

(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
2016 年 11 月 17 日(17.11.2016)



(10) 国際公開番号

WO 2016/181889 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/JP2016/063598
- (22) 国際出願日: 2016 年 5 月 2 日(02.05.2016)
- (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 2015-095660 2015 年 5 月 8 日(08.05.2015) JP
- (71) 出願人: 株式会社フジミインコーポレーテッド
(FUJIMI INCORPORATED) [JP/JP]; 〒4528502 愛知
県清須市西枇杷島町地領二丁目 1 番地 1 Aichi
(JP).
- (72) 発明者: 織田 博之(ODA Hiroyuki); 〒4528502 愛
知県清須市西枇杷島町地領二丁目 1 番地 1 株
式会社フジミインコーポレーテッド内 Aichi
(JP). ▲高▼橋 修平(TAKAHASHI Shuhei); 〒
4528502 愛知県清須市西枇杷島町地領二丁目 1
番地 1 株式会社フジミインコーポレーテッド
内 Aichi (JP). 森 嘉男(MORI Yoshio); 〒4528502
愛知県清須市西枇杷島町地領二丁目 1 番地 1
株式会社フジミインコーポレーテッド内 Aichi
(JP). 高見 信一郎(TAKAMI Shinichiro); 〒4528502

愛知県清須市西枇杷島町地領二丁目 1 番地 1
株式会社フジミインコーポレーテッド内 Aichi
(JP). 田畑 誠(TABATA Makoto); 〒4528502 愛知県
清須市西枇杷島町地領二丁目 1 番地 1 株式会
社フジミインコーポレーテッド内 Aichi (JP).

(74) 代理人: 森 哲也, 外(MORI Tetsuya et al.); 〒
1056032 東京都港区虎ノ門四丁目 3 番 1 号 城
山トラストタワー 3 2 階 特許業務法人日栄国
際特許事務所 Tokyo (JP).

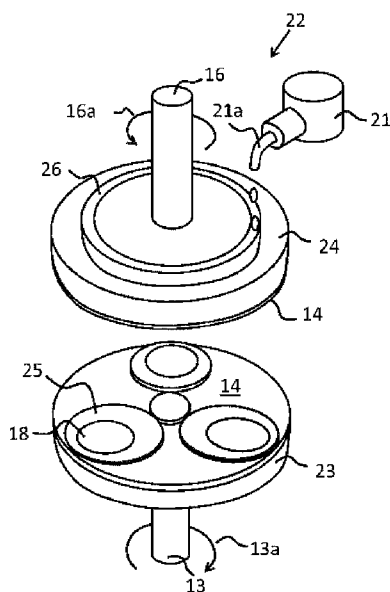
(81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保
護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA,
BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN,
CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES,
FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN,
IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR,
LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, 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, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA,
UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保
護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW,
MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユー
ロピア (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,

[続葉有]

(54) Title: POLISHING COMPOSITION

(54) 発明の名称: 研磨用組成物



(57) Abstract: The present invention relates to a polishing composition which is favorably used in polishing primarily semiconductor substrates of silicon wafers, etc., and other objects to be polished, and which can obtain excellent flatness. Defining Wp as the conformability of the polishing composition to a polishing pad, Ww as conformability thereof to an object to be polished, and Wc as conformability to a tool for holding the object to be polished, the value of Wc is the smallest of these.

(57) 要約: 本発明は、主にシリコンウェハ等の半導体基板その他の研磨対象物の研磨に好ましく用いられる研磨用組成物に関するものであり、良好な平坦度を得る研磨用組成物を提供する。研磨用組成物の、研磨パッドに対するなじみ性をWp、研磨対象物に対するなじみ性をWw、研磨対象物保持具に対するなじみ性をWcとしたとき、Wcの値が最も小さい。

WO 2016/181889 A1

MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, 添付公開書類:
TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, — 国際調査報告 (条約第 21 条(3))
KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

