

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4143872号
(P4143872)

(45) 発行日 平成20年9月3日(2008.9.3)

(24) 登録日 平成20年6月27日(2008.6.27)

(51) Int.Cl.

F I

H O 1 L 21/304 (2006.01)

H O 1 L 21/304 6 2 2 D

請求項の数 8 (全 19 頁)

(21) 出願番号	特願2008-509855 (P2008-509855)	(73) 特許権者	000004178
(86) (22) 出願日	平成19年9月27日 (2007.9.27)		J S R株式会社
(86) 国際出願番号	PCT/JP2007/068803		東京都中央区築地5丁目6番10号
(87) 国際公開番号	W02008/044477	(74) 代理人	100090398
(87) 国際公開日	平成20年4月17日 (2008.4.17)		弁理士 大淵 美千栄
審査請求日	平成20年2月19日 (2008.2.19)	(74) 代理人	100090387
(31) 優先権主張番号	特願2006-275150 (P2006-275150)		弁理士 布施 行夫
(32) 優先日	平成18年10月6日 (2006.10.6)	(74) 代理人	100121278
(33) 優先権主張国	日本国(JP)		弁理士 都築 美奈
早期審査対象出願		(72) 発明者	浪江 祐司
			東京都中央区築地5丁目6番10号 J S R株式会社内
		(72) 発明者	金野 智久
			東京都中央区築地5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半導体装置の化学機械研磨方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

(A) 重量平均分子量が500,000~2,000,000であり、分子内に複素環を有する、第1の水溶性高分子と、

(B) 重量平均分子量が1,000~10,000であり、カルボキシル基およびスルホ基から選ばれた1種を有する、第2の水溶性高分子またはこの塩と、

(C) 酸化剤と、

(D) 砥粒と、

を含み、pHが7以上12以下である、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(A)第1の水溶性高分子と、前記(B)第2の水溶性高分子の質量比(A)/(B)は、0.02~50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(A)第1の水溶性高分子の5質量%水溶液の粘度は、50~150 mPa・s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、

前記(B)第2の水溶性高分子の5質量%水溶液の粘度は、1~5 mPa・s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 (A) 第 1 の水溶性高分子は、ビニルピリジン、ビニルピロリドン、およびビニルイミダゾールから選ばれる化合物を由来とする構造単位を少なくとも 1 つ有する共重合体である、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 (B) 第 2 の水溶性高分子は、アクリル酸、メタクリル酸、イタコン酸、マレイン酸、スチレンスルホン酸、アリルスルホン酸、ビニルスルホン酸、およびそれらの塩から選ばれる化合物を由来とする構造単位を少なくとも 1 つ有する共重合体である、化学機械研磨用水系分散体。

10

【請求項 7】

請求項 1 ないし 6 のいずれかにおいて、

さらに、(E) 錯形成剤、および (F) 界面活性剤、を含む、化学機械研磨用水系分散体。

【請求項 8】

請求項 1 ないし 7 のいずれかに記載の化学機械研磨用水系分散体を用いて、半導体基板上の銅または銅合金からなる層を研磨する、半導体装置の化学機械研磨方法。

【発明の詳細な説明】

20

【技術分野】

【0001】

本発明は、半導体装置を製造する際に好適に用いられる化学機械研磨用水系分散体、およびその化学機械研磨用水系分散体を用いた化学機械研磨方法に関する。

【背景技術】

【0002】

近年、半導体装置の高密度化に伴い、半導体装置内に形成される配線の微細化が進んでいる。この配線の更なる微細化を達成することができる技術として、ダマシン法と呼ばれる技術が知られている。この方法は、絶縁層中に形成された溝等に配線材料を埋め込んだ後、化学機械研磨を用いて、溝以外に堆積した余分な配線材料を除去することによって、所望の配線を形成するものである。ここで、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を避けるため、銅または銅合金と絶縁体との界面に、通常、タンタル、窒化タンタル、窒化チタン等を材料とする高強度の高誘電率絶縁層 (バリア層) が形成される。

30

【0003】

銅または銅合金を配線材料として用いる半導体装置の製造において、ダマシン法を採用する場合、その化学機械研磨の方法は種々あるが、主として銅または銅合金の除去を行なう第 1 の研磨工程と、主としてバリア層を除去する第 2 の研磨工程からなる 2 段階の化学機械研磨が行われている。

【0004】

40

半導体装置内に形成される配線の微細化に伴い、第 1 の研磨工程は、例えば、銅を 800 nm / 分で研磨し、バリア層を実質的に削らず、銅ディッシングを 20 nm 以下に制御することが求められている。絶縁層として低誘電率材料 (low - k 材料) が用いられる場合、研磨摩擦が大きいと層剥がれや層自体の破壊が生じるため、従来の研磨摩擦が大きい化学機械研磨用水系分散体では適用困難になりつつある。

【0005】

また、前記第 2 の研磨工程は、前記第 1 の研磨工程と同様に低摩擦で研磨して被処理面と研磨布との親水性を高め、銅上スクラッチや銅コロージョン、絶縁層上のスクラッチを低減するとともに、銅ディッシングや絶縁層エロージョンを改善することが望まれている。

50

【 0 0 0 6 】

上述したような第 1 の研磨工程および第 2 の研磨工程における要求を満たすべく、ポリビニルピロリドン等の水溶性高分子を用いた化学機械研磨用水系分散体が種々提案されている。

【 0 0 0 7 】

例えば、特開 2 0 0 3 - 2 8 2 4 9 4 号公報では、ポリオキソ酸またはその塩、水溶性高分子、水からなる化学機械研磨用水系分散体が提案されている。かかる化学機械研磨用水系分散体は、スクラッチ、ディッシング等研磨面の欠陥の発生を抑制することができる旨が記載されている。

【 0 0 0 8 】

特開 2 0 0 2 - 2 7 0 5 4 9 号公報には、化学機械研磨用水系分散体に含まれる砥粒の分散剤として、ポリビニルピロリドンを添加することができる旨が記載されている。

【 0 0 0 9 】

特表 2 0 0 2 - 5 1 7 5 9 3 号公報には、水、砥粒、酸化剤、および有機ポリマーからなる化学機械研磨用水系分散体が提案されている。また、該有機ポリマーは、ポリビニルピロリドンであることができる旨が記載されている。かかる化学機械研磨用水系分散体は、砥粒の研磨速度を抑制することができる旨と記載されている。

【 0 0 1 0 】

すなわち、上記の特許文献に記載されている発明では、化学機械研磨用水系分散体にポリビニルピロリドン等の水溶性高分子が添加されているが、その目的は、砥粒または被研磨面に水溶性高分子を吸着させ、砥粒の分散性を高めたり、被研磨面の研磨速度を低下させることにある。

【 0 0 1 1 】

しかし、かかる水溶性高分子を用いると、砥粒の分散性を高めることができ、かつ被研磨面の研磨速度を低下させることができるため、銅ディッシングや絶縁層エロージョン等を抑制することができる一方、研磨すべき領域にも水溶性高分子が吸着するため、研磨速度が極端に低下してしまい、銅残りが生じる等の問題があった。

【 発明の開示 】

【 0 0 1 2 】

また、本発明が解決しようとする新たな課題として、「ファンング」を抑制することが挙げられる。この明細書において使用する「ファンング」とは、特に金属層が銅または銅合金からなる場合において顕著に発生する現象であって、銅または銅合金の微細配線を含む領域と、銅または銅合金の微細配線を含まない領域（フィールド部分）との界面において、化学機械研磨により半導体装置としての欠陥となる溝状の傷をいう。

