

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2011年8月4日(04.08.2011)



(10) 国際公開番号
WO 2011/093195 A1

- (51) 国際特許分類:
H01L 21/304 (2006.01) C09K 3/14 (2006.01)
B24B 37/00 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2011/050917
- (22) 国際出願日: 2011年1月20日(20.01.2011)
- (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 2010-015102 2010年1月27日(27.01.2010) JP
特願 2010-015101 2010年1月27日(27.01.2010) JP
- (71) 出願人(米国を除く全ての指定国について): J S R 株式会社 (JSR CORPORATION) [JP/JP]; 〒1058640 東京都港区東新橋一丁目9番2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): 河本 達慶 (KAWAMOTO, Tatsuyoshi) [JP/JP]; 〒1058640 東京都港区東新橋一丁目9番2号 J S R 株式会社内 Tokyo (JP). 阿部 太一 (ABE, Taichi) [JP/JP]; 〒1058640 東京都港区東新橋一丁目9番2号 J S R 株式会社内 Tokyo (JP). 西元 和男 (NISHIMOTO, Kazuo) [JP/JP]; 〒1058640 東京都港区東新橋一丁目9番2号 J S R 株式会社内 Tokyo (JP). 志保 浩司 (SHIHO, Hiroshi) [JP/JP]; 〒1058640 東京都港区東新橋一丁目9番2号 J S R 株式会社内 Tokyo (JP).
- (74) 代理人: 大淵 美千栄, 外 (OFUCHI, Michie et al.); 〒1670051 東京都杉並区荻窪五丁目26番13号 荻窪TMビル2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, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, 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, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, 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, LR, 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 (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, 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(条約第21条(3))



WO 2011/093195 A1

(54) Title: AQUEOUS DISPERSION FOR CHEMICAL MECHANICAL POLISHING, CHEMICAL MECHANICAL POLISHING METHOD USING SAME, AND KIT FOR PREPARING AQUEOUS DISPERSION FOR CHEMICAL MECHANICAL POLISHING

(54) 発明の名称: 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、ならびに化学機械研磨用水系分散体調製用キット

(57) Abstract: Disclosed is an aqueous dispersion for chemical mechanical polishing, which is characterized by containing abrasive grains, ferrate ions (FeO_4^{2-}) and a dispersion medium.

(57) 要約: 本発明に係る化学機械研磨用水系分散体は、砥粒と、鉄酸イオン (FeO_4^{2-}) と、分散媒と、を含有することを特徴とする。

明 細 書

発明の名称：

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、ならびに化学機械研磨用水系分散体調製用キット

技術分野

[0001] 本発明は、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、ならびに化学機械研磨用水系分散体調製用キットに関する。

背景技術

[0002] 近年、半導体装置の高精細化に伴い、半導体装置内に形成される配線の微細化が進んでいる。これに伴い、配線層を化学機械研磨（以下、「CMP」ともいう）により平坦化する手法が用いられている。たとえば特表2002-518845号公報では、半導体基板上の酸化シリコン等の絶縁膜に設けられた微細な溝や孔に、アルミニウム、銅、タングステン等の導電体金属をスパッタリング、メッキ等の方法により堆積させた後、余剰に積層された金属膜をCMPにより除去し、微細な溝や孔の部分にのみ金属を残すダマシンプロセスが提案されている。

[0003] 半導体装置をCuダマシン法で製造する場合、バリアメタル膜上の銅膜を研磨により除去する工程（第1研磨工程）と、その後バリアメタル膜を研磨により除去し必要に応じて銅膜および層間絶縁膜をさらに研磨して平坦化する工程（第2研磨工程）と、を組み合わせた二段階研磨を実施することが一般的である。

[0004] 第1研磨工程では高速で銅膜を研磨する特性が要求されるが、第1研磨工程の終了時（バリアメタル膜等の他種材料膜が露出した時点）において、銅膜に対する高研磨速度を維持しながら銅膜のディッシング等を抑制することは困難である。さらに第2研磨工程では、銅膜だけではなくバリアメタル膜等の他種材料膜が露出した半導体基板面（被研磨面）を高速に研磨する特性を維持したまま、銅膜のディッシング等を抑制することは困難である。

- [0005] 被研磨面を高速に研磨するためには、研磨する際の印加圧力を上げて被研磨面にかかる摩擦力を大きくすればよい。しかしながら、かかる場合には研磨速度の向上に伴い被研磨面のディッシング等の平滑性も悪化してしまうという問題があった。逆に、被研磨面のディッシング等の平滑性を向上させるためには、研磨する際の印加圧力を下げればよいが、被研磨面の研磨速度が著しく低下するという問題があった。このため、研磨特性改善のための研磨方法からのアプローチは限界に達している。
- [0006] これらの問題を解決すべく、様々な組成の化学機械研磨水系分散体が提案されている。たとえば国際公開第2007/116770号パンフレットには、研磨用組成物に水溶性高分子を含有させることにより、研磨速度を維持したまま、銅膜のディッシングを抑制する技術について開示されている。しかし、更なる微細化が要求されている現在では不十分である。
- [0007] また、研磨速度とディッシングを改善する方法の一つとして、研磨用組成物に金属を含有する強力な酸化剤を添加する方法がある。たとえば特開平11-116948号公報には、研磨用組成物に硝酸鉄等を添加する技術について開示されている。しかしながら、研磨工程終了後の被研磨面表面の金属イオンによる汚染を抑制することは解決困難な課題であった。
- [0008] 一方、配線間を上下縦方向に電氣的に接合するビアホールには、埋め込み性に優れたタングステンが使用される。タングステン膜研磨用の化学機械研磨水系分散体には強力な酸化作用が必要であり、たとえば特表2005-518091号公報では、過酸化水素等の酸化剤、硝酸鉄等の鉄触媒、およびシリカ等の砥粒を含有する研磨用組成物に関する技術が提案されている。さらにタングステン膜を研磨するために使用される化学機械研磨水系分散体には、より大きな研磨速度を有し、かつ被研磨面上に残留する金属汚染を極力少なくする特性が要求されており、これらの特性をバランス良く達成するために、たとえば特開2007-19093号公報や特表2008-503875号公報では、研磨用組成物に水溶性重合体を添加する技術が検討されている。

[0009] しかしながら、前述したような従来のタングステン膜研磨用の化学機械研磨用水系分散体では、タングステン膜に対する高研磨速度と、研磨工程終了時における被研磨面上に残留する金属汚染の低減と、を両立させることに限界があった。すなわち、前述したように従来の技術ではタングステン膜に対する高研磨速度を実現するために、多量の硝酸鉄等の鉄触媒を含有する化学機械研磨用水系分散体を用いてタングステン膜の表面を酸化させる手法が採られている。ところが、かかる化学機械研磨用水系分散体を用いた場合には、研磨工程終了時において被研磨面上に多量の鉄イオンが残留してしまうため、被研磨面上から鉄イオンを完全に除去することが非常に困難であるという問題があった。

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0010] 本発明に係る幾つかの態様は、前記課題を解決することで、金属膜に対する高研磨速度と被研磨面における高平坦性とを両立し、かつ研磨工程終了時における被研磨面上の金属汚染を低減可能な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、ならびに化学機械研磨用水系分散体調製用キットを提供するものである。

課題を解決するための手段

[0011] 本発明は前述の課題の少なくとも一部を解決するためになされたものであり、以下の態様または適用例として実現することができる。

[0012] [適用例 1]

本発明に係る化学機械研磨用水系分散体の一態様は、
砥粒と、
鉄酸イオン (FeO_4^{2-}) と、
分散媒と、
を含有することを特徴とする。

[0013] [適用例 2]

適用例 1 の化学機械研磨用水系分散体において、

前記鉄酸イオン (FeO_4^{2-}) の濃度が、 10^{-6}mol/L 以上 10^{-2}mol/L 以下であることができる。

[0014] [適用例 3]

適用例 1 または適用例 2 の化学機械研磨水系分散体において、前記砥粒が、コロイダルシリカであることができる。

[0015] [適用例 4]

適用例 1 ないし適用例 3 のいずれか一例の化学機械研磨水系分散体において、

過酸化水素、過硫酸カリウムおよび過硫酸アンモニウムから選択される少なくとも 1 種をさらに含有することができる。

[0016] [適用例 5]

適用例 1 ないし適用例 4 のいずれか一例の化学機械研磨水系分散体は、銅膜またはタングステン膜を含む半導体基板の研磨に用いることができる。

[0017] [適用例 6]

適用例 1 ないし適用例 5 のいずれか一例の化学機械研磨水系分散体は、砥粒と、鉄酸塩と、分散媒と、を混合して作製されることができる。

[0018] [適用例 7]

本発明に係る化学機械研磨水系分散体調製用キットは、適用例 1 ないし適用例 6 のいずれか一例の化学機械研磨水系分散体を調製するためのキットであって、鉄酸イオンおよび水を含有する第 1 組成物と、砥粒および分散媒を含有する第 2 組成物と、を含むことを特徴とする。

[0019] [適用例 8]

適用例 7 の化学機械研磨水系分散体調製用キットにおいて、過酸化水素、過硫酸カリウムおよび過硫酸アンモニウムから選択される少なくとも 1 種、ならびに水を含有する第 3 組成物をさらに含むことができる。

[0020] [適用例 9]

本発明に係る化学機械研磨方法は、
適用例 1 ないし適用例 6 のいずれか一例の化学機械研磨用水系分散体を用いて、銅膜またはタングステン膜を含む半導体基板を研磨することを特徴とする。