明 細 書

発明の名称： 研磨用組成物

技術分野

[0001] 本発明は研磨用組成物に関する。詳しくは、主にシリコンウェーハ等の半導体基板その他の研磨対象物の研磨に好ましく用いられる研磨用組成物に関する。

背景技術

[0002] 金属や半金属、非金属、その酸化物等の材料表面に対して研磨液を用いた精密研磨が行われている。例えば、半導体製品の構成要素等として用いられるシリコンウェーハの表面は、一般に、ラッピング工程（粗研磨工程）とポリシング工程（精密研磨工程）とを経て高品位の鏡面に仕上げられる。上記ポリシング工程は、典型的には、予備ポリシング工程（予備研磨工程）とファイナルポリシング工程（最終研磨工程）とを含む。シリコンウェーハ等の半導体基板を研磨する用途で主に使用される研磨用組成物に関する技術文献として、特許文献1～3が挙げられる。特許文献4は、CMPプロセス用の研磨液に関する。

先行技術文献

特許文献

[0003] 特許文献1：特開2005-268667号公報
特許文献2：国際公開第2012/63757号
特許文献3：特開2014-041978号公報
特許文献4：国際公開第2004/100242号

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0004] 近年、シリコンウェーハ等の半導体基板その他の基板について、大口径化によって面積が広がっていることから、基板平坦度の向上が望まれている。このような状況下で、従来の研磨用組成物を用いて研磨をすると所望の平

平坦度が得られないという問題があった。

[0005] 本発明は、上記の事情に鑑みてなされたものであり、良好な平坦度を得る研磨用組成物を提供することを目的とする。

課題を解決するための手段

[0006] 本発明によると、研磨用組成物の、研磨パッドに対するなじみ性を W_p 、研磨対象物に対するなじみ性を W_w 、研磨対象物保持具に対するなじみ性を W_c としたとき、 W_c の値が最も大きいことを満たす研磨用組成物が提供される。

このような研磨用組成物によると、基板の平坦度を向上することができる。

[0007] 一態様においては、研磨用組成物の、研磨パッドに対する後退接触角を C_p 、研磨対象物に対する後退接触角を C_w 、研磨対象物保持具に対する後退接触角を C_c としたとき、 C_c の値が最も小さいことを満たす研磨用組成物が提供される。

このような研磨用組成物によると、基板の平坦度を向上することができる。

[0008] 一態様においては、研磨用組成物の、研磨パッドに対する動的表面張力を T_p 、研磨対象物に対する動的表面張力を T_w 、研磨対象物保持具に対する動的表面張力を T_c としたとき、 T_c の値が最も大きいことを満たす研磨用組成物が提供される。

このような研磨用組成物によると、基板の平坦度を向上することができる。

[0009] 一態様に係る研磨用組成物は、水溶性高分子ならびに塩を含有する。このことによって、基板の平坦度を向上する効果がよりよく発揮され得る。

[0010] ここに開示される技術の好ましい一態様では、上記研磨用組成物は、シリコンウェーハ（典型的にはシリコン単結晶ウェーハ）を研磨するために用いられる。ここに開示される研磨用組成物は、例えばラッピングを経たシリコンウェーハのポリシングに好ましく用いられる。なかでも、シリコンウェー

ハの両面研磨に特に好ましく用いられる。

図面の簡単な説明

[0011] [図1]本発明の一実施形態による片面研磨装置を示す斜視図。

[図2]本発明の一実施形態による両面研磨装置を示す斜視図。

発明を実施するための形態

[0012] 以下、本発明の好適な実施形態を説明する。なお、本明細書において特に言及している事項以外の事柄であって本発明の実施に必要な事柄は、当該分野における従来技術に基づく当業者の設計事項として把握され得る。本発明は、本明細書に開示されている内容と当該分野における技術常識とに基づいて実施することができる。

[0013] <研磨用組成物のなじみ性>

研磨用組成物の部材へのなじみ性とは、研磨用組成物が部材に対し弾かずに留まる性質の大きさを示す。なじみ性の評価方法は、研磨用組成物が部材に対して弾かずに留まる性質を定量的に評価できる方法であれば特に限定されないが、例えば、接触角、動的表面張力、真円度、濡れ面積などによって評価することができる。接触角の測定方法は特に限定されないが、地面と水平に設置した部材の表面に液滴を滴下した際に観察される静的接触角、液滴を載せた部材を傾けて液滴を滑らせた際の液滴の進行方向の接触角である前進接触角、および液滴の進行方向とは逆の方向の接触角である後退接触角などが例示される。実際の動的な研磨における部材のなじみをよく表す点で、後退接触角が好ましい。動的表面張力の測定方法は特に限定されないが、Wilhelmy法、リング法、ペンダントドロップ法、最大泡圧法などが例示される。実際の動的な研磨における部材のなじみをよく表す点で、Wilhelmy法が好ましい。

