

(43) 国際公開日
2006年3月23日 (23.03.2006)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 2006/030595 A1(51) 国際特許分類:
H01L 21/304 (2006.01)

(21) 国際出願番号: PCT/JP2005/014878

(22) 国際出願日: 2005年8月9日 (09.08.2005)

(25) 国際出願の言語: 日本語

(26) 国際公開の言語: 日本語

(30) 優先権データ:
特願2004-267366 2004年9月14日 (14.09.2004) JP

(71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 日立化成工業株式会社 (HITACHI CHEMICAL COMPANY, LTD.) [JP/JP]; 〒1630449 東京都新宿区西新宿2丁目1番1号 Tokyo (JP).

(72) 発明者; および

(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 馬淵 勝美 (MABUCHI, Katsumi) [JP/JP]; 〒3191292 茨城県日

立市大みか町七丁目1番1号 株式会社日立製作所日立研究所内 Ibaraki (JP). 赤星 晴夫 (AKAHOSHI, Haruo) [JP/JP]; 〒3191292 茨城県日立市大みか町七丁目1番1号 株式会社日立製作所日立研究所内 Ibaraki (JP). 上方 康雄 (KAMIGATA, Yasuo) [JP/JP]; 〒3178555 茨城県日立市東町四丁目13番1号 日立化成工業株式会社 総合研究所内 Ibaraki (JP). 羽廣 昌信 (HABIRO, Masanobu) [JP/JP]; 〒3178555 茨城県日立市東町四丁目13番1号 日立化成工業株式会社 山崎事業所内 Ibaraki (JP). 小野 裕 (ONO, Hiroshi) [JP/JP]; 〒3178555 茨城県日立市東町四丁目13番1号 日立化成工業株式会社 山崎事業所内 Ibaraki (JP).

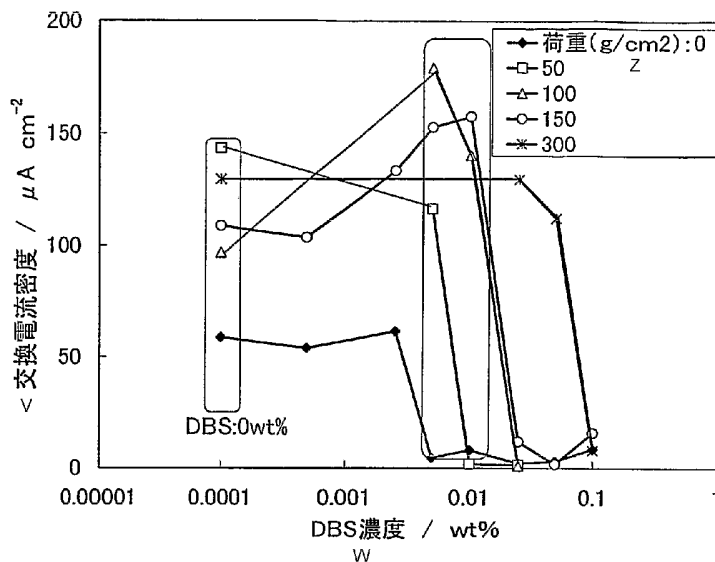
(74) 代理人: 平木 祐輔 (HIRAKI, Yusuke); 〒1050001 東京都港区虎ノ門4丁目3番20号 神谷町MTビル19階 Tokyo (JP).

(81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR,

/ 続葉有 /

(54) Title: POLISHING SLURRY FOR CMP

(54) 発明の名称: CMP用研磨スラリー



V... EXCHANGE CURRENT DENSITY / $\mu\text{A cm}^{-2}$
W... DBS CONC. / wt%
Z... LOAD (g/cm^2): 0

(57) Abstract: A polishing liquid for CMP comprised of a composition loaded with, for example, a surfactant, a protective film forming agent and an inorganic salt capable of imparting a dissolution accelerating activity to enlarge a difference between polishing speed under non-load and polishing speed under load. By virtue of this polishing liquid for CMP, there can be simultaneously accomplished a speed increase for enhancing CMP productivity and wiring miniaturization/wiring planarization for layer multiplication.

/ 続葉有 /

WO 2006/030595 A1



HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

- (84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE,

IS, IT, LT, LU, LV, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

— 国際調査報告書

2文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

(57) 要約: 非荷重下における研磨速度と過重下における研磨速度の差を大きくするために溶解促進作用を付与する無機塩、保護膜形成剤、界面活性剤等を添加した組成から構成されるCMP用研磨液により、CMPにおける生産性向上のための高速化、及び、配線の微細化および多層化のための配線の平坦化を両立させる。

明 細 書

CMP 用研磨スラリー

5 技術分野

本発明は、特に半導体デバイスの配線形成工程で使用される化学機械的研磨（CMP）に使用される研磨液に関する。

背景技術

- 10 LSIの高性能化に伴い、LSI製造工程における微細加工技術として、予め溝を形成させた絶縁膜上に銅を電気めっき法を用いて埋め込んだ後、配線形成のための溝部以外の過剰な銅を化学機械的研磨（CMP）法を用いて除去することにより配線
- 15 一般にCMPで使用する研磨液は、酸化剤および固体粒子からなっており、必要に応じて保護膜形成剤、酸化金属用溶解剤等が添加されている。固体粒子としては、数十nm程度のシリカ、アルミナ、ジルコニア、セリア等の微粒子が知られている。また酸化剤としては、過酸化水素、硝酸鉄、フェリシアン化カリウム、過硫酸アンモニウム等が知られている。
- 20

- 生産性の向上の観点からCMPによる銅の研磨速度の向上が求められており、従来研磨速度を向上させる方法としては、酸化金属溶解剤を添加することが有効とされる。固体砥粒によって削り取られた金属酸化物の粒を研磨液に溶解させることにより
- 25 固体砥粒による削り取りの効果が増加するためと考えられる。それ以外に添加されている酸化剤の濃度を増加させることも知られている。また水に不溶な銅化合物と可溶な銅化合物を銅配線の上に形成させること、アミノ酸を添加すること、鉄（III）化合物を含ませること、アルミニウム、チタン、クロム、鉄、

コバルト、ニッケル、銅、亜鉛、ゲルマニウム、ジルコニウム、モリブデン、錫、アンチモン、タンタル、タングステン、鉛、セリウムの多価金属を含有させることにより研磨速度を上げることが知られている。

- 5 その一方、研磨速度を向上させてしまうと金属配線部の中央が皿のように窪むディッシング現象が生じ、平坦性を悪化させてしまうという問題点が生じている。それを防止するために、通常は表面保護の作用を示す化合物が添加される。これは、銅表面に緻密な保護膜を形成することにより、酸化剤による銅の
- 10 イオン化を抑制し銅の研磨液中への過剰な溶解を防止するためである。一般的にこの作用を示す化合物としては、ベンゾトリアゾール(BTA)をはじめとするキレート剤が知られている。

- 一般的に、ディッシングの低減を目的にBTAをはじめとするキレート剤を添加すると研磨すべき部分にも保護皮膜が形成
- 15 されるために研磨速度が極端に低下する。これを解決するために種々の添加剤が検討されている。例えば、特開2002-12854号公報には、複素環を有する化合物とスルホン酸塩を1:10～1:0.03加えることが記載されている。

20 発明の開示

- CMPにおいては、生産性向上のためには高速化が求められている。また、配線の微細化および多層化のためには配線の平坦化が求められている。しかし、この両者は上述したようにトレードオフの関係にあり、両立させることは極めて困難である。
- 25 前述したように、一般的にディッシングの低減を目的にBTAをはじめとするキレート剤を添加すると研磨すべき部分にも保護皮膜が形成されるために研磨速度が極端に低下する。これを緩和するためにエッチング剤とキレート剤の量を調整して適正化を図ることも検討されているが満足させる条件を見出すこと

