

(19) 日本国特許庁(JP)

## (12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第6715006号  
(P6715006)

(45) 発行日 令和2年7月1日(2020.7.1)

(24) 登録日 令和2年6月10日(2020.6.10)

(51) Int.Cl.

F 1

B24D 7/02 (2006.01)

B24D 7/02  
B24D 3/00 (2006.01)B24D 3/00  
B24D 3/00B  
310D  
320A

請求項の数 5 (全 26 頁)

(21) 出願番号 特願2015-525533 (P2015-525533)  
 (86) (22) 出願日 平成25年7月31日 (2013.7.31)  
 (65) 公表番号 特表2015-524358 (P2015-524358A)  
 (43) 公表日 平成27年8月24日 (2015.8.24)  
 (86) 國際出願番号 PCT/US2013/052834  
 (87) 國際公開番号 WO2014/022465  
 (87) 國際公開日 平成26年2月6日 (2014.2.6)  
 審査請求日 平成28年8月1日 (2016.8.1)  
 審判番号 不服2019-590 (P2019-590/J1)  
 審判請求日 平成31年1月17日 (2019.1.17)  
 (31) 優先権主張番号 61/678,666  
 (32) 優先日 平成24年8月2日 (2012.8.2)  
 (33) 優先権主張国・地域又は機関  
米国(US)

(73) 特許権者 505005049  
スリーエム イノベイティブ プロパティ  
ズ カンパニー  
アメリカ合衆国, ミネソタ州 55133  
-3427, セント ポール, ポスト オ  
フィス ボックス 33427, スリーエ  
ム センター  
(74) 代理人 100110803  
弁理士 赤澤 太朗  
(74) 代理人 100135909  
弁理士 野村 和歌子  
(74) 代理人 100133042  
弁理士 佃 誠玄

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】精密に成形された構造部を有する研磨物品及びその作製方法

## (57) 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

第1の研磨要素と、第1の弾性要素と、第1の締結要素と、  
第2の研磨要素と、第2の弾性要素と、第2の締結要素と、  
キャリアと、を備え、  
前記第1の弾性要素と前記第1の締結要素とは、前記第1の研磨要素と前記キャリアと  
の間に配置され、

前記第2の弾性要素と前記第2の締結要素とは、前記第2の研磨要素と前記キャリアと  
の間に配置され、

前記第1の弾性要素及び前記第2の弾性要素は、それぞれ前記第1の締結要素及び前記  
第2の締結要素によって圧縮位置に固定されており、

前記第1の研磨要素及び前記第2の研磨要素が、第1主表面及び第2主表面をそれぞれ  
備え、

前記第1の研磨要素及び前記第2の研磨要素の少なくとも前記第1主表面が、複数の精  
密に成形された構造部を備え、

前記研磨要素は、前記構造部と前記構造部間の領域とが介在マトリックスを有すること  
なく連続的な一次研磨材料からなる実質的に無機のモノリシック構造を備える、研磨物品  
。

## 【請求項 2】

前記無機のモノリシック構造が、99重量%の炭化物セラミックスである、請求項1に

10

20

記載の研磨物品。

【請求項 3】

精密に成形された構造部を有する前記第 1 の要素及び前記第 2 の要素のそれぞれが、前記構造部高さの約 20 % 未満の構造部不均一性を有する、請求項 1 に記載の研磨物品。

【請求項 4】

第 1 の研磨要素と、第 1 の弹性要素と、第 1 の締結要素と、

第 2 の研磨要素と、第 2 の弹性要素と、第 2 の締結要素と、

キャリアと、を備え、

前記第 1 の弹性要素と前記第 1 の締結要素とは、前記第 1 の研磨要素と前記キャリアとの間に配置され、

前記第 2 の弹性要素と前記第 2 の締結要素とは、前記第 2 の研磨要素と前記キャリアとの間に配置され、

前記第 1 の弹性要素及び前記第 2 の弹性要素は、それぞれ前記第 1 の締結要素及び前記第 2 の締結要素によって圧縮位置に固定されており、

前記第 1 の研磨要素及び前記第 2 の研磨要素が、第 1 主表面及び第 2 主表面をそれぞれ備え、

前記第 1 の研磨要素及び前記第 2 の研磨要素の少なくとも前記第 1 主表面が、ダイヤモンドコーティングを有する、複数の精密に成形された構造部を備え、

前記研磨要素は、前記構造部と前記構造部間の領域とが介在マトリックスを有することなく連続的な一次研磨材料からなる実質的に無機のモノリシック構造を備える、研磨物品。

【請求項 5】

前記ダイヤモンドコーティングが、ダイヤモンド、ドープダイヤモンド、ダイヤモンド状炭素、ダイヤモンド状ガラス、多結晶ダイヤモンド、微結晶ダイヤモンド、ナノ結晶ダイヤモンド、及びこれらの組み合わせのうちの 1 つから選択される、請求項 4 に記載の研磨物品。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、全般的に研磨物品に関する。具体的には、本発明は、少なくとも 99 重量 % の炭化物セラミックスを含み、かつ約 5 % 未満の気孔率を有する、研磨要素を含む。

【背景技術】

【0002】

半導体及びマイクロチップ産業は、デバイス製造の間に、幾つかの化学機械平坦化 (C M P) プロセスに依存する。これらの C M P プロセスは、集積回路の製造の際、ウェハの表面を平坦化するために使用される。典型的には、それらのプロセスは、研磨スラリー及び研磨パッドを利用する。C M P プロセスの間、ウェハ及び研磨パッドから材料が除去され、副産物が形成される。これらの副産物は、全て研磨パッド表面上に蓄積することにより、その表面を目づぶれさせ、その性能を劣化させ、その耐用期間を減少させ、ウェハの欠陥性を増大させる恐れがある。これらの問題に対処するために、望ましくない廃棄物の蓄積を除去し、かつ研磨パッド表面上の凹凸を再形成する研磨メカニズムによって、研磨パッドの性能を再生するための、パッドコンディショナーが設計される。

【0003】

殆どの市販のパッドコンディショナーは、マトリックス内に結合された工業用ダイヤモンド研磨材を有する。典型的なマトリックス材料としては、ニッケルクロム、ろう付け金属、電気メッキ材料、及び C V D ダイヤモンド膜が挙げられる。ダイヤモンドの不規則な粒度分布及び形状分布、並びにそれらのダイヤモンドの無秩序な方向性のために、ダイヤモンドを正確に分類し、方向付け、又はパターン形成し、かつ、それらの高さを制御するための、様々な独自開発プロセスが考案されている。しかしながら、ダイヤモンドグリットの自然な多様性を考慮すると、実際に C M P パッドを研磨するダイヤモンド (「作動ダ

10

20

30

40

50

イヤモンド」)が2~4%のみであることは、珍しいことではない。研磨材の切削先端部及び切削縁部の分布を制御することは、製造上の課題であり、パッドコンディショナーの性能の多様性に貢献するものである。

#### 【0004】

更には、現在のマトリックス及び結合の方法はまた、組み込むことが可能なダイヤモンドのサイズを限定する場合もある。例えば、約45マイクロメートル未満の小さいダイヤモンドは、それらをマトリックス内部に埋没させずに結合することが困難である場合がある。

#### 【0005】

金属CMP用の酸性スラリーもまた、従来のパッドコンディショナーに対して課題を提起し得る。酸性スラリーは、金属結合マトリックスと化学的に反応することにより、マトリックスと研磨粒子との結合を弱化する恐れがある。このことは、コンディショナー表面からのダイヤモンド粒子の剥離を生じさせ、高いウェハ欠陥率をもたらし、かつ潜在的に、ウェハ上にスクラッチを生じさせる恐れがある。金属マトリックスの侵食はまた、ウェハの金属イオン汚染も生じさせる恐れがある。

10

#### 【発明の概要】

#### 【課題を解決するための手段】

#### 【0006】

一実施形態では、本発明は、第1の研磨要素、第2の研磨要素、第1主表面及び第2主表面を有する弾性要素、並びにキャリアを含む、研磨物品である。第1の要素及び第2の研磨要素は、第1主表面及び第2主表面をそれぞれ備える。第1の研磨要素及び第2の研磨要素の少なくとも第1主表面は、複数の精密に成形された構造部を備える。これらの研磨要素は、実質的に無機のモノリシック構造を備える。

20

#### 【0007】

別の実施形態では、本発明は、研磨物品を作製する方法である。この方法は、最初に、第1の研磨要素及び第2の研磨要素を準備する工程を含み、これら第1の研磨要素及び第2の研磨要素のそれぞれは、第1主表面及び第2主表面を備え、少なくとも第1主表面は、複数の精密に成形された構造部を含む。この方法は、第1の研磨要素及び第2の研磨要素の第1主表面を、位置合わせプレートと接触させて定置する工程と、第1主表面及び第2主表面を有する弾性要素を準備する工程と、この弾性要素の第1主表面を、研磨要素の第2主表面に固定する工程と、締結要素を準備する工程と、この締結要素によって、弾性要素の第2主表面をキャリアに固定する工程とを更に含む。D<sub>0</sub>の共通の最大設計構造部高さを有する、全ての研磨要素上の構造部の集合的グループは、その構造部高さの約20%未満の非共平面性を有する。

30

#### 【0008】

更に別の実施形態では、本発明は、第1の研磨要素、第2の研磨要素、第1主表面及び第2主表面を有する弾性要素、並びにキャリアを含む、研磨物品である。第1の研磨要素及び第2の研磨要素は、第1主表面及び第2主表面をそれぞれ含む。第1の研磨要素及び第2の研磨要素の少なくとも第1主表面は、ダイヤモンドコーティングを有する、複数の精密に成形された構造部を含む。これらの研磨要素は、実質的に無機のモノリシック構造を含む。

40

#### 【図面の簡単な説明】

#### 【0009】

【図1a】一部の実施例で使用される、グリッドパターンに配置構成された、ピラミッド形の精密に成形された構造部を有する、ポジ型マスターの平面図である。

【図1b】グリッドパターンに配置構成された、ピラミッド形の精密に成形された構造部を有する、図1aのポジ型マスターの断面図である。

【図2】星形パターンに配置構成された、本発明の研磨要素を含む、研磨物品の平面図である。

【図3a】実施例12及び比較例13の大域的共平面性を示す。

50

【図3 b】実施例12及び比較例13の大域的共平面性を示す。

【図4 a】実施例15で使用される、グリッドパターンに配置構成された、ピラミッド形の精密に成形された構造部を有する、ポジ型マスターの平面図である。

【図4 b】グリッドパターンに配置構成された、ピラミッド形の精密に成形された構造部を有する、図4 aのポジ型マスターの断面図である。

【図5 a】実施例16で使用される、グリッドパターンに配置構成された、ピラミッド形の精密に成形された構造部を有する、ポジ型マスターの平面図である。

【図5 b】グリッドパターンに配置構成された、ピラミッド形の精密に成形された構造部を有する、図5 aのポジ型マスターの断面図である。

【図6】二重星形パターンに配置構成された、本発明の研磨要素を含む、研磨物品の平面図である。 10

#### 【0010】

これらの図は、正確な縮尺では描かれておらず、単に例示の目的を意図するものに過ぎない。

#### 【発明を実施するための形態】

#### 【0011】

本発明の精密に成形された研磨要素は、約99%の炭化物セラミックスで形成され、約5%未満の気孔率を有し、複数の精密に成形された構造部を含む。この複数の精密に成形された構造部は、研磨複合材料ではなく、モノリシックである。組み込まれた研磨粒子を放出するように侵食する複合材料とは異なり、このモノリスは、組み込まれた研磨粒子の損失を伴うことなく機能するため、スクラッチングの危険性を低減する。本発明の研磨要素を組み入れた研磨物品は、一貫性のある再現可能な性能、ワークピース表面に対する研磨作動先端部の正確な位置合わせ、長い耐用期間、良好な構造部保全性（良好な複製、低侵食、及び耐破壊性を含む）、低い金属イオン汚染、信頼性、生産性設計を通じた一貫性のあるコスト効率が良い製造、及び、様々な研磨パッドの構成に適合される能力を有する。一実施形態では、この研磨物品は、パッドコンディショナーである。 20