[0014] W_c の値が最も大きいことを満たす研磨用組成物によって、研磨対象物保持具と研磨対象物の境となる研磨対象物の外周部に研磨用組成物が効率よく留まることが、基板の平坦度が向上する原因と考えられる。

[0015] 後退接触角は、値が大きいほど部材とのなじみが小さく、値が小さいほど

部材との馴染みが大きい。すなわち、 C_c の値が最も小さいことは、研磨用組成物の研磨対象物保持具へのなじみ性が最も大きいことを示す。したがって、研磨対象物保持具と研磨対象物の境となる研磨対象物の外周部に研磨用組成物が効率よく留まり、平坦度が向上すると考えられる。

[0016] 動的表面張力は、値が大きいほど部材とのなじみが大きく、値が小さいほど部材との馴染みが小さい。すなわち、 T_c の値が最も大きいことは、研磨用組成物の研磨対象物保持具へのなじみ性が最も大きいことを示す。したがって、研磨対象物保持具と研磨対象物の境となる研磨対象物の外周部に研磨用組成物が効率よく留まり、平坦度が向上すると考えられる。

[0017] 研磨組成物のなじみ性を表す指標である上記 W_p 、 W_c 、 W_w 、 C_c 、 C_p 、 C_w 、 T_p 、 T_c 、 T_w の値は、それぞれ、研磨組成物の成分、研磨パッドの材質や粗さ、研磨対象物の組成、研磨対象物の保持具の材質や粗さを適当な組み合わせを選択することによってコントロールすることができる。研磨組成物中の成分としては、特に、水溶性高分子などの含有量が影響することが多い。

[0018] 後退接触角については、研磨パッドに対する後退接触角 C_p が 90° 以下であることが好ましく、 80° 以下であることがより好ましく、 70° 以下であることがさらに好ましい。また、特に限定するものではないが、 C_p は 1° 以上であることが好ましく、 5° 以上であることがより好ましく、 10° 以上であることがさらに好ましい。 C_p が上記の範囲内にあることで、基板の平坦度がより向上する。研磨パッドに対する後退接触角 C_p は、研磨組成物の成分と研磨パッドの材質の組合せを適宜選択することによってコントロールすることができる。

[0019] 研磨対象物に対する後退接触角 C_w が 90° 以下であることが好ましく、 80° 以下であることがより好ましく、 70° 以下であることがさらに好ましい。また、特に限定するものではないが、 C_w は 1° 以上であることが好ましく、 5° 以上であることがより好ましく、 10° 以上であることがさらに好ましい。 C_w が上記の範囲内にあることで、基板の平坦度がより向上す

る。研磨対象物に対する後退接触角 C_w は、研磨組成物の成分と研磨パッドの材質の組合せを適宜選択することによってコントロールすることができる。

[0020] 研磨対象物保持具に対する後退接触角 C_c が 70° 以下であることが好ましく、 60° 以下であることがより好ましく、 50° 以下であることがさらに好ましい。また、特に限定するものではないが、 C_c は 1° 以上であることが好ましく、 5° 以上であることがより好ましく、 10° 以上であることがさらに好ましい。 C_w が上記の範囲内にあることで、基板の平坦度がより向上する。研磨保持具に対する後退接触角 C_c は、研磨組成物の成分と研磨パッドの材質の組合せを適宜選択することによってコントロールすることができる。