は困難である。保護膜を取り除くために、研磨圧力を高めることも考えられるが、今後はポーラス型低誘電率絶縁膜が主流となることを考慮するとこの方法は適切ではない。前述したようなこれらを両立させるための添加剤、手法も種々検討されているが、性能、コスト、使い勝手の良さ等、全ての条件を満足するものはまだ開発されていない。本発明では、(1)埋め込み配線形成時のディッシングやエロージョンの低減(2)研磨の高速化(3)CMP後の洗浄の簡素化を目的としている。

平坦性を向上させるためには、荷重がかかっている部分、すなわち銅がパットと接触している部分における銅の溶解速度を向上させるとともに、荷重がかかっていない部分、すなわち銅がパットと直接接触していない部分における銅の溶解速度を抑制することが重要である。

これを考慮し、上記課題を解決するために、本発明のCMP用研磨液の組成は、基本的組成である金属酸化剤および砥粒の他に、銅を溶解させるとともに銅と錯体を作る化合物、pH調整剤、荷重下における銅の溶解を促進する溶解速度促進剤および非荷重下における銅の溶解を抑制する溶解抑制剤を添加した構成としている。

本発明における金属の酸化剤としては、過酸化水素で代表される過酸化物、次亜塩素酸、過酢酸、重クロム酸化合物、過マンガン酸化合物、過硫酸化合物、硝酸鉄、フェリシアン化物がある。これらのうち、分解生成物が無害である過酸化水素や過硫酸アンモニウムで代表される過硫酸塩が望ましい。酸化剤の含有量は、使用する酸化剤によって異なり、たとえば過酸化水素を使用する場合は0.5~3.0M程度、過硫酸アンモニウムを使用する場合は0.05~0.2M程度が好ましい。

本発明における銅を溶解させるとともに銅と錯体を作る化合物としては、無機酸としてはたとえばリン酸、有機酸としては

たとえばカルボン酸が上げられる。カルボン酸としては、モノカルボン酸であるギ酸、酢酸、ジカルボン酸であるシュウ酸、マレイン酸、マロン酸、コハク酸、オキシカルボン酸である酒石酸、クエン酸、リンゴ酸、芳香族カルボン酸である安息香酸、
5 フタル酸などがあり、特にオキシカルボン酸が有効である。それ以外にも、アミノ酸、アミノ硫酸およびそれらの塩、グリシン、アスパラギン酸も有効である。これらの含有量は、0.005 M～0.1M程度が好ましい。

本発明における荷重下における銅の溶解速度促進剤としては、
10 硝酸塩、硫酸塩、チオシアン酸塩、アンモニウム塩、オキソ酸塩などが上げられ、特に硝酸カリウム、硝酸アンモニウム、硝酸アルミニウム、チオシアン酸カリウム、硫酸カリウム、過塩素酸アンモニウム、過塩素酸カリウム、過塩素酸アルミニウムが有効である。これらの含有量は、0.01M以上含まれることが
15 好ましく、特に 0.1M～0.2M程度が最も好ましい。また3価の鉄イオンの添加も効果がある。

本発明における銅の溶解抑制剤は、銅と不溶性化合物を形成する化合物と界面活性剤からなる。銅と不溶性の錯体を形成する化合物として、ベンゾトリアゾールで代表されるトリアゾール、
20 トリアゾール誘導体、キナルジン酸塩、オキシシンなどの複素環を有する化合物のほかベンゾインオキシム、アントラニル酸、サリチルアルドキシム、ニトロソナフトール、クペロン、ハロ酢酸、システインなどがあげられる。これらの含有量は0.005M～0.1Mが好ましく、特に 0.02M～0.05M程度が最も好
25 ましい。保護膜形成材として使用する界面活性剤には、アニオン性、カチオン性、両性、ノニオン性界面活性剤が有る。酸性のスラリー中においては銅の表面電位はプラスであることから特にアニオン性および両性の界面活性剤が有効である。アニオン性活性剤としては、たとえばスルホン基を有するアルキル

ベンゼンスルホン酸塩やアルキルナフタレンスルホン酸塩、硫酸エステルであるドデシル硫酸塩やアルキルエーテル硫酸塩、カルボン酸であるオレイン酸塩、ポリアクリル酸塩やアルキルエーテルカルボン酸塩などがある。両性の界面活性剤としては、
5 高級アルキルアミノ酸があげられる。カチオン性、ノニオン性の界面活性剤もまた有効である。カチオン性界面活性剤としては、臭化セチルアンモニウムブロミド、塩化アルキルナフタレンピリジニウム、脂肪族アミン塩、脂肪族アンモニウム塩などがある。臭化セチルアンモニウムブロミドはマイナスチャージ
10 を有する臭素イオン(Br^-)がまず銅表面に吸着しそのマイナスチャージの部分に $\text{C}_{16}\text{H}_{33}\text{N}(\text{CH}_3)^{4+}$ が吸着するので、カチオン性界面活性剤であってもアニオン性海面活性剤と同様に銅表面に多量に吸着することが可能である。ノニオン界面活性剤としては、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレ
15 ンエーテル、ポリエチレングリコール脂肪酸エステルなどが挙げられる。上記のうち特に、ドデシルベンゼンスルホン酸塩、セチルトリメチルアンモニウムブロミド、オレイン酸塩、ドデシル硫酸ナトリウム、ポリアクリル酸塩が有効である。また上記界面活性剤のほかポリエチレングリコール、ポリアクリルア
20 ミド、ポリビニルアルコール、ポリビニルプロリドン等の高分子の添加もまた有効である。これら界面活性剤の含有量は、 $0.00001\text{M} \sim 0.002\text{M}$ 、または $0.0005\text{wt}\% \sim 0.05\text{wt}\%$ が好ましい。後述するように、高速研磨、低ディッシングを両立させる特性を示すためには前記銅と不溶性化合物を生成する化合物と界面
25 活性剤のモル濃度比が重要であり、不溶性化合物を形成する化合物のモル濃度を 1 とした場合、界面活性剤のモル比率が $0.0001 \sim 0.4$ または重量比率で $0.0004 \sim 1.0$ に調整されるのが好ましい。

さらに、添加剤として水溶性ポリマーを共存させることも有

効である。この水溶性ポリマを添加することにより、荷重下での交換電流密度を向上させるとともに、非荷重下での交換電流密度を同時に低下させることが可能となる。この原理に関しては現在明確にはなっていない。このような水溶性ポリマーとしては、5 ポリアクリル酸、ポリビニルピロリドン、ポリアクリルアミド、ポリビニルアルコール、ポリ－（４－ビニルピリジン）などがあるが、他の水溶性のポリマーでも同様の作用が認められた。

10 本発明における砥粒として、アルミナ、シリカ、ジルコニア、セリア等の無機系の砥粒のほかポリスチレン、ポリアクリル等の有機系砥粒などが使用できる。特に、スクラッチ発生を低く抑えるという点から、平均粒径が 100nm 以下のコロイダルシリカ、コロイダルアルミナが望ましい。

15 本発明における研磨液の pH は 3.0 以下が望ましく、とくに pH 2.0 前後が特に有効である。pH 調整剤としては、硫酸、硝酸、アンモニアなどが上げられる。pH が 3.5 の場合、特に荷重下における交換電流密度が顕著に低下する。Cu-CMP 後のバリアの研磨において一般的に使用されるバリアー用スラリーは酸性であること、洗浄工程等を考慮すると Cu-CMP 用20 スラリーは酸性であることが推奨される。

