム及びメタケイ酸ナトリウムからなる群から選択される。さらに好ましくは、水溶性シリケート化合物は、ケイ酸カリウムである。10

## 【0010】

本発明において使用するのに適当な水溶性シリケート化合物は、シリケートガラスであることができる。シリケートガラスは、典型的には、珪砂を適当なアルカリ金属化合物(例えば、炭酸ナトリウム又は炭酸カリウム)と一緒に高温で溶融させることによって調製されている。

## 【0011】

水溶性シリケートは、一般式： $M_2O \cdot mSiO_2 \cdot nH_2O$ によって表され、式中、Mは、ナトリウム、カリウム及びリチウムからなる群から選択されるアルカリ金属であり、そして、係数を指すmとnは、それぞれ、1モルのM<sub>2</sub>O当りのSiO<sub>2</sub>及びH<sub>2</sub>Oのモル数である。係数mは、M<sub>2</sub>Oに対するSiO<sub>2</sub>のモル比である。なお、M<sub>2</sub>Oに対するSiO<sub>2</sub>の重量比は、水溶性アルカリ金属シリケートの組成を説明するために広く使用されている。係数mは、任意の適当な、ゼロでない正の数であることができ、典型的には1～4であり、さらに典型的には2～4(例えば、2.8～3.9、あるいは3～3.6)である。20

## 【0012】

好ましい1態様において、水溶性シリケート化合物は、一般式： $M_2O \cdot mSiO_2$ によって表されるケイ酸カリウムであり、式中、係数m(例えば、M<sub>2</sub>Oに対するSiO<sub>2</sub>のモル比)は、ゼロでない正の数である。水溶性ケイ酸カリウムは、任意の適当な係数を有することができる。好ましくは、係数は2.8～3.9である。さらに好ましくは、係数は3～3.6である。30

## 【0013】

本発明による研磨組成物において、水溶性シリケート化合物は、水溶液で存在している。水溶性シリケート化合物を提供する方法は、固体の形をした水溶性シリケート化合物を水に溶解して溶液を提供することからなっている。別法によれば、水溶性シリケート化合物の濃縮溶液を希釈して、溶液中で所望の濃度をもったSiO<sub>2</sub>を得ることが可能である。いろいろなグレードのケイ酸カリウム及びケイ酸ナトリウムの水溶液を商業的に入手可能であり、ここで、これらの溶液は、それらの調製に使用されるケイ酸塩の特定の係数ならびに溶液のSiO<sub>2</sub>重量%及びK<sub>2</sub>O又はNa<sub>2</sub>O重量%を特徴としている。ザクロン社(Zacron, Inc.; Cleveland, OH在)及びPQ社(PQ Corporation; Valley Forge, PA在)は、固体の形態及び溶液の両方のケイ酸カリウム及びケイ酸ナトリウムを供給する2つの大きな供給元である。40

## 【0014】

また、ケイ酸カリウムの水溶液は、高められた温度及び(又は)圧力の条件下、二酸化ケイ素(例えば、SiO<sub>2</sub>)源を水酸化カリウムの水溶液と反応させる水熱合成法によつても得ることができる。ケイ酸カリウムの水溶液を調製するのに適当な水熱合成法の例は、米国特許第5,084,262号及び同第5,238,668号に開示されている。

