



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 108177094 B

(45) 授权公告日 2021.01.15

(21) 申请号 201810131892.7

(22) 申请日 2013.07.31

(65) 同一申请的已公布的文献号  
申请公布号 CN 108177094 A

(43) 申请公布日 2018.06.19

(30) 优先权数据  
61/678,661 2012.08.02 US

(62) 分案原申请数据  
201380041096.X 2013.07.31

(73) 专利权人 3M创新有限公司  
地址 美国明尼苏达州

(72) 发明人 D·K·勒胡 N·O·珊蒂 谢俊清  
K·R·布雷舍 V·W·内林

(74) 专利代理机构 中科专利商标代理有限责任  
公司 11021

代理人 牛海军

(51) Int.Cl.  
B24D 3/14 (2006.01)  
B24D 18/00 (2006.01)  
B24D 3/34 (2006.01)  
B24B 37/24 (2012.01)

审查员 罗玲

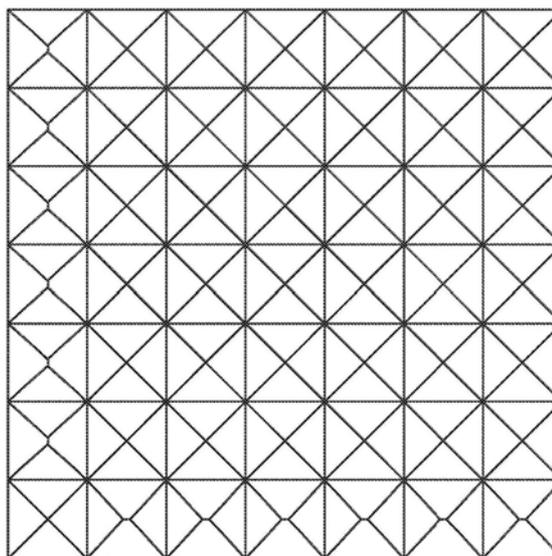
权利要求书2页 说明书19页 附图5页

(54) 发明名称

具有精确成形特征部的研磨元件前体及其  
制造方法

(57) 摘要

本发明涉及具有精确成形特征部的研磨元  
件前体及其制造方法。具体地,本发明提供了一  
种研磨元件前体,该研磨元件前体包括生坯陶瓷  
元件,生坯陶瓷元件具有第一主表面、第二主表  
面、多个无机粒子和粘结剂。至少第一主表面包  
括多个精确成形特征部。多个无机粒子是按重量  
计至少约99%的碳化物陶瓷。



1. 一种研磨元件前体,包括:  
生坯陶瓷元件,所述生坯陶瓷元件具有第一主表面和第二主表面;  
多个无机粒子;  
粘合剂;和  
碳源;  
其中所述多个无机粒子、粘合剂和碳源形成干燥的陶瓷粘合剂粉末形式的混合物;  
其中至少所述第一主表面包括多个精确成形特征部;并且  
其中所述多个无机粒子是按重量计至少约99%的碳化物陶瓷。
2. 根据权利要求1所述的研磨元件前体,其中所述无机粒子选自碳化硅、碳化硼、碳化锆、碳化钛、碳化钨或者它们的组合。
3. 根据权利要求1所述的研磨元件前体,其中所述无机粒子包括按重量计至少约90%的碳化硅。
4. 根据权利要求1所述的研磨元件前体,其中多个精确成形特征部中的至少一些具有沿着至少一个基部边缘的约1微米至约2,000微米的长度,以及约1个特征部/平方毫米至约1,000个特征部/平方毫米的面密度。
5. 根据权利要求1所述的研磨元件前体,其中所述粘合剂是具有小于约0°C的T<sub>g</sub>的热塑性塑料。
6. 根据权利要求1所述的研磨元件前体,其中所述生坯陶瓷元件基本上不含氧化物烧结助剂。
7. 一种制备研磨元件前体的方法,包括:  
提供具有多个精确成形腔体的模具;  
提供包括多个无机粒子、粘合剂和碳源的混合物,其中该混合物为干燥的陶瓷粘合剂粉末形式,并且其中所述多个无机粒子是按重量计至少约99%的碳化物陶瓷;以及  
形成具有第一主表面和第二主表面的生坯陶瓷元件,其中至少所述第一主表面包括多个精确成形特征部,并且其中所述生坯陶瓷元件包括含有多个无机粒子、粘合剂和碳源的混合物,其中混合物为干燥的陶瓷粘合剂粉末形式,并且其中所述多个无机粒子是按重量计至少约99%的碳化物陶瓷,并且其中形成所述生坯陶瓷元件还包括用所述混合物填充所述腔体的大部分。
8. 根据权利要求7所述的方法,其中使用陶瓷干压形成所述生坯陶瓷元件。
9. 根据权利要求7所述的方法,其中形成所述生坯陶瓷元件还包括:  
提供模腔;  
将所述模具放置在所述模腔中,使得所述模具的精确成形腔体的大部分被所述混合物填充;以及  
向所述混合物施加压力,以将所述混合物压实在所述精确成形腔体中。
10. 一种形成研磨元件的方法,包括:  
提供具有多个精确成形腔体的模具;  
提供包括多个无机粒子、粘合剂和碳源的混合物,其中所述多个无机粒子是按重量计至少约99%的碳化物陶瓷,并且其中所述碳源以基于所述混合物的总重量2%至7%重量之间的量存在于所述混合物中;

形成具有第一主表面和第二主表面的生坯陶瓷元件,其中至少所述第一主表面包括多个精确成形特征部,其中所述生坯陶瓷元件包括含有多个无机粒子、粘合剂和碳源的混合物,其中混合物为干燥的陶瓷粘合剂粉末形式,并且其中所述多个无机粒子是按重量计至少约99%的碳化物陶瓷,并且其中形成所述生坯陶瓷元件还包括用所述混合物填充所述腔体的大部分;

从所述模具取出所述生坯陶瓷元件;以及

加热所述生坯陶瓷元件,以致使烧结所述无机粒子。

11. 根据权利要求10所述的方法,还包括在烧结所述无机粒子之后涂覆所述多个精确成形特征部。

12. 根据权利要求11所述的方法,其中涂覆所述多个精确成形特征部的涂层选自金刚石、类金刚石碳、类金刚石玻璃、碳化硅、氮化硅、碳化钨、氮化钛、立方晶型氮化硼、防腐蚀涂层、表面改性涂层、疏水性或亲水性涂层、聚合物涂层、含氟化合物涂层、粒子涂层以及它们的组合中的一者。

13. 根据权利要求11所述的方法,其中涂覆所述多个精确成形特征部的涂层选自掺杂的金刚石、类金刚石碳、类金刚石玻璃、碳化硅、氮化硅、碳化钨、氮化钛、立方晶型氮化硼、防腐蚀涂层、表面改性涂层、疏水性或亲水性涂层、聚合物涂层、含氟化合物涂层、粒子涂层、多晶金刚石、微晶金刚石、纳米晶金刚石以及它们的组合中的一者。

14. 根据权利要求10所述的方法,其中所述研磨元件具有小于约5%的孔隙率和小于约5微米的晶粒尺寸。

## 具有精确成形特征部的研磨元件前体及其制造方法

[0001] 本申请是PCT国际申请日为2013年7月31日, PCT国际申请号为PCT/US2013/052817、国家申请号为201380041096.X并且发明名称为“具有精确成形特征部的研磨元件前体及其制造方法”的申请的分案申请。

### 技术领域

[0002] 本发明总体上涉及研磨制品。具体地, 本发明包括研磨元件前体, 该研磨元件前体包括按重量计至少99%的碳化物陶瓷。

### 背景技术

[0003] 半导体和微芯片行业依赖装置制造期间的多种化学-机械平面化(CMP)工艺。在制造集成电路的过程中, 这些CMP工艺被用于平面化晶片的表面。通常, 他们使用研磨浆液和抛光垫。在CMP工艺期间, 从晶片和抛光垫去除材料, 并且形成副产品。所有这些都累积在抛光垫表面上, 使其表面变光滑并降低其性能, 减少其寿命并且增加晶片的缺陷。为了解决这些问题, 垫修整器被设计用于通过去除不期望的废物积累并且在抛光垫表面上重新产生粗糙的研磨机制再生抛光垫性能。

[0004] 大多可商购获得的垫修整器具有粘合至基质的工业金刚石研磨。典型的基质材料包括包括镍铬、硬钎焊金属、电镀材料和CVD金刚石膜。由于金刚石的尺寸和形状分布不规则并且它们的取向是随机的, 所以已发明各种专有的工艺来精确地对金刚石进行分选、取向或图案化并且控制它们的高度。然而, 在给定金刚石粗粒的自然变型的情况下, 通常仅2%~4%的金刚石实际研磨CMP垫(“加工金刚石”)。控制切削刀头和研磨边缘的分布在制造上是一个挑战, 并且引起垫修整器性能的变化。

[0005] 此外, 当前的基质和粘合方法也可限制可嵌入的金刚石的尺寸。例如, 如果不将小于约45微米的小金刚石埋进基质内, 那么可难以粘合。

[0006] 金属CMP的酸性混悬液也会给传统垫修整器带来挑战。酸性混悬液可以与金属粘合基质进行化学反应, 从而减弱基质和磨粒之间的粘合。这可能导致金刚石粒子从修整器表面脱离, 从而导致晶片缺陷率高并且有可能在晶片上形成刮痕。金属基质的溶蚀也可导致晶片的金属离子污染。

### 发明内容

[0007] 在一个实施例中, 本发明是一种研磨元件前体, 包括生坯陶瓷元件, 生坯陶瓷元件具有第一主表面、第二主表面、多个无机粒子和粘结剂。至少第一主表面包括多个精确成形特征部。多个无机粒子是按重量计至少约99%的碳化物陶瓷。

[0008] 在另一个实施例中, 本发明是一种制备研磨元件前体的方法。所述方法包括: 提供具有多个精确成形腔体的模具; 提供包括多个无机粒子和粘结剂的混合物, 其中所述多个无机粒子是按重量计至少约99%的碳化物陶瓷; 形成具有第一主表面和第二主表面的生坯陶瓷元件。至少所述第一主表面包括多个精确成形特征部, 并且其中所述生坯陶瓷元件包