[0021] 研磨用組成物の研磨パッドに対する後退接触角 C_p は、例えば以下の手順に基づいて測定することができる。

(1 P) 新品の研磨パッドを協和界面科学株式会社製動的接触角測定装置 DM-501 上に設置する。

(2 P) 上記研磨パッドに研磨用組成物 $30\ \mu\text{L}$ を滴下する。

(3 P) 研磨用組成物を滴下して $1^\circ/\text{秒}$ の速度で上記研磨パッドを傾けていき、10秒後の後退接触角を測定する。

[0022] 研磨用組成物の研磨対象物に対する後退接触角 C_w は、例えば以下の手順に基づいて測定することができる。

(1 W) 予め鏡面化ならびに自然酸化膜を除去した研磨対象物を協和界面科学株式会社製動的接触角測定装置 DM-501 上に設置する。

(2 W) 上記研磨対象物に研磨用組成物 $30\ \mu\text{L}$ を滴下する。

(3 W) 研磨用組成物を滴下して $1^\circ/\text{秒}$ の速度で上記研磨対象物を傾けていき、10秒後の後退接触角を測定する。

[0023] 研磨用組成物の研磨対象物保持具に対する後退接触角 C_c は、例えば以下の手順に基づいて測定することができる。

(1 C) 新品の研磨対象物保持具を協和界面科学株式会社製動的接触角測定

装置DM-501上に設置する。

(2C) 上記研磨対象物保持具に研磨用組成物30 μ Lを滴下する。

(3C) 研磨用組成物を滴下して1°/秒の速度で上記研磨対象物保持具を傾けていき、10秒後の後退接触角を測定する。

[0024] 研磨パッドに対する動的表面張力 T_p が0.1mN以上であることが好ましく、0.5mN以上であることがより好ましく、1.0mN以上であることがさらに好ましい。また、特に限定するものではないが、 T_p は10.0mN以下であることが好ましく、5.0mN以下であることがより好ましく、3.0mN以下であることがさらに好ましい。 T_p が上記の範囲内にあることで、基板の平坦度がより向上する。研磨パッドに対する動的表面張力 T_p は、研磨組成物の組成と研磨パッドの材質の組合せを適宜選択することによってコントロールすることができる。

[0025] 研磨対象物に対する動的表面張力 T_w が0.5mN以上であることが好ましく、1.0mN以上であることがより好ましく、2.0mN以上であることがさらに好ましい。また、特に限定するものではないが、 T_w は10.0mN以下であることが好ましく、6.0mN以下であることがより好ましく、4.0mN以下であることがさらに好ましい。 T_w が上記の範囲内にあることで、基板の平坦度がより向上する。研磨対象物に対する動的表面張力 T_w は、研磨組成物の組成と研磨パッドの材質の組合せを適宜選択することによってコントロールすることができる。

[0026] 研磨対象保持具に対する動的表面張力 T_c が0.5mN以上であることが好ましく、1.0mN以上であることがより好ましく、2.0mN以上であることがさらに好ましい。また、特に限定するものではないが、 T_c は10.0mN以下であることが好ましく、7.0mN以下であることがより好ましく、5.0mN以下であることがさらに好ましい。 T_w が上記の範囲内にあることで、基板の平坦度がより向上する。研磨対象保持具に対する動的表面張力 T_c は、研磨組成物の組成と研磨パッドの材質の組合せを適宜選択することによってコントロールすることができる。

[0027] ここに開示される研磨用組成物は、 T_c と T_w の比 T_c/T_w が1.01以上であることが好ましく、1.03以上であることがより好ましく、1.05以上であることがさらに好ましい。また、特に限定するものではないが、 T_c/T_w が5.0以下であることが好ましく、4.0以下であることがより好ましく、3.0以下であることがより好ましい。 T_c/T_w が上記の範囲内にあることで、基板の平坦度がより向上する。