上記に示した添加剤の他に、銅と水可溶性の化合物を作るエチレンジアミン四酢酸塩、ビピリジル、キノリン酸、グリシン、ホスホン酸塩を必要に応じて添加することもできる。

25 以下に、本発明の原理について説明する。前述したように平坦性を向上させるためには、荷重がかかっている部分、すなわち銅がパットと接触している部分における銅の溶解速度を向上させるとともに、荷重がかかっていない部分、すなわち銅がパットと直接接触していない部分における銅の溶解速度を抑制することが重要である。第 1 A 図に示すように、基板表面に形成

された溝を有する絶縁膜上に電気銅めっきを施した場合、通常配線部に対応する部分が窪んだ形状を示す。CMPを実施している状態第1B図においては、窪んでいる配線部分では銅とパッドは接触しておらず、配線部以外の部分においてはパッドと銅とが接触している。銅と接触している部分の研磨速度と接触していない部分における研磨速度が同じであれば、研磨後の形状は研磨前の形状がそのまま保たれることになる。その一方、接触している部分の研磨速度が、接触していない研磨速度よりも遅い場合は、第1C図に示すように配線部分のくぼみの深さが研磨の進行と共に浅くなる。従って、このような特性を示すスラリーが高速研磨と低ディッシングを両立させることが可能となる。パッドと接触していない部分の銅の研磨速度が小さくても、パッドと接触している部分の研磨速度が遅い場合、銅の研磨残りを少なくするために研磨に時間を要し、その間にパッドと接触していない部分の銅の溶出が進行してしまい低ディッシングを達成することができなくなる。

そこで各種スラリーにおいて、荷重がかかっている部分の銅の溶解速度と荷重がかかっていない部分の銅の溶解速度を調べるために第2図に示す装置を考案した。回転制御機構を有するモーターに銅電極を有する回転軸を取り付け、パッドに押し付ける。パッドに押し付ける荷重は秤を用いて測定し、銅電極にかける荷重は秤の下に設置しているジャッキを使用して調整する。銅の溶解速度は、回転させた状態で荷重有無の条件下で電気化学測定を用い、ターフェル測定により交換電流密度として測定する。交換電流密度の測定は、白金電極上に銅を10~20 μ mの厚さに電気めっきしたものを使用した。交換電流密度を測定する前に、一定時間研磨を行った後、荷重下および非荷重下の条件でそれぞれ測定を実施した。

本測定装置を用いて評価した結果、荷重をかけた場合（研磨

条件下において)の交換電流密度を上げる方法として、従来知られている酸化剤濃度を上げる方法、金属酸化物溶解剤を添加する方法以外に硝酸カリウム、硝酸アンモニウム、硝酸アルミニウム、チオシアン酸カリウム、硫酸カリウム、過塩素酸アンモニウム、過塩素酸カリウム、過塩素酸アルミニウムで代表される無機塩を0.01M以上添加し、系内における全イオン濃度を100mM以上にすることが有効であることを見出した。これらの塩を添加することにより、溶液の電気伝導性が上がり、イオンの移動が容易になるために、交換電流密度が上昇したと考えられる。これらの無機塩の特徴としては、硝酸塩、硫酸塩、チオシアン酸塩、アンモニウム塩、オキソ酸塩で代表される無機塩であって、そのアニオン種の酸化電位が水の酸化電位よりプラスでありかつ水の酸化電位において安定である化合物であることが上げられる。どのような物質がこのような特性を示すかは、電位 - pH 線図 (例えば、MARCEL POURBAY、ATRAS OF ELECTROCHEMICAL EQUILIBRIA、NATIONAL ASSOCIATION of CORROSION ENGINEERS)において確認することができる。たとえば、Sに関する電位 - pH線図においてSを含む各種形態の化合物の安定領域をみると、 SO_4^{2-} はpH 2では、水の酸化電位において安定であるほかその酸化電位が水の酸化電位よりプラスである。しかし、 $\text{S}_2\text{O}_8^{2-}$ はその酸化電位は水よりプラス(というより最高酸化数であるが)という条件は満たしているものの、水の安定領域で安定でないために本発明の溶解促進剤としての条件を満たさない。このような物質は酸化作用を強く示すため、添加すると後述する非荷重下における銅の溶解速度(研磨速度も)も上げてしまい、荷重下における銅の溶解促進と非荷重下における溶解抑制を両立させることはできない。このような物質は、酸化剤としては使用することが可能であるが濃度に注意が必要である。

荷重をかけない場合の交換電流密度も、電気化学測定により測定を実施した。その結果、銅の溶出抑制方法として従来より知られている B T A などの銅とキレート化合物を使用する方法以外に、銅と不溶性の化合物を生成させる化合物と界面活性剤を併用する方法が有効であることを見出した。また、それらの最適濃度、すなわち荷重がかかっている場合は交換電流密度を低下させず荷重がかかっていない場合のみ交換電流密度を低下させる濃度は、荷重によって変化することを見出した。

例えば、第 3 図は、銅の表面保護膜形成剤を含む日立化成社製の H S - C 430-A 3 スラリーに種々の濃度のドデシルベンゼンスルホン酸塩 (DBS) を添加した場合の各荷重における交換電流密度を示している。H S - C 430-A 3 スラリーに DBS を添加した場合、ある濃度までは DBS を添加しても非荷重下における交換電流密度を下げることはできないが、ある一定以上添加すると荷重下における交換電流密度は低下しないまま非荷重下における交換電流密度のみを低下させることができる。しかし DBS を過剰に添加すると、荷重下における交換電流密度も低下させてしまう。そのため非荷重下における交換電流密度のみを低下させ、荷重下における交換電流密度を低下させない最適な DBS 濃度範囲が存在する。これは次のように説明することができる。銅保護膜を形成する化合物を含む酸性の液中においては銅の表面はプラスにチャージしている。この度合いは銅保護膜形成化合物濃度に決定される。そのため界面活性剤を、そのなかでも特にアニオン性のものが有効であるが、添加すると界面活性剤が銅保護膜表面に吸着し保護性を増加させるため非荷重下においては交換電流密度を低下させる。一方この結合力は弱いために、有る濃度までは荷重研磨下においては簡単に脱離するために交換電流密度を低下させることはない。しかし、濃度が増加すると次々に界面活性剤が補給されるために、荷重下における

交換電流密度も低下させるようになる。銅保護膜形成剤に関しても同様のことが生じる。非荷重下においては銅表面には銅-キレート化合物からなる保護膜が形成され、それにより銅が防食されるが、この保護膜は研磨条件下、すなわち荷重下のよう
5 な物理的な接触により比較的容易に除去されるため荷重下においては交換電流密度を低下させることはない。しかし有る一定以上の濃度を添加すると補給速度が大きくなり、荷重下でも交換電流密度を低下させてしまう。

以上のことから、非荷重下における交換電流密度を低下させ、
10 荷重下における交換電流密度を増加させるためには、適当な無機塩を添加するとともに、表面保護膜形成剤と界面活性剤を添加することが必要であり、その際の上層保護膜形成材と界面活性剤の濃度が重要となる。

上記研磨液のpHおよび酸化還元電位の観点から、銅の形態が
15 銅の腐食域、すなわち銅イオンが安定な領域であると、銅が水溶性化することが可能であり、非荷重下において効率良く銅不溶性化合物を生成することが可能となる。アンモニアが共存する場合、pH5以上かつ電位0.3V以上では銅アンモニア錯体が安定となる。またアンモニアが共存しない場合は、その領域で
20 は銅酸化物が安定となる。従って、これらを生成させないように、pHを低下させるとともに、酸化剤を添加して電位を上げ、銅イオンが安定な雰囲気とすることが重要である。