#### 【0012】

##### 研磨要素

本発明の精密に構造化された研磨要素は、第1主表面、第2主表面、及び、少なくとも一方の主表面上の複数の精密に成形された構造部を含む。この研磨要素は、炭化物で形成され、約99重量%の炭化物セラミックスである。一実施形態では、この炭化物セラミックスは、炭化ケイ素、炭化ホウ素、炭化ジルコニウム、炭化チタン、炭化タンゲステン、又はこれらの組み合わせである。一部の実施形態では、この99重量%の炭化物セラミックスは、実質的に炭化ケイ素である。具体的には、炭化物セラミックスは、少なくとも約90重量%の炭化ケイ素である。この研磨要素は、炭化物形成元素を使用することなく製造され、酸化物焼結助剤を実質的に含まない。一実施形態では、この研磨要素は、約1%未満の酸化物焼結助剤を含む。この研磨要素はまた、ケイ素も実質的に含まず、具体的には、約1%未満の元素態ケイ素を含む。 30

#### 【0013】

驚くべきことに、優れた構造部保全性を有する、実質的な炭化物セラミックスの成形が可能であることが見出されている。これらの組成物が焼結されると、それらは、約5%未満の気孔率を有する、堅固かつ耐久性のある研磨要素を产生する。具体的には、この研磨要素は、約3%未満の気孔率、より具体的には約1%未満の気孔率を有する。この研磨要素はまた、約20マイクロメートル未満の平均粒度、具体的には約10マイクロメートル未満の平均粒度、より具体的には約5マイクロメートル未満の平均粒度、更により具体的には約3マイクロメートル未満の平均粒度も有する。この低い気孔率及び粒度は、堅固かつ耐久性のある複製構造部を達成する際に重要であり、このことはまた、その研磨要素の良好な耐用期間及び低い摩耗率をもたらす。 40

#### 【0014】

セラミックスの焼結の際、低い気孔率は、多くの場合、粒度の成長を犠牲として達成さ 50

れる。これらの実質的な炭化物組成物が、高い焼結温度にもかかわらず、低い気孔率及び小さい粒度の双方に役立ち得ることは、驚くべきことである。このことが、構造化されたグリーン体の形成から生じ得る、非理想的な圧縮の更なる課題と組み合わされる場合、これらの組成物が、高い構造部忠実度での成形に役立ち得ることもまた、驚くべきことである。

#### 【0015】

この研磨要素は、精密に成形された研磨構造部、すなわち、ワークピースに向けて突出する、研磨要素内の突起部を含む。この研磨構造部は、任意の（多角形又は非多角形の）形状を有し得るものであり、同じ高さ、又は様々に異なる高さを有し得る。更には、研磨構造部は、同じ基底部サイズ、又は様々に異なる基底部サイズを有し得る。研磨構造部は、規則的配列又は不規則配列で離間配置することができ、単位格子から構成されるパターンへと作製することができる。

#### 【0016】

この研磨要素は、約1～約2000マイクロメートルの長さ、具体的には約5～約700マイクロメートルの長さ、より具体的には約10～約300マイクロメートルの長さを有する、研磨構造部を含む。一実施形態では、この研磨要素は、約1～約1000構造部/mm<sup>2</sup>の構造部密度、具体的には約10～約300構造部/mm<sup>2</sup>の構造部密度を有する。

#### 【0017】

一実施形態では、この研磨要素は、辺縁域、すなわち研磨構造部が存在しない、研磨要素の辺縁上の区域を含む。

#### 【0018】

この研磨要素をコーティングすることにより、更なる耐摩耗性及び耐久性を達成し、摩擦係数を低減し、腐食から保護し、表面特性を変更することができる。有用なコーティングとしては、例えば、化学気相成長（CVD）又は物理気相成長（PVD）ダイヤモンド、ドープダイヤモンド、炭化ケイ素、立方晶窒化ホウ素（CBN）、フルオロケミカルコーティング、疎水性又は親水性コーティング、表面改質コーティング、耐食コーティング、ダイヤモンド状炭素（DLC）、ダイヤモンド状ガラス（DLG）、炭化タンゲステン、窒化ケイ素、窒化チタン、粒子コーティング、多結晶ダイヤモンド、微結晶ダイヤモンド、ナノ結晶ダイヤモンドなどが挙げられる。一実施形態では、このコーティングはまた、例えば、微細ダイヤモンド粒子及び気相成長ダイヤモンドマトリックスの複合体などの、複合材料とすることもできる。一実施形態では、これらのコーティングは、コンフォーマルなものであり、コーティング表面の下に、精密な表面構造部が見えることを可能にする。このコーティングは、化学気相成長若しくは物理気相成長、噴霧、浸漬、及びロールコーティングを含めた、当該技術分野において既知の任意の好適な方法によって、成膜することができる。

#### 【0019】

一実施形態では、この研磨要素は、非酸化物コーティングでコーティングすることができる。CVDダイヤモンドコーティングが使用される場合、炭化ケイ素セラミックスの使用は、その炭化ケイ素の熱膨張係数とCVDダイヤモンド膜の熱膨張係数との間に、良好な整合が存在するという点で、更なる利益を有するものである。それゆえ、これらのダイヤモンドコーティングされた研磨材は、優れたダイヤモンド膜の付着性及び耐久性を、更に有する。

#### 【0020】

一実施形態では、この研磨要素は、成形グリーン体から製造される。そのような場合には、この研磨要素は、成形研磨要素と見なされる。この精密に構造化された研磨材は、金型内に加圧成形され、焼結された、セラミックスである。この金型自体を、精密に構造化された研磨要素の製造の際に使用することができる。精密に構造化された研磨要素は、最大限の構造部高さの均一性を有する。構造部高さの均一性とは、構造部の基底部に対する選択された構造部の高さの均一性を指す。不均一性は、選択された構造部の平均の高さか

10

20

30

40

50

らの、選択された構造部の高さの差異の、絶対値の平均である。選択された構造部は、最大共通設計高さ  $D_0$  を有する構造部のセットである。本発明の精密に成形された研磨要素は、構造部高さの約 20 % 未満の不均一性を有する。一実施形態では、この研磨要素は、構造部高さの約 10 % 未満の不均一性、具体的には構造部高さの約 5 % 未満の不均一性、より具体的には構造部高さの約 2 % 未満の不均一性を有する。

#### 【0021】

研磨要素が成形される場合、その研磨要素は、精密に構造化された研磨要素のサブセットであり、その構造は、成形プロセスによって与えられる。例えば、その形状は、金型キャビティの反転とすることができるため、金型から研磨要素のグリーン体が取り出された後に、その形状が保持される。様々なセラミックス成形プロセスを使用することができ、それらのプロセスとしては、射出成形、スリップ鋳込、ダイ加圧成形、高温加圧成形、型押し加工、移送成形、ゲル鋳込などが挙げられるが、これらに限定されない。一実施形態では、ダイ加圧成形プロセスを室温で使用して、その後に焼結する。典型的には、室温に近い温度での、セラミックスのダイ加圧成形は、セラミックス乾式加圧成形と称される。セラミックス乾式加圧成形は、典型的には、より低い温度で行われ、遙かに少量の結合剤が使用され、ダイ加圧成形が使用され、結合剤としての使用に好適な材料が必ずしも熱可塑性樹脂に限定されないという点で、セラミックス射出成形とは異なる。

10

#### 【0022】

##### 研磨物品

本発明の精密に設計された研磨物品は、全般的に、少なくとも 1 つの研磨要素、締結要素、及び弾性要素を含む。一実施形態では、この精密に設計された研磨物品は、複数の研磨要素を含む。締結要素は、1 つ以上の材料を一体に接着するために使用される。好適な締結要素の例としては、二成分エポキシ、感圧性接着剤、構造用接着剤、ホットメルト接着剤、B ステージ化可能接着剤、機械的締結具、及び機械的固定装置を挙げることができ、これらに限定されない。

20

#### 【0023】

弾性要素は、個々の研磨要素の独立した懸架、又は複数の構造化された研磨要素の大域的な懸架を提供するように機能する。弾性要素は、精密に構造化された研磨要素及び / 又はキャリアよりも剛性が低く、より圧縮可能な材料である。弾性要素は、圧縮下で弾性的に変形するものであり、締結要素によって圧縮位置に固定することができ、又は使用時に弾性的に変形させることができる。弾性要素は、分割式、連続式、非連続式、又はジンバル式とすることができます。好適な弾性要素の例としては、機械ばね状装置、可撓性ワッシャ、発泡体、ポリマー、又はゲルが挙げられるが、これらに限定されない。弾性要素はまた、接着性裏材を有する発泡体などの、締結特性も有し得る。一実施形態では、弾性要素はまた、締結要素としても機能し得る。

30

#### 【0024】

ダイヤモンドの高さが不定である、ダイヤモンドグリットパッドコンディショナーとは異なり、この研磨要素の研磨構造部は、基準面に位置合わせすることができる。この基準面は、研磨要素又は研磨物品の選択された構造部の最高点を通る、理論平面である。構造部の最高点はまた、構造部先端部、又は先端部とも称される。選択された構造部は、最大共通設計高さ  $D_0$  を有する、作動構造部のセットである。起伏のある表面に関しては、基準面を画定する構造部は、最も高い高さを有する 3 つの構造部である。

40

#### 【0025】

この位置合わせプロセスは、ワークピース若しくは研磨パッドに対する規定の支持面積又は提示を、再現可能に作り出すために重要である。下層のキャリアである（すなわち、ダイヤモンド先端部ではない）最も平坦な表面に位置合わせされる、ダイヤモンドグリットコンディショナーとは異なり、この精密に構造化された研磨要素は、構造部の最高点と接触する、平坦表面（すなわち、「位置合わせプレート」）を使用して、最も良好に位置合わせされる。この位置合わせプレートの平坦表面は、好ましくは、長さ 4 インチ（10.2 cm）当り、少なくとも約 + / - 2.5 マイクロメートルの公差、又は更に低い、す

50

なわち更に平坦な公差を有する。弹性要素及び締結要素は、この組み立てプロセスで、キャリア基板上にそれらの要素を互いに対し精密に位置合わせるために使用される。

#### 【0026】

この研磨物品はまた、1つ以上の洗浄要素も含み得るものであり、それらの洗浄要素は、連続式又は非連続式とすることができる。洗浄要素は、ワークピース表面の洗浄を提供する機能を有する。洗浄要素は、残渣を掃き出すように設計された、ブラシ又は他の材料から構成することができ、あるいは、表面からのスラリー若しくは削り屑の除去を提供する、チャネル又は隆起区域とすることができます。

