

(19) 日本国特許庁(JP)

## 再公表特許(A1)

(11) 国際公開番号

W02007/116770

発行日 平成21年8月20日(2009.8.20)

(43) 国際公開日 平成19年10月18日(2007.10.18)

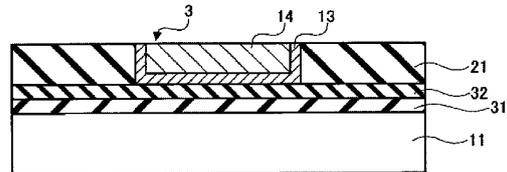
(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
<b>H01L 21/304 (2006.01)</b>	H01L 21/304 622D	3C058
<b>B24B 37/00 (2006.01)</b>	B24B 37/00 H	
<b>C09K 3/14 (2006.01)</b>	C09K 3/14 550Z	
	C09K 3/14 550C	
	C09K 3/14 550D	
審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 30 頁)		

出願番号 特願2008-509791 (P2008-509791)	(71) 出願人 000004178 J S R株式会社 東京都中央区築地五丁目6番10号
(21) 国際出願番号 PCT/JP2007/056501	
(22) 国際出願日 平成19年3月27日(2007.3.27)	
(31) 優先権主張番号 特願2006-102203 (P2006-102203)	(74) 代理人 100090398 弁理士 大淵 美千栄
(32) 優先日 平成18年4月3日(2006.4.3)	(74) 代理人 100090387 弁理士 布施 行夫
(33) 優先権主張国 日本国(JP)	(74) 代理人 100121278 弁理士 都築 美奈
	(72) 発明者 竹村 彰浩 東京都中央区築地五丁目6番10号 J S R株式会社内
	(72) 発明者 仕田 裕貴 東京都中央区築地五丁目6番10号 J S R株式会社内
	最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 化学機械研磨用水系分散体および化学機械研磨方法、ならびに化学機械研磨用水系分散体を調製するためのキット

## (57) 【要約】

化学機械研磨用水系分散体は、(A) 砥粒、(B) 有機酸、(C) 水溶性高分子、(D) 酸化剤、および(E) 水を含み、前記(C) 水溶性高分子の重量平均分子量が50,000~5,000,000である。



**【特許請求の範囲】****【請求項 1】**

(A) 砥粒、(B) 有機酸、(C) 水溶性高分子、(D) 酸化剤、および(E) 水を含み、前記(C) 水溶性高分子の重量平均分子量が 50,000 ~ 5,000,000 である、化学機械研磨用水系分散体。

**【請求項 2】**

請求項 1 において、  
前記(C) 水溶性高分子がポリ(メタ)アクリル酸またはその塩である、化学機械研磨用水系分散体。

**【請求項 3】**

請求項 1 または 2 において、  
前記(C) 水溶性高分子の配合量が 0.05 ~ 2 重量% である、化学機械研磨用水系分散体。

**【請求項 4】**

請求項 1 ないし 3 のいずれかにおいて、  
pH が 8 ~ 12 である、化学機械研磨用水系分散体。

**【請求項 5】**

請求項 1 ないし 4 のいずれかにおいて、  
前記(B) 有機酸は、キノリンカルボン酸、2 価の有機酸、およびヒドロキシル酸からなる群から選ばれる少なくとも 1 種であり、その配合量が 0.01 ~ 5 質量% である、化学機械研磨用水系分散体。

**【請求項 6】**

請求項 1 ないし 5 のいずれかにおいて、  
前記(C) 水溶性高分子の配合量：前記(B) 有機酸の配合量が 1 : 40 ~ 20 : 1 である、化学機械研磨用水系分散体。

**【請求項 7】**

請求項 1 ないし 6 のいずれかにおいて、  
さらに、(F) 界面活性剤を 0.001 ~ 1 質量% 含有する、化学機械研磨用水系分散体。

**【請求項 8】**

請求項 7 において、  
前記(C) 水溶性高分子の配合量：前記(F) 界面活性剤の配合量が 1 : 10 ~ 200 : 1 である、化学機械研磨用水系分散体。

**【請求項 9】**

請求項 7 または 8 において、  
前記(F) 界面活性剤がノニオン系界面活性剤である、化学機械研磨用水系分散体。

**【請求項 10】**

請求項 1 ないし 9 のいずれかにおいて、  
前記(A) 砥粒の配合量が 1 ~ 10 質量% である、化学機械研磨用水系分散体。

**【請求項 11】**

請求項 1 ないし 10 のいずれかにおいて、  
前記(A) 砥粒がシリカである、化学機械研磨用水系分散体。

**【請求項 12】**

液(I) および液(II) を混合して、請求項 1 ないし 11 のいずれかに記載の化学機械研磨用水系分散体を調製するためのキットであって、

前記液(I) は、(A) 砥粒、(B) 有機酸、(C) 重合平均分子量が 50,000 ~ 5,000,000 である水溶性高分子、および(E) 水を含む水系分散体であり、

前記液(II) は、(D) 酸化剤および(E) 水を含む、化学機械研磨用水系分散体を調製するためのキット。

**【請求項 13】**

10

20

30

40

50

液 ( I ) および液 ( I I ) を混合して、請求項 1 ないし 1 1 のいずれかに記載の化学機械研磨用水系分散体を調製するためのキットであって、

前記液 ( I ) は、( A ) 砥粒および ( E ) 水を含む水系分散体であり、

前記液 ( I I ) は、( B ) 有機酸、( C ) 重量平均分子量が 5 0 , 0 0 0 ~ 5 , 0 0 0 , 0 0 0 である水溶性高分子、および ( E ) 水を含む、化学機械研磨用水系分散体を調製するためのキット。

【請求項 1 4】

液 ( I )、液 ( I I )、および液 ( I I I ) を混合して、請求項 1 ないし 1 1 のいずれかに記載の化学機械研磨用水系分散体を調製するためのキットであって、

前記液 ( I ) は、( A ) 砥粒および ( E ) 水を含む水系分散体であり、

前記液 ( I I ) は、( B ) 有機酸、( C ) 重量平均分子量が 5 0 , 0 0 0 ~ 5 , 0 0 0 , 0 0 0 である水溶性高分子、および ( E ) 水を含み、

前記液 ( I I I ) は、( D ) 酸化剤および ( E ) 水を含む、化学機械研磨用水系分散体を調製するためのキット。

【請求項 1 5】

請求項 1 3 または 1 4 において、

前記液 ( I ) は、( B ) 有機酸、( C ) 重合平均分子量が 5 0 , 0 0 0 ~ 5 , 0 0 0 , 0 0 0 である水溶性高分子、( D ) 酸化剤、および ( F ) 界面活性剤から選ばれる 1 種類以上の成分をさらに含む、化学機械研磨用水系分散体を調製するためのキット。

【請求項 1 6】

請求項 1 3 ないし 1 5 のいずれかにおいて、

前記液 ( I I ) は、( A ) 砥粒、( D ) 酸化剤、および ( F ) 界面活性剤から選ばれる 1 種類以上の成分をさらに含む、化学機械研磨用水系分散体を調製するためのキット。

【請求項 1 7】

請求項 1 ないし 1 1 のいずれかに記載の化学機械研磨用水系分散体を使用して、該被研磨体を 6 0 ~ 2 0 0 g f / c m <sup>2</sup> の研磨圧力にて化学機械研磨することを含む、化学機械研磨方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、化学機械研磨用水系分散体および化学機械研磨方法、ならびに前記化学機械研磨用水系分散体を調製するためのキットに関する。

【背景技術】

【0002】

近年、半導体装置の高性能化のために、例えば、( i ) 配線の低抵抗率化および ( i i ) 絶縁層の低誘電率化が要求されている。

【0003】

( i ) 配線層の低抵抗率を達成するために、従来配線材料として用いられていたタングステンやアルミニウムから、銅や銅合金への転換が進んでいる。しかしながら、銅や銅合金は、アルミニウム等からなる配線層の形成に用いられていたドライエッチングによる微細加工が困難である。そこで、銅や銅合金からなる配線を形成する場合、絶縁層上に形成した溝に銅または銅合金を堆積して埋め込み、配線以外の余剰の部分を化学機械研磨によって除去する「ダマシン法」と呼ばれる工程が用いられている（例えば、特開平 2 - 2 7 8 8 2 2 号公報参照）。なお、配線材料として銅または銅合金を用いる場合、銅原子の絶縁層中へのマイグレーション ( m i g r a t i o n ) を避けるため、通常、タンタル、窒化タンタル、窒化チタン等からなる導電性バリア層が配線と絶縁層との界面に形成される。

【0004】

また、( i i ) 絶縁層の低誘電率化を達成するために、種々の新規な材料が提案されている。例えば特開 2 0 0 1 - 3 0 8 0 8 9 号公報では、アルコキシシランの加水分解縮合

10

20

30

40

50

物を基体上に塗布し、これを加熱することによって低誘電率の絶縁層を得る方法が開示されている。また、特開2001-298023号公報では、有機シラン化合物を含有するシラン系ガスをプラズマまたはマイクロ波によるエンハンス条件下で化学気相堆積させることによって、低誘電率の絶縁層を得る方法が開示されている。

【0005】

このような低誘電率絶縁層を用いるにあたっては、ガス吸着や配線材料の金属原子拡散から低誘電率絶縁層を保護するために、しばしばキャップ層と呼ばれるシリコン酸化膜系材料が低誘電率絶縁層上に積層される。すなわち、この場合、絶縁層は、低誘電率絶縁層とシリコン酸化膜系材料との積層体から構成される。

【0006】

配線材料として銅または銅合金を用い、絶縁層として低誘電率の絶縁層を用いた半導体装置をダマシン法で製造する場合、通常、導電性バリア層上の配線材料を化学機械研磨にて除去する工程（第1研磨処理工程）と、その後、導電性バリア層を研磨により除去し、必要に応じて、配線材料および絶縁層をさらに研磨して平坦化を行なう工程（第2研磨処理工程）が実施される。このうち、第2研磨処理工程を行なうにあたっては、以下の問題がある。

【0007】

すなわち、低誘電率絶縁層は、材料の強度が弱いというのに、キャップ層などの他積層材料への密着性が弱いため、従来知られている化学機械研磨用水系分散体を用いて化学機械研磨を行なうと、材料自身が破壊されたり、他積層材料との界面で剥離が生じたりする結果、歩留まりが著しく低下するという問題が生じる。この問題に対処する方法として、例えば、研磨圧力を下げることにより、ウエハにかかる摩擦力を低減させる方法が考えられる。

【0008】

しかしながら、研磨圧力の低減は、キャップ層をはじめとするシリコン酸化膜系材料の研磨速度の低下をもたらす。デバイスの製造プロセスにおいては、上述のキャップ層を研磨により除去するか、あるいは、研磨により所定厚さのキャップ層を削りこむことにより、平坦性を確保する必要があるため、シリコン酸化膜系材料の研磨速度の低下は、半導体基板の処理効率を著しく低下させる。

【発明の開示】

【0009】

本発明は上記事情に鑑みなされたものであり、被研磨体を高い効率で研磨することができ、かつ、高度な平坦性を有する被研磨面を効率良く得ることができる化学機械研磨用水系分散体およびそれを用いた化学機械研磨方法、ならびに前記化学機械研磨用水系分散体を調製するためのキットを提供することである。

