(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
2020年12月24日(24.12.2020)

WIPO | PCT

(10) 国際公開番号
WO 2020/255603 A1

(51) 国際特許分類:
C09K 3/14 (2006.01) *H01L 21/304* (2006.01)
B24B 37/00 (2012.01)

(21) 国際出願番号： PCT/JP2020/019627

(22) 国際出願日： 2020年5月18日(18.05.2020)

(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 2019-114608 2019年6月20日(20.06.2019) JP

(71) 出願人: 富士フイルム株式会社 (**FUJIFILM CORPORATION**) [JP/JP]; 〒1068620 東京都港区西麻布２丁目２６番３０号 Tokyo (JP).

(72) 発明者: 上村 哲也 (**KAMIMURA Tetsuya**); 〒4210396 静岡県榛原郡吉田町川尻４０００番地 富士フイルム株式会社内 Shizuoka (JP).

(74) 代理人: 伊東 秀明, 外 (**ITOH Hideaki** et al.); 〒1010032 東京都千代田区岩本町２丁目３番３号 ザイマックス岩本町ビル６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, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, WS, 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, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, 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, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類：
— 国際調査報告（条約第21条(3)）

(54) **Title:** POLISHING LIQUID AND CHEMICAL-MECHANICAL POLISHING METHOD

(54) 発明の名称： 研磨液、及び、化学的機械的研磨方法

(57) **Abstract:** The present invention provides a polishing liquid that, when applied to chemical-mechanical polishing (CMP) of an item to be polished, said item having a cobalt-including film, can produce semiconductor products that have superior reliability and do not readily experience dishing and erosion in the polished surface of the polished item after polishing. The present invention also provides a chemical-mechanical polishing method using this polishing liquid. This polishing liquid is a polishing liquid used in chemical-mechanical polishing of an item to be polished, said item having a cobalt-including film, and includes a colloidal silica, an organic acid, a passive film forming agent, an anionic surfactant, hydrogen peroxide, potassium, and sodium, wherein the value of the difference resulting from subtracting the ClogP value of the passive film forming agent from the ClogP value of the anionic surfactant is greater than 2.00 and less than 8.00, the mass ratio of the potassium content to the sodium content is 1×10^{6} to 1×10^{9}, and the pH is 8.0 to 10.5.

(57) 要約：本発明は、コバルト含有膜を有する被研磨体のＣＭＰに適用した場合に、研磨後の被研磨体の被研磨面にディッシング及びエロージョンが生じにくく、かつ、信頼性に優れる半導体製品を製造できる研磨液を提供する。また、上記研磨液を用いた化学的機械的研磨方法を提供する。本発明の研磨液は、コバルト含有膜を有する被研磨体の化学的機械的研磨に用いられる研磨液であって、コロイダルシリカと、有機酸と、不動態膜形成剤と、アニオン系界面活性剤と、過酸化水素と、カリウムと、ナトリウムと、を含み、上記アニオン系界面活性剤のＣｌｏｇＰ値から、上記不動態膜形成剤のＣｌｏｇＰ値を引いた差の値が、２．００超８．００未満であり、上記ナトリウムの含有量に対する、上記カリウムの含有量の質量比が、１×１０^{6}～１×１０^{9}であり、ｐＨが、８．０～１０．５である。

WO 2020/255603 A1

明　細　書

発明の名称 ： 研磨液、及び、化学的機械的研磨方法

技術分野

[0001] 本発明は、研磨液、及び、化学的機械的研磨方法に関する。

背景技術

[0002] 半導体集積回路（ＬＳＩ：ｌａｒｇｅ－ｓｃａｌｅ　ｉｎｔｅｇｒａｔｅｄ　ｃｉｒｃｕｉｔ）の製造において、ベアウェハの平坦化、層間絶縁膜の平坦化、金属プラグの形成及び埋め込み配線形成等に化学的機械的研磨（ＣＭＰ：ｃｈｅｍｉｃａｌ　ｍｅｃｈａｎｉｃａｌ　ｐｏｌｉｓｈｉｎｇ）法が用いられている。

例えば、特許文献１には「（Ａ）砥粒と、（Ｂ）π電子を有しかつカルボキシル基を１以上有し、カルボキシル基及びヒドロキシル基からなる群より選択される少なくとも１種の基を２以上有する、炭素数４以上の有機酸と、（Ｃ）アミノ酸と、（Ｄ）アニオン性界面活性剤と、（Ｅ）酸化剤と、を含有し、ｐＨが６．５以上９．５以下である、化学的機械的研磨用水系分散体。」が開示されている。

先行技術文献

特許文献

[0003] 特許文献1：特開２０１４－２２９８２７号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0004] ところで、昨今では、配線の微細化の要求に伴い、銅にかわる配線金属元素としてコバルトが注目されている。

本発明者は、特許文献１に記載の化学的機械的研磨用水系分散体を、コバルト含有膜を有する被研磨体のＣＭＰに用いる研磨液として検討したところ、研磨後の被研磨体の被研磨面にディッシング（Ｄｉｓｈｉｎｇ：ＣＭＰで配線を形成した場合に研磨によって被研磨面に露出する配線の表面が皿状に

窪む現象）の抑制性に改善の余地があることが確認された。また、研磨液にはエロージョン（Ｅｒｏｓｉｏｎ：ＣＭＰで配線を形成した場合に配線以外の部分が部分的に大きく削れてしまう現象）を抑制できることが求められ、更に、研磨後の被研磨体を用いて製造した半導体製品の信頼性を高くできることが求められている。

[0005] そこで、本発明は、コバルト含有膜を有する被研磨体のＣＭＰに適用した場合に、研磨後の被研磨体の被研磨面にディッシング及びエロージョンが生じにくく、かつ、信頼性に優れる半導体製品を製造できる研磨液の提供を課題とする。

また、上記研磨液を用いた化学的機械的研磨方法の提供を課題とする。

課題を解決するための手段

[0006] 本発明者は、以下の構成により上記課題が解決できることを見出した。

[0007] 〔１〕

コバルト含有膜を有する被研磨体の化学的機械的研磨に用いられる研磨液であって、

コロイダルシリカと、

ポリカルボン酸及びポリホスホン酸からなる群から選択される１以上の有機酸と、

一般式（１）で表される化合物、及び、一般式（２）で表される化合物からなる群から選択される１以上の不動態膜形成剤と、

アニオン系界面活性剤と、

過酸化水素と、

カリウムと、

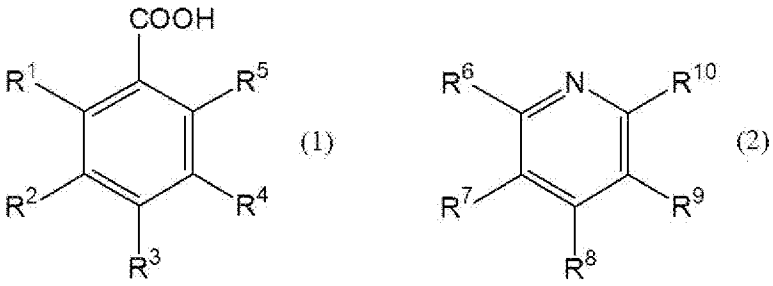
ナトリウムと、を含み、

上記アニオン系界面活性剤のＣｌｏｇＰ値から、上記不動態膜形成剤のＣｌｏｇＰ値を引いた差の値が、２．００超８．００未満であり、

上記ナトリウムの含有量に対する、上記カリウムの含有量の質量比が、１×10^{6}～１×10^{9}であり、

ｐＨが、８．０～１０．５である、研磨液。

[化1]



一般式（１）中、Ｒ[1]～Ｒ[5]は、それぞれ独立に、水素原子又は置換基を表す。

Ｒ[1]～Ｒ[5]中の隣り合う２つ同士は、互いに結合して環を形成してもよい。

一般式（２）中、Ｒ[6]～Ｒ[10]は、それぞれ独立に、水素原子又は置換基を表す。

Ｒ[6]～Ｒ[10]中の隣り合う２つ同士は、互いに結合して環を形成してもよい。

〔２〕

上記アニオン系界面活性剤の含有量に対する、上記不動態膜形成剤の含有量の質量比が、０．０１以上１００未満である、〔１〕に記載の研磨液。

〔３〕

上記研磨液中における、コバルトの腐食電位が－０．２～０．５Ｖである、〔１〕又は〔２〕に記載の研磨液。

〔４〕

上記有機酸が、クエン酸、マレイン酸、コハク酸、１－ヒドロキシエタン－１，１－ジホスホン酸、及び、エチレンジアミンテトラメチレンホスホン酸からなる群から選択される１以上である、〔１〕～〔３〕のいずれかに記載の研磨液。

〔５〕

上記コロイダルシリカの含有量が、上記研磨液の全質量に対して、２．０質量％以上であり、

上記コロイダルシリカの平均一次粒子径が、５ｎｍ以上である、〔１〕～

〔４〕のいずれかに記載の研磨液。

〔６〕

更に、ベンゾトリアゾール化合物を含む、〔１〕～〔５〕のいずれかに記載の研磨液。

〔７〕

上記ベンゾトリアゾール化合物の含有量に対する、上記不動態膜形成剤の含有量の質量比が、４０～３００である、〔６〕に記載の研磨液。

〔８〕

上記アニオン系界面活性剤が、カルボン酸基、スルホン酸基、リン酸基、ホスホン酸基、硫酸エステル基、リン酸エステル基、及び、これらの塩である基からなる群から選択される１以上のアニオン性基を有する、〔１〕～〔７〕のいずれかに記載の研磨液。

〔９〕

上記不動態膜形成剤のＣｌｏｇＰ値が１．００～３．８０である、〔１〕～〔８〕のいずれかに記載の研磨液。

〔１０〕

上記不動態膜形成剤が、４－メチルフタル酸、４－ニトロフタル酸、サリチル酸、４－メチルサリチル酸、アントラニル酸、４－メチル安息香酸、４－ｔｅｒｔ－ブチル安息香酸、４－プロピル安息香酸、１，４，５，８－ナフタレンテトラカルボン酸、６－ヒドロキシ－２－ナフタレンカルボン酸、１－ヒドロキシ－２－ナフタレンカルボン酸、３－ヒドロキシ－２－ナフタレンカルボン酸、キナルジン酸、８－ヒドロキシキノリン、及び、２－メチル－８－ヒドロキシキノリンからなる群から選択される１以上である、〔１〕～〔９〕のいずれかに記載の研磨液。

〔１１〕

更に、有機溶剤を、上記研磨液の全質量に対して、０．０５～５．０質量％含む、〔１〕～〔１０〕のいずれかに記載の研磨液。

〔１２〕

更に、ノニオン系界面活性剤を含む、〔１〕～〔１１〕のいずれかに記載の研磨液。

〔１３〕

上記ノニオン系界面活性剤のＨＬＢ値が８～１５である、〔１２〕に記載の研磨液。

〔１４〕

上記過酸化水素の含有量に対する、上記有機酸の含有量の質量比が、０．０５～１．０である、〔１〕～〔１３〕のいずれかに記載の研磨液。

〔１５〕

固形分濃度が１０質量％以上であり、

質量基準で２倍以上に希釈して用いられる、〔１〕～〔１４〕のいずれかに記載の研磨液。

〔１６〕

〔１〕～〔１４〕のいずれかに記載の研磨液を研磨定盤に取り付けられた研磨パッドに供給しながら、上記被研磨体の被研磨面を上記研磨パッドに接触させ、上記被研磨体及び上記研磨パッドを相対的に動かして上記被研磨面を研磨して、研磨済み被研磨体を得る工程を含む、化学的機械的研磨方法。

〔１７〕

コバルト含有膜からなる配線を形成するために行われる、〔１６〕に記載の化学的機械的研磨方法。

〔１８〕

上記被研磨体が、上記コバルト含有膜とは異なる材料からなる第２層を有し、

上記第２層の研磨速度に対する、上記コバルト含有膜の研磨速度の速度比が、０．０５超５未満である、〔１６〕又は〔１７〕に記載の化学的機械的研磨方法。

〔１９〕

上記第２層が、Ｔａ、ＴａＮ、ＴｉＮ、ＳｉＮ、テトラエトキシシラン、

ＳｉＣ、及び、ＳｉＯＣからなる群から選択される１以上の材料を含む、〔１８〕に記載の化学的機械的研磨方法。

〔２０〕

研磨圧力が０．５～３．０ｐｓｉである、〔１６〕～〔１９〕のいずれかに記載の化学的機械的研磨方法。

〔２１〕

上記研磨パッドに供給する上記研磨液の供給速度が、０．１４～０．３５ｍｌ／（ｍｉｎ・ｃｍ^2）である、〔１６〕～〔２０〕のいずれかに記載の化学的機械的研磨方法。

〔２２〕

上記研磨済み被研磨体を得る工程の後、上記研磨済み被研磨体をアルカリ洗浄液で洗浄する工程を有する、〔１６〕～〔２１〕のいずれかに記載の化学的機械的研磨方法。

〔２３〕

被研磨体の化学的機械的研磨に用いられる研磨液であって、

砥粒と、

ポリカルボン酸及びポリホスホン酸からなる群から選択される１以上の有機酸と、

一般式（１）で表される化合物、及び、一般式（２）で表される化合物からなる群から選択される１以上の不動態膜形成剤と、

アニオン系界面活性剤と、

過酸化水素と、

カリウムと、

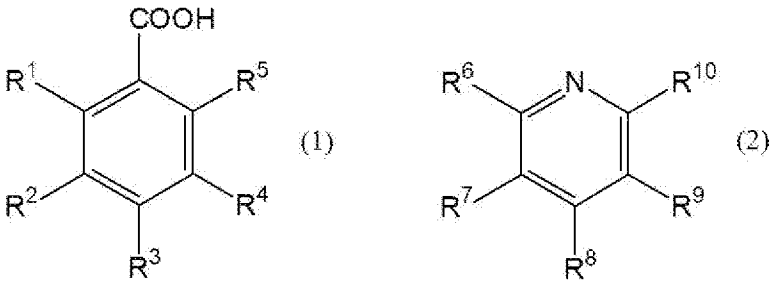
ナトリウムと、を含み、

上記アニオン系界面活性剤のＣｌｏｇＰ値から、上記不動態膜形成剤のＣｌｏｇＰ値を引いた差の値が、２．００超８．００未満であり、

上記ナトリウムの含有量に対する、上記カリウムの含有量の質量比が、１×１０^6～１×１０^{9}であり、

ｐＨが、８．０～１０．５である、研磨液。

[化2]



一般式（１）中、Ｒ[1]～Ｒ[5]は、それぞれ独立に、水素原子又は置換基を表す。

Ｒ[1]～Ｒ[5]中の隣り合う２つ同士は、互いに結合して環を形成してもよい。

一般式（２）中、Ｒ[6]～Ｒ[10]は、それぞれ独立に、水素原子又は置換基を表す。

Ｒ[6]～Ｒ[10]中の隣り合う２つ同士は、互いに結合して環を形成してもよい。

発明の効果

[0008] 本発明によれば、コバルト含有膜を有する被研磨体のＣＭＰに適用した場合に、研磨後の被研磨体の被研磨面にディッシング及びエロージョンが生じにくく、かつ、信頼性に優れる半導体製品を製造できる研磨液を提供できる。

また、上記研磨液を用いた化学的機械的研磨方法を提供できる。

図面の簡単な説明

[0009] [図1]本発明の化学的機械的研磨方法を実施される被研磨体を得るための前処理が施される被前処理体の一例を示す断面上部の模式図である。

[図2]本発明の化学的機械的研磨方法を実施される被研磨体の一例を示す断面上部の模式図である。

[図3]本発明の化学的機械的研磨方法を実施されて得られる研磨済み被研磨体の一例を示す断面上部の模式図である。

発明を実施するための形態

[0010] 以下、本発明について詳細に説明する。

以下に記載する構成要件の説明は、本発明の代表的な実施態様に基づいてなされることがあるが、本発明はそのような実施態様に限定されるものではない。

[0011] なお、本明細書において、「～」を用いて表される数値範囲は、「～」の前後に記載される数値を下限値及び上限値として含む範囲を意味する。

また、本明細書において、「ｐｐｍ」は「ｐａｒｔｓ－ｐｅｒ－ｍｉｌｌｉｏｎ（１０$^{-6}$）」を意味し、「ｐｐｂ」は「ｐａｒｔｓ－ｐｅｒ－ｂｉｌｌｉｏｎ（１０$^{-9}$）」を意味し、「ｐｐｔ」は「ｐａｒｔｓ－ｐｅｒ－ｔｒｉｌｌｉｏｎ（１０$^{-12}$）」を意味する。

本明細書において、ＣｌｏｇＰ値とは、１－オクタノールと水への分配係数Ｐの常用対数ｌｏｇＰを計算によって求めた値である。ＣｌｏｇＰ値の計算に用いる方法及びソフトウェアについては公知の物を使用できるが、特に断らない限り、本発明ではＣａｍｂｒｉｄｇｅｓｏｆｔ社のＣｈｅｍＢｉｏＤｒａｗＵｌｔｒａ１２．０に組み込まれたＣｌｏｇＰプログラムを用いる。

本明細書において、ｐＨは、ｐＨメータによって測定でき、測定温度は２５℃である。なお、ｐＨメータには、製品名「ＬＡＱＵＡシリーズ」（（株）堀場製作所製）を使用できる。

本明細書においてｐｓｉとは、ｐｏｕｎｄ－ｆｏｒｃｅ　ｐｅｒ　ｓｑｕａｒｅ　ｉｎｃｈ；重量ポンド毎平方インチを意図し、１ｐｓｉ＝６８９４．７６Ｐａを意図する。

[0012] ［研磨液］

本発明の研磨液（以下、「本研磨液」ともいう。）は、被研磨体（好ましくはコバルト含有膜を有する被研磨体）の化学的機械的研磨（ＣＭＰ）に用いられる研磨液であって、砥粒（好ましくはコロイダルシリカ）と、ポリカルボン酸及びポリホスホン酸からなる群から選択される１以上の有機酸と、後述する一般式（１）で表される化合物、及び、後述する一般式（２）で表される化合物からなる群から選択される１以上の不動態膜形成剤と、アニオ

ン系界面活性剤と、過酸化水素と、カリウムと、ナトリウムと、を含み、上記アニオン系界面活性剤のＣｌｏｇＰ値から、上記不動態膜形成剤のＣｌｏｇＰ値を引いた差の値が、２．００超８．００未満であり、上記ナトリウムの含有量に対する、上記カリウムの含有量の質量比が、1×10^{6}～1×10^{9}であり、ｐＨが、８．０～１０．５である。

このような構成の研磨液で所望の効果が得られるメカニズムは必ずしも明確ではないが、本発明者は次のように推測している。

すなわち、有機酸は所定のｐＨにおいてコバルトに対して化学的に適度に活性であり、過酸化水素、及び、砥粒（好ましくはコロイダルシリカ）等と協働して、コバルト含有膜を有する被研磨体に対しての研磨液としての作用を実現している。一方で、研磨液による過剰な研磨を抑制するために所定の不動態膜形成剤が添加されており、所定のｐＨにおいて被研磨面におけるディッシングが抑制されている。また、ナトリウムの含有量に対する、カリウムの含有量の質量比が所定値の上限以下であることが、本研磨液中における砥粒（好ましくはコロイダルシリカ）の凝集が抑制され、エロージョン等の抑制に寄与している。更に、上記質量比が所定値の下限以上であることにより、被研磨体におけるマイグレーションを低減させて、製造される半導体製品の信頼性を向上させている、と推測している。