【 0 0 1 3 】

ファンングが発生する要因について、銅または銅合金の微細配線を含む領域と、銅または銅合金の微細配線を含まない領域（フィールド部分）との界面において、化学機械研磨用水系分散体に含まれる成分が不均一に局在化し、界面近傍が過度に研磨されることが一つの原因であると考えられる。例えば、化学機械研磨用水系分散体に含まれる砥粒成分が上記界面近傍に高い濃度で存在すると、該界面における研磨速度が局所的に増大し過度に研磨されてしまう。このように過度に研磨されると、尖ったスパイク状の平坦性不良として現れる。すなわち、これが「ファンング」と呼ばれる研磨欠陥である。

【 0 0 1 4 】

ファンングは、配線パターンにより多様な発生態様がある。ファンングが発生する要因について、図 1 A ないし図 1 C に示す被処理体 1 0 0 を一例として具体的に説明する。

【 0 0 1 5 】

被処理体 1 0 0 は、図 1 A に示すように、基体 1 0 の上に、溝等の配線用凹部 2 0 が形成された絶縁層 1 2、絶縁層 1 2 の表面ならびに配線用凹部 2 0 の底部および内壁面を覆うように設けられたバリア層 1 4、配線用凹部 2 0 を充填し、かつバリア層 1 4 の上に形成された銅または銅合金からなる層 1 6 が順次積層されて構成される。また、被処理体 1

10

20

30

40

50

00は、銅または銅合金の微細配線を含む領域22と、銅または銅合金の微細配線を含まない領域24を含む。なお、微細配線を含む領域22では、銅または銅合金の凸部が形成されやすい。

【0016】

図1Bは、銅または銅合金からなる層16を化学機械研磨した途中の段階を示している。銅または銅合金からなる層16を化学機械研磨すると、銅または銅合金の微細配線を含む領域22と銅または銅合金の微細配線を含まない領域24との界面において、微細な傷30が発生することがある。

【0017】

図1Cは、さらに銅または銅合金からなる層16を削り、バリア層14が表面に現れるまで化学機械研磨を行った後の状態を示している。この段階では、微細な傷30は溝状の傷ファンク32となっている。

10

【0018】

本願発明者らの研究によると、このファンクが発生する理由は、以下のように考えられる。

【0019】

図1Bの段階において、バリア層14は正に帯電しており、研磨砥粒28は負に帯電しているので、静電的相互作用により研磨砥粒28は微細な傷30に局在化ようになる。微細な傷30に研磨砥粒28が局在化した状態で化学機械研磨が行われると、微細な傷30は過度に研磨されて、ファンク32が発生すると考えられる。

20

【0020】

このファンクは、半導体装置として欠陥となることがあり、半導体装置製造の歩留まりを低下させてしまう観点から好ましくない。

【0021】

本発明の目的は、銅ディッシングや銅コロージョン、および絶縁層エロージョンだけでなく、上述したファンクの発生を抑制しながら、銅残りがなく、銅または銅合金からなる層を低摩擦で均一に、しかも安定して研磨できる化学機械研磨用水系分散体を提供することにある。

【0022】

本発明に係る化学機械研磨用水系分散体は、
 (A) 重量平均分子量が500, 000~2, 000, 000であり、分子内に複素環を有する、第1の水溶性高分子と、
 (B) 重量平均分子量が1, 000~10, 000であり、カルボキシル基およびスルホ基から選ばれた1種を有する、第2の水溶性高分子またはこの塩と、
 (C) 酸化剤と、
 (D) 砥粒と、
 を含み、pHが7以上12以下であることを特徴とする。

30

【0023】

本発明に係る化学機械研磨用水系分散体において、前記(A)第1の水溶性高分子と、前記(B)第2の水溶性高分子の質量比(A)/(B)は、0.02~50であることができる。

40

【0024】

本発明に係る化学機械研磨用水系分散体において、前記(A)第1の水溶性高分子の5質量%水溶液の粘度は、50~150 mPa・sであることができる。

【0025】

本発明に係る化学機械研磨用水系分散体において、前記(B)第2の水溶性高分子の5質量%水溶液の粘度は、1~5 mPa・sであることができる。

本発明に係る化学機械研磨用水系分散体において、前記(A)第1の水溶性高分子は、ビニルピリジン、ビニルピロリドン、およびビニルイミダゾールから選ばれる化合物を由

50

来とする構造単位を少なくとも1つ有する共重合体であることができる。

【0026】

本発明に係る化学機械研磨用水系分散体において、前記(B)第2の水溶性高分子は、アクリル酸、メタクリル酸、イタコン酸、マレイン酸、スチレンスルホン酸、アリルスルホン酸、ビニルスルホン酸、およびそれらの塩から選ばれる化合物を由来とする構造単位を少なくとも1つ有する共重合体であることができる。

【0027】

本発明に係る化学機械研磨用水系分散体は、さらに、(E)錯形成剤、および(F)界面活性剤を含むことができる。

【0028】

本発明に係る半導体装置の化学機械研磨方法は、前記化学機械研磨用水系分散体を用いて、半導体基板上の銅または銅合金からなる層を研磨するものである。

【0029】

本発明に係る化学機械研磨用水系分散体は、(A)重量平均分子量が500,000~2,000,000であり、分子内に複素環を有する、第1の水溶性高分子と、(B)重量平均分子量が1,000~10,000であり、カルボキシル基およびスルホ基から選ばれた1種を有する、第2の水溶性高分子またはこの塩と、を含む点に特徴を有する。

【0030】

上記化学機械研磨用水系分散体は、上記第1の水溶性高分子を添加すると、銅ディッシングや銅コロージョンおよび絶縁層エロージョンだけでなく、ファングの発生を抑制することができる。その一方で、被研磨面の研磨速度は遅くなるので、所望の被研磨面を得るためにはさらなる研磨時間を要するようになる。また、化学機械研磨用水系分散体の研磨力は低下しているため、銅残りが発生しやすくなる。

【0031】

そこで、上記化学機械研磨用水系分散体は、さらに第2の水溶性高分子またはその塩を添加することにより、銅ディッシング、銅コロージョン、絶縁層エロージョンおよびファングの発生を抑制しながら、第1の水溶性高分子の添加により低下した研磨速度を回復することができる。また、第2の水溶性高分子の添加によって、化学機械研磨用水系分散体の研磨力の低下により生ずる銅残りを除去することができる。

【0032】

本願発明者らによると、(a)被研磨面となる金属層が銅または銅合金からなる層であって、(b)化学機械研磨用水系分散体に含まれる酸化剤が過酸化水素である場合に、ファングはより発生しやすいことが確認されている。