本発明のCMP用研磨液は、非荷重下における研磨速度と荷重下における研磨速度の差を大きくするために溶解促進作用を
25 付与する無機塩、保護膜形成剤、界面活性剤等を添加することにより、高いCMP研磨速度とディッシング抑制を両立させることが可能となり、信頼性の高い配線を形成させることが可能となる。

図面の簡単な説明

第 1 図は、シリコン基板に形成された配線溝上の余剰銅層を CMP で除去する工程であり、第 1 A 図は CMP 前、第 1 B 図は CMP 中、第 1 C 図は CMP 後である。第 2 図は、研磨荷重下における交換電流密度測定装置の概念図である。第 3 図は、銅不溶性化合物を形成する化合物を含むスラリー中の銅の交換電流密度に及ぼす DBS 濃度の影響を示す。

発明を実施するための最良の形態

10 以下、実施例により本発明を詳細に説明する。

実施例 1 ～ 1 2 および比較例 1 ～ 6 において使用した研磨条件およびコロイダルシリカは以下のように作製した。

(コロイダルシリカの作製)

15 テトラエトキシシランのアンモニウム水溶液中での加水分解により平均粒径 40nm のものを作製した。

(研磨条件)

20 基体として厚さ $1\mu\text{m}$ の銅箔を形成したシリコン基板を使用した。研磨パッドには独立気泡を有する発泡ポリウレタン樹脂を使用した。基体と研磨定盤との相対速度は 36m/min に設定した。荷重は、 300g/cm^2 とした。

(研磨評価)

25 荷重下および非荷重下における交換電流密度は、第 2 図に示した装置を使用し、電気化学的手法を用いてターフェル測定により求めた。CMP による研磨速度は、銅箔の CMP 前後での膜厚の差を電気抵抗値から換算して求めた。ディッシング量は、絶縁膜上に深さ $0.5\mu\text{m}$ の溝を形成して、公知のスputタ法および電気めっき法によって銅を埋め込んだ後 (第 1 A 図)、CMP を実施し、触針式段差計で配線金属部幅 $100\mu\text{m}$ 、絶縁部幅 $100\mu\text{m}$ が交互に並んだストライプパターン部の表面形状から、

絶縁部に対する配線金属部の減り量を求めた。

ここで、研磨速度評価は、○：3000 Å/min 以上、△：1000～2000 Å/min、×：1000 Å/min 以下であり、ディッシング評価は、◎：100 Å 以下、○：1000 Å 以下、△1000～2000 Å、×：2000 Å 以上である。

[実施例 1]

銅溶解剤として 0.01M のリンゴ酸、溶解促進剤として 0.1M の硝酸カリウム、酸化剤として 2.0M の過酸化水素、保護膜形成剤として 0.025M のベンゾトリアゾール、界面活性剤として 0.0003M のドデシルベンゼンスルホン酸カリウム、砥粒として 40nm コロイダルシリカ 1.0wt%、pH2.0 (H₂SO₄ で調整) からなるスラリーを用いて CMP を実施した結果、第 1 表に示すように研磨速度およびディッシングとも良好な結果を得ることができた。本スラリー中における非荷重下および荷重下における交換電流密度は、それぞれ第 1 表に示すようにその比は 1409 であり、両者の差は非常に大きい。

[実施例 2]

実施例 1 に使用した保護膜形成剤のベンゾトリアゾールの代わりに 0.03M のサリチルアルドキシムを、界面活性剤にドデシルベンゼンスルホン酸カリウムの代わりに同濃度のセチルトリメチルアンモニウムブロミドを使用し CMP を実施した結果、第 1 表に示すように研磨速度およびディッシングとも良好な結果を得ることができた。本スラリー中における非荷重下および荷重下における交換電流密度は、それぞれ第 1 表に示すようにその比は 482 であり、両者の差は非常に大きい。

[実施例 3]

実施例 1 に使用した溶解促進剤の硝酸カリウムの代わりに同濃度の硫酸カリウムを、保護膜形成剤のベンゾトリアゾールの濃度を倍の 0.05M にし CMP を実施した結果、第 1 表に示すよう

に研磨速度およびディッシングとも良好な結果を得ることができた。本スラリー中における非荷重下および荷重下における交換電流密度は、それぞれ第1表に示すようにその比は63であり、両者の差は非常に大きい。

5 [実施例4]

実施例1に使用した保護膜形成剤のベンゾトリアゾールの代わりに0.02Mのアントラニル酸を、界面活性剤のドデシルベンゼンスルホン酸カリウムの代わりに0.00015Mのオレイン酸ナトリウムを使用しCMPを実施した結果、表1に示すように研
10 磨速度およびディッシングとも良好な結果を得ることができた。本スラリー中における非荷重下および荷重下における交換電流密度は、それぞれ第1表に示すようにその比は2600であり、両者の差は非常に大きい。

 [実施例5]

15 実施例1に使用した溶解促進剤の硝酸カリウムの代わりに0.20Mの硝酸アンモニウムを、保護膜形成剤のベンゾトリアゾールの代わりに0.02Mのアントラニル酸を使用しCMPを実施した結果、表1に示すように研磨速度およびディッシングとも良好な結果を得ることができた。本スラリー中における非荷重
20 下および荷重下における交換電流密度は、それぞれ第1表に示すようにその比は1500であり、両者の差は非常に大きい。

 [実施例6]

実施例1に使用した溶解促進剤の硝酸カリウムの代わりに0.15Mの硝酸アルミニウムを、保護膜形成剤のベンゾトリアゾ
25 ールの代わりに0.01Mのオキシシンを使用しCMPを実施した結果、第1表に示すように研磨速度およびディッシングとも良好な結果を得ることができた。本スラリー中における非荷重下および荷重下における交換電流密度は、それぞれ表1に示すようにその比は694であり、両者の差は非常に大きい。

[実施例 7]

実施例 1 に使用した銅溶解剤のリンゴ酸の代わりに同濃度の
コハク酸を、溶解促進剤の硝酸カリウムの代わりに 0.15M の硝
酸アルミニウムを、保護膜形成剤のベンゾトリアゾールの代わ
5 りに 0.02M のアントラニル酸を、界面活性剤のドデシルベンゼ
ンスルホン酸カリウムの代わりに 0.015M のドデシル硫酸ナト
リウム使用し C M P を実施した結果、第 1 表に示すように研磨
速度およびディッシングとも良好な結果を得ることができた。
本スラリー中における非荷重下および荷重下における交換電流
10 密度は、それぞれ第 1 表に示すようにその比は 162 であり、両
者の差は非常に大きい。

[実施例 8]

実施例 1 に使用した銅溶解剤のリンゴ酸の代わりに同濃度の
シュウ酸を、溶解促進剤の硝酸カリウムの代わりに 0.1M のチオ
15 シアン酸カリウムを、保護膜形成剤のベンゾトリアゾールの代
わりに 0.02M のアントラニル酸を、界面活性剤のドデシルベン
ゼンスルホン酸カリウムの代わりに 0.015M のドデシル硫酸ナ
トリウムを使用し C M P を実施した結果、第 1 表に示すように
研磨速度およびディッシングとも良好な結果を得ることができ
20 た。本スラリー中における非荷重下および荷重下における交換
電流密度は、それぞれ第 1 表に示すようにその比は 115 であり、
両者の差は非常に大きい。

