

【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 2 部門第 3 区分

【発行日】平成28年12月28日 (2016.12.28)

【公開番号】特開2015-226959(P2015-226959A)

【公開日】平成27年12月17日 (2015.12.17)

【年通号数】公開・登録公報2015-079

【出願番号】特願2014-113915(P2014-113915)

【国際特許分類】

**B 2 4 B 37/34 (2012.01)**

**B 2 4 B 57/02 (2006.01)**

**B 2 4 B 37/00 (2012.01)**

**H 0 1 L 21/304 (2006.01)**

【F I】

B 2 4 B 37/00 X

B 2 4 B 57/02

B 2 4 B 37/00 K

H 0 1 L 21/304 6 2 2 R

H 0 1 L 21/304 6 2 2 D

【手続補正書】

【提出日】平成28年11月8日 (2016.11.8)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

被研磨物の溶解を促進する促進剤および被研磨物の溶解を阻害する阻害剤を含む研磨液の研磨性能を判定する研磨液の研磨性能判定方法であって、

研磨廃液を分光法により分析し、前記促進剤または前記阻害剤または前記促進剤と被研磨金属との錯体化合物を識別可能な波長の中から複数の波長を選択し、選択した複数の波長の吸光度を測定することにより研磨液の研磨性能を判定することを特徴とする研磨液の研磨性能判定方法。

【請求項 2】

吸光度を測定する波長が 200 ~ 900 nm の範囲から選択した複数の波長であることを特徴とする請求項 1 に記載の研磨液の研磨性能判定方法。

【請求項 3】

少なくとも一つの波長を 200 ~ 255 nm または 450 ~ 900 nm のいずれかの範囲から選択するとともに、少なくとももう一つの波長を 255 ~ 310 nm の範囲から選択することを特徴とする請求項 1 に記載の研磨液の研磨性能判定方法。

【請求項 4】

少なくとも一つの波長を 255 ~ 310 nm の範囲から選択し、少なくとももう一つの波長を被研磨金属イオンの波長から選択することを特徴とする請求項 1 に記載の研磨液の研磨性能判定方法。

【請求項 5】

少なくとももう一つの波長を被研磨金属イオンの波長から選択することの代わりに、被研磨金属イオンの電気化学特性または色度を測定し、研磨廃液の 255 ~ 310 nm の範囲から選択した波長の吸光度と、前記測定した被研磨金属イオンの電気化学特性または色

度とから研磨液の研磨性能を判定することを特徴とする請求項 4 に記載の研磨液の研磨性能判定方法。

【請求項 6】

研磨廃液の成分濃度を測定し測定値に基づく信号値を取得し、この取得した信号値とあらかじめ取得している信号値とを処理することにより研磨液の研磨性能を判定することを特徴とする研磨液の研磨性能判定方法。

【請求項 7】

研磨廃液と反応する反応剤を備えた反応部に研磨廃液を通し反応剤と反応させ、前記反応部において反応させた後の研磨廃液の成分濃度を測定し測定値に基づく信号値を取得し、この取得した信号値とあらかじめ取得している信号値とを処理することにより研磨液の研磨性能を判定することを特徴とする研磨液の研磨性能判定方法。

【請求項 8】

研磨廃液の成分濃度を測定し測定値に基づく信号値を取得し、前記研磨廃液と反応する反応剤を備えた反応部に前記研磨廃液を通し反応剤と反応させ、前記反応部において反応させた後の研磨廃液の成分濃度を測定し測定値に基づく信号値を取得し、反応部を通る前の研磨廃液から得られた信号値と反応部を通過した後の研磨廃液から得られた信号値とを処理することにより研磨液の研磨性能を判定することを特徴とする研磨液の研磨性能判定方法。

【請求項 9】

研磨廃液の成分と反応する被研磨金属成分からなる固体で反応経路が構成された反応部に前記研磨廃液を通すことを特徴とする請求項 7 または 8 に記載の研磨液の研磨性能判定方法。

【請求項 10】

反応経路を構成する固体は金属または金属塩または金属錯体であることを特徴とする請求項 9 に記載の研磨液の研磨性能判定方法。

【請求項 11】

反応部に研磨廃液の成分と反応する薬剤を添加することを特徴とする請求項 7 または 8 に記載の研磨液の研磨性能判定方法。

【請求項 12】

添加する反応薬剤が指示薬または金属イオンまたは金属錯化剤であることを特徴とする請求項 11 に記載の研磨液の研磨性能判定方法。

【請求項 13】

成分濃度を測定する方法が電気化学法であることを特徴とする請求項 6 乃至 8 のいずれか 1 項に記載の研磨液の研磨性能判定方法。

【請求項 14】

成分濃度を測定する方法が分光法であることを特徴とする請求項 6 乃至 8 のいずれか 1 項に記載の研磨液の研磨性能判定方法。

【請求項 15】

測定する波長が 200 ~ 900 nm の範囲から選択した波長であることを特徴とする請求項 14 に記載の研磨液の研磨性能判定方法。

【請求項 16】

測定する波長が 200 ~ 900 nm の範囲から選択した複数の波長であることを特徴とする請求項 14 に記載の研磨液の研磨性能判定方法。

【請求項 17】

成分分離手段により研磨廃液の成分を分離し、分離した後に各成分濃度を測定することを特徴とする請求項 6 乃至 8 のいずれか 1 項に記載の研磨液の研磨性能判定方法。