【図面の簡単な説明】

【0033】

【図1A】図1Aは、半導体装置の製造において化学機械研磨の際に発生するファングのメカニズムを示す断面図である。

【図1B】図1Bは、半導体装置の製造において化学機械研磨の際に発生するファングのメカニズムを示す断面図である。

【図1C】図1Cは、半導体装置の製造において化学機械研磨の際に発生するファングのメカニズムを示す断面図である。

【図2】図2は、本実施形態に係る半導体装置の製造方法における化学機械研磨前の半導体装置の断面図である。

【図3】図3は、本実施形態に係る半導体装置の製造方法における化学機械研磨後の半導体装置の断面図である。

【図4】図4は、化学機械研磨装置の一部を示す概略図である。

【発明を実施するための最良の形態】

【0034】

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。

【0035】

10

20

30

40

50

1. 化学機械研磨用水系分散体

本発明に係る化学機械研磨用水系分散体は、(A)重量平均分子量が500,000~2,000,000であり、分子内に複素環を有する、第1の水溶性高分子と、(B)重量平均分子量が1,000~10,000であり、カルボキシル基およびスルホ基から選ばれた1種を有する、第2の水溶性高分子またはこの塩と、(C)酸化剤と、(D)砥粒と、を含み、pHが7以上12以下であることを特徴とする。上記化学機械研磨用水系分散体は、本発明の効果を阻害しない範囲において、必要に応じて(E)錯形成剤、(F)界面活性剤、その他の成分を含むことができる。

【0036】

以下、本発明の一実施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述する。

10

【0037】

1.1 (A)第1の水溶性高分子

本実施形態に係る化学機械研磨用水系分散体は、重量平均分子量が500,000~2,000,000であり、分子内に複素環を有する第1の水溶性高分子を含有することにより、銅ディッシングや銅コロージョンを抑制することができる。第1の水溶性高分子は、その分子内に複素環を有するため銅との親和性が比較的良好であり、銅表面に吸着することにより研磨摩擦を低減させたり、研磨中に銅配線部分を有効に保護することができる。さらに、第1の水溶性高分子は、化学機械研磨用水系分散体の粘度を適度に上昇させる効果もあり、微細配線部端にしばしば発生するファンクと呼ばれる不均一な形状の傷の発生を抑制することもできる。

20

【0038】

上記のような効果を期待できる第1の水溶性高分子として、ビニルピリジン、ビニルピロリドン、およびビニルイミダゾールから選ばれる化合物を由来とする構造単位を少なくとも一つ有する共重合体を挙げることができる。

【0039】

上記第1の水溶性高分子は、ゲルパーミエーションクロマトグラフィー(溶媒は水)で測定したポリスチレンスルホン酸ナトリウム換算の重量平均分子量が好ましくは50万以上200万以下、より好ましくは50万以上150万以下、特に好ましくは70万以上150万以下であることができる。重量平均分子量が上記範囲にあると、研磨摩擦を低減することができ、銅ディッシングや銅コロージョンを抑制することができる。また、銅または銅合金からなる層を安定して研磨できる。重量平均分子量が50万よりも小さいとファンクが発生することがある。一方、重量平均分子量が大きすぎると実用的な研磨速度が得られないことがあり、銅残りが生じやすくなる。また、スラリー供給装置内で砥粒の凝集を引き起こし、凝集した砥粒によって銅上のスクラッチが増加するおそれがある。

30

【0040】

上記第1の水溶性高分子の添加量は、好ましくは化学機械研磨用水系分散体の質量の0.005質量%以上1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0.01質量%以上0.2質量%以下である。第1の水溶性高分子の添加量が0.005質量%未満の場合には、研磨摩擦を低減することができないことがあり、研磨布の温度が上昇する可能性がある。その結果、スラリーの成分によっては、研磨が停止するという現象(CMPストップ)も起こりやすくなる。また、銅オーバープレート部における銅除去力も低下することがある。一方、第1の水溶性高分子の添加量が1質量%を超えると銅または銅合金からなる層の研磨速度が低下することがある。また、化学機械研磨用水系分散体の粘度が高くなりすぎて研磨布上に安定してスラリーを供給できないことがある。その結果、研磨布の温度上昇や研磨むら(面内均一性の劣化)などが生じて、研磨速度やディッシングのばらつきが発生することがある。前記問題を回避するためには化学機械研磨用水系分散体の粘度は2mPa・s未満であることが好ましい。

40

【0041】

また、本実施形態に係る化学機械研磨用水系分散体は、銅または銅合金などの配線金属

50

をバリア層が露出するまで行う化学機械研磨（以下、第1の研磨ともいう。）に好適に用いることができる。第1の水溶性高分子の添加量が上記範囲にあると、銅または銅合金からなる層の化学機械研磨においては、低摩擦、高研磨速度を達成することができる一方、バリア層の研磨速度を低く抑えることができるため、バリア層を残すことができる。また、銅ディッシングおよび絶縁層エロージョンは抑制され、銅コロージョンおよび銅上のスクラッチなどの欠陥も低減することができる。さらに、銅オーバープレート部の銅研磨力が向上して、研磨の安定性や研磨速度の均一性を高めることができる。

【0042】

上記第1の水溶性高分子は、5質量%水溶液の粘度により規定されることができる。B M型回転式粘度計を用いて25 で測定した第1の水溶性高分子の5質量%水溶液の粘度は、好ましくは50～150 mPa・s、より好ましくは50～120 mPa・s、特に好ましくは60～100 mPa・sである。第1の水溶性高分子の5質量%水溶液の粘度が上記範囲にあると、研磨時の摩擦力を低減させることができ、ファンクの発生を抑制することができる。第1の水溶性高分子の5質量%水溶液の粘度が50 mPa・s未満の場合には、研磨時の摩擦が十分低減されず、ファンクが発生してしまうことがある。一方、第1の水溶性高分子の5質量%水溶液の粘度が150 mPa・sを超えると、化学機械研磨用水系分散体の粘度が高くなりすぎるために、機械的研磨力が低下して、銅残りが発生しやすくなる。また、上述したように、本実施形態に係る化学機械研磨用水系分散体の粘度は2 mPa・s未満であることが好ましい。本実施形態に係る化学機械研磨用水系分散体の粘度は、第1の水溶性高分子の重量平均分子量および添加量によってほぼ決定されるので、それらのバランスを考慮しながら前記範囲内で調整することができる。

【0043】

上記第1の水溶性高分子を1種単独で使用してもよいが、上記第1の水溶性高分子の重量平均分子量、または5質量%水溶液の粘度が上記範囲にあれば、重量平均分子量の異なる2種以上の第1の水溶性高分子を組み合わせ使用することもできる。

【0044】

1.2 (B) 第2の水溶性高分子

本実施形態に係る化学機械研磨用水系分散体では、第1の水溶性高分子の添加により、研磨速度が低下したり、銅残りが発生したりする不都合を生じる場合がある。このような不都合は、第1の水溶性高分子が過度に被研磨面を保護することに起因する。そして、かかる不具合を第2の水溶性高分子を添加することにより解消することができる。

【0045】

本実施形態に係る化学機械研磨用水系分散体では、第1の水溶性高分子に加えて、さらに重量平均分子量が1,000～10,000であり、カルボキシル基およびスルホ基から選ばれた1種を有する、第2の水溶性高分子またはこの塩を含有させることにより、銅ディッシング、銅コロージョン、絶縁層エロージョンおよびファンクの発生を抑制しながら、上述した第1の水溶性高分子の添加による不具合を解消することができる。

【0046】

すなわち、第1の水溶性高分子はわずかに正の電荷を帯びているのに対し、第2の水溶性高分子は負の電荷を帯びている。この負の電荷を帯びた第2の水溶性高分子を添加することにより、第1の水溶性高分子の銅表面への過度の吸着を抑制し、研磨速度の低下、銅残りの悪化などを防ぐことができる。