#### 【0027】

研磨要素は、精密に平坦なキャリア上に、位置合わせして取り付けることができる。好適なキャリア材料の例としては、金属（例えば、ステンレス鋼）、セラミックス、ポリマー（例えば、ポリカーボネート）、サーメット、ケイ素、及び複合材料が挙げられるが、これらに限定されない。研磨要素及びキャリアはまた、円形若しくは非円形の外辺部を有する場合もあり、起伏がある場合もあり、又はカップ若しくはドーナツの形状を有する場合などもある。この場合には、研磨要素は、最大限の構造部先端部の共平面性が存在するように位置合わせされる。非共平面性は、選択された先端部のセットの、それらの先端部のセットを通る理想的な基準面からの距離の、絶対値の平均である。非共平面性は、選択された構造部の高さ  $D_0$  に対する百分率として表される。

#### 【0028】

本発明の研磨要素及び研磨物品は、精密に設計された表面を有することにより、ワークピースに係合する構造部の低い欠陥率及び欠陥数によって測定されるような、再現可能かつ予測可能な表面トポロジーをもたらす。複数の構造部高さが存在する場合、一次作動構造部は、本質的に等しい高さの、最も高い構造部である。二次及び三次作動構造部は、一次作動構造部からの、第1及び第2の高さのオフセットのものであり、そのオフセットは、三次構造部よりも二次構造部に関して小さいものである。この定義は、他の構造部高さにまで及ぶ。

#### 【0029】

得られる研磨要素及び研磨物品は、精密な構造部の複製、低欠陥、並びに一次構造部の良好な均一性及び平面性を有する。欠陥は、例えば、精密に成形された研磨構造部の表面に、非意図的な陥凹、空気の細孔、又は気泡が存在する場合に生じるものであり、典型的には、精密に成形された研磨構造部ごとに、場所及び/又はサイズが異なる。研磨物品内の多くの精密に成形された構造部の、全体的な形状及びパターンを見ることによって、それらの配列内の個々の精密に成形された構造部を比較する場合、それらの欠陥は、顕微鏡下で容易に識別可能である。一部の実施形態では、精密に成形された研磨要素の欠陥は、精密に成形された研磨構造部の頂点の欠損をもたらす。一実施形態では、この研磨要素又は研磨物品は、約30%未満の欠陥構造部の百分率、具体的には約15%未満の欠陥構造部の百分率、具体的には約2%未満の欠陥構造部の百分率を有する。

#### 【0030】

この研磨物品はまた、加工処理、又はコーティングされた材料との熱的な不整合からの、各研磨要素の反り（バウ又はワープ）が低いものとなるか、若しくは制御されることにより、良好な要素の平面性がもたらされる。「要素の平面性」とは、基準面に対する、精密に構造化された研磨要素内部の選択された構造部先端部の平面性を指す。要素の平面性は、金型の設計、成形工具の忠実度、並びに成形及び焼結プロセスの均一性（例えば、特異的な収縮及び反り）などによって部分的に決定される。单一の要素に関しては、平面性とは、基準面に対する、構造部先端部のセットの距離の変動性を指す。平面性を算出するために使用される先端部のセットは、共通の最大設計高さ  $D_0$  を有する全ての構造部からの先端部を含む。基準面は、高さ  $D_0$  の全ての選択された構造部先端部の、最良の線形回帰適合を有する平面として画定される。非平面性は、基準面からの、選択された先端部の距離の、絶対値の平均である。平面性は、カーボン紙写し込み試験によって、あるいは、画像解析ソフトウェア、例えば、MOUNTAINSMAP V5.0 画像解析ソフトウ

10

20

30

40

50

エア (Digital Surf, Besancon, France) と組み合わせた、レーザー形状測定、共焦点撮像、及び共焦点走査型顕微鏡法を含めた、標準的なトポロジーツールによって、測定することができる。要素のトポロジーはまた、傾斜、尖度などによって特徴付けることもできる。本発明の精密に成形された研磨要素は、構造部高さの約 20 % 未満の非平面性を有する。一実施形態では、この研磨要素は、構造部高さの約 10 % 未満の非平面性、具体的には構造部高さの約 5 % 未満の非平面性、より具体的には構造部高さの約 2 % 未満の非平面性を有する。

#### 【0031】

この研磨物品はまた、精密に成形された研磨要素の正確な位置合わせも有することにより、実質的な共平面性が存在する。複数の要素に関しては、共平面性とは、基準面に対する、複数の要素からの構造部先端部のセットの距離の変動性を指す。この基準面は、最大高さ  $D_0$  の全ての選択された構造部先端部の、最良の線形回帰適合を有する平面として画定される。非共平面性は、基準面からの、選択された先端部の距離の、絶対値の平均である。非共平面性は、個別の研磨要素が位置合わせされていない場合に生じる。非共平面性は、不均等な圧力分布によって、例えば、カーボン写し込み試験によって、視認することができる。カーボン写し込み試験で均一分布を有する、複数の研磨要素に関しては、レーザー形状測定、共焦点撮像、及び共焦点走査型顕微鏡法を含めた、標準的なトポロジーツールによって、共平面性の程度を更に定量化することができる。画像ソフトウェア (例えば、MOUNTAINS MAP) を使用して、複数の地形的マップを、解析用の複合的な地形的マップへと組み合わせることができる。 $D_0$  の共通の最大設計構造部高さを有する、全ての研磨要素上の構造部の集合的グループは、その構造部高さの約 20 % 未満の非共平面性を有する。一実施形態では、研磨要素は、構造部高さの約 10 % 未満の非共平面性、具体的には構造部高さの約 5 % 未満の非共平面性、より具体的には構造部高さの約 2 % 未満の非共平面性を有する。

#### 【0032】

本発明の研磨要素は、機械加工、微細機械加工、微細複製加工、成形、押し出し加工、射出成形、セラミックス加圧成形などによって形成することができるため、精密に成形された構造体が製造され、部品ごとに、及び一部品の範囲内で再現可能であり、特定の設計を複製する能力を示すものである。一実施形態では、セラミックスのダイ加圧成形プロセスが使用される。具体的には、セラミックスのダイ加圧成形プロセスは、セラミックス乾式加圧成形である。

#### 【0033】

一実施形態では、1つ以上の研磨要素を含む研磨物品は、複数の、精密に成形され、設計されたモノリスから製造され、それらのモノリスは、良好な構造部保全性を有するよう設計され、比較的耐食性であり、耐破壊性である。モノリスは、連続的構造、及び精密に成形されたトポロジーを有し、研磨要素の、研磨構造部と研磨構造部間の領域とは、構造化された研磨複合材料内に存在するような介在マトリックスを有することなく、連続的であり、一次研磨材料からなる。このトポロジーは既定のものであり、機械加工、微細機械加工、水噴射切削、射出成形、押し出し成形、微細複製加工、又はセラミックスのダイ加圧形成などの方法から形成することが可能な材料から、複製される。

#### 【0034】

##### グリーン体及び方法

成形セラミックスグリーン体を焼結することにより、高い密度、剛性、破壊韌性、及び良好な構造部忠実度を達成することができる。このグリーン体は、当業者によって通常言及されるように、未焼結の圧縮されたセラミックス要素である。このグリーン体は、第1主表面、第2主表面、及び複数の精密に成形された構造部を含む。

#### 【0035】

このグリーン体は、複数の無機粒子、及び結合剤を含み、それらの複数の無機粒子は、少なくとも約 99 重量 % の炭化物セラミックスである。一実施形態では、それらの無機粒子はセラミックス粒子であり、炭化ケイ素、炭化ホウ素、炭化ジルコニアム、炭化タンゲ

10

20

30

40

50

ステン、又はこれらの組み合わせとすることができます。

【0036】

グリーン体の結合剤は、熱可塑性結合材とすることができます。好適な結合剤の例としては、熱可塑性ポリマーが挙げられるが、これに限定されない。一実施形態では、この結合剤は、約25未満のT<sub>g</sub>、具体的には約0未満のT<sub>g</sub>を有する、熱可塑性結合材である。一実施形態では、この結合剤は、ポリアクリレート結合剤である。

【0037】

このグリーン体はまた、炭素源も含む。炭素源の好適な例としては、フェノール樹脂、セルロース化合物、糖類、黒鉛、カーボンブラック、及びこれらの組み合わせが挙げられるが、それらに限定されない。一実施形態では、このグリーン体は、約0～約10重量%の炭素源、具体的には約2～約7重量%の炭素源を含有する。グリーン体組成物中の炭素化合物は、焼結後に、より低い気孔率をもたらす。このグリーン体はまた、離型剤又は潤滑剤などの、追加的な機能性材料も含み得る。一実施形態では、このグリーン体は、約0～10重量%の潤滑剤を含有する。

10

【0038】

成形グリーン体は、前述のように、セラミックス成形プロセスによって作り出される。このグリーン体を焼結することにより、実質的な保全性を有して製造される研磨要素を形成することができる。焼結前グリーン体は、最終的な焼結物品中には実質的に存在しない、炭素などの逃散元素を含有することが、理解される。（それゆえ、炭化物相は、最終的な焼結物品中では99%であるが、グリーン体中では、より低い組成を有する。）

20

【0039】

このグリーン体は、研磨要素前駆体であり、最初に、複数の無機粒子、結合剤、及び炭素源を混合して、混合物を形成することによって作製される。一実施形態では、この混合物の粒塊が、噴霧乾燥プロセスによって形成される。

【0040】

一実施形態では、このグリーン体は、セラミックス乾式加圧成形などの、ダイ加圧成形操作によって形成される。噴霧乾燥された混合物の粒塊は、ダイキャビティ内に充填される。それらの粒塊を、任意選択的に篩にかけることにより、特定のサイズの粒塊を提供することができる。例えば、それらの粒塊を篩にかけて、約45マイクロメートル未満のサイズを有する粒塊を提供することができる。

30

【0041】

複数の精密に成形されたキャビティを有する金型が、その金型の精密に成形されたキャビティの大半が、混合物で充填されるように、ダイキャビティ内に定置される。この金型は、金属、セラミックス、サーメット、複合材料、又はポリマー材料で形成することができる。一実施形態では、この金型は、ポリプロピレンなどのポリマー材料である。別の実施形態では、この金型はニッケルである。次いで、混合物に圧力を印加して、精密に成形されたキャビティ内に混合物を圧縮することにより、第1主表面及び第2主表面を有するグリーン体セラミックス要素を形成する。この圧力は、周囲温度で、又は高温で印加することができる。2つ以上の加圧成形プロセスもまた、使用することができる。

【0042】

40

この金型、すなわち生産工具は、その表面上に、少なくとも1つの指定された形状の、既定の配列を有し、この配列は、研磨要素の精密に成形された構造部の、既定の配列及び指定された形状の反転である。上述のように、この金型は、金属、例えばニッケルから調製することができるが、プラスチックの工具もまた、使用することができる。金属製の金型は、彫刻、微細機械加工、又はダイヤモンド旋削などの他の機械的手段によって、あるいは電鋳によって製造することができる。好ましい方法は、電鋳である。

【0043】

上述の技術に加えて、金型は、研磨要素の精密に成形された構造部の、既定の配列及び指定された形状を有する、ポジ型マスターを調製することによって形成することができる。次いで、そのポジ型マスターの反転である表面トポグラフィーを有する、金型が作製さ

50

れる。ポジ型マスターは、米国特許第5,152,917号( P i e p e r ら)同第6,076,248号( H o o p m a n ら)で開示される、ダイヤモンド旋削などの直接的な機械加工技術によって作製することができ、それらの開示は、参照により本明細書に組み込まれる。これらの技術は、米国特許第6,021,559号( S m i t h )で更に説明されており、その開示は、参照により本明細書に組み込まれる。