以下、研磨液における、被研磨面でのディッシングの生じにくさに優れること（単に、ディッシング抑制性に優れるとも言う）、被研磨面でのエロージョンの生じにくさに優れること（単に、エロージョン抑制性に優れるとも言う）、及び、製造される半導体製品の信頼性に優れること（単に、信頼性に優れるとも言う）の少なくとも１つ以上を満たすことを、本発明の効果が優れるとも言う。

[0013] 以下において、本研磨液に含まれる成分及び含まれ得る成分について説明する。

なお、以降に説明する各成分は、本研磨液中で電離していてもよい。例えば、後述する一般式（１）で表される化合物における、カルボン酸基（－Ｃ

ＯＯＨ）がカルボン酸アニオン（－ＣＯＯ$^-$）となっている化合物（イオン）が本研磨液中に含まれている場合、本研磨液は一般式（１）で表される化合物を含むとみなす。また、本研磨液中にアンモニウムイオン（NH_4^+）が含まれている場合、本研磨液はアンモニア（NH_3）を含むとみなす。

なお、以降の説明中における各成分の含有量は、本研磨液中で電離して存在している成分については、電離していない状態になっているものと仮定して換算して求められる含有量を意図する。

ただし、ナトリウム及びカリウムの含有量について言及する場合は、その含有量は、ナトリウム原子及びカリウム原子の質量に基づく含有量を意図する。

[0014] ＜コロイダルシリカ（砥粒）＞

本研磨液は、コロイダルシリカ（シリカコロイド粒子）を含む。コロイダルシリカは、被研磨体を研磨する砥粒として機能する。

本発明の別の態様では、本研磨液は、砥粒を含む。砥粒としては例えば、シリカ、アルミナ、ジルコニア、セリア、チタニア、ゲルマニア、及び炭化珪素等の無機物砥粒；ポリスチレン、ポリアクリル、及びポリ塩化ビニル等の有機物砥粒が挙げられる。中でも、研磨液中での分散安定性が優れる点、及びＣＭＰにより発生するスクラッチ（研磨傷）の発生数の少ない点で、砥粒としてはシリカ粒子が好ましい。

シリカ粒子としては特に制限されず、例えば、沈降シリカ、ヒュームドシリカ、及びコロイダルシリカ等が挙げられる。中でも、コロイダルシリカがより好ましい。

本研磨液はスラリーであるのが好ましい。

[0015] コロイダルシリカの平均一次粒子径は、被研磨面の欠陥の発生をより抑制できる点から、６０ｎｍ以下が好ましく、３０ｎｍ以下がより好ましい。

コロイダルシリカの平均一次粒子径の下限値は、コロイダルシリカの凝集が抑制されて、本研磨液の経時安定性が向上する点から、１ｎｍ以上が好ましく、３ｎｍ以上がより好ましく、５ｎｍ以上が更に好ましい。

平均一次粒子径は、日本電子（株）社製の透過型電子顕微鏡ＴＥＭ２０１０（加圧電圧２００ｋＶ）を用いて撮影された画像から任意に選択した一次粒子１０００個の粒子径（円相当径）を測定し、それらを算術平均して求める。なお、円相当径とは、観察時の粒子の投影面積と同じ投影面積をもつ真円を想定したときの当該円の直径である。

ただし、コロイダルシリカとして市販品を用いる場合には、コロイダルシリカの平均一次粒子径としてカタログ値を優先的に採用する。

[0016] コロイダルシリカの平均アスペクト比は、研磨力が向上するという点から、１．５～２．０が好ましく、１．５５～１．９５がより好ましく、１．６～１．９が特に好ましい。

コロイダルシリカの平均アスペクト比は、上述の透過型電子顕微鏡にて観察された任意の１００個の粒子毎に長径と短径を測定して、粒子毎のアスペクト比（長径／短径）を計算し、１００個のアスペクト比を算術平均して求められる。なお、粒子の長径とは、粒子の長軸方向の長さを意味し、粒子の短径とは、粒子の長軸方向に直交する粒子の長さを意味する。

ただし、コロイダルシリカとして市販品を用いる場合には、コロイダルシリカの平均アスペクト比としてカタログ値を優先的に採用する。

[0017] コロイダルシリカの会合度は、研磨速度がより向上する点で、１～３が好ましい。

本明細書において、会合度とは、会合度＝平均二次粒子径／平均一次粒子径で求められる。平均二次粒子径は、凝集した状態である二次粒子の平均粒子径（円相当径）に相当し、上述した平均一次粒子径と同様の方法により求めることができる。

ただし、コロイダルシリカとして市販品を用いる場合には、コロイダルシリカの会合度としてカタログ値を優先的に採用する。

[0018] コロイダルシリカは、表面に、表面修飾基（スルホン酸基、ホスホン酸基、及び／又は、カルボン酸基等）を有していてもよい。

なお、上記基は、研磨液中で電離していてもよい。

表面修飾基を有するコロイダルシリカを得る方法としては、特に限定されないが、例えば、特開２０１０－２６９９８５号公報に記載の方法が挙げられる。

[0019] コロイダルシリカは、市販品を用いてもよく、例えば、ＰＬ１、ＰＬ３、ＰＬ７、ＰＬ１０Ｈ、ＰＬ１Ｄ、ＰＬ０７Ｄ、ＰＬ２Ｄ、及び、ＰＬ３Ｄ（いずれも製品名、扶桑化学工業社製）等が挙げられる。

[0020] 本発明の効果がより優れる点で、コロイダルシリカの含有量の下限値は、本研磨液の全質量（１００質量％）に対して、０．１質量％以上が好ましく、２．０質量％以上がより好ましく、３．０質量％以上が更に好ましい。上限値は、本研磨液の全質量に対して、１５質量％以下が好ましく、１０質量％以下がより好ましく、５．５質量％以下が更に好ましい。

コロイダルシリカは１種を単独で用いても、２種以上を使用してもよい。２種以上のコロイダルシリカを使用する場合には、合計含有量が上記範囲内であるのが好ましい。

本研磨液中の砥粒の含有量の好適な範囲は、上述したコロイダルシリカの含有量の好適な範囲と同じである。

[0021] ＜有機酸＞

本研磨液は、有機酸を含む。

有機酸は後述の不動態膜形成剤とは異なるのが好ましく、具体的には、一般式（１）で表される化合物、及び、一般式（２）で表される化合物に該当しないのが好ましい。

また、有機酸は、界面活性剤（特にアニオン系界面活性剤）とは異なるのが好ましい。

有機酸は、ポリカルボン酸及びポリホスホン酸からなる群から選択される１以上である。

ポリカルボン酸は、カルボン酸基（－ＣＯＯＨ）を一分子中に２以上（好ましくは２～４）有する化合物であり、ポリホスホン酸はホスホン酸基（－Ｐ（＝Ｏ）（ＯＨ）$_2$）を一分子中に２以上（好ましくは２～４）有する化合

物である。

ポリカルボン酸としては、例えば、クエン酸、マレイン酸、及び、コハク酸が挙げられる。

ポリホスホン酸としては、例えば、１－ヒドロキシエタン－１，１－ジホスホン酸、及び、エチレンジアミンテトラメチレンホスホン酸が挙げられる。

[0022] 有機酸は２種以上を使用するのも好ましい。

２種以上を使用する組み合わせとしては、例えば、クエン酸とマロン酸との組み合わせ、及び、マロン酸とエチレンジアミンテトラメチレンホスホン酸との組み合わせが挙げられる。

２種以上の有機酸を使用する場合、１番目に含有量が多い有機酸の含有量に対する、２番目に含有量が多い有機酸の含有量との質量比（２番目に含有量が多い有機酸の含有量／１番目に含有量が多い有機酸の含有量）は、０．１～１．０が好ましく、０．２～１．０がより好ましい。なお、１番目に含有量が多い有機酸の含有量と、２番目に含有量が多い有機酸の含有量とは実質的に同一であってもよい。

[0023] 有機酸の含有量は、本研磨液の全質量に対して、０．００１～５質量％が好ましく、０．１～１．５質量％がより好ましい。

２種以上の特定化合物を使用する場合には、合計含有量が上記範囲内であるのが好ましい。

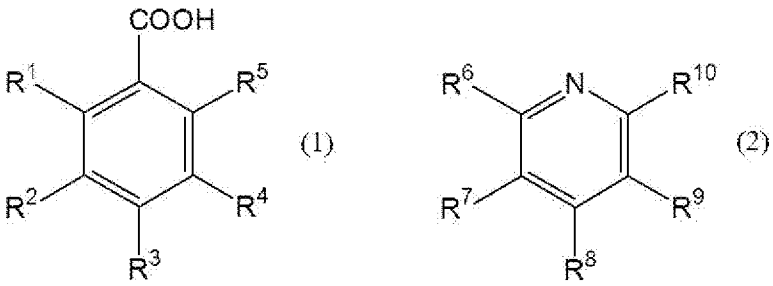
[0024] ＜不動態膜形成剤＞

本研磨液は、不動態膜形成剤を含む。

本研磨液で用いられる不動態膜形成剤は、一般式（１）で表される化合物、及び、一般式（２）で表される化合物からなる群から選択される１以上の不動態膜形成剤である。

[0025]

[化3]



[0026] 一般式（１）中、Ｒ[1]～Ｒ[5]は、それぞれ独立に、水素原子又は置換基を表す。

上記置換基としては、例えば、アルキル基（直鎖状でも分岐鎖状でもよい。炭素数は１～６が好ましい）、ニトロ基、アミノ基、水酸基、及び、カルボン酸基が挙げられる。

Ｒ[1]～Ｒ[5]中の隣り合う２つ同士は、互いに結合して環を形成してもよい。

Ｒ[1]～Ｒ[5]中の隣り合う２つ同士が互いに結合して形成される環としては、例えば、芳香環（単環でも多環でもよい。好ましくは、ベンゼン環又はピリジン環）が挙げられる。上記環（好ましくは芳香環、より好ましくはベンゼン環又はピリジン環）はさらに置換基を有してもよい。

[0027] 一般式（２）中、Ｒ[6]～Ｒ[10]は、それぞれ独立に、水素原子又は置換基を表す。

上記置換基としては、例えば、アルキル基（直鎖状でも分岐鎖状でもよい。炭素数は１～６が好ましい）、ニトロ基、アミノ基、水酸基、及び、カルボン酸基が挙げられる。

Ｒ[6]～Ｒ[10]中の隣り合う２つ同士は、互いに結合して環を形成してもよい。

Ｒ[6]～Ｒ[10]中の隣り合う２つ同士が互いに結合して形成される環としては、例えば、芳香環（単環でも多環でもよい。好ましくは、ベンゼン環又はピリジン環）が挙げられる。上記環（好ましくは芳香環、より好ましくはベンゼン環又はピリジン環）はさらに置換基を有してもよい。

[0028] 本研磨液で用いられる不動態膜形成剤のＣｌｏｇＰ値は、０．８０以上が好ましく、１．００以上がより好ましく、１．００～３．８０が更に好まし

い。

[0029] 不動態膜形成剤は、４－メチルフタル酸、４－ニトロフタル酸、サリチル酸、４－メチルサリチル酸、アントラニル酸、４－メチル安息香酸、４－ｔｅｒｔ－ブチル安息香酸、４－プロピル安息香酸、１，４，５，８－ナフタレンテトラカルボン酸、６－ヒドロキシ－２－ナフタレンカルボン酸、１－ヒドロキシ－２－ナフタレンカルボン酸、３－ヒドロキシ－２－ナフタレンカルボン酸、キナルジン酸、８－ヒドロキシキノリン、及び、２－メチル－８－ヒドロキシキノリンからなる群から選択される１以上が好ましい。

その他にも不動態膜形成剤としてフタル酸等も挙げられる。

[0030] 本発明の効果がより優れる点で、不動態膜形成剤の含有量は、本研磨液の全質量に対して、０．０００１～５．０質量％が好ましく、０．０００５～１．０質量％がより好ましい。

不動態膜形成剤は１種を単独で用いても、２種以上を使用してもよい。２種以上の不動態膜形成剤を使用する場合には、合計含有量が上記範囲内であるのが好ましい。

[0031] ＜ナトリウム及びカリウム＞

本研磨液は、ナトリウム及びカリウムを含む。

本研磨液中でナトリウム及びカリウムは粒子（ナトリウム及び／又はカリウムを含む粒子等）の状態で存在してもよく、イオンの状態で存在してもよい。

ナトリウムの含有量は、本研磨液の全質量に対して、１～２５０質量ｐｐｔが好ましく、１０～１５０質量ｐｐｔがより好ましい。

カリウムの含有量は、１．０×10^{5}～９．０×10^{9}質量ｐｐｔが好ましく、１．０×10^{7}～５．０×10^{9}質量ｐｐｔがより好ましく、１．０×10^{8}～１．０×10^{9}質量ｐｐｔが更に好ましい。

本研磨液におけるナトリウム及びカリウムの含有量は、それぞれ、ＩＣＰ－ＭＳ法で測定できる。ＩＣＰ－ＭＳ法では、測定対象とされるナトリウム及びカリウムの含有量が、その存在形態に関わらず、測定される。

[0032] 本研磨液中におけるナトリウム及び／又はカリウムは、本研磨液の製造に使用される原料に微量成分（不純物）として含まれる成分として本研磨液に導入されてもよいし、塩（塩である界面活性剤等）である原料におけるカチオンとして導入されてもよいし、ナトリウム及びカリウムの供給源となる原料（水酸化ナトリウム及び水酸化カリウム等）を本研磨液の製造時に個別的に添加して導入されてもよい。

[0033] 本研磨液中、ナトリウムの含有量に対する、カリウムの含有量の質量比（カリウムの含有量／ナトリウムの含有量（Ｋ／Ｎａ））は、１×１０^{6}～１×１０^{9}である。

本研磨液の性能のバランスが優れる点で、Ｋ／Ｎａは、２×１０^{6}～１×１０^{8}が好ましい。

[0034] ＜アニオン系界面活性剤＞

本研磨液は、アニオン系界面活性剤を含む。

アニオン系界面活性剤は、上述の有機酸とは異なる化合物であるのが好ましい。

アニオン系界面活性剤は、上述の不導体膜形成剤とは異なる化合物であるのが好ましい。

本発明においてアニオン系界面活性剤とは、特に限定されないが、典型的には、親水基と親油基とを分子内に有し、親水基の部分が水溶液中で解離してアニオンとなるか、アニオン性を帯びる化合物を意味する。ここでアニオン系界面活性剤は、水素原子を伴う酸として存在しても、それが解離したアニオンであっても、その塩であってもよい。アニオン性を帯びていれば、非解離性のものでもよく、酸エステルなども含まれる。

[0035] アニオン系界面活性剤は、カルボン酸基、スルホン酸基、リン酸基、ホスホン酸基、硫酸エステル基、リン酸エステル基、及び、これらの塩である基からなる群から選択される１以上のアニオン性基を有するアニオン系界面活性剤が好ましい。

言い換えると、アニオン系界面活性剤は、本研磨液中において、カルボン

酸アニオン（－ＣＯＯ$^-$）、スルホン酸アニオン（－ＳＯ$_3^-$）、リン酸アニオン（－ＯＰＯ$_3$Ｈ$^-$、－ＯＰＯ$_3^{2-}$）、ホスホン酸アニオン（－ＰＯ$_3$Ｈ$^-$、－ＰＯ$_3^{2-}$）、硫酸エステルアニオン（－ＯＳＯ$_3^-$）、及び、リン酸エステルアニオン（＊－Ｏ－Ｐ（＝Ｏ）Ｏ$^-$－Ｏ－＊、＊は水素原子以外の原子との結合位置を表す）からなる群から選択される１以上のアニオンを有するアニオン系界面活性剤が好ましい。

また、アニオン系界面活性剤は、上記アニオン性基を２つ以上有するのも好ましい。この場合２つ以上存在するアニオン性基は同一でも異なっていてもよい。

[0036] アニオン系界面活性剤としては、例えば、スルホン酸化合物、アルキル硫酸エステル、アルキルスルホン酸、アルキルベンゼンスルホン酸（好ましくは炭素数８～２０）、アルキルナフタレンスルホン酸、アルキルジフェニルエーテルスルホン酸、ポリオキシエチレンアルキルエーテルカルボン酸、ポリオキシエチレンアルキルエーテル酢酸、ポリオキシエチレンアルキルエーテルプロピオン酸、リン酸アルキル、及び、これらの塩が挙げられる。「塩」としては、例えば、アンモニウム塩、ナトリウム塩、カリウム塩、トリメチルアンモニウム塩、及び、トリエタノールアミン塩が挙げられる。

[0037] アニオン系界面活性剤のＣｌｏｇＰ値は、１．００～１５．００が好ましく、２．５０～１２．００がより好ましく、３．００～１１．５０が更に好ましい。

[0038] また、アニオン系界面活性剤のＣｌｏｇＰ値から、不動態膜形成剤のＣｌｏｇＰ値を引いた差の値（アニオン系界面活性剤のＣｌｏｇＰ値－不動態膜形成剤のＣｌｏｇＰ値）は、２．００超８．００未満である。言い換えると、本研磨液中の不動態膜形成剤とアニオン系界面活性剤は、次の関係を満たす。

「不動態膜形成剤のＣｌｏｇＰ値が不動態膜形成剤のＣｌｏｇＰ値＋２．００＜アニオン系界面活性剤のＣｌｏｇＰ値＜不動態膜形成剤のＣｌｏｇＰ値＋８．００」

アニオン系界面活性剤のＣｌｏｇＰ値から、不動態膜形成剤のＣｌｏｇＰ値を引いた差の値は、２．０５～７．９０が好ましい。

本研磨液が不動態膜形成剤及び／又はアニオン系界面活性剤を２種以上含む場合、少なくとも１組の不動態膜形成剤とアニオン系界面活性剤との組み合わせ（好ましくは最も含有量の多い不動態膜形成剤と最も含有量の多いアニオン系界面活性剤との組み合わせ）が上記差の値の範囲を満たすのが好ましい。

[0039] 本研磨液がアニオン系界面活性剤を含む場合、本発明の効果がより優れる点で、アニオン系界面活性剤の含有量は、本研磨液の全質量に対して、０．００５～５．０質量％が好ましく、０．０４～０．３質量％がより好ましい。

アニオン系界面活性剤は１種を単独で用いても、２種以上を使用してもよい。２種以上のアニオン系界面活性剤を使用する場合には、合計含有量が上記範囲内であるのが好ましい。

[0040] アニオン系界面活性剤の含有量に対する、不動態膜形成剤の含有量の質量比（導体膜形成剤の含有量／アニオン系界面活性剤の含有量）は、０．００１～３００が好ましく、０．０１以上超１００未満がより好ましく、０．０１～５０が更に好ましい。

[0041] ＜過酸化水素＞

本研磨液は、過酸化水素（H_2O_2）を含む。

過酸化水素の含有量は、本研磨液の全質量に対して、０．１～１０．０質量％が好ましく、０．２～５．０質量％がより好ましく、０．５～３．０質量％が更に好ましい。

また、過酸化水素の含有量に対する、有機酸の含有量の質量比（有機酸の含有量／過酸化水素の含有量）は、０．００１～１０が好ましく、０．０１～１．０がより好ましく、０．０５～１．０が更に好ましい。