[0028] 上記研磨用組成物の研磨パッドに対する動的表面張力 T_p は、例えば以下の手順に基づいて測定することができる。

(1 p) 新品の研磨パッドを25 mm×40 mmの大きさに切る。

(2 p) 上記研磨パッドを取り出し、研磨用組成物に1分間浸漬する。

(3 p) 上記研磨パッドを取り出し、イオン交換水を入れた容器に1秒間浸漬する。

(4 p) 上記研磨パッドを取り出し、エアーガンなどで過剰な水を飛ばしきるまで空気を吹き付ける。

(5 p) 上記研磨パッドを株式会社レスカ製動的濡れ性試験機6200 TNに設置する。

(6 p) 上記研磨パッドを動的濡れ性試験機にあらかじめ設置した研磨用組成物中に0.2 mm/秒の速度で10 mm浸漬し、2秒間保持する。

(7 p) 上記研磨パッドを0.2 mm/秒の速度で引き上げる。

(8 p) 上記の試験による前進濡れ応力を測定する。

[0029] 上記研磨用組成物の研磨対象物に対する動的表面張力 T_w は、例えば以下の手順に基づいて測定することができる。

(1 w) 新品の研磨対象物を25 mm×40 mmの大きさに切る。

(2 w) 上記研磨対象物をアンモニア：過酸化水素：イオン交換水＝1：1：30（体積比）の薬液に60秒間浸漬する。

(3 w) 上記研磨対象物を取り出し、上記研磨対象物を5%フッ化水素酸に60秒間浸漬する。

(4 w) 上記研磨対象物を取り出し、研磨用組成物に1分間浸漬する。

(5 w) 上記研磨対象物を取り出し、イオン交換水を入れた容器に 1 秒間浸漬する。

(6 w) 上記研磨対象物を取り出し、エアーガンなどで過剰な水を飛ばしきるまで空気を吹き付ける。

(7 w) 上記研磨対象物を株式会社レスカ製動的濡れ性試験機 6 2 0 0 T N に設置する。

(8 w) 上記研磨対象物を動的濡れ性試験機にあらかじめ設置した研磨用組成物中に 0. 2 mm/秒の速度で 1 0 mm 浸漬し、2 秒間保持する。

(9 w) 上記研磨対象物を 0. 2 mm/秒の速度で引き上げる。

(1 0 w) 上記の試験による前進濡れ応力を測定する。

[0030] 上記研磨用組成物の研磨対象物保持具に対する動的表面張力 T_c は、例えば以下の手順に基づいて測定することができる。

(1 c) 新品の研磨対象物保持具を 2 5 mm × 4 0 mm の大きさに切る。

(2 c) 上記研磨対象物保持具をアンモニア：過酸化水素：イオン交換水 = 1 : 1 : 3 0 (体積比) の薬液に 6 0 秒間浸漬する。

(3 c) 上記研磨対象物保持具を取り出し、上記研磨対象物を 5 % フッ化水素酸に 6 0 秒間浸漬する。

(4 c) 上記研磨対象物保持具を取り出し、研磨用組成物に 1 分間浸漬する。

(5 c) 上記研磨対象物保持具を取り出し、イオン交換水を入れた容器に 1 秒間浸漬する。

(6 c) 上記研磨対象物保持具を取り出し、エアーガンなどで過剰な水を飛ばしきるまで空気を吹き付ける。

(7 c) 上記研磨対象物保持具を株式会社レスカ製動的濡れ性試験機 6 2 0 0 T N に設置する。

(8 c) 上記研磨対象物保持具を動的濡れ性試験機にあらかじめ設置した研磨用組成物中に 0. 2 mm/秒の速度で 1 0 mm 浸漬し、2 秒間保持する。

(9 c) 上記研磨対象物保持具を 0. 2 mm/秒の速度で引き上げる。

(10c) 上記の試験による前進濡れ応力を測定する。

[0031] <砥粒>

ここに開示される研磨用組成物には、砥粒を含有させることができる。砥粒の材質や性状は特に制限されず、使用目的や使用態様等に応じて適宜選択することができる。砥粒の例としては、無機粒子、有機粒子、および有機無機複合粒子が挙げられる。無機粒子の具体例としては、酸化物粒子（例えばシリカ粒子、アルミナ粒子、酸化セリウム粒子、酸化クロム粒子、二酸化チタン粒子、酸化ジルコニウム粒子、酸化マグネシウム粒子、二酸化マンガン粒子、酸化亜鉛粒子、ベンガラ粒子）、窒化物粒子（例えば窒化ケイ素粒子、窒化ホウ素粒子）、炭化物粒子（例えば炭化ケイ素粒子、炭化ホウ素粒子）、ダイヤモンド粒子、炭酸塩（例えば炭酸カルシウム、炭酸バリウム）等が挙げられる。有機粒子の具体例としては、ポリメタクリル酸メチル（PMMA）粒子やポリ（メタ）アクリル酸粒子（ここで（メタ）アクリル酸とは、アクリル酸およびメタクリル酸を包括的に指す意味である。）、ポリアクリロニトリル粒子等が挙げられる。このような砥粒は、1種を単独で用いてもよく、2種以上を組み合わせ用いてもよい。