発明の効果

[0021] 本発明に係る化学機械研磨用水系分散体によれば、一般的に使用されてきた過酸化水素等よりも高い酸化力を示す鉄酸イオン (FeO_4^{2-}) を含有することにより、金属膜に対する高研磨速度と被研磨面における高平坦性とを両立させることができる。また、従来、鉄イオンを含有する化学機械研磨用水系分散体で問題となる被研磨面の金属汚染を大幅に低減することができる。

[0022] 本発明に係る化学機械研磨用水系分散体調製用キットによれば、化学的に不安定な鉄酸イオン (FeO_4^{2-}) を他の成分と分離して保管しておくことで、鉄酸イオン (FeO_4^{2-}) の分解を抑制することができる。使用する直前に第 1 組成物と第 2 組成物と第 3 組成物とを混合して化学機械研磨用水系分散体を調製すれば、化学機械研磨用水系分散体の性能を最大限に発揮させることができる。

[0023] 本発明に係る化学機械研磨方法によれば、半導体基板に形成された金属膜に対する研磨速度を従来よりも大幅に向上させることができる。また、被研磨面の金属汚染を大幅に低減させることができる。

図面の簡単な説明

[0024] [図1] 図 1 は、第 1 の具体例に係る化学機械研磨方法の被処理体を模式的に示した断面図である。

[図2] 図 2 は、第 1 の具体例の第 1 研磨工程終了時での被処理体を模式的に示した断面図である。

[図3] 図 3 は、第 1 の具体例の第 2 研磨工程終了時での被処理体を模式的に示した断面図である。

[図4] 図 4 は、第 2 の具体例に係る化学機械研磨方法の被処理体を模式的に示

した断面図である。

[図5] 図5は、第2の具体例の第1研磨工程終了時での被処理体を模式的に示した断面図である。

[図6] 図6は、第2の具体例の第2研磨工程終了時での被処理体を模式的に示した断面図である。

[図7] 図7は、化学機械研磨装置を模式的に示した斜視図である。

発明を実施するための形態

[0025] 以下、本発明に係る好適な実施形態について詳細に説明する。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含む。

[0026] 1. 化学機械研磨用水系分散体

本発明の一実施形態に係る化学機械研磨用水系分散体は、砥粒と、鉄酸イオン (FeO_4^{2-}) と、分散媒と、を含有することを特徴とする。以下、本実施の形態に係る化学機械研磨用水系分散体に含まれる各成分について詳細に説明する。

[0027] 1. 1. 砥粒

本実施の形態に係る化学機械研磨用水系分散体は、砥粒を含有する。砥粒としては、金属膜を機械的に研磨する作用を有するものであれば特に限定されないが、たとえばコロイダルシリカ、ヒュームドシリカ、セリア、アルミナ、ジルコニア、酸化チタン等が挙げられる。これらの中でも、スクラッチ（研磨傷）を低減する観点から、コロイダルシリカが好ましい。コロイダルシリカは、たとえば特開2003-109921号公報等に記載されているような公知の方法で製造されたものを使用することができる。

[0028] 砥粒の平均粒子径は、好ましくは5 nm以上1000 nm以下であり、より好ましくは10 nm以上700 nm以下であり、特に好ましくは15 nm以上500 nm以下である。砥粒の平均粒子径が前記範囲にあれば、金属膜に対する研磨において十分な研磨速度を得ることができると共に、ディッシングの発生を低減させることができる。また、化学機械研磨用水系分散体の

保存安定性の観点からは、砥粒の沈降・分離が発生しにくい安定な化学機械研磨用水系分散体を得ることができる。砥粒の平均粒子径は、動的光散乱法を測定原理として算出された平均粒子径を適用することができる。測定装置としては、たとえば粒子径分布測定装置（株式会社堀場製作所製、形式「LB550」）等が挙げられる。

[0029] なお、コロイダルシリカの平均粒子径を測定する場合には、前記の動的光散乱法を測定原理とする粒子径分布測定装置により測定した平均粒子径に代えて、BET法を用いて測定した比表面積から算出される平均粒子径を適用することができる。測定装置としては、流動式比表面積自動測定装置（株式会社島津製作所製、「micrometrics FlowSorb II 2300」）等が挙げられる。

[0030] 以下に、コロイダルシリカの比表面積から平均粒子径を算出する方法について説明する。コロイダルシリカの形状を真球状であると仮定し、粒子の直径を d （nm）、比重を ρ （g/cm³）とすると、粒子 n 個の表面積 A は、 $A = n \pi d^2$ となる。粒子 n 個の質量 N は、 $N = \rho n \pi d^3 / 6$ となる。比表面積 S は、粉体の単位質量当たりの全構成粒子の表面積で表される。そうすると、粒子 n 個の比表面積 S は、 $S = A / N = 6 / \rho d$ となる。この式に、シリカ粒子の比重 $\rho = 2.2$ を代入し、単位を換算すると、下記式（1）を導き出すことができる。

$$\text{平均粒子径 (nm)} = 2727 / S \text{ (m}^2/\text{g)} \cdots (1)$$

したがって、BET法を用いて測定した比表面積の値を上記式（1）に代入することにより、コロイダルシリカの平均粒子径を求めることができる。

[0031] 砥粒の含有量は、化学機械研磨用水系分散体の全質量に対して、好ましくは0.01質量%以上20質量%以下であり、より好ましくは0.1質量%以上10質量%以下であり、特に好ましくは0.1質量%以上6質量%以下である。

[0032] 1. 2. 鉄酸イオン（FeO₄²⁻）

本実施の形態に係る化学機械研磨用水系分散体は、鉄酸イオン（FeO₄²⁻）

)を含有する。一般的な化学機械研磨用水系分散体では、酸化剤として過酸化水素や過硫酸アンモニウム等の過硫酸塩（ペルオキシ二硫酸塩）が用いられる。過硫酸塩は、化学機械研磨用水系分散体のpHを酸性とすることでペルオキシ二硫酸と同等の酸化作用を示すことが知られている。これらの標準電極に対する酸化還元電位は、それぞれ過酸化水素：1.8V、過硫酸塩（ペルオキシ二硫酸塩）：2.0Vである。これに対して、鉄の酸化数がVI価である鉄酸イオンの標準水素電極に対する酸化還元電位は、2.2Vと高い値を示す。鉄酸イオンは、このような高い酸化還元電位を有することにより、金属膜の表面を強力に酸化させて、金属膜に対する研磨速度を大幅に向上させることができる。

[0033] 鉄酸イオンは、鉄酸カリウム、鉄酸バリウム、鉄酸ナトリウムおよび鉄酸アンモニウム等の鉄酸塩から選択される少なくとも1種を水等の分散媒に溶解させることにより生成する。これらの中でも、半導体装置への残留汚染性および水に対する溶解性の観点から、鉄酸カリウムを用いることが好ましい。

[0034] 鉄酸イオンを用いることにより、従来鉄イオンを含有するスラリーで問題であった、研磨後における被研磨面の鉄イオンの残留汚染を大幅に低減することが可能となる。

[0035] 前述したように、鉄酸イオンは、高い酸化還元電位を有するため、少量の添加で効率的に金属膜の表面を酸化することができる。より詳しくは、化学機械研磨用水系分散体中の鉄酸イオンの濃度が、 10^{-6}mol/L 以上 10^{-2}mol/L 以下であることが好ましく、 10^{-5}mol/L 以上 10^{-4}mol/L 以下であることがより好ましい。鉄酸イオンの濃度が前記範囲にあると、金属膜に対する十分な研磨速度を達成することができると共に、鉄酸イオン由来の残留物の発生を低減させることができる。

[0036] 鉄酸イオンは、強い反応性を有するために化学的に不安定であり、中性から酸性条件下では銅やタングステン等の金属を強力に酸化することができる反面、化学機械研磨用水系分散体としては不安定である。したがって、化学

機械研磨用水系分散体を調製する際、研磨直前に必要な量の鉄酸塩を添加して混合することが、安定した研磨特性を発現させることができ好ましい。なお、鉄酸イオンは、光により分解する性質を有するので、化学機械研磨用水系分散体を保管する場合には遮光することが好ましい。

[0037] 1. 3. 分散媒

本実施の形態に係る化学機械研磨用水系分散体は、分散媒を含有する。分散媒としては、水、水およびアルコールの混合媒体、水および水との相溶性を有する有機溶媒を含む混合媒体等が挙げられる。これらの中でも、水、水およびアルコールの混合媒体を用いることが好ましく、水を用いることがより好ましい。

[0038] 1. 4. その他の添加剤

本実施の形態に係る化学機械研磨用水系分散体は、さらに必要に応じて酸化剤、水溶性重合体、界面活性剤、アミノ酸、錯形成剤、pH調整剤等の添加剤を添加してもよい。以下、各添加剤について説明する。

[0039] 1. 4. 1. 酸化剤

本実施の形態に係る化学機械研磨用水系分散体は、さらに必要に応じて酸化剤を添加してもよい。酸化剤には、金属膜の表面を酸化し研磨液成分との錯化反応を促すことにより、金属膜の表面に脆弱な改質層を作り出し研磨しやすくする効果がある。なお、前述した鉄酸イオンも酸化剤としての機能を有するが、本発明において、「酸化剤」とは、鉄酸イオン以外の成分のことをいう。

[0040] 酸化剤としては、たとえば過硫酸アンモニウム、過硫酸カリウム、過酸化水素、硝酸第二鉄、硝酸二アンモニウムセリウム、硫酸鉄、次亜塩素酸、オゾン、過ヨウ素酸カリウムおよび過酢酸等が挙げられる。これらの酸化剤は、1種単独で用いてもよいし、2種以上を組み合わせ用いてもよい。また、これらの酸化剤のうち、酸化力、保護膜との相性および取扱いやすさ等を考慮すると、過硫酸アンモニウム、過硫酸カリウムおよび過酸化水素から選択される少なくとも1種が好ましい。