【0047】

また、第1の水溶性高分子と第2の水溶性高分子の帯びている電荷が異なるため、水系分散体中に水溶性高分子のネットワークを形成することができ、効果的に水系分散体に適度な粘度を付与するとともに、砥粒の銅表面への接触を緩衝することができる。

【0048】

上記のような効果を期待できる第2の水溶性高分子として、アクリル酸、メタクリル酸、イタコン酸、マレイン酸、スチレンスルホン酸、アリルスルホン酸、ビニルスルホン酸、およびそれらの塩から選ばれる化合物を由来とする構造単位を少なくとも一つ有する共

10

20

30

40

50

重合体を挙げるができる。

【0049】

上記第2の水溶性高分子は、ゲルパーミエーションクロマトグラフィー（溶媒は水）で測定したポリスチレンスルホン酸ナトリウム換算の重量平均分子量が1,000～10,000であることができる。重量平均分子量が上記範囲にあると、第1の水溶性高分子の添加により低下した銅または銅合金からなる層の研磨速度を回復することができる。重量平均分子量が10,000よりも大きい場合、砥粒との相互作用により銅表面へのスクラッチが多数発生する。一方、重量平均分子量が1,000よりも小さい場合には、第1の水溶性高分子の添加により低下した銅または銅合金からなる層の研磨速度を十分に回復することができないことがあり、銅残りが発生しやすくなる。

10

【0050】

上記第2の水溶性高分子の添加量は、好ましくは化学機械研磨用水系分散体の質量の0.005質量%以上1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0.01質量%以上0.2質量%以下である。第2の水溶性高分子の添加量が0.005質量%未満の場合には、第1の水溶性高分子の添加により低下した銅または銅合金からなる層の研磨速度を十分に回復することができないことがあり、銅残りが発生しやすくなる。一方、第2の水溶性高分子の添加量が1質量%を超えると、第2の水溶性高分子の働きが大きくなりすぎて、銅のエッチングによるディッシングやエロージョンが大きくなる。

20

【0051】

また、本実施形態に係る化学機械研磨用水系分散体を上述した第1の研磨に使用する場合において、第2の水溶性高分子の添加量が上記範囲にあると、銅または銅合金からなる層の化学機械研磨では、低摩擦、高研磨速度を達成することができる一方、バリア層の研磨速度を低く抑えることができたため、バリア層を残すことができる。また、銅ディッシングおよび絶縁膜エロージョンは抑制され、銅コロージョンおよび銅スクラッチなどの欠陥も低減することができる。さらに、銅オーバープレート部の銅研磨力が向上して、研磨の安定性や研磨速度の均一性を高めることができる。

【0052】

上記第2の水溶性高分子は、5質量%水溶液の粘度により規定されることができる。BM型回転式粘度計を用いて測定した第2の水溶性高分子の5質量%水溶液の粘度は、好ましくは1～5 mPa・s、より好ましくは1～3 mPa・s、特に好ましくは1～2 mPa・sである。第2の水溶性高分子の5質量%水溶液の粘度が上記範囲にあると、銅配線へのエッチングが効果的に作用し、銅残りを解消することができる。第2の水溶性高分子の1質量%水溶液の粘度が5 mPa・sを超えると、第2の水溶性高分子と砥粒との相互作用により砥粒の凝集が起こりやすくなり、銅配線のスクラッチの原因となる。

30

【0053】

また、本実施形態においては、化学機械研磨用水系分散体に含まれる前記(A)第1の水溶性高分子と、(B)第2の水溶性高分子の質量比(A)/(B)を規定することができる。かかる質量比(A)/(B)は、好ましくは0.02～50、より好ましくは0.05～20、特に好ましくは0.1～10の範囲内であることが好ましい。質量比が0.02よりも小さいと、研磨時の摩擦が十分に低減されず、ファンクが発生してしまうことがある。また、銅ディッシングや絶縁層エロージョンが大きくなることがある。一方、質量比が50よりも大きいと、化学機械研磨用水系分散体の粘度上昇に対する研磨力の回復が十分ではなくなるため銅残りが発生しやすくなる。

40

【0054】

上記第2の水溶性高分子を1種単独で使用してもよいが、上記第2の水溶性高分子の重量平均分子量、または5質量%水溶液の粘度が上記範囲にあれば、重量平均分子量の異なる2種以上の第2の水溶性高分子を組み合わせ使用することもできる。

【0055】

1.3 (C) 酸化剤

50

本実施形態に係る化学機械研磨用水系分散体に用いられる酸化剤としては、例えば、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、オゾンおよび過ヨウ素酸カリウムなどが挙げられる。これらの酸化剤は1種単独でまたは2種以上を組み合わせる用いることができる。

【0056】

また、これらの酸化剤のうち、酸化力、保護膜との相性、および取り扱いやすさなどを考慮すると、過硫酸アンモニウム、過硫酸カリウム、および過酸化水素が特に好ましい。

【0057】

上記酸化剤の添加量は、化学機械研磨用水系分散体の質量の0.03質量%以上5質量%以下が好ましく、0.05質量%以上3質量%以下がより好ましい。酸化剤の添加量が0.03質量%未満の場合には、銅または銅合金からなる層を十分に酸化させることができないため、研磨速度が低下することがある。一方、5質量%を越えると、銅または銅合金からなる層の腐食や銅ディッシングが大きくなるおそれがある。

【0058】

1.4 (D) 砥粒

本実施形態に係る化学機械研磨用水系分散体に用いられる砥粒としては、無機粒子または有機無機複合粒子が好ましい。無機粒子としては、ヒュームド法により、塩化ケイ素、塩化アルミニウムまたは塩化チタン等と酸素および水素とを気相中で反応させて合成されたヒュームドシリカ、ヒュームドアルミナ、ヒュームドチタニア；ゾルゲル法により、金属アルコキシドを加水分解縮合して合成されたシリカ；無機コロイド法等により合成され、精製により不純物を除去した高純度コロイダルシリカ等が挙げられる。

【0059】

上記有機無機複合粒子としては、有機粒子と無機粒子とが、研磨時に、容易に分離しない程度に一体に形成されていれば、その種類、構成等は特に限定されない。例えば、ポリスチレン、ポリメチルメタクリレート等の重合体粒子の存在下で、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重縮合させ、重合体粒子の少なくとも表面に、ポリシロキサン、ポリアルミノキサン、ポリチタノキサン等の重縮合物が形成された複合粒子が挙げられる。形成された重縮合物は、重合体粒子の官能基に直接結合していてもよいし、シランカップリング剤等を介して結合していてもよい。

【0060】

また、有機無機複合粒子は、上記重合体粒子と、シリカ粒子、アルミナ粒子、チタニア粒子等を用いて形成してもよい。この場合、前記複合粒子は、ポリシロキサン、ポリアルミノキサン、ポリチタノキサン等の重縮合物をバインダーとして、重合体粒子の表面にシリカ粒子等が存在するように形成されていてもよいし、シリカ粒子等が有するヒドロキシル基等の官能基と、重合体粒子の官能基とが化学的に結合して形成されていてもよい。

【0061】

さらに、有機無機複合粒子として、ゼータ電位の符号が互いに異なる有機粒子と無機粒子とが、これらの粒子を含む水分散体において、静電力により結合している複合粒子を使用することもできる。