[実施例 9]

実施例 1 に使用した酸化剤の過酸化水素の代わりに 0.015M
25 の硝酸鉄を、保護膜形成剤のベンゾトリアゾールの濃度を倍の
0.05M に、界面活性剤のドデシルベンゼンスルホン酸の代わり
に 0.0003M のセチルトリメチルアンモニウムを使用し C M P
を実施した結果、第 1 表に示すように研磨速度およびディッシ
ングとも良好な結果を得ることができた。本スラリー中におけ

る非荷重下および荷重下における交換電流密度は、それぞれ第1表に示すようにその比は127であり、両者の差は非常に大きい。

[実施例10]

- 5 実施例1に使用した溶解促進剤の硝酸カリウムの代わりに0.1Mの過塩素酸アンモニウムを、酸化剤の過酸化水素の代わりに過硫酸アンモニウムを、保護膜形成剤のベンゾトリアゾールの代わりに0.03Mのサリチルアルドキシムを使用しCMPを実施した結果、第1表に示すように研磨速度およびディッシング
- 10 とも良好な結果を得ることができた。本スラリー中における非荷重下および荷重下における交換電流密度は、それぞれ第1表に示すようにその比は340であり、両者の差は非常に大きい。

[実施例11]

- 15 実施例1に使用した銅溶解剤のリンゴ酸の代わりに同濃度のリン酸を使用しCMPを実施した結果、第1表に示すように研磨速度およびディッシングとも良好な結果を得ることができた。本スラリー中における非荷重下および荷重下における交換電流密度は、それぞれ第1表に示すようにその比は143であり、両者の差は非常に大きい。

20 [実施例12]

- 実施例1の研磨スラリーにさらに水溶液ポリマーとして0.4wt%のポリアクリル酸を添加してCMPを実施した結果、研磨速度およびディッシングとも良好な結果を得ることができた。特にディッシングは100A以下であり、実施例1の場合よりさらに低減することができた。本スラリー中における非荷重下および荷重下における交換電流密度は、それぞれ第1表に示すようにその比は3750であり、両者の差は非常に大きい。
- 25

[実施例13]

実施例12の研磨スラリーの水溶液ポリマーのポリアクリル

- 酸の代わりに 0.4 w t % のポリビニルアルコールを、また界面活性剤のドデシルベンゼンスルホン酸カリウムの変わりに 0.015M のドデシル硫酸ナトリウムを使用して C M P を実施した結果、研磨速度およびディッシングとも良好な結果を得ることができた。特にディッシングは 100 A 以下であり、実施例 1 の場合よりさらに低減することができた。本スラリー中における非荷重下および荷重下における交換電流密度は、それぞれ第 1 表に示すようにその比は 1694 であり、両者の差は非常に大きい。

10

第1表

	銅溶解剤		溶解促進剤		酸化剤		防錆剤 (保護膜形成剤)		界面活性剤		水溶性ポリマー		pH		砥粒		研磨速度 評価	ディッ シング評価	交換電流密度 ($\mu\text{A}/\text{cm}^2$)	
	化合物名	濃度(M)	化合物名	濃度(M)	化合物名	濃度(M)	化合物名	濃度(M)	化合物名	濃度(M)	化合物名	濃度(wt%)			種類	濃度(wt%)			非荷重 下	荷重下
実施例1	リンゴ酸	0.01	KNO_3	0.10	H_2O_2	2.00	BTA	0.025	ドデシルベンゼン スルホン酸カリウム	0.0003	—	—	2.00	—	コロイダルシリカ 40nm	1.00	○	○	0.66	930
実施例2	リンゴ酸	0.01	KNO_3	0.10	H_2O_2	2.00	サリチルアル ドキシム	0.03	セチルトリメチルアン モニウムブレスト	0.0003	—	—	2.00	—	コロイダルシリカ 40nm	1.00	○	○	2.0	965
実施例3	リンゴ酸	0.01	K_2SO_4	0.10	H_2O_2	2.00	BTA	0.050	ドデシルベンゼン スルホン酸カリウム	0.0001	—	—	2.00	—	コロイダルシリカ 40nm	1.00	○	○	10	630
実施例4	リンゴ酸	0.01	NH_4NO_3	0.20	H_2O_2	2.00	アントラ ニル酸	0.02	オレイン酸ナトリウム	0.00015	—	—	2.00	—	コロイダルシリカ 40nm	1.00	○	○	0.2	520
実施例5	リンゴ酸	0.01	NH_4NO_3	0.20	H_2O_2	2.00	アントラ ニル酸	0.02	ドデシルベンゼン スルホン酸カリウム	0.0003	—	—	2.00	—	コロイダルシリカ 40nm	1.00	○	○	0.8	1200
実施例6	リンゴ酸	0.01	$\text{Al}(\text{NO}_3)_3$	0.15	H_2O_2	2.00	オキシシ ン	0.01	ドデシルベンゼン スルホン酸カリウム	0.0003	—	—	2.00	—	コロイダルシリカ 40nm	1.00	○	○	1.8	1250
実施例7	コハク酸	0.01	$\text{Al}(\text{NO}_3)_3$	0.15	H_2O_2	2.00	アントラ ニル酸	0.02	ドデシル硫酸ナ トリウム	0.0015	—	—	2.00	—	コロイダルシリカ 40nm	1.00	○	○	5.5	890
実施例8	シュウ酸	0.01	KSCN	0.10	H_2O_2	2.00	アントラ ニル酸	0.02	ドデシル硫酸ナ トリウム	0.0015	—	—	2.00	—	コロイダルシリカ 40nm	1.00	○	○	8.5	980
実施例9	リンゴ酸	0.01	KNO_3	0.10	$\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$	0.015	BTA	0.050	セチルトリメチルアン モニウムブレスト	0.0003	—	—	2.00	—	コロイダルシリカ 40nm	1.00	○	○	8.5	1080
実施例10	リンゴ酸	0.01	NH_4ClO_4	0.10	$\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$	0.10	サリチルアル ドキシム	0.03	ドデシルベンゼン スルホン酸カリウム	0.0003	—	—	2.00	—	コロイダルシリカ 40nm	1.00	○	○	2.5	850
実施例11	リン酸	0.01	KNO_3	0.10	H_2O_2	2.00	BTA	0.025	ドデシルベンゼン スルホン酸カリウム	0.0003	—	—	2.00	—	コロイダルシリカ 40nm	1.00	○	○	3.5	500
実施例12	リンゴ酸	0.01	KNO_3	0.10	H_2O_2	2.00	BTA	0.025	ドデシルベンゼン スルホン酸カリウム	0.0003	ポリアクリ ル酸	0.4	2.00	0.4	コロイダルシリカ 40nm	1.00	○	◎	0.32	1200
実施例13	リンゴ酸	0.01	KNO_3	0.10	H_2O_2	2.00	BTA	0.025	ドデシル硫酸 ナトリウム	0.015	ポリビニル アルコール	0.4	2.00	0.4	コロイダルシリカ 40nm	1.00	○	◎	0.62	1050

〔比較例 1〕

銅溶解剤として 0.01M のリンゴ酸、溶解促進剤として 0.1M の硝酸カリウム、酸化剤として 2.0M の過酸化水素、保護膜形成剤として 0.025M のベンゾトリアゾール、砥粒として 40nm コロイダルシリカ 1.0wt%、pH2.0 (H₂SO₄ で調整) からなるスラリーを用いて CMP を実施した結果、下記第 2 表に示すように研磨速度の要求を満たすことができたが、ディッシングは良好な結果を得ることができなかった。本スラリー中における非荷重下および荷重下における交換電流密度は、それぞれ第 2 表に示すようにその比は 15 であり、両者の差は大きくない。本比較例は実施例 1 の成分から界面活性剤を抜いた成分である。実施例 1 の結果と比較すると、非荷重下における交換電流密度が大きい。