[0042] ＜水＞

本研磨液は、水を含有することが好ましい。本研磨液が含有する水として

は、特に制限されず、例えば、イオン交換水及び純水が挙げられる。

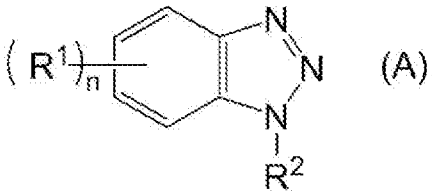
水の含有量は、本研磨液の全質量に対して、８０～９９質量％が好ましく、９０～９９質量％がより好ましい。

[0043] ＜ベンゾトリアゾール化合物＞

本研磨液は、ベンゾトリアゾール化合物（ベンゾトリアゾール構造を有する化合物）を含むのも好ましい。

ベンゾトリアゾール化合物は、ベンゾトリアゾール構造を有する化合物であれば、特に限定されない。中でも、ベンゾトリアゾール化合物は、下記式（Ａ）で表される化合物が好ましい。

[0044] [化4]



(A)

[0045] 上記式（Ａ）中、Ｒ^{1}はそれぞれ独立に、置換基を表す。

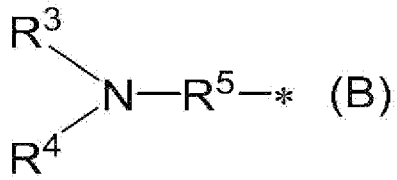
Ｒ^{1}で表される置換基は、炭素数１～６のアルキル基、炭素数１～６のアルコキシ基、炭素数６～１４のアリール基、式（Ｂ）で表される基、水酸基、メルカプト基、又は、炭素数１～６のアルコキシカルボニル基が好ましい。

ｎは０～４の整数であって、ｎが２以上である場合は、ｎ個のＲ^{1}は同一であっても、異なっていてもよい。

Ｒ^{2}は、水素原子又は置換基を表す。

Ｒ^{2}で表される置換基は、炭素数１～１２のアルキル基、炭素数１～１２のアルコキシ基、炭素数６～１４のアリール基、式（Ｂ）で表される基、水酸基、メルカプト基、又は、炭素数１～１２のアルコキシカルボニル基が好ましい。

[0046] [化5]



(B)

[0047] 式（Ｂ）中、Ｒ^{3}及びＲ^{4}は、それぞれ独立に、水素原子、又は、置換基（好ましくは炭素数１～１０のアルキル基）を表す。

Ｒ^{5}は、単結合又は炭素数１～６のアルキレン基を表す。

＊は結合部位を表す。

[0048] ベンゾトリアゾール化合物としては、例えば、ベンゾトリアゾール、５－メチル－１Ｈ－ベンゾトリアゾール、１－ヒドロキシベンゾトリアゾール、５－アミノベンゾトリアゾール、５，６－ジメチルベンゾアトリアゾール、１－［Ｎ，Ｎ－ビス（ヒドロキシエチル）アミノエチル］ベンゾトリアゾール、１－（１，２－ジカルボキシエチル）ベンゾトリアゾール、トリルトリアゾール、１－［Ｎ，Ｎ－ビス（２－エチルヘキシル）アミノメチル］ベンゾトリアゾール、１－［Ｎ，Ｎ－ビス（２－エチルヘキシル）アミノメチル］メチルベンゾトリアゾール、２，２’－｛［（メチル－１Ｈ－ベンゾトリアゾール－１－イル）メチル］イミノ｝ビスエタノール、及び、カルボキシベンゾトリアゾールが挙げられる。

[0049] 本研磨液がベンゾトリアゾール化合物を含む場合、本発明の効果がより優れる点で、ベンゾトリアゾール化合物の含有量は、本研磨液の全質量に対して、０．０００１～１．０質量％が好ましく、０．０００５～０．０３質量％がより好ましく、０．００２～０．００８質量％が更に好ましい。

また、ベンゾトリアゾール化合物の含有量に対する、不動態膜形成剤の含有量の質量比（不動態膜形成剤の含有量／ベンゾトリアゾール化合物の含有量）は、５～５００が好ましく、１０～３００がより好ましく、４０～３００が更に好ましい。

ベンゾトリアゾール化合物は１種を単独で用いても、２種以上を使用してもよい。２種以上のベンゾトリアゾール化合物を使用する場合には、合計含有量が上記範囲内であるのが好ましい。

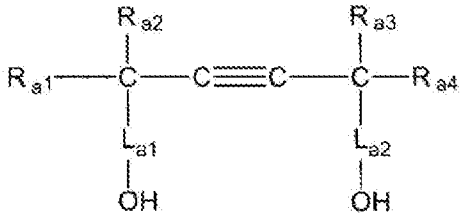
[0050] ＜ノニオン系界面活性剤＞

本研磨液は、エロージョン抑制性及び／又は信頼性がより優れる点で、ノニオン系界面活性剤を含むのも好ましい。

ノニオン系界面活性剤としては、例えば、ポリアルキレンオキサイドアルキルフェニルエーテル系界面活性剤、ポリアルキレンオキサイドアルキルエーテル系界面活性剤、ポリエチレンオキサイドとポリプロピレンオキサイドからなるブロックポリマー系界面活性剤、ポリオキシアルキレンジスチレン化フェニルエーテル系界面活性剤、ポリアルキレントリベンジルフェニルエーテル系界面活性剤、及び、アセチレンポリアルキレンオキサイド系界面活性剤等が挙げられる。

[0051] ノニオン性界面活性剤は、下記一般式（Ａ１）で表される化合物が好ましい。

[0052] [化6]



(A1)

[0053] 一般式（Ａ１）中、R_{a1}、R_{a2}、R_{a3}及びR_{a4}は、それぞれ独立に、アルキル基を表す。

R_{a1}、R_{a2}、R_{a3}及びR_{a4}のアルキル基は、直鎖状であっても、分岐鎖状であってもよく、置換基を有していてもよい。

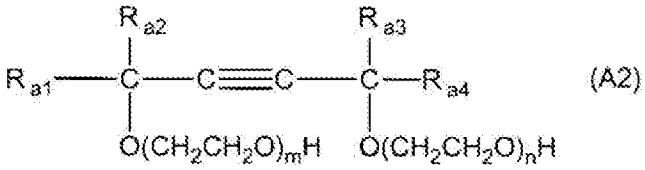
R_{a1}、R_{a2}、R_{a3}及びR_{a4}のアルキル基は、炭素数１～５のアルキル基が好ましい。炭素数１～５のアルキル基は、例えば、メチル基、エチル基、イソプロピル基、及び、ブチル基等が挙げられる。

[0054] 一般式（Ａ１）中、L_{a1}及びL_{a2}は、それぞれ独立に、単結合又は２価の連結基を表す。

L_{a1}及びL_{a2}の２価の連結基は、アルキレン基、－OR_{a5}－基及びこれらの組み合わせが好ましい。R_{a5}は、アルキレン基（好ましくは炭素数１～８）を表す。

[0055] 一般式（Ａ１）で表される化合物は、例えば、下記一般式（Ａ２）で表される化合物でもよい。

[0056] [化7]



(A2)

[0057] 一般式（Ａ２）中、R_{a1}、R_{a2}、R_{a3}、及び、R_{a4}は、それぞれ独立に、アルキル基を表す。

R_{a1}、R_{a2}、R_{a3}及びR_{a4}のアルキル基は、一般式（Ａ１）中のR_{a1}、R_{a2}、R_{a3}及びR_{a4}のアルキル基と同様である。

[0058] 一般式（Ａ２）中、ｍ及びｎは、エチレンオキシドの付加数を表し、それぞれ独立に０．５～８０の正数を表し、ｍ＋ｎ≧１を満たす。ｍ＋ｎ≧１を満たす範囲であれば、任意の値を選択することができる。ｍ及びｎは、１≦ｍ＋ｎ≦１００を満たすことが好ましく、３≦ｍ＋ｎ≦８０を満たすことがより好ましい。

[0059] ノニオン系界面活性剤としては、例えば、２，４，７，９－テトラメチル－５－デシン－４，７－ジオール、３，６－ジメチル－４－オクチン－３，６－ジオール、３，５－ジメチル－１－ヘキシン－３オール、２，５，８，１１－テトラメチル－６－ドデシン－５，８－ジオール、５，８－ジメチル－６－ドデシン－５，８－ジオール、２，４，７，９－テトラメチル－５－デシン－４，７－ジオール、４，７－ジメチル－５－デシン－４，７－ジオール８－ヘキサデシン－７，１０－ジオール、７－テトラデシン－６，９－ジオール、２，３，６，７－テトラメチル－４－オクチン－３，６－ジオール、３，６－ジエチル－４－オクチン－３，６－ジオール、３，６－ジメチル－４－オクチン－３，６－ジオール、及び、２，５－ジメチル－３－ヘキシン－２，５－ジオール等が挙げられる。

[0060] また、ノニオン系界面活性剤は、市販品を用いてもよい。市販品としては、例えば、ＡｉｒＰｒｏｄｕｃｔｓ＆Ｃｈｅｍｉｃａｌｓ社製のＳｕｒｆｉｎｏｌ６１、８２、４６５、４８５、ＤＹＮＯＬ６０４、６０７、日信化学工業社製のオルフィンＳＴＧ、オルフィンＥ１０１０等が挙げられる。

[0061] ノニオン系界面活性剤のＨＬＢ（Ｈｙｄｒｏｐｈｉｌｅ－Ｌｉｐｏｐｈｉｌｅ　Ｂａｌａｎｃｅ）値は、ディッシング抑制性がより優れる点で、３～２０が好ましく、８～１７がより好ましく、８～１５が更に好ましく、１０～１４が特に好ましい。

ここで、ＨＬＢ値はグリフィン式（２０Ｍｗ／Ｍ；Ｍｗ＝親水性部位の分子量、Ｍ＝ノニオン系界面活性剤の分子量）より算出した値で規定される。

[0062] 本研磨液がノニオン系界面活性剤を含む場合、本発明の効果がより優れる点で、ノニオン系界面活性剤の含有量は、本研磨液の全質量に対して、０．０００１～１．０質量％が好ましく、０．００１～０．０５質量％がより好ましい。

ノニオン系界面活性剤は１種を単独で用いても、２種以上を使用してもよい。２種以上のノニオン系界面活性剤を使用する場合には、合計含有量が上記範囲内であるのが好ましい。

[0063] ＜有機溶剤＞

本研磨液は、有機溶剤を含むのも好ましい。

有機溶剤は水溶性の有機溶剤が好ましい。

有機溶剤としては、例えば、ケトン系溶剤、エーテル系溶剤、アルコール系溶剤、グリコール系溶剤、グリコールエーテル系溶剤、及び、アミド系溶剤等が挙げられる。

より具体的には、例えば、アセトン、メチルエチルケトン、テトラヒドロフラン、ジオキサン、ジメチルアセトアミド、Ｎ－メチルピロリドン、ジメチルスルホキシド、アセトニトリル、メタノール、エタノール、１－プロパノール、２－プロパノール、１－ブタノール、エチレングリコール、プロピレングリコール、及び、エトキシエタノールが挙げられる。

中でも、エチレングリコールが好ましい。

[0064] 本研磨液の効果がより優れる点で、本研磨液が有機溶剤を含む場合、有機溶剤の含有量は、本研磨液の全質量に対して、０．００１～１０質量％が好ましく、０．０１～５．０質量％がより好ましく、０．０５～５．０質量％

が更に好ましく、０．０５～１．０質量％が特に好ましい。

有機溶剤は１種を単独で用いても、２種以上を使用してもよい。２種以上の有機溶剤を使用する場合には、合計含有量が上記範囲内であるのが好ましい。

[0065] ＜ｐＨ調整剤＞

本研磨液は、上述した成分以外に、ｐＨを所定の範囲に調整するためにｐＨ調整剤を含んでもよい。

ｐＨを酸性側に調整するためのｐＨ調整剤としては、例えば、硫酸が挙げられ、ｐＨを塩基性側に調整するためのｐＨ調整剤としては、例えば、ＴＭＡＨ（水酸化テトラメチルアンモニウム）が挙げられる。

ｐＨ調整剤は、所定のｐＨにするための滴当量を使用すればよい。

ｐＨ調整剤は１種を単独で用いても、２種以上を使用してもよい。

本研磨液のｐＨは、８．０～１０．５である。中でも、ディッシング抑制性及び／又はエロージョン抑制性がより優れる点で、本研磨液のｐＨは、８．０超１０．５以下が好ましく、８．２～１０．４がより好ましく、８．７～１０．３が更に好ましく、９．１～１０．０が特に好ましい。

[0066] ＜他の成分＞

本研磨液は、本発明の上述した効果を損なわない範囲で、上述した成分以外の成分（他の成分）を含んでいてもよい。

他の成分としては、例えば、ポリマー成分（好ましくは水溶性高分子）、ベンゾトリアゾール化合物以外の含窒素複素環化合物、上述した界面活性剤以外の界面活性剤、及び、コロイダルシリカ以外の粒子が挙げられる。

[0067] ＜腐食電位＞

本研磨液は、本研磨液中において、コバルト（金属コバルト）の腐食電位が、－０．２～０．５Ｖになるように調整されているのが好ましい。

腐食電位は、以下の方法で測定できる。

[0068] ＜腐食電位の測定方法＞

装置：Ｐｒｉｎｃｅｔｏｎ　Ａｐｐｌｉｅｄ　Ｒｅｓｅａｒｃｈ　社　ｍ

ｏｄｅｌ　２６３Ａ（商品名）

基板：１％クエン酸溶液で３０ｓｅｃ処理して表面の自然酸化膜を除去したＣｏ基板（Ｐ－ｔｙｐｅ，１～３５Ω・ｃｍ）

測定手順は下記のとおりとした。

１．作用電極（Ｗｏｒｋｉｎｇ　ｅｌｅｃｔｒｏｄｅ）として前処理（上述の自然酸化膜の除去処理）を実施した基板（測定材料）をクリップする。

２．参照電極（Ｒｅｆｅｒｅｎｃｅ　ｅｌｅｃｔｒｏｄｅ）として飽和ＫＣｌ／ＡｇＣｌ溶液で充填したＡｇ／ＡｇＣｌ参照電極をクリップする。

３．カウンター電極（Ｃｏｕｎｔｅｒ　ｅｌｅｃｔｒｏｄｅ）として白金対極：プリンストンアプライドリサーチ社製ＴＣＥ－１をクリップする。

４．測定溶液（本研磨液）をセルに入れる。

５．測定を開始する。

（１）ｌｉｎｅａｒ　ｓｗｅｅｐ　モードでＴａｆｅｌ　ｐｌｏｔを選択する。

（２）Ｏｐｅｎ　ｃｉｒｃｕｉｔ　ｐｏｔｅｎｔｉａｌ　±　０．５Ｖでｓｗｅｅｐするよう設定する。

６．Ｖ－Ｉグラフから、腐食電位を読み取る。

[0069] ＜本研磨液の製造方法＞

本研磨液の製造方法としては特に制限されず、公知の製造方法を使用できる。

例えば、上述した各成分を所定の濃度になるように混合して本研磨液を製造してもよい。

本研磨液における、カリウムの含有量に対する、ナトリウムの含有量の質量比を所定の範囲にするために、使用する原料をそれぞれ混合前に脱塩処理（ろ過など）したり、原料の混合後に混合物を脱塩処理（ろ過など）したりするのも好ましい。

[0070] また、高濃度に調整した本研磨液（高濃度研磨液）を希釈して、目的とする配合の本研磨液を得てもよい。上記高濃度研磨液は、水等で希釈をするこ

とで、目的とする配合の本研磨液を製造できるように配合が調整された混合物である。

高濃度研磨液を希釈する際の希釈倍率は、質量基準で２倍以上が好ましく、２～１０倍がより好ましい。

高濃度研磨液の固形分濃度は、１０質量％以上が好ましく、１０～５０質量％がより好ましい。高濃度研磨液を希釈して、好ましい固形分濃度（好ましくは０．１～１０質量％、より好ましくは１．５質量％以上１０質量％未満）の本研磨液を得るのが好ましい。

なお、固形分とは、本研磨液において、水、過酸化水素、及び、有機溶剤以外の全成分を意図する。

[0071] ［化学的機械的研磨方法］

本発明の化学的機械的研磨方法（以下、「本ＣＭＰ方法」ともいう。）は、上述した研磨液を研磨定盤に取り付けられた研磨パッドに供給しながら、被研磨体の被研磨面を上記研磨パッドに接触させ、上記被研磨体及び上記研磨パッドを相対的に動かして上記被研磨面を研磨して、研磨済み被研磨体を得る工程を含む。

[0072] ＜被研磨体＞

上記実施態様に係るＣＭＰ方法を適用できる被研磨体としては、特に制限されず、配線金属元素として、銅、銅合金及びコバルトからなる群より選択される少なくとも１種の金属を含有する膜を有する態様が挙げられ、コバルト含有膜を有する態様が好ましい。

コバルト含有膜は、少なくともコバルト（Ｃｏ）を含めばよく、その他の成分を含んでもよい。コバルト含有膜中のコバルトの状態は特に制限されず、例えば、単体でも合金でもよい。中でも、コバルト含有膜中のコバルトは単体のコバルトであるのが好ましい。コバルト含有膜中のコバルト（好ましくは単体のコバルト）の含有量は、コバルト含有膜の全質量に対して、５０～１００質量％が好ましく、８０～１００質量％がより好ましく、９９～１００質量％が更に好ましい。

[0073] 被研磨体の一例として、表面に、コバルト含有膜を有する基板が挙げられる。

より具体的な被研磨体の例としては、後述する図２の被研磨体が挙げられ、図２の被研磨体は、例えば、後述する図１に示す被前処理体に前処理を施して得られる。

[0074] 図１に、本ＣＭＰ方法が実施される被研磨体を得るための前処理が施される被前処理体の一例を示す断面上部の模式図を示す。

図１に示す被前処理体１０ａは、図示しない基板と、基板上に配置された溝（例えば配線用の溝）を有する層間絶縁膜１６と、上記溝の形状に沿って配置されたバリア層１４と、上記溝を充填するように配置されたコバルト含有膜１２とを有する。上記コバルト含有膜は、上記溝を充填して、更に溢れるように上記溝の開口部よりも高い位置にまで配置されている。コバルト含有膜１２における、このような溝の開口部よりも高い位置に形成されている部分をバルク層１８という。

上記被前処理体１０ａにおいて、層間絶縁膜１６とコバルト含有膜１２の間に存在する上記バリア層１４は省略されてもよい。

上記被前処理体１０ａにおいて、コバルト含有膜１２とバリア層１４との間、バリア層１４と層間絶縁膜１６との間、及び／又は、バリア層１４が省略される場合における層間絶縁膜１６とコバルト含有膜１２との間に停止層（エッチング停止層）を有していてもよい。また、バリア層が停止層の役割を兼ねてもよい。