【0062】

有機粒子のゼータ電位は、全pH域、または低pH域を除く広範なpH域に渡って、負であることが多い。有機粒子は、カルボキシル基、スルホン酸基等を有すると、より確実に負のゼータ電位を有することが多い。有機粒子がアミノ基等を有すると、特定のpH域において正のゼータ電位を有することもある。

【0063】

一方、無機粒子のゼータ電位は、pH依存性が高く、ゼータ電位が0となる等電点を有し、pHによってその前後でゼータ電位の符号が逆転する。

【0064】

したがって、特定の有機粒子と無機粒子とを、これらのゼータ電位が逆符号となるpH域で混合することによって、静電力により有機粒子と無機粒子とが結合し、一体化して複

10

20

30

40

50

合粒子を形成することができる。また、混合時の pH ではゼータ電位が同符号であっても、その後、pH を変化させ、一方の粒子、特に無機粒子のゼータ電位を逆符号にすることによって、有機粒子と無機粒子とを一体化することもできる。

【0065】

このように静電力により一体化された複合粒子は、この複合粒子の存在下で、アルコキシラン、アルミニウムアルコキシド、チタンアルコキシド等を重縮合させることにより、その少なくとも表面に、ポリシロキサン、ポリアルミノキサン、ポリチタノキサン等の重縮合物をさらに形成してもよい。

【0066】

上記砥粒の平均粒子径は 5 ~ 1000 nm が好ましい。この平均粒子径は、レーザー散乱回折型測定機により、または透過型電子顕微鏡による観察により、測定することができる。平均粒子径が 5 nm 未満では、十分に研磨速度が大きい化学機械研磨用水系分散体を得ることができないことがある。1000 nm を超えると、ディッシングおよびエロージョンの抑制が不十分となることがあり、また砥粒の沈降・分離により、安定な水系分散体を容易に得ることができないことがある。砥粒の平均粒子径は上記範囲でもよいが、より好ましくは 10 ~ 700 nm、特に好ましくは 15 ~ 500 nm である。平均粒子径がこの範囲にあると、研磨速度が大きく、ディッシングおよびエロージョンが十分に抑制され、かつ粒子の沈降または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。

【0067】

ところで、鉄、ニッケル、亜鉛などの金属イオンが化学機械研磨処理された半導体装置に残留すると歩留まりの低下を引き起こすことが多いため、本発明では、砥粒にこれらの金属イオンが含まれる場合でも、その量が通常 10 ppm 以下、好ましくは 5 ppm 以下、さらに好ましくは 3 ppm 以下、特に好ましくは 1 ppm 以下の砥粒が好ましい。なお、砥粒にこれらの金属イオンが含まれないことが好ましいのは言うまでもない。

【0068】

上記砥粒は、化学機械研磨用水系分散体の質量の 0.01 ~ 5 質量% が好ましく、0.02 ~ 4 質量% がより好ましい。砥粒量が 0.01 質量% 未満になると十分な研磨速度を得ることができないことがあり、5 質量% を超えるとコストが高くなるとともに安定した化学機械研磨用水系分散体を得られないことがある。

【0069】

1.5 (E) 錯形成剤

本実施形態に係る化学機械研磨用水系分散体に用いられる錯形成剤としては、水不溶性錯体を形成する錯形成剤と、水溶性錯体を形成する錯形成剤を挙げることができる。なお、ここでいう水不溶性とは、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。一方、水溶性とは、ウェットエッチング速度が 3 nm / 分以上であることを含む。

【0070】

上記錯形成剤は、水不溶性錯体を形成する錯形成剤、または水溶性錯体を形成する錯形成剤のうち、それぞれ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。

【0071】

上記錯形成剤の添加量は、好ましくは化学機械研磨用水系分散体の質量の 0.0005 質量% 以上 4.0 質量% 以下であり、より好ましくは 0.05 質量% 以上 2.0 質量% 以下である。添加量が 0.0005 質量% 未満の場合には、銅ディッシングを 20 nm 以下に抑制することが困難となる。一方、錯形成剤の添加量が 4.0 質量% を越えると、研磨速度が低下するおそれがある。

【0072】

1.5.1 水不溶性錯体を形成する錯形成剤

銅などの金属と水に不溶性または難溶性の錯体を形成する錯形成剤としては、例えば、少なくとも 1 個の窒素原子を含む複素六員環、複素五員環からなるヘテロ環化合物が挙げ

10

20

30

40

50

られる。より具体的には、キナルジン酸、キノリン酸、ベンゾトリアゾール、ベンゾイミダゾール、7-ヒドロキシ-5-メチル-1,3,4-トリアザインドリジン、ニコチン酸、およびピコリオン酸などを挙げるができる。

【0073】

また、アニオン系界面活性剤の中には、水不溶性錯体を形成する錯形成剤として用いることができるものがある。特に、アルキルベンゼンスルホン酸塩が好ましく、例えば、ドデシルベンゼンスルホン酸カリウム、およびドデシルベンゼンスルホン酸アンモニウムなどが挙げられる。

【0074】

水不溶性錯体を形成する錯形成剤の添加量は、好ましくは化学機械研磨用水系分散体の質量の0.0005質量%以上2.0質量%以下であり、より好ましくは0.0075質量%以上1.5質量%以下である。水不溶性錯体を形成する錯形成剤の添加量が0.0005質量%未満の場合は、銅ディッシングが大きくなるおそれがある。一方、2.0質量%を越えると、十分に大きな銅研磨速度を得られないことがある。

【0075】

1.5.2 水溶性錯体を形成する錯形成剤

水溶性錯体を形成する錯形成剤は、研磨加速剤の役割を果たし、例えば、アミノ酸であるグリシン、アラニン、およびトリプトファンなどを挙げるができる。また、同様の作用を有する有機酸も有効である。例えば、ギ酸、乳酸、酢酸、酒石酸、フマル酸、グリコール酸、フタル酸、マレイン酸、シュウ酸、クエン酸、リンゴ酸、マロン酸、およびグルタル酸などが挙げられる。さらに、アンモニア、エチレンジアミン、およびTMAH(テトラメチルアンモニウムヒドロキシド)などの塩基性塩を用いてもよい。

【0076】

水溶性錯体を形成する錯形成剤の添加量は金属種により異なるが、好ましくは化学機械研磨用水系分散体の質量の0.0005質量%以上2.0質量%以下であり、より好ましくは0.0075質量%以上1.5質量%以下である。添加量が0.0005質量%未満の場合には、十分に大きな速度で銅を研磨することができない。一方、2.0質量%を越えると、銅ディッシングや銅の腐食が大きく生じるおそれがある。

【0077】

1.6 (F) 界面活性剤

本実施形態に係る化学機械研磨用水系分散体の化学機械研磨用水系分散体には、必要に応じて、非イオン性界面活性剤、アニオン性界面活性剤またはカチオン性界面活性剤を添加することができる。

【0078】

上記非イオン性界面活性剤としては、例えば、三重結合を有する非イオン性界面活性剤が挙げられる。具体的には、アセチレングリコール、そのエチレンオキシド付加物、およびアセチレンアルコールなどが挙げられる。また、シリコン系界面活性剤、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、およびヒドロキシエチルセルロースなどを用いてもよい。