括多个无机粒子和粘结剂。所述多个无机粒子是按重量计至少约99%的碳化物陶瓷,并且其中形成所述生坯陶瓷元件还包括用所述混合物填充所述腔体的大部分。

[0009] 在另一个实施例中,本发明是一种形成研磨元件的方法。所述方法包括:提供具有多个精确成形腔体的模具;提供包括多个无机粒子和粘结剂的混合物,其中所述多个无机粒子是按重量计至少约99%的碳化物陶瓷;形成具有第一主表面和第二主表面的生坯陶瓷元件,其中至少所述第一主表面包括多个精确成形特征部,其中所述生坯陶瓷元件包括多个无机粒子和粘结剂,其中所述多个无机粒子是按重量计至少约99%的碳化物陶瓷,并且其中形成所述生坯陶瓷元件还包括用所述混合物填充所述腔体的大部分;从所述模具取出所述生坯陶瓷元件;加热所述生坯陶瓷元件,以致使烧结所述无机粒子。

## 附图说明

[0010] 图1a是具有布置成一些实例中使用的网格图案的锥体精确成形特征部的正母模的顶视图。

[0011] 图1b是具有布置成网格图案的锥体精确成形特征部的图1a的正母模的剖视图。

[0012] 图2是包括布置成星形图案的本发明的研磨元件的研磨制品的顶视图。

[0013] 图3a和图3b示出实例12和比较例13的整体共面性。

[0014] 图4a是具有布置成实例15中使用的网格图案的锥体精确成形特征部的正母模的顶视图。

[0015] 图4b是具有布置成网格图案的锥体精确成形特征部的图4a的正母模的剖视图。

[0016] 图5a是具有布置成实例16中使用的网格图案的锥体精确成形特征部的正母模的顶视图。

[0017] 图5b是具有布置成网格图案的锥体精确成形特征部的图5a的正母模的剖视图。

[0018] 图6是包括布置成双星图案的本发明的研磨元件的研磨制品的顶视图。

[0019] 这些图不是按比例绘制,并且只是旨在为了进行示意性的说明。

## 具体实施方式

[0020] 本发明的精确成形研磨元件由约99%的碳化物陶瓷形成,孔隙率小于约5%并且包括多个精确成形特征部。多个精确成形特征部是单一的,而不是研磨复合物。与侵蚀而使嵌入磨粒释放的复合物不同,在不损耗嵌入磨粒的情况下整体发挥作用,因而降低刮伤的机会。组装了本发明的研磨元件的研磨制品具有一致且可再现的性能,精确地将研磨工作顶端对着工件表面对准、寿命长、特征部完整性良好(包括重复性好、低侵蚀和抗断裂)、低金属离子污染、可靠性、通过针对制造的设计实现一致且性价比高的制造,并且能够受到调控以适应各种抛光垫构造。在一个实施例中,研磨制品是垫修整器。

### [0021] 研磨元件

[0022] 本发明的精确结构化研磨元件包括第一主表面、第二主表面和在至少一个主表面上的多个精确成形特征部。研磨元件由碳化物形成并且是按重量计约99%的碳化物陶瓷。在一个实施例中,碳化物陶瓷是碳化硅、碳化硼、碳化锆、碳化钛、碳化钨或其组合。在一些实施例中,按重量计99%的碳化物陶瓷基本为碳化硅。具体地,碳化物陶瓷为按重量计至少约90%的碳化硅。在未使用碳化物形成物的情况下制造研磨元件,所述研磨元件基本上不

含氧化物烧结助剂。在一个实施例中,研磨元件包括少于约1%的氧化物烧结助剂。研磨元件也基本上不含硅,具体地包括少于约1%的元素性硅。

[0023] 已令人惊奇地发现,基本上碳化物陶瓷可以被模制为具有优异的特征部完整性。当烧结这些组合物时,它们产生孔隙率小于约5%的稳固且耐用的研磨元件。具体地,研磨元件的孔隙率小于约3%,更具体地小于约1%。研磨元件的平均晶粒尺寸也可小于约20微米,具体地讲小于约10微米,更具体地小于约5微米,甚至更具体地小于约3微米。在实现稳固且耐用的重复性特征部中,这种低孔隙率和小晶粒尺寸是重要的,这进而导致良好寿命和磨损率低的研磨元件。

[0024] 在陶瓷烧结中,通常得到低孔隙率的代价是晶粒尺寸生长。令人惊奇的是,尽管高烧温度,但可以通过基本上这些碳化物组合物得到低孔隙率和小晶粒尺寸。当将与所添加的可由于形成结构化生坯而导致的不理想压实的挑战组合时,同样令人惊奇的是,通过这些组合物可以将它们模制为具有高特征部保真性。

[0025] 研磨元件包括精确成形的研磨特征部,或者包括朝向工件突出的研磨元件内的突出部。研磨特征部可以具有任何一种或多种形状(多边形或非多边形)并且可以具有相同或变化的高度。另外,研磨特征部可以具有相同的基部尺寸或变化的基部尺寸。研磨特征部可以按规则或不规则阵列间隔并且可以被制成包含单位单元图案。

[0026] 研磨元件包括研磨特征部,其长度在约1微米至约2000微米之间,具体地讲在约5微米至约700微米之间,更具体地在约10微米至约300微米之间。在一个实施例中,研磨元件的特征部密度在约1个特征部/平方毫米至约1000个特征部/平方毫米之间,具体地讲在约10个特征部/平方毫米至约300个特征部/平方毫米之间。

[0027] 在一个实施例中,研磨元件包括周边区或者在研磨元件周围的其中没有研磨特征部的区域。

[0028] 可以涂覆研磨元件,以实现另外的耐磨损和耐用性,降低摩擦系数,防止腐蚀,以及改变表面属性。可用的涂层包括(例如)化学气相沉积(CVD)和或物理气相沉积(PVD)金刚石,掺杂的金刚石、碳化硅、立方氮化硼(CBN)、含氟化合物涂层、疏水性或亲水性涂层、表面改性涂层、抗腐蚀涂层、类金刚石碳(DLC)、类金刚石玻璃(DLG)、碳化钨、氮化硅、氮化钛、粒子涂层、多晶金刚石、微晶金刚石、纳米晶金刚石等。在一个实施例中,涂层也可以是复合物材料,诸如(例如)细小金刚石粒子和气相沉积金刚石基质的复合物。在一个实施例中,这些涂层为共形的,使得在涂层表面下能够看到精确的表面特征部。可以通过本领域中已知的任何合适方法沉积涂层,包括化学或物理气相沉积、喷涂、浸渍和辊涂。

[0029] 在一个实施例中,研磨元件可以被涂覆有非氧化物涂层。当使用CVD金刚石涂层时,使用碳化硅陶瓷的附加有益效果在于碳化硅和CVD金刚石膜之间的热膨胀系数能很好地匹配。因此,这些金刚石涂覆的研磨另外地具有优秀的金刚石膜粘附性和耐用性。

[0030] 在一个实施例中,研磨元件由被模制的生坯制成。在这种情况下,可以将研磨元件当作被模制的研磨元件。精确的结构化研磨是被压入模具并被烧结的陶瓷。可以将模具本身用于制造精确结构化的研磨元件。精确结构化的研磨元件具有最大的特征部高度均匀度。特征部高度均匀度指所选择特征部相对于特征部基部的高度的均匀度。非均匀度是所选择特征部的平均高度与所选择特征部高度之差的绝对值的平均值。所选择特征部是具有最大公共设计高度 $D_0$ 的特征部集合。本发明的精确成形研磨元件具有小于约20%的特征部

高度的非均匀度。在一个实施例中,研磨元件的非均匀度小于约10%的特征部高度,具体地讲小于约5%的特征部高度,更具体地小于约2%的特征部高度。

[0031] 当模制研磨元件时,它是其结构由模制工艺所赋予的精确结构化研磨元件的子集。例如,形状可以与模具腔体反向,使得已从模具中取出研磨元件生坯之后保持该形状。可以使用各种陶瓷成形工艺,包括(但不限于):注塑、压铸、模压、热压、压印、转印模制、凝胶浇注等。在一个实施例中,在室温下使用模压工艺,接着进行烧结。通常,接近室温的陶瓷模压被称为陶瓷干压。通常,陶瓷干压与陶瓷注塑的不同之处在于,其在较低的温度下完成,所使用的粘合剂的量少很多,使用模压,并且适合用作粘合剂的材料不必限于热塑性的。

#### [0032] 研磨制品

[0033] 本发明的精确加工研磨制品总体包括至少一个研磨元件、紧固元件和弹性元件。在一个实施例中,精确加工研磨制品包括多个研磨元件。紧固元件是用于将一种或多种材料粘附在一起的材料。合适的紧固元件的例子可以包括(但不限于):两份环氧树脂、压敏粘合剂、结构粘合剂、热熔性粘合剂、B-stageable粘合剂、机械紧固件和机械锁定装置。

[0034] 弹性元件用于独立悬挂单个研磨元件或者整体性地悬挂多个结构化研磨元件。弹性元件是刚性小于精确结构化研磨元件和/或载体并且可压缩性大于精确结构化研磨元件和/或载体的材料。弹性元件在压缩的情况下弹性变形并且可以通过紧固元件将其锁定在压缩位置,或者在使用过程中允许弹性变形。弹性元件可以是分段的、连续的、不连续的或万向的。合适的弹性元件的例子包括(但不限于):机械弹簧样装置、柔性垫圈、泡沫、聚合物或凝胶。弹性元件也可以具有紧固特征,诸如,具有粘合剂背衬的泡沫。在一个实施例中,弹性元件也可以用作紧固元件。

[0035] 与金刚石高度可变的金刚石粗粒垫修整器不同,研磨元件的研磨特征部可以与基准平面对准。基准平面是通过研磨元件或研磨制品的所选择特征部的最大值的理论平面。特征最大值也被称为一个或多个特征部顶端。所选择特征部是具有最大共同设计高度 $D_0$ 的工作特征部的集合。对于成轮廓表面而言,限定基准平面的特征部是高度最高的三个特征部。