[0041] 特にタングステン膜用の化学機械研磨用水系分散体の場合には、過酸化水素および過硫酸アンモニウムから選択される少なくとも1種（以下、「特定酸化剤」ともいう）を含有することが好ましい。化学機械研磨用水系分散体中に過硫酸アンモニウムを添加した場合には、該水系分散体中の水の一部が過硫酸アンモニウムにより酸化されることで過酸化水素を発生するものと考えられる。その結果、当量の過酸化水素を直接添加した場合に比べて効果は弱くなるが、過酸化水素を添加した場合と同様の作用効果が期待できる。

[0042] タングステン膜用の化学機械研磨用水系分散体の場合には、鉄酸イオンと特定酸化剤とを併用することで、下記式（2）で示されるような反応が促進されると考えられる。



このような反応によって、タングステン膜の表面が酸化され、脆弱な改質層をタングステン膜の表面に作り出すことにより、タングステン膜を研磨しやすくする効果があるものと考えられる。以上のように、鉄酸イオンと特定酸化剤とを併用することによる相乗効果によって、それらを単独で使用した場合と比べてタングステン膜に対する研磨速度を大幅に向上させることが可能となる。

[0043] 酸化剤の含有量は、化学機械研磨用水系分散体の全質量に対して、好ましくは0.01質量%以上10質量%以下、より好ましくは0.1質量%以上3質量%以下、特に好ましくは0.5質量%以上1.5質量%以下である。酸化剤の含有量が前記範囲の場合には、前記式（2）で示される反応をより促進させることができるため好ましい。

[0044] 1. 4. 2. 水溶性重合体

本実施の形態に係る化学機械研磨用水系分散体は、さらに必要に応じて水溶性重合体を添加してもよい。水溶性重合体には、被研磨面の表面に吸着し被膜を形成することでディッシング等の発生を抑制し、被研磨面の平坦性をより一層高める効果がある。特に被研磨面にタングステン膜が含まれる場合には、凹凸を有するタングステン膜の表面に容易に吸着して保護膜を形成し

、タングステン膜の研磨をコントロールする作用効果がある。すなわち、適量の水溶性重合体を使用することでタングステン膜の凹部を保護しながら凸部の研磨を進行させて、初期段差を解消させることができる。

[0045] 水溶性重合体としては、特に制限されず、アニオン性重合体、カチオン性重合体、ノニオン性重合体等が挙げられる。アニオン性重合体としては、たとえばポリアクリル酸、ポリメタクリル酸、ポリスチレンスルホン酸、およびこれらの塩等が挙げられる。カチオン性重合体としては、たとえばポリアルキレンイミン、ポリビニルピロリドン、ポリビニルアミン、ポリビニルピリジン、ポリアリルアミン、ポリビニルピペラジン、ポリリジン、ポリビニルイミダゾール等が挙げられる。これらのカチオン性ポリマーの中でも、好ましくはポリアルキレンイミンであり、より好ましくはポリエチレンイミンである。ノニオン性重合体としては、たとえばポリエチレンオキシド、ポリプロピレンオキシド、ポリビニルアルコール、ポリアクリルアミド等が挙げられる。これらの水溶性重合体は、1種単独で用いてもよいし、2種以上を組み合わせ用いてもよい。

[0046] 水溶性重合体の数平均分子量は、好ましくは200以上100万以下、より好ましくは1万以上10万以下である。本発明において「数平均分子量」とは、プルラン換算の値であり、ゲルパーミエーションクロマトグラフィー（カラム型番「Shodex Asahipak GF-710HQ+GF-510HQ+GF-310HQ」昭和電気株式会社製、溶離液「0.2Mモノエタノールアミン水溶液」）にて測定することができる。

[0047] 水溶性重合体の含有量は、化学機械研磨用水系分散体の全質量に対して、好ましくは0.01質量%以上5質量%以下、より好ましくは0.1質量%以上1質量%以下である。水溶性重合体の数平均分子量および含有量が前記範囲にあると、被研磨面にタングステン膜が含まれる場合、タングステン膜の表面に形成された保護膜によって研磨摩擦を適度に低減させることができるので、タングステン膜の平坦性をより一層向上できる。

[0048] 1. 4. 3. 界面活性剤

本実施の形態に係る化学機械研磨用水系分散体は、さらに必要に応じて界面活性剤を添加してもよい。界面活性剤には、化学機械研磨用水系分散体に適度な粘性を付与する効果がある。化学機械研磨用水系分散体の粘度は、25°Cにおいて0.5 mPa・s以上10 mPa・s未満となるように調製することが好ましい。化学機械研磨用水系分散体に適度な粘性を付与することで、研磨パッドへの押し付け圧を効率的かつ均一に被研磨面へ伝達することができるようになり、特に被研磨面の平坦性を改善することができる。

[0049] 界面活性剤としては、特に制限されず、アニオン性界面活性剤、カチオン性界面活性剤、非イオン性界面活性剤等が挙げられる。アニオン性界面活性剤としては、たとえば脂肪酸石鹸、アルキルエーテルカルボン酸塩等のカルボン酸塩；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、 α -オレフィンスルホン酸塩等のスルホン酸塩；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の硫酸エステル塩；アルキルリン酸エステル等のリン酸エステル塩；パーフルオロアルキル化合物等の含フッ素系界面活性剤等が挙げられる。カチオン性界面活性剤としては、たとえば脂肪族アミン塩、脂肪族アンモニウム塩等が挙げられる。非イオン性界面活性剤としては、たとえばアセチレングリコール、アセチレングリコールエチレンオキサイド付加物、アセチレンアルコール等の三重結合を有する非イオン性界面活性剤；ポリエチレングリコール型界面活性剤等が挙げられる。また、ポリビニルアルコール、シクロデキストリン、ポリビニルメチルエーテル、ヒドロキシエチルセルロース等を用いることもできる。前記例示した界面活性剤の中でも、第1研磨工程においてタングステン膜に対する平坦性を保持しながら研磨する観点から、アルキルベンゼンスルホン酸塩が好ましく、ドデシルベンゼンスルホン酸カリウム、ドデシルベンゼンスルホン酸アンモニウムがより好ましい。これらの界面活性剤は、1種単独で用いてもよいし、2種以上を組み合わせ用いてもよい。

[0050] 界面活性剤の含有量は、化学機械研磨用水系分散体の全質量に対して、好

ましくは0.001質量%以上5質量%以下、より好ましくは0.01質量%以上0.5質量%以下、特に好ましくは0.05質量%以上0.2質量%以下である。界面活性剤の含有量が前記範囲にあると、被研磨面におけるディッシングの発生を抑制しながら研磨することができるので、被研磨面の平坦性をより一層向上させることができる。

[0051] 1. 4. 4. アミノ酸

本実施の形態に係る化学機械研磨用水系分散体は、さらに必要に応じてアミノ酸を添加してもよい。アミノ酸は、銅イオンと配位結合を形成しやすい性質を有している。そのため、被研磨面に銅膜が含まれる場合には、アミノ酸が銅膜の表面で配位結合を形成する。この作用により、銅膜の表面荒れを抑制しながら被研磨面の高平坦性を確保することができる。以上のように、アミノ酸は銅膜および銅イオンとの親和性に優れているため、銅膜に対する研磨速度を向上させることができると共に、銅膜の研磨により化学機械研磨用水系分散体中へ溶出した銅イオンと配位結合を形成することにより銅の析出を抑制することができる。化学機械研磨用水系分散体中の銅の析出を抑制することで、銅膜上のスクラッチ等の研磨欠陥の発生を抑制することができる。

[0052] アミノ酸としては、例えば、アラニン、アルギニン、アスパラギン、アスパラギン酸、システイン、グルタミン、グルタミン酸、グリシン、ヒスチジン、イソロイシン、ロイシン、リシン、メチオニン、フェニルアラニン、プロリン、セリン、トレオニン、トリプトファン、チロシン、パリン等が挙げられる。これらのアミノ酸は、1種単独で用いることができるが、2種以上を組み合わせることもできる。

[0053] 本実施の形態に係る化学機械研磨用水系分散体は、前記例示したアミノ酸の中でも、グリシン、アラニンおよびグルタミンから選択される少なくとも1種を含有することが好ましい。グリシン、アラニンおよびグルタミンは、銅イオンと配位結合を形成する作用が前記例示したアミノ酸の中でもより強いため、銅膜に対する研磨速度を大きくする効果がより高いからである。こ

れらの中でも、このような効果が高いグリシンを含有することが特に好ましい。

[0054] アミノ酸の含有量は、化学機械研磨用水系分散体の全質量に対して、好ましくは0.5質量%以上10質量%以下、より好ましくは1質量%以上6質量%以下、特に好ましくは2質量%以上4質量%以下である。

[0055] 1. 4. 5. 錯形成剤

本実施の形態に係る化学機械研磨用水系分散体は、さらに必要に応じて錯形成剤を添加してもよい。錯形成剤は、タングステンと水不溶性錯体を形成し、被研磨面の表面を保護する作用効果を有する。この作用効果により、タングステン膜の凹部を保護しながら凸部の研磨を進行させて、初期段差を解消させることができる。ここで、「水不溶性」とは、実質的に水に溶解しないことを意味し、酸化剤と共存した状態でのウェットエッチング速度が3 nm/分未満であれば水難溶性も含まれる。