【0079】

上記アニオン性界面活性剤としては、例えば、脂肪族せっけん、硫酸エステル塩、およびリン酸エステル塩などが挙げられる。

【0080】

上記カチオン性界面活性剤としては、例えば、脂肪族アミン塩および脂肪族アンモニウム塩などが挙げられる。

【0081】

これらの界面活性剤は、1種単独でまたは2種以上を組み合わせで使用することができる。また、前記界面活性剤のうち、第1の水溶性高分子よりも重量平均分子量の小さい非イオン性界面活性剤が好ましい。第1の水溶性高分子以外の高分子量の化合物が配合された場合には、研磨速度が大幅に低下したり、ディッシングが大幅に劣化するなどの不都合

10

20

30

40

50

が生じるおそれがある。

【 0 0 8 2 】

上記界面活性剤の添加量は、好ましくは化学機械研磨用水系分散体の質量の 0 . 0 0 1 質量%以上 0 . 5 質量%以下であり、より好ましくは 0 . 0 5 質量%以上 0 . 3 質量%以下である。界面活性剤の添加量が上記範囲にあると、銅ディッシングを十分に抑制することができる。

【 0 0 8 3 】

1 . 7 その他の成分

本実施形態に係る化学機械研磨用水系分散体は、その他必要に応じて、pH調整剤や防食剤などを含むことができる。

10

【 0 0 8 4 】

1 . 7 . 1 pH調整剤

pH調整剤としては、有機塩基、無機塩基または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、水酸化カルシウム、水酸化マグネシウム等を挙げることができる。無機酸としては、硝酸、硫酸、塩酸、酢酸等を挙げることができる。

【 0 0 8 5 】

本実施形態に係る化学機械研磨用水系分散体のpHは特に限定されず、上記pH調整剤を用いて調整することができる。なお、発明者らの研究によると、アルカリ領域においてファンクがより発生しやすいことが確認されているが、上記化学機械研磨用水系分散体はファンクの発生を抑制することができるため、アルカリ領域(pH7~12)においても好適に用いることができる。

20

【 0 0 8 6 】

上記pH調整剤の添加量は、化学機械研磨用水系分散体の質量に対して、好ましくは0 . 0 0 5 質量%以上 5 質量%以下であり、より好ましくは0 . 0 1 質量%以上 3 . 5 質量%以下である。

【 0 0 8 7 】

1 . 7 . 2 防食剤

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あげることができる。ここで、ベンゾトリアゾール誘導体とは、ベンゾトリアゾールの有する1個または2個以上の水素原子を、例えば、カルボキシル基、メチル基、アミノ基、ヒドロキシル基などで置換したものをいう。ベンゾトリアゾール誘導体としては、4 - カルボキシルベンゾトリアゾールおよびその塩、7 - カルボキシベンゾトリアゾールおよびその塩、ベンゾトリアゾールブチルエステル、1 - ヒドロキシメチルベンゾトリアゾールまたは1 - ヒドロキシベンゾトリアゾールなどを挙げることができる。

30

【 0 0 8 8 】

上記防食剤の添加量は、化学機械研磨用水系分散体の質量に対して、好ましくは0 . 0 0 5 質量%以上 0 . 1 質量%以下であり、より好ましくは0 . 0 1 質量%以上 0 . 0 5 質量%以下である。

40

【 0 0 8 9 】

2 . 化学機械研磨方法および半導体装置の製造方法

本発明に係る化学機械研磨方法および半導体装置の製造方法を、図面を用いて以下に詳細に説明する。

【 0 0 9 0 】

2 . 1 第1の具体例

2 . 1 . 1 被処理体

図2は、第1の具体例の化学機械研磨方法に係る被処理体100を示す。図2は、図1Aに示す被処理体と同一であるが、ここでは各層の材質等を含めて説明する。

【 0 0 9 1 】

50

被処理体 100 は、半導体素子（図示せず）が形成された基体 10 の上に、酸化シリコンからなる絶縁層 12 を設け、絶縁層 12 をエッチングして配線用凹部 20 を形成する。絶縁層 12 は、例えば、PETEOS 層や、比誘電率が 3.5 以下の絶縁層等からなることができ、好ましくは比誘電率が 3.5 以下の絶縁層であり、より好ましくは 3.0 以下の絶縁層である。

【0092】

次いで、被処理体 100 は、絶縁層 12 の表面ならびに配線用凹部 20 の底部および内壁面を覆うようにバリア層 14 を設ける。ここで、バリア層 14 は、例えば、タンタルや窒化タンタル等により形成することができる。

【0093】

さらに、被処理体 100 は、銅または銅合金を配線用凹部 20 に充填し、バリア層 14 の上に積層して形成される。また、被処理体 100 は、銅または銅合金の微細配線を含む領域 22 と、銅または銅合金の微細配線を含まない領域 24 を含む。なお、微細配線を含む領域 22 では、銅または銅合金の凸部が形成されやすい。

【0094】

2.1.2 第 1 の研磨

図 3 は、第 1 の研磨後の被処理体 100 の断面図を示している。第 1 の研磨では、銅または銅合金からなる層 16 のうち、配線用凹部 20 に埋没された部分以外をバリア層 14 の表面が露出するまで、上記化学機械研磨用水系分散体を用いて化学機械研磨する。第 1 の研磨では、図 4 に示すような化学機械研磨装置を用いることができる。

【0095】

図 4 は、化学機械研磨装置の概略図を示している。図 4 に示すように、被処理体 100 の化学機械研磨は、スラリー供給ノズル 42 から化学機械研磨用水系分散体（スラリー 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 を保持したトップリング 52 を当接させることにより行なう。なお、図 4 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。

【0096】

トップリング 52 の研磨荷重は、 $10 \sim 1,000 \text{ gf/cm}^2$ ($0.98 \sim 98 \text{ kPa}$) の範囲内で選択することができ、好ましくは $30 \sim 500 \text{ gf/cm}^2$ ($2.94 \sim 49 \text{ kPa}$) である。また、ターンテーブル 48 およびトップリング 52 の回転数は $10 \sim 400 \text{ rpm}$ の範囲内で適宜選択することができ、好ましくは $30 \sim 150 \text{ rpm}$ である。スラリー供給ノズル 42 から供給されるスラリー 44 の流量は、 $10 \sim 1,000 \text{ cm}^3/\text{分}$ の範囲内で選択することができ、好ましくは $50 \sim 400 \text{ cm}^3/\text{分}$ である。

【0097】

上述した第 1 の研磨により、図 3 に示すような、銅ディッシングや銅コロージョン、および絶縁層エロージョンだけでなく、ファングの発生を抑制しながら、銅残りのない平坦性に優れた半導体装置を得ることができる。

【0098】

3. 実施例

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

【0099】

3.1 化学機械研磨用水系分散体の調製

ポリ容器にイオン交換水と、砥粒としてコロイダルシリカ（扶桑化学社製、一次粒子径 30 nm ）を 0.2 質量%、錯形成剤としてキナルジン酸とグリシンをそれぞれ 0.2 質量%と 0.3 質量%、界面活性剤としてドデシルベンゼンスルホン酸カリウムを 0.1 質量%、酸化剤として過酸化水素を 0.1 質量%に相当する量、および第 1、第 2 の水溶性高分子として表 1 に記載した実施例 1 ~ 9 に相当する量をそれぞれ添加した。さらに pH を 9.3 付近に調整するためアンモニアを適量加えて 15 分間攪拌し、孔径 $5 \mu\text{m}$ のフィルターでろ過することによって、目的の化学機械研磨用水系分散体を得た。また、化学機