[0036] 对准工艺对于可再生产地形成限定的承载区域或呈现给工件或抛光垫来说是重要的。与和位于载体下最平坦的表面(即,非金刚石顶端)对准的金刚石粗粒修整器不同,精确结构化研磨元件使用与最大特征部接触的平坦表面(即,“对准板”)最好地对准。对准板的平坦表面优选地具有每4英寸(10.2cm)长度至少约 $\pm 2.5$ 微米的公差或者甚至更低,即甚至更平坦。在该装配工艺中使用弹性元件和紧固元件,以在载体基底上彼此相对地精确对准元件。

[0037] 研磨制品也可以包括一个或多个清洁元件,清洁元件可以是连续的或者不连续的。清洁元件具有提供清洁工件表面的功能。清洁元件可以包含刷子或被设计用于扫除碎屑的其它材料,或者可以是提供用于从表面去除浆液或尘屑的通道或凸起区域。

[0038] 磨料元件可以对准和安装在精确平坦载体上。合适载体材料的例子包括(但不限于):金属(例如,不锈钢)、陶瓷、聚合物(例如,聚碳酸酯)、金属陶瓷、硅和复合物。研磨元件和载体也可以具有被成轮廓的圆形或非圆形周边,或者拥有杯形或圆环形等形状。在这种情况下,研磨元件对准,使得特征部顶端的共面性最大。非共面性是与通过顶端集合的理想

基准平面的所选择顶端集合的距离值的绝对值的平均值。非共面性被描述为相对于所选择特征部高度 $D_0$ 的百分比。

[0039] 本发明的研磨元件和制品具有精确加工表面,导致可再现且可预测的表面形貌,如通过低缺陷率和接合工件的特征部的数量所测量的。当存在多个特征部高度时,主工作特征部是基本等高的最高特征部。第二工作特征部和第三工作特征部是高度从主工作特征部起的第一偏移量和第二偏移量,使得第二特征部的偏移比第三特征部的偏移小。该定义对其它特征部高度同样有效。

[0040] 所得的研磨元件和制品能精确复制特征部,缺陷低,并且主特征部的均匀性和平面性好。当例如精确成形的研磨特征部表面内存在意想不到的凹陷、气隙或气泡时,出现缺陷,并且通常从一个精确成形的研磨特征部向着下一个精确定形的研磨特征部,位置和/或尺寸发生变化。通过看研磨制品内的许多精确成形特征部的整体形状和图案,当与阵列中单个精确成形特征部比较时,缺陷在显微镜下是容易分辨的。在一些实施例中,精确成形研磨元件缺陷导致缺失精确成形研磨特征部的顶点。在一个实施例中,研磨元件或制品缺陷特征部的百分比小于约30%,具体地讲小于约15%并且具体地讲小于约2%。

[0041] 研磨制品的每个研磨元件在处理或与所涂覆材料失去热匹配时,还具有低的或受控的卷曲或翘曲,导致元件平面性好。“元件平面性”指精确结构化研磨元件内所选择的特征部顶端相对于基准平面的平面性。元件的平面性部分是由模具设计、模制工具的保真性以及模制和烧结工艺的均匀度(例如,不同的收缩和翘曲)等所确定的。对于单个元件,平面性指一组特征部顶端相对于基准平面的距离的变化。用于计算平面性的一组顶端包括具有公共最大设计高度 $D_0$ 的所有特征部的顶端。基准平面被限定为具有最佳线性回归拟合所有所选择的高度为 $D_0$ 的特征部顶端的平面。非平面性是所选择的顶端与基准平面距离绝对值的平均值。可以通过以下方式测量平面性:通过与图像分析软件(例如,MOUNTAINSMAP V5.0 图像分析软件(法国贝桑松的数字冲浪(Digital Surf, Besançon, France)))结合的碳纸压印测试或标准形貌工具(包括激光轮廓术、共焦成像和共焦扫描显微镜)测量。元件形貌也通过偏差、尖峰值等来表征。本发明精确成形研磨元件具有小于约20%的特征部高度的非平面性。在一个实施例中,研磨元件的非平面性小于约10%的特征部高度,具体地讲小于约5%的特征部高度,更具体地小于约2%的特征部高度。

[0042] 研磨制品也与精确成形研磨元件准确对准,使得具有基本的共面性。对于多个元件,共面性指一组特征部顶端相对于基准平面与多个元件的距离的变化性。该基准平面被限定为具有最佳线性回归拟合了所有所选择的最大高度为 $D_0$ 的特征部顶端的平面。非共面性是所选择顶端与基准平面距离的绝对值的平均值。当单独的研磨元件未对准时,导致非共面性。例如通过碳压印测试,通过不均匀的压力分布可以看到非共面性。对于碳压印测试上具有平均分布的多个研磨元件,可以通过标准的形貌工具进一步量化共面性的程度,包括激光轮廓术、共焦成像和共焦扫描显微镜。可以将图像软件(例如,MOUNTAINSMAP)与多种形貌图谱组合成用于分析的组合形貌图谱。公共最大设计特征部高度为 $D_0$ 的所有研磨元件上的特征部的集合组具有小于约20%的特征部高度的非共面性。在一个实施例中,研磨元件的非共面性小于约10%的特征部高度,具体地讲小于约5%的特征部高度,更具体地小于约2%的特征部高度。

[0043] 可以通过机械加工、显微机械加工、微复制、模制、挤出、注塑、陶瓷挤压等形成本

发明的研磨元件,使得制造出精确成形结构并且可以在部件间和部件内重复生产,从而反映复制设计的能力。在一个实施例中,使用陶瓷模压工艺。具体地,陶瓷模压工艺是陶瓷干压处理。

[0044] 在一个实施例中,用多个精确成形的、加工整料制成包括一个或多个研磨元件的研磨制品,所述整料被设计为具有良好的特征部完整性,相对不易蚀,并且抗断裂。整料具有连续的结构和精确成形形貌,其中,研磨特征部和研磨元件的研磨特征部之间的区域是连续的并且在无居间基质的情况下由主要研磨材料构成,诸如,在结构化研磨组合物中存在的那些。形貌是预先确定的并且由可以采用诸如机械加工或微机械加工、水喷切割、注塑、挤出、微复制或陶瓷模压的方法形成的材料复制。

#### [0045] 生坯及方法

[0046] 可以烧结模制的陶瓷生坯,以实现高密度、高刚度、高断裂韧度以及良好的特征部保真性。如本领域的技术人员通常所指出的,生坯是未烧结的、压实的陶瓷元件。生坯包括第一主表面、第二主表面和多个精确成形特征部。

[0047] 生坯包括多个无机粒子和粘合剂,其中,多个无机粒子为按重量计至少约99%的碳化物陶瓷。在一个实施例中,无机粒子是陶瓷粒子并且可以是碳化硅、碳化硼、碳化锆、碳化钨或它们的组合。

[0048] 生坯的粘合剂可以是热塑性粘合剂。合适粘合剂的例子包括(但不限于)热塑性聚合物。在一个实施例中,粘合剂是热塑性粘合剂,其 $T_g$ 小于约25°C,并且具体地讲小于约0°C。在一个实施例中,粘合剂是聚丙烯酸酯粘合剂。

[0049] 生坯还包括碳源。合适碳源的例子包括(但不限于):酚醛树脂、纤维素化合物、糖、石墨、炭黑以及它们的组合。在一个实施例中,生坯包含按重量计约0%至约10%的碳源并且特别地按重量计在约2%至约7%之间的碳源。生坯组合物中的碳化合物导致烧结之后具有较低的孔隙率。生坯还可包括另外的功能性材料,诸如,剥离剂或润滑剂。在一个实施例中,生坯包括按重量计约0%至10%之间的润滑剂。

[0050] 如之前所讨论地,通过陶瓷成形工艺制作模制的生坯。可以烧结生坯,以形成以基本整体制造的研磨元件。应当理解,预烧结的生坯包含诸如碳的易挥发的元素,其在最终烧结制品中基本不存在。(因此,在最终烧结的制品中碳化物相为99%,但在生坯内为较低的组成。)

[0051] 生坯是研磨元件前体,并且通过首先混合多个无机粒子、粘合剂和碳源以形成混合物而制成。在一个实施例中,通过喷雾干燥方法形成混合物的凝聚物。

[0052] 在一个实施例中,通过诸如陶瓷干压的模压操作形成生坯。将混合物喷雾干燥的凝聚物填充至模具腔体中。可以任选地筛选凝聚物,以提供特定尺寸的凝聚物。例如,可以筛选凝聚物,以提供尺寸小于约45微米的凝聚物。

[0053] 将具有多个精确成形腔体的模具放置在模具腔体中,使得模具的精确成形腔体的主要部分被填充混合物。模具可以由金属、陶瓷、金属陶瓷、复合物或聚合物材料形成。在一个实施例中,模具是诸如聚丙烯的聚合物材料。在另一个实施例中,模具是镍。接着将压力施加至混合物,以将混合物压实在精确成形腔体中,以形成具有第一主表面和第二主表面的生坯陶瓷元件。可以在环境温度或在升高的温度下施加该压力。还可以使用多于一个施压步骤。

[0054] 模具(或者生产工具)在其表面上具有至少一种指定形状的预定阵列,其与研磨元件的精确成形特征部的预定阵列和指定形状(一种或多种)反向。如上所述,可以由例如镍的金属制备模具,尽管也可以使用塑料工具。可以通过雕刻、微机械加工或诸如金刚石车削的其它机械方式,或者通过电铸来制造由金属制成的模具。优选的方法是电铸。

[0055] 除了以上技术外,可以通过制备正母模形成模具,正母模具有预定的阵列和研磨元件的指定形状的精确成形特征部。接着,制造其表面形貌与正母模反向的模具。可以直接通过机械加工技术制成正母模,诸如,美国专利5,152,917 (Pieper等人)和6,076,248 (Hoopman等人)所公开的金刚石车削,这些专利的公开内容以引用方式并入本文。这些技术进一步描述于美国专利6,021,559 (Smith),该专利的公开内容以引用方式并入本文。