[0032] 上記砥粒としては、無機粒子が好ましく、なかでも金属または半金属の酸化物からなる粒子が好ましい。ここに開示される技術において使用し得る砥粒の好適例としてシリカ粒子が挙げられる。例えば、ここに開示される技術をシリコンウェーハの研磨に使用され得る研磨用組成物に適用する場合、砥粒としてシリカ粒子を用いることが特に好ましい。その理由は、研磨対象物がシリコンウェーハである場合、研磨対象物と同じ元素と酸素原子とからなるシリカ粒子を砥粒として使用すれば研磨後にシリコンとは異なる金属または半金属の残留物が発生せず、シリコンウェーハ表面の汚染や研磨対象物の内部にシリコンとは異なる金属または半金属が拡散することによるシリコンウェーハとしての電気特性の劣化などの虞がなくなるからである。さらに、シリコンとシリカの硬度が近いため、シリコンウェーハ表面に過度なダメージを与えることなく研磨加工を行うことができるという利点もある。かかる

観点から好ましい研磨用組成物の一形態として、砥粒としてシリカ粒子のみを含有する研磨用組成物が例示される。また、シリカは高純度のものが得られやすいという性質を有する。このことも砥粒としてシリカ粒子が好ましい理由として挙げられる。シリカ粒子の具体例としては、コロイダルシリカ、フュームドシリカ、沈降シリカ等が挙げられる。研磨対象物表面にスクラッチを生じにくく、よりヘイズの低い表面を実現し得るという観点から、好ましいシリカ粒子としてコロイダルシリカおよびフュームドシリカが挙げられる。なかでもコロイダルシリカが好ましい。

[0033] シリカ粒子を構成するシリカの真比重は、典型的には1.5以上であり、通常は1.6以上が適当であり、1.7以上が好ましく、1.8以上がより好ましく、1.9以上がさらに好ましく、2.0以上が特に好ましい。シリカの密度の増大によって、研磨対象物（例えばシリコンウェーハ）を研磨する際に、研磨レートが向上し得る。研磨対象物の表面（研磨対象面）に生じるスクラッチを低減する観点からは、上記密度が2.3以下、例えば2.2以下のシリカ粒子が好ましい。砥粒（典型的にはシリカ）の密度としては、置換液としてエタノールを用いた液体置換法による測定値を採用し得る。

[0034] ここに開示される技術において、研磨用組成物中に含まれる砥粒は、一次粒子の形態であってもよく、複数の一次粒子が凝集した二次粒子の形態であってもよい。また、一次粒子の形態の砥粒と二次粒子の形態の砥粒とが混在していてもよい。好ましい一態様では、少なくとも一部の砥粒が二次粒子の形態で研磨用組成物中に含まれている。

[0035] 砥粒の平均一次粒子径は特に限定されないが、研磨効率等の観点から、好ましくは20nm以上、より好ましくは30nm以上、さらに好ましくは40nm以上である。また、より平滑性の高い表面が得られやすいという観点から、砥粒の平均一次粒子径は、好ましくは150nm以下、より好ましくは100nm以下、さらに好ましくは80nm以下である。

[0036] ここに開示される技術において、砥粒の平均一次粒子径は、例えば、BET法により測定される比表面積 S (m^2/g) から平均一次粒子径 (nm) =

2727/Sの式により算出することができる。砥粒の比表面積の測定は、例えば、マイクロメリテックス社製の表面積測定装置、商品名「Flow Sorb II 2300」を用いて行うことができる。

[0037] 砥粒の平均二次粒子径は特に限定されないが、研磨レート等の観点から、好ましくは30nm以上、より好ましくは40nm以上、さらに好ましくは50nm以上である。また、より平滑性の高い表面を得る観点から、砥粒の平均二次粒子径は、好ましくは300nm以下、より好ましくは200nm以下、さらに好ましくは150nm以下である。