#### 【 0 0 4 4 】

例えは、熱可塑性樹脂を含む金型を、この金属マスター工具の複製によって作製することができる。熱可塑性シート材料を、任意選択的に、金属マスターに沿って加熱することができ、それらの2つの表面を一体に圧迫することによって、その熱可塑性材料は、金属マスターによって提示される表面パターンで型押しされる。熱可塑性樹脂はまた、金属マスター上に押し出すか、又は流し込み、次いで圧迫することもできる。生産工具及び金属マスターの他の好適な方法は、参照により本明細書に組み込まれる、米国特許第5,435,816号( S p u r g e o n ら)で論じられている。

#### 【 0 0 4 5 】

精密に設計された研磨要素を形成するために、金型からグリーン体セラミックス要素を取り出して、加熱することにより、無機粒子の焼結を引き起こす。一実施形態では、グリーン体セラミックス要素は、約300～約900の温度範囲の貧酸素雰囲気中での、結合剤及び炭素源の熱分解工程の間に加熱される。一実施形態では、グリーン体セラミックス要素は、約1900～約2300の貧酸素雰囲気中で焼結されることにより、研磨要素を形成する。

#### 【 0 0 4 6 】

洗浄後、この研磨要素は、任意選択的にコーティングされる。

#### 【 0 0 4 7 】

##### 組み立て

精密に設計された研磨物品は、最初に、第1及び第2の研磨要素の第1主表面を、位置合わせプレートと接触させて定置することによって組み立てられる。次いで、弹性要素の第1主表面を、それらの研磨要素の第2主表面と接触させる。次いで、弹性要素の第2主表面を、締結要素によってキャリアに固定する。次いで、この組立体を、圧力下で一体に結合させる。組み立てられた場合、作動先端部によって画定される平面は、キャリアの背面に対して実質的に平坦である。一実施形態では、この研磨物品は、精密に成形された構造部が一方の表面上に位置する、片面式パッドコンディショナーである。しかしながら、このパッドコンディショナーはまた、精密に構造化された構造部を両側が提示する、両面式となるように組み立てることもできる。

#### 【 0 0 4 8 】

##### 使用

本発明の精密に構造化された研磨要素を有するパッドコンディショナーは、従来の化学機械平坦化( C M P )プロセスで使用することができる。そのような従来のC M P プロセスでは、様々な材料を研磨又は平坦化することができ、それらの材料としては、銅、銅合金、アルミニウム、タンタル、窒化タンタル、タングステン、チタン、窒化チタン、ニッケル、ニッケル鉄合金、ニッケルシリサイド、ゲルマニウム、ケイ素、窒化ケイ素、炭化ケイ素、二酸化ケイ素、ケイ素の酸化物、酸化ハフニウム、低誘電率を有する材料、及びこれらの組み合わせが挙げられるが、それらに限定されない。このパッドコンディショナーは、そのようなC M P プロセスで従来のC M P 工具上に取り付けられ、従来の動作条件下で稼働されるように、構成することができる。一実施形態では、C M P プロセスは、約11b～約901b( 0.45kg～約40.8kg )の運用荷重の範囲で、約20RPM～約150RPMの回転速度の範囲で実行され、正弦曲線掃引又は直線掃引などの、従来の掃引プロファイルを利用して、毎分約1～25掃引の速度で、パッド全域にわたって往復して掃引する。

#### 【 実施例 】

#### 【 0 0 4 9 】

10

20

30

40

50

本発明は、例示のみを意図する以下の実施例で、より具体的に説明されるが、これは、本発明の範囲内の数多くの修正形態及び変形形態が、当業者には明らかとなるためである。特に注記しない限り、以下の実施例で報告される、全ての部、百分率、及び比率は、重量を基準とするものである。

#### 【0050】

##### 試験方法

###### 構造部の欠陥の試験方法

精密に成形された研磨構造部を有する研磨物品を、63Xの全体倍率の実体顕微鏡下で検査した(Olympus America Inc. (Center Valley, Pennsylvania) 製のSZ60モデル)。欠陥は、欠損した構造部、非意図的な陥凹、空気の細孔、気泡を有する構造部、又は、鋭利かつ完全に形成されているのではなく、クレーター状若しくは切頭に見える先端部を有する構造部として、定義した。欠陥構造部の百分率は、研磨要素上の一次欠陥を有する構造部の数を、研磨要素上の構造部の総数で除算し、100を乗じたものとして定義した。

10

#### 【0051】

##### 要素の平面性の試験方法

精密に成形された構造部を有する個々の研磨要素の非平面性を、MOUNTAINS MAP V5.0画像解析ソフトウェア(Digital Surf, Besancon, France)と組み合わせた、レーザー形状測定及びLeica DCM 3D共焦点顕微鏡を使用して測定した。Micro-Epsilon Option CDT1700レーザー表面計(Raleigh, North Carolina)を、B&H Machine Company, Inc. (Roberts, Wisconsin)によって提供されるX-Yステージに取り付けた。表面計の走査速度及びインクリメントは、構造部先端部を正確に位置特定するための十分な解像度を提供するように調節したため、精密に成形された構造部のタイプ、サイズ、及びパターニングに応じて決定された。研磨要素に関しては、全てがD<sub>0</sub>の同じ最大設計構造部高さを有する、構造部のグループを選択して、それらの高さを基準面に対して測定した。基準面は、高さD<sub>0</sub>の全ての選択された構造部先端部の、最良の線形回帰適合を有する平面として画定される。非平面性は、基準面からの、選択された先端部の距離の、絶対値の平均である。非平面性は、選択された構造部の高さD<sub>0</sub>に対する百分率として表される。

20

#### 【0052】

##### 研磨物品の共平面性の試験方法 I

複数の研磨要素を有する研磨物品の共平面性を、カーボン紙写し込み試験(CPI試験)によって測定した。平坦な花崗岩表面に、この物品を、精密に成形された構造部が花崗岩表面から離れる方向で上向きとなるように定置した。次いで、カーボン紙を、それらの構造部に対して、カーボン面が上向きとなる状態で定置した。写真品質の紙の白色シートを、カーボンがその写真用紙と直接接触することにより、写真用紙上に像を作り出すように、カーボン紙の上に定置した。この写真用紙/カーボン紙/研磨物品の積み重ね体の上に、平坦なプレートを定置した。この積み重ね体に、1201b(54.4kg)の荷重を、30秒間にわたって印加した。荷重を除去して、画像走査装置で写真用紙を走査し、写し込まれた像を記録した。

30

#### 【0053】

共平面の研磨物品は、個別の要素が、視覚的かつ画像解析によって定量化されるような、等しいサイズ及び色強度のものである像を生じさせる。研磨物品の諸要素が、著しく非共平面である場合、個別の要素の像は、欠損するか、非対称となるか、又は著しく薄い強度の区域を示す可能性がある。

40

#### 【0054】

##### 研磨物品の共平面性の試験方法 II

共平面性は、画像解析ソフトウェア(例えば、MOUNTAINS MAP)と組み合わせた、レーザー形状測定、共焦点撮像、及び共焦点走査型顕微鏡法を含めた、標準的なト

50

ポロジーツールによって、測定することができる。要素のトポロジーはまた、傾斜、尖度などによって特徴付けることもできる。

#### 【0055】

複数の要素に関しては、共平面性とは、基準面に対する、複数の要素からの構造部先端部のセットの位置の変動性を指す。基準面は、高さ  $D_0$  の全ての選択された構造部の、最良の線形回帰適合を有する平面として画定される。共平面性を算出するために使用される構造部先端部のセットは、共通の最大設計高さ  $D_0$  を有する全ての構造部からの先端部を含む。非共平面性は、基準面からの、選択された先端部の距離の、絶対値の平均を使用して算出される。非共平面性は、選択された構造部の高さ  $D_0$  に対する百分率として表される。

10

#### 【0056】

##### 嵩密度及び気孔率の試験方法

精密に成形された構造部を有する研磨要素の、嵩密度及び見掛け気孔率を、ASTM試験方法 C 373 に従って測定した。全気孔率もまた、嵩密度、及び  $3.20 \text{ g/cm}^3$  の研磨要素に関する理論密度の仮定に基づいて算出した。算出される気孔率は、以下の通りである：[ ( 理論密度 - 嵩密度 ) / 理論密度 ] × 100。

#### 【0057】

##### 平均粒度の試験方法

精密に成形された構造部を有する研磨要素の、炭化物粒子の平均表面粒度を、光学顕微鏡法又は走査電子顕微鏡法によって要素の表面を検査することにより、判定した。光学顕微鏡法に関しては、Nikon ME600 モデル (Nikon Corporation, Tokyo, Japan) を、100X の倍率で使用した。走査電子顕微鏡法に関しては、Hitachi High-Tech TM3000 モデル (Hitachi Corporation, Tokyo, Japan) を、5,000X の倍率、15 keV (2.4 J) の加速電圧、及び 4 ~ 5 mm の作動距離で使用した。線切断法を使用した。最初に、5 本の直線を、像を横断して水平方向に ( ほぼ均等な間隔で ) 引いた。次に、像の端部にある最初の粒子及び最後の粒子を除外して、それらの線によって切断される粒子の数を計数した。次いで、( 像に合わせてスケール調節された ) 線の長さを、切断された粒子の平均数で除算し、1.56 の係数を乗じることにより、平均粒度を判定した ( 平均粒度 =  $1.56 \times$  線の長さ / 切断された粒子の平均数 )。

20

#### 【0058】

##### 銅ウェハの除去率及び不均一性の試験方法

研磨されている銅層の厚さの変化を判定することによって、除去率を算出した。この厚さの変化を、ウェハの研磨時間で除算することにより、研磨されている銅層に関する除去率を得た。直径 300 mm のウェハに関する厚さ測定を、Credence Design Engineering, Inc. (Cupertino, California) より入手可能な、ResMap 168、4 点プローブ Rs マッピングツールで実施した。5 mm の縁部を除外した 81 点直径走査を採用した。ウェハ全域にわたる 49 のウェハ厚さ測定値の標準偏差を、平均のウェハ厚さ値で除算することによって、ウェハの不均一性 (%NU) を算出した。

30

#### 【0059】

##### 酸化物ウェハの除去率及び不均一性の試験方法

研磨されている酸化物層の厚さの変化を判定することによって、除去率を算出した。この厚さの変化を、ウェハの研磨時間で除算することにより、研磨されている酸化物層に関する除去率を得た。300 mm の酸化物プランケットレートウェハに関する厚さ測定を、REFLEXION 研磨装置と統合され、Applied Materials, Inc. (Santa Clara, California) によって供給された、Novascan 3060 横円偏光計を使用して実施した。3 mm の縁部を除外した 25 点直径走査で、酸化物ウェハを測定した。ウェハ全域にわたる 49 のウェハ厚さ測定値の標準偏差を、平均のウェハ厚さ値で除算することによって、ウェハの不均一性 (%NU) を算出し

40

50

た。

### 【0060】

#### CMPパッドの磨耗率及びパッドの表面粗さの試験方法

要素の平面性の試験方法で前述した、レーザー形状測定及びソフトウェア解析ツールを使用して、測定を実施した。寸法1インチ(2.5cm)×16インチ(40.6cm)のパッドストリップの放射状ストリップを、300mm REFLEXION工具での加工処理後の、30.5インチ(77.5センチメートル)研磨パッドから切り出した。2次元X-Yレーザープロファイル走査を、パッド中心部から3インチ(7.6cm)、8インチ(20.3cm)、及び13インチ(33.0cm)の距離の場所の、1cm<sup>2</sup>の領域の上で実施した。MOUNTAINS MAPソフトウェアを使用して、これらの異なるパッド位置で、研磨時間の関数として、パッドの溝深さの変化を解析することによって、また、2D及び3Dデジタル画像を使用して、パッド表面のテクスチャーを解析することによって、パッドの磨耗率及び表面粗さ(Sa)を得た。パッドの磨耗率は、パッド中心部から3、8、及び13インチ(7.6、20.3、及び33センチメートル)での平均のパッドの磨耗を、合計終了時間で除算したものとして算出した。

