(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号
特許第3612192号
(P3612192)
(45)発行日　平成17年1月19日(2005.1.19)　(24)登録日　平成16年10月29日(2004.10.29)

(51)Int.Cl.[7]　F I
H01L 21/304　H01L 21/304　622D
B24B 37/00　H01L 21/304　622X
B24B 37/00　H

請求項の数 10　(全 9 頁)

(21)出願番号　特願平9-306467
(22)出願日　平成9年10月20日(1997.10.20)
(65)公開番号　特開平11-31675
(43)公開日　平成11年2月2日(1999.2.2)
審査請求日　平成14年1月17日(2002.1.17)
(31)優先権主張番号　9612892
(32)優先日　平成8年10月23日(1996.10.23)
(33)優先権主張国　フランス(FR)

(73)特許権者　597164194
クラリアント　インターナショナル　リミテッド
スイス国、ツェーハー－４１３２、ムッテンツ　１、　ロートハウスシュトラーセ　６１
(74)代理人　100059694
弁理士　安達　光雄
(74)代理人　100103816
弁理士　風早　信昭
(72)発明者　エリック・ジャキノ
フランス国６０３５０　トロスリー、ブロイル、ル、ド、ラ、ピエール、ソテ　４

最終頁に続く

(54)【発明の名称】ケイ素誘導体又はケイ素を基材とした分離材料の層のための新規な化学機械的研磨方法

(57)【特許請求の範囲】

【請求項１】

ケイ素又はケイ素誘導体を基材とした分離材料の層のための化学機械的研磨方法であって、分離材料層の摩耗を、研磨材を含有する布帛を用いて前記層を擦ることによって行う方法において、研磨材が、シロキサン結合によって結合されていない、個々に分離したコロイドシリカ粒子を含有するコロイドシリカの酸性水性懸濁液及び懸濁液媒体としての水を含有することを特徴とする方法。

【請求項２】

コロイドシリカの酸性水性懸濁液が、１～６のｐＨを有することを特徴とする請求項１の方法。

【請求項３】

コロイドシリカの酸性水性懸濁液が、２～３のｐＨを有することを特徴とする請求項２の方法。

【請求項４】

コロイドシリカの酸性水性懸濁液が、３～２５０ｎｍの直径を有し、シロキサン結合によって結合されていない個々に分離した粒子を含有することを特徴とする請求項１～３の何れか１項の方法。

【請求項５】

コロイドシリカの酸性水性懸濁液が、１０～５０ｎｍの直径を有し、シロキサン結合によって結合されていない個々に分離した粒子を含有することを特徴とする請求項４の方法。

【請求項６】
コロイドシリカの酸性水性懸濁液を、５～５０％のシリカの重量濃度で使用することを特徴とする請求項１～５の何れか１項の方法。
【請求項７】
コロイドシリカの酸性水性懸濁液が、１５～３０％のシリカの重量濃度で使用することを特徴とする請求項６の方法。
【請求項８】
ケイ素又はケイ素誘導体を基材とした分離材料の層が、二酸化ケイ素、窒化ケイ素、ポリシリコン又はアモルファスシリコンを基材としていることを特徴とする請求項１～７の何れか１項の方法。
【請求項９】
分離材料の層が、二酸化ケイ素を基材としていることを特徴とする請求項８の方法。
【請求項１０】
３～２５０ｎｍの直径を有し、シロキサン結合で結合されていない個々に分離した粒子を含み、１．５～４のｐＨを有するコロイドシリカの酸性水性懸濁液で含浸した布帛を含む、ケイ素又はケイ素誘導体を基材とした分離材料の層を化学機械的に研磨するための研磨用布帛。
【発明の詳細な説明】
【０００１】
本発明は、集積回路の分離に適用できる電気分離材料の化学機械的研磨による平面化法に関する。
【０００２】
マイクロエレクトロニクスの分野で、寸法の減少及び密度の増大の関係の中に、分離方法が含まれている。従って、局部酸化に基づいた活性帯域の分離のための方法は、トレンチをエッチングするため、非導電性材料の付着で充填及びこの分離層の平坦化のための段階を含む浅いトレンチ分離による前記活性帯域の横方向分離法によって成功していた。
【０００３】
これらの分離法に伴われる主たる困難は、非導電性材料層の平坦化にある。
【０００４】
化学機械的研磨は、平面化法のこの段階のための最も有効な解決法であると考えられる。それは、従来の液体又はレーザーエッチング法に対して、材料のエッチングの利点を有し、一方初期レリーフを非常に有効に平坦化する。
【０００５】
本発明は、横方向分離［ＳＴＩ：Ｓｈａｌｌｏｗ　Ｔｒｅｎｃｈ　Ｉｓｏｌａｔｉｏｎ（浅いトレンチ分離）］について、及び相互接続の分離（ＩＬＤ：Ｉｎｔｅｒ－Ｌｅｖｅｌ　Ｄｉｅｌｅｃｔｒｉｃｓ　）について、集積回路の製造のため使用される酸化ケイ素の平坦化のための段階の改良に関する。
【０００６】
化学機械的方法は、非導電性材料の作用について影響を有する二つの効果、即ち機械的効果及び化学的効果の組合せである。
【０００７】
機械的効果は、研磨布帛上で半導体材料の水の荷重力、水及び布帛の相対的移動速度（例えば回転）、この布帛の特性及び研磨材中のシリカ粒子の直径の特性から生ずる。
【０００８】
化学的効果は、コロイドシリカの表面化学から本質的に生ずる。
【０００９】
二つの組合された効果は、研磨される材料の分子を、研磨されるべき材料の平坦化を誘起することによって突出帯域全体にわたって選択的に再処理することを生ぜしめる。
【００１０】
二酸化ケイ素又は窒化ケイ素の如きケイ素誘導体に基づいた非導電性材料を研磨するため