[0056] 錯形成剤は、構造中に少なくとも複素環を有する化合物であることが好ましく、構造中に窒素原子を有する複素五員環および複素六員環から選択される少なくとも1種の複素環を1個以上有する化合物であることがより好ましい。前記複素環としては、たとえばピロール構造、イミダゾール構造、トリアゾール構造等の複素五員環；ピリジン構造、ピリミジン構造、ピリダジン構造、ピラジン構造等の複素六員環等が挙げられる。

[0057] かかる複素環は、縮合環を形成していてもよい。このような複素環としては、たとえばインドール構造、イソインドール構造、ベンゾイミダゾール構造、ベンゾトリアゾール構造、キノリン構造、イソキノリン構造、キナゾリン構造、シンノリン構造、フタラジン構造、キノキサリン構造、アクリジン構造等が挙げられる。

[0058] これらの複素環を有する化合物の中でも、ピリジン構造、キノリン構造、ベンゾイミダゾール構造、ベンゾトリアゾール構造を有する化合物であることが好ましい。より具体的には、キノリン酸、キナルジン酸、ベンゾイミダゾール、ベンゾトリアゾールが好ましく、キノリン酸、キナルジン酸がより

好ましい。これらの錯形成剤は、1種単独で用いてもよいし、2種以上を組み合わせて用いてもよい。

[0059] 錯形成剤の含有量は、化学機械研磨用水系分散体の全質量に対して、好ましくは0.01質量%以上10質量%以下であり、より好ましくは0.02質量%以上5質量%以下であり、特に好ましくは0.1質量%以上2質量%以下である。錯形成剤の含有量が前記範囲にあると、タングステン膜の初期段差を解消しながら研磨することができるので、被研磨面の平坦性をより一層向上させることができる。

[0060] 1. 4. 6. pH調整剤

本実施の形態に係る化学機械研磨用水系分散体は、さらに必要に応じてpH調整剤を添加してもよい。pH調整剤としては、たとえば水酸化カリウム、エチレンジアミン、TMAH（テトラメチルアンモニウムヒドロキシド）等の塩基性塩；フタル酸、マレイン酸、クエン酸等の有機酸およびその塩；硝酸、塩酸、硫酸等の無機酸およびその塩等が挙げられる。

[0061] 特に前記例示した2個以上のカルボキシル基を有するpH調整剤は、配線金属だけでなく、バリアメタル膜に使用される安定な多価イオンを生成する金属種に対しても高い配位能力を有するため、配線金属やバリアメタル膜の研磨により発生する多価イオンを安定化し、金属塩の析出を低減することができる。これにより、被研磨面の表面荒れを抑制し高度な平坦性が得られると共に、スクラッチ等の表面欠陥の発生を低減させることができる。

[0062] 1. 5. pH

本実施形態に係る化学機械研磨用水系分散体のpHは、特に制限されないが、好ましくは1以上10以下である。本実施の形態に係る化学機械研磨用水系分散体の使用時には、pHが1以上6以下であることが好ましい。特にタングステン膜用の化学機械研磨用水系分散体のpHが前記範囲にあると、化学機械研磨用水系分散体とタングステン膜との反応性が良好になり、さらに鉄酸イオンが最適な酸化力を示すことができるため好ましい。一方、本実施の形態に係る化学機械研磨用水系分散体を保管しておく場合には、

pHが7以上10以下であることが好ましい。化学機械研磨用水系分散体のpHが前記範囲の塩基性であると、鉄酸イオンの分解を抑制でき、化学機械研磨用水系分散体の保存安定性を高めることができるため好ましい。

[0063] 1. 6. 用途

本実施の形態に係る化学機械研磨用水系分散体の用途の一つとしては、半導体装置の配線を形成する銅膜を研磨するための研磨材としての用途が挙げられる。具体的には、Cuダマシ配線を形成する際の研磨材として使用することができる。研磨によってCuダマシ配線を形成する工程は、主として銅膜の除去を行う第1研磨工程と、主として銅膜の下部に形成された導電性バリアメタル膜を除去する第2研磨工程と、からなるが、当該化学機械研磨用水系分散体は第1研磨工程に用いると効果的である。なお、本実施の形態に係る化学機械研磨用水系分散体は、金属膜に対する高研磨速度と高平坦性を両立させることが可能なため、第2研磨工程に用いることもできる。

[0064] また、第1研磨工程は、堆積させた銅膜をバリアメタル膜が露出する直前まで高速で研磨する工程（バルク研磨工程）と、バルク研磨工程において残留した銅膜をバリアメタル膜が露出するまで研磨する工程（ファイン研磨工程）と、に分けて実施されることがある。本実施の形態に係る化学機械研磨用水系分散体は、平坦性を維持しながら配線材料たる銅膜を高速で研磨することができるため、バルク研磨工程に用いると効果的である。

[0065] 本実施の形態に係る化学機械研磨用水系分散体のもう一つの用途としては、半導体装置の配線を形成するタングステン膜を研磨するための研磨材としての用途が挙げられる。具体的には、ビア接続用タングステンプラグを形成する際の化学機械研磨工程に使用することができる。

[0066] 被処理体としては、ビアホールを有する絶縁膜と、前記絶縁膜上にバリアメタル膜を介して設けられたタングステン膜と、を含む被処理体等が挙げられる。かかる被処理体の化学機械研磨工程は、主としてタングステン膜を除去する第1研磨工程と、主としてその下部に形成されたタングステン膜、バリアメタル膜および絶縁膜を同時に研磨する第2研磨工程と、からなるが

、本実施の形態に係る化学機械研磨用水系分散体は、タングステン膜に対する高研磨速度を有する観点から第 1 研磨工程に用いると効果的である。なお、本実施の形態に係る化学機械研磨用水系分散体は、タングステン膜および酸化シリコン膜に対する非選択的研磨性を有するため、第 2 研磨工程に用いてもよい。

[0067] 2. 化学機械研磨方法

本実施の形態に係る化学機械研磨方法は、前述した本発明に係る化学機械研磨用水系分散体を用いて銅膜またはタングステン膜を含む半導体基板（ウエハなど）を研磨することを特徴とする。以下、本実施の形態に係る化学機械研磨方法の第 1 の具体例および第 2 の具体例について、図面を用いて詳細に説明する。

[0068] 2. 1. 第 1 の具体例

2. 1. 1. 被処理体

図 1 は、第 1 の具体例に係る化学機械研磨方法の使用に適した被処理体を模式的に示した断面図である。被処理体 100 は、以下の工程（1）ないし（4）を経ることにより形成される。

[0069] （1）まず、図 1 に示すように、基体 10 を用意する。基体 10 は、たとえばシリコン基板とその上に形成された酸化シリコン膜とから構成されていてもよい。さらに、基体 10 には、（図示しない）トランジスタ等の機能デバイスが形成されていてもよい。次に、基体 10 の上に、CVD 法または熱酸化法を用いて絶縁膜である酸化シリコン膜 12 を形成させる。

[0070] （2）次に、酸化シリコン膜 12 をパターニングする。得られたパターンをマスクとして、フォトリソグラフィー法により酸化シリコン膜 12 に配線用溝 14 を形成させる。

[0071] （3）次に、スパッタを適用して酸化シリコン膜 12 の表面および内壁面にバリアメタル膜 16 を形成させる。銅膜と酸化シリコン膜 12 との電氣的接触はあまり良好でないが、バリアメタル膜 16 を介在させることで良好な電氣的接触を実現している。バリアメタル膜 16 の材料としては、タンタル

、窒化タンタル、チタン、窒化チタン等が挙げられる。

[0072] (4) 次に、CVD法を適用して銅膜18を形成させる。銅膜18を形成する銅は、純銅だけでなく、銅-シリコン、銅-アルミニウム等の銅を95重量%以上含有する合金を含む。

[0073] 2. 1. 2. 研磨方法

2. 1. 2. 1. 第1研磨工程

図2は、第1の具体例の第1研磨工程終了時での被処理体を模式的に示した断面図である。図2に示すように、第1研磨工程は、前述した本発明に係る化学機械研磨用水系分散体を用いてバリアメタル膜16が露出するまで銅膜18を研磨する工程である。本工程によれば、前述した化学機械研磨用水系分散体を用いることで、被処理体100の金属汚染を低減させると共に、銅膜18に対する高研磨速度と被研磨面における高平坦性とを両立させることができる。

[0074] 2. 1. 2. 2. 第2研磨工程

図3は、第1の具体例の第2研磨工程終了時での被処理体を模式的に示した断面図である。図3に示すように、第2研磨工程は、化学機械研磨用水系分散体を用いて酸化シリコン膜12が露出するまでバリアメタル膜16および銅膜18を研磨する工程である。なお、前述した本発明に係る化学機械研磨用水系分散体は、金属膜に対する高研磨速度と高平坦性を両立させることが可能なため、第2研磨工程に用いてもよい。

[0075] 2. 2. 第2の具体例

2. 2. 1. 被処理体

図4は、第2の具体例に係る化学機械研磨方法の使用に適した被処理体を模式的に示した断面図である。被処理体200は、以下の工程(1)ないし(4)を経ることにより形成される。

[0076] (1) まず、図4に示すように、基体11を用意する。基体11は、たとえばシリコン基板とその上に形成された酸化シリコン膜とから構成されていてもよい。さらに、基体11には、(図示しない)トランジスタ等の機能デ

バイスが形成されていてもよい。次に、基体 11 の上に、CVD 法または熱酸化法を用いて絶縁膜である酸化シリコン膜 13 を形成させる。

[0077] (2) 次に、酸化シリコン膜 13 をパターンニングする。得られたパターンをマスクとして、フォトリソグラフィ法により酸化シリコン膜 13 にヴィアホール 15 を形成させる。