[0038] ここに開示される技術において、砥粒の平均二次粒子径は、例えば、日機装株式会社製の型式「UPA-UT151」を用いた動的光散乱法により、体積平均粒子径（体積基準の算術平均径；M_v）として測定することができる。

[0039] 砥粒の平均二次粒子径は、一般に砥粒の平均一次粒子径と同等以上であり、典型的には平均一次粒子径よりも大きい。特に限定するものではないが、研磨効果および研磨後の表面平滑性の観点から、砥粒の平均二次粒子径は、好ましくは平均一時粒子径の1.2倍以上3.0倍以下、より好ましくは1.5倍以上2.5倍以下、さらに好ましくは1.7倍以上2.3倍以下、一層好ましくは1.9倍以上2.2倍以下である。

[0040] 砥粒の形状（外形）は、球形であってもよく、非球形であってもよい。非球形をなす砥粒の具体例としては、ピーナッツ形状（すなわち、落花生の殻の形状）、繭型形状、突起付き形状、金平糖形状、ラグビーボール形状等が挙げられる。砥粒は、同形状の1種を単独で使用してもよく、形状の異なる2種以上を組み合わせ使用してもよい。例えば、多くが金平糖形状をした砥粒を好ましく採用し得る。

[0041] 特に限定するものではないが、砥粒の一次粒子の長径／短径比の平均値（平均アスペクト比）は、好ましくは1.05以上、さらに好ましくは1.1以上である。砥粒の平均アスペクト比の増大によって、より高い研磨レートが実現され得る。また、砥粒の平均アスペクト比は、スクラッチ低減等の観

点から、好ましくは3.0以下であり、より好ましくは2.0以下、さらに好ましくは1.5以下である。

[0042] 上記砥粒の形状（外形）や平均アスペクト比は、例えば、電子顕微鏡観察により把握することができる。平均アスペクト比を把握する具体的な手順としては、例えば、走査型電子顕微鏡（SEM）を用いて、独立した粒子の形状を認識できる所定個数（例えば200個）の砥粒粒子について、各々の粒子画像に外接する最小の長方形を描く。そして、各粒子画像に対して描かれた長方形について、その長辺の長さ（長径の値）を短辺の長さ（短径の値）で除した値を長径／短径比（アスペクト比）として算出する。上記所定個数の粒子のアスペクト比を算術平均することにより、平均アスペクト比を求めることができる。

[0043] 研磨用組成物中に含まれる砥粒の量は、好ましくは0.01重量%以上、より好ましくは0.05重量%以上、さらに好ましくは0.1重量%以上である。砥粒量の増大によって、より高い研磨レートが実現され得る。また、研磨用組成物中に含まれる砥粒の量は、研磨用組成物の分散安定性等の観点から、好ましくは20重量%以下、より好ましくは10重量%以下、さらに好ましくは5重量%以下、一層好ましくは2重量%以下である。

[0044] <水溶性高分子>

ここに開示される研磨用組成物には、水溶性高分子を含有させることができる。水溶性高分子は各部材界面に吸着することで接触角を変化させ、基板の平坦性を改善する効果大きい。

[0045] 水溶性高分子の例としては、セルロース誘導体、デンプン誘導体、オキシアルキレン単位を含むポリマー、窒素原子を含有するポリマー、ビニルアルコール系ポリマー等が挙げられる。

[0046] セルロース誘導体の例としては、ヒドロキシメチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、ヒドロキシプロピルセルロース、カルボキシメチルセルロース等が挙げられる。これらの中でも、ヒドロキシエチルセルロースを好ましく採用し得る。