【0010】

本発明者らは、鋭意検討した結果、特定の物性を有する水溶性高分子を含有する化学機械研磨用水系分散体を用いて化学機械研磨を行なうことにより、研磨速度を著しく向上でき、かつ、スクラッチや膜剥がれがない高度な平坦性を有する被研磨面を効率良く得ることができることを見出した。

【0011】

更に、前記の特定の物性を有する水溶性高分子を含有する化学機械研磨用水系分散体は、スクラッチや膜剥がれなどの防止を目的とした低研磨圧力条件下においても、実用上問題のない研磨速度を発現できることを見出した。

【0012】

本発明者らは、鋭意検討した結果、特定の物性を有する水溶性高分子を含有する化学機械研磨用水系分散体を用いて化学機械研磨を行なうことにより、研磨速度を著しく向上でき、かつ、スクラッチや膜剥がれがない高度な平坦性を有する被研磨面を効率良く得ることができることを見出した。

【0013】

10

20

30

40

50

更に、前記の特定の物性を有する水溶性高分子を含有する化学機械研磨用水系分散体は、スクラッチや膜剥がれなどの防止を目的とした低研磨圧力条件下においても、実用上問題のない研磨速度を発現できることを見出した。

## 【0014】

本発明の第1の態様の化学機械研磨用水系分散体は、

(A) 砥粒、(B) 有機酸、(C) 水溶性高分子、(D) 酸化剤、および(E) 水を含み、前記(C) 水溶性高分子の重量平均分子量が50,000~5,000,000である。

## 【0015】

上記化学機械研磨用水系分散体において、前記(C) 水溶性高分子がポリ(メタ)アクリル酸またはその塩であることができる。

10

## 【0016】

上記化学機械研磨用水系分散体において、前記(C) 水溶性高分子の配合量が0.05~2重量%であることができる。

## 【0017】

上記化学機械研磨用水系分散体において、pHが8~12であることができる。

## 【0018】

上記化学機械研磨用水系分散体において、前記(B) 有機酸は、キノリンカルボン酸、2価の有機酸、およびヒドロキシル酸からなる群から選ばれる少なくとも1種であり、その配合量が0.01~5質量%であることができる。

20

## 【0019】

上記化学機械研磨用水系分散体において、前記(C) 水溶性高分子の配合量：前記(B) 有機酸の配合量が1:40~20:1であることができる。

## 【0020】

上記化学機械研磨用水系分散体において、さらに、(F) 界面活性剤を0.001~1質量%含有することができる。この場合、前記(C) 水溶性高分子の配合量：前記(F) 界面活性剤の配合量が1:10~200:1であることができる。さらに、この場合、前記(F) 界面活性剤がノニオン系界面活性剤であることができる。

## 【0021】

上記化学機械研磨用水系分散体において、前記(A) 砥粒の配合量が1~10質量%であることができる。

30

## 【0022】

上記化学機械研磨用水系分散体において、前記(A) 砥粒がシリカであることができる。

## 【0023】

本発明の第2の態様の化学機械研磨用水系分散体は、

液(I)および液(II)を混合して、上記化学機械研磨用水系分散体を調製するためのキットであって、

前記液(I)は、(A) 砥粒、(B) 有機酸、(C) 重合平均分子量が50,000~5,000,000である水溶性高分子、および(E) 水を含む水系分散体であり、

40

前記液(II)は、(D) 酸化剤および(E) 水を含む。

## 【0024】

本発明の第3の態様の化学機械研磨用水系分散体は、

液(I)および液(II)を混合して、上記化学機械研磨用水系分散体を調製するためのキットであって、

前記液(I)は、(A) 砥粒および(E) 水を含む水系分散体であり、

前記液(II)は、(B) 有機酸、(C) 重量平均分子量が50,000~5,000,000である水溶性高分子、および(E) 水を含む。

## 【0025】

本発明の第4の態様の化学機械研磨用水系分散体は、

50

液（Ⅰ）、液（Ⅱ）、および液（Ⅲ）を混合して、上記化学機械研磨用水系分散体を調製するためのキットであって、

前記液（Ⅰ）は、（Ａ）砥粒および（Ｅ）水を含む水系分散体であり、

前記液（Ⅱ）は、（Ｂ）有機酸、（Ｃ）重量平均分子量が 50,000 ~ 5,000,000 である水溶性高分子、および（Ｅ）水を含み、

前記液（Ⅲ）は、（Ｄ）酸化剤および（Ｅ）水を含む。

【0026】

上記キットにおいて、

前記液（Ⅰ）は、（Ｂ）有機酸、（Ｃ）重合平均分子量が 50,000 ~ 5,000,000 である水溶性高分子、（Ｄ）酸化剤、および（Ｆ）界面活性剤から選ばれる 1 種類以上の成分をさらに含むことができる。

10

【0027】

また、上記キットにおいて、

前記液（Ⅱ）は、（Ａ）砥粒、（Ｄ）酸化剤、および（Ｆ）界面活性剤から選ばれる 1 種類以上の成分をさらに含むことができる。

【0028】

本発明の第 5 の態様の化学機械研磨用水系分散体の製造方法は、

上記化学機械研磨用水系分散体を使用して、該被研磨体を  $60 \sim 200 \text{ g f / cm}^2$  の研磨圧力にて化学機械研磨することを含む。

【0029】

20

上記化学機械研磨用水系分散体によれば、重量平均分子量が 50,000 ~ 5,000,000 である水溶性高分子を含有することにより、適度な粘性を有するため、研磨圧力を効率的に被研磨体に伝達させることができる。このため、スクラッチや膜剥がれなどの欠陥を低減するために低研磨圧力条件下で研磨を行なう場合において、実用上十分な研磨速度を維持することができる。また、水溶性高分子の親水化作用により研磨摩擦が低下し、スクラッチは膜剥がれを抑制することができる。

【0030】

また、上記化学機械研磨用水系分散体を用いた化学機械研磨方法、ならびに前記化学機械研磨用水系分散体を調製するためのキットによれば、各種被研磨体の各々を高い効率で研磨することができ、十分に平坦化された精度の高い仕上げ面を得ることができるとともに、研磨圧力が低い場合において、各種被研磨体を実用上十分な効率で研磨することができる。

30

【図面の簡単な説明】

【0031】

【図 1 A】図 1 A は、本発明の化学機械研磨方法の一具体例を示す概略図である。

【図 1 B】図 1 B は、本発明の化学機械研磨方法の一具体例を示す概略図である。

【図 1 C】図 1 C は、本発明の化学機械研磨方法の一具体例を示す概略図である。

【図 2 A】図 2 A は、本発明の化学機械研磨方法の一具体例を示す概略図である。

【図 2 B】図 2 B は、本発明の化学機械研磨方法の一具体例を示す概略図である。

【図 2 C】図 2 C は、本発明の化学機械研磨方法の一具体例を示す概略図である。

40

【図 2 D】図 2 D は、本発明の化学機械研磨方法の一具体例を示す概略図である。

【図 3 A】図 3 A は、本発明の化学機械研磨方法の別の具体例を示す概略図である。

【図 3 B】図 3 B は、本発明の化学機械研磨方法の別の具体例を示す概略図である。

【図 3 C】図 3 C は、本発明の化学機械研磨方法の別の具体例を示す概略図である。

【図 3 D】図 3 D は、本発明の化学機械研磨方法の別の具体例を示す概略図である。

【発明を実施するための最良の形態】

【0032】

以下、図面を参照して、本発明の実施形態について説明する。なお、本発明は下記の実施形態に限定されるものではなく、本発明の要旨を変更しない範囲において実施される各種の変型例も包含する。

50

## 【0033】

## 1. 化学機械研磨用水系分散体

本発明の一実施形態の化学機械研磨用水系分散体は、(A) 砥粒、(B) 有機酸、(C) 水溶性高分子、(D) 酸化剤、および(E) 水を含み、(C) 水溶性高分子の重量平均分子量が50,000~5,000,000である。

## 【0034】

## 1.1. (A) 砥粒

(A) 砥粒は、無機粒子、有機粒子、および有機無機複合粒子からなる群から選ばれる少なくとも1種であることができる。

## 【0035】

上記無機粒子としては、例えばシリカ、アルミナ、チタニア、ジルコニア、セリア等を挙げることができる。シリカとしては、ヒュームド法シリカ、ゾルゲル法により合成されたシリカ、コロイダルシリカ等を挙げることができる。ヒュームド法シリカは、気相中で塩化ケイ素等を酸素および水と反応させることにより得ることができる。ゾルゲル法により合成されたシリカは、アルコキシケイ素化合物を原料として、加水分解反応および/または縮合反応により得ることができる。コロイダルシリカは、例えば予め精製した原料を使用した無機コロイド法等により得ることができる。

## 【0036】

上記有機粒子としては、例えばポリ塩化ビニル、スチレン(共)重合体、ポリアセタール、ポリエステル、ポリアミド、ポリカーボネート、オレフィン(共)重合体、フェノキシ樹脂、アクリル(共)重合体等を挙げることができる。オレフィン(共)重合体としては、例えばポリエチレン、ポリプロピレン、ポリ-1-ブテン、ポリ-4-メチル-1-ペンテン等を挙げることができる。アクリル(共)重合体としては、例えばポリメチルメタクリレート等を挙げることができる。

## 【0037】

上記有機無機複合粒子は、上記したような有機粒子と無機粒子とが、化学機械研磨工程の際に容易に分離しない程度に一体に形成されていればよく、その種類および構成等には限定されない。有機無機複合粒子としては、例えば以下の構成(i)~(iii)を採用することができる。

## 【0038】

(i) 有機粒子の存在下に金属またはケイ素のアルコキシド化合物を重縮合させて得られた有機無機複合粒子。ここで、金属またはケイ素のアルコキシド化合物としては、例えばアルコキシシラン、アルミニウムアルコキシド、チタンアルコキシド等を挙げることができる。この場合、精製する重縮合体は、有機粒子が有する官能基に直接結合されていてもよいし、適当なカップリング剤(例えばシランカップリング剤等)を介して結合させてもよい。

## 【0039】

(ii) 相異なる符号のゼータ電位を有する有機粒子と無機粒子とが、静電力によって結合している有機無機複合粒子。この場合、有機粒子のゼータ電位の符号と無機粒子のゼータ電位の符号とが異なるpH領域において両者を混合することにより複合粒子を形成してもよく、有機粒子のゼータ電位と無機粒子のゼータ電位の符号とが同じpH領域で両者を混合した後、有機粒子のゼータ電位と無機粒子のゼータ電位の符号とが異なるpH領域に液性を変化させることにより、複合粒子を形成してもよい。

## 【0040】

(iii) 上記(ii)の複合粒子の存在下に、金属またはケイ素のアルコキシド化合物を重縮合させて得られた有機無機複合粒子。ここで、金属またはケイ素のアルコキシド化合物としては、上記(i)の場合と同様のものを使用することができる。

## 【0041】

(A) 砥粒としては、上記のうち、シリカ、有機粒子、および有機無機複合粒子からなる群より選ばれる少なくとも1種であることが好ましく、特に好ましいのはシリカである

10

20

30

40

50

。

【0042】

(A) 砥粒の平均分散粒子径は、好ましくは5～500nmであり、より好ましくは20～200nmであり、更に好ましくは50～150nmである。この範囲の平均分散粒子径の(A) 砥粒を使用することにより、適度な研磨速度と良好な被研磨面との両立を達成することができる。