〔比較例 2〕

実施例 1 の成分から溶解促進剤、保護膜形成剤、界面活性剤を抜いた成分のスラリーで CMP を実施した結果、研磨速度およびディッシングともに要求を満たすことはできなかった。本スラリー中における非荷重下および荷重下における交換電流密度は、それぞれ第 2 表に示すようにその比は 0.26 であり、非荷重下における交換電流密度が荷重下における交換電流密度より大きくなり、各実施例の場合とは逆の結果となっている。

〔比較例 3〕

銅溶解剤の濃度を、実施例 1 の 20 倍にし、溶解促進剤、保護膜形成剤、界面活性剤を添加しないスラリーを使用して CMP を実施した結果、研磨速度およびディッシングともに要求を満たすことはできなかった。本スラリー中における非荷重下および荷重下における交換電流密度は、それぞれ第 2 表に示すようにその比は 0.09 であり、非荷重下における交換電流密度が荷重下における交換電流密度より大きくなり、各実施例の場合とは逆の結果となっている。単に銅溶解剤の濃度を上げるだけでは

荷重下における交換電流密度を上げることはできない。非荷重下における交換電流密度が大きいのは、保護膜形成剤、界面活性剤が添加されていないためである。

[比較例 4]

- 5 実施例 1 の成分で、pH を 2.0 から 3.5 に上げたスラリー中で MP を実施した結果、研磨速度およびディッシングともに要求を満たすことはできなかった。本スラリー中における非荷重下および荷重下における交換電流密度は、それぞれ第 2 表に示すようにその比は 19 であり各実施例と比較して小さい。非荷重
- 10 下における交換電流密度はそれほど変化しないが、荷重下における交換電流密度が大きく低下している。

[比較例 5]

- 実施例 1 の成分で、溶解促進剤である硝酸カリウムを除いたスラリー中で CMP を実施した結果、研磨速度およびディッシング
- 15 ともに要求を満たすことはできなかった。本スラリー中における非荷重下および荷重下における交換電流密度は、それぞれ第 2 表に示すようにその比は 30 であり各実施例と比較して小さい。

[比較例 6]

- 20 実施例 1 の成分で、溶解促進剤である硝酸カリウムを除き、さらに pH を 2.0 から 3.5 に上げたスラリー中で CMP を実施した結果、研磨速度およびディッシングともに要求を満たすことはできなかった。本スラリー中における非荷重下および荷重下における交換電流密度は、それぞれ第 2 表に示すようにその
- 25 比は 10 であり各実施例と比較して小さい。

[比較例 7]

実施例 1 の成分で、溶解促進剤の KNO_3 を NH_4NO_3 に代え、さらに酸化剤である過酸化水素を取り除いたスラリーで CMP を実施した結果、研磨速度およびディッシングともに要求を満

たすことはできなかった。本スラリー中における非荷重下および荷重下における交換電流密度は、それぞれ第 2 表に示すようにその比は 33 であり各実施例と比較して小さい。

[比較例 8]

- 5 比較例 5 の条件のスラリーに溶解促進剤として 0.10M の過硫酸アンモニウムを使用して CMP を実施した結果、研磨速度およびディッシングともに要求を満たすことはできなかった。本スラリー中における非荷重下および荷重下における交換電流密度は、それぞれ第 2 表に示すようにその比は 24 であり各実施
- 10 例と比較して小さい。

第2表

	銅溶解剤		溶解促進剤		酸化剤		防錆剤 (保護膜形成剤)		界面活性剤		水溶性ポリマー		pH	砥粒		研磨速度 (A/min)	デイスン ング評価	交換電流密度 ($\mu\text{A}/\text{cm}^2$)	
	化合物名	濃度(M)	化合物名	濃度(M)	化合物名	濃度(M)	化合物名	濃度(M)	化合物名	濃度(M)	化合物名	濃度(wt%)		種類	濃度(wt%)			非荷重 下	荷重下
比較例1	リンゴ酸	0.01	KNO ₃	0.10	H ₂ O ₂	2.00	BTA	0.025	—	—	—	—	2.00	コロイダルリカ 40nm	1.00	○	△	65	950
比較例2	リンゴ酸	0.01	—	—	H ₂ O ₂	2.00	—	—	—	—	—	—	2.00	コロイダルリカ 40nm	1.00	△	×	1035	272
比較例3	リンゴ酸	0.20	—	—	H ₂ O ₂	2.00	—	—	—	—	—	—	2.00	コロイダルリカ 40nm	1.00	△	×	3852	346
比較例4	リンゴ酸	0.01	KNO ₃	0.10	H ₂ O ₂	2.00	BTA	0.025	トデシルベンゼン スルホン酸カリウム	0.0003	—	—	3.50	コロイダルリカ 40nm	1.00	△	△	5.0	95
比較例5	リンゴ酸	0.01	—	—	H ₂ O ₂	2.00	BTA	0.025	トデシルベンゼン スルホン酸カリウム	0.0003	—	—	2.00	コロイダルリカ 40nm	1.00	△	△	8.0	240
比較例6	リンゴ酸	0.01	—	—	H ₂ O ₂	2.00	BTA	0.025	トデシルベンゼン スルホン酸カリウム	0.0003	—	—	3.50	コロイダルリカ 40nm	1.00	×	△	7.0	70
比較例7	リンゴ酸	0.01	NH ₄ NO ₃	0.20	—	—	BTA	0.025	トデシルベンゼン スルホン酸カリウム	0.0003	—	—	3.50	コロイダルリカ 40nm	1.00	×	×	0.6	20
比較例8	リンゴ酸	0.01	K ₂ S ₂ O ₈	0.10	H ₂ O ₂	2.00	BTA	0.025	トデシルベンゼン スルホン酸カリウム	0.0003	—	—	2.00	コロイダルリカ 40nm	1.00	△	△	15.0	360

第 1 表および第 2 表に示した実施例および比較例に示されるように、荷重下における交換電流密度が大きく、非荷重下における交換電流密度が小さい場合、高速研磨と低ディッシングとを両立させることができている。非荷重下における最適数値は、
5 $10 \mu A / cm^2$ 以下であり、エッチング速度に換算すると $5 \text{ \AA} / min$ 以下となる。荷重下における交換電流密度は、少なくとも $500 \mu A / cm^2$ 以上は必要となる。

それを達成するための組成は、(1) リンゴ酸、クエン酸などの有機酸やリン酸などの無機酸である銅溶解剤、(2) 硝酸塩、
10 硫酸塩、チオシアン酸塩、アンモニウム塩、オキシ酸塩で代表される無機塩であって、そのアニオン種の酸化電位が水の酸化電位よりプラスでありかつ水の酸化電位において安定である化合物硝酸塩、硫酸塩、チオシアン酸塩、アンモニウム塩、オキシ
15 酸塩で代表される無機塩であって、そのアニオン種の酸化電位が水の酸化電位よりプラスでありかつ水の酸化電位において安定である化合物である銅溶解促進剤、(3) BTA、キナルジン酸で代表される保護膜形成剤、(4) ドデシルベンゼンスルホン酸カリウムで代表される界面活性剤、(5) 過酸化水素、加硫酸アンモニウムで代表される酸化剤の成分が必須である。これ
20 らの成分の合計のイオンモル数が、少なくとも $100 mmol$ 以上必要である。これはイオン総数が重要であり、比較例 3 に示したように全解離しないリンゴ酸濃度を上げても荷重下における交換電流密度を劇的には増加させない。界面活性剤を添加しない場合は、比較例 1 に示したように高速研磨は可能となるが、非
25 荷重下での交換電流密度が大きくなり、ディッシングが大きくなる。溶解促進剤を加えない場合、比較例 5 に示すように荷重下における交換電流密度が低下し研磨速度が低下する。溶解促進剤、防錆剤および界面活性剤を添加しない場合、比較例 2 に示すように荷重下における交換電流密度は小さくなり研磨速度