### 【0061】

#### 研磨試験方法1

Applied Materials, Inc. (Santa Clara, California)より商品名REFLEXION研磨装置で入手可能なCMP研磨装置を使用して、研磨を実施した。IC1010パッド及びCSL9044Cスラリーを、研磨のために使用した。試験を開始する前に、30% (重量基準)過酸化水素(H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>)の試料を、このスラリーに添加して、3% (重量基準)のスラリー中H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>濃度を得た。工具のパッドコンディショナーアーム上に取り付けるために好適なキャリアを有する研磨物品を、そのアーム上に取り付けた。パッド上に、試験の全体を通してスラリーを継続的に流した状態で、そのパッドを、試験の全体を通して継続的にコンディショニングした。適切な時間間隔で、4つの300mm銅「ダミー」ウェハを実施し、その後、20kのCu厚さの、2つの300mm電気メッキ銅ウェハを、一方を低いウェハダウンフォースのヘッド条件で、他方を高いウェハダウンフォースのヘッド条件で実施して、銅の除去率を監視した。ヘッド圧力は、(3.0psi(20.7kPa)として指定される)高ダウンフォース、又は(1.4psi(9.7kPa)として指定される)低ダウンフォースのいずれかとした。ヘッド内の各ゾーンの具体的な設定圧力を、以下で説明する。プロセス条件は、以下の通りとした。

ヘッド速度：107rpm

圧盤速度：113rpm

ヘッド圧力：

A)高ダウンフォース試験(3.0psi(20.7kPa))に関して：保持リング=8.7psi(60kPa)、ゾーン1=7.3psi(50.3kPa)、ゾーン2=3.1psi(21.4kPa)、ゾーン3=3.1psi(21.4kPa)、ゾーン4=2.9psi(20kPa)、ゾーン5=3.0psi(20.7kPa)

B)低ダウンフォース試験(1.4psi(9.7kPa))に関して：保持リング3.8psi(26.2kPa)、ゾーン1=3.3psi(22.8kPa)、ゾーン2=1.6psi(11kPa)、ゾーン3=1.4psi(9.7kPa)、ゾーン4=1.3psi(9kPa)、ゾーン5=1.3psi(9kPa)

スラリー流量：300mL/分

ダミーウェハに関する研磨時間：30秒

レートウェハに関する研磨時間：60秒

パッドコンディショナーのダウンフォース：51b(22.2N)

パッドコンディショナーの速度：87rpm

パッドコンディショナーの掃引速度：10掃引/分

パッドコンディショナーの掃引タイプ：正弦曲線

10

20

30

40

50

## 【0062】

## 研磨試験方法2

Applied Materials, Inc.より商品名REFLEXION研磨装置で入手可能なCMP研磨装置を使用して、研磨を実施した。WSPパッド及び7106スラリーを、研磨のために使用した。試験を開始する前に、30%（重量基準）H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>の試料を、このスラリーに添加して、3%（重量基準）のスラリー中H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>濃度を得た。工具のパッドコンディショナーアーム上に取り付けるために好適なキャリアを有する研磨物品を、そのアーム上に取り付けた。パッド上に、試験の全体を通してスラリーを継続的に流した状態で、そのパッドを、試験の全体を通して継続的にコンディショニングした。適切な時間間隔で、4つの300mm銅「ダミー」ウェハを実施し、その後、20kのCu厚さの、2つの300mm電気メッキCuウェハを、一方を低いウェハダウンフォースのヘッド条件で、他方を高いウェハダウンフォースのヘッド条件で実施して、Cu除去率を監視した。ヘッド圧力は、(3.0psi(20.7kPa)として指定される)高ダウンフォース、又は(1.4psi(9.7kPa)として指定される)低ダウンフォースのいずれかとした。ヘッド内の各ゾーンの具体的な設定圧力を、以下で説明する。プロセス条件は、以下の通りとした。

ヘッド速度：49rpm

圧盤速度：53rpm

ヘッド圧力：

A)高ダウンフォース試験(3.0psi(20.7kPa))に関して：保持リング=8.7psi(60kPa)、ゾーン1=7.3psi(50.3kPa)、ゾーン2=3.1psi(21.4kPa)、ゾーン3=3.1psi(21.4kPa)、ゾーン4=2.9psi(20kPa)、ゾーン5=3.0psi(20.7kPa)

B)低ダウンフォース試験(1.4psi(9.7kPa))に関して：保持リング3.8psi(26.2kPa)、ゾーン1=3.3psi(22.8kPa)、ゾーン2=1.6psi(11kPa)、ゾーン3=1.4psi(9.7kPa)、ゾーン4=1.3psi(9kPa)、ゾーン5=1.3psi(9kPa)

スラリー流量（使用する場合）：300mL/分

ダミーウェハに関する研磨時間：30秒

レートウェハに関する研磨時間：60秒

パッドコンディショナーのダウンフォース：51b(22.2N)

パッドコンディショナーの速度：119rpm

パッドコンディショナーの掃引速度：10掃引/分

パッドコンディショナーの掃引タイプ：正弦曲線

## 【0063】

## 研磨試験方法3

Applied Materials, Inc.より商品名REFLEXION研磨装置で入手可能なCMP研磨装置を使用して、研磨を実施した。VP5000パッド及びD6720スラリーを、研磨のために使用した。D6720は、脱イオン水で、3部の水対1部のスラリーの比率に希釈した。工具のパッドコンディショナーアーム上に取り付けるために好適なキャリアを有する研磨物品を、そのアーム上に取り付けた。パッド上に、試験の全体を通してスラリーを継続的に流した状態で、そのパッドを、試験の全体を通して継続的にコンディショニングした。適切な時間間隔で、4つの300mm熱酸化ケイ素「ダミー」ウェハを実施し、その後、17kの酸化ケイ素厚さの、300mm熱酸化ケイ素ウェハを実施して、酸化物の除去率を監視した。プロセス条件は、以下の通りとした。

ヘッド速度：87rpm

圧盤速度：93rpm

ヘッド圧力：保持リング=12psi(82.7kPa)、ゾーン1=6psi(41.4kPa)、ゾーン2=6psi(41.4kPa)、ゾーン3=6psi(41.4kPa)、ゾーン4=6psi(41.4kPa)、ゾーン5=6psi(41.4kPa)

スラリー流量) : 300 mL / 分  
 ダミーウェハに関する研磨時間 : 60 秒  
 レートウェハに関する研磨時間 : 60 秒  
 パッドコンディショナーのダウンフォース : 61 b (26.7 N)  
 パッドコンディショナーの速度 : 87 rpm  
 パッドコンディショナーの掃引速度 : 10 掃引 / 分  
 パッドコンディショナーの掃引タイプ : 正弦曲線

## 【0064】

## 【表1】

## 材料

| 材料       |  |
|----------|--|
| 略称又は商標名  | 説明   |
| SCP1     | Superior Graphite Co. (Chicago, Illinois)より商品名「HSC 490N」で入手可能な、0.6マイクロメートルの平均粒径を有する炭化ケイ素粉末。                                |
| BCP1     | Superior Graphite Co. より商品名「HSC B4C」で入手可能な、0.5~0.8マイクロメートルの平均粒径を有する炭化ホウ素粉末。  |
| BCP2     | Materion Advanced Chemicals (Milwaukee, Wisconsin)より商品名「CERAC/PURE B-1102」で入手可能な、2マイクロメートルの平均粒径を有する、焼結粉体層のために使用される炭化ホウ素粉末。 |
| Graph1   | Superior Graphite Co. より商品名「THERMOPURE GRADE 5900」で入手可能な、焼結粉体層のために使用される黒鉛粉末。   |
| Dura B   | DOW Chemical Company (Midland Michigan)より商品名「DURAMAX B-1000」で入手可能な、55%固形分(水性乳剤)セラミックス結合剤。                                  |
| PhRes    | Sumitomo Bakelite North America, Inc. (Novi, Michigan)より商品名「DUREZ 07347A」で入手可能な、一成分フェノール樹脂。                                |
| グルコース    | Sigma-Aldrich (St. Louis, Missouri)より商品名「BIOXTRA D-(+)-GLUCOSE」で入手可能な、グルコース粉末。   |
| PDMS     | PolySi Technologies, Inc. (Sanford, North Carolina)より商品名「PST-850」で入手可能な、シリコーン油。  |
| PS80     | VWR International, LLC (Radnor, Pennsylvania)の子会社、BDHより商品名「Polysorbate 80」で入手可能な、ポリソルベート80流体。                              |
| IC1010   | DOW Chemical Company より商品名「IC1010」で入手可能な、比較的硬質の CMP研磨パッド。  |
| WSP      | JSR Corporation (Tokyo, Japan) より商品名「WSP」で入手可能な、比較的軟質の CMP研磨パッド。   |
| VP5000   | DOW Chemical Company より商品名「VISIONPAD 5000」で入手可能な、 CMP研磨パッド。  |
| CSL9044C | Planar Solutions, LLC (Mesa, Arizona) より商品名「CSL9044C」で入手可能な、銅用CMPスラリー。   |
| 7106     | Fujimi Incorporated (Kiyosu, Japan) より商品名「PLANERLITE-7006」で入手可能な、銅用CMPスラリー。  |
| D6720    | Cabot Microelectronics (Aurora, Illinois) より商品名「IDIEL D6720 SLURRY」で入手可能な、酸化物用CMPスラリー。                                     |

## 【0065】

## 実施例1

## 複数のキャビティを有する生産工具の調製

ポジ型マスターを、第1の金属のダイヤモンド旋削、その後の第2の金属の電鋳の2回の反復により、ポジ型マスターを作り出すことによって、調製した。このポジ型マスターの精密に成形された構造部の寸法は、以下の通りとした。精密に成形された構造部は、四面の、鋭利な先端のピラミッドからなり、それらのピラミッドの73.5%は、基底長390マイクロメートル及び195マイクロメートルの高さを有する、正方形の基底部を有し(一次構造部)、それらのピラミッドの2%は、基底長366マイクロメートル及び183マイクロメートルの高さを有する、正方形の基底部を有し、それらのピラミッドの25.5%は、390マイクロメートルの長さ、366マイクロメートルの幅、及び高さ183を有する、矩形の基底部を有するものとした(二次構造部)。それらのピラミッドを、図1a及び図1bに従って、グリッドパターンに配置構成し、ピラミッド間の全ての間隔は、基底部で5マイクロメートルとした。

## 【0066】

10

20

30

40

50

Commercial Plastics and Supply Corp. (West Palm Beach, Florida)より入手可能な、厚さ20ミル(0.51mm)のポリプロピレンのシートを使用する、このポジ型マスターからの圧縮成形によって、ポリプロピレンの生産工具を作り出した。圧縮成形は、Wabash MPI (Wabash, Indiana) 製のV75H-24-CLXモデルWABASH HYDRAULIC PRESSを、圧盤を165まで予熱して、3分間にわたり5,000lb(2,268kg)の荷重で使用して実施した。次いで、荷重を、10分間にわたり40,000lb(18,140kg)まで増大させた。次いで、加熱器のスイッチを切り、圧盤が約70に到達するまで(約15分)、圧盤に冷却水を通して流した。次いで、荷重を解除して、成形されたポリプロピレン工具を取り出した。