、熱分解法シリカ（ヒュームドシリカとも称される）のコロイドシリカの塩基性水性溶液によって構成される研磨材が一般に使用される。

【００１１】

これらの熱分解法シリカは、高温で燃焼室中で、水素及び酸素と高純度の四塩化ケイ素の燃焼による熱分解法を介して得られる。

【００１２】

一般に５～５０ｎｍの球状粒子の一次粒子が得られ、これは一般に５０～５００ｎｍからなる長さの粒子凝集物を形成する。

【００１３】

文献には、ケイ素誘導体を基材として、特に二酸化ケイ素を基材とした非導電性材料の化学機械的研磨中、熱分解法シリカの粒子の直径が大となればなる程、そして使用するコロイドシリカ溶液のｐＨが高くなればなる程、熱分解法シリカを用いる非導電性材料の攻撃速度は大となる［特に Ｒ．Ｊａｉｒａｔｈ 等の 、Ｍａｔ；Ｒｅｓ．Ｓｏｃ．Ｓｙｍｐ．Ｐｒｏｃ．ｖｏｌ ３３７，１９９４年，１２１～１３１頁；Ｇ．Ｊ．Ｐｉｅｔｓｃｈ 等の、Ｓｕｒｆａｃｅ Ｓｃｉｅｎｃｅ ３３１～３３３（１９９５年），３９５～４０１頁； Ｍ．Ｂｏｒｄａ 等の、Ｄｕｍｉｃ Ｃｏｎｆｅｒｅｎｃｅ ２１－２２，２，１９９５年，３３１～３３７頁；Ｄ．ＤｅＶｌｉｅｇｅｒ等の、Ｃｏｎｆｅｒｅｎｃｅ Ｐｒｏｃｅｅｄｉｎｇｓ ＵＬＳＩ－Ｘ ，１９９５年，Ｍａｔｅｒｉａｌｓ Ｒｅｓｅａｒｃｈ Ｓｏｃｉｅｔｙ ，２０１～２０５頁； Ｗ．Ｊ．Ｐａｔｒｉｋ 等の、Ｊ．Ｅｌｅｃｔｒｏｃｈｅｍ．Ｓｏｃ．ｖｏｌ．１３８，Ｎｏ．６，１９９１年6月，１７７８～１７８４頁；Ｒ．Ｋｏｌｅｎｋｏｗ 等の、Ｓｏｌｉｄ Ｓｔａｔｅ Ｔｅｃｈｎｏｌｏｇｙ，１９９２年6月，１１２～１１４頁； Ｂｅｙｅｒ，Ｋｌａｕｓ Ｄｉｅｔｒｉｃｈ のＥＰ ２２４６４６；Ｓｅａｒｓ Ｇｅｏｒｇｅ Ｗａｌｌａｃｅ Ｊｒ．のＵＳ ３９２２３９３，Ｄｏａｎ Ｔｒｕｎｇ Ｔ．のＵＳ ５１６９４９１，Ｋｏｔｏ Ｉｔｓｕｋｉ のＪＰ ０７３１６８４６参照）。

【００１４】

最も普通に使用されるｐＨは９～１２．５の間にある。一方酸性ｐＨは攻撃速度が特に遅い（特にＧ．Ｊ．Ｐｉｅｔｓｃｈ 等の、Ｓｕｒｆａｃｅ Ｓｃｉｅｎｃｅ ３３１～３３３（１９９５年）３９６頁の論文の図１参照）。