【0043】

(A) 砥粒の配合量は、本発明の一実施形態の化学機械研磨水系分散体の総量に対して1～10質量%であり、好ましくは2～5質量%である。(A) 砥粒が10質量%より大きい場合、研磨速度を上げることができるが、コストの面で好ましくない。一方、(A) 砥粒が1質量%より小さい場合、研磨速度が小さいため、半導体生産のスループットが小さくなるので好ましくない。

【0044】

1.2.(B) 有機酸

(B) 有機酸としては、炭素数4以上の有機酸が好ましい。中でも、炭素数4以上の有機酸のうち、炭素数4以上の脂肪族有機酸および複素環を有する有機酸がより好ましい。

【0045】

上記炭素数4以上の脂肪族有機酸としては、例えば、炭素数4以上の脂肪族多価カルボン酸、炭素数4以上のヒドロキシル酸等が挙げられる。上記炭素数4以上の脂肪族多価カルボン酸の具体例としては、例えばマレイン酸、コハク酸、フマル酸、グルタル酸、アジピン酸等の2価の有機酸を挙げることができる。上記炭素数4以上のヒドロキシル酸の具体例としては、例えばクエン酸、リンゴ酸、酒石酸等を挙げることができる。

【0046】

上記複素環を有する有機酸としては、例えばキノリンカルボン酸、ピリジンカルボン酸、ピリジンジカルボン酸、ピラジンカルボン酸等を挙げることができる。

【0047】

これらのうち、キナルジン酸(例えば、2-キノリンカルボン酸)、キノリン酸(例えば、2,3-ピリジンジカルボン酸)、2価の有機酸(例えば、マレイン酸、マロン酸)、ヒドロキシル酸(例えば、リンゴ酸、クエン酸)が(B) 有機酸としてより好ましく、キノリンカルボン酸、2価の有機酸、ヒドロキシル酸であることがさらに好ましい。

【0048】

(B) 有機酸は単独で用いてもよいが、2種以上を組み合わせる用いることがより好ましい。2種以上の(B) 有機酸を組み合わせる用いることにより、銅、導電性バリア層、および絶縁層に対する各々の研磨速度の大きな乖離をなくし、その結果、被研磨体表面の良好な平坦性を得ることができる。

【0049】

(B) 有機酸の量は、本発明の一実施形態の化学機械研磨水系分散体の総量に対して好ましくは0.01～5質量%であり、より好ましくは0.05～2質量%である。上記範囲の配合量の(B) 有機酸を用いることにより、適度な研磨速度と良好な被研磨面との両立を達成することができる。特に、(B) 有機酸がキノリンカルボン酸、2価の有機酸、およびヒドロキシル酸からなる群から選ばれる少なくとも1種であり、その配合量が前記化学機械研磨水系分散体の総量に対して0.01～5質量%であることにより、適度な研磨速度と良好な被研磨面との両立をより確実に達成することができる。

【0050】

1.3.(C) 水溶性高分子

(C) 水溶性高分子としては、例えば、ポリアクリル酸およびその塩、ポリメタクリル酸およびその塩、ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン、ポリアクリルアミドなどの熱可塑性樹脂が挙げられるが、中でもポリアクリル酸、ポリメタクリル酸が砥粒安定性に影響を与えない点で好ましい。なかでも、ポリアクリル酸は、本発明の一実施形態の化学機械研磨水系分散体に効率的に粘性を付与できるため、さらに好ましい。

10

20

30

40

50

## 【0051】

(C)水溶性高分子の重量平均分子量は、50,000~5,000,000であることが好ましく、500,000~2,500,000であるのがより好ましい。(C)水溶性高分子の重量平均分子量が50,000以下の場合、水系分散体への粘性付与効果が小さく、研磨速度向上の効果が小さい。一方、(C)水溶性高分子の重量平均分子量が5,000,000以上の場合、水系分散体の安定性が悪くなったり、また、水系分散体の粘度が過度に上昇して、研磨液供給装置に負荷がかかったりする等の問題が生じることがある。

## 【0052】

また、(C)水溶性高分子の配合量は0.05~2質量%であるのが好ましく、0.075~1質量%であるのがより好ましく、0.1~0.5質量%が更に好ましい。(C)水溶性高分子の配合量が上記範囲であることにより、好適な粘度を水系分散体に付与することができる。(C)水溶性高分子の配合量が0.05質量%よりも少ない場合、水系分散体への粘度付与効果が小さく、低研磨圧力条件下において、実用上十分な研磨速度を維持することができない場合がある。また、研磨摩擦の低減効果に劣るため、スクラッチや欠陥を抑制できない場合がある。一方、(C)水溶性高分子の配合量が2質量%より多い場合は、被研磨面上に形成される(C)水溶性高分子の膜が厚くなり、逆に研磨速度が低下し好ましくない上に、水系分散体の粘度が過度に上昇して、研磨液供給装置に負荷がかかる可能性がある。

10

## 【0053】

さらに、(C)水溶性高分子の配合量:(B)有機酸の配合量が1:40~20:1であることが好ましく、1:20~1:1であることがより好ましい。(C)水溶性高分子の配合量に対する(B)有機酸の配合量の割合が上記範囲内であることにより、適度な研磨速度と良好な被研磨面の平坦性の両立をより確実に達成することができる。

20

## 【0054】

## 1.4.(D)酸化剤

(D)酸化剤としては、例えば過硫酸塩、過酸化水素、無機酸、有機過酸化物、多価金属塩等を挙げることができる。過硫酸塩としては、過硫酸アンモニウム、過硫酸カリウムなどが挙げられる。無機酸としては、硝酸、硫酸などが挙げられる。有機過酸化物としては、過酢酸、過安息香酸、tert-ブチルヒドロパーオキサイドなどが挙げられる。

30

## 【0055】

多価金属塩としては、過マンガン酸化合物、重クロム酸化合物などが挙げられ、具体的に、過マンガン酸化合物としては、過マンガン酸カリウム等が挙げられ、重クロム酸化合物としては、重クロム酸カリウム等が挙げられる。これらのうち、過酸化水素、過硫酸塩および無機酸が好ましく、純度や取り扱いの点で、過酸化水素がより好ましい。

## 【0056】

(D)酸化剤の配合量は、本発明の一実施形態の化学機械研磨用水系分散体の総量に対して、好ましくは0.01~5質量%であり、さらに好ましくは0.05~2質量%である。(D)酸化剤をこの範囲の配合量とすることにより、適度な研磨速度と良好な被研磨面との両立を達成することができる。

40

## 【0057】

なお、本発明の一実施形態の化学機械研磨用水系分散体に(D)酸化剤として過酸化水素を用いる場合には、過酸化水素の酸化剤としての機能を促進する機能および研磨速度をより向上させる機能を有する適当な多価金属イオン(例えば硫酸鉄水和物など)を含有させてもよい。

## 【0058】

## 1.5.(E)水

本発明の一実施形態の化学機械研磨用水系分散体は、水系媒体として(E)水を用いることが好ましい。なお、本発明の一実施形態の化学機械研磨用水系分散体は、(E)水のほかに、アルコールや、水と相溶性の有機溶媒を含んでいてもよい。

50

【 0 0 5 9 】

1 . 6 . ( F ) 界面活性剤

本発明の一実施形態の化学機械研磨用水系分散体は、更に界面活性剤を含有することもできる。

【 0 0 6 0 】

上記界面活性剤としては、カチオン系界面活性剤、アニオン系界面活性剤、両性界面活性剤、ノニオン系界面活性剤等が挙げられ、アニオン系界面活性剤またはノニオン系界面活性剤が好ましく、ノニオン系界面活性剤がより好ましい。

【 0 0 6 1 】

アニオン系界面活性剤としては、例えばカルボン酸塩、スルホン酸塩、硫酸エステル塩、リン酸エステル塩等を挙げることができる。カルボン酸塩としては、例えば脂肪酸石鹸、アルキルエーテルカルボン酸塩等を挙げることができ、スルホン酸塩としては、例えばアルキルベンゼンスルホン酸塩、アルキルナフタレンスルホン酸塩、 $\alpha$ -オレフィンスルホン酸塩等を挙げることができ、硫酸エステル塩としては、例えば高級アルコール硫酸エステル塩、アルキルエーテル硫酸塩、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル硫酸塩等を挙げることができ、リン酸エステル塩としては、例えばアルキルリン酸エステル塩などを挙げることができる。

10

【 0 0 6 2 】

ノニオン系界面活性剤としては、例えば、ポリエチレングリコール型界面活性剤、アセチレングリコール、アセチレングリコールのエチレンオキサイド付加物、アセチレンアルコール等の非イオン性界面活性剤等を挙げることができる。

20

【 0 0 6 3 】

さらに好ましくは、ノニオン系界面活性剤は、分子中に三重結合を有する化合物であり、例えば、アセチレングリコール、アセチレングリコールのエチレンオキサイド付加物、アセチレンアルコール等が挙げられる。三重結合を有するノニオン系界面活性剤の好ましい親水性親油性バランスは、HLB値として3~20、特に好ましくは5~20である。

【 0 0 6 4 】

三重結合を有するノニオン系界面活性剤の市販品としては、例えば、アセチレングリコールでは、サーフィノール82 (HLB値 = 5 ~ 7)、サーフィノール104 (HLB値 = 3 ~ 5) (以上、エアプロダクツジャパン(株)製)、アセチレングリコールのエチレンオキサイド付加物では、サーフィノール440 (HLB値 = 8)、サーフィノール465 (HLB値 = 13)、サーフィノール485 (HLB値 = 17) (以上、エアプロダクツジャパン(株)製)、アセチレンアルコールでは、サーフィノール61 (HLB値 = 4 ~ 6) (エアプロダクツジャパン(株)製)が挙げられる。

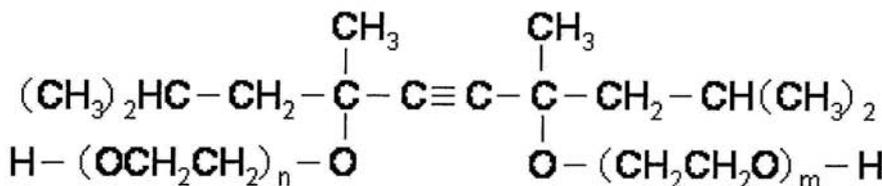
30

【 0 0 6 5 】

特に好ましくは、ノニオン系界面活性剤は下記構造式(1)で表されるものである。

【 0 0 6 6 】

【化1】



40

..... ( 1 )

【 0 0 6 7 】

(式中、nおよびmはそれぞれ独立に1以上の整数であり、n+m ≤ 50を満たす。)

上記化学式(1)で表されるノニオン系界面活性剤を使用することにより、絶縁層の物理的性質にダメージを与えることなく、良好に平坦化された精度の高い被研磨面を得ることができる。また、上記一般式(1)において、10 ≤ n+m ≤ 50であることが好まし