が低下するとともに、非荷重下における交換電流密度が大幅に増加しディッシングが非常に大きくなる。pHを上げた場合、比較例4に示すように荷重下における交換電流密度は小さくなり研磨速度が低下する。酸化剤である過酸化水素を除いた場合、
5 比較例7に示すように溶解促進剤として NH_4NO_3 を添加していても荷重下における交換電流密度は小さくなり研磨速度が低下する。溶解促進剤を添加せず、さらにpHを上昇させた場合、比較例6に示すように荷重下における交換電流密度は小さくなり研磨速度が低下する。比較例8に示すように溶解促進剤に過
10 硫酸アンモニウムを添加し、過酸化水素を酸化剤として使用した場合、前述したように過硫酸アンモニウムは溶解促進剤としての役割をはたさないため、大幅には荷重下での交換電流密度を上昇させない。ただし、酸化剤としての機能はあるため非荷重下および荷重下における交換電流密度をある程度上昇させる。

15

産業上の利用可能性

本発明により、高いCMP研磨速度とディッシング抑制を両立させることが可能となり、信頼性の高い配線を形成させることが可能となる。

20

請 求 の 範 囲

1 .

- 5 アニオン種の酸化電位が水の酸化電位よりプラスでありかつ水の酸化電位において該アニオン種が安定である無機塩が少なくとも1種含有し、その濃度が0.01M以上であることを特徴とするCMP研磨用スラリー。

2 .

- 10 銅と不溶性の錯体を形成する化合物と界面活性剤を含む請求の範囲第1項に記載のCMP研磨用スラリー。

3 .

水溶性ポリマーを含む請求の範囲第2項に記載のCMP研磨用スラリー。

4 .

- 15 無機塩のカチオン種が、カリウム、ナトリウム、アンモニウム、鉄及びアルミニウムから選択される1種以上であることを特徴とする請求の範囲第1項に記載のCMP研磨用スラリー。

5 .

- 20 銅と不溶性の錯体を形成する化合物が、ベンゾトリアゾール、クペロン、サリチルアルドキシム、システイン、アミノベンズアルデヒド、ハロ酢酸、キナルジン酸、ベンゾイミダゾール、ベンゾインオキシム、アントラニル酸、ニトロソナフトール及びオキシシンから選択される1種以上であることを特徴とする請求の範囲第2項に記載のCMP研磨用スラリー。

25 6 .

界面活性剤が、ドデシルベンゼンスルホン酸、ドデシル硫酸カリウム、セチルトリメチルアンモニウムブロミド又はオレイン酸ナトリウムであることを特徴とする請求の範囲第2項に記載のCMP用研磨スラリー。

7.

水溶性ポリマーが、ポリアクリル酸、ポリビニルピロリドン、ポリアクリルアミド、ポリビニルアルコール及びポリ－（４－ビニルピリジン）から選択される１種以上であることを特徴とする請求の範囲第３項

5 に記載のCMP用研磨スラリー。

8.

銅と不溶性の錯体を形成する化合物：界面活性剤のモル濃度比が１：０．０００１～０．４であるか、又は重量濃度比が１：０．０００４～１．０であることを特徴とする請求の範囲第２項に記載のCMP

10 P研磨用スラリー。

9.

溶液の全イオン濃度の合計が１００ｍＭ以上であるCMP研磨用スラリー。

10.

15 pH－電位図において Cu^{2+} イオンが安定な領域であるCMP研磨用スラリー。

11.

溶液のpHが、３．０以下であることを特徴とする請求の範囲第１項に記載のCMP研磨用スラリー。

20 12.

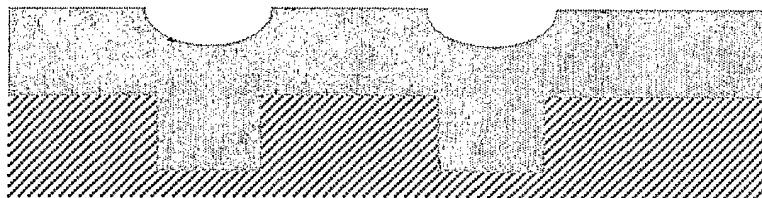
回転させた状態で無荷重におけるエッチング速度が $5\text{Å}/\text{min}$ 以下であり、かつCMP研磨面に荷重をかけた場合のエッチング速度が $500\text{Å}/\text{min}$ 以上であるCMP用研磨スラリー。

13.

25 予め溝を形成させた絶縁膜上に銅を電気めっき法を用いて埋め込んだ後、配線形成のための溝部以外の過剰な銅を、請求の範囲第１項乃至第１２項のいずれかに記載のCMP用研磨スラリーを用いて除去することを特徴とする配線形成方法。

第1A 図

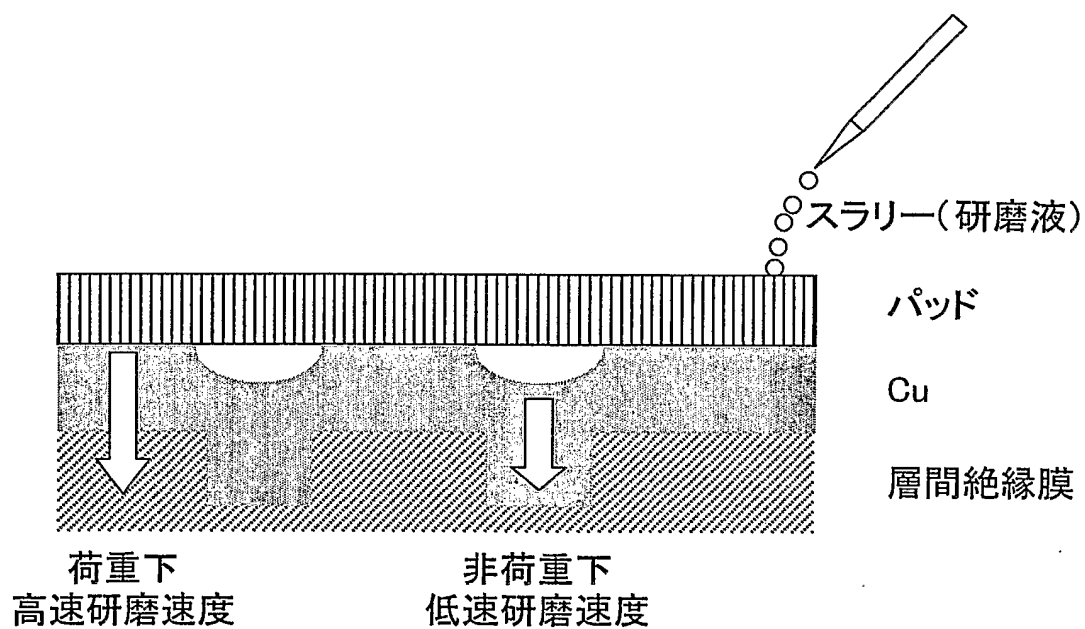
Cuメッキ



Cu

層間絶縁膜

第1B 図



スラリー(研磨液)