被前処理体１０ａのバルク層１８を除去（前処理）して、次に説明する図２の被研磨体が得られる。

バルク層１８の除去は、例えば、本発明の研磨液とは異なる研磨液を用いたＣＭＰにより実施できる。

[0075] 図２は、本ＣＭＰ方法を実施される被研磨体の一例を示す断面上部の模式図である。

図２の被研磨体１０ｂは、図１の前処理体１０ａからバルク層が除去され

て、被処理面にバリア層１４とコバルト含有膜１２とが露出している。

本ＣＭＰ方法では、上記被処理面の表面に露出したバリア層１４とコバルト含有膜１２とを同時に研磨し、層間絶縁膜１６が被研磨面の表面に露出するまで研磨して、コバルト含有膜からなる配線を有する、図３の研磨済み被研磨体１０ｃを得るのが好ましい。

つまり、本ＣＭＰ方法は、コバルト含有膜からなる配線を形成するために行われるのが好ましい。

また、本ＣＭＰ方法は、本研磨液をバリア用研磨液として用いるのも好ましい。

層間絶縁膜１６が被研磨面の表面に露出してからも、層間絶縁膜１６、層間絶縁膜１６の溝の形状に沿って配置されたバリア層１４、上記溝を充填するコバルト含有膜１２（配線）、及び／又は、所望に応じて有する停止層に対して、意図的又は不可避的に、研磨を継続してもよい。

なお、図２の被研磨体１０ｂでは、バルク層が完全に除去されているが、バルク層の一部は完全には除去されていなくてもよく、除去されきっていないバルク層が部分的又は全面的に被研磨体１０ｂの被処理面を覆っていてもよい。本ＣＭＰ方法では、このような除去されきっていないバルク層の研磨及び除去も行ってよい。

上述の通り、被前処理体１０ａは停止層を有していてもよい。そのため、被研磨体１０ｂも停止層を有していてもよい。例えば、停止層が、バリア層１４及び／又は層間絶縁膜１６を部分的又は全面的に被処理面を覆っている状態の被研磨体１０ｂを得てもよい。

また、図３の研磨済み被研磨体１０ｃでは、層間絶縁膜１６上のバリア層１４が完全に除去されているが、研磨は、層間絶縁膜１６上のバリア層１４が完全に除去され切る前に終了してもよい。つまりバリア層１４が層間絶縁膜１６を部分的又は全面的に覆っている状態で研磨を終えて研磨済み被研磨体１０ｃを得てもよい。

上述の通り、被研磨体１０ｂは停止層を有していてもよい。そのため、研

磨済み被研磨体１０ｃも停止層を有していてもよい。例えば、停止層が、層間絶縁膜１６を部分的又は全面的に覆っている状態で研磨を終えて研磨済み被研磨体１０ｃを得てもよい。

[0076] 層間絶縁膜１６としては、例えば、窒化珪素（ＳｉＮ）、酸化珪素、炭化珪素（ＳｉＣ）、炭窒化珪素、酸化炭化珪素（ＳｉＯＣ）、酸窒化珪素、及び、ＴＥＯＳ（テトラエトキシシラン）からなる群から選択される１以上の材料を含む層間絶縁膜が挙げられる。中でも、窒化珪素（ＳｉＮ）、ＴＥＯＳ、炭化珪素（ＳｉＣ）、酸化炭化珪素（ＳｉＯＣ）が好ましい。また、層間絶縁膜１６は複数の膜で構成されていてもよい。複数の膜で構成される層間絶縁膜としては、例えば、酸化珪素を含む膜と酸化炭化珪素を含む膜とを組み合わせてなる絶縁膜が挙げられる。

バリア層１４としては、例えば、Ｔａ、ＴａＮ、ＴｉＮ、ＴｉＷ、Ｗ、及び、ＷＮからなる群から選択される１以上の材料を含むバリア層が挙げられる。中でも、Ｔａ、ＴａＮ、又は、ＴｉＮが好ましい。

停止層としては、例えば、バリア層に使用できる材料及び／又は窒化珪素を含む停止層が挙げられる。

[0077] 基板の具体例としては、単層からなる半導体基板、及び、多層からなる半導体基板が挙げられる。

単層からなる半導体基板を構成する材料の具体例としては、シリコン、シリコンゲルマニウム、ＧａＡｓのような第ＩＩＩ－Ｖ族化合物、又は、それらの任意の組み合わせが挙げられる。

多層からなる半導体基板の具体例としては、上述のシリコン等の半導体基板上に、金属線及び誘電材料のような相互接続構造（ｉｎｔｅｒｃｏｎｎｅｃｔ　ｆｅａｔｕｒｅｓ）等の露出した集積回路構造が配置された基板が挙げられる。

本ＣＭＰ方法の適用対象となる被研磨体の市販品としては、例えば、ＳＥＭＡＴＥＣ７５４ＴＥＧ（ＳＥＭＡＴＥＣＨ社製）が挙げられる。

[0078] ＜研磨速度の比＞

上述の図２に示す被研磨体に対する研磨のように、本ＣＭＰ方法では、被研磨体が、コバルト含有膜（第１層）とは異なる材料からなる第２層（バリア層、停止層、及び／又は、層間絶縁膜等）を有するのが好ましい。また、コバルト含有膜（第１層）と同時に、上記第２層に対しても研磨をするのが好ましい。

つまり、本ＣＭＰ方法では、第１層としてのコバルト含有膜と、第２層としてのコバルト含有膜とは異なる材料からなる層（バリア層、停止層、及び／又は、層間絶縁膜等）に対して同時に研磨をするのが好ましい。

図２に示す被研磨体のように、研磨の際、同一平面の被研磨面に、第１層と第２層との両方が同時に露出していてもよい。

この際、得られる研磨済み被研磨体の被研磨面の均一性の点から、第１層に対する研磨速度と第２層に対する研磨速度の差は極端に大きくないことが好ましい。

具体的には、第２層の研磨速度に対する、第１層の研磨速度の速度比（第１層の研磨速度／第２層の研磨速度）は、０．０１超２０以下が好ましく、０．０５超５未満がより好ましい。

第２層は、例えば、バリア層、停止層、及び／又は層間絶縁膜である。より具体的には、第２層は、例えば、Ｔａ、ＴａＮ、ＴｉＮ、ＳｉＮ、ＴＥＯＳ（テトラエトキシシラン）、ＳｉＣ、及び、ＳｉＯＣからなる群から選択される１以上の材料を含む層が好ましい。本ＣＭＰ方法は、ＴｉＮ、Ｔａ、ＴａＮ、ＳｉＮ、ＴＥＯＳ、ＳｉＯＣ、及び／又は、ＳｉＣの研磨速度に対する、コバルト含有膜（好ましくはＣｏ）の研磨速度の速度比（「コバルト含有膜（好ましくはＣｏ）の研磨速度」／「ＴｉＮ、Ｔａ、ＴａＮ、ＳｉＮ、ＴＥＯＳ、ＳｉＯＣ、及び／又は、ＳｉＣの研磨速度」）が、０．０１超２０以下となるのが好ましく、０．０５超５未満となるのがより好ましい。

[0079] ＜研磨装置＞

本ＣＭＰ方法を実施できる研磨装置は、公知の化学的機械的研磨装置（以下、「ＣＭＰ装置」ともいう。）を使用できる。

ＣＭＰ装置としては、例えば、被研磨面を有する被研磨体を保持するホルダーと、研磨パッドを貼り付けた（回転数が変更可能なモータ等を取り付けてある）研磨定盤と、を有する一般的なＣＭＰ装置が挙げられる。

[0080] ＜研磨圧力＞

本ＣＭＰ方法における研磨圧力は、被研磨面における傷状の欠陥の発生を抑制でき、研磨後の被研磨面が均一になりやすい点で、０．１～５．０ｐｓｉが好ましく、０．５～３．０ｐｓｉがより好ましく、１．０～３．０ｐｓｉが更に好ましい。なお、研磨圧力とは、被研磨面と研磨パッドとの接触面に生ずる圧力を意味する。

[0081] ＜研磨定盤の回転数＞

本ＣＭＰ方法における研磨定盤の回転数は、５０～２００ｒｐｍが好ましく、６０～１５０ｒｐｍがより好ましい。

なお、被研磨体及び研磨パッドを相対的に動かすために、ホルダーを回転及び／又は揺動させてもよいし、研磨定盤を遊星回転させてもよいし、ベルト状の研磨パッドを長尺方向の一方向に直線状に動かしてもよい。なお、ホルダーは、固定、回転又は揺動のいずれの状態であってもよい。これらの研磨方法は、被研磨体及び研磨パッドを相対的に動かすのであれば、被研磨面及び／又は研磨装置により適宜選択できる。

[0082] ＜研磨液の供給方法＞

本ＣＭＰ方法では、被研磨面を研磨する間、研磨定盤上の研磨パッドに本研磨液をポンプ等で連続的に供給するのが好ましい。本研磨液の供給量に制限はないが、研磨パッドの表面が常に本研磨液で覆われているのが好ましい。

例えば、研磨液供給速度は、被研磨面における傷状の欠陥の発生を抑制でき、研磨後の被研磨面が均一になりやすい点で、０．０５～０．７５ｍｌ／（ｍｉｎ・ｃｍ^2）が好ましく、０．１４～０．３５ｍｌ／（ｍｉｎ・ｃｍ^2）がより好ましく、０．２１～０．３５ｍｌ／（ｍｉｎ・ｃｍ^2）が更に好ましい。

なお、上記研磨液供給速度における「ｍｌ／（ｍｉｎ・ｃｍ^2）」は、研磨中、被研磨面の１ｃｍ^{2}に対して、１分ごとに供給される研磨液の量（ｍｌ）を示す。

[0083] ＜洗浄工程＞

本ＣＭＰ方法においては、研磨済み被研磨体を得る工程の後、得られた研磨済み被研磨体を洗浄する洗浄工程を有するのも好ましい。

洗浄工程によって、研磨によって生じた研磨屑の残渣、及び／又は、本研磨液に含まれる成分に基づく残渣等を除去できる。

洗浄工程に使用される洗浄液に制限はなく、例えば、アルカリ性の洗浄液（アルカリ洗浄液）、酸性の洗浄液（酸性洗浄液）、水、有機溶剤等が挙げられ、中でも、残渣除去性及び洗浄後の被研磨面（例えば、研磨工程によって被研磨面の表面に露出したコバルト含有膜からなる配線等）の表面荒れを抑制できる点で、アルカリ洗浄液が好ましい。

[0084] また、洗浄工程の後に、更に、研磨済み被研磨体に付着する洗浄液を除去するための後洗浄工程を実施してもよい。後洗浄工程本工程の具体的な実施態様としては、例えば、有機溶剤又は水等の後洗浄液で、洗浄工程後の研磨済み被研磨体を更に洗浄する方法が挙げられる。

実施例

[0085] 以下に実施例に基づいて本発明を更に詳細に説明する。以下の実施例に示す材料、使用量、割合、処理内容又は処理手順等は、本発明の趣旨を逸脱しない限り適宜変更できる。したがって、本発明の範囲は以下に示す実施例により限定的に解釈されるべきものではない。なお、特に断らない限り「％」は「質量％」を意図する。

[0086] ≪実施例Ａ≫

［研磨液の作製］

＜原料＞

以下の原料を使用して、下記表１に記載の研磨液を作製した。

[0087] （コロイダルシリカ）

・ＰＬ１（製品名、扶桑化学工業社製、コロイダルシリカ、平均一次粒子径１５ｎｍ、会合度２．７）

[0088]（有機酸）

・Ｍａｌｏｎｉｃ　Ａｃｉｄ（マロン酸）

・ＣＡ（クエン酸）

・ＨＥＤＰ（１－ヒドロキシエタン－１，１－ジホスホン酸）

・ＥＤＴＰＯ（エチレンジアミンテトラメチレンホスホン酸）

[0089]（不動態膜形成剤）

・４－メチルフタル酸

・４－ニトロフタル酸

・サリチル酸

・４－メチルサリチル酸

・アントラニル酸

・４－メチル安息香酸

・４－ｔｅｒｔ－ブチル安息香酸

・４－プロピル安息香酸

・１，４，５，８－ナフタレンテトラカルボン酸

・６－ヒドロキシ－２－ナフタレンカルボン酸

・１－ヒドロキシ－２－ナフタレンカルボン酸

・３－ヒドロキシ－２－ナフタレンカルボン酸

・キナルジン酸

・８－ヒドロキシキノリン

・２－メチル－８－ヒドロキシキノリン

・フタル酸

[0090]（アニオン系界面活性剤）

・Ｎ－ＬＳＡＲ（Ｎ－ラウロイルサルコシナート）

・ＤＢＳＡ（ドデシルベンゼンスルホン酸）

・ＬＰＡ（ラウリルホスホン酸）

・ＬＡＰｈＥＤＳＡ（ラウリルジフェニルエーテルジスルホン酸）

・Ｃａｐｒｙｌｉｃ　ａｃｉｄ（カプリル酸）

・Ｌｉｇｎｏｃｅｒｉｃ　ａｃｉｄ（リグノセリン酸）

[0091]（ベンゾトリアゾール化合物）

・ＢＴＡ（ベンゾトリアゾール）

・５－ＭＢＴＡ（５－メチル－１Ｈ－ベンゾトリアゾール）

[0092]（過酸化水素）

・過酸化水素

[0093]（有機溶剤）

・ＥＴＧ（エチレングリコール）

[0094]（ノニオン系界面活性剤）

・Ｓｕｒｆｉｎｏｌ　４６５（日信化学工業社製）

・Ｓｕｒｆｉｎｏｌ　６１（日信化学工業社製）

・Ｓｕｒｆｉｎｏｌ　４８５（日信化学工業社製）

[0095]（カリウム（Ｋ））

・水酸化カリウム

（研磨液に対するカリウム成分の供給源として必要に応じて水酸化カリウムを添加した）

[0096]（ｐＨ調整剤）

・H_2SO_4（硫酸）

・ＴＭＡＨ（水酸化テトラメチルアンモニウム）

[0097]（水）

・水（超純水）

[0098]＜研磨液の調製＞

各原料（又はその水溶液）を、高密度ポリエチレンフィルターをろ過処理した。この際、コロイダルシリカの水溶液は孔径０．１μｍのフィルターでろ過し、それ以外の原料（又はその水溶液）については、孔径０．０２μｍのフィルターでろ過した。ろ過処理によって、原料（又はその水溶液）中の

金属成分の含有量を低減させた。各原料におけるろ過の回数は、最終的に得られる研磨液中の、Ｎａ及びＫの含有量が、下記表に示す量になるように調整した。

ろ過処理後の各原料（又はその水溶液）を混合して、下記表１に示す実施例又は比較例の研磨液を調製した。

[0099] また、原料及び研磨液中のＮａ及びＫの含有量は、Ａｇｉｌｅｎｔ　７８００　トリプル四重極ＩＣＰ－ＭＳ（ｉｎｄｕｃｔｉｖｅｌｙ　ｃｏｕｐｌｅｄ　ｐｌａｓｍａ　ｍａｓｓ　ｓｐｅｃｔｒｏｍｅｔｒｙ、半導体分析用、オプション＃２００）を用いて測定した。

[0100] 製造した研磨液の成分を下記表に示す。

表中「量」欄は、各成分の、研磨液の全質量に対する含有量を示す。

「％」「ｐｐｔ」の記載は、それぞれ「質量％」「質量ｐｐｔ」を示す。

表中における各成分の含有量は、各成分の化合物としての含有量を示す。例えば、研磨液の調製に当たって過酸化水素は、過酸化水素水溶液の状態で添加されたが、表中の「過酸化水素」欄における含有量の記載は、研磨液に添加された過酸化水素水溶液ではなく、研磨液に含まれる過酸化水素（H_2O_2）そのものの含有量を示す。

コロイダルシリカの含有量は、シリカコロイド粒子そのものが、研磨液中で占める含有量を示す。

研磨液中に含まれる「Ｎａ」は、各原料に含まれる微量成分に由来する。

研磨液中に含まれる「Ｋ」は、各原料に含まれる微量成分と、所望に応じて添加した水酸化カリウムに由来する。

ｐＨ調整剤の含有量としての「調整」の記載は、H_2SO_4及びＴＭＡＨのいずれか一方を、最終的に得られる研磨液のｐＨが「ｐＨ」欄に示す値となる量を添加したことを示す。

水の添加量としての「残部」の記載は、研磨液における表中に示した成分以外の成分は水であることを示す。

「ΔＣｌｏｇＰ」欄は、アニオン系界面活性剤のＣｌｏｇＰ値から、不動

態膜形成剤のＣｌｏｇＰ値を引いた差の値（アニオン系界面活性剤のＣｌｏｇＰ値－不動態膜形成剤のＣｌｏｇＰ値）を示す。

「比率１」欄は、研磨液中の、アニオン系界面活性剤の含有量に対する、不動態膜形成剤の含有量の質量比（不動態膜形成剤の含有量／アニオン系界面活性剤の含有量）を示す。

「比率２」欄は、研磨液中の、ベンゾトリアゾール化合物の含有量に対する、不動態膜形成剤の含有量の質量比（不動態膜形成剤の含有量／ベンゾトリアゾール化合物の含有量）を示す。

「比率３」欄は、研磨液中の、過酸化水素の含有量に対する、有機酸の含有量の質量比（有機酸の含有量／過酸化水素の含有量）を示す。

「ＨＬＢ」欄は、ノニオン系界面活性剤のＨＬＢ値を示す。

「Ｋ／Ｎａ」欄は、研磨液中の、Ｎａの含有量に対する、Ｋの含有量の質量比（Ｋの含有量／Ｎａの含有量）を示す。

各マス中の「Ｅ＋数字」の記載は、「×１０^{数字}」を表す。

[0101] 表１－１ａ、表１－１ｂ、表１－１ｃでは、それぞれ、同じ研磨液における各成分の含有量を分割して記載している。例えば、実施例１の研磨液は、コロイダルシリカであるＰＬ１を４．５質量％、有機酸であるマロン酸とクエン酸とをそれぞれ０．３質量％、０．１質量％、不動態膜形成剤である４－メチルフタル酸を０．３５質量％、アニオン系界面活性剤であるＬＰＡを０．０１質量％、過酸化水素を１．０質量％、有機溶剤としてのエチレングリコールを０．０５質量％、Ｋを３．５×１０^{8}質量ｐｐｔ、Ｎａを５１質量ｐｐｔ、最終的な研磨液全体としてｐＨが９．０となる量のｐＨ調整剤を含み、残りの成分は水である。

「表１－２ａ、表１－２ｂ、表１－２ｃ」「表１－３ａ、表１－３ｂ、表１－３ｃ」及び「表１－４ａ、表１－４ｂ、表１－４ｃ」においても同様である。

[0102]

[表1]