[0056] 包括例如热塑性塑料的模具可以通过复制金属母模工具制成。可以任选地与金属母模一起加热热塑性片材料,使得通过将两个表面压在一起在热塑性材料压印有金属母模呈现的表面图案。还可以将热塑性塑料材料挤出或浇注到金属母模上然后按压。生产工具和金属母模的其它合适方法在美国专利5,435,816 (Spurgeon等人)中有所讨论,其以引用方式并入本文。

[0057] 为了形成精确加工研磨元件,从模具中取出生坯陶瓷元件并进行加热,以致使烧结无机粒子。在一个实施例中,在约300°C和约900°C之间的温度范围内,在缺氧的气氛中,在粘合剂和碳源热裂解步骤期间加热生坯陶瓷元件。在一个实施例中,在约1900°C至约2300°C之间在缺氧气氛下,烧结生坯陶瓷元件,以形成研磨元件。

[0058] 在清洁之后,任选地涂覆研磨元件。

#### [0059] 组件

[0060] 通过首先放置与对准板接触的第一研磨元件和第二研磨元件的第一主表面来组装精确加工研磨制品。接着,使弹性元件的第一主表面与研磨元件的第二主表面接触。接着,通过紧固元件将弹性元件的第二主表面附连于载体。接着,在压力作用下将组件粘合在一起。当组装时,由工件顶端限定的平面相对于载体的背平面基本为平面的。在一个实施例中,研磨制品是单面垫修整器,其中,精确成形特征部位于一个表面上。然而,也可以组装垫修整器,使得其为双面的,其中,两个面呈现精确结构化特征部。

#### [0061] 用途

[0062] 可以在常规化学-机械平面化(CMP)工艺中使用本发明的具有精确结构化研磨元件的垫修整器。在此常规CMP工艺中可以抛光或平面化各种材料,包括(但不限于):铜、铜合金、铝、钽、氮化钽、钨、钛、氮化钛、镍、镍铁合金、硅化镍、锆、硅、氮化硅、碳化硅、二氧化硅、硅的氧化物、二氧化钪、介电常数低的材料以及它们的组合。可以将垫修整器构造成在此CMP工艺中安装到常规CMP工具上并且在常规运行条件下运行。在一个实施例中,CMP工艺在以下状态下运行:在约20RPM至约150RPM之间的旋转速度范围内,在所施加的负载为约11b至约901b之间的范围内,并且以每分钟约1次扫描至约25次扫描之间的速率在整个垫上进行来回扫描,利用常规扫描分布(诸如,正弦扫描或线性扫描)。

#### [0063] 实例

[0064] 本发明在以下实例中有更具体的描述,所述实例仅为说明性的,因为本发明范围内的许多修改形式和变化对本领域的技术人员将显而易见。除非另外指明,下述实例中记述的所有份数、百分比和比率均以重量计。

[0065] 测试方法

[0066] 特征部缺陷测试方法

[0067] 在63X总放大倍数的立体显微镜(得自宾西法尼亚州中心谷的奥林巴斯美国公司的型号为SZ60(Model SZ60from Olympus America Inc.,Center Valley,Pennsylvania))下检测具有精确成形研磨特征部的研磨制品。将缺陷定义为缺失、拥有意想不到的凹陷、气隙、气泡的特征部或者拥有火山口状或截顶的顶端而不是尖的并且充分形成的顶端的特征部。将有缺陷特征部的百分比定义为将研磨元件上具有主要缺陷的特征部的数量除以研磨元件上特征部的总数,乘以100。

[0068] 元件平面性的测试方法

[0069] 使用与MOUNTAINSMAP V5.0图像分析软件(法国贝桑松的数字冲浪(Digital Surf, Besançon, France))结合的激光轮廓术和莱卡DCM 3D共焦显微镜来测量具有精确成形特征部的个体研磨元件的非平面性。将Micro-Epsilon OptoNCDT1700激光轮廓曲线仪(北卡罗莱纳州罗利市(Raleigh, North Carolina))安装至B&H机械公司(威斯康星州罗伯茨)(B&H Machine Company, Inc. (Roberts, Wisconsin))提供的X-Y测试台。调节轮廓曲线仪的扫描速率和增量,以提供足够的分辨率,以准确定位特征部顶端,因而取决于精确成形特征部的类型、尺寸和图案化。对于研磨元件,选择一组特征部,所有特征部具有相同最大设计特征部高度 $D_0$ ,测量它们相对于基部平面的高度。将基准平面定义为具有最佳线性回归拟合了所有高度为 $D_0$ 的所选择特征部顶端的平面。非平面性是所选择顶端与基准平面的距离的绝对值的平均值。非平面性被表达为相对于所选择特征部的高度 $D_0$ 的百分比。

[0070] 研磨制品共面性测试方法I

[0071] 通过碳纸压印测试(CPI测试)测量具有多个研磨元件的研磨制品的共面性。将制品放置在平坦的花岗石表面上,使得精确成形特征部背离花岗石表面朝上。接着,将碳纸对着特征部放置,使碳面朝上。将照片品质纸的白色片材放置在碳纸的顶部上,使得碳直接接触相纸,以在相纸上形成图像。将平坦板放置在相纸/碳纸/研磨制品堆叠的顶部。将1201b(54.4kg)的负载施加至堆叠,保持30秒。去除负载并用图像扫描仪扫描相纸,以记录所压印的图像。

[0072] 共面的研磨制品使得获得独立元件具有相等尺寸和颜色密度的图像,如视觉上或通过图像分析定量的。当研磨制品的元件明显不共面时,个体元件的图像可能缺失、不对称或示出显著较轻的密度区域。

[0073] 研磨制品共面性测试方法II

[0074] 可以使用与图像分析软件(例如,MOUNTAINSMAP)结合的标准形貌工具测量共面性,包括激光轮廓术、共焦成像和共焦扫描显微镜。元件的形貌也可以通过偏差、尖峰值等来表征。

[0075] 对于多个元件,共面性指来自多个元件的一组特征部顶端相对于基准平面的位置的变化性。基准平面被限定为具有最佳线性回归拟合了高度为 $D_0$ 的所有所选择特征部的平面。用于计算共面性的一组特征部顶端包括具有公共最大设计高度 $D_0$ 的所有特征部的顶端。使用所选择顶端与基准平面的距离的绝对值的平均值计算非共面性。非共面性被表达为相对于所选择特征部的高度 $D_0$ 的百分比。

[0076] 堆密度和孔隙率测试方法

[0077] 根据ASTM测试方法C373测量具有精确成形特征部的研磨元件的堆密度和表观孔隙率。也基于堆密度计算总孔隙率并且假设研磨元件的理论密度为 $3.20\text{g}/\text{cm}^3$ 。所计算的孔隙率如下： $[(\text{理论密度}-\text{堆密度})/\text{理论密度}]*100$ 。

#### [0078] 平均晶粒尺寸测试方法

[0079] 用光学显微镜和扫描电子显微镜检测元件表面来确定具有精确成形特征部的研磨元件的碳化物晶粒的平均表面晶粒尺寸。对于光学显微镜,使用在100X放大倍数下的型号为ME600的尼康光学显微镜(日本东京尼康公司(Nikon Corporation,Tokyo,Japan))。对于扫描电子显微镜,使用在5,000X放大倍数、15keV加速电压和4-5mm工作距离下的型号为TM3000的日立高科技扫描电子显微镜(日本东京日立公司(Hitachi Corporation,Tokyo,Japan))。使用样线截取法。首先,绘制水平横过图像(大致等距间隔)的5条直线。接下来,对通过线截取的晶粒的数量进行计数,排除在图像边缘处的第一个晶粒和最后一个晶粒。接着,使用线的长度(缩放至图像)除以所截取晶粒的平均数量并乘以因子1.56,以确定平均晶粒尺寸(平均晶粒尺寸=1.56\*线的长度/所截取晶粒的平均数量)。

#### [0080] 铜晶片去除速率和非均匀度测试方法

[0081] 通过确定正被抛光的铜层厚度的变化来计算去除速率。用该厚度的变化除以晶片抛光时间,以获得正被抛光的铜层的去除速率。用可商购自加利福尼亚州库比蒂诺的利登设计工程公司(Credence Design Engineering,Inc.,Cupertino,California)的4点探针R映射工具RestMap 168测量300mm直径晶片的厚度。采用排除5mm边缘的八十一直径扫描。通过用整个晶片的49个晶片厚度测量值的标准偏差除以平均晶片厚度值来计算晶片的非均匀度(%NU)。

#### [0082] 氧化物晶片去除速率和非均匀度测试方法

[0083] 通过确定正被抛光的氧化层厚度的变化来计算去除速率。用厚度的这种变化除以晶片抛光时间,以获得正被抛光的氧化物层的去除速率。使用与REFLEXION抛光器整合的NovaScan 3060椭偏仪测量300mm氧化物覆盖层速率晶片的厚度,NovaScan 3060椭偏仪由加利福尼亚州圣塔克拉拉的应用材料公司(Applied Materials,Inc.Santa Clara,California)提供。使用25点直径扫描测量氧化物晶片,不包括3mm的边缘。通过用整个晶片的49个晶片厚度测量值的标准偏差除以平均晶片厚度值来计算晶片的非均匀度(%NU)。

#### [0084] CMP垫磨损速率和垫表面粗糙度测试方法

[0085] 使用之前在元件平面性测试方法中描述的激光轮廓术和软件分析工具进行测量。在300mm REFLEXION工具上进行处理之后,从30.5英寸抛光垫切割尺寸为1英寸(2.5cm)乘以16英寸(40.6cm)垫条的径向条。在离垫中心3英寸(7.6cm)、8英寸(20.3cm)和13英寸(33.0cm)距离的位置处的 $1\text{cm}^2$ 区域内进行二维X-Y激光轮廓扫描。使用MOUNTAINSMAP软件通过分析在这些不同垫位置上垫槽深的变化(其随着抛光时间的变化而变化)并且也通过使用2D和3D数字图像分析垫表面的纹理,来获得垫磨损速度和表面粗糙度(Sa)。垫的磨损速率被计算为在从垫中心3英寸、8英寸和13英寸的位置的平均垫磨损除以总的抛光时间。