## 【0015】

研磨システムは、任意の適当な量の水溶性シリケート化合物を含むことができる。一般50

的に、研磨システムに存在せしめられる水溶性シリケート化合物の含有量は、水及びそれに溶解せしめられた任意の成分の合計重量を基準として、水溶性シリケート化合物によって与えられる SiO<sub>2</sub> の重量%として表される。典型的には、研磨システムは、水及びそれに溶解せしめられた任意の成分の合計重量を基準として、0.1重量%もしくはそれ以上（例えば、0.2重量%もしくはそれ以上、0.5重量%もしくはそれ以上、あるいは1重量%もしくはそれ以上）の SiO<sub>2</sub> を提供するのに十分な水溶性シリケート化合物を含んでいる。好ましくは、研磨システムは、水及びそれに溶解せしめられた任意の成分の合計重量を基準として、8重量%もしくはそれ未満（例えば、6重量%もしくはそれ未満、あるいは4重量%もしくはそれ未満、あるいはさらに2重量%もしくはそれ未満）の SiO<sub>2</sub> を提供するのに十分な水溶性シリケート化合物を含んでいる。最も好ましくは、研磨システムは、水及びそれに溶解せしめられた任意の成分の合計重量を基準として、0.5～2重量%の SiO<sub>2</sub> を含んでいる。10

#### 【0016】

研磨システムは、任意の適当な pH 値を有することができます。第1の態様において、研磨システムは、望ましくは、9もしくはそれ以上（例えば10もしくはそれ以上、あるいは11もしくはそれ以上）の pH を有している。好ましくは、研磨システムは、9～12の pH、さらに好ましくは10～12の pH、そしてまたさらに好ましくは11～12の pH を有している。

#### 【0017】

第2の態様において、研磨システムは、望ましくは、4もしくはそれ未満（例えば、3もしくはそれ未満）の pH を有している。好ましくは、研磨システムは、2～3の pH を有している。20

#### 【0018】

シリケートガラス（例えば、アルカリ金属シリケート）を溶解することによって得られたか、さもなければ、水熱合成法のよって調製された水溶性シリケート化合物の水溶液は、11もしくはそれ以上の強塩基性の pH を有していて、強塩基及び弱酸の塩からなっており、また、固体材料の沈殿あるいはゲルの形成に対して安定である。pH 値が pH 11 を下回る値まで低下せしめられると、溶液から高分子量のケイ酸重合体が形成され、経時にシリカのヒドロゲルが形成されることとなるであろう。シリカヒドロゲルの形成の反応速度論（例えば、シリカヒドロゲルが形成される速度）は、いくつかのファクタに依存するであろう。ファクタのなかでは、溶液の pH、イオン強度、濃度、そして温度とが重要であると考えられる。水溶性シリケート化合物の水溶液の沈殿あるいはゲル形成に対する安定性は、一般的に、9よりも大きな pH 及び 4 よりも低い pH のときに最高である。30

#### 【0019】

望ましくは、研磨システムは、任意のゲルあるいは沈殿が目視で観察可能となる前に使用される。研磨組成物を調製してから使用するまでの時間は、pH、SiO<sub>2</sub> の濃度、酸化剤及び研磨システムに存在せしめられる任意の成分ならびに研磨システムが使用に供されるときの温度に応じて変動するであろう。本明細書に開示される本発明の方法は、研磨システムが粒状物質を実質的に含まない今まで、あるいは、基板の研磨において該研磨システムを使用する間にゲルを実質的に含まない今まで、研磨システムを使用することを提供する。40

#### 【0020】

研磨システムは、基板の少なくとも一部を酸化する酸化剤を含んでいる。本発明と組み合わせて、任意の適当な酸化剤を使用することができます。好ましくは、酸化剤は、過酸化水素、ヨウ素酸カリウム、過マンガン酸カリウム、過硫酸アンモニウム、水素ペルオキシ硫酸カリウム、モリブデン酸アンモニウム、硝酸第二鉄、硝酸カリウム及びそれらの組合せからなる群から選択される。さらに好ましくは、酸化剤は、過酸化水素である。研磨システムは、典型的には、水及びそれに溶解せしめられた任意の成分の合計重量を基準として、0.1重量%もしくはそれ以上（例えば、0.2重量%もしくはそれ以上、あ50

るいは0.5重量%もしくはそれ以上、あるいは1重量%もしくはそれ以上)の酸化剤を含んでいる。研磨システムは、一般的に、水及びそれに溶解せしめられた任意の成分の合計重量を基準として、10重量%もしくはそれ未満(例えば、8重量%もしくはそれ未満、あるいは5重量%もしくはそれ未満、あるいは3重量%もしくはそれ未満)の酸化剤を含んでいる。