10

#### 【0067】

##### セラミックススラリーの調製

以下の構成成分を、1Lの高密度ポリエチレンのジャー内に入れることによって、セラミックススラリーを調製した：458.7gの蒸留水、300.0gのSCP1、1.5gのBCP1、及び21.9gのPhRes。直径0.25インチ(6.35mm)の、球形の炭化ケイ素の粉碎媒体を添加して、ボールミル上で、15時間にわたり100rpmで、このスラリーを粉碎した。粉碎後、60.9gのDura Bをジャーに添加して、攪拌によって混合した。Buchi (New Castle, Delaware)より商品名「Mini Spray Dryer B-191」で入手可能な噴霧乾燥装置を使用して、このスラリーを噴霧乾燥して、従来の篩分け試験によって測定されるような32~45マイクロメートルの平均粒径を有する、85.37重量%の炭化ケイ素、0.43重量%の炭化ホウ素、9.53重量%のポリアクリレート結合剤、及び4.67重量%のフェノール樹脂からなる、セラミックス-結合剤の粉末を作り出した。このセラミックス-結合剤の粉末は、精密に成形された構造部を有するグリーン体セラミックス要素の調製に使用することができる。

20

#### 【0068】

##### 精密に成形された構造部を有するグリーン体セラミックス要素の調製

上部加圧ロッド及び下部加圧ロッドを有する、直径16.65mmの、円形の鋼製ダイキャビティを使用して、精密に成形された構造部を有するグリーン体セラミックス要素を成形した。このグリーン体セラミックス要素の精密に成形された構造部の、構造部タイプ(形状)、サイズ、及びパターンを表す、精密に設計されたキャビティを有する、ポリプロピレン生産工具を、それらのキャビティが上部加圧ロッドに面する状態で、下部加圧ロッド上のダイキャビティ内に定置した。次いで、複製及びグリーン体の離型を容易にするために、キャビティを含めた生産工具の表面を、4滴の25/75重量/重量のPDM斯/ヘキサン溶液で潤滑した。他の実施例に関しては、セラミックススラリー組成物中にPDM斯が含まれていた場合には(表1を参照)、この工程を使用しなかった。ヘキサンを蒸発させた後、ダイに1gのセラミックス-結合剤の粉末を充填した。上部押圧ロッドに、10,000lb(4,536kg)の荷重を30秒間にわたり印加して、セラミックス-結合剤の粉末を工具キャビティ内に加圧成形した。荷重を除去して、ダイキャビティに、更なる1gのセラミックス-結合剤の粉末を添加した。上部押圧ロッドに、20,000lb(9,072kg)の荷重を30秒間にわたり印加した。荷重を除去して、ダイキャビティから、加圧成形されたセラミックス-結合剤の粉末を有する工具を取り出した。

30

#### 【0069】

次いで、この工具から、精密に成形された構造部を有するグリーン体セラミックス要素を取り出した。それらの構造部は、工具キャビティの反転であった。このグリーン体の全径及び厚さは、それぞれ、ダイキャビティの直径、及びセラミックス-結合剤の粉末の量を反映するものであった。ダイキャビティからの取り出しの後、セラミックス要素は、約16.7mmの直径、及び約4.2mmの厚さを有していた。この技術によって、5つのグリーン体セラミックス要素を作製した。この精密に成形された構造部を有するグリーン

40

50

体セラミックス要素は、精密に成形された構造部を有する研磨要素の調製の際の、研磨要素前駆体として使用することができる。

#### 【0070】

精密に成形された構造部を有する研磨要素の調製

事前に調製した研磨要素前駆体、すなわち、精密に成形された構造部を有するグリーン体セラミックス要素を、S P X C o r p o r a t i o n ( R o c h e s t e r , N e w Y o r k ) の事業部、S P X T h e r m a l P r o d u c t S o l u t i o n s より入手可能な、L i n d b e r g h 5 1 4 4 2 - S モデルのレトルト窯内に、室温で定置した。グリーン体セラミックス要素の結合剤構成成分を、分解及び揮発させるために、以下の通りに、グリーン体セラミックス要素を窒素雰囲気下で焼鈍した：窯温度を、4 時間の時間期間にわたって、直線速度で 6 0 0 まで上昇させ、その後、6 0 0 で 3 0 分、等温保持した。次いで、窯を室温まで冷却した。焼鈍したグリーン体セラミックス要素から、それらの外周を粒度 2 2 0 の炭化ケイ素サンドペーパーで研磨することによって、鋭利な縁部、すなわちバリを除去した。 10

#### 【0071】

焼鈍したグリーン体セラミックス要素を、焼結するために、黒鉛るつぼ内に装填した。9 7 重量%のG r a p h 1 及び 3 重量%のB C P 2 からなる、粉末混合物の層、すなわち焼結粉体層内に、それらの要素を定置した。次いで、T h e r m a l T e c h n o l o g y L L C ( S a n t a R o s a , C a l i f o r n i a ) より入手可能な、A s t r o f u r n a c e H T G - 7 0 1 0 を使用して、ヘリウム雰囲気下で、室温から 2 , 1 5 0 まで 5 時間にわたって加熱し、その後、2 , 1 5 0 で 3 0 分、等温保持することによって、それらのグリーン体を焼結した。 20

#### 【0072】

焼結したグリーン体セラミックス要素は、精密に成形された構造部を有する研磨要素として使用することができる。焼結プロセスに続いて、これらの研磨要素を洗浄した。

#### 【0073】

構造部の欠陥の試験方法を使用して、これらの研磨要素が、5 % 未満の欠陥構造部を有することを判定した。

#### 【0074】

実施例 2 ~ 1 0 及び比較例 1 1 ( C E 1 1 )

30

実施例 2 ~ 8 及び C E 1 1 を、実施例 1 のものと同様に調製したが、ただし、使用したセラミックススラリー組成物及び焼結粉体層を、表 1 に従って変更した。実施例 1 0 の焼結手順を除いて、黒鉛るつぼを、全ての焼結手順に関して使用し、実施例 1 0 では、炭化ケイ素るつぼを採用した。

#### 【0075】

実施例 9 及び実施例 1 0 を、実施例 1 と同様に調製したが、ただし、精密に成形された構造部の成形は、ポリプロピレン生産工具の代わりに、金属の生産工具を使用して、1 つの工程プロセスで実施した。この金属の生産工具は、電鋳プロセスによって、ポジ型マスターから製造した。2 グラムのセラミックス - 結合剤の粉末を、鋼製ダイキャビティに添加し、生産工具を、精密に成形された構造部を下向きにして、ダイキャビティに追加した。上部押圧ロッドに、1 5 , 0 0 0 1 b ( 6 , 8 0 4 k g ) の荷重を 1 5 秒間にわたって印加して、セラミックス - 結合剤の粉末を工具キャビティ内に加圧成形した。荷重を除去して、ダイキャビティから、加圧成形されたセラミックス - 結合剤の粉末を有する工具を取り出した。実施例 9 に関する焼結粉体層は、G r a p h 1 / B C P 1 の 9 7 / 3 ( 重量 / 重量 ) 混合物とした。 40

#### 【0076】

## 【表2】

表1. セラミックススラリーの組成及び焼結条件

| 実施例      | セラミックススラリーの組成(グラム単位の値) |       |      |        |       |       |       |       | 焼結粉体層<br>Graph1/BCP2<br>(重量/重量) |
|----------|------------------------|-------|------|--------|-------|-------|-------|-------|---------------------------------|
|          | 蒸留水                    | SCP1  | BCP1 | Dura B | PhRes | グルコース | PDMS  | PS80  |                                 |
| 1        | 458.7                  | 300.0 | 1.5  | 60.9   | 21.9  | ----- | ----- | ----- | 97/3                            |
| 2        | 468.0                  | 300.0 | 1.5  | 60.7   | ----- | 19.1  | --    | ----- | 97/3                            |
| 3        | 458.1                  | 300.0 | 1.5  | 60.9   | 21.9  | --    | 26.0  | 4.0   | 97/3                            |
| 4        | 233.8                  | 149.9 | 0.4  | 30.4   | ----- | 9.6   | ----- | ----- | 97/3                            |
| 5        | 233.8                  | 149.9 | 0.4  | 30.4   | ----- | 9.6   | ----- | ----- | 層なし                             |
| 6        | 468.0                  | 300.0 | 1.5  | 60.7   | ----- | 19.1  | ----- | ----- | 100/0                           |
| 7        | 486.4                  | 300.0 | 1.1  | 30.4   | 22.3  | ----- | ----- | ----- | 97/3                            |
| 8        | 465.6                  | 300.0 | 1.1  | 60.8   | 12.3  | ----- | ----- | ----- | 97/3                            |
| 9        | 458.7                  | 300.0 | 1.5  | 60.9   | 21.9  | ----- | 30.6  | 0.6   | 該当せず                            |
| 10       | 458.7                  | 300.0 | 1.5  | 60.9   | 21.9  | ----- | 30.6  | 0.6   | 層なし                             |
| CE<br>11 | 403.0                  | 269.9 | 5.5  | 49.5   | ----- | ----- | ----- | ----- | 97/3                            |

## 【0077】

平均粒度、気孔率、嵩密度、及び算出気孔率を含めた、研磨要素の物理的特性を、表2に示す。

## 【0078】

## 【表3】

表2：研磨要素の物理的特性

| 実施例  | 焼結物品の特性            |                           |                                     |           |
|------|--------------------|---------------------------|-------------------------------------|-----------|
|      | 平均粒度<br>(マイクロメートル) | ASTM C373による<br>見掛け気孔率(%) | 嵩密度ASTM<br>C373(g/cm <sup>3</sup> ) | 算出全気孔率(%) |
| 1    | <2~3<br>(光学顕微鏡法)   | 0.04                      | 3.17                                | 0.94      |
| 2    | <2~3<br>(光学顕微鏡法)   | 0.01                      | 3.13                                | 2.19      |
| 3    | -----              | 0.10                      | 3.16                                | 1.24      |
| 4    | -----              | 0.05                      | 3.13                                | 2.19      |
| 5    | -----              | 0.11                      | 3.12                                | 2.50      |
| 6    | -----              | 0.49                      | 3.09                                | 3.44      |
| 7    | -----              | 0.01                      | 3.16                                | 1.25      |
| 8    | -----              | 0.03                      | 3.14                                | 1.88      |
| 9    | -----              | 0.05                      | 3.14                                | 1.73      |
| 10   | 3.8(SEM)           | 0.04                      | 3.15                                | 1.71      |
| CE11 | -----              | 24.5                      | 2.36                                | 26.2      |

## 【0079】

## CVDダイヤモンドコーティングを有する研磨要素の調製

実施例1～10からの、精密に成形された構造部を有する研磨要素を、最初に、メチルエチルケトン中で超音波洗浄によって脱脂し、乾燥させ、次いで、sp3 Diamond Technologies (Santa Clara, California)より商品名87501-01で入手可能なナノダイヤモンド溶液を含む、超音波槽中に浸漬することによって、ダイヤモンドをシード処理した。このダイヤモンド溶液から取り出した後、低圧の純窒素ガス流を使用して、それらの要素を乾燥させた。次いで、それらの要素を、sp3 Diamond Technologiesより入手可能な、熱フィラメントCVD反応器HF-CVD655モデル内に装填した。水素ガス中2.7%メタンの混合物を、このCVDダイヤモンドコーティングプロセスのための前駆体として使用した。蒸着の間、反応器の圧力を、6トール(800Pa)～50トール(6,670Pa)に保ち、フィラメント温度は、光高温計によって測定されるような1,900～2300とした。CVDダイヤモンドの成長速度は、0.6μm/時間とした。