#### [0086] 抛光测试方法1

[0087] 使用可以商品名REFLEXION抛光器从加利福尼亚州圣塔克拉拉的应用材料公司(Applied Materials,Inc.,of Santa Clara,California)商购获得的CMP抛光器进行抛光。使用IC1010垫和CSL9044C浆液进行抛光。在开始测试之前,将30%(按重量计)的过氧化

氢 (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) 样本添加至浆液, 从而获得3% (按重量计) 的浆液中H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>浓度。将具有适于安装到工具的垫修整器臂上的载体的研磨制品安装在其上。在整个测试过程中, 用正持续行进在垫上的浆液持续地在整个测试过程中修整垫。在适当的时间间隔, 四个300mm的“虚拟”铜晶片将行进, 紧接着是两个铜厚度为20kÅ的300mm电镀铜晶片, 以监测铜的去除速率, 一个行进在低晶片下压力头部条件下并且另一个行进在高晶片下压力头部条件下。头部压力为高下压力 (指明为3.0psi) 或低下压力 (指明为1.4psi)。下面描述在头部中每个区域内的具体设置压力。处理条件如下:

[0088] 头部速度:107rpm

[0089] 台板速度:113rpm

[0090] 头部压力:

[0091] A) 对于高下压力测试 (3.0psi): 扣环=8.7psi、区域1=7.3psi、区域2=3.1psi、区域3=3.1psi、区域4=2.9psi、区域5=3.0psi

[0092] B) 对于低下压力测试 (1.4psi): 扣环=3.8psi、区域1=3.3psi、区域2=1.6psi、区域3=1.4psi、区域4=1.3psi、区域5=1.3psi

[0093] 浆液流速:300ml/min

[0094] 对虚拟晶片抛光的时间:30秒

[0095] 对速率晶片抛光的时间:60秒

[0096] 垫修整器下压力:5磅

[0097] 垫修整器速度:87rpm

[0098] 垫修整器扫描速率:10次扫描/分钟

[0099] 垫修整器扫描类型:正弦

[0100] 抛光测试方法2

[0101] 使用可以商品名REFLEXION抛光器从应用材料公司 (Applied Materials, Inc.) 商购获得的CMP抛光器进行抛光。使用WPS垫和7106浆液进行抛光。在开始测试之前, 将30% (按重量计) 的H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>样本添加至浆液, 从而获得3% (按重量计) 的浆液中的H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>浓度。将具有适于安装到工具的垫修整器臂上的载体的研磨制品安装在其上。在整个测试过程中, 用正持续行进在垫上的浆液持续地在整个测试过程中修整垫。以适当的时间间隔, 四个300mm的Cu“虚拟”晶片将行进, 紧接着是两个Cu厚度为20kÅ的300mm电镀的铜晶片, 以监测铜的去除速率, 一个行进在低晶片下压力头部条件下并且另一个行进在高晶片下压力头部条件下。头部压力为高下压力 (指明为3.0psi) 或低下压力 (指明为1.4psi)。下面描述在头部中每个区域内的具体设置压力。处理条件如下:

[0102] 头部速度:49rpm

[0103] 台板速度:53rpm

[0104] 头部压力:

[0105] A) 对于高下压力测试 (3.0psi): 扣环=8.7psi、区域1=7.3psi、区域2=3.1psi、区域3=3.1psi、区域4=2.9psi、区域5=3.0psi

[0106] B) 对于低下压力测试 (1.4psi): 扣环=3.8psi、区域1=3.3psi、区域2=1.6psi、区域3=1.4psi、区域4=1.3psi、区域5=1.3psi

[0107] 浆液流速 (当使用时):300ml/min

- [0108] 对虚拟晶片抛光的时间:30秒
- [0109] 对速率晶片抛光的时间:60秒
- [0110] 垫修整器下压力:5磅
- [0111] 垫修整器速度:119rpm
- [0112] 垫修整器扫描速率:10次扫描/分钟
- [0113] 垫修整器扫描类型:正弦
- [0114] 抛光测试方法3
- [0115] 使用可以商品名REFLEXION抛光器从应用材料公司 (Applied Materials, Inc.) 商购获得的CMP抛光器进行抛光。使用VP 5000垫和D6720浆液进行抛光。以3份水对1份浆液的比例用DI水稀释D6720。将具有适于安装到工具的垫修整器臂上的载体的研磨制品安装在其上。在整个测试过程中,用正持续行进在垫上的浆液持续地在整个测试过程中修整垫。以适当的时间间隔,四个300mm的热氧化硅“虚拟”晶片将行进,紧接着是氧化硅厚度为 $17\text{k}\text{\AA}$ 的300mm热氧化硅晶片,以监测氧化物的去除速率。处理条件如下:
- [0116] 头部速度:87rpm
- [0117] 台板速度:93rpm
- [0118] 头部压力:扣环=12psi、区域1=6psi、区域2=6psi、区域3=6psi、区域4=6psi、区域5=6psi。
- [0119] 浆液流速:300ml/min
- [0120] 对虚拟晶片抛光的时间:60秒
- [0121] 对速率晶片抛光的时间:60秒
- [0122] 垫修整器下压力:6磅
- [0123] 垫修整器速度:87rpm
- [0124] 垫修整器扫描速率:10次扫描/分钟
- [0125] 垫修整器扫描类型:正弦
- [0126] 材料

材料	
缩写或商品名	说明
SCP1	平均粒度为 0.6 微米的碳化硅粉末，可以商品名“HSC 490N”从伊利诺伊州芝加哥超级石墨公司（Superior Graphite Co., Chicago, Illinois）商购获得。
BCP1	平均粒度为 0.5-0.8 微米的碳化硼粉末，可以商品名“HSC B4C”从超级石墨公司（Superior Graphite Co.）商购获得。
BCP2	平均粒度为 2 微米的用于烧结粉末基座的碳化物硼粉末，可以商品名“CERAC/PURE B-1102”从威斯康星州密尔沃基美提隆高级化学公司（Materion Advanced Chemicals, Milwaukee, Wisconsin）商购获得。
[0127] Graph1	用于烧结粉末基座的石墨粉，可以商品名“THERMOPURE GRADE 5900”从超级石墨公司（Superior Graphite Co.）商购获得。
Dura B	55%固体（水乳液）陶瓷粘合剂，可以商品名“DURAMAX B-1000”从密西根州密德兰的陶氏化学公司（DOW Chemical Company, Midland Michigan）商购获得。
PhRes	一份酚醛树脂，可以商品名“DUREZ 07347A”从密歇根诺维的住友电木北美公司（Sumitomo Bakelite North America, Inc., Novi, Michigan）商购获得。
葡萄糖	葡萄糖粉末，可以商品名“BIOXTRA D-(+)-GLUCOSE”从密苏里州圣路易斯西格玛阿德里奇公司（Sigma-Aldrich, St. Louis, Missouri）商购获得。
PDMS	硅油，可以商品名“PST-850”从北卡罗莱纳州桑福德的多晶硅技术公司（PolySi Technologies, Inc., Sanford, North Carolina）商购获得。
PS80	聚山梨酸酯 80 流体，可以商品名“Polysorbate 80”从宾西法尼亚州拉德诺 VWR 国际有限公司（VWR International, LLC, Radnor, Pennsylvania）的单位 BDH 商购获得的。
IC1010	相对硬的 CMP 抛光垫，可以商品名“IC1010”从陶氏化学公司（DOW Chemical Company）商购获得。
WSP	相对软的 CMP 抛光垫，可以商品名“WSP”从日本东京 JSR 有限公司（JSR Corporation, Tokyo, Japan）商购获得。
[0128] VP5000	CMP 抛光垫，可以商品名“VISIONPAD 5000”从陶氏化学公司（DOW Chemical Company）商购获得。
CSL9044C	铜 CMP 浆液，可以商品名“CSL9044C”从亚利桑那州梅萨的 Planar Solutions 有限责任公司（Planar Solutions, LLC, Mesa, Arizona）商购获得。
7106	铜 CMP 浆液，可以商品名“PLANERLITE-7006”从日本清洲富士有限公司（Fujimi Incorporated, Kiyosu, Japan）商购获得。
D6720	氧化物 CMP 浆液，可以商品名“IDIEL D6720 SLURRY”从伊利诺依州奥罗拉的卡博特微电子公司（Cabot Microelectronics, Aurora, Illinois）商购获得。

[0129] 实例1[0130] 制备具有多个腔体的生产工具

[0131] 通过金刚石车削第一金属,接着两次循环地电铸第二金属来制备正母模,从而生产正母模。正母模的精确成形特征部的尺寸如下。精确成形特征部由四面、尖顶端的锥体构成:73.5%是具有正方形基部且基部长度为390微米并且高度为195微米(主要特征部)的锥体;2%是具有正方形基部,基部长度为366微米并且高度为183微米的锥体;25.5%是具有矩形基部的,基部长度为390微米,宽度为366微米并且高度为183微米(次特征部)的锥体。锥体被布置为网格图案,如图1a和图1b中的每个图所示;基部处的所有锥体之间的间隔均为5微米。

[0132] 通过用可商购自佛罗里达州西棕榈海岸的商业塑料及供应有限公司(Commercial Plastics and Supply Corp., West Palm Beach, Florida)的厚20密耳(0.51mm)的聚丙烯片材由正母模通过压塑生产聚丙烯生产工具。使用可商购自印第安娜州沃巴什的沃巴什MPI公司(Wabash MPI, Wabash, Indiana)的型号为V75H-24-CLX WABASH液压机进行压塑,在负载为5,000lb(2,268kg)的情况下将台板预加热至165°C,持续3分钟。接着,将负载增加至40,000lb(18,140kg)持续10分钟。接着,关闭加热器并且冷却流动通过台板的水,直到其达到约70°C(约15分钟)。接着,释放负载并且去除模制的聚丙烯工具。