#### 【0021】

研磨システムは、任意に、カルシウムイオンをさらに含んでいる。カルシウムイオンは、任意の適当な水溶性カルシウム化合物によって提供することができる。好ましいカルシウムイオン源は、塩化カルシウムである。カルシウムイオンが存在するとした場合、典型的には、研磨組成物は、水及びそれに溶解せしめられた任意の成分の合計重量を基準として、0.1 ppmもしくはそれ以上(例えば、1 ppmもしくはそれ以上、あるいは5 ppmもしくはそれ以上)のカルシウムイオンを含んでいる。一般的に、研磨組成物は、水及びそれに溶解せしめられた任意の成分の合計重量を基準として、50 ppmもしくはそれ未満(例えば、40 ppmもしくはそれ未満、あるいは30 ppmもしくはそれ未満)のカルシウムイオンを含んでいる。

#### 【0022】

必要ならば、存在している十分なM<sub>2</sub>Oを所望とする最終pHを得るために中和するのに十分な量の酸を添加することによって、水溶性シリケート化合物の強塩基性溶液を酸性化することによって研磨システムのpHを調整することができる。酸は、所望とする最終pHを生じるのに十分に強力な任意の適当な酸であることができる。適当な酸の非限定的な例は、塩酸、硝酸、硫酸、リン酸、蟻酸、酢酸、そしてこれらの酸の混合物を包含する。研磨組成物のpHは、任意の適当な時間で調整することができる。例えば、酸化剤や任意の成分を添加することに先がけて、研磨システムのpHを調整することができる。別の態様では、研磨システムのpHの調整を行う前、水溶性シリケート化合物の溶液を酸化剤及び任意の成分と混合する。さらに別の態様では、使用個所(point-of-use)で(例えば、基板の表面で)システムのpHを調整する。

#### 【0023】

また、緩衝剤を使用することによってpHを調整することもできる。典型的には、緩衝剤は、酸とその共役塩基とを含んでいる。研磨システムのpHを調整するために緩衝剤を使用する場合、所望とするpHを提供するために十分なM<sub>2</sub>Oを中和するために十分な緩衝剤が研磨システムに添加されるということが理解されるであろう。pH緩衝剤は、任意の適当な緩衝剤、例えばリン酸塩、硫酸塩、酢酸塩、ホウ酸塩、アンモニウム塩などであることができる。研磨システムは、任意の適当な量のpH調整剤(例えば、酸又は塩基)及び(又は)pH緩衝剤を含むことができ、但し、所望とするpH範囲内で研磨システムのpHを達成及び(又は)維持するために適当な量で使用しなければならない。

#### 【0024】

研磨システムは、任意に、1種類もしくはそれ以上のその他の添加剤をさらに含んでいる。このような添加剤は、任意の適当な表面活性剤及び(又は)レオロジー調整剤を包含する。適当な表面活性剤は、例えば、カチオン系表面活性剤、アニオン系表面活性剤、アミオン系高分子電解質、非イオン系表面活性剤、両性イオン系表面活性剤、フッ素化表面活性剤、その他を包含する。

#### 【0025】

研磨システムは、任意に、消泡剤をさらに含んでいる。消泡剤は、任意の適当な消泡剤であることができる。適当な消泡剤は、以下に列挙するものに限定されるものではないけれども、シリコン系及びアセチレンジオール系の消泡剤を包含する。研磨システム中に存在させる消泡剤の量は、典型的には、水及びそれに溶解せしめられた任意の成分の合計重量を基準として、40~140 ppmである。