50

く、 $20 \leq n + m \leq 40$ であることがさらに好ましい。

【0068】

(C)界面活性剤の配合量は、本発明の一実施形態の化学機械研磨用水系分散体の総量に対して好ましくは0.001～1質量%であり、より好ましくは0.005～0.5質量%である。(C)界面活性剤の配合量をこの範囲内にすることにより、適度な研磨速度と良好な被研磨面との両立を達成することができる。

【0069】

また、(C)水溶性高分子の配合量：(F)界面活性剤の配合量が1：10～200：1であるのが好ましく、1：5～10：1が更に好ましい。(C)水溶性高分子の配合量に対する(F)界面活性剤の配合量の割合が上記範囲内であることにより、適度な研磨速度と良好な被研磨面の平坦性の両立をより確実に達成することができる。

10

【0070】

1.7.その他成分

本発明の一実施形態の化学機械研磨用水系分散体は、更に防食剤などの添加剤を適宜、含有することもできる。防食剤としてはベンゾトリアゾールおよびその誘導体を挙げることができる。

【0071】

1.8.化学機械研磨用水系分散体のpH

本発明の一実施形態の化学機械研磨用水系分散体のpHは、3より高い範囲で用いることができるが、好ましくは8～12であり、9～11であることがより好ましい。この範囲のpHとすることにより、適度な研磨速度と良好な被研磨面との両立を達成することができる。特に、本実施形態の化学機械研磨用水系分散体のpHが8～12(より好ましくは9～11)であることにより、被研磨面に(C)水溶性高分子を安定して存在させることができるため、研磨速度をより高めることができる。

20

【0072】

本実施形態の化学機械研磨用水系分散体のpHは、pH調整剤を用いて調整されていてもよい。pH調整剤としては、有機塩基、無機塩基、無機酸を挙げることができる。有機塩基としては、テトラメチルアンモニウムヒドロキシド、トリエチルアミン等を挙げることができる。無機塩基としては、アンモニア、水酸化カリウム、水酸化ナトリウム等を挙げることができる。無機酸としては、硝酸、硫酸等を挙げることができる。更に、炭酸アンモニウム、炭酸水素アンモニウムなどのpH緩衝作用がある塩を適宜併用することができる。

30

【0073】

1.9.化学機械研磨用水系分散体を調製するためのキット

本発明の一実施形態の化学機械研磨用水系分散体は、調製後にそのまま研磨用組成物として使用できる状態で供給することができる。あるいは、上述の本発明の一実施形態の化学機械研磨用水系分散体の各成分を高濃度で含有する研磨用組成物(すなわち濃縮された研磨用組成物)を準備しておき、使用時にこの濃縮された研磨用組成物を希釈して、所望の化学機械研磨用水系分散体を得てもよい。

【0074】

例えば、本発明の一実施形態の化学機械研磨用水系分散体を複数の液(例えば、2つまたは3つの液)に分けて準備しておき、使用時にこれら複数の液を混合して使用することが可能である。例えば、以下に示す第1～第3のキットを用いて、複数の液を混合することにより、本発明の一実施形態の化学機械研磨用水系分散体を調製することができる。

40

【0075】

1.9.1.第1のキット

第1のキットは、液(I)および液(II)を混合して、本発明の一実施形態の化学機械研磨用水系分散体を調製するためのキットである。第1のキットにおいて、液(I)は、(A)砥粒、(B)有機酸、(C)重量平均分子量が50,000～5,000,000である水溶性高分子、および(E)水を含む水系分散体であり、液(II)は、(D)

50

酸化剤および（E）水を含む。更に、（F）界面活性剤を液（I）もしくは液（II）に含んでもよい。

【0076】

第1のキットを構成する液（I）および液（II）を調製する場合、液（I）および液（II）を混合して得られた水系分散体中に、前述した各成分が前述した濃度範囲に含まれるように、液（I）および液（II）に含有される各成分の濃度を決定する必要がある。また、液（I）および液（II）は、各々各成分を高濃度で含有していてもよく（すなわち濃縮されたものでもよく）、この場合、使用時に希釈して液（I）および液（II）を得ることが可能である。第1のキットによれば、液（I）と液（II）とを分けておくことで、特に酸化剤の保存安定性を向上させることができる。

10

【0077】

第1のキットを用いて本発明の一実施形態の化学機械研磨用水系分散体を調製する場合、液（I）および液（II）が別個に用意・供給され、且つ研磨時に一体となっていればよく、その混合の方法およびタイミングは特に限定されない。

【0078】

例えば、液（I）と液（II）とが別々に研磨装置に供給され、定盤上にて混合されてもよいし、研磨装置に供給する前に混合されてもよいし、研磨装置内でライン混合されてもよいし、あるいは、混合タンクを設けて該混合タンク内で混合されてもよい。また、ライン混合の際に、より均一な水系分散体を得るために、ラインミキサーなどを用いてもよい。

20

【0079】

1.9.2. 第2のキット

第2のキットは、液（I）および液（II）を混合して、本発明の一実施形態の化学機械研磨用水系分散体を調製するためのキットである。第2のキットにおいて、液（I）は、（A）砥粒および（E）水を含む水系分散体であり、液（II）は、（B）有機酸、（C）重量平均分子量が50,000～5,000,000である水溶性高分子、および（E）水を含む。

【0080】

第2のキットを構成する液（I）および液（II）を調製する場合、液（I）および液（II）を混合して得られた水系分散体中に、前述した各成分が前述した濃度範囲に含まれるように、液（I）および液（II）に含有される各成分の濃度を決定する必要がある。また、液（I）および液（II）は、各々各成分を高濃度で含有していてもよく（すなわち濃縮されたものでもよく）、この場合、使用時に希釈して液（I）および液（II）を得ることが可能である。第2のキットによれば、液（I）と液（II）とを分けておくことで、水系分散体の保存安定性を高めることができる。

30

【0081】

第2のキットを用いて本発明の一実施形態の化学機械研磨用水系分散体を調製する場合、液（I）および液（II）が別個に用意・供給され、且つ研磨時に一体となっていればよく、その混合の方法およびタイミングは特に限定されない。

【0082】

例えば、液（I）と液（II）とが別々に研磨装置に供給され、定盤上にて混合されてもよいし、研磨装置に供給する前に混合されてもよいし、研磨装置内でライン混合されてもよいし、あるいは、混合タンクを設けて該混合タンク内で混合されてもよい。また、ライン混合の際に、より均一な水系分散体を得るために、ラインミキサーなどを用いてもよい。

40

【0083】

1.9.3. 第3のキット

第3のキットは、液（I）、液（II）、および液（III）を混合して、本発明の一実施形態の化学機械研磨用水系分散体を調製するためのキットである。第3のキットにおいて、液（I）は、（A）砥粒および（F）水を含む水系分散体であり、液（II）は、

50

(B)有機酸、(C)重量平均分子量が50,000~5,000,000である水溶性高分子、および(E)水を含み、液(III)は、(D)酸化剤および(E)水を含む。

【0084】

第3のキットを構成する液(I)、液(II)、および液(III)を調製する場合、液(I)、液(II)、および液(III)を混合して得られた水系分散体中に上述の各成分が上述の濃度範囲に含まれるように、液(I)、液(II)、および液(III)に含有される各成分の濃度を決定する必要がある。また、液(I)、液(II)、および液(III)は、各々各成分を高濃度で含有していてもよく(すなわち濃縮されたものでもよく)、この場合、使用時に希釈して、液(I)、液(II)、および液(III)を得ることが可能である。第3のキットによれば、液(I)、液(II)、および液(III)とを分けておくことで、水系分散体の保存安定性を高めることができる。

10

【0085】

第3のキットを用いて本発明の一実施形態の化学機械研磨用水系分散体を調製する場合、液(I)、液(II)、および液(III)が別個に用意・供給され、且つ研磨時に一体となっていればよく、その混合の方法およびタイミングは特に限定されない。

【0086】

例えば、液(I)、液(II)、および液(III)が別々に研磨装置に供給され、定盤上にて混合されてもよいし、研磨装置に供給する前に混合されてもよいし、研磨装置内でライン混合されてもよいし、あるいは、混合タンクを設けて該混合タンク内で混合されてもよい。また、ライン混合の際に、より均一な水系分散体を得るために、ラインミキサーなどを用いてもよい。

20

【0087】

なお、第2および第3のキットにおいて、液(I)は、(B)有機酸、(C)重量平均分子量が50,000~5,000,000である水溶性高分子、(D)酸化剤、および(F)界面活性剤から選ばれる1種類以上の成分をさらに含むことができ、液(II)は、(A)砥粒、(D)酸化剤、および(F)界面活性剤から選ばれる1種類以上の成分をさらに含むことができる。

【0088】

1.10.用途

本発明の一実施形態の化学機械研磨用水系分散体は、被研磨体(例えば半導体装置)の化学機械研磨に好適に用いることができる。すなわち、本発明の一実施形態の化学機械研磨用水系分散体によれば、特定の物性を有する水溶性高分子を含有することにより、適度な粘性を有するため、各種の被研磨体(例えば、半導体装置を構成する各層)を、通常の研磨圧力よりも低い研磨圧力下で化学機械研磨を効率良く行なうことができ、かつ、十分に平坦化された精度の高い仕上げ面を得ることができる。

30

【0089】

より具体的には、本発明の一実施形態の化学機械研磨用水系分散体は、例えば、上述の銅ダマシ配線を形成するための二段階研磨処理における第2研磨処理工程の化学機械研磨用水系分散体として好適に用いることができる。すなわち、配線、導電性バリア層、および絶縁層を具備する半導体装置に対して、上述の第2研磨処理工程によって、研磨圧力が低い条件下で化学機械研磨を行なう場合において、配線、導電性バリア層、および絶縁層(特にシリコン酸化膜系材料)に対して必要な研磨速度を有し、かつ、高度な平坦性を有する被研磨面を効率良く得ることができる。

40

【0090】

2.化学機械研磨方法

本発明の一実施形態の化学機械研磨方法に供される被研磨体としては、例えば、図1A、図2A、および図3Aに示される構造を有する複合基板素材1a,2a,3aを挙げることができる。この複合基板素材1a,2a,3aは、例えば、シリコン等からなる基板11と、絶縁層12と、絶縁層12に設けられた配線用凹部20と、絶縁層12および配線用凹部20の底部および内壁面を覆うように設けられた導電性バリア層13と、配線用

50

凹部 20 を充填するように導電性バリア層 13 上に形成された金属層 14 とを有する。

【0091】

絶縁層 12 は単層であってもよい（図 1 A 参照）。この場合、絶縁層 12 は例えば、P E T E O S 等からなる高誘電率絶縁層からなることができる。あるいは、絶縁層 12 は 2 層以上からなる積層構造を有していてもよい（図 2 A および図 3 A 参照）。この場合、絶縁層 12 は例えば、第 1 の絶縁層 21 と第 2 の絶縁層 22 との積層体からなることができ、第 1 の絶縁層 21 は例えば、低誘電率絶縁層（例えば、アブライドマテリアルズ社製；商品名「Black Diamond」）からなり、第 2 の絶縁層 22 は例えば、第 1 の絶縁層 21 よりも誘電率が高い高誘電率絶縁層（例えば、P E T E O S）からなり、例えば、テトラエトキシシランを用いて C V D 法により形成することができる。