#### [0133] 陶瓷浆液的制备

[0134] 通过将下列组份放入1L的高密度聚丙烯广口瓶中来制备陶瓷浆液:458.7g蒸馏水、300.0g SCP1、1.5g BCP1和21.9g PhRes。添加直径为0.25英寸(6.35mm)的球形碳化硅研磨介质并且以100rpm的速度在球磨机上将浆液磨15小时。在磨完后,将60.9g Dura B添加至广口瓶并通过搅动进行混合。使用可以商标名“Mini Spray Dryer B-191”从特拉华州纽卡斯尔的步琪公司(Buchi, New Castle, Delaware)商购获得的喷雾烘干机将浆液喷雾干燥,从而生产由85.37重量%的碳化硅、0.43重量%的碳化硼、9.53重量%的聚丙烯酸粘合剂以及4.67重量%的酚醛树脂构成的陶瓷粘合剂粉末,如通过常规测试筛分法测量的,其平均粒度为32-45微米。陶瓷粘合剂粉末可以用于制备具有精确成形特征部的生坯陶瓷元件。

#### [0135] 具有精确成形特征部的生坯陶瓷元件的制备

[0136] 使用直径为16.65mm、具有上压杆和下压杆的圆形钢模具腔体模制具有精确成形特征部的生坯陶瓷元件。将具有表示生坯陶瓷元件所期望的精确成形特征部的特征部类型(形状)、尺寸和图案的精确设计腔体的聚丙烯生产工具放置在下压杆上的模具腔体内,使腔体朝向上压杆。接着,使用4滴25重量/75重量的PDMS/己烷溶液润滑包括腔体的生产工具表面,以有利于复制及释放生坯。对于其它例子,如果在陶瓷浆液组分中包括PDMS(参见表1),则不使用这个步骤。在使得己烷蒸发之后,使用1g陶瓷粘合剂粉末填充模具。将10,000lb(4,536kg)负载施加至上推杆30秒,将陶瓷粘合剂粉末压入工具腔体中。去除负载并将另外的1g陶瓷粘合剂粉末添加至模具腔体。将20,000lb(9,072kg)负载施加至上推杆,持续30秒。去除负载并将具有被压入陶瓷粘合剂粉末的工具从模具腔体取出。

[0137] 接着,从工具取出具有精确成形特征部的生坯陶瓷元件。特征部与工具腔体是反向的。生坯的最大直径和厚度分别反映模具腔体的直径和陶瓷粘合剂粉末的量。从模具腔体取出之后,陶瓷元件的直径约为16.7mm并且厚度约为4.2mm。通过这种技术制成五个生坯陶瓷元件。在制备具有精确成形特征部的研磨元件的过程中,可以使用具有精确成形特征部的生坯陶瓷元件作为研磨元件前体。

[0138] 具有精确成形特征部的研磨元件的制备

[0139] 在室温下,将之前所制备的研磨元件前体(即,具有精确成形特征部的生坯陶瓷元件)放置在Lindbergh Model 51442-S的干馏烘箱中,Lindbergh Model 51442-S干馏烘箱可从纽约州罗彻斯特SPX公司的分部SPX Thermal Product Solutions (SPX Thermal Product Solutions, a division of SPX Corporation, Rochester, New York) 商购获得。为了降解和挥发生坯陶瓷元件的粘结剂组分,采用如下方式在氮气氛下对生坯陶瓷元件进行退火:采用超过4小时的时间段以线性速率将烘箱温度增加至600°C,然后在600°C情况下等热保持30分钟。然后,把烘箱冷却到室温。通过用220-粗粒碳化硅砂纸研磨它们的外周,从经退火的生坯陶瓷元件去除尖锐的边缘,即,去毛刺。

[0140] 将经退火的生坯陶瓷元件装载到石墨坩埚中用于烧结。将元件放置在由97重量%的Graph1和3重量%的BCP2构成的粉末混合物的基座(即,烧结粉末基座)内。接着,使用购自加利佛利亚州圣罗莎热技术有限公司(Thermal Technology LLC, Santa Rosa, California)的阿斯特罗加热炉(Astro furnace)HTG-7010,通过在氦气气氛下在超过5小时的时间内从室温加热至2,150°C,然后在2,150°C下等温保持30分钟来烧结生坯。

[0141] 或可将已烧结的生坯陶瓷元件用作具有精确成形特征部的研磨元件。烧结工艺之后,清洁研磨元件。

[0142] 使用特征部缺陷测试方法,确定研磨元件有缺陷的特征部少于5%。

[0143] 实例2至10和比较例11 (CE11)

[0144] 与实例1类似地制备实例2-8和CE11,不同之处在于:所使用的陶瓷浆液组合物和烧结粉末基座根据表1变化。将石墨坩埚用于所有烧结过程,不同之处在于:实例10中采用碳化硅坩埚。

[0145] 与实例1类似地制备实例9和实例10,不同之处在于使用金属生产工具取代聚丙烯生产工具用一步处理进行模制精确成形特征部。通过电铸工艺由正母模制造金属生产工具。将两克陶瓷粘合剂粉末添加至钢模具腔体,将具有朝下的精确成形特征部的生产工具添加至模具腔体。将15,000lb (6,804kg) 负载施加于上部推杆,持续15秒,从而将陶瓷粘合剂粉末压入工具腔体。去除负载并将具有被压入陶瓷粘合剂粉末的工具从模具腔体取出。实例9的烧结粉末基座为97/3 (重量/重量)的Graph1/BCP1的混合物。

[0146] 表1:陶瓷浆液组合物和烧结条件

实例	陶瓷浆液组合物 (值为克)								烧结粉末基座
	蒸馏水	SCP1	BCP1	Dura B	PhRes	葡萄糖	PDMS	PS80	Graph1/BCP2 (重量/重量)
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
[0147] 5	233.8	149.9	0.4	30.4	----	9.6	----	----	无基座
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	不适用
10	458.7	300.0	1.5	60.9	21.9	----	30.6	0.6	无基座
Ce 11	403.0	269.9	5.5	49.5	----	----	----	----	97/3

[0148] 表2中示出研磨元件的物理属性,包括平均晶粒尺寸、孔隙率、堆密度和计算的孔隙率。

[0149] 表2:研磨元件的物理属性。

实例	烧结制品属性			
	平均晶粒尺寸 (微米)	ASTM C373 表观孔 隙率 (%)	堆密度 ASTM C373 (g/cm <sup>3</sup> )	计算的总孔 隙率 (%)
1	< 2-3 (光学显微镜)	0.04	3.17	0.94
2	< 2-3 (光学显微镜)	0.01	3.13	2.19
3	----	0.10	3.16	1.24
[0150] 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

[0151] 制备具有CVD金刚石涂层的研磨元件

[0152] 首先,通过在甲基乙基酮中超声清洁对实例1-10中的具有精确成形特征部的研磨元件脱脂、将其干燥,接着通过浸入含有可以商品名87501-01从加利福尼亚州圣塔克拉拉的sp3金刚石技术公司(sp3 Diamond Technologies,Santa Clara,California)商购获得的纳米金刚石溶液的超声波浴槽中进行金刚石引晶。一旦从金刚石溶液中取出,使用低压、纯净氮气流干燥元件。接着,将元件装载到可从sp3金刚石技术公司(sp3 Diamond Technologies)商购获得的型号为HF-CVD655的热丝CVD反应器中。将氢气中的2.7%甲烷的混合物用作CVD金刚石涂覆工艺的前体。在沉积过程期间,将反应器压力保持在6托(800Pa)和50托(6,670Pa)之间,灯丝的温度在1,900和2,300℃之间,如通过光学高温计所测量的。CVD金刚石生长速率为0.6μm/hr。

[0153] 通过将所涂覆的元件浸入到液氮中接着用DI水冲洗来评价涂层粘附性。将此工序重复5次。所有的实例通过该测试。

[0154] 实例1

[0155] 装配包含五个具有精确成形特征部的实例1的研磨元件的研磨制品。开发装配过程,使得每个元件上最高的、精确成形特征部(所有特征部均具有相同设计特征部高度)将变得平坦。

[0156] 使用平坦的花岗岩表面作为对准板。将这些片段放在对准板上,使得具有精确成形特征部的主表面直接接触对准板(朝下),并且它们的第二平坦、主表面朝上。研磨元件被布置成圆形图案,使得它们的中心点被沿着半径约为1.75英寸(44.5mm)的圆的圆周定位并且绕着圆周以约72°等距间隔,图2。将可从乔治亚州亚特兰大的麦克马斯特卡尔公司(Mcmaster-Carr, Atlanta, Georgia)商购获得的弹性元件、柔性垫圈和部件号为9714K22, 302的不锈钢波形弹簧垫圈放置在每个研磨元件的平坦表面上。接着,将紧固元件施用至垫圈上和垫圈中心孔区域内的研磨元件的暴露表面上。紧固元件为可以商品名3M SCOTCH-WELD EPOXY ADHESIVE DP420从明尼苏达州圣保罗的3M公司(3M Company, St. Paul, Minnesota)商购获得的环氧树脂粘合剂。接着,将直径为4.25英寸(108mm)并且厚度为0.22英寸(5.64mm)的圆形不锈钢载体面朝下放置在紧固元件的顶部(加工载体的背面,使得它可附接至REFLEXION抛光器的载体臂)。101b(4.54kg)负载被均匀地施加在载体的暴露表面上,并且在室温下使粘合剂固化约4小时。

[0157] 比较例13(CE13)

[0158] 与实例12类似地制备CE13,不同之处在于在制造过程中不使用弹性元件。

[0159] 使用研磨制品共面性测试方法I测量实例12和CE13研磨元件的整体共面性。图3示出结果。根据研磨元件更均匀压印,包括弹性元件的实例12表现出的平面性比未采用弹性元件的CE13得到了改善。