10

20

30

40

50

械研磨直前には酸化剤として過酸化水素を総量の0.1質量%添加してよく攪拌して使用した。なお、pHや粘度等の物性については表1に示す結果となった。

【0100】

3.2 研磨性能評価

化学機械研磨装置(アブライドマテリアルズ社製、形式「Mirra」)に多孔質ポリウレタン製研磨パッド(ローム・アンド・ハース・エレクトリック・マテリアルズ社製、品番「IC1010」)を貼付して「3.1 化学機械研磨用水系分散体の調製」で調製した化学機械研磨用水系分散体を供給して化学機械研磨を行った。

【0101】

3.2.1 研磨条件

化学機械研磨を行なう際の諸条件については、以下に示すとおりである。

- ・ヘッド回転数：120rpm
- ・ヘッド荷重：1.5psi(10.3kPa)
- ・テーブル回転数：120rpm
- ・化学機械研磨用水系分散体供給速度：200cm³/分

【0102】

3.2.2 銅研磨速度の算出

8インチ熱酸化膜付シリコン基板上に膜厚1500nmの銅膜が設けられたものを用いて、「3.2.1 研磨条件」の条件で1分間化学機械研磨処理を行って、処理前後の膜厚を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」)を用いて測定し、処理前後の膜厚および研磨処理時間から研磨速度を算出した。これらの結果を表2に示す。

【0103】

3.2.3 パターン付基板の研磨試験

パターン付ウエハー(SEMATECH INTERNATIONAL社製、形式「SEMATECH 854」)を被研磨物として用いた。研磨開始からテーブル上から発する赤外線によって検知した終点に至るまでの時間をエンドポイント時間とし、研磨時間をエンドポイント時間の1.2倍とした。「3.2.1 研磨条件」の条件で化学機械研磨処理を行い、下記のようにして銅残り、ディッシング、エロージョン、ファンクおよびスクラッチを評価した。

【0104】

3.2.3 a 銅残りの評価

研磨後のウエハについて、微細配線部分(ライン/スペース=0.18μm/0.18μm)、および非配線部分(フィールド部分)を光学顕微鏡(オリンパス社製、「MX-50」)にて観察した。銅残りが観察されなかったものは○と表記し、銅残りが観察されたものは×と表記した。これらの結果を表2に示す。

【0105】

3.2.3 b ディッシングの評価

幅100μmの銅配線部と幅100μmの絶縁部が交互に連続したパターンが、長さ方向に垂直方向に3.0mm連続した部分について、配線幅100μmの部分の銅配線の窪み量(ディッシング)を、精密段差計(ケーエルエー・テンコール社製、形式「HRP-240」)を使用して測定した。これらの結果を表2に示す。一般的に、ディッシングは、50nm以下であれば良好であると判断することができる。

【0106】

3.2.3 c エロージョンの評価

幅9μmの銅配線部と幅1μmの絶縁部が交互に連続したパターンが、長さ方向に1.25mm連続した部分について、配線群の中央部の両端部に対する窪み量(エロージョン)を、精密段差計(ケーエルエー・テンコール社製、形式「HRP-240」)を使用して測定した。それらの値をReとし、結果を表2に示す。一般的に、エロージョンは、50nm以下であれば良好であると判断することができる。

10

20

30

40

50

【 0 1 0 7 】

3 . 2 . 3 d ファングの評価

幅 9 μm の銅配線部と幅 1 μm の絶縁部とが交互に連続したパターンが、長さ方向に 1 . 25 mm 連続した部分について、配線群の両端外側の銅の窪み量を精密段差計（ケーエルエー・テンコール社製、形式「HRP - 240」）を使用して測定した。それらの値を R f とし、R f の値が R e の値を下回った場合は、上回った場合は x とした。それらの結果を表 2 に示す。

【 0 1 0 8 】

3 . 2 . 3 e スクラッチの評価

光学顕微鏡を用いて、暗視野にて、銅配線部分における範囲 120 μm \times 120 μm の単位領域をランダムに 200 箇所算出し、スクラッチの発生している単位領域の個数を、スクラッチ数として測定した。それらの結果を表 2 に示す。

10

【 0 1 0 9 】

3 . 3 比較例 1 ないし 1 6

比較例 1 ないし 7 は、第 1 の水溶性高分子としてポリビニルピロリドンを、第 2 の水溶性高分子としてポリアクリル酸を含む例である。

【 0 1 1 0 】

比較例 1 および 2 は、第 1 の水溶性高分子の重量平均分子量が小さすぎる例である。

【 0 1 1 1 】

比較例 3 および 4 は、第 1 の水溶性高分子の重量平均分子量が大きすぎる例である。

20

【 0 1 1 2 】

比較例 5 は、第 1 の水溶性高分子の重量平均分子量が小さすぎる例である。

【 0 1 1 3 】

比較例 6 は、第 2 の水溶性高分子の重量平均分子量が小さすぎる例である。

【 0 1 1 4 】

比較例 7 および 8 は、第 2 の水溶性高分子の重量平均分子量が大きすぎる例である。

【 0 1 1 5 】

比較例 9 は、第 1 の水溶性高分子として複素環を有さないポリビニルアルコールを使用した例である。

【 0 1 1 6 】

比較例 10 は、第 1 の水溶性高分子として複素環を有さないアクリルアミド・ジメチルアミノエチルアクリルアミド共重合体を使用した例である。

30

【 0 1 1 7 】

比較例 11 は、第 2 の水溶性高分子を含まない例である。

【 0 1 1 8 】

比較例 12 は、第 1 の水溶性高分子を含まない例である。

【 0 1 1 9 】

比較例 13 は、第 1 の水溶性高分子としてヒドロキシエチルセルロースを、第 2 の水溶性高分子としてポリメタクリル酸を含み、かつ第 2 の水溶性高分子の重量平均分子量が大きすぎる例である。