## 【0080】

コーティングの付着性は、コーティングした要素を液体窒素中に浸漬して、その後、脱

10

20

30

40

50

イオン水で洗浄することによって評価した。この手順を、5回繰り返した。全ての実施例が、この試験に合格した。

#### 【0081】

##### 実施例12

精密に成形された構造部を有する実施例1からの5つの研磨要素を備える、研磨物品を組み立てた。この組み立てプロセスは、全てが同じ設計構造部高さを有する、各要素上の最も高い精密に成形された構造部が、平坦になるように開発された。

#### 【0082】

平坦な花崗岩表面を、位置合わせプレートとして使用した。精密に成形された構造部を有する主表面が、それらの第2の平坦な主表面を上向けにした状態で、位置合わせプレートと（下向きに）直接接触するように、位置合わせプレート上に諸部分を定置した。研磨要素を、それらの中心点が、図2の円周の周りに、約1.75インチ（44.5mm）の半径で、約72°で等しく離間して、円の周囲に沿って位置するように、円形パターンで配置構成した。弾性要素の可撓性ワッシャである、McMaster-Carr（Atlanta, Georgia）より入手可能な、部品番号9714K22の302ステンレス鋼波形ワッシャを、各研磨要素の平坦表面上に定置した。次いで、それらのワッシャと、ワッシャのセンター穴領域内の研磨要素の露出表面とに、締結要素を適用した。この締結要素は、3M Company（St. Paul, Minnesota）より商品名3M SCOTCH-WELD EPOXY ADHESIVE DP420で入手可能な、エポキシ接着剤とした。次いで、4.25インチ（108mm）の直径及び0.22インチ（5.64mm）の厚さを有する、円形のステンレス鋼キャリアを、締結要素の上に、下向きに定置した（キャリアの裏側は、REFLEXION研磨装置のキャリアアームに取り付けることができるよう、機械加工されている）。キャリアの露出表面の全域にわたって、101b（4.54kg）の荷重を均一に印加して、接着剤を、室温で約4時間にわたって硬化させた。

10

#### 【0083】

##### 比較例13（CE13）

CE13を、実施例12と同様に調製したが、ただし、その製造プロセスで弾性要素を使用しなかった。

20

#### 【0084】

30

実施例12及びCE13の研磨要素の大域的共平面性を、研磨物品の共平面性の試験方法Iを使用して測定した。図3にその結果を示す。より均一な研磨要素の写し込みに基づき、弾性要素を含んでいた実施例12は、弾性要素を採用しなかったCE13よりも、改善された平面性を示す。

#### 【0085】

##### 実施例14～16

実施例14～16で使用する研磨要素を、実施例1で説明されるように調製した。各研磨要素は、表3に要約されるように、少なくとも2つの異なる高さ、すなわち、2つの構造部のうちの高い方である一次構造部高さ、及び二次構造部高さを有する、精密に整形された構造部を有するものとした。オフセット高さは、一次高さと二次高さとの、高さの差異である。実施例14の精密に整形された構造部は、実施例1に関して説明した構造部と同じものとした。実施例15の精密に整形された構造部は、四面の切頭ピラミッドからなり、それらのピラミッドの73.5%は、基底長146マイクロメートル及び61マイクロメートルの高さを有する、正方形の基底部を有し、一辺が24マイクロメートルの正方形の頂部を有し（一次構造部）、それらのピラミッドの26.5%は、基底長146マイクロメートル及び49マイクロメートルの高さを有する、正方形の基底部を有し、一辺が48マイクロメートルの正方形の頂部を有するものとした（二次構造部）。それらのピラミッドを、図4a及び図4bに従って、グリッドパターンに配置構成し、ピラミッド間の全ての間隔は、基底部で58.5マイクロメートルとした。実施例16の精密に整形された構造部は、四面の、鋭利な先端のピラミッドからなり、それらのピラミッドの73.5

40

50

%は、基底長146マイクロメートル及び73マイクロメートルの高さを有する、正方形の基底部を有し(一次構造部)、それらのピラミッドの2%は、基底長122マイクロメートル及び61マイクロメートルの高さを有する、正方形の基底部を有し、それらのピラミッドの25.5%は、146マイクロメートルの長さ、122マイクロメートルの幅、及び高さ73を有する、矩形の基底部を有するものとした(二次構造部)。それらのピラミッドを、図5a及び図5bに従って、グリッドパターンに配置構成し、ピラミッド間の全ての間隔は、基底部で5マイクロメートルとした。

#### 【0086】

実施例14及び実施例15のそれぞれについて、5つの研磨要素を調製し、実施例16について、10個の研磨要素を調製した。これらの研磨要素を、前述のプロセスによって、CVDダイヤモンドでコーティングした。次いで、実施例12で説明された製造手順を使用して、それらのCVDダイヤモンドコーティングされた研磨要素を、研磨物品を形成するために使用した。実施例14及び実施例15の研磨要素から製造された研磨物品を、それらの中心点が、図2の円周の周りに、約1.75インチ(44.5mm)の半径で、約72°で等しく離間して、円の周囲に沿って位置するように、円形パターンで配置構成した。これらの研磨物品は、それぞれ、実施例14A及び実施例15Aとして指定される。実施例16の10個の研磨要素を使用して、図6に示すような、二重星形パターンに配置構成された研磨要素を有する、実施例16Aとして指定される研磨物品を製造した。大きい方の星形パターンは、実施例14及び実施例15のパターンと同一のものとした。小さい方の星形パターンの要素は、それらの中心点が、図2に示すように、円周の周りに、約1.5インチ(38.1mm)の半径で、約72°で等しく離間して、円の周囲に沿って位置するように、円形パターンで配置構成した。これらの要素を、外側の要素に対して36°オフセットさせた。

#### 【0087】

#### 【表4】

表3. 実施例14～16の精密に成形された構造部のパラメータ

| 実施例 | 基底長<br>(マイクロメートル) | 間隔<br>(マイクロメートル) | 一次構造部高さ<br>(マイクロメートル) | オフセット高さ<br>(マイクロメートル) | 一次構造部<br>(%) | 構造部<br>先端部 |
|-----|-------------------|------------------|-----------------------|-----------------------|--------------|------------|
| 14  | 390               | 5                | 195                   | 12                    | 74           | 銳利         |
| 15  | 146               | 59               | 61                    | 12                    | 74           | 切頭         |
| 16  | 146               | 5                | 73                    | 12                    | 74           | 銳利         |

10

20

30

#### 【0088】

#### 比較例17(CE17)

CE17は、3M Company (St. Paul, Minnesota)より商品名「3M DIAMOND PAD CONDITIONER A2812」で入手可能な、180マイクロメートルのダイヤモンドサイズを有する、ダイヤモンドグリットパッドコンディショナーとした。

#### 【0089】

#### 比較例18(CE18)

CE18は、3M Companyより商品名「3M DIAMOND PAD CONDITIONER A165」で入手可能な、250マイクロメートルのダイヤモンドサイズを有する、ダイヤモンドグリットパッドコンディショナーとした。

40

#### 【0090】

#### 比較例19(CE19)

CE19は、3M Companyより商品名「3M DIAMOND PAD CONDITIONER H2AG18」で入手可能な、74マイクロメートルのダイヤモンドサイズを有する、ダイヤモンドグリットパッドコンディショナーとした。

#### 【0091】

#### 比較例20(CE20)

CE20は、3M Companyより商品名「3M DIAMOND PAD CONDITIONER H9AG27」で入手可能な、74マイクロメートルのダイヤモンド

50

サイズを有する、ダイヤモンドグリットパッドコンディショナーとした。

【0092】

実施例14A、CE17、及びCE18を使用するCMP研磨試験

研磨試験方法1を使用して、実施例14Aの2つの研磨物品を、比較的硬質のCMPパッドであるIC1010を使用する銅CMPプロセスでのパッドコンディショナーとして、試験した。一方の研磨物品は、3psi(20.7kPa)のウェハヘッド圧力で試験し、他方は1.4psi(9.7kPa)のウェハヘッド圧力で試験した。上述の銅ウェハの除去率及び不均一性の試験方法を使用して、銅の除去率及びウェハの不均一性を、コンディショニング時間の関数として測定した。結果を表4に示す。低ヘッド圧力プロセス及び高ヘッド圧力プロセスの双方に関して、良好で安定した除去率、及び良好で安定したウェハの不均一性が得られた。研磨の後、精密に成形された構造部先端部を、光学顕微鏡法によって検査した。構造部先端部の磨耗は、20.8時間の試験CMP研磨試験の後も極めて軽微であったが、このことは、コンディショナーが長い耐用期間を有することを示すものである。

【0093】

【表5】

表4. 実施例14Aに関する銅CMP研磨の結果

| コンディショニング時間(時間) | ヘッド圧力3.0psi |       | ヘッド圧力1.4psi |       |
|-----------------|-------------|-------|-------------|-------|
|                 | 除去率(Å/分)    | NU(%) | 除去率(Å/分)    | NU(%) |
| 0.58            | 10,268      | 2.9   | 4,591       | 5.8   |
| 2.8             | 10,457      | 3.3   | 4,601       | 6.5   |
| 5.03            | 10,387      | 3.4   | 4,701       | 5.3   |
| 7.27            | 10,208      | 3.9   | 4,608       | 3.9   |
| 9.5             | 9,943       | 4.1   | 4,640       | 4.6   |
| 11.73           | 9,873       | 4.1   | 4,609       | 4.7   |
| 13.97           | 9,756       | 4.6   | 4,533       | 4.5   |
| 16.2            | 9,738       | 4.8   | 4,538       | 4.7   |
| 20.67           | 9,711       | 4.0   | 4,394       | 4.9   |

【0094】

比較例CE17及び比較例CE18を、実施例14Aの試験と同様の試験(3psi(20.7kPa)のウェハヘッド圧力)で実施したが、ただし、研磨時間は0.6時間のみとした。銅の除去率の結果及びウェハの不均一性を、表5に示す。

【0095】

【表6】

表5. 実施例14A、CE17、及びCE18に関する銅CMP研磨の結果

| 実施例  | コンディショニング時間(時間) | 除去率(Å/分) | NU(%) |
|------|-----------------|----------|-------|
| 14A  | 0.6             | 10,478   | 6.6   |
| CE17 | 0.6             | 8,957    | 4.7   |
| CE18 | 0.6             | 8,791    | 6.3   |

【0096】

実施例15A及びCE19を使用するCMP研磨試験

研磨試験方法2を使用して、実施例15Aの2つの研磨物品を、比較的軟質のCMPパッドであるWSPを使用する銅CMPプロセスでのパッドコンディショナーとして、試験した。一方の研磨物品は、3psi(20.7kPa)のウェハヘッド圧力で試験し、他方は1.4psi(9.7kPa)のウェハヘッド圧力で試験した。上述の銅ウェハの除去率及び不均一性の試験方法を使用して、銅の除去率及びウェハの不均一性を、コンディショニング時間の関数として測定した。結果を表6に示す。低ヘッド圧力プロセス及び高ヘッド圧力プロセスの双方に関して、良好で安定した除去率、及び良好で安定したウェハの不均一性が得られた。