表1-1a	ポリオール油		有機酸		不動態膜形成剤			アニオン系界面活性剤		
	種類	量(%)	種類	量(%)	種類	ClogP	量(%)	種類	ClogP	量(%)
実施例1	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチルフタル酸	1.27	0.35	LPA	4.25	0.01
実施例2	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-ニトロフタル酸	1.00	0.35	LPA	4.25	0.01
実施例3	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	サリチル酸	2.06	0.35	LPA	4.25	0.01
実施例4	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	アントラニル酸	1.21	0.35	LPA	4.25	0.01
実施例5	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	1,4,5,8-ナフタレンテトラカルボン酸	1.37	0.35	LPA	4.25	0.01
実施例6	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	キナルジン酸	2.17	0.35	LPA	4.25	0.01
実施例7	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	8-ヒドロキシキノリン	1.87	0.35	LPA	4.25	0.01
実施例8	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	フタル酸	0.81	0.35	LPA	4.25	0.01
実施例9	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチルフタル酸	1.27	0.35	LPA	4.25	0.01
実施例10	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-ニトロフタル酸	1.00	0.35	LPA	4.25	0.01
実施例11	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	サリチル酸	2.06	0.35	LPA	4.25	0.01
実施例12	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	アントラニル酸	1.21	0.35	LPA	4.25	0.01
実施例13	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	1,4,5,8-ナフタレンテトラカルボン酸	1.37	0.35	LPA	4.25	0.01
実施例14	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	フタル酸	0.81	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例15	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチルフタル酸	1.27	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例16	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-ニトロフタル酸	1.00	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例17	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	サリチル酸	2.06	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例18	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチルサリチル酸	2.52	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例19	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	アントラニル酸	1.21	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例20	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチル安息香酸	2.36	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例21	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-プロピル安息香酸	3.42	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例22	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	1,4,5,8-ナフタレンテトラカルボン酸	1.37	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例23	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	6-ヒドロキシ-2-ナフタレンカルボン酸	2.39	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例24	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	1-ヒドロキシ-2-ナフタレンカルボン酸	3.29	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例25	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	3-ヒドロキシ-2-ナフタレンカルボン酸	3.29	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例26	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	フタル酸	0.81	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例27	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチルフタル酸	1.27	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例28	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-ニトロフタル酸	1.00	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例29	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	サリチル酸	2.06	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例30	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチルサリチル酸	2.52	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例31	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	アントラニル酸	1.21	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例32	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチル安息香酸	2.36	0.35	N-LSAR	5.55	0.01

[0103] [表2]

表1-1b	ベンゾトリアゾール化合物		過酸化水素	有機溶剤		ノニオン系界面活性剤		
	種類	量 (%)	量 (%)	種類	量 (%)	種類	HLB	量 (%)
実施例1			1.0	ETG	0.05			
実施例2			1.0	ETG	0.05			
実施例3			1.0	ETG	0.05			
実施例4			1.0	ETG	0.05			
実施例5			1.0	ETG	0.05			
実施例6			1.0	ETG	0.05			
実施例7			1.0	ETG	0.05			
実施例8	5-MBTA	0.003	1.0	ETG	0.05			
実施例9	BTA	0.003	1.0	ETG	0.05			
実施例10	5-MBTA	0.003	1.0	ETG	0.05			
実施例11	5-MBTA	0.003	1.0	ETG	0.05			
実施例12	5-MBTA	0.003	1.0	ETG	0.05			
実施例13	5-MBTA	0.003	1.0	ETG	0.05			
実施例14			1.0	ETG	0.05			
実施例15			1.0	ETG	0.05			
実施例16			1.0	ETG	0.05			
実施例17			1.0	ETG	0.05			
実施例18			1.0	ETG	0.05			
実施例19			1.0	ETG	0.05			
実施例20			1.0	ETG	0.05			
実施例21			1.0	ETG	0.05			
実施例22			1.0	ETG	0.05			
実施例23			1.0	ETG	0.05			
実施例24			1.0	ETG	0.05			
実施例25			1.0	ETG	0.05			
実施例26	5-MBTA	0.003	1.0	ETG	0.05			
実施例27	5-MBTA	0.003	1.0	ETG	0.05			
実施例28	5-MBTA	0.003	1.0	ETG	0.05			
実施例29	5-MBTA	0.003	1.0	ETG	0.05			
実施例30	5-MBTA	0.003	1.0	ETG	0.05			
実施例31	5-MBTA	0.003	1.0	ETG	0.05			
実施例32	5-MBTA	0.003	1.0	ETG	0.05			

[0104] [表3]

表1-1c	K	Na	K/Na	水	pH	pH調整剤	⊿ClogP	比率1	比率2	比率3
	量 (ppt)	量 (ppt)		量		量				
実施例1	3.5E+08	51	6.9E+06	残部	9.0	調整	2.88	35		0.4
実施例2	3.4E+08	70	4.8E+06	残部	9.0	調整	3.25	35		0.4
実施例3	3.3E+08	51	6.4E+06	残部	9.0	調整	2.19	35		0.4
実施例4	2.6E+08	67	3.9E+06	残部	9.0	調整	3.04	35		0.4
実施例5	3.3E+08	66	4.9E+06	残部	9.0	調整	2.88	35		0.4
実施例6	3.1E+08	78	4.0E+06	残部	9.0	調整	2.08	35		0.4
実施例7	3.1E+08	72	4.4E+06	残部	9.0	調整	2.38	35		0.4
実施例8	3.3E+08	77	4.2E+06	残部	9.0	調整	3.44	35	117	0.4
実施例9	3.1E+08	80	3.9E+06	残部	9.0	調整	2.89	35	117	0.4
実施例10	2.6E+08	72	3.6E+06	残部	9.0	調整	3.25	35	117	0.4
実施例11	3.1E+08	76	4.1E+06	残部	9.0	調整	2.19	35	117	0.4
実施例12	3.1E+08	72	4.3E+06	残部	9.0	調整	3.04	35	117	0.4
実施例13	2.6E+08	57	4.6E+06	残部	9.0	調整	2.88	35	117	0.4
実施例14	3.3E+08	73	4.4E+06	残部	9.0	調整	4.74	35.0		0.4
実施例15	3.1E+08	75	4.2E+06	残部	9.0	調整	4.28	35		0.4
実施例16	2.6E+08	75	3.5E+06	残部	9.0	調整	4.55	35		0.4
実施例17	2.3E+08	73	3.2E+06	残部	9.0	調整	3.49	35		0.4
実施例18	3.1E+08	73	4.3E+06	残部	9.0	調整	3.03	35		0.4
実施例19	3.1E+08	68	4.6E+06	残部	9.0	調整	4.34	35		0.4
実施例20	3.4E+08	69	4.9E+06	残部	9.0	調整	3.19	35		0.4
実施例21	3.1E+08	66	4.7E+06	残部	9.0	調整	2.13	35		0.4
実施例22	2.6E+08	52	5.0E+06	残部	9.0	調整	4.18	35		0.4
実施例23	3.1E+08	46	6.8E+06	残部	9.0	調整	3.16	35		0.4
実施例24	3.1E+08	70	4.5E+06	残部	9.0	調整	2.25	35		0.4
実施例25	3.1E+08	78	4.0E+06	残部	9.0	調整	2.26	35		0.4
実施例26	3.3E+08	72	4.5E+06	残部	9.0	調整	4.74	35	117	0.4
実施例27	3.1E+08	76	4.1E+06	残部	9.0	調整	4.28	35	117	0.4
実施例28	2.6E+08	77	3.4E+06	残部	9.0	調整	4.55	35	117	0.4
実施例29	2.3E+08	80	2.9E+06	残部	9.0	調整	3.49	35	117	0.4
実施例30	3.1E+08	72	4.3E+06	残部	9.0	調整	3.03	35	117	0.4
実施例31	3.4E+08	76	4.4E+06	残部	9.0	調整	4.34	35	117	0.4
実施例32	3.3E+08	77	4.2E+06	残部	9.0	調整	3.19	35	117	0.4

[0105] [表4]

表1-2a	ポリオール油		有機酸		不動態膜形成剤			アニオン系界面活性剤		
	種類	量(%)	種類	量(%)	種類	ClogP	量(%)	種類	ClogP	量(%)
実施例33	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-ブロピル安息香酸	3.42	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例34	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	1,4,5,8-ナフタレンテトラカルボン酸	1.37	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例35	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	6-ヒドロキシ-2-ナフタレンカルボン酸	2.39	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例36	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	1-ヒドロキシ-2-ナフタレンカルボン酸	3.29	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例37	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	3-ヒドロキシ-2-ナフタレンカルボン酸	3.29	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例38	PL1	2.0	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチルフタル酸	1.27	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例39	PL1	6.0	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチルフタル酸	1.27	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例40	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.3	4-メチルフタル酸	1.27	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例41	PL1	4.5	HEDP	0.1	4-メチルフタル酸	1.27	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例42	PL1	4.5	Malonic Acid EDTPO	0.4 0.1	4-メチルフタル酸	1.27	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例43	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.003 0.001	4-メチルフタル酸	1.27	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例44	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.03 0.01	4-メチルフタル酸	1.27	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例45	PL1	4.5	Malonic Acid CA	3.0 1.0	4-メチルフタル酸	1.27	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例46	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチルフタル酸	1.27	0.001	N-LSAR	5.55	0.2
実施例47	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチルフタル酸	1.27	0.001	N-LSAR	5.55	0.1
実施例48	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチルフタル酸	1.27	0.05	N-LSAR	5.55	0.1
実施例49	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチルフタル酸	1.27	0.1	N-LSAR	5.55	0.1
実施例50	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチルフタル酸	1.27	0.35	N-LSAR	5.55	0.2
実施例51	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチルフタル酸	1.27	0.35	N-LSAR	5.55	0.1
実施例52	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチルフタル酸	1.27	0.35	N-LSAR	5.55	0.05
実施例53	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチルフタル酸	1.27	0.35	N-LSAR	5.55	0.003
実施例54	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチルフタル酸	1.27	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例55	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチルフタル酸	1.27	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例56	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチルフタル酸	1.27	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例57	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチルフタル酸	1.27	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例58	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチルフタル酸	1.27	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例59	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチルフタル酸	1.27	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例60	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチルフタル酸	1.27	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例61	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチルフタル酸	1.27	0.35	LPA	4.25	0.01
実施例62	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチルフタル酸	1.27	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例63	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチルフタル酸	1.27	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例64	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチルフタル酸	1.27	0.35	LPA	4.25	0.01

[0106] [表5]

表1-2b	ベンゾトリアゾール化合物		過酸化水素	有機溶剤		ノニオン系界面活性剤		
	種類	量 (%)	量 (%)	種類	量 (%)	種類	HLB	量 (%)
実施例33	5-MBTA	0.003	1.0	ETG	0.05			
実施例34	5-MBTA	0.003	1.0	ETG	0.05			
実施例35	5-MBTA	0.003	1.0	ETG	0.05			
実施例36	5-MBTA	0.003	1.0	ETG	0.05			
実施例37	5-MBTA	0.003	1.0	ETG	0.05			
実施例38			1.0	ETG	0.05			
実施例39			1.0	ETG	0.05			
実施例40			1.0	ETG	0.05			
実施例41			1.0	ETG	0.05			
実施例42			1.0	ETG	0.05			
実施例43			1.0	ETG	0.05			
実施例44			1.0	ETG	0.05			
実施例45			1.0	ETG	0.05			
実施例46			1.0	ETG	0.05			
実施例47			1.0	ETG	0.05			
実施例48			1.0	ETG	0.05			
実施例49			1.0	ETG	0.05			
実施例50			1.0	ETG	0.05			
実施例51			1.0	ETG	0.05			
実施例52			1.0	ETG	0.05			
実施例53			1.0	ETG	0.05			
実施例54	5-MBTA	0.001	1.0	ETG	0.05			
実施例55	5-MBTA	0.005	1.0	ETG	0.05			
実施例56	5-MBTA	0.01	1.0	ETG	0.05			
実施例57	5-MBTA	0.05	1.0	ETG	0.05			
実施例58	5-MBTA	0.003	1.0	ETG	0.005			
実施例59	5-MBTA	0.003	1.0	ETG	3.0			
実施例60	5-MBTA	0.003	1.0	ETG	7.0			
実施例61	5-MBTA	0.003	1.0	ETG	0.05			
実施例62			1.0	ETG	0.05	Surfinol 485	13	0.005
実施例63	5-MBTA	0.003	1.0	ETG	0.05	Surfinol 485	13	0.005
実施例64	5-MBTA	0.003	1.0	ETG	0.05	Surfinol 485	13	0.005

[0107] [表6]

表1-2c	K	Na	K/Na	水	pH	pH調整剤	⊿ClogP	比率1	比率2	比率3
	量 (ppt)	量 (ppt)		量		量				
実施例33	2.6E+08	76	3.7E+06	残部	9.0	調整	2.13	35	117	0.4
実施例34	3.1E+08	56	5.6E+06	残部	9.0	調整	4.18	35	117	0.4
実施例35	3.1E+08	59	5.3E+06	残部	9.0	調整	3.16	35	117	0.4
実施例36	3.1E+08	57	5.5E+06	残部	9.0	調整	2.26	35	117	0.4
実施例37	3.3E+08	58	5.6E+06	残部	9.0	調整	2.26	35	117	0.4
実施例38	3.1E+08	58	5.3E+06	残部	9.0	調整	4.26	35		0.4
実施例39	2.3E+08	76	3.1E+06	残部	9.0	調整	4.26	35		0.4
実施例40	3.1E+08	73	4.3E+06	残部	9.0	調整	4.26	35		0.6
実施例41	3.4E+08	75	4.5E+06	残部	9.0	調整	4.26	35		0.1
実施例42	3.3E+08	75	4.3E+06	残部	9.0	調整	4.26	35		0.5
実施例43	3.1E+08	73	4.3E+06	残部	9.0	調整	4.26	35		0.004
実施例44	2.6E+08	73	3.6E+06	残部	9.0	調整	4.26	35		0.04
実施例45	3.1E+08	68	4.6E+06	残部	9.0	調整	4.26	35		4.0
実施例46	3.1E+08	69	4.5E+06	残部	9.0	調整	4.26	0.005		0.4
実施例47	3.1E+08	68	4.6E+06	残部	9.0	調整	4.26	0.01		0.4
実施例48	3.3E+08	69	4.7E+06	残部	9.0	調整	4.26	0.5		0.4
実施例49	3.1E+08	69	4.5E+06	残部	9.0	調整	4.26	1		0.4
実施例50	2.6E+08	74	3.5E+06	残部	9.0	調整	4.26	1.75		0.4
実施例51	2.3E+08	48	4.8E+06	残部	9.0	調整	4.26	3.5		0.4
実施例52	3.1E+08	49	6.4E+06	残部	9.0	調整	4.26	7		0.4
実施例53	3.1E+08	48	6.4E+06	残部	9.0	調整	4.26	117		0.4
実施例54	3.4E+08	51	6.6E+06	残部	9.0	調整	4.26	35	350	0.4
実施例55	3.3E+08	70	4.7E+06	残部	9.0	調整	4.26	35	70	0.4
実施例56	3.1E+08	51	6.1E+06	残部	9.0	調整	4.26	35	35	0.4
実施例57	2.6E+08	64	4.1E+06	残部	9.0	調整	4.26	35	7	0.4
実施例58	3.1E+08	67	4.6E+06	残部	9.0	調整	4.26	35	117	0.4
実施例59	3.1E+08	75	4.2E+06	残部	9.0	調整	4.26	35	117	0.4
実施例60	3.1E+08	53	5.9E+06	残部	9.0	調整	4.26	35	117	0.4
実施例61	3.3E+08	64	5.1E+06	残部	9.0	調整	2.98	35	117	0.4
実施例62	9.1E+07	32	2.9E+06	残部	8.0	調整	4.26	35		0.4
実施例63	3.5E+07	15	2.3E+06	残部	8.0	調整	4.26	35	117	0.4
実施例64	7.0E+07	32	2.2E+06	残部	8.0	調整	2.98	35	117	0.4

[0108] [表7]

表1~3a	3Cイタルジ油		有機酸		不動態膜形成剤			アニオン系界面活性剤		
	種類	量(%)	種類	量(%)	種類	ClogP	量(%)	種類	ClogP	量(%)
実施例65	PLI	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチル安息香酸	1.27	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例66	PLI	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチル安息香酸	1.27	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例67	PLI	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチル安息香酸	1.27	0.35	LPA	4.25	0.01
実施例68	PLI	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチル安息香酸	1.27	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例69	PLI	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチル安息香酸	1.27	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例70	PLI	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチル安息香酸	1.27	0.35	LPA	4.25	0.01
実施例71	PLI	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチル安息香酸	1.27	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例72	PLI	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチル安息香酸	1.27	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例73	PLI	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチル安息香酸	1.27	0.35	LPA	4.25	0.01
実施例74	PLI	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチル安息香酸	1.27	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例75	PLI	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチル安息香酸	1.27	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例76	PLI	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチル安息香酸	1.27	0.35	DBSA	6.78	0.01
実施例77	PLI	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチル安息香酸	1.27	0.35	DBSA	6.78	0.01
実施例78	PLI	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチル安息香酸	1.27	0.35	LAPHEDSA	7.62	0.01
実施例79	PLI	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチル安息香酸	1.27	0.35	LAPHEDSA	7.62	0.01
実施例80	PLI	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチル安息香酸	1.27	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例81	PLI	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチル安息香酸	1.27	0.35	LPA	4.25	0.01
実施例82	PLI	2.0	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチル安息香酸	2.36	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例83	PLI	6.0	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチル安息香酸	2.36	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例84	PLI	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.3	4-メチル安息香酸	2.36	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例85	PLI	4.5	HEDP	0.1	4-メチル安息香酸	2.36	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例86	PLI	4.5	Malonic Acid EDTPO	0.4 0.1	4-メチル安息香酸	2.36	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例87	PLI	4.5	Malonic Acid CA	0.5 0.3	4-メチル安息香酸	2.36	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例88	PLI	4.5	Malonic Acid CA	3.0 1.0	4-メチル安息香酸	2.36	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例89	PLI	4.5	Malonic Acid CA	5.0 3.0	4-メチル安息香酸	2.36	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例90	PLI	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチル安息香酸	2.36	0.001	N-LSAR	5.55	0.2
実施例91	PLI	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチル安息香酸	2.36	0.001	N-LSAR	5.55	0.1
実施例92	PLI	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチル安息香酸	2.36	0.05	N-LSAR	5.55	0.1
実施例93	PLI	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチル安息香酸	2.36	0.1	N-LSAR	5.55	0.1
実施例94	PLI	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチル安息香酸	2.36	0.35	N-LSAR	5.55	0.2
実施例95	PLI	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチル安息香酸	2.36	0.35	N-LSAR	5.55	0.1
実施例96	PLI	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチル安息香酸	2.36	0.35	N-LSAR	5.55	0.05

[0109] [表8]