[0160] 实例14-16

[0161] 如实例1所述地制备实例14-16中使用的研磨元件。每个研磨元件具有精确成形特征部,所述精确成形特征部具有至少两个不同的高度,主要特征部高度(两个特征部中较高的高度)和次要特征部高度,如表3中所总结的。偏移高度是主要特征部和次要特征部之间的高度差。实例14的精确成形特征部和实例1所述的精确成形特征部相同。实例15的精确成形特征部由以下四面的、截顶的锥体构成:73.5%是具有正方形基部且基部长度为146微米并且高度为61微米的在侧面上具有24微米的正方形顶部(主要特征部)的锥体;并且26.5%是具有正方形基部,基部长度为146微米并且高度为49微米并且在侧面上具有48微米的正方形顶部(次要特征部)的锥体。在图4a和图4b中的每个中,均采用网络图案布置锥形;在基部,所有锥形之间的间隔为58.5微米。实例16的精确成形特征部由四面、尖顶的锥体构成:73.5%是具有正方形基部且基部长度为146微米并且高度为73微米(主要特征部)的锥体;2%是具有正方形基部且基部长度为122微米并且高度为61微米的锥体;并且25.5%是具有长方形基部且基部长度为146微米,宽度为122微米并且高度为73微米(次要特征部)。在图5a和图5b中的每个中,采用网格图案布置锥形;在基部,所有锥体之间的间隔为5微米。

[0162] 对每个实例14和15,准备五个研磨元件,并且对于实例16,准备十个研磨元件。通过之前描述的过程,用CVD金刚石涂覆研磨元件。接着,使用实例12所述的制备过程,使用CVD金刚石涂覆的研磨元件形成研磨制品。用实例14和实例15的研磨元件制备的研磨制品被布置成圆形图案,使得它们的中心点被沿着半径约为1.75英寸(44.5mm)的圆的圆周定位

并且绕着圆周以约72°等距间隔,图2。分别将这些研磨制品标注为实例14A和实例15A。将实例16的十个研磨元件用于制造研磨制品(标注为实例16A),使得研磨元件呈双星图案布置,如图6中所示。较大的星形图案与实例14和实例15的星形图案一致。较小星形图案的元件被布置成圆形图案,使得它们的中心点沿着半径约为1.5英寸(38.1mm)的圆的圆周定位,并且绕着圆周以约72°等距间隔,如图2所示。这些元件相对于外部元件偏移36°。

[0163] 表3:实例14-16的精确成形特征部参数。

实例	基部长 度 (微米)	间隔 (微米)	主要特征部高 度 (微米)	偏移高 度 (微米)	主要特征部 (%)	特征部 顶端
[0164] 14	390	5	195	12	74	尖锐
15	146	59	61	12	74	截顶的
16	146	5	73	12	74	尖锐

[0165] 比较例17 (CE17)

[0166] CE17是金刚石粗粒垫修整器,其金刚石尺寸为180微米,可以商品名为“3M DIAMOND PAD CONDITIONER A2812”从明尼苏达州圣保罗的3M公司(3M Company, St. Paul, Minnesota)商购获得。

[0167] 比较例18 (CE18)

[0168] CE18是金刚石粗粒垫修整器,其金刚石尺寸为250微米,可以商品名为“3M DIAMOND PAD CONDITIONER A165”从3M公司(3M Company)商购获得。

[0169] 比较例19 (CE19)

[0170] CE19是金刚石粗粒垫修整器,其金刚石尺寸为74微米,可以商品名为“3M DIAMOND PAD CONDITIONER H2AG18”从3M公司(3M Company)商购获得。

[0171] 比较例20 (CE20)

[0172] CE20是金刚石粗粒垫修整器,其金刚石尺寸为74微米,可以商品名为“3M DIAMOND PAD CONDITIONER H9AG27”从3M公司(3M Company)商购获得。

[0173] 使用实例14A、CE17和CE18进行CMP抛光测试

[0174] 使用抛光测试方法1,使用相对硬的CMP垫IC1010用铜CMP工艺测试作为垫修整器的实例14A的两种研磨制品。在晶片头部压力为3psi的情况下测试一种研磨制品,同时在晶片头部压力为1.4psi的情况下测试另一种研磨制品。使用上述的铜晶片去除速率和非均匀度测试方法,测试随着修整时间变化而变化的铜去除速率和晶片的非均匀度。结果示于表4中。对于低头部压力和高头部压力处理两者,均获得良好的、稳定的去除速率和良好的、稳定的晶片非均匀度。抛光之后,通过光学显微镜检测精确成形特征部顶端。在进行CPM抛光测试20.8小时之后特征部顶端的磨损很小,从而指示修整器将具有长的寿命。

[0175] 表4:对实例14A进行铜CMP抛光的结果。

修整时间 (小时)	头部压力 3.0psi		头部压力 1.4psi	
	去除速率(Å/min)	NU (%)	去除速率(Å/min)	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

[0177] 对比较例CE17和CE18进行与实例14A(3psi的晶片头部压力)类似的测试,不同之处在于抛光时间仅为0.6小时。表5中示出铜去除速率的结果和晶片非均匀度。

[0178] 表5:对实例14A、CE17和CE18进行铜CMP抛光的结果。

实例	修整时间 (小时)	去除速率(Å/min)	NU (%)
14A	0.6	10,478	6.6
CE17	0.6	8,957	4.7
CE18	0.6	8,791	6.3

[0180] 使用实例15A和CE19进行CMP抛光测试

[0181] 使用抛光测试方法2,使用相对软的CMP垫,WSP用铜CMP工艺测试作为垫修整器的实例15A的两种研磨制品。在晶片头部压力为3psi的情况下测试一种研磨制品,同时在晶片头部压力为1.4psi的情况下测试另一种研磨制品。使用上述的铜晶片去除速率和非均匀度测试方法,测试随着修整时间变化而变化的铜去除速率和晶片的非均匀度。结果示于表6中。对于低头部压力和高头部压力处理两者,均获得良好的、稳定的去除速率和良好的、稳定的晶片非均匀度。

[0182] 表6:实例15A的铜CMP抛光结果。

修整时间 (小时)	头部压力 3.0psi		头部压力 1.4psi	
	去除速率(Å/min)	NU (%)	去除速率(Å/min)	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

[0184] 也使用抛光测试方法2测试的金刚石粗粒垫修整器CE19。测量随着修整时间变化而变化的铜去除速率和晶片的非均匀度。表7中显示结果。到抛光时间达到6小时时,垫被严重磨损,垫覆盖不复存在,这指示抛光垫完全被金刚石粗粒垫修整器磨掉。

[0185] 表7:CE19的铜CMP抛光结果。

修整时间 (小时)	头部压力 3.0psi		头部压力 1.4psi	
	去除速率( $\text{\AA}/\text{min}$ )	NU (%)	去除速率( $\text{\AA}/\text{min}$ )	NU (%)
[0186] 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

[0187] 使用之前所述的测试方法测量用实例15A和CE19修整的运行在3.0psi晶片头部压力下进行CMP抛光测试垫的垫磨损速率和表面粗糙度。表8中显示结果。用实例15A修整的垫的平均垫磨损速率比用CE19修整的垫低约4倍,这指示用具有精确成形研磨特征部的修整器修整的垫具有明显更长的可用寿命。

[0188] 表8:用实例15A和CE19进行CMP抛光测试的垫磨损结果。

实例	修整时间 (小时)	垫磨损速率 (微米/小时)	初始平均垫表面粗糙度 (微米)	最终平均垫表面粗糙度 (微米)
[0189] 实例 15A	21.02	34.8	2.34	2.50
CE19	6.68	132.4	1.96	2.66

[0190] 使用实例16A和CE20进行CMP抛光测试

[0191] 使用抛光测试方法3,用氧化物工艺将实例16A的研磨制品与比较例CE20的金刚石粗粒垫修整器进行比较。使用上述的氧化物晶片去除速率和非均匀度测试方法,测量随着修整时间的变化而变化的氧化物去除速率和晶片的非均匀度。结果显示于表9中。当将使用具有精确成形特征部的垫修整器实例16A的抛光工艺与使用常规金刚石粗粒垫修整器CE20进行比较时,获得较高的去除速率和较低的晶片非均匀度。修整4.9小时后,在离垫中心3英寸(7.6cm)、7英寸(17.8cm)和13英寸(33.0cm)的情况下测量垫表面光洁度。实例16A的垫表面光洁度比较例CE20的稍高(分别为8.47微米对7.24微米)初始垫表面粗糙度为12微米。用实例16A作为垫修整器的抛光测试持续超过30小时。抛光之前和之后通过常规光学显微镜测量研磨元件的特征部高度,从而确定顶端磨损。所确定的磨损速率将约为0.1微米/小时。在特征部上未积累污渍或浆液。

[0192] 表9:实例16A和CE20的氧化物CMP抛光结果。

修整时间 (小时)	实例 16A		CE20	
	去除速率( $\text{\AA}/\text{min}$ )	NU (%)	去除速率( $\text{\AA}/\text{min}$ )	NU (%)
[0193] 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