【0097】

10

20

30

40

50

## 【表7】

表6. 実施例15Aに関する銅CMP研磨の結果

| コンディショニング<br>時間(時間) | ヘッド圧力3.0psi |       | ヘッド圧力1.4psi |       |
|---------------------|-------------|-------|-------------|-------|
|                     | 除去率(Å/分)    | NU(%) | 除去率(Å/分)    | NU(%) |
| 0.55                | 6,086       | 10.3  | 3,116       | 14.4  |
| 3.62                | 6,920       | 9.9   | 3,775       | 11.2  |
| 6.68                | 6,906       | 11.4  | 3,807       | 10.7  |
| 9.75                | 6,918       | 10.3  | 4,063       | 8.7   |
| 11.82               | 7,140       | 10.8  | 4,160       | 8.1   |
| 14.88               | 6,878       | 8.9   | 4,063       | 7.0   |
| 17.95               | 7,266       | 9.4   | 4,367       | 5.9   |
| 21.02               | 7,317       | 7.6   | 4,616       | 5.4   |

10

## 【0098】

CE19のダイヤモンドグリットパッドコンディショナーもまた、研磨試験方法2を使用して試験した。銅の除去率及びウェハの不均一性を、コンディショニング時間の関数として測定した。結果を表7に示す。6時間の研磨時間に到達するまでに、パッドは激しく磨耗し、もはやパッドの溝は存在しなかったが、このことは、その研磨パッドが、ダイヤモンドグリットパッドコンディショナーによって完全に磨耗したことを示すものである。

## 【0099】

## 【表8】

表7. CE19に関する銅CMP研磨の結果

20

| コンディショニング<br>時間(時間) | ヘッド圧力3.0psi(20.7kPa) |       | ヘッド圧力1.4psi(9.7kPa) |       |
|---------------------|----------------------|-------|---------------------|-------|
|                     | 除去率(Å/分)             | NU(%) | 除去率(Å/分)            | NU(%) |
| 0.55                | 8,118                | 8     | 4,967               | 7.5   |
| 3.62                | 8,265                | 9.7   | 5,382               | 8.2   |
| 6.68                | 7,191                | 9.6   | 4,484               | 13.5  |

## 【0100】

実施例15A及びCE19でコンディショニングした、3.0psi(20.7kPa)のウェハヘッド圧力で実施されたCMP研磨試験からのパッドを、前述の試験方法を使用して、パッドの磨耗率及び表面粗さに関して測定した。結果を表8に示す。実施例15Aでコンディショニングしたパッドの、平均のパッド磨耗率は、CE19でコンディショニングしたパッドよりも約4倍低いものであったが、このことは、精密に成形された研磨構造部を有するコンディショナーでコンディショニングしたパッドが、著しくより長い耐用期間を有することを示すものである。

30

## 【0101】

## 【表9】

表8. 実施例15A及びCE19を使用するCMP研磨試験からのパッドの磨耗の結果

| 実施例    | コンディショニング<br>時間(時間) | パッド磨耗率<br>(マイクロメートル/<br>時間) | 初期平均<br>パッド表面粗さ<br>(マイクロメートル) | 最終平均パッド表面粗さ<br>(マイクロメートル) |
|--------|---------------------|-----------------------------|-------------------------------|---------------------------|
| 実施例15A | 21.02               | 34.8                        | 2.34                          | 2.50                      |
| CE19   | 6.68                | 132.4                       | 1.96                          | 2.66                      |

40

## 【0102】

## 実施例16A及びCE20を使用するCMP研磨試験

研磨試験方法3を使用して、実施例16Aの研磨物品を、比較例CE20のダイヤモンドグリットパッドコンディショナーと、酸化物プロセスで比較した。上述の酸化物ウェハの除去率及び不均一性の試験方法を使用して、酸化物の除去率及びウェハの不均一性を、コンディショニング時間の関数として測定した。結果を表9に示す。従来のダイヤモンドグリットパッドコンディショナーCE20と比較して、研磨プロセスが、精密に成形された構造部を有する実施例16Aのパッドコンディショナーを採用した場合、より高い除去

50

率及びより低いウェハの不均一性が得られた。4.9時間のコンディショニングの後、パッドの表面仕上げを、パッドの中心から3インチ(7.6cm)、7インチ(17.8cm)、及び13インチ(33.0cm)で測定した。実施例16Aに関するパッドの表面仕上げは、比較例CE20よりも若干高いものであった(それぞれ、8.47マイクロメートル対7.24マイクロメートル)。開始時のパッドの表面粗さは、1.2マイクロメートルとした。パッドコンディショナーとして実施例16Aを使用する研磨試験を、30時間まで継続した。研磨要素の構造部高さを、研磨の前後に、従来の光学顕微鏡法によって測定することにより、先端部の磨耗を判定した。磨耗率は、約0.1マイクロメートル/時間となることが判定された。構造部上には、汚れ又はスラリーの蓄積は存在しなかった。

10

【0103】

【表10】

表9. 実施例16A及びCE20に関する酸化物CMP研磨の結果

| コンディショニング<br>時間(時間) | 実施例16A   |       | CE20     |       |
|---------------------|----------|-------|----------|-------|
|                     | 除去率(Å/分) | NU(%) | 除去率(Å/分) | NU(%) |
| 0.6                 | 4,673    | 5     | 2,021    | 6.1   |
| 1.7                 | 5,422    | 5.7   | 2,391    | 8.1   |
| 2.8                 | 5,482    | 2.2   | 2,615    | 8.1   |
| 3.8                 | 5,556    | 1.6   | 2,692    | 7.6   |
| 4.9                 | 5,490    | 3.5   | 2,910    | 7.6   |

20

【0104】

本発明は、好ましい実施形態を参照して説明されているが、当業者には、本発明の趣旨及び範囲から逸脱することなく、形態及び詳細に変更を加えることができる点が、認識されるであろう。

【図1a】

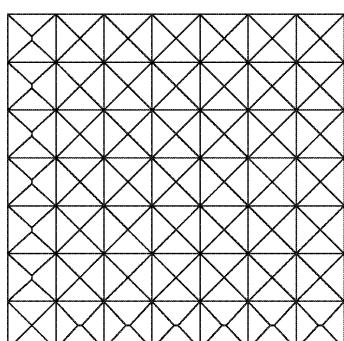


FIG. 1a

【図2】

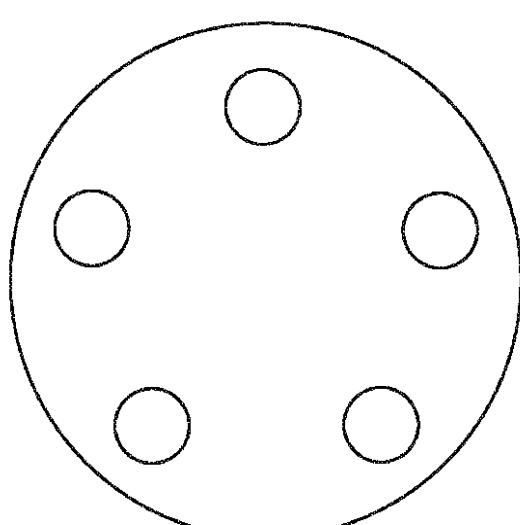


FIG. 2

【図1b】

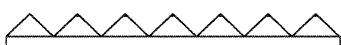


FIG. 1b

【図 3 a】

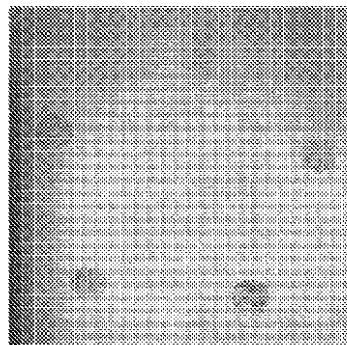


FIG. 3a

【図 3 b】

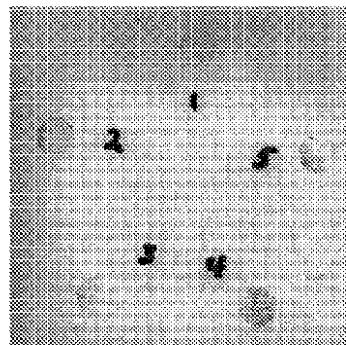


FIG. 3b

【図 4 a】

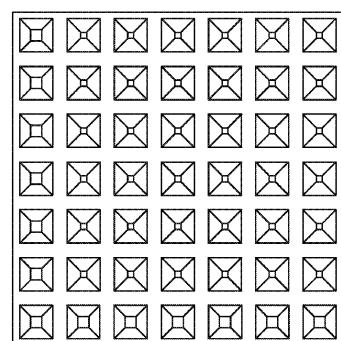


FIG. 4a

【図 4 b】



FIG. 4b

【図 5 a】

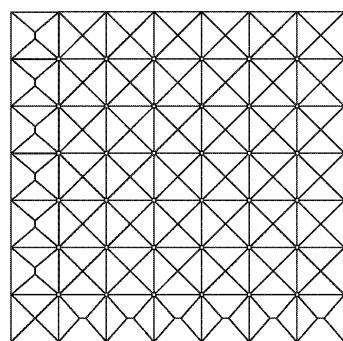


FIG. 5a

【図 5 b】



FIG. 5b

【図6】

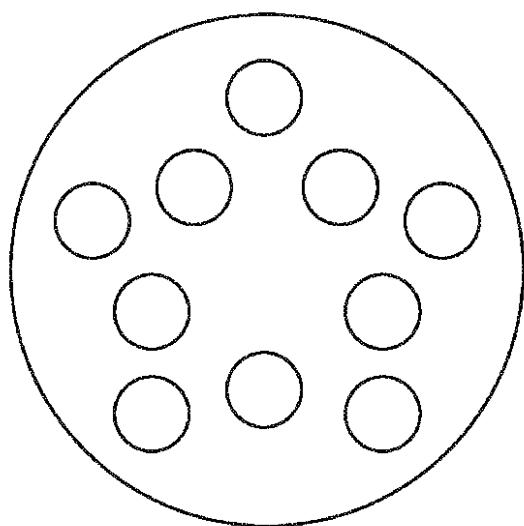


FIG. 6

---

フロントページの続き

- (72)発明者 レフー, デュイ ケー.  
アメリカ合衆国, ミネソタ州, セント ポール, ポスト オフィス ボックス 33427  
, スリーエム センター
- (72)発明者 シャンティ, ノア オー.  
アメリカ合衆国, ミネソタ州, セント ポール, ポスト オフィス ボックス 33427  
, スリーエム センター
- (72)発明者 シエ, ジンチン  
アメリカ合衆国, ミネソタ州, セント ポール, ポスト オフィス ボックス 33427  
, スリーエム センター
- (72)発明者 ブレッチャー, キャスリン アール.  
アメリカ合衆国, ミネソタ州, セント ポール, ポスト オフィス ボックス 33427  
, スリーエム センター

合議体

審判長 刈間 宏信

審判官 見目 省二

審判官 小川 悟史

- (56)参考文献 特開2010-125567(JP, A)  
特表2003-511255(JP, A)  
特開2004-1152(JP, A)  
特開平5-339059(JP, A)  
特開2007-268666(JP, A)  
特表2009-535225(JP, A)  
特開2004-25445(JP, A)  
特表2011-507712(JP, A)  
特表2009-512566(JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

B24D 3/00

B24D 7/00

H01L 21/304

H01L 21/463