表1-3b	ベンゾトリアゾール化合物		過酸化水素	有機溶剤		ノニオン系界面活性剤		
	種類	量 (%)	量 (%)	種類	量 (%)	種類	HLB	量 (%)
実施例65			1.0	ETG	0.05	Surfinol 465	13	0.005
実施例66	5-MBTA	0.003	1.0	ETG	0.05	Surfinol 465	13	0.005
実施例67	5-MBTA	0.003	1.0	ETG	0.05	Surfinol 465	13	0.005
実施例68			1.0	ETG	0.05	Surfinol 465	13	0.005
実施例69	5-MBTA	0.003	1.0	ETG	0.05	Surfinol 465	13	0.005
実施例70	5-MBTA	0.003	1.0	ETG	0.05	Surfinol 465	13	0.005
実施例71			1.0	ETG	0.05	Surfinol 465	13	0.005
実施例72	5-MBTA	0.003	1.0	ETG	0.05	Surfinol 465	13	0.005
実施例73	5-MBTA	0.003	1.0	ETG	0.05	Surfinol 465	13	0.005
実施例74	5-MBTA	0.003	1.0	ETG	0.05	Surfinol 61	8	0.005
実施例75	5-MBTA	0.003	1.0	ETG	0.05	Surfinol 485	17	0.005
実施例76			1.0	ETG	0.05			
実施例77	5-MBTA	0.003	1.0	ETG	0.05			
実施例78			1.0	ETG	0.05			
実施例79	5-MBTA	0.003	1.0	ETG	0.05			
実施例80	5-MBTA	0.003	1.0	ETG	0.05	Surfinol 465	13	0.005
実施例81	5-MBTA	0.003	1.0	ETG	0.05	Surfinol 465	13	0.005
実施例82			1.0	ETG	0.05			
実施例83			1.0	ETG	0.05			
実施例84			1.0	ETG	0.05			
実施例85			1.0	ETG	0.05			
実施例86			1.0	ETG	0.05			
実施例87			1.0	ETG	0.05			
実施例88			1.0	ETG	0.05			
実施例89			1.0	ETG	0.05			
実施例90			1.0	ETG	0.05			
実施例91			1.0	ETG	0.05			
実施例92			1.0	ETG	0.05			
実施例93			1.0	ETG	0.05			
実施例94			1.0	ETG	0.05			
実施例95			1.0	ETG	0.05			
実施例96			1.0	ETG	0.05			

[0110] [表9]

表1-3c	K	Na	K/Na	水	pH	pH調整剤	ΔClogP	比率1	比率2	比率3
	量 (ppt)	量 (ppt)		量		量				
実施例65	3.1E+08	72	4.4E+06	残部	8.5	調整	4.28	35		0.4
実施例66	3.1E+08	78	4.0E+06	残部	8.5	調整	4.28	35	117	0.4
実施例67	3.1E+08	72	4.4E+06	残部	8.5	調整	2.98	35	117	0.4
実施例68	4.6E+08	76	6.1E+06	残部	9.5	調整	4.28	35		0.4
実施例69	6.2E+08	77	8.1E+06	残部	9.5	調整	4.28	35	117	0.4
実施例70	6.2E+08	80	7.8E+06	残部	9.5	調整	2.98	35	117	0.4
実施例71	5.2E+09	72	7.2E+07	残部	10.5	調整	4.28	35		0.4
実施例72	4.9E+09	76	6.5E+07	残部	10.5	調整	4.28	35	117	0.4
実施例73	5.5E+09	77	7.1E+07	残部	10.5	調整	2.98	35	117	0.4
実施例74	2.6E+08	72	3.6E+06	残部	9.0	調整	4.28	35	117	0.4
実施例75	3.1E+08	70	4.5E+06	残部	9.0	調整	4.28	35	117	0.4
実施例76	3.1E+08	57	5.5E+06	残部	9.0	調整	5.51	35		0.4
実施例77	2.3E+08	64	3.7E+06	残部	9.0	調整	5.51	35	117	0.4
実施例78	3.1E+08	79	4.0E+06	残部	9.0	調整	6.35	35		0.4
実施例79	2.6E+08	80	3.3E+06	残部	9.0	調整	6.35	35	117	0.4
実施例80	2.1E+09	2	8.6E+08	残部	9.0	調整	4.28	35	117	0.4
実施例81	3.1E+08	172	1.8E+06	残部	9.0	調整	2.98	35	117	0.4
実施例82	2.6E+08	66	3.9E+06	残部	9.0	調整	3.19	35		0.4
実施例83	2.3E+08	52	4.5E+06	残部	9.0	調整	3.19	35		0.4
実施例84	3.1E+08	46	6.8E+06	残部	9.0	調整	3.19	35		0.6
実施例85	3.1E+08	77	4.1E+06	残部	9.0	調整	3.19	35		0.1
実施例86	3.4E+08	72	4.7E+06	残部	9.0	調整	3.19	35		0.5
実施例87	3.3E+08	70	4.6E+06	残部	9.0	調整	3.19	35		0.8
実施例88	3.1E+08	64	4.9E+06	残部	9.0	調整	3.19	35		4.0
実施例89	2.6E+08	81	3.2E+06	残部	9.0	調整	3.19	35		8.0
実施例90	3.1E+08	81	3.8E+06	残部	9.0	調整	3.19	0.005		0.4
実施例91	3.1E+08	81	3.8E+06	残部	9.0	調整	3.19	0.01		0.4
実施例92	3.1E+08	76	4.1E+06	残部	9.0	調整	3.19	0.5		0.4
実施例93	3.3E+08	77	4.2E+06	残部	9.0	調整	3.19	1		0.4
実施例94	3.1E+08	72	4.3E+06	残部	9.0	調整	3.19	1.75		0.4
実施例95	2.6E+08	49	5.3E+06	残部	9.0	調整	3.19	3.5		0.4
実施例96	2.3E+08	48	4.8E+06	残部	9.0	調整	3.19	7		0.4

[0111] [表10]

表1-4a	3Dイタルジ油		有機酸		不動態膜形成剤			アニオン系界面活性剤		
	種類	量(%)	種類	量(%)	種類	ClogP	量(%)	種類	ClogP	量(%)
実施例97	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチル安息香酸	2.36	0.35	N-LSAR	5.55	0.003
実施例98	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチル安息香酸	2.36	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例99	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチル安息香酸	2.36	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例100	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチル安息香酸	2.36	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例101	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチル安息香酸	2.36	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例102	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチル安息香酸	2.36	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例103	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチル安息香酸	2.36	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例104	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチル安息香酸	2.36	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例105	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチル安息香酸	2.36	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例106	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチル安息香酸	2.36	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例107	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチル安息香酸	2.36	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例108	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチル安息香酸	2.36	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例109	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチル安息香酸	2.36	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例110	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチル安息香酸	2.36	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例111	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチル安息香酸	2.36	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例112	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチル安息香酸	2.36	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例113	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチル安息香酸	2.36	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例114	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチル安息香酸	2.36	0.35	N-LSAR	5.55	0.01
実施例115	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチル安息香酸	2.36	0.35	DBSA	6.78	0.01
実施例116	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチル安息香酸	2.36	0.35	DBSA	6.78	0.01
実施例117	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチル安息香酸	2.36	0.35	LAPtEDSA	7.62	0.01
実施例118	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチル安息香酸	2.36	0.35	LAPtEDSA	7.62	0.01
実施例119	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	ｶﾌﾟﾘﾙ酸	0.81	0.35	Caprylic acid	2.90	0.01
実施例120	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-tert-ﾌﾞﾁﾙ安息香酸	3.58	0.35	Lignoceric acid	11.40	0.01
比較例1	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1				N-LSAR	5.55	0.01
比較例2	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチル安息香酸	2.36	0.2	N-LSAR	5.55	0.01
比較例3	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチル安息香酸	2.36	0.2	N-LSAR	5.55	0.01
比較例4	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチル安息香酸	2.36	0.2	N-LSAR	5.55	0.01
比較例5	PL1	4.5	Malonic Acid CA	0.3 0.1	4-メチル安息香酸	2.36	0.2	N-LSAR	5.55	0.01

[0112]

[表11]

表1-4b	ベンゾトリアゾール化合物		過酸化水素	有機溶剤		ノニオン系界面活性剤		
	種類	量(%)	量(%)	種類	量(%)	種類	HLB	量(%)
実施例97			1.0	ETG	0.05			
実施例98	5-MBTA	0.001	1.0	ETG	0.05			
実施例99	5-MBTA	0.005	1.0	ETG	0.05			
実施例100	5-MBTA	0.01	1.0	ETG	0.05			
実施例101	5-MBTA	0.05	1.0	ETG	0.05			
実施例102	5-MBTA	0.003	1.0	ETG	0.5			
実施例103	5-MBTA	0.003	1.0	ETG	3			
実施例104	5-MBTA	0.003	1.0	ETG	7			
実施例105			1.0	ETG	0.05	Surfinol 465	13	0.005
実施例106	5-MBTA	0.003	1.0	ETG	0.05	Surfinol 465	13	0.005
実施例107			1.0	ETG	0.05	Surfinol 465	13	0.005
実施例108	5-MBTA	0.003	1.0	ETG	0.05	Surfinol 465	13	0.005
実施例109			1.0	ETG	0.05	Surfinol 465	13	0.005
実施例110	5-MBTA	0.003	1.0	ETG	0.05	Surfinol 465	13	0.005
実施例111			1.0	ETG	0.05	Surfinol 465	13	0.005
実施例112	5-MBTA	0.003	1.0	ETG	0.05	Surfinol 465	13	0.005
実施例113	5-MBTA	0.003	1.0	ETG	0.05	Surfinol 61	6	0.005
実施例114	5-MBTA	0.003	1.0	ETG	0.05	Surfinol 485	17	0.005
実施例115			1.0	ETG	0.05			
実施例116	5-MBTA	0.003	1.0	ETG	0.05			
実施例117			1.0	ETG	0.05			
実施例118	5-MBTA	0.003	1.0	ETG	0.05			
実施例119	5-MBTA	0.003	1.0	ETG	0.05			
実施例120	5-MBTA	0.003	1.0	ETG	0.05			
比較例1				ETG	0.05			
比較例2				ETG	0.05			
比較例3				ETG	0.05			
比較例4				ETG	0.05			
比較例5				ETG	0.05			

[0113] [表12]

表1-4c	K 量 (ppt)	Na 量 (ppt)	K/Na	水 量	pH	pH調整剤 量	⊿ClogP	比率1	比率2	比率3
実施例97	3.1E+08	51	6.1E+06	残部	9.0	調整	3.19	117		0.4
実施例98	3.1E+08	70	4.5E+06	残部	9.0	調整	3.19	35	350	0.4
実施例99	3.1E+08	51	6.1E+06	残部	9.0	調整	3.19	35	70	0.4
実施例100	2.3E+08	64	3.7E+06	残部	9.0	調整	3.19	35	35	0.4
実施例101	3.1E+08	67	4.6E+06	残部	9.0	調整	3.19	35	7	0.4
実施例102	3.1E+08	75	4.2E+06	残部	9.0	調整	3.19	35	117	0.4
実施例103	3.4E+08	53	6.3E+06	残部	9.0	調整	3.19	35	117	0.4
実施例104	3.3E+08	64	5.1E+06	残部	9.0	調整	3.19	35	117	0.4
実施例105	3.2E+07	13	2.5E+06	残部	8.0	調整	3.19	35		0.4
実施例106	5.0E+07	21	2.4E+06	残部	8.0	調整	3.19	35	117	0.4
実施例107	3.1E+08	78	4.0E+06	残部	8.5	調整	3.19	35		0.4
実施例108	3.1E+08	72	4.4E+06	残部	8.5	調整	3.19	35	117	0.4
実施例109	6.5E+08	48	1.3E+07	残部	9.5	調整	3.19	35		0.4
実施例110	6.2E+08	51	1.2E+07	残部	9.5	調整	3.19	35	117	0.4
実施例111	4.2E+09	51	8.2E+07	残部	10.5	調整	3.19	35		0.4
実施例112	4.9E+09	64	7.7E+07	残部	10.5	調整	3.19	35	117	0.4
実施例113	3.3E+08	75	4.4E+06	残部	9.0	調整	3.19	35	117	0.4
実施例114	3.1E+08	64	4.9E+06	残部	9.0	調整	3.19	35	117	0.4
実施例115	2.6E+08	67	3.9E+06	残部	9.0	調整	4.42	35		0.4
実施例116	2.3E+08	75	3.1E+06	残部	9.0	調整	4.42	35	117	0.4
実施例117	3.1E+08	64	4.9E+06	残部	9.0	調整	5.26	35		0.4
実施例118	3.1E+08	67	4.6E+06	残部	9.0	調整	5.26	35	117	0.4
実施例119	3.4E+08	75	4.5E+06	残部	9.0	調整	2.09	35	117	0.4
実施例120	3.3E+08	64	5.1E+06	残部	9.0	調整	7.62	35	117	0.4
比較例1	3.1E+08	67	4.6E+06	残部	9.0	調整				
比較例2	3.1E+08	53	5.9E+06	残部	7.5	調整	3.19	20		
比較例3	3.1E+10	64	4.9E+08	残部	11.0	調整	3.19	20		
比較例4	2.3E+08	0.2	1.2E+09	残部	9.0	調整	3.19	20		
比較例5	3.1E+08	3815	8.2E+04	残部	9.0	調整	3.19	20		

[0114] ［試験］

得られた研磨液を使用してそれぞれ以下の評価を行った。

[0115] ＜Ｄｉｓｈｉｎｇ抑制性の評価＞

ＦＲＥＸ３００ＳＩＩ（研磨装置）を用いて、研磨圧力を２．０ｐｓｉとし、研磨液供給速度を０．２８ｍｌ／（ｍｉｎ・ｃｍ^2）とした条件で、ウエハを研磨した。

なお、上記ウエハでは、直径１２インチ（３０．４８ｃｍ）のシリコン基板上に、酸化珪素からなる層間絶縁膜が形成され、上記層間絶縁膜にはライン１０μｍ及びスペース１０μｍからなるラインアンドスペースパターンを有する溝が刻まれている。上記溝には、溝の形状に沿ってバリア層（材料：ＴｉＮ、膜厚：１０ｎｍ）が配置されるとともに、Ｃｏが充填されている。更に、溝からＣｏがあふれるような形で、ラインアンドスペース部の上部に１５０～３００ｎｍ膜厚のＣｏからなるバルク層が形成されている。

まず、研磨液としてＣＳＬ５２５０Ｃ（商品名、富士フイルムプラナーソルーション社製）を使用し、非配線部のＣｏ（バルク層）が完全に研磨されてから、更に１０秒間研磨を行った。その後、層間絶縁膜上をバリア層が覆っている状態のウエハについて各実施例又は比較例の研磨液を用いて同様の条件で１分間研磨し、層間絶縁膜上のバリア層を除去した。

研磨後のウエハにおける、基準面（研磨後のウエハにおける最も高い位置）と、ライン部（各配線が形成されている部分）の中心部分との間の段差（高低差）を測定し、ウエハ全体での段差の平均値を下記区分に照らした。

上記段差がディッシングであり、この段差（段差の平均値）が小さいほどＤｉｓｈｉｎｇ抑制性に優れると評価できる。

ＡＡＡ　：　段差が１ｎｍ未満

ＡＡ　：　段差が１以上３ｎｍ未満

Ａ　：　段差が３以上５ｎｍ未満

Ｂ　：　段差が５以上８ｎｍ未満

Ｃ　：　段差が８以上１０ｎｍ未満

Ｄ　　：　段差が１０ｎｍ以上

[0116] ＜Ｅｒｏｓｉｏｎ抑制性の評価－１＞

試験に用いるウエハのラインアンドスペースがライン９μｍ、スペース１μｍの構成であること以外は＜Ｄｉｓｈｉｎｇ抑制性の評価＞と同様にしてウエハの研磨を行った。

研磨後のウエハにおける、基準面（研磨後のウエハにおける最も高い位置）と、スペース部（バリア層又は層間絶縁膜が露出している部分）の中心部分との間の段差（高低差）を測定し、ウエハ全体での段差の平均値を下記区分に照らした。

上記段差がエロージョンであり、この段差（段差の平均値）が小さいほどＥｒｏｓｉｏｎ抑制性に優れると評価できる。

ＡＡＡ　：　段差が５ｎｍ未満

ＡＡ　：　段差が５以上８ｎｍ未満

Ａ　：　段差が８以上１０ｎｍ未満

Ｂ　：　段差が１０以上１２ｎｍ未満

Ｃ　：　段差が１２以上１５ｎｍ未満

Ｄ　：　段差が１５ｎｍ以上

[0117] ＜Ｒｅｌｉａｂｉｌｉｔｙ＞

ＦＲＥＸ３００ＳＩＩ（研磨装置）を用いて、研磨圧力を２．０ｐｓｉとし、研磨液供給速度を０．２８ｍｌ／（ｍｉｎ・ｃｍ^2）とした条件で、表１の研磨液を用いて、ＢＤＩＩウエハを６０秒間研磨した。研磨後のウエハを、２００℃で３０秒間ベーク（加熱）し、ウエハ中における水分を除去した。

なお、上記ＢＤＩＩウエハは、シリコン上にブラックダイヤモンド（酸炭化珪素、アプライドマテリアル社製の低誘電率（Ｌｏｗ－ｋ）材料）が配置されたウエハである。

研磨処理をされていないブラックダイヤモンドの表面におけるｋ値（比誘電率）と、研磨処理をされたブラックダイヤモンドの表面におけるｋ値とを

確認し、その差分（研磨処理によるｋ値の上昇値）に基づいて信頼性を評価した。上記差分が小さいほど信頼性に優れる。

Ａ　　：　ｋ値の上昇値が０．０５未満

Ｂ　　：　ｋ値の上昇値が０．０５以上０．０８未満

Ｃ　　：　ｋ値の上昇値が０．０８以上０．１０未満

Ｄ　　：　ｋ値の上昇値が０．１０以上

[0118] 下記表に、各実施例又は比較例の研磨液を用いて行った試験の評価結果を示す。

[0119]

[表13]

表2-1	評価		
	Dishing抑制性	Erosion抑制性	Reliability
実施例1	A	A	B
実施例2	A	A	B
実施例3	A	A	B
実施例4	A	A	B
実施例5	A	A	B
実施例6	A	A	B
実施例7	A	A	B
実施例8	A	A	A
実施例9	A	AA	A
実施例10	A	AA	A
実施例11	A	AA	A
実施例12	A	AA	A
実施例13	A	AA	A
実施例14	A	B	B
実施例15	A	A	B
実施例16	A	A	B
実施例17	A	A	B
実施例18	A	A	B
実施例19	A	A	B
実施例20	A	A	B
実施例21	A	A	B
実施例22	A	A	B
実施例23	A	A	B
実施例24	A	A	B
実施例25	A	A	B
実施例26	A	A	A
実施例27	A	AA	A
実施例28	A	AA	A
実施例29	A	AA	A
実施例30	A	AA	A
実施例31	A	AA	A
実施例32	A	AA	A

[0120] [表14]

表2-2	評価		
	Dishing抑制性	Erosion抑制性	Reliability
実施例33	A	AA	A
実施例34	A	AA	A
実施例35	A	AA	A
実施例36	A	AA	A
実施例37	A	AA	A
実施例38	A	B	B
実施例39	A	C	B
実施例40	A	A	B
実施例41	A	A	B
実施例42	A	A	B
実施例43	A	B	B
実施例44	A	B	B
実施例45	A	C	B
実施例46	A	B	B
実施例47	A	A	B
実施例48	A	A	B
実施例49	A	A	B
実施例50	A	A	B
実施例51	A	A	B
実施例52	A	A	B
実施例53	A	B	B
実施例54	A	A	A
実施例55	A	AA	A
実施例56	A	A	A
実施例57	A	B	A
実施例58	A	A	A
実施例59	A	A	A
実施例60	A	C	A
実施例61	A	AA	A
実施例62	A	A	A
実施例63	A	AA	A
実施例64	A	AA	A

[0121] [表15]