10

【0092】

導電性バリア層 13 は、例えばタンタル、チタン、窒化タンタル、窒化チタン等の高融点金属または高融点金属化合物からなる。金属層 14 は銅または銅合金等の金属配線材料からなる。

【0093】

また、本発明の一実施形態の化学機械研磨方法に供される被研磨体は、例えば、図 3 A に示される複合基板素材 3 a であってもよい。この複合基板素材 3 a は、例えばシリコン酸化物等よりなる第 3 の絶縁層 31 と、この絶縁層 31 上に形成され、例えばシリコン窒化物等よりなる第 4 の絶縁層 32 とを基板 11 と絶縁層 12 との間に有することができる。

20

【0094】

本発明の一実施形態の化学機械研磨方法においては、複合基板素材 1 a を例えば以下の手順にしたがって研磨することができる。まず、第 1 研磨処理工程において、第 1 研磨用水系分散体を用いて導電性バリア層 13 が露出するまで金属層 14 を化学機械研磨する（図 1 B 参照）。その後、第 2 研磨処理工程において、本発明の一実施形態の化学機械研磨用水系分散体を用いて化学機械研磨を行ない、導電性バリア層 13 のうち配線用凹部 20 の底部および内壁面以外の部分を除去する。これにより、高度に平坦化されたダマシン配線構造体 1 が得られる（図 1 C 参照）。

【0095】

また、本発明の一実施形態の化学機械研磨方法においては、複合基板素材 2 a , 3 a を例えば以下の手順にしたがって研磨することができる。まず、第 1 研磨処理工程において、第 1 研磨用水系分散体を用いて導電性バリア層 13 が露出するまで金属層 14 を化学機械研磨する（図 2 B および図 3 B 参照）。その後、第 2 研磨処理工程において、本発明の一実施形態の化学機械研磨用水系分散体を用いて化学機械研磨を行ない、導電性バリア層 13 のうち配線用凹部 20 の底部および内壁面以外の部分を除去する。その際、第 2 の絶縁層 22 の表面も研磨されて除去されることにより、高度に平坦化されたダマシン配線構造体 2 , 3 が得られる（図 2 C , 図 2 D , 図 3 C , 図 3 D 参照）。

30

【0096】

第 1 研磨用水系分散体としては、C M S 7 4 0 1、C M S 7 4 5 2（いずれも J S R（株）製）を、イオン交換水、及び 4 重量%過硫酸アンモニウム水溶液を、重量比 1 : 1 : 2 : 4 の割合で混合したものを好適に用いることができる。

40

【0097】

本発明の一実施形態の化学機械研磨方法による研磨は、市販の化学機械研磨装置（例えば、L G P 5 1 0、L G P 5 5 2（以上、ラップマスター S F T（株）製）、E P O - 1 1 2、E P O - 2 2 2（以上、（株）荏原製作所製）、M i r r a（アブライドマテリアルズ社製）、A V A N T I - 4 7 2（アイベック社製）等）を用いて、公知の研磨条件で行なうことができる。

【0098】

好ましい研磨条件としては、使用する化学機械研磨装置により適宜に設定されるべきであるが、例えば化学機械研磨装置として E P O - 1 1 2 を使用する場合、第 1 研磨処理工

50

程および第2研磨処理工程共に例えば下記の条件とすることができる。

【0099】

定盤回転数：好ましくは30～120rpm、より好ましくは40～100rpm  
 ヘッド回転数：好ましくは30～120rpm、より好ましくは40～100rpm  
 定盤回転数/ヘッド回転数比：好ましくは0.5～2、より好ましくは0.7～1.5  
 研磨圧力：好ましくは60～200gf/cm<sup>2</sup>、より好ましくは100～150gf/cm<sup>2</sup>、化学機械研磨用水系分散体供給速度：好ましくは50～300ml/分、より好ましくは100～200ml/分

【0100】

3. 実施例

以下、本発明を実施例により説明するが、本発明は下記実施例により何ら限定されない。

10

【0101】

3.1. 無機粒子を含む水分散体の調製

3.1.1. ヒュームドシリカ粒子を含む水分散体の調製

ヒュームドシリカ粒子（日本アエロジル（株）製、商品名「アエロジル#90」、平均一次粒子径20nm）2kgをイオン交換水6.7kg中に超音波分散機を用いて分散させた。これを孔径5μmのフィルターで濾過することにより、ヒュームドシリカ粒子を含む水分散体を得た。この水分散体中に含まれるヒュームドシリカの平均二次粒子径は、220nmであった。

20

【0102】

3.1.2. コロイダルシリカ粒子を含む水分散体の調製

3.1.2-1. コロイダルシリカ粒子C1を含む水分散体の調製

濃度25質量%のアンモニア水70質量部、イオン交換水40質量部、エタノール170質量部およびテトラエトキシシラン20質量部をフラスコに仕込み、回転速度180rpmで攪拌しながら60℃に昇温した。温度を60℃に維持しながら攪拌を2時間継続した後、室温まで冷却した。これにより、コロイダルシリカ粒子のアルコール分散体を得た。

【0103】

次いで、ロータリーエバポレータを用い、得られた分散体の温度を80℃に維持しながらイオン交換水を添加しつつアルコール分を除去する操作を数回繰り返した。この操作により、コロイダルシリカ粒子C1を20質量%含む水分散体を調製した。

30

【0104】

この水分散体に含まれるコロイダルシリカ粒子C1の平均一次粒子径は25nmであり、平均二次粒子径は40nmであり、平均会合度は1.6であった。

【0105】

3.1.2-2. コロイダルシリカ粒子C2およびC3をそれぞれ含む水分散体の調製

上記「3.1.2-1. コロイダルシリカ粒子C1を含む水分散体の調製」において、濃度25質量%のアンモニア水、エタノール、およびテトラエトキシシランの使用量を表1に記載の通りとした他は、上記コロイダルシリカ粒子を含む水分散体の調製と同様に実施して、コロイダルシリカ粒子C2およびC3を含む水分散体をそれぞれ調製した。

40

【0106】

【表 1】

コロイダルシリカ の名称	原料の使用量			水系分散体 中のコロイダルシリカ含有量 (質量%)	平均一次 粒子径 (nm)	平均二次 粒子径 (nm)	会合度
	アモニア水 (濃度25wt%) (質量部)	エタノール (質量部)	テトラエトキシシラン (質量部)				
C 1	70	170	20	20.0	25	40	1.6
C 2	65	175	25	20.0	35	70	2.0
C 3	55	195	40	20.0	70	200	2.9

## 【0107】

## 3.2. 有機無機複合粒子を含む水分散体の調製

## 3.2.1. 表面処理した有機粒子を含む水分散体の調製

メチルメタクリレート90質量部、メトキシポリエチレングリコールメタクリレート（新中村化学工業（株）製、商品名「NKエステルM-90G」、#400）5質量部、4-ビニルピリジン5質量部、アゾ系重合開始剤（和光純薬工業（株）製、商品名「V50」）2質量部およびイオン交換水400質量部をフラスコに仕込み、窒素ガス雰囲気下で攪拌しながら70に昇温した。この温度で攪拌しつつ6時間保持した。この反応混合物をイオン交換水で希釈することにより、アミノ基の陽イオンおよびポリエチレングリコール鎖を有する官能基を備え、平均粒子径150nmのポリメチルメタクリレート系粒子を10質量%含む水分散体を得た。重合収率は95%であった。

## 【0108】

この水分散体100質量部をフラスコに仕込み、これにメチルトリメトキシシラン1質量部を添加し、40で2時間攪拌した。その後、1規定硝酸水溶液を添加してpHを2.0に調整することにより、表面処理した有機粒子を含む水分散体を得た。この水分散体に含まれる表面処理した有機粒子のゼータ電位は+17mVであった。

## 【0109】

## 3.2.2. 無機粒子（コロイダルシリカ粒子）を含む水分散体の調製

コロイダルシリカ粒子（日産化学（株）製、商品名「スノーテックスO」、平均一次粒子径12nm）を水中に分散させ、これに1規定水酸化カリウム水溶液を添加してpHを調整することにより、コロイダルシリカ粒子を10質量%含有するpHが8.0の水分散体を得た。

## 【0110】

この水分散体に含まれるコロイダルシリカ粒子のゼータ電位は-40mVであった。

## 【0111】

## 3.2.3. 有機無機複合粒子を含む水分散体の調製

上記「3.2.1. 表面処理した有機粒子を含む水分散体の調製」で調製した水分散体100質量部に、上記「3.2.2. 無機粒子（コロイダルシリカ粒子）を含む水分散体の調製」で調製した水分散体50質量部を攪拌しながら2時間かけて徐々に添加し、更にその後2時間攪拌することにより、ポリメチルメタクリレート系粒子にシリカ粒子が付着した粒子を含む水分散体を得た。

## 【0112】

次いで、得られた水分散体にビニルトリエトキシシラン2質量部を添加し、1時間攪拌した後、更にテトラエトキシシラン1質量部を添加した。これを60に昇温させ、攪拌を3時間継続した後、室温まで冷却することにより、平均粒子径180nmの無機有機複合粒子を10質量%含有する水分散体を調製した。

## 【0113】

この水分散体に含有される無機有機複合粒子を走査型電子顕微鏡で観察したところ、ポリメチルメタクリレート系粒子の表面の80%にシリカ粒子が付着しているものであった。

## 【0114】

10

20

30

40

50

### 3.3.(C)水溶性高分子を含む水溶液の調製

#### 3.3.1.ポリアクリル酸塩 P 1 を含有する水溶液の調製

イオン交換水 1,000 g および 5 質量% 過硫酸アンモニウム水溶液 1 g を仕込んだ内容積 2 リットルの容器中に、20 質量% のアクリル酸水溶液 500 g を還流下で攪拌しながら 8 時間かけて均等に滴下した。滴下終了後、更に 2 時間還流下で保持することにより、重量平均分子量 (Mw) 1,100,000 のポリアクリル酸を含む水溶液を得た。

#### 【0115】

これに、10 質量% 水酸化カリウム水溶液を徐々に加えて溶液を中和することにより、10 質量% のポリアクリル酸塩 P 1 (重量平均分子量 (Mw) 1,100,000 のポリアクリル酸カリウム) を含有する pH 7.5 の水溶液を調製した。

10

#### 【0116】

本実施例において、重量平均分子量 (PEG 換算分子量) および分子量分布は、ゲルパーミエーションクロマトグラフィー (装置名; ウォータズ社製 LC モジュール - 1, 検出器; ウォータズ社製 410 型示差屈折率計) により測定した。カラムとして東ソー (株) 製の TSK - M を使用し、溶離液は 0.1 M NaCl 水溶液 / アセトニトリル = 80 / 20 の混合液を用いた。

#### 【0117】

#### 3.3.2.ポリアクリル酸塩 P 2 乃至 P 4 をそれぞれ含有する水溶液の調製

上記「3.3.1.ポリアクリル酸塩 P 1 を含有する水溶液の調製」において、使用する過硫酸アンモニウムの使用量を表 2 に記載の通りとした他は上記と同様に実施し、10 質量% のポリアクリル酸塩 P 2 乃至 P 4 (ポリアクリル酸カリウム) をそれぞれ含む pH 7.5 の水溶液を調製した。なお、ポリアクリル酸塩 P 2 乃至 P 4 を製造する際には、ポリアクリル酸の中和剤として、水酸化カリウム水溶液のかわりに、水酸化ナトリウムまたはアンモニアを用いた。