#### 【0026】

研磨システムは、任意に、殺生剤をさらに含んでいる。殺生剤は、任意の適当な殺生剤、例えばイソチアゾリノン殺生剤であることができる。研磨システム中に使用される殺生

剤の量は、典型的には、1～500 ppmであり、好ましくは、10～200 ppmである。

#### 【0027】

本発明に関連して使用される成分はいずれも、混合物あるいは水中の溶液の形で提供することができる。望ましくは、2種類もしくはそれ以上の成分を別々に貯蔵し、引き続いて、それらの成分を混合して研磨システムを形成する。これに関連して、研磨システム（例えば、一緒に混合されるべき成分のすべて）を調製し、次いで、任意のゲルあるいは粒状物質が発現する前、基板の表面に分配するのが好適である。また、2つもしくはそれ以上の別個の生成源から研磨システムの諸成分を分配することを通じて基板の表面に研磨システムを調製し、よって基板の表面（例えば、使用個所）に研磨システムの諸成分を集めることができが好適である。どちらの場合でも、研磨プロセスに先がけて及び（又は）研磨プロセスの間、研磨システムの成分を基板の表面に分配する流量（すなわち、研磨システムの特定の成分の分配量）を変えることができ、よって、研磨システムの研磨特性、例えば研磨速度を変えることができる。10

#### 【0028】

研磨システムの諸成分は、研磨システムを使用する前の十分に先か、さもなければ使用する直前に混合することができるけれども、使用個所あるいはその近傍で混合することができる。ここで、「使用個所」なる語は、それを本明細書で使用した場合、基板の表面に研磨システムが接触せしめられる場所を指している。研磨システムの諸成分を使用個所混合を使用して混合するつもりである場合には、2個もしくはそれ以上の貯蔵装置内で研磨システムの諸成分を別々に保存する。20

#### 【0029】

貯蔵装置に収容された研磨システムの諸成分を使用個所あるいはその近傍で混合するため、典型的には、それらの貯蔵装置に、それぞれの貯蔵装置から研磨システムの使用個所（例えば、プラテン又は基板表面）まで導かれた1本もしくはそれ以上の流路（フローライン）を配備する。ここで、「流路」とは、個々の貯蔵容器から、その内部に収容された成分の使用個所までの流路を意味している。1本もしくはそれ以上の流路は、それぞれ、使用個所に直接的に導くことができ、さもなければ、1本よりも多い数の流路を使用する場合には、2本もしくはそれ以上の流路を任意の個所で合流させて1本の流路となし、この流路を使用個所に導くことができる。さらに、成分の使用個所に到達させる前、1本もしくはそれ以上の流路のいずれか（例えば、個々の流路あるいは1本に合した流路）を最初にその他の装置の1個もしくはそれ以上（例えば、ポンプ装置、計量装置、混合装置、その他）に導くこともできる。30

#### 【0030】

研磨システムの成分は、使用個所に互いに独立して分配することができ（例えば、諸成分を基板表面に分配し、その基板表面上で研磨プロセスの間に諸成分を混合する）、さもなければ、使用個所に分配する直前で諸成分を混合することができる。諸成分の混合が使用個所に到達する前の10秒未満で行われるならば、好ましくは、使用個所に到達する前の5秒未満で行われるならば、さらに好ましくは、使用個所に到達する前の1秒未満で行われるならば、あるいはさらに、諸成分を使用個所に分配するのと同時的に行われるのであるならば（例えば、諸成分を分配器で混合する）、「使用個所に分配する直前で」諸成分を混合するという。また、諸成分の混合が使用個所の5m以内、例えば使用個所の1m以内、あるいはさらに、使用個所の10cm以内（例えば、使用個所の1cm以内）で行われるのであるならば、「使用個所に分配する直前で」諸成分を混合するという。40

#### 【0031】

研磨システムの2種類もしくはそれ以上の成分を使用個所に到達する前に混合するとき、それらの諸成分を流路で混合し、混合装置を使用することなく使用個所に分配することができる。別法によれば、1本もしくはそれ以上の流路を混合装置に導いて、2種類もしくはそれ以上の成分の混合を促進することができる。任意の適當な混合装置を使用することができます。例えば、混合装置は、2種類もしくはそれ以上の成分が内部を流動するノズ50