【００１５】

高度に塩基性の媒体中でのかかる水性懸濁液の使用は、ある数の欠点を提供する。第一に、凝集物の長さにおける広い分布に原因して、時間にわたって凝集物が沈降する傾向があり、この欠点は、懸濁液の一定の攪拌によってのみ最小にすることができる。更に高度の塩基性の水性懸濁液の使用は、常に環境及び作業条件に関して欠点を提供する。

【００１６】

従って本出願人の主目的は、集積回路の製造において遭遇することのある分離法、例えば半導体基体の将来の活性帯域の浅いトレンチによる横方向分離法、のみならず二酸化ケイ素の完全平坦化を必要とする集積回路の他の分離法における二酸化ケイ素層の平坦化における改良にある。これは又二酸化ケイ素による集積回路の相互接続の分離も含む。

【００１７】

コロイドシリカの塩基性水性懸濁液を用いる化学機械的研磨におけるこれらの全ての改良を実現するため、シロキサン結合によって結合されておらず、酸性媒体中で使用されるシリカの個々に分離した微細粒子を含有するかそれによって構成された、コロイドシリカの懸濁液が、分離材料の良好な攻撃速度を保持し、かつ研磨の攻撃の均一性のすぐれた品質を保持しながら、非常に改良された平坦化効果を得ることを可能にすることを、驚くべき意外な形で知った。

【００１８】

これが、本発明の主題が、ケイ素又はケイ素誘導体を基材とした層の化学機械的研磨のため、特に二酸化ケイ素の層を化学機械的研磨のため、懸濁媒体としての水、及びシロキサ

ン結合で結合されていない個々に分離したコロイドシリカ粒子を含有するコロイドシリカの酸性懸濁液を含む研磨材を使用する理由であり、しかも分離材料の研磨を、研磨材を含む布帛を使用して前記層を擦ることによって行うケイ素又はケイ素誘導体を基材とした分離材料の層の化学機械的研磨のための方法において、研磨材が、シロキサン結合によって結合されていないコロイドシリカの個々に分離した粒子を含有するコロイドシリカの酸性水性懸濁液及び水を懸濁媒体として含有することを特徴とする方法を使用する理由であり、そして好ましくはかかる酸性水性懸濁液によって構成されている理由である。

【００１９】

これらのコロイドシリカの水性懸濁液は、水中懸濁液の形で、シロキサンによって結合されていない個々に分離した微細シリカ粒子を含有するか又はそれによって構成されており、好ましくは粒子凝集物を実質的に含有しない。本発明による材料の層の化学機械的研磨のため、コロイドシリカの水性懸濁液は酸性媒体中で使用し、好ましくは、３～２５０ｎｍ、特に３～１５０ｎｍ、特に１０～５０ｎｍの個々の粒子直径を有する。

【００２０】

コロイドシリカのかかる水性懸濁液は、アルカリ性シリケート、特にナトリウム又はカリウムシリケートから、又はエチルシリケートから得ることができる。両者の場合において、当業者に知られている方法、特にＫ．Ｋ．Ｉｌｅｒによる Ｐｕｂｌｉｓｈｅｒ　Ｗｉｌｅｙ　Ｉｎｔｅｒｓｃｉｅｎｃｅ　１９７９年発行、“Ｔｈｅ　Ｃｈｅｍｉｓｔｒｙ　ｏｆ　Ｓｉｌｉｃａ”，Ｃｈａｐｔｅｒ　９，３３１～３４３頁に記載された方法を用いると、３～２５０ｎｍの直径を有し、シロキサンタイプの結合によって結合されていない、個々に分離した粒子を含有するコロイドシリカの酸性水性懸濁液を得ることができる。

【００２１】

本発明の重要な利点は、コロイドシリカの酸性水性懸濁液による二酸化ケイ素の如き分離材料の層の化学機械的研磨における改良にある。

【００２２】

例えば、この改良は３種の試験によって本質的に証明できる：

【００２３】

（ａ）　コロイドシリカの研磨材水性分散液による二酸化ケイ素層の攻撃速度の試験。この攻撃速度は、パターンを含まぬ二酸化ケイ素ウエファー／スライスについての研磨前及び後の厚さ測定における差によって測定される。攻撃速度はÅ／分で表される。