20

#### 【0118】

#### 【表 2】

	ポリアクリル酸の名称			
	P1	P2	P3	P4
過硫酸アンモニウム 使用量(g)	0.05	0.1	0.25	0.5
中和剤種類	水酸化カリウム	水酸化カリウム	アンモニア	水酸化カリウム
重量平均分子量	1,100,000	380,000	65,000	12,000

30

#### 【0119】

#### 3.3.3.ポリビニルピロリドンを含む水溶液の調製

ポリビニルピロリドンは BASF 社製、商品名「K60」、重量平均分子量; 約 350,000 の固形分濃度 20% である水溶液を用いた。

#### 【0120】

#### 3.4.実施例 1

40

#### 3.4.1.第 2 研磨用水系分散体 (本発明の化学機械研磨用水系分散体) の調製

上記「3.1.2-2.コロイダルシリカ粒子 C 2 および C 3 をそれぞれ含む水分散体の調製」で調製したコロイダルシリカ粒子 C 2 を含む水分散体のシリカに換算して 2 質量% に相当する量をポリエチレン製の瓶に入れ、これにマロン酸 1 質量%、キナルジン酸 0.5 質量%、アセチレンジオール型ノニオン系界面活性剤 (商品名「サーフィノール 485」、エアプロダクト社製、上記一般式 (1) において  $m+n=30$ ) 0.1 質量%、およびキナルジン酸 0.2 質量% を順次添加し、その後、(C) 水溶性高分子 (上記「ポリアクリル酸水溶液の調製」で調製したポリアクリル酸 P 2) を含む水溶液を、ポリマー量に換算して 0.5 質量% に相当する量添加し、更に水酸化カリウム 0.9 質量% および 35 質量% 過酸化水素水の過酸化水素に換算して 0.6 質量% に相当する量を順次に投入

50

し、15分間攪拌した。次いで、全構成成分の合計量が100質量%となるようにイオン交換水を加えた後、孔径5 $\mu$ mのフィルターで濾過することにより、pHが9.3の第2研磨用水系分散体S1を得た。

#### 【0121】

3.4.2. 第2研磨用水系分散体の研磨性能の評価

3.4.2-1. パターンなし基板の研磨試験

化学機械研磨装置（（株）荏原製作所製、型式「EPO112」）に多孔質ポリウレタン製研磨パッド（ニッタ・ハース（株）製、品番「IC1000」）を装着し、上記第2研磨用水系分散体を供給しながら、下記の各種研磨速度測定用基板につき、下記研磨条件にて1分間化学機械研磨処理を行ない、下記の手法によって研磨速度を算出した。

10

#### 【0122】

(i) 研磨速度測定用基板

- ・8インチ熱酸化膜付きシリコン基板上に膜厚15,000の銅膜が設けられたもの。
- ・8インチ熱酸化膜付きシリコン基板上に膜厚2,000のタンタル膜が設けられたもの。
- ・8インチ熱酸化膜付きシリコン基板上に膜厚2,000の窒化タンタル膜が設けられたもの。
- ・8インチシリコン基板上に膜厚10,000の低誘電率絶縁層（Applied Materials社製；商品名「Black Diamond」）が設けられたもの。
- ・8インチシリコン基板上に膜厚10,000のPETEOS膜が設けられたもの。

20

#### 【0123】

(ii) 研磨条件

- ・ヘッド回転数：70rpm
- ・ヘッド荷重：150gf/cm<sup>2</sup>
- ・テーブル回転数：70rpm
- ・第2研磨用水系分散体の供給速度：200ml/分

#### 【0124】

(iii) 研磨速度の算出方法

銅膜、タンタル膜および窒化タンタル膜については、電気伝導式膜厚測定器（ケーエルエー・テンコール（株）製、形式「オムニマップRS75」）を用いて、研磨処理後の膜厚を測定し、化学機械研磨により減少した膜厚および研磨時間から研磨速度を算出した。

30

#### 【0125】

PETEOS膜および低誘電率絶縁層については、光干渉式膜厚測定器（ナノメトリクス・ジャパン社製、型式「Nano Spec 6100」）を用いて研磨処理後の膜厚を測定し、化学機械研磨により減少した膜厚および研磨時間から研磨速度を算出した。

#### 【0126】

(iv) 研磨速度

研磨速度を表3に示す。表3において、各層の研磨速度を以下の略称で示す。

- ・銅膜の研磨速度...  $R_{Cu}$
- ・タンタル膜の研磨速度...  $R_{Ta}$
- ・窒化タンタル膜の研磨速度...  $R_{Ta-N}$
- ・PETEOS膜の研磨速度...  $R_{In-1}$
- ・低誘電率絶縁層（商品名「Black Diamond」）の研磨速度...  $R_{In-2}$

40

#### 【0127】

3.4.2-2. パターン付き基板の研磨試験

化学機械研磨装置（（株）荏原製作所製、型式「EPO112」）に多孔質ポリウレタン製研磨パッド（ニッタ・ハース（株）製、品番「IC1000」）を装着し、下記の2種のパターン付き基板につき、下記研磨条件にてそれぞれ2段階の化学機械研磨処理を行った。

#### 【0128】

50

## ( i ) パターン付き基板

・シリコン基板上にシリコン窒化膜 1 0 0 0 Å を堆積させ、その上に低誘電率絶縁層 ( B l a c k D i a m o n d 膜 ) を 4 5 0 0 Å、更に P E T E O S 膜 5 0 0 Å を順次積層させた後、各種のパターンからなる凹部を形成し、その上にタンタル膜 ( 厚さ 2 5 0 )、銅シード膜 ( 厚さ 1 , 0 0 0 ) および銅メッキ膜 ( 厚さ 1 0 , 0 0 0 ) を順次積層させたパターン付き基板 ( A T D F 社製 ) を用いた。

## 【 0 1 2 9 】

## ( i i ) 第 1 研磨処理工程の研磨条件

・第 1 研磨用水系分散体としては、C M S 7 4 0 1、C M S 7 4 5 2 ( いずれも J S R ( 株 ) 製 )、イオン交換水、および 4 重量 % 過硫酸アンモニウム水溶液を重量比 1 : 1 : 2

10

・第 1 研磨用水系分散体の供給速度 : 2 0 0 m l / 分

・ヘッド回転数 : 7 0 r p m

・ヘッド荷重 : 2 5 0 g / c m <sup>2</sup>

・テーブル回転数 : 7 0 r p m

・研磨時間 : 2 . 7 5 分

## 【 0 1 3 0 】

## ( i i i ) 第 2 研磨処理工程の研磨条件

・化学機械研磨用水系分散体の種類 : 上記「 3 . 4 . 1 . 第 2 研磨用水系分散体 ( 本発明の化学機械研磨用水系分散体 ) の調製」で調製した第 2 研磨用水系分散体

20

・第 2 研磨用水系分散体の供給速度 : 2 0 0 m l / 分

・ヘッド回転数 : 7 0 r p m

・ヘッド荷重 : 1 5 0 g / c m <sup>2</sup>

・テーブル回転数 : 7 0 r p m

・研磨時間 : 6 3 秒及び 1 1 1 秒

尚、タンタル膜を除去した後、研磨時間 ( A ) : P E T E O S 膜を 3 0 0 相当研磨除去して研磨を終了するもの、および研磨時間 ( B ) : P E T E O S 膜を研磨により除去し、更に 3 0 秒間研磨を継続した後、研磨を終了するものの 2 つの条件で研磨を行った。

- 研磨時間 ( A ) = { 2 5 0 ( ) / タンタル膜の研磨速度 ( / 分 ) + 3 0 0 ( ) / P E T E O S 膜の研磨速度 ( / 秒 ) } × 6 0 ( 秒 ) }

30

- 研磨時間 ( B ) = { 2 5 0 ( ) / タンタル膜の研磨速度 ( / 分 ) + 5 0 0 ( ) / P E T E O S 膜の研磨速度 ( / 秒 ) } × 6 0 ( 秒 ) + 3 0 ( 秒 ) }

なお、研磨時間 ( A ) および ( B ) は、パターンなし基板での研磨速度に基づいて、パターン付き基板を研磨する場合の研磨時間を算出したものであり、それぞれの場合の結果を表 3 に示す。

## 【 0 1 3 1 】

第 2 研磨処理終了後には、研磨時間 ( A ) の場合は、P E T E O S 膜の最上面より上にある余剰の導電性バリア層がすべて除去され、P E T E O S 膜の上面が露出した状態にあるものと推定される。一方、研磨時間 ( B ) の場合は、更に P E T E O S 膜も除去され、低誘電率絶縁層が露出した状態であると推定される。

40

## 【 0 1 3 2 】

二段階研磨後のパターン付き基板の被研磨面につき、高解像度プロファイラー ( ケーエルエー・テンコール ( 株 ) ) 製、型式「 H R P 2 4 0 E T C H 」を用いて、線幅 1 0 0 μ m の銅配線部分におけるディッシング量 ( )、ならびに、銅配線幅 ( ライン ) / 絶縁層幅 ( スペース ) が 9 μ m / 1 μ m の微細配線が 1 0 0 0 μ m 連続した部分におけるエロージョン量 ( ) を測定した。

## 【 0 1 3 3 】

更に、光学顕微鏡による明視野観察にて、被研磨面の膜剥がれの有無を観察した。同時に暗視野観察にて、基板上的特定部位 ( ボンディングパッド ; 1 2 0 μ m 四方の銅埋め込み部分について、基板の直径方向に 7 5 0 個分 ) での研磨キズ ( スクラッチ ) の有無を観

50

察した。

【 0 1 3 4 】

3 . 5 . 実施例 2 乃至 1 0、比較例 1 乃至 5

実施例 1 において、第 2 研磨用水系分散体の各成分の種類および配合量を表 3 の通りとした他は、実施例 1 と同様にして、第 2 研磨用水系分散体 S 2 乃至 S 1 5 を調製した。

【 0 1 3 5 】

実施例 1 ~ 9 および比較例 1 ~ 3 で使用した第 2 研磨用水系分散体 S 1 ~ S 9、S 1 1 ~ S 1 3 については、水酸化カリウムを用いて pH 調整を行った。一方、実施例 1 0 および比較例 4、5 で使用した第 2 研磨用水系分散体 S 1 0、S 1 4、S 1 5 については、酸またはアルカリによる pH 調整は行なわなかった。

10

【 0 1 3 6 】

実施例 2 乃至 1 0 及び、比較例 1 乃至 5 では、実施例 1 と同様の研磨性能評価を行った。実施例 4 および 8 では ( F ) 界面活性剤として、アルキルエーテル型ノニオン系界面活性剤 ( 商品名「エマルゲン 1 4 7」、花王株式会社製 ) を使用した。また、比較例 3 については、研磨圧力のみを変えた以外は、実施例 1 と同様の評価を行った。その結果を表 3 に示す。