ルもしくはジェット（例えば、高圧ノズルもしくはジェット）であることができる。別法によれば、混合装置は、容器型の混合装置であることができる。この混合装置は、研磨システムの2種類もしくはそれ以上の成分が混合装置に導入される1個もしくはそれ以上の入口と、混合後の成分が混合装置を出て使用個所に直接的に分配されるかもしくは装置のその他の部材を介して（例えば、1本もしくはそれ以上の流路を介して）分配される少なくとも1個の出口とを備えている。さらに、混合装置は、少なくとも1個の入口と少なくとも1個の出口とをそれぞれが備えた1個よりも多くのチャンバ（処理室）を含むことができ、ここでは、それぞれのチャンバで2種類以上の成分の混合が行われる。もしも容器型の混合装置を使用するのであるならば、その混合装置は、好ましくは、成分の組み合わせをさらに促進する混合機構を含んでいる。混合機構は、この技術分野において一般的に知られており、スタラ、ブレンダ、アジデータ、パドル付きバッフル、ガススパージャシステム、バイブレータ、その他を包含する。

#### 【0032】

研磨システムは、任意の適当な研磨パッド（例えば、研磨面）を含んでいる。適当な研磨パッドは、例えば、織布及び不織布の研磨パッドを包含する。さらに、適当な研磨パッドは、密度、硬さ、厚さ、圧縮性、圧縮時の反発能力及び圧縮モジュラスを異にする任意の適当な重合体を含むことができる。適当な重合体は、例えば、ポリ塩化ビニル、ポリフッ化ビニル、ナイロン、フルオロカーボン、ポリカーボネート、ポリエステル、ポリアクリレート、ポリエーテル、ポリエチレン、ポリアミド、ポリウレタン、ポリスチレン、ポリプロピレン、その適合製品、そしてその混合物を包含する。

#### 【0033】

本発明の研磨システムは任意の基板を研磨するのに有用であるけれども、この研磨システムは、タンタルを含む少なくとも1つの金属層を含む基板を研磨するのにとりわけ有用である。基板は、任意の適当なタンタル含有基板（例えば、集積回路、金属、ILD層、半導体、薄膜、MEMS、磁気ヘッド）であることができ、また、任意の適当な絶縁性、金属、又は金属合金層（例えば、金属導電性層）を含むことができる。絶縁性層は、金属酸化物、多孔性金属酸化物、ガラス、有機重合体、フッ素化有機重合体、あるいは任意のその他の適当な高もしくは低絶縁層であることができる。絶縁層は、好ましくは、シリコン系の金属酸化物である。基板は、好ましくは、銅を含む金属層をさらに含んでいる。

#### 【0034】

本発明は、さらに、本発明の研磨組成物を使用して基板を研磨する方法を提供する。とりわけ、本発明の方法は、(i) 基板に、(a) 水溶性シリケート化合物、(b) 基板の少なくとも一部を酸化する酸化剤、(c) 水、及び(d) 研磨パッドを含み、そして砥粒子を実質的に有していない研磨システムを接触させることと、(ii) 前記研磨パッドを前記基板に関して移動させることと、(iii) 前記基板の少なくとも一部を砥磨して前記基板を研磨することとを含んでいる。

#### 【0035】

本発明によれば、基板を、本明細書に記載した研磨システムを使用して、任意の適当な技法によって研磨することができる。本発明の方法は、化学的機械的研磨(CMP)装置との関連において使用するのに特に良好に適している。典型的には、この装置は、使用時に運動を生じ、かつ軌道、直線もしくは円運動に由来する速度を有するプラテンと、そのプラテンと接触していて、プラテンが運動するときにプラテンと一緒に移動する研磨パッドと、研磨パッドの表面に接触しており、かつその表面に関して移動することによって研磨されるべき基板を保持したキャリヤとを含んでいる。基板の研磨は、その基板を本発明の研磨システムと接触させることによって、かつ研磨パッドを、研磨パッドと基板の間の研磨システムの他の成分とともに基板に関して移動させることによって実施し、よって、基板の一部を砥磨及び除去してその基板の少なくとも一部を研磨する。