[0078] (3) 次に、スパッタを適用して酸化シリコン膜 13 の表面および内壁面にバリアメタル膜 17 を形成させる。タングステン膜と酸化シリコン膜 13 との電氣的接触はあまり良好でないが、バリアメタル膜 17 を介在させることで良好な電氣的接触を実現している。バリアメタル膜 17 の材料としては、タンタル、窒化タンタル、チタン、窒化チタン等が挙げられる。

[0079] (4) 次に、CVD 法を適用してタングステン膜 19 を形成させる。

[0080] 2. 2. 2. 化学機械研磨方法

2. 2. 2. 1. 第 1 研磨工程

図 5 は、第 2 の具体例の第 1 研磨工程終了時での被処理体を模式的に示した断面図である。図 5 に示すように、第 1 研磨工程は、前述した本発明に係る化学機械研磨用水系分散体を用いてバリアメタル膜 17 が露出するまでタングステン膜 19 を研磨する工程である。本工程によれば、前述した本発明に係る化学機械研磨用水系分散体を用いることで、被処理体 200 の金属汚染を抑制すると共に、タングステン膜 19 に対する高研磨速度と被研磨面における高平坦性とを両立させることができる。

[0081] 2. 2. 2. 2. 第 2 研磨工程

図 6 は、第 2 の具体例の第 2 研磨工程終了時での被処理体を模式的に示した断面図である。図 6 に示すように、第 2 研磨工程は、化学機械研磨用水系分散体を用いて酸化シリコン膜 13 が露出するまでバリアメタル膜 17 およびタングステン膜 19 を研磨する工程である。なお、前述した本発明に係る化学機械研磨用水系分散体は、タングステン膜および酸化シリコン膜に対する非選択的研磨性を有するため、第 2 研磨工程に用いてもよい。本発明に係る化学機械研磨用水系分散体を第 2 研磨工程に用いることで、極めて平坦性

に優れた仕上げ面を得ることができる。

[0082] 2. 3. 化学機械研磨装置

前述した第1研磨工程および第2研磨工程には、例えば図7に示すような研磨装置300を用いることができる。図7は、研磨装置300を模式的に示した斜視図である。各研磨工程は、スラリー供給ノズル42からスラリー（化学機械研磨用水系分散体）44を供給し、かつ研磨布46が貼付されたターンテーブル48を回転させながら、半導体基板50を保持したキャリアーヘッド52を当接させることにより行う。なお、図7には、水供給ノズル54およびドレッサー56も併せて示してある。

[0083] キャリアーヘッド52の研磨荷重は、0.7~70psiの範囲内で選択することができ、好ましくは2.1~35psiである。また、ターンテーブル48およびキャリアーヘッド52の回転数は10~400rpmの範囲内で適宜選択することができ、好ましくは30~150rpmである。スラリー供給ノズル42から供給されるスラリー（研磨用組成物）44の流量は、10~1,000mL/分の範囲内で選択することができ、好ましくは50~400mL/分である。

[0084] 市販の研磨装置として、たとえば荏原製作所社製、形式「EPO-112」、「EPO-222」；ラップマスターSFT社製、型式「LGP-510」、「LGP-552」；アプライドマテリアル社製、型式「Mirra」、「Reflection」等が挙げられる。

[0085] 3. 化学機械研磨用水系分散体調製用キット

本実施の形態に係る化学機械研磨用水系分散体は、純水に砥粒、鉄酸イオンを形成する化合物、およびその他の添加剤を直接添加して混合・攪拌することにより調製することができる。このようにして得られた化学機械研磨用水系分散体をそのまま使用してもよいが、各成分を高濃度で含有する（濃縮された）化学機械研磨用水系分散体を調製し、使用時に所望の濃度に希釈して使用してもよい。

[0086] また、上記成分のいずれかを含む複数の液（たとえば2つまたは3つの液

)を調製し、これらを使用時に混合して使用するキットとすることもできる。上記成分のいずれかを含む複数の液に分けておくことで、貯蔵安定性を向上させることができる。この場合、複数の液を混合して化学機械研磨用水系分散体を調製した後、これを化学機械研磨装置に供給してもよいし、複数の液を個別に化学機械研磨装置に供給して定盤上で化学機械研磨用水系分散体を調製してもよい。

[0087] 以下、本発明に係る化学機械研磨用水系分散体調製用キットとして、最も好ましい実施の形態について説明する。

[0088] 本発明の一実施の形態に係る化学機械研磨用水系分散体調製用キットは、前述した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、鉄酸イオン (FeO_4^{2-}) および水を含有する第1組成物と、砥粒および分散媒を含有する第2組成物と、を含むことを特徴とする。

[0089] 第1組成物は、鉄酸カリウム、鉄酸バリウム、鉄酸ナトリウムおよび鉄酸アンモニウム等の鉄酸塩から選択される少なくとも1種を水に溶解させることにより調製することができる。第1組成物中に含有される鉄酸イオンは、中性から酸性条件下では特に不安定である。そのため、第1組成物のpHは、7以上10以下であることが好ましく、8以上10以下であることがより好ましい。また、鉄酸イオンは光により分解する性質を有するので、第1組成物を保管する場合には遮光性の容器等に入れて保管することが好ましい。なお、第1組成物には、鉄酸イオンと他の成分との反応や鉄酸イオンの分解を防ぐ観点から、その他の添加剤を添加しないことが望ましい。

[0090] 第2組成物は、分散媒中に砥粒を添加することにより調製することができる。第2組成物には、砥粒の分散安定性を損なわない範囲でその他の添加剤を添加してもよい。

[0091] かかる化学機械研磨用水系分散体調製用キットによれば、化学的に不安定な鉄酸イオン (FeO_4^{2-}) を他の成分と分離して保管しておくことで、鉄酸イオン (FeO_4^{2-}) の分解を抑制することができる。使用する直前に第1組成物と第2組成物とを混合して化学機械研磨用水系分散体を調製すれば、化

学機械研磨用水系分散体の性能を最大限に発揮することができる。

[0092] また、本実施の形態に係る化学機械研磨用水系分散体調製用キットには、過酸化水素、過硫酸カリウムおよび過硫酸アンモニウムから選択される少なくとも1種を水に溶解させることにより調製された第3組成物を含めてもよい。なお、第3組成物には、酸化剤と他の成分との反応や酸化剤の分解を防ぐ観点から、その他の添加剤を添加しないことが望ましい。

[0093] なお、第1組成物と第3組成物とは、できる限り化学機械研磨を実施する直前に混合し、かつ混合後短時間で使用することが好ましい。混合してから化学機械研磨を実施するまでの時間は、好ましくは1秒後から7日後、より好ましくは1秒後から1時間後である。また、古い混合液と新しい混合液とを混合して使用することは品質上好ましくないので、ライン混合またはバッチ混合することが望ましい。

[0094] 4. 実施例

以下、本発明を実施例により説明するが、本発明はこれらの実施例により何ら限定されるものではない。

[0095] 4. 1. 化学機械研磨用水系分散体の調製

4. 1. 1. コロイダルシリカ水分散体の調製

3号水硝子（シリカ濃度24質量%）を水で希釈し、シリカ濃度3.0質量%の希釈ケイ酸ナトリウム水溶液を得た。この希釈ケイ酸ナトリウム水溶液を、水素型陽イオン交換樹脂層を通過させ、ナトリウムイオンの大部分を除去したpH3.1の活性ケイ酸水溶液を得た。その後、すぐに攪拌下10質量%水酸化カリウム水溶液を加えてpHを7.2に調整し、さらに続けて加熱し沸騰させて3時間熱熟成した。得られた水溶液に、先にpHを7.2に調整した活性ケイ酸水溶液の10倍量を少量ずつ添加し、コロイダルシリカを成長させた。

[0096] 次に、前記コロイダルシリカを含有する分散体水溶液を減圧濃縮し、シリカ濃度：32.0質量%、pH：9.8であるコロイダルシリカ水分散体を得た。このコロイダルシリカ水分散体を、再度水素型陽イオン交換樹脂層を

通過させ、ナトリウムの大部分を除去した後、10質量%の水酸化カリウム水溶液を加え、シリカ粒子濃度：28.0質量%、pH：10.0であるコロイダルシリカ水分散体（a）を得た。

[0097] BET法を用いて測定した比表面積から算出した平均粒子径は、45nmであった。なお、BET法によるコロイダルシリカ粒子の表面積測定では、シリカ粒子分散体を濃縮・乾固して回収されたコロイダルシリカを測定した値を用いた。なお、比表面積の測定には、流動式比表面積自動測定装置（株式会社島津製作所製、「micrometrics FlowSorb I I 2300」）を使用した。

[0098] さらに、熱熟成の時間、塩基性化合物の種類および添加量などをコントロールしながら上記と同様の方法により、BET法を用いて測定した比表面積から算出した平均粒子径が80nmのコロイダルシリカ水分散体（b）を得た。

[0099] 4. 1. 2. 化学機械研磨用水系分散体の調製

イオン交換水50質量部、シリカに換算して3質量部に相当するコロイダルシリカ水分散体（a）、シリカに換算して3質量部に相当するコロイダルシリカ水分散体（b）、鉄酸カリウム0.006質量部、マレイン酸0.1質量部をポリエチレン製の瓶に入れて15分間攪拌した。この際、鉄酸カリウムは、Ferrate Treatment Technologies社製の鉄酸製造機である「Ferrator」を用いて準備した。最後に、全成分の合計量が100質量部となるようにイオン交換水をポリエチレン製の瓶に加えた後、孔径1 μ mのフィルターで濾過することにより、化学機械研磨用水系分散体Aを得た。