【００２４】

（ｂ）　平坦化試験、特に７０００Åの初期高さの分離したパターンを含有するウエファー／スライス上で測定した、初期レリーフ（研磨前）及び最終レリーフ（研磨後）の間の段階の高さにおける変動を特性とする平坦化度（ＤＰ）。それは百分率として表示され、下記式によって定義される：

【００２５】

$$DP = 100 \times \frac{Hi - Hf}{Hi}$$

Ｈｉは段階の初期の高さである、
Ｈｆは段階の最終高さである。

【００２６】

全平坦化後は、１００％の平坦化の合計の度合を与える。零平坦化は、０％の平坦化度を与える。

【００２７】

図１、図２及び図３は、平坦化度の定義を示す。平坦化度は、図１において０％であり、図２においては５０％であり、図３においては１００％である。

【００２８】
全平坦化試験において、低い部分（パターン外）で除去された厚さは３５００Åに調整した。
【００２９】
（ｃ）　研磨攻撃の均一性試験。これは同じウエファー上の酸化物の厚さにおける変動を表す。下記式に従い研磨前及び後の同じＳｉＯ$_2$　ウエファー上の酸化物の測定から計算する：
【００３０】

$$U=\frac{\text{最大厚さ}-\text{最小厚さ}}{2\times\text{除去された平均の厚さ}}\times 100$$

【００３１】
得られた値が小さければ小さい程、攻撃の均一性は満足できるものである。
【００３２】
この有利な研磨法は、シロキサン結合によって結合されていない個々に分離した粒子で構成された微細コロイドシリカの酸性水性懸濁液によって実施される。
【００３３】
本発明による方法を実施するための好ましい条件の下では、１～６、特に１．５～４、特に２～３のｐＨを有するコロイドシリカの酸性水性懸濁液を使用する。
【００３４】
本発明による方法を実施するための他の好ましい条件の下では、コロイドシリカ懸濁液の元素状粒子の直径は、３～２５０ｎｍ、特に３～１５０ｎｍ、特に１０～５０ｎｍからなる。
【００３５】
最良の研磨効率を得るため、特に二つの主たる前記試験：二酸化ケイ素層の攻撃速度及び処理した層の平坦化の品質のため、実施の更に別の好ましい条件の下で、研磨製品、即ちシリカの重量濃度は５～５０％、好ましくは１５～３０％である。
【００３６】
分離材料の層は、好ましくは二酸化ケイ素、窒化ケイ素、ポリシリコン又はアモルファスシリコンを基材としており、特に二酸化ケイ素を基材としている。
【００３７】
本発明の別の利点は、シロキサン結合で結合されておらず、実質的に単分散粒子直径を有する個々に分離した粒子によって構成されたコロイドシリカの酸性水性懸濁液が、時間経過に従って沈降を生ぜしめない、時間全般にわたっての非常に良好な安定性を有することにある。
【００３８】
最後に、本発明の目的は、１．５～４の間のｐＨの、そして３～２５０ｎｍの直径を有する、シロキサン結合によって結合されていない個々に分離した粒子を含有するコロイドシリカの酸性水性懸濁液で含浸した布帛を含有する、ケイ素又はケイ素誘導体を基材とした分離材料の層の化学機械的研磨のための研磨材にある。実際に特に好ましい懸濁液はこの方法の操作条件で下記に示す。
【００３９】
下記実施例は、本発明を更に良く理解させるものである。
【００４０】
実施例１：本発明によるコロイドシリカの酸性水性懸濁液に基づいた研磨材での研磨の実施例：
【００４１】
それぞれ研究するウエファー上に、約１μｍの二酸化ケイ素の付着層を作り、これを研磨

前に測定する。

【００４２】

次にウエファーを下記標準法により研磨する：

- 負荷力： ０．５ｄａＮ／ｃｍ^2
- 板速度： ２５回転／分
- キャリヤー速度：２２回転／分
- 温度： ２０℃
- 研磨材処理量： ８０ｃｍ^3／分
- 布帛： ＲＯＤＥＬ ＰＲＯＤＵＣＴＳからのＩＣ １０００ on Suba ４