#### 【0036】

本発明の方法をCMP装置と関連づけて実施する場合、研磨システムの研磨パッドは、CMP装置の研磨パッドを含んでいる。この研磨パッドは、先に説明したようなものとす

10

20

30

40

50

ることができる。

#### 【0037】

望ましくは、C M P 装置は、その多くがこの技術分野で公知である研磨終点現場検知システムをさらに備えている。基板の表面から反射された光あるいはその他の放射線を分析することによって研磨プロセスを検査及び監視する技法は、この技術分野において知られている。望ましくは、研磨されている基板に関しての研磨プロセスの進行の検査又は監視を行うことでもって研磨の終点を決定すること、すなわち、特定の基板に関しての研磨プロセスをいつ終了させるかということの決定が可能となる。

#### 【実施例】

#### 【0038】

10

下記の実施例は、本発明をさらに説明するためのものである。しかしながら、いうまでもないことであるが、これらの実施例は、本発明の範囲を何らかの形で制限することを意図したものではない。

#### 【0039】

下記の実施例において、二酸化ケイ素の基板上にタンタル層を含む同様な基板をロジテック (Logitech) CDP 研磨装置を使用して研磨した。研磨パラメータは、次の通りであった：ダウンフォース 9 . 3 kPa (1 . 35 psi) 、プラテン速度 69 rpm 、キャリヤ速度 65 rpm 、研磨組成物の流量 160 mL / 分、及び現場コンディショニングした同心溝 C M P パッドの使用。

#### 【0040】

20

#### 実施例 1

この実施例は、本発明の研磨システムを使用して観察された、ケイ酸カリウムの濃度を増加させたときの、タンタル層の除去速度に対する影響を説明するものである。

#### 【0041】

二酸化ケイ素の上にタンタル層を含む同様な基板を、4種類の異なる研磨システム（システム 1 A ~ 1 D ）を使用して別々に研磨した。研磨システムは、それぞれ、pH 11 である 3 重量 % の過酸化水素水と、下記の第 1 表に示すようないろいろな量のケイ酸カリウム（ケイ酸カリウムによって与えられる SiO<sub>2</sub> の最終濃度で表示）とからなっていた。ケイ酸カリウムは、表に記載した濃度の SiO<sub>2</sub> を与えるため、ケイ酸カリウムの 30 重量 % 水溶液 (Kasil 2130; PQ Corp., Valley Forge, PA) を希釈することによって用意した。研磨システムはすべて、使用の前後の目視観察によって均質であった。研磨システムを使用した後、タンタル除去速度を測定した。結果を第 1 表に示す。

30

#### 【0042】

## 【表1】

第1表：タンタル除去速度に対するケイ酸カリウムの濃度の影響

システム	SiO <sub>2</sub> 重量% (ケイ酸カリウムとして)	タンタル除去速度 (Å/分)
1 A (本発明)	0. 25	14
1 B (本発明)	0. 75	70
1 C (本発明)	2. 0	236
1 D (本発明)	6. 0	318

## 【0043】

これらの結果は、可溶性ケイ酸カリウムを含む研磨システムによって呈示されるタンタル除去速度はその研磨システム中に存在する可溶性ケイ酸カリウムの濃度に依存しているということを立証している。可溶性ケイ酸カリウムの濃度が SiO<sub>2</sub> で 2 重量% もしくはそれ以上、特に 2.0 重量% 及び 6.0 重量% (システム 1 C 及び 1 D) であるとき、砥材を使用しなくても実用的なタンタル除去速度が呈示される。