[0100] また、鉄酸カリウムを表1に示す成分・添加量に変更し、添加剤の種類を表1に示す成分・添加量に変更したこと以外は、化学機械研磨用水系分散体Aの調製方法と同様にして化学機械研磨用水系分散体B～Xを得た。

[0101] 4. 2. 化学機械研磨用水系分散体の評価試験

4. 2. 1. 銅膜における評価試験

4. 2. 1. 1. 銅膜の研磨速度評価

研磨装置（アプライド・マテリアルズ社製、型式「M i r r a」）に多孔質ポリウレタン製研磨パッド（ロデル・ニッタ社製、品番「I C 1 0 0 0」）を装着し、研磨用組成物A～Lのいずれか1種を供給しつつ、下記の研磨速度測定用基板につき、下記の研磨条件にて30秒間研磨処理を行い、下記の手法によって研磨速度を算出した。

（a）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15,000Åの銅膜が設けられたもの。

（b）研磨条件

- ・ キャリアーヘッド回転数：100rpm
- ・ ターンテーブル回転数：100rpm
- ・ キャリアーヘッド荷重：3.5psi
- ・ 研磨用組成物の供給速度：200mL/分

この場合における研磨用組成物の供給速度とは、全供給液の供給量の合計を単位時間当たりで割り付けた値をいう。

（c）研磨速度の算出方法

電気伝導式膜厚測定器（ケーエルエー・テンコール社製、形式「オムニマップRS75」）を用いて、研磨処理前後の膜厚を測定し、研磨されて減少した膜厚と研磨時間とから研磨速度を算出した。この結果を表1に併せて示す。

銅膜に対する研磨速度は、以上の条件において50nm/分以上であることが好ましく、この場合には表1中の評価の欄に「○」と表記した。また、銅膜に対する研磨速度が50nm/分未満である場合には、実デバイスへの適応が不可であるとして、表中の評価の欄に「×」と表記した。

[0102] 4. 2. 1. 2. パターン付きウエハの平坦性評価

配線パターンとなる溝が形成されたパターンウエハの化学機械研磨では、局所的に過剰に研磨される箇所が発生することが知られている。これは、化

学機械研磨前のパターンウエハ表面には配線パターンとなる溝を反映した凹凸が金属膜の表面に形成されており、化学機械研磨を行う場合にパターン密度に応じて局所的に高い圧力がかかり、その部分の研磨速度が速くなるためである。このため、半導体基板に模したパターンウエハを研磨して評価することにより、本実施例に係る化学機械研磨用水系分散体の実際に使用する状態における研磨特性を確認した。

[0103] 下記のパターン付きウエハにつき、研磨時間を1分としたこと以外は、前記「4. 2. 1. 1. 銅膜の研磨速度評価」における研磨条件と同様に研磨処理を行い、下記の手法によって平坦性および欠陥の有無を評価した。その結果を表1に併せて示す。

(1) パターン付き基板

400nmのPETEOS膜が成膜された8inchウエハを、「SEMATECH854」パターンに加工して深さ400nmの溝パターンを形成後、25nmのTi/TiN膜を積層し、さらに600nmの銅膜を積層したテスト用の基板（SEMATECH INTERNATIONAL社製）を用いた。

(2) 平坦性評価

研磨処理工程後のパターン付きウエハの被研磨面につき、高解像度プロファイラー（KLAテンコール社製、形式「HRP240ETCH」）を用いて、銅配線幅（ライン、L）／絶縁膜幅（スペース、S）がそれぞれ100 μ m／100 μ mの銅配線部分におけるディッシング量（nm）を測定した。ディッシング量は、0～100nmであることが好ましいと判断でき、0～90nmであることがより好ましく、特に好ましくは0～60nmである。

ディッシング量が0～100nmである場合には表1中の評価の欄に「○」と表記した。また、ディッシング量が100nm以上である場合には、実デバイスへの適応が不可であるとして、表中の評価の欄に「×」と表記した。

[0104] 4. 2. 1. 3. 銅膜の残留鉄量評価

前記「4. 2. 1. 1. 銅膜の研磨速度評価」における（a）研磨速度測定基板および（b）研磨条件を同様に用いて研磨を行い、下記のようにして銅膜の残留鉄量を評価した。残留鉄量は、全反射蛍光X線分析装置（リガク社製、「TXRF V300」）を用いて、被研磨面の表面分析を行った。具体的には、研磨した8インチウェハの中心から60mmの部位に8キロeVのX線を照射して、その部位から発生した蛍光X線の波長から元素の種類および強度から濃度・量を見積もることができる。鉄系の化合物を添加剤として含有しているため鉄存在時に特異的に現れる0.3nmの蛍光X線の強度から前記の検出濃度が得られた。この結果を表1に併せて示す。残留鉄量は、 $0.2 \times 10^{10} \text{ atoms/cm}^2$ 以下であることがデバイスの性能上好ましい。この場合には表中の評価の欄に「○」と表記した。また、 $0.20 \times 10^{10} \text{ atoms/cm}^2$ を超える場合には、実デバイスへの適用が不可であるとして、表中の評価の欄に「×」と表記した。

[0105]

[0106] 4. 2. 2. タングステン膜における評価試験

4. 2. 2. 1. タングステン膜の研磨速度評価

化学機械研磨装置（アプライド・マテリアルズ社製、型式「M i r r a」）に多孔質ポリウレタン製研磨パッド（ロデル・ニッタ社製、品番「I C 1 0 0 0」）を装着し、化学機械研磨用水系分散体M～Xのいずれか1種を供給しつつ、下記の研磨速度測定用基板につき、下記の研磨条件にて30秒間研磨処理を行い、下記の手法によって研磨速度を算出した。

（a）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8,000Åのタングステン膜が設けられたもの。

（b）研磨条件

- ・ キャリアーヘッド回転数：80rpm
- ・ ターンテーブル回転数：80rpm
- ・ キャリアーヘッド荷重：3.5psi
- ・ 化学機械研磨用水系分散体の供給速度：120mL/分

この場合における化学機械研磨用水系分散体の供給速度とは、全供給液の供給量の合計を単位時間当たりで割り付けた値をいう。

（c）研磨速度の算出方法

電気伝導式膜厚測定器（ケーエルエー・テンコール社製、形式「オムニマップRS75」）を用いて、研磨処理前後の膜厚を測定し、研磨されて減少した膜厚と研磨時間とから研磨速度を算出した。この結果を表2に併せて示す。

タングステン膜に対する研磨速度は、以上の条件において40nm/分以上であることが好ましく、この場合には表1中の評価の欄に「○」と表記した。さらに、100nm/分以上であることがより好ましく、この場合には表1中の評価の欄に「◎」と表記した。一方、タングステン膜に対する研磨速度が40nm/分未満である場合には、実デバイスへの適応が不可であるとして、表中の評価の欄に「×」と表記した。

[0107] 4. 2. 2. 2. パターン付きウエハの平坦性評価

下記のパターン付きウエハにつき、研磨時間を1分としたこと以外は、前記「4. 2. 2. 1. タングステン膜の研磨速度評価」における研磨条件と同様に研磨処理を行い、下記の手法によって平坦性および欠陥の有無を評価した。その結果を表2に併せて示す。

(1) パターン付き基板

400nmのPETEOS膜が成膜された8inchウエハを、「SEMATECH854」パターンに加工して深さ400nmの溝パターンを形成後、25nmのTi/TiN膜を積層し、さらに600nmのタングステン膜を積層したテスト用の基板（SEMATECH INTERNATIONAL製）を用いた。

(2) 平坦性評価

研磨処理工程後のパターン付きウエハの被研磨面につき、高解像度プロファイラー（KLAテンコール社製、形式「HRP240ETCH」）を用いて、タングステン配線幅（ライン、L）／絶縁膜幅（スペース、S）がそれぞれ100 μ m／100 μ mのタングステン配線部分におけるディッシング量（nm）を測定した。ディッシング量は、0～100nmであることが好ましいと判断でき、0～90nmであることがより好ましく、0～60nmであることが特に好ましい。ディッシング量が0～100nmである場合には表1中の評価の欄に「○」と表記した。また、平坦性100nm以上である場合には、実デバイスへの適応が不可であるとして、表中の評価の欄に「×」と表記した。

[0108] 4. 2. 3. タングステン膜の残留鉄量評価

前記「4. 2. 2. 1. タングステン膜の研磨速度評価」における（a）研磨速度測定基板および（b）研磨条件を同様に用いて研磨を行い、前記「4. 2. 1. 3. 銅膜の残留鉄量評価」と同様にしてタングステン膜の残留鉄量を評価した。

[0109]

[表2]