表2-3	評価		
	Dishing抑制性	Erosion抑制性	Reliability
実施例65	AA	AA	A
実施例66	AA	AAA	A
実施例67	AA	AAA	A
実施例68	AAA	AAA	A
実施例69	AAA	AAA	A
実施例70	AAA	AAA	A
実施例71	A	AA	A
実施例72	A	AAA	A
実施例73	A	AAA	A
実施例74	A	AAA	A
実施例75	A	AAA	A
実施例76	A	A	B
実施例77	A	AA	A
実施例78	A	A	B
実施例79	A	AA	A
実施例80	AA	AA	A
実施例81	AA	AAA	B
実施例82	A	B	B
実施例83	A	C	B
実施例84	A	A	B
実施例85	A	A	B
実施例86	A	A	B
実施例87	A	A	B
実施例88	A	C	B
実施例89	A	C	B
実施例90	A	B	B
実施例91	A	A	B
実施例92	A	A	B
実施例93	A	A	B
実施例94	A	A	B
実施例95	A	A	B
実施例96	A	A	B

[0122] [表16]

表2-4	評価		
	Dishing抑制性	Erosion抑制性	Reliability
実施例97	A	B	B
実施例98	A	A	A
実施例99	A	AA	A
実施例100	A	A	A
実施例101	A	B	A
実施例102	A	AA	A
実施例103	A	A	A
実施例104	A	C	A
実施例105	A	A	A
実施例106	A	AA	A
実施例107	AA	AA	A
実施例108	AA	AAA	A
実施例109	AAA	AAA	A
実施例110	AAA	AAA	A
実施例111	A	AA	A
実施例112	A	AAA	A
実施例113	A	AAA	A
実施例114	A	AAA	A
実施例115	A	A	B
実施例116	A	AA	A
実施例117	A	A	B
実施例118	A	AA	A
実施例119	A	A	A
実施例120	A	AA	A
比較例1	D	D	A
比較例2	D	D	A
比較例3	D	D	A
比較例4	D	D	B
比較例5	A	A	D

[0123] 上記表に示した結果より、本発明の研磨液を用いれば、所望の結果が得られることが確認された。

[0124] 中でも、本研磨液における不導体膜形成剤のＣｌｏｇＰ値が１．００～３．８０である場合、本発明の効果がより優れることが確認された（実施例１４～２５の結果の比較等を参照）。

[0125] 本研磨液がベンゾトリアゾール化合物を含む場合、本発明の効果がより優れることが確認された（実施例１～５、９～１３の結果の比較等を参照）。

[0126] 本研磨液においてベンゾトリアゾール化合物の含有量は、本発明の効果がより優れる点で、本研磨液の全質量に対して、０．０００５～０．０３質量％が好ましく、０．００２～０．００８質量％がより好ましいことが確認された（実施例２７、５４～５７の結果の比較等を参照）。

[0127] 本研磨液においてコロイダルシリカの含有量は、本発明の効果がより優れる点で、本研磨液の全質量に対して、２．０～５．５質量％が好ましく、３．０～５．５質量％がより好ましいことが確認された（実施例１５、３８～３９の結果の比較等を参照）。

[0128] 本研磨液において有機酸の含有量は、本発明の効果がより優れる点で、本研磨液の全質量に対して、０．１～１．５質量％が好ましいことが確認された（実施例１５、４０～４５の結果の比較等を参照）。

[0129] 本研磨液においてアニオン系界面活性剤の含有量に対する不導体膜形成剤の含有量の比（不導体膜形成剤の含有量／アニオン系界面活性剤の含有量）は、本発明の効果がより優れる点で、本研磨液の全質量に対して、０．０１以上１００未満が好ましいことが確認された（実施例１５、４６、４７、５０の結果の比較等を参照）。

[0130] 本研磨液において有機溶剤の含有量は、本発明の効果がより優れる点で、本研磨液の全質量に対して、０．０５～５．０質量％が好ましく、０．０５～１．０質量％がより好ましいことが確認された（実施例２７、５８～６０の結果の比較等を参照）。

[0131] 本研磨液においてｐＨは、本発明の効果がより優れる点で、８．２～１０

．４が好ましく、８．７～１０．３がより好ましく、９．１～１０．０が更に好ましいことが確認された（実施例６２～７３の結果の比較等を参照）。

[0132] 本研磨液がノニオン系界面活性剤を含む場合、本発明の効果がより優れることが確認された（実施例１５、２７、６１、６５～７０、７４～７５の結果の比較等を参照）。

[0133] ノニオン系界面活性剤のＨＬＢ値が８～１５である場合、本発明の効果がより優れることが確認された（実施例６５～７０、７４～７５の結果の比較等を参照）。

[0134] 本研磨液においてナトリウムの含有量に対するカリウムの含有量の比（カリウムの含有量／ナトリウムの含有量）は、本発明の効果がより優れる点で、2×10^{6}～1×10^{8}が好ましいことが確認された（実施例６６、６７、６９、７０、８０、８１の結果の比較等を参照）。

[0135] 本研磨液において、ベンゾトリアゾール化合物の含有量に対する、不動態膜形成剤の含有量の質量比（不動態膜形成剤／ベンゾトリアゾール化合物）が４０～３００の場合、本発明の効果がより優れることが確認された（実施例２７、５４～５７の結果の比較等を参照）。

[0136] 本研磨液において、過酸化水素の含有量に対する、有機酸の含有量の質量比（有機酸／過酸化水素）が０．０５～１．０の場合、本発明の効果がより優れることが確認された（実施例１５、４３～４５の結果の比較等を参照）。

[0137] なお、明細書中で上述した方法で、本研磨液（実施例の研磨液）中におけるコバルトの腐食電位を測定したところ、いずれも－０．２～０．５Ｖの範囲内であった。

また、ｐＨ調整剤の添加量を調整してｐＨを下げ、ｐＨ、８．０～９．０未満かつ、腐食電位を０．５１Ｖ以上になるように配合を調節したこと以外は実施例１の研磨液と同様の研磨液を作製した。この研磨液を用いて同様に試験をしたところ、Ｅｒｏｓｉｏｎ抑制性の成績がＢに低下したこと以外は、実施例１の研磨液と同様の結果が得られた。

[0138] ≪実施例Ｂ≫

更に、上述の実施例６８、６９、７０、１０９、１１０の研磨液を使用して、研磨圧力（被研磨面と研磨パッドとを接触させる接触圧力）を変更しながら以下の試験を行った。

[0139] ［試験］

[0140] ＜Ｓｃｒａｔｃｈ抑制性の評価－１＞

ＦＲＥＸ３００ＳＩＩ（研磨装置）を用いて、研磨液供給速を０．２８ｍｌ／（ｍｉｎ・ｃｍ^2）に固定し、表３に示す研磨圧力とした条件で、＜Ｄｉｓｈｉｎｇ抑制性の評価＞で使用したのと同様のウエハを研磨した。まず、研磨液としてＣＳＬ５２５０Ｃを使用し、非配線部のＣｏ（バルク層）が完全に研磨されてから、更に１０秒間研磨を行った。その後、層間絶縁膜上をバリア層が覆っている状態のウエハについて表３に示す研磨液を用いて同様の条件で１分間研磨し、層間絶縁膜上のバリア層を除去した。研磨後のウエハを、洗浄ユニットにて、洗浄液（ｐＣＭＰ液）（アルカリ洗浄液：ＣＬ９０１０（富士フイルムエレクトロマテリアル社製））で１分洗浄し、更に、３０分ＩＰＡ（イソプロパノール）洗浄を行ってから乾燥処理させた。

得られたウエハを欠陥検出装置で測定し、長径が０．０６μｍ以上の欠陥が存在する座標を特定してから、特定された座標における欠陥の種類を分類した。ウエハ上に検出されたＳｃｒａｔｃｈ（傷状の欠陥）の数を、下記区分に照らした。

Ｓｃｒａｔｃｈの数が少ないほどＳｃｒａｔｃｈ抑制性に優れると評価できる。

ＡＡＡ　：　Ｓｃｒａｔｃｈが１個以下

ＡＡ　：　Ｓｃｒａｔｃｈが２～３個

Ａ　：　Ｓｃｒａｔｃｈが４～５個

Ｂ　：　Ｓｃｒａｔｃｈが６～１０個

Ｃ　：　Ｓｃｒａｔｃｈが１１～１５個

Ｄ　：　Ｓｃｒａｔｃｈが１６個以上

[0141] ＜Ｕｎｉｆｏｒｍｉｔｙの評価－１＞

表３に示す研磨圧力に示すようにそれぞれ変更したこと以外は、上述の＜Ｅｒｏｓｉｏｎ抑制性の評価＞に記載の方法に従って、研磨されたウエハを得た。

研磨後のウエハにつき、研磨面の中心付近に形成されたチップ及び研磨面のエッジ付近に形成されたチップにおけるそれぞれの段差を測定し、中心付近に形成されたチップにおいて測定された段差とエッジ付近に形成されたチップにおいて測定された段差との差を比較して、下記区分に照らした。

なお、ここで言う段差とは、エロージョンの値（基準面と、スペース部の中心部分との間の高低差）と、ディッシングの値（基準面と、ライン部の中心部分との間の高低差）との合計値である。

上記段差の差が小さいほどＵｎｉｆｏｒｍｉｔｙに優れると評価できる。

ＡＡＡ　：　段差の差が３ｎｍ未満

ＡＡ　：　段差の差が３以上５ｎｍ未満

Ａ　：　段差の差が５以上８ｎｍ未満

Ｂ　：　段差の差が８以上１０ｎｍ未満

Ｃ　：　段差の差が１０ｎｍ以上

[0142] 以下に、接触圧力を変えながら行った試験の評価結果を示す。

[0143] [表17]

表3		研磨圧力 (psi)					
		0.25	0.50	1.00	2.00	3.00	3.50
実施例68	Scratch抑制性	AA	AAA	AAA	AAA	AAA	B
	Uniformity	C	AA	AAA	AAA	AAA	B
実施例69	Scratch抑制性	AA	AAA	AAA	AAA	AAA	B
	Uniformity	C	AA	AAA	AAA	AAA	B
実施例70	Scratch抑制性	AA	AAA	AAA	AAA	AAA	B
	Uniformity	C	AA	AAA	AAA	AAA	B
実施例109	Scratch抑制性	AA	AAA	AAA	AAA	AAA	B
	Uniformity	C	AA	AAA	AAA	AAA	B
実施例110	Scratch抑制性	AA	AAA	AAA	AAA	AAA	B
	Uniformity	C	AA	AAA	AAA	AAA	B

[0144] 上記表に示す通り、研磨圧力は、０．５～３．０ｐｓｉが好ましく、１．０～３．０ｐｓｉがより好ましいことが確認された。

[0145] ≪実施例Ｃ≫

更に、上述の実施例６８、６９、７０、１０９、１１０の研磨液を使用して、研磨液供給速度（研磨中に研磨パットに供給する研磨液の供給量）を変更しながら以下の試験を行った。

[0146] ［試験］

[0147] ＜Ｓｃｒａｔｃｈ抑制性の評価－２＞

研磨液供給速度を表４に示すようにそれぞれ変更したことと、研磨圧力を２．０ｐｓｉに固定したこと以外は、＜Ｓｃｒａｔｃｈ抑制性の評価－１＞と同様にしてＳｃｒａｔｃｈ抑制性の評価を行った。

[0148] ＜Ｕｎｉｆｏｒｍｉｔｙの評価－２＞

研磨液供給速度を表４に示すようにそれぞれ変更したことと、研磨圧力を２．０ｐｓｉに固定したこと以外は、＜Ｕｎｉｆｏｒｍｉｔｙの評価－１＞と同様にしてＵｎｉｆｏｒｍｉｔｙの評価を行った。

[0149] 以下に、研磨液供給速度を変えながら行った試験の評価結果を示す。

[0150] [表18]

表4		研磨液供給速度(ml/(min・cm^2))					
		0.10	0.14	0.21	0.28	0.35	0.40
実施例68	Scratch抑制性	C	AAA	AAA	AAA	AAA	AA
	Uniformity	B	AA	AAA	AAA	AAA	C
実施例69	Scratch抑制性	C	AAA	AAA	AAA	AAA	AA
	Uniformity	B	AA	AAA	AAA	AAA	C
実施例70	Scratch抑制性	C	AAA	AAA	AAA	AAA	AA
	Uniformity	B	AA	AAA	AAA	AAA	C
実施例109	Scratch抑制性	C	AAA	AAA	AAA	AAA	AA
	Uniformity	B	AA	AAA	AAA	AAA	C
実施例110	Scratch抑制性	C	AAA	AAA	AAA	AAA	AA
	Uniformity	B	AA	AAA	AAA	AAA	C

[0151] 上記表に示す通り、研磨液供給速度は、０．１４～０．３５ｍｌ／（ｍｉ

ｎ・ｃｍ^2）が好ましく、０．２１～０．３５ｍｌ／（ｍｉｎ・ｃｍ^2）がより好ましいことが確認された。

[0152] ≪実施例Ｄ≫

更に、上述の実施例６８、６９、７０、１０９、１１０の研磨液を使用して、洗浄液（ｐＣＭＰ液）の種類を変更しながら以下の試験を行った。

[0153] ＜Ｒｅｓｉｄｕｅ抑制性の評価＞

研磨液供給速を０．２８ｍｌ／（ｍｉｎ・ｃｍ^2）に固定したことと、使用する洗浄液の種類を表５に示すとおりにそれぞれ変更したこと以外は、＜Ｓｃｒａｔｃｈ抑制性の評価－２＞と同様にしてウエハを処理した。

得られたウエハを欠陥検出装置で測定し、長径が０．０６μｍ以上の欠陥が存在する座標を特定してから、特定された座標における欠陥の種類を分類した。ウエハ上に検出されたＲｅｓｉｄｕｅ（残渣物に基づく欠陥）の数を、下記区分に照らした。

Ｒｅｓｉｄｕｅの数が少ないほどＲｅｓｉｄｕｅ抑制性に優れると評価できる。

ＡＡＡ　：　Ｒｅｓｉｄｕｅ数が２００個未満

ＡＡ　：　Ｒｅｓｉｄｕｅ数が２００個以上３５０個未満

Ａ　：　Ｒｅｓｉｄｕｅ数が３５０個以上５００個未満

Ｂ　：　Ｒｅｓｉｄｕｅ数が５００個以上７５０個未満

Ｃ　：　Ｒｅｓｉｄｕｅ数が７５０個以上１０００個未満

Ｄ　：　Ｒｅｓｉｄｕｅ数が１０００個以上

[0154] ＜Ｃｏｒｒｏｓｉｏｎ抑制性の評価＞

研磨液供給速を０．２８ｍｌ／（ｍｉｎ・ｃｍ^2）に固定したことと、使用する洗浄液の種類を表５に示すとおりにそれぞれ変更したことと、使用するウエハのラインアンドスペースがライン１００μｍ、スペース１００μｍの構成であること以外は、＜Ｓｃｒａｔｃｈ抑制性の評価－２＞と同様にしてウエハを処理した。

得られたウエハにおける被研磨面の表面に露出したＣｏ配線（１００μｍ

幅の配線）上のＳｕｒｆａｃｅ　Ｒｏｕｇｈｎｅｓｓ（表面粗さＲａ）を、ＡＦＭ（原子間力顕微鏡）にてＮ＝３で測定し、その平均のＲａを下記区分に照らした。

Ｒａが小さいほどＣｏｒｒｏｓｉｏｎ（腐食）抑制性に優れると評価できる。

ＡＡＡ　：　測定エリア５μｍのＲａが１．０ｎｍ未満

ＡＡ　：　測定エリア５μｍのＲａが１．０以上１．５ｎｍ未満

Ａ　：　測定エリア５μｍのＲａが１．５以上２．０ｎｍ未満

Ｂ　：　測定エリア５μｍのＲａが２．０以上２．５ｎｍ未満

Ｃ　：　測定エリア５μｍのＲａが２．５以上３．０ｎｍ未満

Ｄ　：　測定エリア５μｍのＲａが３．０ｎｍ以上

[0155] 以下に、洗浄液の種類を変えながら行った試験の評価結果を示す。

[0156] [表19]

表5		洗浄液		
		DIW	Acidic	Alkaline
実施例68	Residue抑制性	C	B	AAA
	Corrosion抑制性	AAA	C	AAA
実施例69	Residue抑制性	C	B	AAA
	Corrosion抑制性	AAA	C	AAA
実施例70	Residue抑制性	C	B	AAA
	Corrosion抑制性	AAA	C	AAA
実施例109	Residue抑制性	C	B	AAA
	Corrosion抑制性	AAA	C	AAA
実施例110	Residue抑制性	C	B	AAA
	Corrosion抑制性	AAA	C	AAA

[0157] ＤＩＷ：水

Ａｃｉｄｉｃ：ＣＬＥＡＮ１００（富士フイルムエレクトロニクスマテリアルズ社製：酸性洗浄液）

Ａｌｋａｌｉｎｅ：ＣＬ９０１０（富士フイルムエレクトロニクスマテリアルズ社製：アルカリ洗浄液）

[0158] 上記表に示す通り、洗浄液は、アルカリ洗浄液が好ましいことが確認された。

[0159] ≪実施例Ｅ≫

更に、上述の実施例６８、６９、７０、１０９、１１０の研磨液を使用して、被研磨体の種類を変更しながら以下の試験を行った。

[0160] ＜ＲＲ（研磨速度）の評価＞

ＦＲＥＸ３００ＳＩＩ（研磨装置）を用いて、研磨圧力を２．０ｐｓｉとし、研磨液供給速度を０．２８ｍｌ／（ｍｉｎ・ｃｍ^2）とした条件で、表面に、Ｃｏ、ＴｉＮ、Ｔａ、ＴａＮ、ＳｉＮ、ＴＥＯＳ、ＳｉＯＣ、又は、ＳｉＣからなる膜を有するシリコンウエハを研磨した。

研磨時間を１分として、研磨前後の膜厚を測定、その差分にて研磨速度ＲＲ（ｎｍ／ｍｉｎ）を算出し、下記区分で各材料に対する研磨速度を評価した。

[0161] （膜が、ＴｉＮ、Ｔａ、ＴａＮ、ＴＥＯＳ、又は、ＳｉＯＣの場合）

ＡＡＡ　：　ＲＲが５０ｎｍ／ｍｉｎ以上

Ｄ　　：　ＲＲが５０ｎｍ／ｍｉｎ未満

[0162] （膜が、ＳｉＮ、又は、ＳｉＣの場合）

ＡＡＡ　：　ＲＲが２０ｎｍ／ｍｉｎ以上

Ｄ　　：　ＲＲが２０ｎｍ／ｍｉｎ未満

[0163] （膜が、Ｃｏの場合）

ＡＡＡ　　：　ＲＲが10ｎｍ／ｍｉｎ以上

Ｄ　　：　ＲＲが10ｎｍ／ｍｉｎ未満

[0164] 以下に、評価結果を示す。

なお、ＴｉＮ、Ｔａ、ＴａＮ、ＳｉＮ、ＴＥＯＳ、ＳｉＯＣ、又は、ＳｉＣの研磨速度に対する、Ｃｏの研磨速度の速度比（Ｃｏの研磨速度／ＴｉＮ、Ｔａ、ＴａＮ、ＳｉＮ、ＴＥＯＳ、ＳｉＯＣ、又は、ＳｉＣの研磨速度）は、いずれにおいても０．０５超５未満の範囲内であった。

[0165]

[表20]