【 0 1 3 7 】

【表 3】

実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	実施例5	実施例6	実施例7	実施例8	実施例9	実施例10	比較例1		比較例2		比較例3		比較例4		比較例5		
										水系分散体	添加量	水系分散体	添加量	水系分散体	添加量	水系分散体	添加量	水系分散体	添加量	水系分散体
有機酸	マロン酸	1g	0.8g	0.5g	0.3g	0.2g	0.1g	0.05g	0.02g	0.01g	0.005g	0.002g	0.001g	0.0005g	0.0002g	0.0001g	0.00005g	0.00002g	0.00001g	0.000005g
水性高分子	キリン	0.5g	0.2g	0.1g	0.05g	0.02g	0.01g	0.005g	0.002g	0.001g	0.0005g	0.0002g	0.0001g	0.00005g	0.00002g	0.00001g	0.000005g	0.000002g	0.000001g	0.0000005g
界面活性剤	アセリル	0.5g	0.2g	0.1g	0.05g	0.02g	0.01g	0.005g	0.002g	0.001g	0.0005g	0.0002g	0.0001g	0.00005g	0.00002g	0.00001g	0.000005g	0.000002g	0.000001g	0.0000005g
砥粒	アセリル	0.5g	0.2g	0.1g	0.05g	0.02g	0.01g	0.005g	0.002g	0.001g	0.0005g	0.0002g	0.0001g	0.00005g	0.00002g	0.00001g	0.000005g	0.000002g	0.000001g	0.0000005g
酸化剤	過酸化水素	0.5g	0.2g	0.1g	0.05g	0.02g	0.01g	0.005g	0.002g	0.001g	0.0005g	0.0002g	0.0001g	0.00005g	0.00002g	0.00001g	0.000005g	0.000002g	0.000001g	0.0000005g
その他添加剤																				
pH	9.3	10.2	10.2	10.2	10.8	10.5	9.1	10.6	3.5	10.8	10.5	10.5	9.2	2.8	12.5					
研削圧力 (g/cm <sup>2</sup> )	150	150	150	150	150	150	150	150	150	150	150	150	150	150	150	150	150	150	150	150
研削速度 (A/分)	564	592	650	611	525	435	663	593	883	323	340	488	488	823	205	480	510	510	510	510
欠陥	なし	なし	なし	なし	なし	なし	なし	なし	なし	なし	なし	なし	なし	なし	なし	なし	なし	なし	なし	なし
観察	なし	なし	なし	なし	なし	なし	なし	なし	なし	なし	なし	なし	なし	なし	なし	なし	なし	なし	なし	なし
膜厚	111	107	96	100	103	126	87	120	85	159	168	113	167	131						
平坦性	83	129	85	135	96	138	82	25	146	176	142	128	215	-85						
欠陥	なし	なし	なし	なし	なし	なし	なし	なし	なし	なし	なし	なし	なし	なし	なし	なし	なし	なし	なし	なし
観察	なし	なし	なし	なし	なし	なし	なし	なし	なし	なし	なし	なし	なし	なし	なし	なし	なし	なし	なし	なし

表 3 によれば、実施例 1 ~ 10 の化学機械研磨用水系分散体を用いることにより、半導体基板に形成された絶縁層を化学機械研磨する際に、研磨速度を著しく向上することができ、被研磨面におけるスクラッチおよびディッシングの発生を防止することができ、かつ、高度な平坦性を有する被研磨面を効率良く得ることができることがわかった。

【 0 1 3 9 】

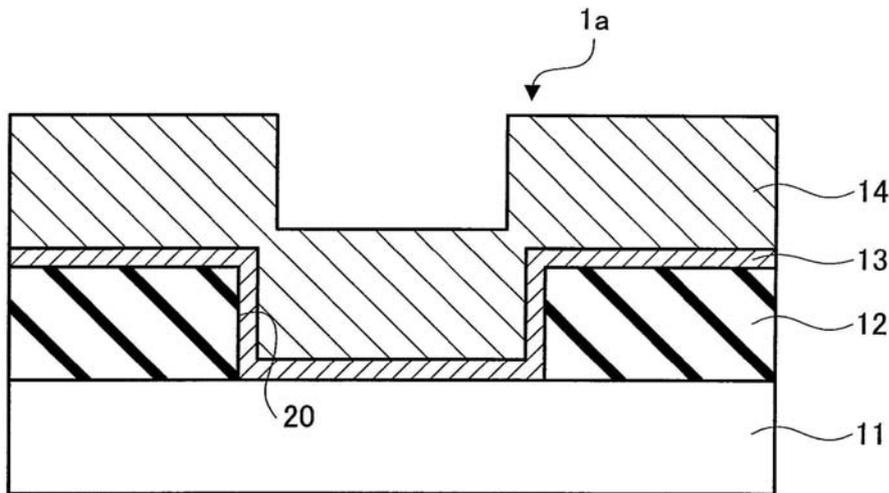
これに対して、比較例 1 ~ 4 の化学機械研磨用水系分散体を用いた場合、研磨速度を高めることができなかった。その理由としては、比較例 1、4、5 の化学機械研磨用水系分散体は、重量平均分子量が 50,000 ~ 5,000,000 の水溶性高分子を含んでおらず、比較例 2 は水溶性高分子を含んでおらず、適度な粘度を有していないことから、研磨速度が低かったと考えられる。また、水溶性高分子を含まない比較例 2 についてはスクラッチも多かった。比較例 3 は、研磨圧力の変更により研磨速度を向上させたため、スクラッチが多く、膜剥がれも発生した。比較例 4、5 は、比較例 1 の pH のみ変更したものであるが、比較例 4 では銅の研磨速度が絶縁膜に対し過剰になり、比較例 5 では、絶縁膜の研磨速度が、銅の研磨速度に対し過剰になり、比較例 1 と比べて、平坦性が損なわれていることが分かる。

10

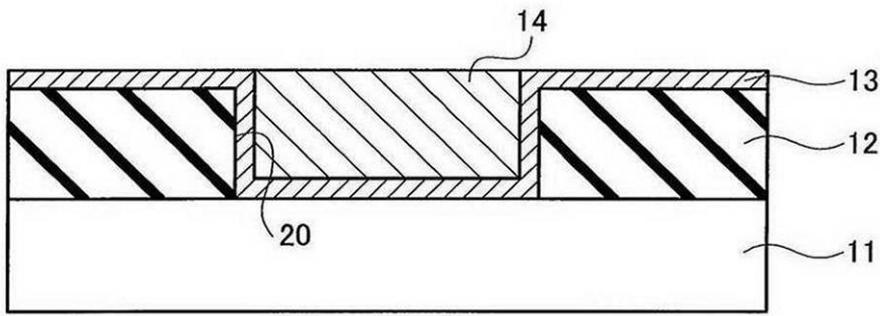
【 0 1 4 0 】

また、実施例 6 及び 7 の化学機械研磨用水系分散体では、(C) 水溶性高分子の配合量が 0.05 ~ 2 質量% の好ましい範囲にないため、研磨速度がやや低く、研磨速度が長かったことが理解できる。