[0194] 虽然已参考优选实施例来描述本发明,但是本领域的技术人员应当认识到,在不脱离本发明的实质和范围的前提下,可在形式上和细节上做出修改。

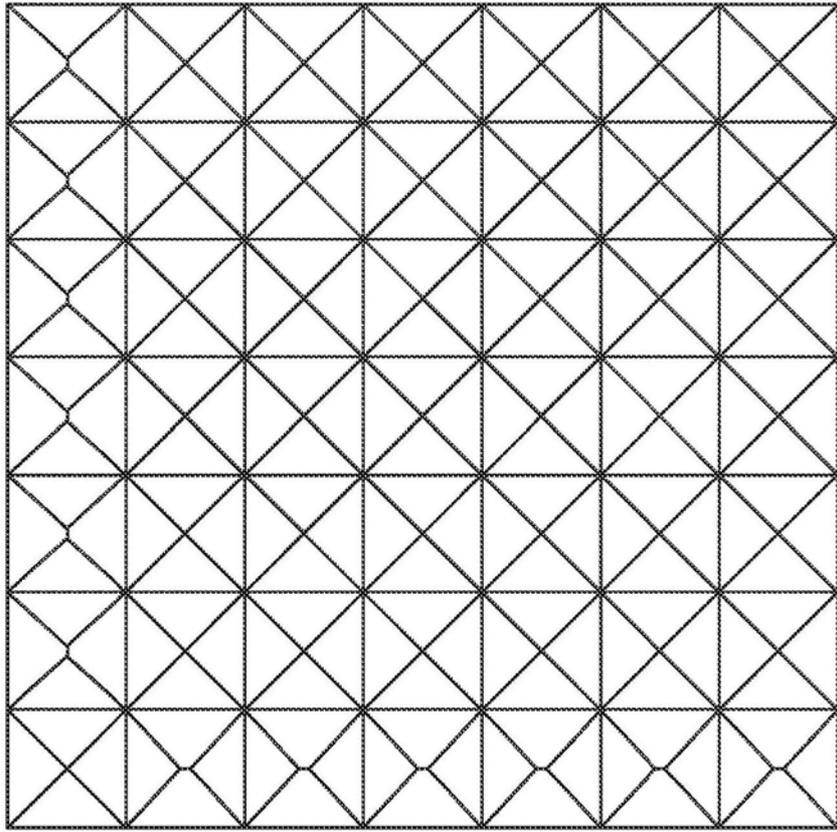


图1a



图1b

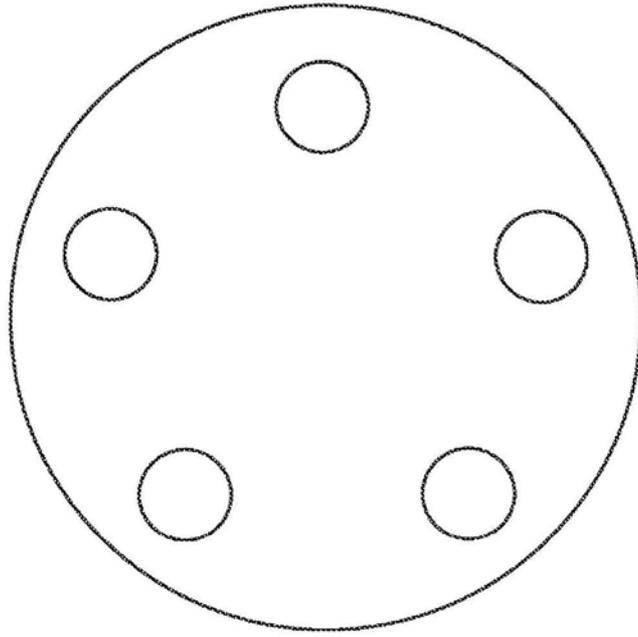


图2

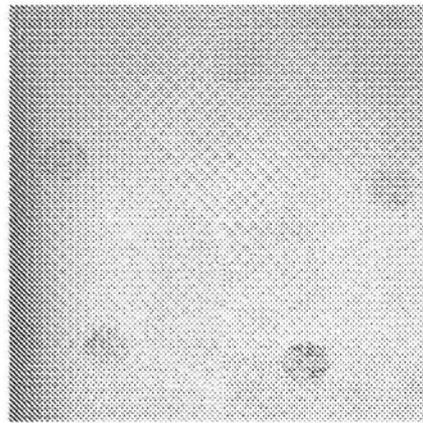


图3a

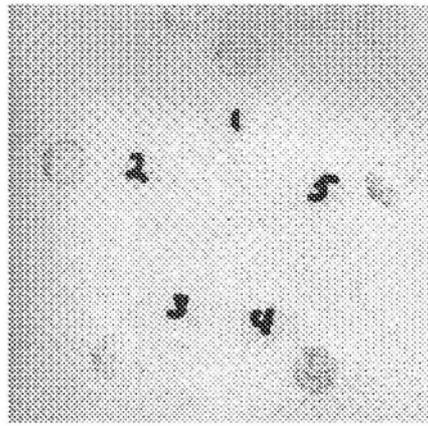


图3b

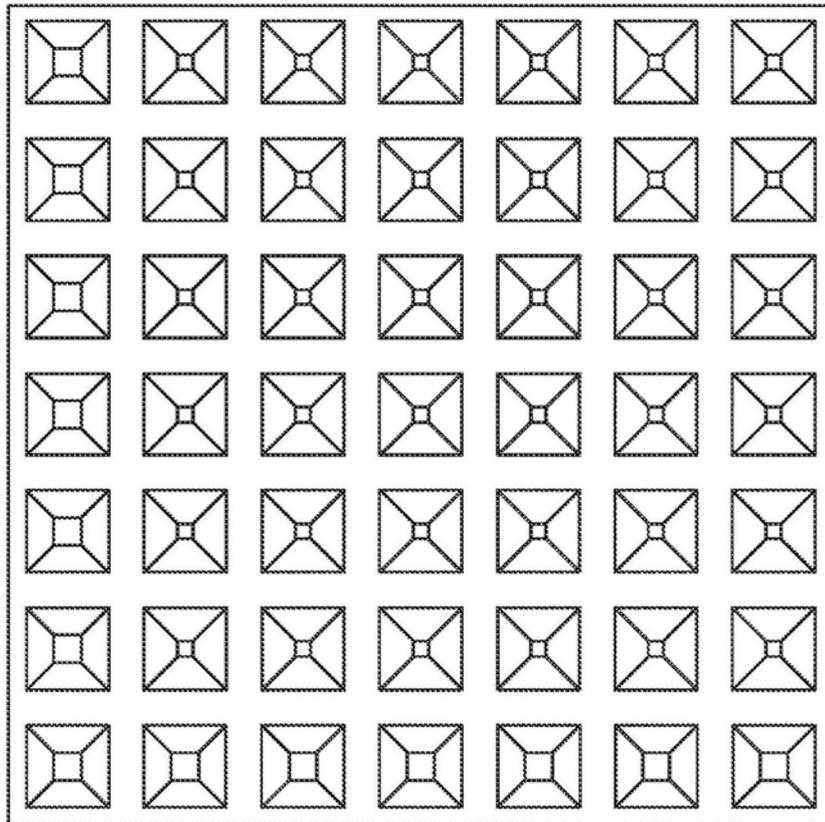


图4a

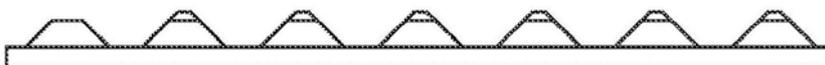


图4b

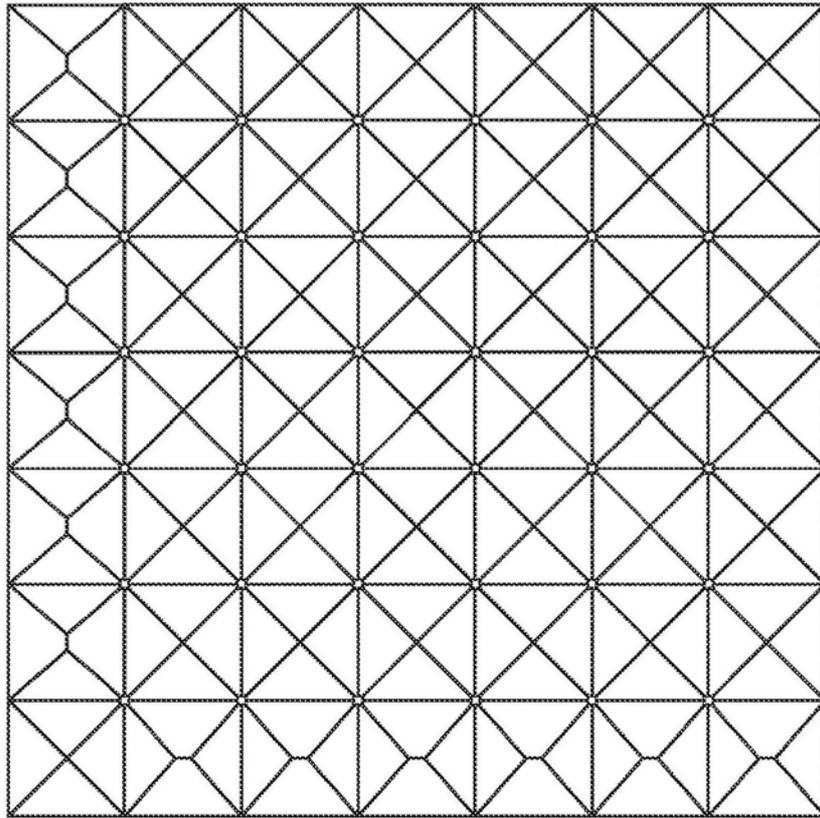


图5a



图5b

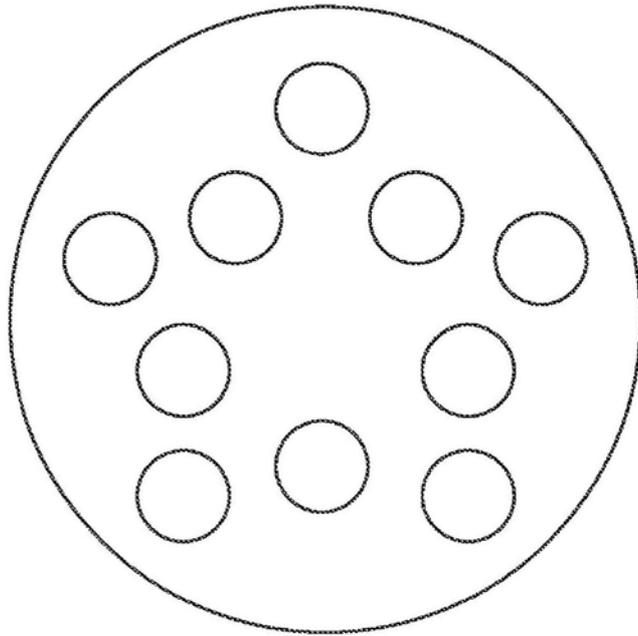


图6