【００４３】

各実施例に示した結果は、攻撃速度及び攻撃の均一度百分率に対する完全二酸化ケイ素及び平坦化度の測定のための構造部材ウエファーから得られる。

【００４４】

用いたコロイドシリカの特性は下記の通りである：

- コロイドシリカの素粒子の平均直径 １２ｎｍ
- 水性懸濁液のｐＨ ２．２
- コロイドシリカの重量濃度 ２０％

【００４５】

下記の結果が得られる：

- 平坦化度７８％
- SiO_2 の攻撃速度１０５０Å／分
- 攻撃の均一性百分率３％

【００４６】

同じ条件の下、特性が下記の通りであるコロイドシリカ使用：

- コロイドシリカ素粒子の平均直径 ２５ｎｍ
- 水性懸濁液のｐＨ ２．２
- コロイドシリカの重量濃度 ２０％

【００４７】

下記の結果が得られる：

- 平坦化度５２％
- SiO_2 の攻撃速度１８５０Å／分
- 攻撃の均一性百分率２．５％

【００４８】

実験１：コロイドシリカの塩基性水性懸濁液に基づいた研磨材での研磨の比較例：

【００４９】

研磨法は前述した条件下に行う。但し、シリカの重量濃度は１２～１３％に調整した。

【００５０】

この応用のため市販の熱分解法コロイドシリカを用いる。その特性は次の通りである：

【００５１】

- 素粒子の平均直径　１０ｎｍ
- 凝集粒子の平均直径　１５０ｎｍ
- 水性懸濁液のｐＨ　１０．３
- 活性生成物の重量濃度　１２％

【００５２】
下記の結果が得られる：
－　平坦化度４２％
－　SiO_2　の攻撃速度１１００Å／分
－　攻撃の均一性百分率８．５％

【００５３】
この応用のため市販の熱分解法コロイドシリカを用いる。その特性は次の通りである：
－　素粒子の平均直径　２５ｎｍ
－　凝集粒子の平均直径　２００ｎｍ
－　水性懸濁液のｐＨ　１０．２
－　活性生成物の重量濃度　１３％

【００５４】
下記の結果が得られる：
－　平坦化度５６％
－　SiO_2　の攻撃速度１５００Å／分
－　攻撃の均一性百分率１１．５％

【００５５】
従って、一方で文献に記載されたこととは反対に、そして意外な形で、前もって使用したコロイドシリカの塩基性水性懸濁液を用いたのと同じ大きさのものであるコロイドシリカの酸性水性懸濁液を用いて、酸化ケイ素の攻撃速度を得ることができることが判る。

【００５６】
他方で、同様に意外な形で、熱分解法コロイドシリカの塩基性水性懸濁液を用いて得られた効果よりも非常に著しくすぐれた平坦化効果を、コロイドシリカの酸性水性懸濁液が作ること、及び非常に驚くべき形で、試験した全ての製品の最良の結果を生ぜしめるものが小粒子に基づいた酸性水性懸濁液であることも知ることができる。

【００５７】
最後に、本発明によるコロイドシリカの酸性水性懸濁液の攻撃の非常に良好な均一性が、熱分解法コロイドシリカの塩基性水性懸濁液に対して明らかにできる。

【図面の簡単な説明】
【図１】平坦化度０％の平坦化度の定義を示す。
【図２】平坦化度５０％の平坦化度の定義を示す。
【図３】平坦化度１００％の平坦化度の定義を示す。

【図１】

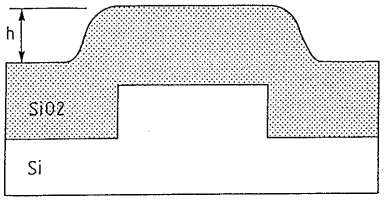

Fig.1

【図２】

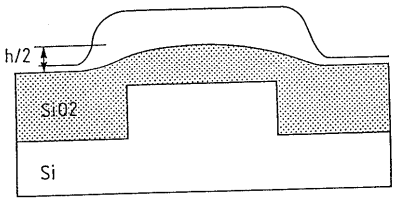

Fig.2

【図３】

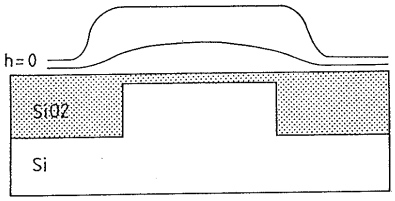

Fig.3

フロントページの続き

(72)発明者　モーリス・リヴォワール
フランス国３８２４０　メイラン、シュマン、ドゥ、ラ、テラ　３８

審査官　紀本　孝

(56)参考文献　特開平０８－２７９４８０（ＪＰ，Ａ）
特開平０８－０４５９３４（ＪＰ，Ａ）
特開平０９－１７４４１９（ＪＰ，Ａ）
特開平０８－３１９１１１（ＪＰ，Ａ）
特開平０７－３２１１１９（ＪＰ，Ａ）
特開平０２－２６２９５６（ＪＰ，Ａ）

(58)調査した分野(Int.Cl.[7]，ＤＢ名)
H01L 21/304
B24B 37/00