## 【0044】

## 実施例 2

この実施例は、本発明の研磨システムを使用して観察された、添加されたカルシウムイオンの存在においてケイ酸カリウムの濃度を増加させたときの、タンタル層の除去速度に対する影響を説明するものである。

## 【0045】

二酸化ケイ素の上にタンタル層を含む同様な基板を、5種類の異なる研磨システム (システム 2 A ~ 2 E) を使用して別々に研磨した。システム 2 A ~ 2 D は、pH 11 である 3 重量% の過酸化水素水と、20 ppm のカルシウムイオン (塩化カルシウムとして) と、下記の第2表に示すようないろいろな量のケイ酸カリウム (ケイ酸カリウムによって与えられる、SiO<sub>2</sub> の最終濃度で表示) とからなっていた。システム 2 E は、比較のための研磨システムであって、6 重量% のヒュームドシリカ (砥材粒子)、0.5 重量% の酢酸カリウム、0.05 重量% のベンゾトリアゾール、3 重量% の過酸化水素及び 20 ppm のカルシウムイオン (塩化カルシウムとして) を pH 10 で水中に含んでいた。ケイ酸カリウムは、表に記載した濃度の SiO<sub>2</sub> を与えるため、ケイ酸カリウムの 30 重量% 水溶液 (Kasil 2130; PQ Corp., Valley Forge, PA) を希釈することによって用意した。研磨システムはすべて、使用的前後の目視観察によって均質であった。研磨システムを使用した後、タンタル除去速度を測定した。結果を第2表に示す。

## 【0046】

10

20

30

40

【表2】

第2表：タンタル除去速度に対するカルシウムイオン添加のケイ酸カリウムの濃度の影響

システム	SiO <sub>2</sub> 重量% (ケイ酸 カリウムとして)	タンタル除去速度 (Å/分)
2A (本発明)	0.25	232
2 (本発明)	0.75	324
2C (本発明)	2.0	482
2D (本発明)	6.0	289
2E (比較例)	0	456*

\* 2回の実験の平均

10

20

## 【0047】

これらの結果は、可溶性ケイ酸カリウム及び20 ppmのカルシウムイオンを含む研磨システムによって呈示されるタンタル除去速度はその研磨システム中に存在する可溶性ケイ酸カリウムの濃度に依存しているということと、SiO<sub>2</sub>が0.25重量%もしくはそれ以上のときに実用的なタンタル除去速度が達成され、SiO<sub>2</sub>が2.0重量%のときに最大のタンタル除去速度が観察されるということとを立証している。2.0重量%のSiO<sub>2</sub>及び20 ppmのカルシウムイオンのとき(システム2C)に観察されたタンタル除去速度は、ヒュームドシリカ砥材粒子を含む比較例のシステム(システム2E)のときに観察されたタンタル除去速度と本質的に同等であった。

30

---

フロントページの続き

(74)代理人 100102990

弁理士 小林 良博

(74)代理人 100093665

弁理士 蛭谷 厚志

(72)発明者 チェリアン, アイザック

アメリカ合衆国, イリノイ 60504, オーロラ, ノース コモンズ ドライブ 870, キヤ  
ボット マイクロエレクトロニクス コーポレイション, ケア オブ リーガル デパートメント

(72)発明者 モーゲンボーグ, ケビン

アメリカ合衆国, イリノイ 60504, オーロラ, ノース コモンズ ドライブ 870, キヤ  
ボット マイクロエレクトロニクス コーポレイション, ケア オブ リーガル デパートメント

審査官 西中村 健一

(56)参考文献 特開2001-144042(JP, A)

特表2004-507899(JP, A)

特表2003-535452(JP, A)

国際公開第2005/026277(WO, A1)

特開平09-306881(JP, A)

特表2003-509855(JP, A)

特開2004-276219(JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

H01L 21/304

B24B 37/00-32

C09K 3/14