【請求項 18】

研磨廃液の分離手段がクロマトグラフィーであることを特徴とする請求項 17 に記載の研磨液の研磨性能判定方法。

【請求項 19】

物理的な濃度変化を検出することにより成分濃度を測定することを特徴とする請求項 17 に記載の研磨液の研磨性能判定方法。

【請求項 20】

光屈折率法あるいは光散乱法により成分濃度を測定することを特徴とする請求項 17 に記載の研磨液の研磨性能判定方法。

【請求項 21】

研磨装置から抽出した研磨廃液の成分の検出を行い検出信号を取得する検出部と、前記検出部から送信された前記検出信号を解析して研磨液の研磨性能を判定する解析部とを備えることを特徴とする研磨液の研磨性能判定装置。

【請求項 22】

研磨装置から抽出した研磨廃液と反応する反応剤を備える反応部と、前記反応部を通った研磨廃液の成分の検出を行い検出信号を取得する検出部と、前記検出部から送信された前記検出信号を解析して研磨液の研磨性能を判定する解析部とを備えることを特徴とする研磨液の研磨性能判定装置。

【請求項 23】

研磨装置から抽出した研磨廃液の成分の検出を行い検出信号を取得する第 1 検出部と、前記第 1 検出部から排出された研磨廃液と反応する反応剤を備える反応部と、前記反応部を通った研磨廃液の成分の検出を行い検出信号を取得する第 2 検出部と、前記第 1 検出部と前記第 2 検出部とから送信された前記検出信号を解析して研磨液の研磨性能を判定する解析部とを備えることを特徴とする研磨液の研磨性能判定装置。

【請求項 24】

前記反応剤は、被研磨金属成分からなる固体であり、被研磨金属または被研磨金属の塩または被研磨金属の錯体であることを特徴とする請求項 22 または 23 に記載の研磨液の研磨性能判定装置。

【請求項 25】

前記反応剤は、指示薬、金属イオン、金属錯化剤であることを特徴とする請求項 22 または 23 に記載の研磨液の研磨性能判定装置。

【請求項 26】

前記研磨廃液の成分を電気化学法により検出することを特徴とする請求項 21 乃至 23 のいずれか 1 項に記載の研磨液の研磨性能判定装置。

【請求項 27】

前記研磨廃液の成分を分光法により検出することを特徴とする請求項 21 乃至 23 のいずれか 1 項に記載の研磨液の研磨性能判定装置。

【請求項 28】

測定する波長が 200 ~ 900 nm の範囲から選択した波長であることを特徴とする請求項 27 に記載の研磨液の研磨性能判定装置。

【請求項 29】

測定する波長が 200 ~ 900 nm の範囲から選択した複数の波長であることを特徴とする請求項 27 に記載の研磨液の研磨性能判定装置。

【請求項 30】

成分分離手段により研磨廃液の成分を分離し、分離した後に研磨廃液の各成分を検出することを特徴とする請求項 21 乃至 29 のいずれか 1 項に記載の研磨液の研磨性能判定装置。

【請求項 31】

研磨廃液の分離手段がクロマトグラフィーであることを特徴とする請求項 30 に記載の研磨液の研磨性能判定装置。

【請求項 32】

物理的な濃度変化を検出することによりまたは光屈折率法あるいは光散乱法により研磨廃液の成分を検出することを特徴とする請求項 21 乃至 23 のいずれか 1 項に記載の研磨液の研磨性能判定装置。

## 【請求項 3 3】

研磨パッドを支持する研磨テーブルと、被研磨材を保持する手段と、前記研磨パッド上に研磨液を供給する手段と、前記研磨パッドから排出された研磨廃液を抽出する研磨廃液抽出機構と、請求項 2 1 乃至 3 2 のいずれか 1 項に記載の研磨性能判定装置と、前記研磨性能判定装置に接続された研磨液制御部とを備え、前記研磨性能判定装置において研磨廃液の成分が検出され取得した検出信号を解析し、解析した研磨性能判定信号を前記研磨液制御部に送信し、前記研磨液制御部は前記研磨パッドに供給する研磨液の流量を制御することを特徴とする研磨装置。

## 【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 2 2

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 0 2 2】

【図 1】図 1 は、分光法に基づく吸光度特性による評価を示す図である。

【図 2】図 2 は、本発明に係る研磨液の研磨性能判定方法を実施する研磨装置を示す模式的斜視図である。

【図 3】図 3 は、図 2 に示す研磨装置における制御構成の一例を示すブロック図である。

【図 4】図 4 は、本発明に係る研磨液の研磨性能判定方法を実施する研磨装置の他の態様を示す図であり、スラリーに含まれる成分と反応する反応部を備えた態様を示す模式的斜視図である。