表6	研磨対象							
	Co	TiN	Ta	TaN	SiN	TEOS	SiOC	SiC
実施例68	AAA	AAA	AAA	AAA	AAA	AAA	AAA	AAA
実施例69	AAA	AAA	AAA	AAA	AAA	AAA	AAA	AAA
実施例70	AAA	AAA	AAA	AAA	AAA	AAA	AAA	AAA
実施例109	AAA	AAA	AAA	AAA	AAA	AAA	AAA	AAA
実施例110	AAA	AAA	AAA	AAA	AAA	AAA	AAA	AAA

[0166] 上記結果に示す通り、本発明の研磨液は、Ｃｏに対する研磨速度と、ＴｉＮ、Ｔａ、ＴａＮ、ＳｉＮ、ＴＥＯＳ、ＳｉＯＣ、又は、ＳｉＣに対する研磨速度との間で極端な速度差が無く、バリア層等の除去に用いられる研磨液として好適であることが確認された。

なお、本発明の研磨液は、研磨液中の過酸化水素の含有量を調整することにより、Ｃｏに対する研磨速度を任意に調整（例えば、０～３０ｎｍ／ｍｉｎの間で調整）できる。

符号の説明

[0167] １０ａ　被前処理体

１０ｂ　被研磨体

１０ｃ　研磨済み被研磨体

１２　コバルト含有膜

１４　バリア層

１６　層間絶縁膜

１８　バルク層

請求の範囲

[請求項1] コバルト含有膜を有する被研磨体の化学的機械的研磨に用いられる研磨液であって、

コロイダルシリカと、

ポリカルボン酸及びポリホスホン酸からなる群から選択される１以上の有機酸と、

一般式（１）で表される化合物、及び、一般式（２）で表される化合物からなる群から選択される１以上の不動態膜形成剤と、

アニオン系界面活性剤と、

過酸化水素と、

カリウムと、

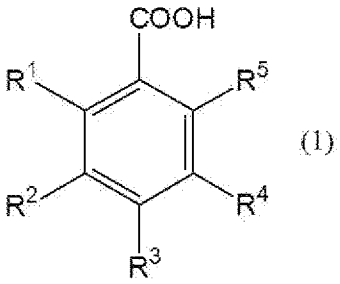
ナトリウムと、を含み、

前記アニオン系界面活性剤のＣｌｏｇＰ値から、前記不動態膜形成剤のＣｌｏｇＰ値を引いた差の値が、２．００超８．００未満であり、

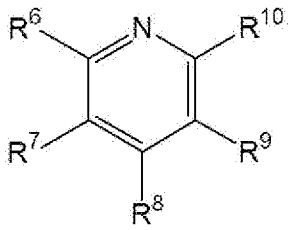
前記ナトリウムの含有量に対する、前記カリウムの含有量の質量比が、１×１０^{6}～１×１０^{9}であり、

ｐＨが、８．０～１０．５である、研磨液。

[化1]



(1)



(2)

一般式（１）中、R^{1}～R^{5}は、それぞれ独立に、水素原子又は置換基を表す。

R^{1}～R^{5}中の隣り合う２つ同士は、互いに結合して環を形成してもよい。

一般式（２）中、Ｒ^{6}～Ｒ^{10}は、それぞれ独立に、水素原子又は置換基を表す。

Ｒ^{6}～Ｒ^{10}中の隣り合う２つ同士は、互いに結合して環を形成してもよい。

[請求項2] 前記アニオン系界面活性剤の含有量に対する、前記不動態膜形成剤の含有量の質量比が、０．０１以上１００未満である、請求項１に記載の研磨液。

[請求項3] 前記研磨液中における、コバルトの腐食電位が－０．２～０．５Ｖである、請求項１又は２に記載の研磨液。

[請求項4] 前記有機酸が、クエン酸、マレイン酸、コハク酸、１－ヒドロキシエタン－１，１－ジホスホン酸、及び、エチレンジアミンテトラメチレンホスホン酸からなる群から選択される１以上である、請求項１～３のいずれか１項に記載の研磨液。

[請求項5] 前記コロイダルシリカの含有量が、前記研磨液の全質量に対して、２．０質量％以上であり、

前記コロイダルシリカの平均一次粒子径が、５ｎｍ以上である、請求項１～４のいずれか１項に記載の研磨液。

[請求項6] 更に、ベンゾトリアゾール化合物を含む、請求項１～５のいずれか１項に記載の研磨液。

[請求項7] 前記ベンゾトリアゾール化合物の含有量に対する、前記不動態膜形成剤の含有量の質量比が、４０～３００である、請求項６に記載の研磨液。

[請求項8] 前記アニオン系界面活性剤が、カルボン酸基、スルホン酸基、リン酸基、ホスホン酸基、硫酸エステル基、リン酸エステル基、及び、これらの塩である基からなる群から選択される１以上のアニオン性基を有する、請求項１～７のいずれか１項に記載の研磨液。

[請求項9] 前記不動態膜形成剤のＣｌｏｇＰ値が１．００～３．８０である、請求項１～８のいずれか１項に記載の研磨液。

[請求項10] 前記不動態膜形成剤が、４－メチルフタル酸、４－ニトロフタル酸、サリチル酸、４－メチルサリチル酸、アントラニル酸、４－メチル安息香酸、４－ｔｅｒｔ－ブチル安息香酸、４－プロピル安息香酸、１，４，５，８－ナフタレンテトラカルボン酸、６－ヒドロキシ－２－ナフタレンカルボン酸、１－ヒドロキシ－２－ナフタレンカルボン酸、３－ヒドロキシ－２－ナフタレンカルボン酸、キナルジン酸、８－ヒドロキシキノリン、及び、２－メチル－８－ヒドロキシキノリンからなる群から選択される１以上である、請求項１～９のいずれか１項に記載の研磨液。

[請求項11] 更に、有機溶剤を、前記研磨液の全質量に対して、０．０５～５．０質量％含む、請求項１～１０のいずれか１項に記載の研磨液。

[請求項12] 更に、ノニオン系界面活性剤を含む、請求項１～１１のいずれか１項に記載の研磨液。

[請求項13] 前記ノニオン系界面活性剤のＨＬＢ値が８～１５である、請求項１２に記載の研磨液。

[請求項14] 前記過酸化水素の含有量に対する、前記有機酸の含有量の質量比が、０．０５～１．０である、請求項１～１３のいずれか１項に記載の研磨液。

[請求項15] 固形分濃度が１０質量％以上であり、

質量基準で２倍以上に希釈して用いられる、請求項１～１４のいずれか１項に記載の研磨液。

[請求項16] 請求項１～１４のいずれか１項に記載の研磨液を研磨定盤に取り付けられた研磨パッドに供給しながら、前記被研磨体の被研磨面を前記研磨パッドに接触させ、前記被研磨体及び前記研磨パッドを相対的に動かして前記被研磨面を研磨して、研磨済み被研磨体を得る工程を含む、化学的機械的研磨方法。

[請求項17] コバルト含有膜からなる配線を形成するために行われる、請求項１６に記載の化学的機械的研磨方法。

[請求項18] 前記被研磨体が、前記コバルト含有膜とは異なる材料からなる第２層を有し、

前記第２層の研磨速度に対する、前記コバルト含有膜の研磨速度の速度比が、０．０５超５未満である、請求項１６又は１７に記載の化学的機械的研磨方法。

[請求項19] 前記第２層が、Ｔａ、ＴａＮ、ＴｉＮ、ＳｉＮ、テトラエトキシシラン、ＳｉＣ、及び、ＳｉＯＣからなる群から選択される１以上の材料を含む、請求項１８に記載の化学的機械的研磨方法。

[請求項20] 研磨圧力が０．５～３．０ｐｓｉである、請求項１６～１９のいずれか１項に記載の化学的機械的研磨方法。

[請求項21] 前記研磨パッドに供給する前記研磨液の供給速度が、０．１４～０．３５ｍｌ／（ｍｉｎ・ｃｍ^2）である、請求項１６～２０のいずれか１項に記載の化学的機械的研磨方法。

[請求項22] 前記研磨済み被研磨体を得る工程の後、前記研磨済み被研磨体をアルカリ洗浄液で洗浄する工程を有する、請求項１６～２１のいずれか１項に記載の化学的機械的研磨方法。

[請求項23] 被研磨体の化学的機械的研磨に用いられる研磨液であって、

砥粒と、

ポリカルボン酸及びポリホスホン酸からなる群から選択される１以上の有機酸と、

一般式（１）で表される化合物、及び、一般式（２）で表される化合物からなる群から選択される１以上の不動態膜形成剤と、

アニオン系界面活性剤と、

過酸化水素と、

カリウムと、

ナトリウムと、を含み、

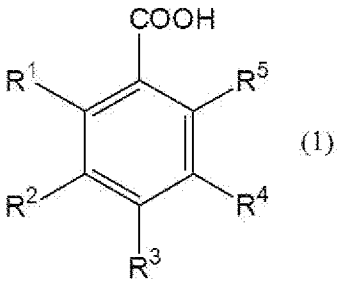
前記アニオン系界面活性剤のＣｌｏｇＰ値から、前記不動態膜形成剤のＣｌｏｇＰ値を引いた差の値が、２．００超８．００未満であり

、

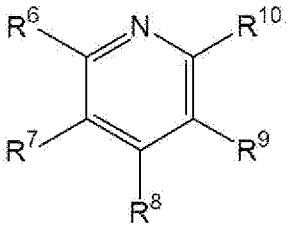
前記ナトリウムの含有量に対する、前記カリウムの含有量の質量比が、１×１０^{6}～１×１０^{9}であり、

ｐＨが、８．０～１０．５である、研磨液。

[化2]



(1)



(2)

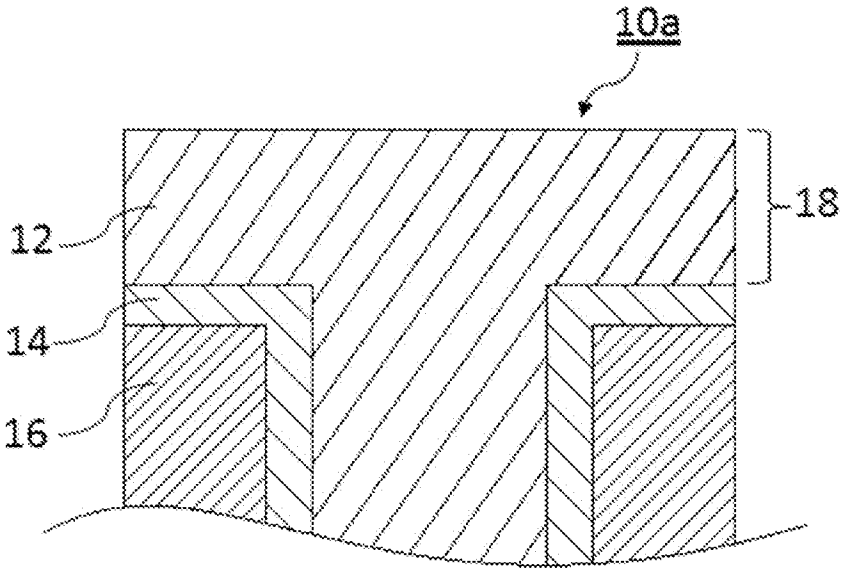
一般式（１）中、Ｒ^{1}～Ｒ^{5}は、それぞれ独立に、水素原子又は置換基を表す。

Ｒ^{1}～Ｒ^{5}中の隣り合う２つ同士は、互いに結合して環を形成してもよい。

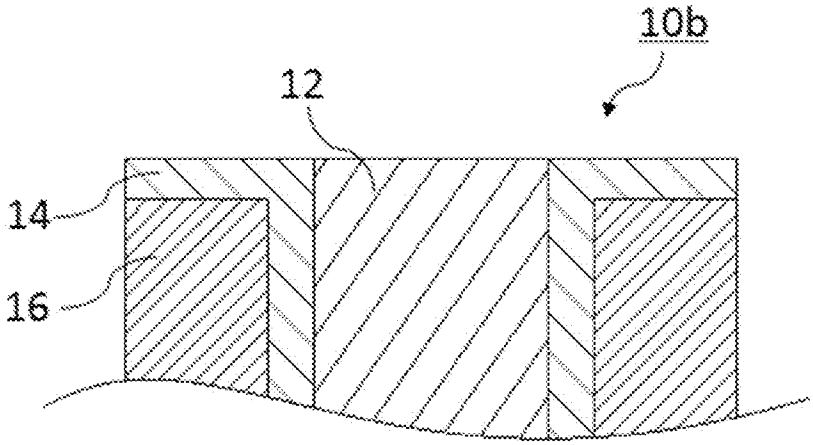
一般式（２）中、Ｒ^{6}～Ｒ^{10}は、それぞれ独立に、水素原子又は置換基を表す。

Ｒ^{6}～Ｒ^{10}中の隣り合う２つ同士は、互いに結合して環を形成してもよい。

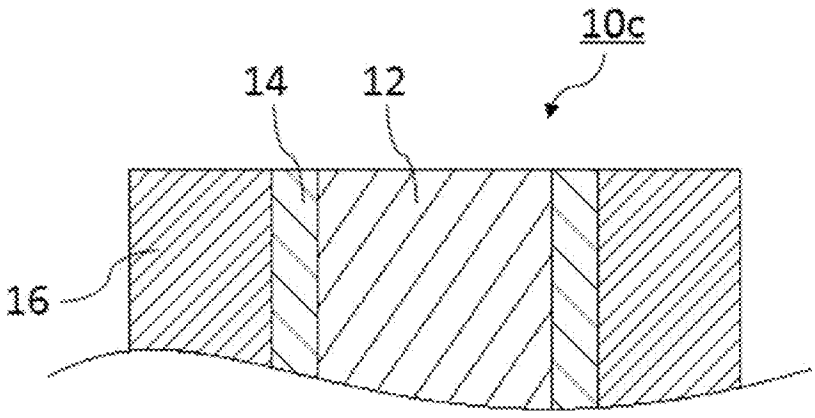
[図1]



[図2]



[図3]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2020/019627

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
C09K 3/14(2006.01)i; B24B 37/00(2012.01)i; H01L 21/304(2006.01)i
FI: H01L21/304 622D; B24B37/00 H; C09K3/14 550D; C09K3/14 550Z
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)
C09K3/14; B24B37/00; H01L21/304

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

Published examined utility model applications of Japan	1922-1996
Published unexamined utility model applications of Japan	1971-2020
Registered utility model specifications of Japan	1996-2020
Published registered utility model applications of Japan	1994-2020

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.
Y	JP 2017-527654 A (BASF SE) 21.09.2017 (2017-09-21) paragraphs [0021]-[0105], [0113], [0116]-[0124]	1-23
Y	JP 2017-157591 A (HITACHI CHEMICAL CO., LTD.) 07.09.2017 (2017-09-07) paragraphs [0022]-[0023], [0032]-[0043], [0068]	1-23
Y	JP 2017-107918 A (HITACHI CHEMICAL CO., LTD.) 15.06.2017 (2017-06-15) paragraphs [0034], [0059]-[0062]	1-23
Y A	JP 2018-93183 A (JSR CORPORATION) 14.06.2018 (2018-06-14) paragraphs [0037], [0039]	3 1-2, 4-23
Y A	JP 2004-273650 A (SHIN-ETSU CHEMICAL CO., LTD.) 30.09.2004 (2004-09-30) paragraphs [0008]-[0011]	22 1-21, 23

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☒ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed
"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report
30 July 2020 (30.07.2020)	11 August 2020 (11.08.2020)

Name and mailing address of the ISA/	Authorized officer
Japan Patent Office 3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915, Japan	Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2020/019627

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 2018/159530 A1 (FUJIFILM CORPORATION) 07.09.2018 (2018-09-07) paragraphs [0054]-[0058], [0060], [0068]-[0069], [0088], [0111], [0151]	1-23

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.
PCT/JP2020/019627

Patent Documents referred in the Report	Publication Date	Patent Family	Publication Date
JP 2017-527654 A	21 Sep. 2017	US 2017/0158913 A1 paragraphs [0025]-[0131], [0175]-[0180], [0192]-[0200] WO 2016/008896 A1 EP 3169737 A1 KR 10-2017-0033329 A CN 106661382 A	
JP 2017-157591 A	07 Sep. 2017	(Family: none)	
JP 2017-107918 A	15 Jun. 2017	(Family: none)	
JP 2018-93183 A	14 Jun. 2018	(Family: none)	
JP 2004-273650 A	30 Sep. 2004	(Family: none)	
WO 2018/159530 A1	07 Sep. 2018	KR 10-2019-0109450 A CN 110325614 A	

国際調査報告

国際出願番号
PCT/JP2020/019627

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（ＩＰＣ））

C09K 3/14(2006.01)i; B24B 37/00(2012.01)i; H01L 21/304(2006.01)i
FI: H01L21/304 622D; B24B37/00 H; C09K3/14 550D; C09K3/14 550Z

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））

C09K3/14; B24B37/00; H01L21/304

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	１９７１－２０２０年
日本国実用新案登録公報	１９９６－２０２０年
日本国登録実用新案公報	１９９４－２０２０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
Y	JP 2017-527654 A (ビーエーエスエフ　ソシエタス・ヨーロピア) 21.09.2017 (2017-09-21) [0021]-[0105],[0113],[0116]-[0124]	1-23
Y	JP 2017-157591 A (日立化成株式会社) 07.09.2017 (2017-09-07) [0022]-[0023],[0032]-[0043],[0068]	1-23
Y	JP 2017-107918 A (日立化成株式会社) 15.06.2017 (2017-06-15) [0034],[0059]-[0062]	1-23
Y	JP 2018-93183 A (ＪＳＲ株式会社) 14.06.2018 (2018-06-14) [0037],[0039]	3
A		1-2,4-23
Y	JP 2004-273650 A (信越化学工業株式会社) 30.09.2004 (2004-09-30) [0008]-[0011]	22
A		1-21,23
A	WO 2018/159530 A1 (富士フイルム株式会社) 07.09.2018 (2018-09-07) [0054]-[0058],[0060],[0068]-[0069],[0088],[0111],[0151]	1-23

☐ Ｃ欄の続きにも文献が列挙されている。

☑ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー
"A" 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
"E" 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
"L" 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）
"O" 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
"P" 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願の日の後に公表された文献
"T" 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と抵触するものではなく、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	国際調査報告の発送日
30.07.2020	11.08.2020

名称及びあて先
日本国特許庁(ISA/JP)
〒100-8915
日本国
東京都千代田区霞が関三丁目４番３号

権限のある職員（特許庁審査官）
杢　哲次 50 1788
電話番号 03-3581-1101 内線 3557

国際調査報告
パテントファミリーに関する情報

国際出願番号
PCT/JP2020/019627

引用文献	公表日	パテントファミリー文献	公表日
JP 2017-527654 A	21.09.2017	US 2017/0158913 A1 [0025]-[0131],[0175]-[0180],[0192]-[0200] WO 2016/008896 A1 EP 3169737 A1 KR 10-2017-0033329 A CN 106661382 A	
JP 2017-157591 A	07.09.2017	（ファミリーなし）	
JP 2017-107918 A	15.06.2017	（ファミリーなし）	
JP 2018-93183 A	14.06.2018	（ファミリーなし）	
JP 2004-273650 A	30.09.2004	（ファミリーなし）	
WO 2018/159530 A1	07.09.2018	KR 10-2019-0109450 A CN 110325614 A	