40

【 0 1 2 0 】

比較例 14 は、第 2 の水溶性高分子としてポリリン酸を含み、第 1 の水溶性高分子は含まない例である。

【 0 1 2 1 】

比較例 15 は、いずれの水溶性高分子も含まない例である。

【 0 1 2 2 】

比較例 16 は、化学機械研磨用水系分散体の pH が 5 . 2 である例である。

【 0 1 2 3 】

【 表 1 】

	第1の水溶性高分子				第2の水溶性高分子				pH	粘度 (mPa·s)
	種類	分子量	濃度 (質量%)	5質量%水溶液 の粘度(mPa·s)	種類	分子量	濃度 (質量%)	5質量%水溶液 の粘度(mPa·s)		
実施例1	ポリビニルピロリドン	500,000	0.10	60.5	ポリメタクリル酸	10,000	0.05	2.0	9.4	1.20
実施例2	ポリビニルピロリドン	800,000	0.03	72.1	ポリアクリル酸	4,000	0.03	1.6	9.4	1.25
実施例3	ポリビニルピロリドン	1,000,000	0.05	86.4	ポリアクリル酸	4,000	0.03	1.6	9.3	1.32
実施例4	ビニルピロリドン・アクリルアミド共重合体	1,800,000	0.01		ポリメタクリル酸	8,800	0.01		9.5	
実施例5	ポリビニルピリジン	520,000	0.01		イタコン酸・アクリル酸共重合体	1,600	0.02		8.2	
実施例6	ビニルピリジン・酢酸ビニル共重合体	550,000	0.10		ホリスチン・ホリスチン酸ナトリウム	7,500	0.10		10.5	
実施例7	ビニルピロリドン・ビニルミタゲソール共重合体	720,000	0.05		マレイン酸・タマリル酸共重合体	2,800	0.80		10.1	
実施例8	ポリビニルカプロラクタム	550,000	0.15		ポリメタクリル酸	9,200	0.50		9.7	
実施例9	ポリビニルイミダゾール	560,000	0.01		ポリ-2-メチルプロパル酸	2,200	0.20		8.5	
比較例1	ポリビニルピロリドン	50,000	0.05	15.2	ポリアクリル酸	4,000	0.03	1.6	9.3	1.15
比較例2	ポリビニルピロリドン	45,000	0.20		ポリアクリル酸	7,500	0.005			
比較例3	ポリビニルピロリドン	2,500,000	0.03	164	ポリアクリル酸	4,000	0.03	1.6	9.4	1.57
比較例4	ポリビニルピロリドン	2,500,000	0.20	164	ポリアクリル酸	7,500	0.005		9.1	
比較例5	ポリビニルピロリドン	400,000	0.03	42.1	ポリアクリル酸	4,000	0.03	1.6	9.3	1.20
比較例6	ポリビニルピロリドン	800,000	0.03	72.1	ポリアクリル酸	500	0.03	1.1	9.3	1.21
比較例7	ポリビニルピロリドン	800,000	0.03	72.1	ポリアクリル酸	13,000	0.03	3.4	9.4	1.54
比較例8	ポリビニルピロリドン	800,000	0.20	72.1	ポリメタクリル酸	400,000	0.1		8.5	
比較例9	ポリビニルアルコール	150,000	0.20		ポリアクリル酸	7,500	0.1			
比較例10	アクリルアミド・ジメチルアミン/エチルアクリルアミド共重合体	650,000	0.03		ポリメタクリル酸	8,800	0.1		10.1	
比較例11	ポリビニルピロリドン	800,000	0.03	72.1					9.1	1.26
比較例12					ポリアクリル酸	4,000	0.03	1.6	9.4	1.16
比較例13	ヒドロキシエチルセルロース	1,000,000	0.02	78.6	ポリメタクリル酸	200,000	0.03	8.9	9.4	1.40
比較例14					ポリリン酸	8,000	0.02	2.5	9.2	1.13
比較例15									9.3	1.15
比較例16	ポリビニルピロリドン	800,000	0.03	72.1	ポリアクリル酸	4,000	0.03	1.6	5.2	

【 0 1 2 4 】

10

20

30

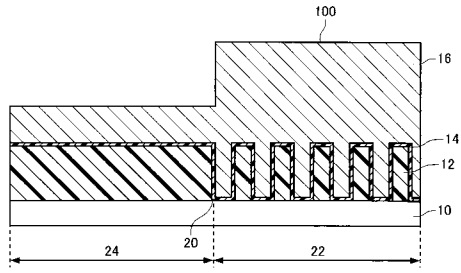
40

50

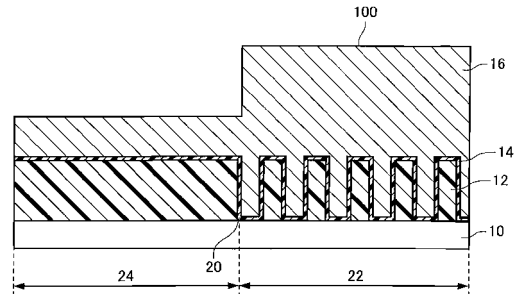
【 表 2 】

	研磨速度 (nm/分)	エンドポイント 時間 (s)	銅残り評価	デイスティング量 (nm)	エロージョン量 (nm)	ファンング評価	スクラッチ評価
実施例1	593.2	135	○	34.2	25.6	○	2
実施例2	654.5	126	○	26.5	12.3	○	1
実施例3	613.4	142	○	23.1	10.1	○	0
実施例4	560.5	145	△	15.5	8.2	○	17
実施例5	760.0	109	○	55.5	26	△	4
実施例6	580.0	128	○	48	24.5	○	1
実施例7	812.0	112	○	47	21.5	○	7
実施例8	563.0	149	△	37.5	16.5	○	11
実施例9	513.0	139	○	62.5	25.5	△	4
比較例1	575.8	134	○	29.8	23.3	×	3
比較例2	492.0	157	○	49.5	28.5	×	6
比較例3	553.0	182	×	15.3	5.4	○	1
比較例4	425.0	171	×	10.5	8.5	評価不可	評価不可
比較例5	634.5	118	○	35.6	24.5	×	3
比較例6	578.3	157	×	26.0	36.9	○	25
比較例7	615.1	123	○	45.2	40	○	163
比較例8	安定性不良	-	評価不可	評価不可	評価不可	評価不可	評価不可
比較例9	382.0	219	×	12.5	6.5	評価不可	12
比較例10	560.0	168	○	74.5	36.0	×	191
比較例11	506.4	163	×	27.8	20.3	○	1
比較例12	613.5	120	○	69.7	76.2	×	34
比較例13	594.1	139	○	104.7	75.2	○	2
比較例14	646.1	197	×	16.2	1.3	○	0
比較例15	590.3	136	○	37.7	10.4	×	1
比較例16	476.0	176	○	91.5	43.5	○	238

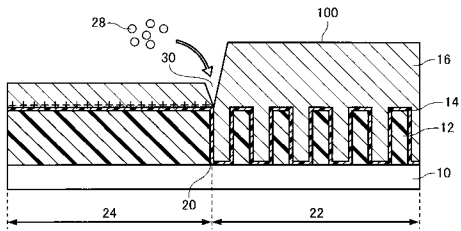
【図 1 A】



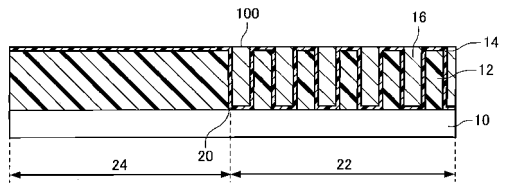
【図 2】



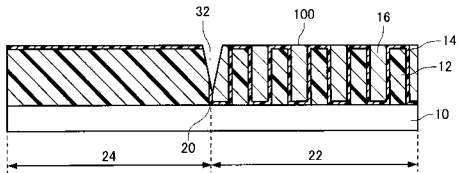
【図 1 B】



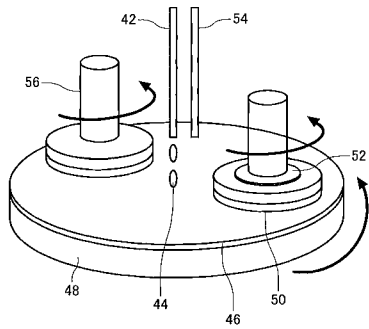
【図 3】



【図 1 C】



【図 4】



フロントページの続き

- (72)発明者 元成 正之
東京都中央区築地5丁目6番10号 JSR株式会社内
- (72)発明者 仕田 裕貴
東京都中央区築地5丁目6番10号 JSR株式会社内
- (72)発明者 竹村 彰浩
東京都中央区築地5丁目6番10号 JSR株式会社内

審査官 小野田 達志

- (56)参考文献 特開2005-217395(JP,A)
特開2005-244229(JP,A)
国際公開第01/17006(WO,A1)
特開2004-311967(JP,A)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
H01L 21/304