【図 5】図 5 は、図 4 に示す研磨装置における制御構成の一例を示すブロック図である。

【図 6】図 6 は、本発明に係る研磨液の研磨性能判定方法を実施する研磨装置の更に他の態様を示す模式的斜視図である。

【図 7】図 7 は、図 6 に示す研磨装置における制御構成の一例を示すブロック図である。

【図 8】図 8 ( a ) , ( b ) , ( c ) , ( d ) は、反応部の構成を示す模式図である。

【図 9】図 9 ( a ) , ( b ) , ( c ) は再生機構を備えた反応部の構成を示す模式図である。

【図 1 0】図 1 0 は、研磨液あるいは研磨廃液の成分濃度を測定する前段に成分分離手段を設けることで研磨液の研磨性能を推定する実施形態を示すブロック図である。

【図 1 1】図 1 1 は、CMP プロセスにおける 3 つのステップからなる研磨サイクルを示す模式図である。

## 【手続補正 3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 2 9

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 0 2 9】

CMP スラリー中に阻害剤と促進剤のそれぞれの濃度が適性範囲にあること、且つ、相反する作用をもつ錯スラリーの鮮度が高いと判定された場合にはスラリーの供給量を減らし錯化剤すなわち阻害剤と促進剤の濃度比が一定範囲にあることを検出する方法としては、上記分光法を含めて以下の 1 ~ 4 に示す方法がある。

1 . 複数の成分濃度を複数の波長で検出する分光法 ( 吸光度、蛍光、発光など ) による濃度検出方法 ( 図 1 参照 )

促進剤濃度を波長域 A あるいは波長域 C の分光光度から、阻害剤濃度を波長域 B の分光光度から解析する。

2 . 促進剤の波長で複数の成分濃度を検出する方法 ( 図 1 参照 )

( 1 ) 波長域 A あるいは波長域 C の分光光度を用いて、研磨に供される前の CMP スラリーのデータベースとの比較により促進剤濃度と阻害剤濃度を解析する。

( 2 ) 反応部に通す前と通した後との波長域 A あるいは波長域 C の分光光度変化から促

進剤濃度と阻害剤濃度を解析する。

3．非金属イオン成分の濃度を（分光せずに）色差あるいは電気伝導度により成分濃度を検出する方法

（1）データベースとの比較により促進剤濃度と阻害剤濃度を解析する。

（2）反応部に通す前と通した後との色彩あるいは電気伝導度変化から促進剤濃度と阻害剤濃度を解析する。

4．CMPスラリーの成分を分離した後に（分光せずに）各成分濃度を検出する方法

促進剤と阻害剤の成分を分離手段（クロマトグラフィーなど）で分離した後に各成分濃度の絶対値を検出する。濃度の検出法は成分によらず濃度が検出できれば良いので、分光法、吸光法、屈折率法、電気化学法、光散乱法などがある。

【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0040

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0040】

図5は、図4に示す研磨装置における制御構成の一例を示すブロック図である。図5に示すように、研磨装置の研磨廃液抽出機構5から反応部12に研磨廃液が送られる。反応部12において研磨廃液の所定の反応が行われ、反応後の研磨廃液は検出部10に送られる。検出部10において研磨廃液の所定成分の検出を行い、検出信号を解析部11に送信する。解析部11では、検出信号を予め所有する適正範囲信号と比較して研磨液の研磨性能を判定する。反応部12と検出部10と解析部11は研磨液鮮度判定部を構成している。解析部11は反応後の研磨性能判定信号を研磨液制御部20に送信する。研磨液制御部20は研磨性能判定信号に基づいて研磨液供給ポンプ7（図4参照）を制御し、研磨パッド2上に供給される研磨液（スラリー）の流量を制御する。

【手続補正5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0043

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0043】

図2乃至図7に示す検出部10、第1検出部10-1、第2検出部10-2は、上述した各種の検出方法を適宜用いて阻害剤と促進剤のそれぞれの濃度が適性範囲にあること、且つ、両作用をもつ錯化剤の濃度比が一定範囲にあることを検出するものである。

図4乃至図7に示す反応部12については以下に説明する。

図8（a）、（b）、（c）、（d）は、反応部の構成を示す模式図である。

反応部12には、図8（a）に示すように、固体反応剤を充填・保持した流路からなるもの、あるいは、図8（b）に示すように、液体反応剤を添加してスラリーと混合する流路からなるものがある。固体反応剤としては、金属、酸化物、金属を含む化合物（塩、電解質、錯体）などから成り、粒子、シート、構造体、流路壁などの形状をもつ。また、液体反応剤としては、色素、蛍光試薬、発色試薬などがある。さらに、反応部12は、固体反応剤を保持するための機構を備えており、この機構としては、流路の一部が太くなる構造（図8（a））、パンチング板やフィルタなどの封止構造（図8（c））などがある。また、液体反応剤の交換、あるいは、反応部の洗浄および液体反応剤の再生のために、図8（b）に示すように、流路の切替機構として、スラリーの入口および出口の他に、液体反応剤の導入部を設ける場合がある。また、図8（d）に示すように、反応部の反応、反応部の洗浄、液体反応剤の再生の工程を制御するためにスラリーの入口、出口、液体反応剤の導入部にバルブV1、V2、V3を設ける場合がある。