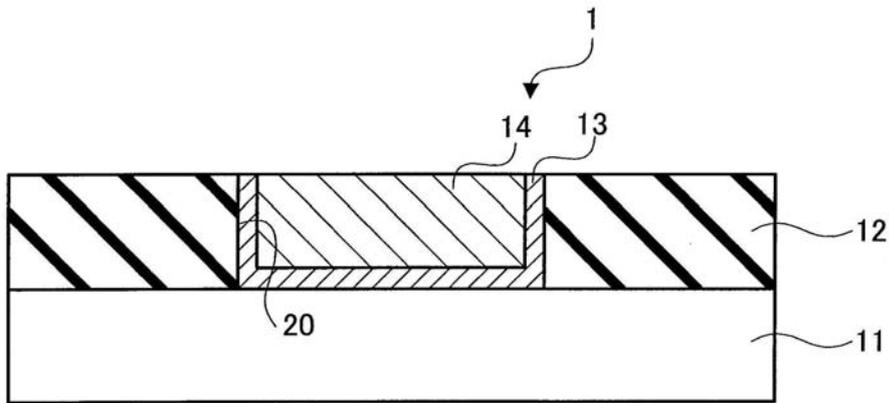
【 図 1 A 】



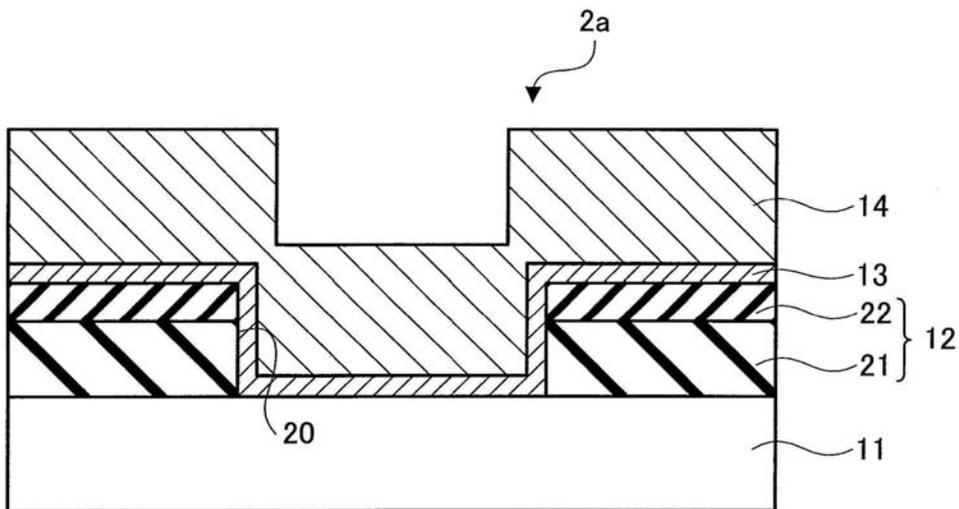
【図 1 B】



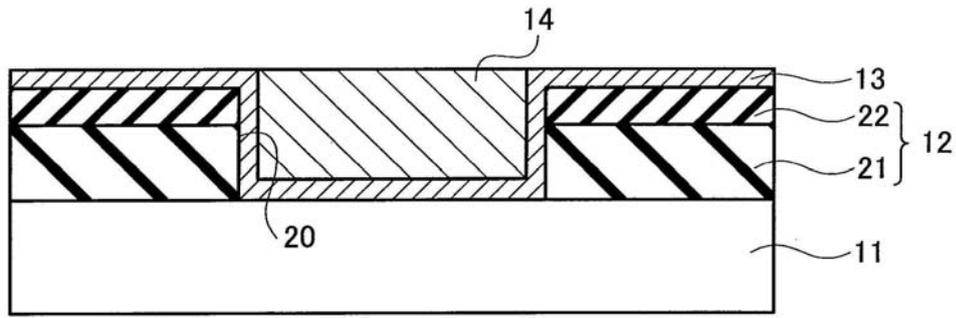
【図 1 C】



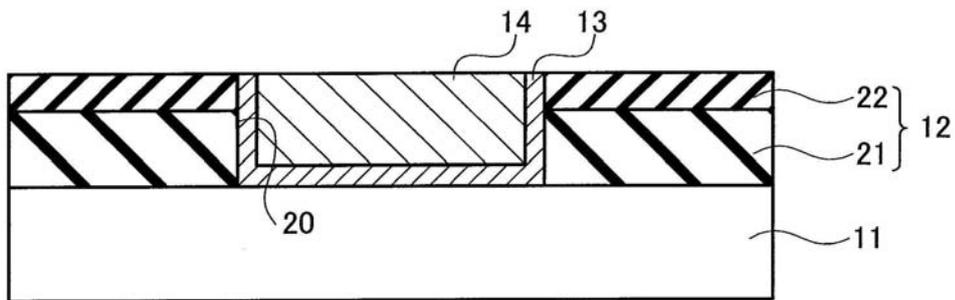
【図 2 A】



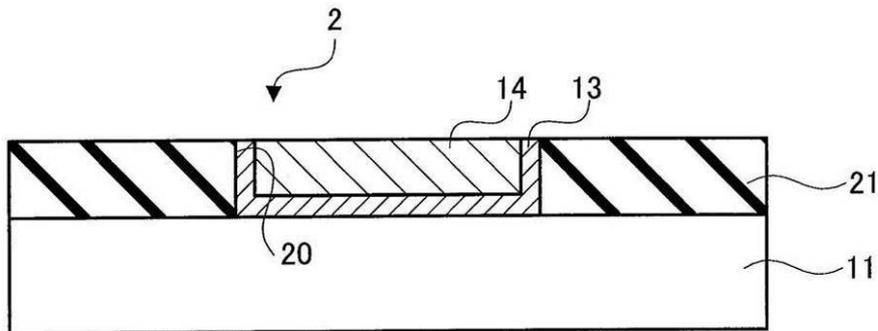
【図 2 B】



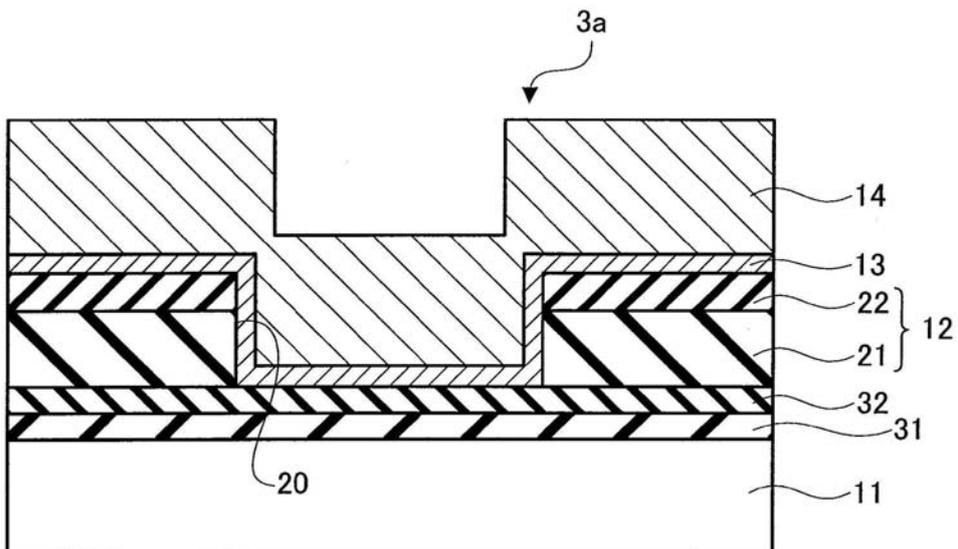
【図 2 C】



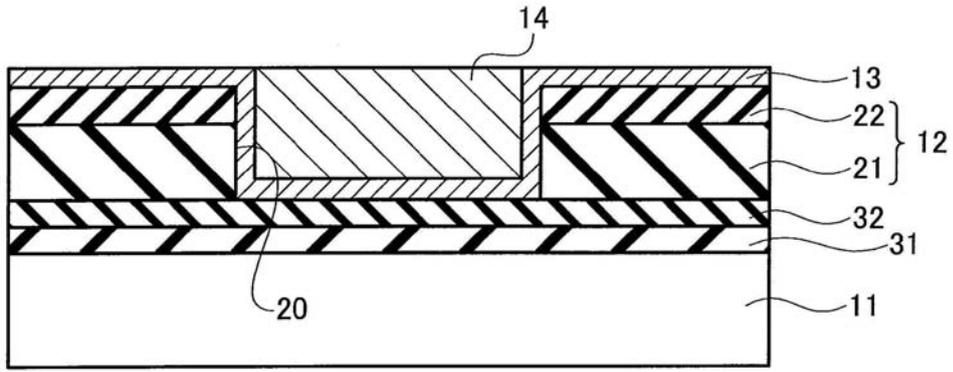
【図 2 D】



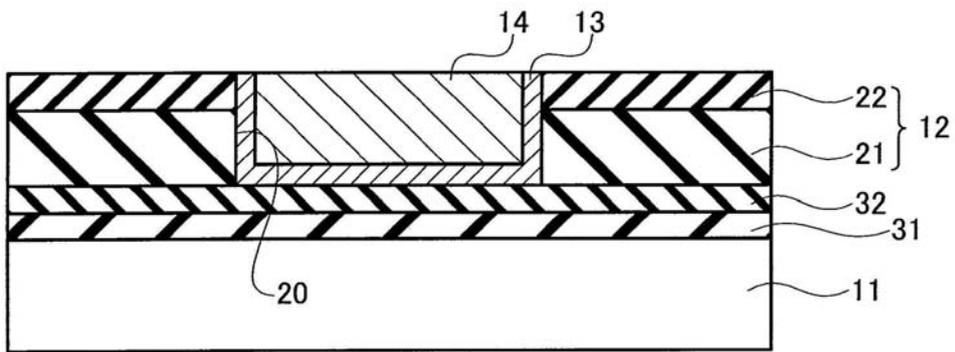
【図 3 A】



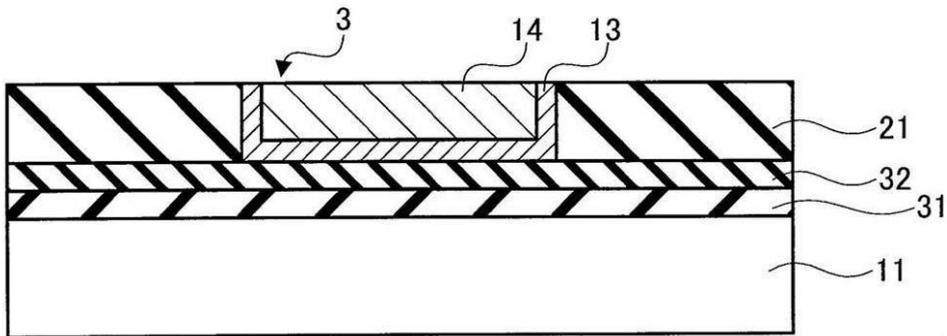
【図 3 B】



【図 3 C】



【図 3 D】



## 【 国際調査報告 】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT		International application No. PCT/JP2007/056501
<b>A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER</b> H01L21/304(2006.01)i, B24B37/00(2006.01)i, C09K3/14(2006.01)i  According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
<b>B. FIELDS SEARCHED</b> Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) H01L21/304, B24B37/00, C09K3/14  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 1996-2007 Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2007 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2007  Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)		
<b>C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT</b>		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP 2002-164308 A (NEC Corp.), 07 June, 2002 (07.06.02), Par. Nos. [0024] to [0029], [0041] to [0043], [0050] & US 2002/0095872 A1	1-2, 4-5, 10-16 3, 6-9, 17
Y	JP 2005-217360 A (Hitachi Chemical Co., Ltd.), 11 August, 2005 (11.08.05), Par. Nos. [0018], [0025], [0028]; table 1 (Family: none)	3, 6-9
Y	JP 2005-340755 A (Showa Denko Kabushiki Kaisha), 08 December, 2005 (08.12.05), Par. No. [0083] & WO 2005/047409 A1 & WO 2005/047410 A1 & JP 2005-167231 A	17
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input type="checkbox"/> 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 23 April, 2007 (23.04.07)		Date of mailing of the international search report 01 May, 2007 (01.05.07)
Name and mailing address of the ISA/ Japanese Patent Office		Authorized officer
Facsimile No.		Telephone No.

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**

International application No.

PCT/JP2007/056501

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 2005-347579 A (Kabushiki Kaisha Nippon Shokubai), 15 December, 2005 (15.12.05), Par. No. [0046] (Family: none)	17
A	WO 2001/017006 A1 (Hitachi Chemical Co., Ltd.), 08 March, 2001 (08.03.01), Full text & US 2006/0186373 A1 & EP 1223609 A1	1-17

国際調査報告		国際出願番号 PCT/JP2007/056501									
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)i, B24B37/00(2006.01)i, C09K3/14(2006.01)i											
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, B24B37/00, C09K3/14											
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 <table border="0"> <tr> <td>日本国実用新案公報</td> <td>1922-1996年</td> </tr> <tr> <td>日本国公開実用新案公報</td> <td>1971-2007年</td> </tr> <tr> <td>日本国実用新案登録公報</td> <td>1996-2007年</td> </tr> <tr> <td>日本国登録実用新案公報</td> <td>1994-2007年</td> </tr> </table>				日本国実用新案公報	1922-1996年	日本国公開実用新案公報	1971-2007年	日本国実用新案登録公報	1996-2007年	日本国登録実用新案公報	1994-2007年
日本国実用新案公報	1922-1996年										
日本国公開実用新案公報	1971-2007年										
日本国実用新案登録公報	1996-2007年										
日本国登録実用新案公報	1994-2007年										
国際調査で利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 2002-164308 A (日本電気株式会社) 2002.06.07, [0024]-[0029], [0041]-[0043], [0050] & US 2002/0095872 A1	1-2, 4-5, 10-16									
Y		3, 6-9, 17									
Y	JP 2005-217360 A (日立化成工業株式会社) 2005.08.11, [0018], [0025], [0028], 表1 (ファミリーなし)	3, 6-9									
<input checked="" type="checkbox"/> C欄の続きにも文献が列挙されている。		<input type="checkbox"/> 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 23.04.2007		国際調査報告の発送日 01.05.2007									
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) 塩澤 正和 電話番号 03-3581-1101 内線 3364	3P 3319								

国際調査報告

国際出願番号 PCT/JP2007/056501

C (続き) . 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
Y	JP 2005-340755 A (昭和電工株式会社) 2005.12.08, [0083] & WO 2005/047409 A1 & WO 2005/047410 A1 & JP 2005-167231 A	17
Y	JP 2005-347579 A (株式会社日本溶媒) 2005.12.15, [0046] (ファミリーなし)	17
A	WO 2001/017006 A1 (日立化成工業株式会社) 2001.03.08, 全文 & US 2006/0186373 A1 & EP 1223609 A1	1-17

様式PCT/ISA/210 (第2ページの続き) (2005年4月)

## フロントページの続き

(81)指定国 AP(BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), EA(AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), EP(AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MT, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, 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, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SV, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW

(72)発明者 池田 正俊

東京都中央区築地五丁目6番10号 JSR株式会社内

Fターム(参考) 3C058 AA07 CA05 CB02 CB03 CB10 DA02 DA12 DA17

(注)この公表は、国際事務局(WIPO)により国際公開された公報を基に作成したものである。なおこの公表に係る日本語特許出願(日本語実用新案登録出願)の国際公開の効果は、特許法第184条の10第1項(実用新案法第48条の13第2項)により生ずるものであり、本掲載とは関係ありません。