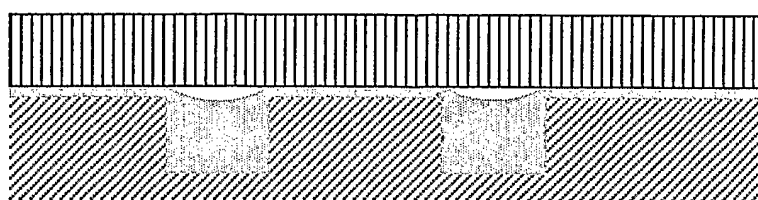
パッド

Cu

層間絶縁膜

荷重下
高速研磨速度非荷重下
低速研磨速度

第1C 図

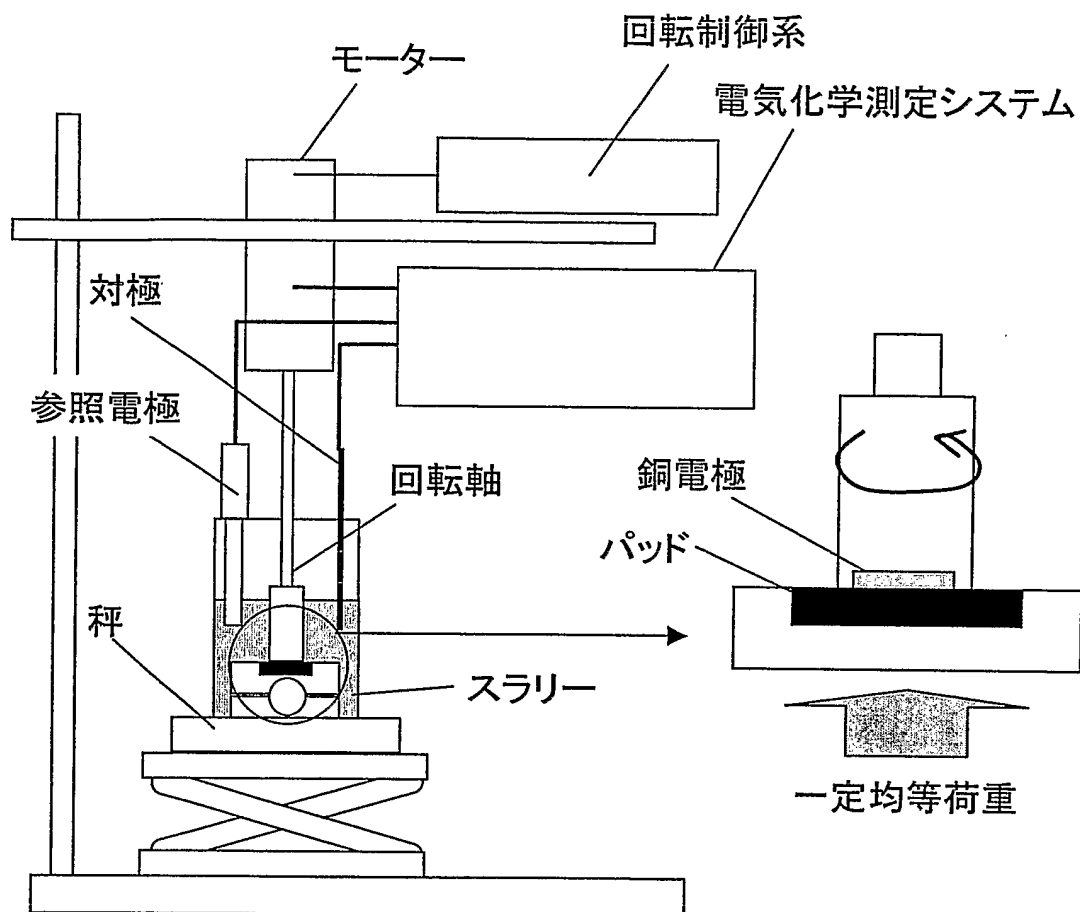


パッド

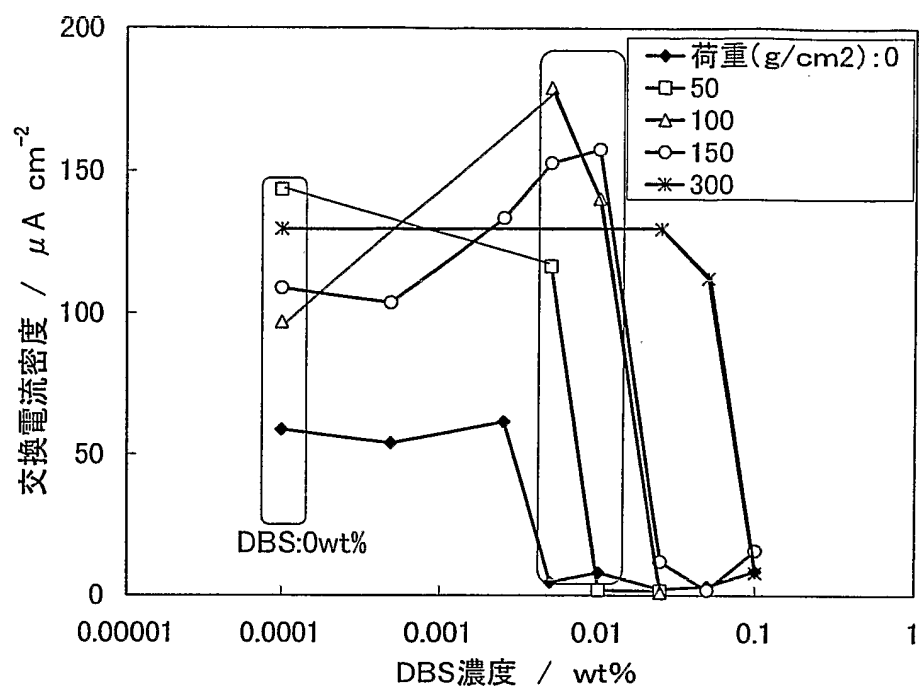
Cu

層間絶縁膜

第2図



第3図



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2005/014878

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

H01L21/304 (2006.01)

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

H01L21/304 (2006.01)

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2005
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2005	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2005

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP 2004-235319 A (Fuji Photo Film Co., Ltd.), 19 August, 2004 (19.08.04), Full text (Family: none)	1-13
X	WO 03/38883 A1 (Hitachi Kasei Kabushiki Kaisha), 08 May, 2003 (08.05.03), Full text (Family: none)	1-13
X	JP 2003-188120 A (Hitachi Chemical Co., Ltd.), 04 July, 2003 (04.07.03), Column 9, line 34 to column 10, line 42 (Family: none)	12

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
07 November, 2005 (07.11.05)Date of mailing of the international search report
15 November, 2005 (15.11.05)Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl. **H01L21/304** (2006.01)

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl. **H01L21/304** (2006.01)

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1922-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2005年
日本国実用新案登録公報	1996-2005年
日本国登録実用新案公報	1994-2005年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X	JP 2004-235319 A (富士写真フイルム株式会社) 2004.08.19, 全文 (ファミリーなし)	1-13
X	WO 03/38883 A1 (日立化成株式会社) 2003.05.08, 全文 (ファミリーなし)	1-13
X	JP 2003-188120 A (日立化成工業株式会社) 2003.07.04, 第9欄第34行~第10欄第42行 (ファミリーなし)	12

☐ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

07.11.2005

国際調査報告の発送日

15.11.2005

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

小野田 達志

電話番号 03-3581-1101 内線 3364

3P

3117