化学機械研磨用水系分散体の種類		実施例10	実施例11	実施例12	実施例13	実施例14	実施例15	実施例16	実施例17	比較例4	比較例5	比較例6	比較例7
		M	N	O	P	Q	R	S	T	U	V	W	X
砥粒	コロイダルシリカ(a) 含有量(質量部)	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0
	コロイダルシリカ(b) 含有量(質量部)	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0
鉄酸カリウム	含有量(質量部)	0.006	0.0006	0.6	3	6	0.006	0.006	0.006	—	—	—	—
	化学機械研磨用水系分散体 中の鉄酸イオン濃度(mol/L)	2.0×10^{-5}	2.0×10^{-6}	2.0×10^{-3}	1.0×10^{-2}	2.0×10^{-2}	2.0×10^{-5}	2.0×10^{-5}	2.0×10^{-5}	2.0×10^{-5}	—	—	—
特定酸化剤	種類	過酸化水素	過酸化水素	過酸化水素	過酸化水素	過酸化水素	過酸化水素	過酸化水素	過酸化水素 アンモニウム	—	—	—	過酸化水素
	含有量(質量部)	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	—	—	6.0
その他の添加剤	種類	マレイン酸	マレイン酸	マレイン酸	マレイン酸	マレイン酸	マレイン酸	マレイン酸	マレイン酸	マレイン酸	マレイン酸	マレイン酸	マレイン酸
	含有量(質量部)	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
	種類	—	—	—	—	—	マロン酸	ケリリン	—	硝酸第二鉄	硝酸第二鉄	—	—
	含有量(質量部)	—	—	—	—	—	0.1	0.1	0.1	0.006	6.0	—	—
pH		2.1	2.1	2.2	2.4	2.4	1.7	2.1	2.1	2.1	2.1	2.1	2.1
	研磨速度(nm/分)	300	70	600	800	1000	320	310	90	30	200	10	30
平坦性評価	判定	◎	○	◎	◎	◎	◎	◎	○	×	◎	×	×
	ディッピング(nm)	30	10	60	80	95	30	30	20	0	25	0	0
残留鉄評価	判定	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
	鉄濃度($\times 10^{10}$ atoms/cm ²)	0.2以下	0.2以下	0.2以下	0.2	0.2	0.2以下	0.2以下	0.2以下	0.2以下	10.16	0.2以下	0.2以下
	判定	○	○	○	○	○	○	○	○	○	×	○	○

[0110] 4. 3. 評価結果

4. 3. 1. 銅膜における評価結果

実施例 1～5 の化学機械研磨用水系分散体を用いた場合には、銅膜の研磨において高研磨速度が達成されると共に、残留鉄分が十分少ない被研磨面を得ることができた。なお、実施例 1～5 の結果より、鉄酸イオン濃度が大きくなるにつれて、銅膜に対する研磨速度が大きくなることが判明した。

[0111] 実施例 6～7 の化学機械研磨用水系分散体は、実施例 1 にマロン酸やグリシンをさらに添加した組成に該当する。実施例 6～7 の化学機械研磨用水系分散体を用いた場合においても、実施例 1 とほぼ同等の性能を得ることができた。

[0112] 実施例 8～9 の化学機械研磨用水系分散体は、実施例 1 に酸化剤として過酸化水素や過硫酸アンモニウムをさらに添加した組成に該当する。実施例 8～9 の化学機械研磨用水系分散体を用いた場合には、実施例 1 よりも銅膜に対する研磨速度をさらに大きくすることができた。

[0113] 比較例 1～2 の化学機械研磨用水系分散体は、鉄酸カリウムに代えて硝酸第二鉄を添加した組成に該当する。比較例 1 の化学機械研磨用水系分散体における硝酸第二鉄の含有量は、実施例 1 の化学機械研磨用水系分散体における鉄酸カリウムの含有量と同等の 0.006 質量部であった。しかしながら、硝酸第二鉄では、銅膜に対する研磨速度が 20 nm/分となり十分な研磨速度が得られなかった。一方、比較例 2 の化学機械研磨用水系分散体における硝酸第二鉄の含有量は 6 質量部であったため、銅膜に対する十分な研磨速度が得られたものの、鉄分の残留汚染が発生した。

[0114] 比較例 3 の化学機械研磨用水系分散体は、鉄酸カリウムや硝酸第二鉄を添加しなかったため、銅膜に対する十分な研磨速度が得られなかった。

[0115] 4. 3. 2. タングステン膜における評価結果

実施例 10～14 の化学機械研磨用水系分散体を用いた場合には、タングステン膜の研磨において高研磨速度が達成されると共に、残留鉄分が十分少ない被研磨面を得ることができた。なお、実施例 10～14 の結果より、鉄

酸イオン濃度が大きくなるにつれて、タングステン膜に対する研磨速度が大きくなることが判明した。

[0116] 実施例 15～16 の化学機械研磨用水系分散体は、実施例 10 にマロン酸やグリシンをさらに添加した組成に該当する。実施例 15～16 の化学機械研磨用水系分散体を用いた場合においても、実施例 10 とほぼ同等の性能を得ることができた。

[0117] 実施例 17 の化学機械研磨用水系分散体は、酸化剤として過硫酸アンモニウムを添加した組成に該当する。実施例 17 の結果から、当量の過酸化水素を添加した場合に比べてタングステン膜に対する研磨速度の向上が小さくなることが推測されたが、実デバイスへの適用は可能であることが判明した。

[0118] 比較例 4～5 の化学機械研磨用水系分散体は、鉄酸カリウムに代えて硝酸第二鉄を添加した組成に該当する。比較例 4 の化学機械研磨用水系分散体における硝酸第二鉄の含有量は、実施例 10 の化学機械研磨用水系分散体における鉄酸カリウムの含有量と同等の 0.006 質量部であった。しかしながら、硝酸第二鉄では、タングステン膜に対する研磨速度が 30 nm/分となり十分な研磨速度が得られなかった。一方、比較例 5 の化学機械研磨用水系分散体における硝酸第二鉄の含有量は 6 質量部であったため、タングステン膜に対する十分な研磨速度が得られたものの、鉄分の残留汚染が発生した。

[0119] 比較例 6 の化学機械研磨用水系分散体は、鉄酸カリウムや硝酸第二鉄を添加しなかったため、タングステン膜に対する十分な研磨速度が得られなかった。

[0120] 比較例 7 の化学機械研磨用水系分散体は、鉄酸カリウムを添加せずに、一般的な酸化剤である過酸化水素のみを添加した組成に該当する。この場合には、タングステン膜に対する研磨速度が 30 nm/分となり十分な研磨速度が得られなかった。

[0121] なお、本発明に係る研磨用組成物は、Cu、Al、Ti、TiN、Ta、Ta₂N₃、V、Mo、Ru、Zr、Mn、Ni、Fe、Ag、Mg、MnまたはSiからなる層、これらの元素または化合物からなる層を含む積層構造、

あるいは実質的にバリアメタルが存在しないような構造の研磨に対しても有効であると期待される。

符号の説明

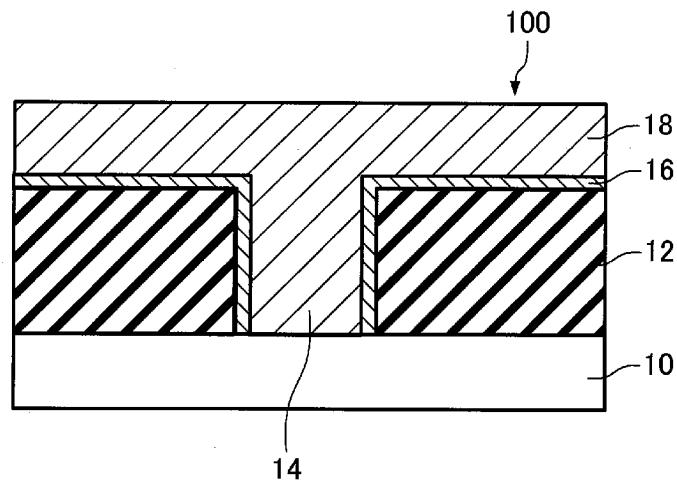
[0122] 10・11…基体、12・13…酸化シリコン膜、14…配線用溝、15…
ビアホール、16・17…バリアメタル膜、18…銅膜、19…タンゲス
テン膜、42…スラリー供給ノズル、44…スラリー（研磨用組成物）、4
6…研磨布、48…ターンテーブル、50…半導体基板、52…キャリアー
ヘッド、54…水供給ノズル、56…ドレッサー、100・200…被処理
体、300…化学機械研磨装置

請求の範囲

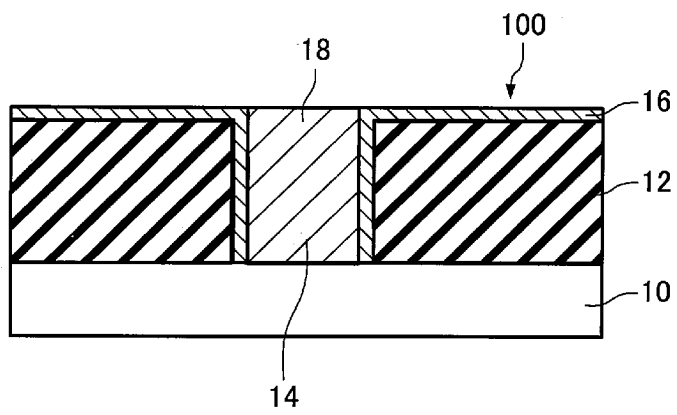
- [請求項1] 砥粒と、
鉄酸イオン (FeO_4^{2-}) と、
分散媒と、
を含有する、化学機械研磨用水系分散体。
- [請求項2] 請求項1において、
前記鉄酸イオン (FeO_4^{2-}) の濃度が、 10^{-6}mol/L 以上 10^{-2}mol/L 以下である、化学機械研磨用水系分散体。
- [請求項3] 請求項1または請求項2において、
前記砥粒が、コロイダルシリカである、化学機械研磨用水系分散体。
- [請求項4] 請求項1ないし請求項3のいずれか一項において、
過酸化水素、過硫酸カリウムおよび過硫酸アンモニウムから選択される少なくとも1種をさらに含有する、化学機械研磨用水系分散体。
- [請求項5] 銅膜またはタングステン膜を含む半導体基板の研磨に用いられる、
請求項1ないし請求項4のいずれか一項に記載の化学機械研磨用水系分散体。
- [請求項6] 砥粒と、鉄酸塩と、分散媒と、を混合して作製される、請求項1ないし請求項5のいずれか一項に記載の化学機械研磨用水系分散体。
- [請求項7] 請求項1ないし請求項6のいずれか一項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、
鉄酸イオンおよび水を含有する第1組成物と、
砥粒および分散媒を含有する第2組成物と、
を含む、化学機械研磨用水系分散体調製用キット。
- [請求項8] 請求項7において、
過酸化水素、過硫酸カリウムおよび過硫酸アンモニウムから選択される少なくとも1種、ならびに水を含有する第3組成物をさらに含む、
化学機械研磨用水系分散体調製用キット。

[請求項9] 請求項 1 ないし請求項 6 のいずれか一項に記載の化学機械研磨用水系分散体を用いて、銅膜またはタングステン膜を含む半導体基板を研磨する、化学機械研磨方法。

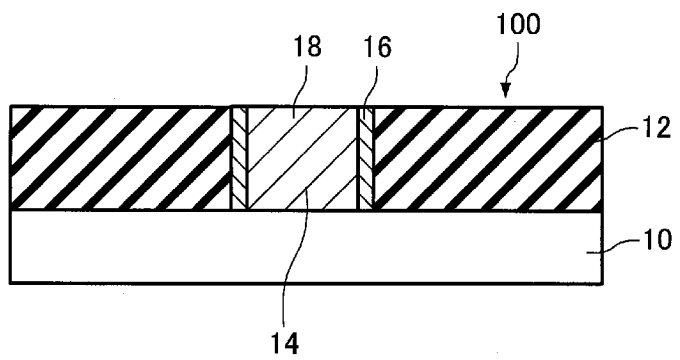
[図1]



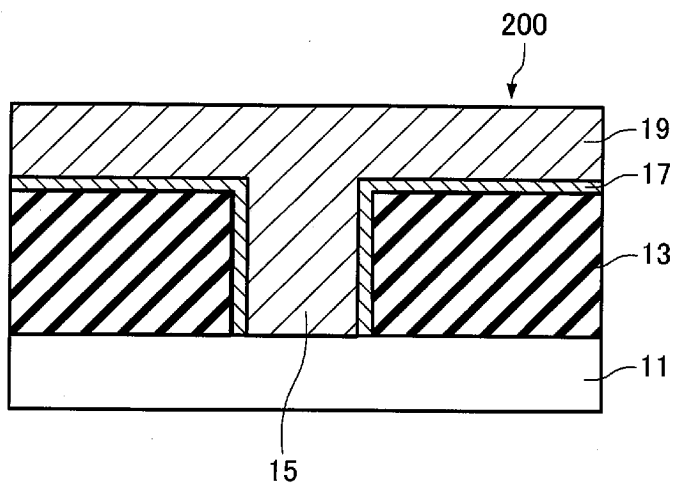
[図2]



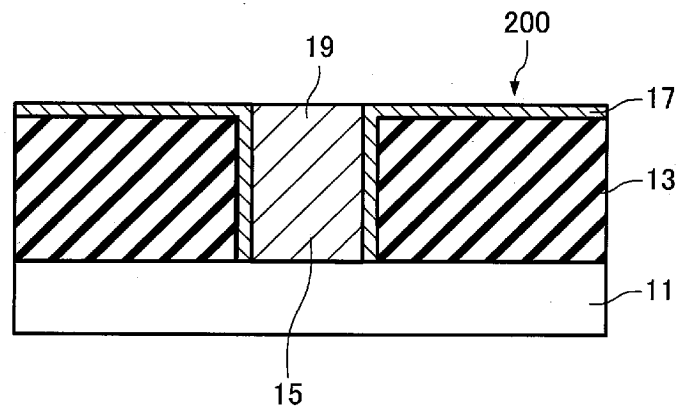
[図3]



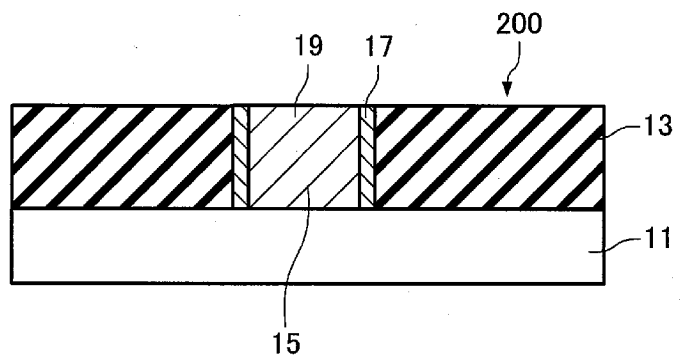
[図4]



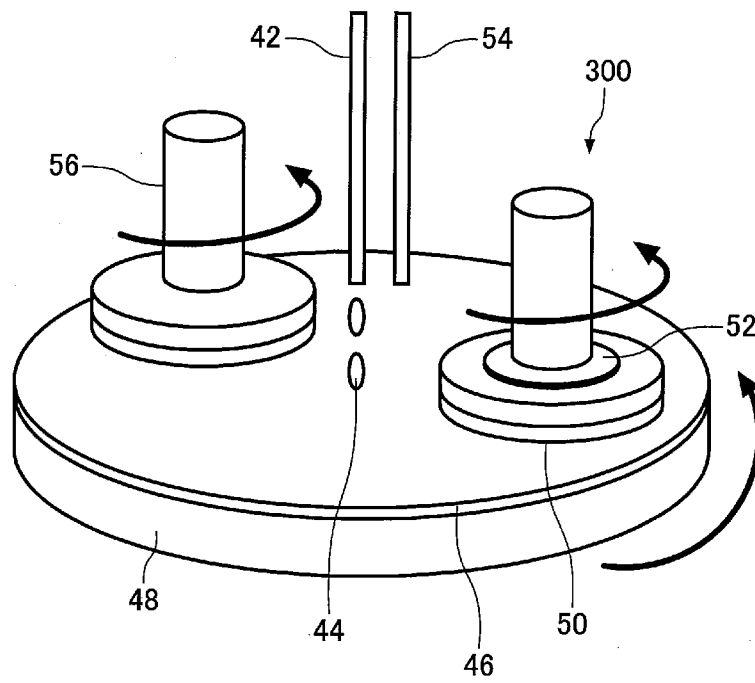
[図5]



[図6]



[図7]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2011/050917

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

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. FIELDS SEARCHED

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	1996-2011
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2011	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2011

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 Y	WO 2009/111001 A2 (CABOT MICROELECTRONICS CORP.), 11 September 2009 (11.09.2009), paragraphs [0018], [0020], [0021], [0029], [0030] & US 2008/0153292 A1 & US 2008/0057713 A1 & US 2008/0153293 A1 & WO 2009/111001 A2 & WO 2008/030420 A1 & KR 10-2009-0051263 A & CN 101512732 A	1-4, 6-8 5, 9

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

* Special categories of cited documents:	"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
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"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
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date	"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
"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)	"&" document member of the same patent family
"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	

Date of the actual completion of the international search 09 March, 2011 (09.03.11)	Date of mailing of the international search report 22 March, 2011 (22.03.11)
Name and mailing address of the ISA/ Japanese Patent Office	Authorized officer
Facsimile No.	Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2011/050917

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 2009-503908 A (Applied Materials Inc.), 29 January 2009 (29.01.2009), paragraphs [0117], [0131], [0132], [0135], [0136] & US 2005/0218010 A1 & US 2005/0145507 A1 & US 2003/0116446 A1 & EP 1640113 A1 & WO 2007/019279 A2 & DE 60232469 D & KR 10-2008-0033507 A & CN 1842577 A & TW 257960 B & AT 432145 T	5, 9
Y	JP 2007-520871 A (Applied Materials Inc.), 28 July 2007 (28.07.2007), paragraphs [0068], [0069], [0089], [0097], [0098] & US 7232514 B2 & US 7128825 B2 & US 2003/0116446 A1 & EP 1640113 A1 & WO 2004/111146 A1 & DE 60232469 D & CN 1842577 A & KR 10-2007-0104479 A & TW 590846 B & AT 327864 T	5, 9

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
 日本国実用新案公報 1922-1996年
 日本国公開実用新案公報 1971-2011年
 日本国実用新案登録公報 1996-2011年
 日本国登録実用新案公報 1994-2011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 請求項の番号
X Y	WO 2009/111001 A2 (CABOT MICROELECTRONICS CORPORATION) 2009.09.11, [0018], [0020], [0021], [0029], [0030] & US 2008/0153292 A1 & US 2008/0057713 A1 & US 2008/0153293 A1 & WO 2009/111001 A2 & WO 2008/030420 A1 & KR 10-2009-0051263 A & CN 101512732 A	1-4,6-8 5,9

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、一般的な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 09.03.2011	国際調査報告の発送日 22.03.2011
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁 (ISA/J P) 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) 岩瀬 昌治 電話番号 03-3581-1101 内線 3364

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 請求項の番号
Y	JP 2009-503908 A (アプライド マテリアルズ インコーポレイテッド) 2009.01.29, 【0117】, 【0131】, 【0132】, 【0135】, 【0136】 & US 2005/0218010 A1 & US 2005/0145507 A1 & US 2003/0116446 A1 & EP 1640113 A1 & WO 2007/019279 A2 & DE 60232469 D & KR 10-2008-0033507 A & CN 1842577 A & TW 257960 B & AT 432145 T	5,9
Y	JP 2007-520871 A (アプライド マテリアルズ インコーポレイテッド) 2007.07.28, 【0068】, 【0069】, 【0089】, 【0097】, 【0098】 & US 7232514 B2 & US 7128825 B2 & US 2003/0116446 A1 & EP 1640113 A1 & WO 2004/111146 A1 & DE 60232469 D & CN 1842577 A & KR 10-2007-0104479 A & TW 590846 B & AT 327864 T	5,9