- [0047] デンプン誘導体の例としては、プルラン、ヒドロキシプロピルデンプン等が挙げられる。
- [0048] オキシアルキレン単位を含むポリマーの例としては、ポリエチレングリコール、ポリエチレンオキサイド、ポリプロピレンオキサイド、エチレンオキサイドとプロピレンオキサイドとのランダム共重合体やブロック共重合体等が挙げられる。
- [0049] 窒素原子を含有するポリマーの例としては、ポリビニルピロリドンなどのピロリドン系ポリマー、ポリアクリロイルモルホリン、ポリアクリルアミド等が挙げられる。これらの中でも、ポリビニルピロリドンを好ましく採用し得る。
- [0050] ビニルアルコール系ポリマーの例としては、ポリビニルアルコール、カチオン変性ポリビニルアルコール、アニオン変性ポリビニルアルコール等が挙げられる。これらの中でも、ポリビニルアルコールを好ましく採用し得る。
- [0051] その他の水溶性高分子の例としては、ポリイソプレンスルホン酸、ポリビニルスルホン酸、ポリアリルスルホン酸、ポリイソアミレンスルホン酸、ポリスチレンスルホン酸塩、ポリアクリル酸塩、ポリ酢酸ビニル等が挙げられる。
- [0052] 水溶性高分子は、1種を単独でまたは2種以上を組み合わせる用いることができる。また、単独重合体を使用してもよく、共重合体を使用してもよい。
- [0053] 研磨用組成物中に含まれる水溶性高分子の量は、好ましくは0.000001重量%以上、より好ましくは0.00001重量%以上、さらに好ましくは0.0001重量%以上である。水溶性高分子量の増大によって、より平坦な基板を得ることができる。また、研磨用組成物中に含まれる水溶性高分子の量は、研磨レート向上等の観点から、好ましくは0.01重量%以下、より好ましくは0.001重量%以下、さらに好ましくは0.0005重量%以下である。
- [0054] <塩>

ここに開示される研磨用組成物には、塩を含有させることができる。塩は、有機酸塩、無機酸塩のいずれも用いることができる。塩は1種を単独でまたは2種以上を組み合わせ用いることができる。

[0055] 塩を構成するアニオン成分としては、炭酸イオン、炭酸水素イオン、ホウ酸イオン、リン酸イオン、フェノールイオン、モノカルボン酸イオン（例えばギ酸イオン、酢酸イオン、プロピオン酸イオン、2-ヒドロキシ酪酸イオン、リンゴ酸イオン）、ジカルボン酸イオン（例えばシュウ酸イオン、マレイン酸イオン、マロン酸イオン、酒石酸イオン、コハク酸イオン）およびトリカルボン酸イオン（例えばクエン酸イオン）、有機スルホン酸イオン、有機ホスホン酸イオン等が挙げられる。また、塩を構成するカチオン成分の例としては、アルカリ金属イオン（例えばカリウムイオン、ナトリウムイオン）、アルカリ土類金属イオン（例えばカルシウムイオン、マグネシウムイオン）、遷移金属イオン（例えばマンガンイオン、コバルトイオン、亜鉛イオン）、アンモニウムイオン（例えばテトラアルキルアンモニウムイオン）、ホスホニウムイオン（例えばテトラアルキルホスホニウムイオン）等が挙げられる。塩の具体例としては、炭酸ナトリウム、炭酸カリウム、炭酸水素ナトリウム、炭酸水素カリウム、酢酸ナトリウム、酢酸カリウム、プロピオン酸ナトリウム、プロピオン酸カリウム、炭酸カルシウム、炭酸水素カルシウム、酢酸カルシウム、プロピオン酸カルシウム、酢酸マグネシウム、プロピオン酸マグネシウム、プロピオン酸亜鉛、酢酸マンガン、酢酸コバルト等が挙げられる。これらの中でも炭酸カリウムを好ましく採用し得る。

[0056] 研磨用組成物中に含まれる塩の量は、好ましくは0.001重量%以上、より好ましくは0.005重量%以上、さらに好ましくは0.01重量%以上である。塩の量の増大によって、研磨用組成物を繰り返し使用した際の性能維持性が向上され得る。また、研磨用組成物中に含まれる塩の量は、研磨用組成物の保管安定性向上等の観点から、好ましくは0.5重量%以下、より好ましくは0.1重量%以下、さらに好ましくは0.05重量%以下である。

[0057] <塩基性組成物>

ここに開示される研磨用組成物には、塩基性化合物を含有させることができる。塩基性組成物は、研磨対象物を化学的に研磨する働きをし、研磨速度の向上に寄与する成分である。また塩基性化合物は、上述の水溶性高分子と同様、各部材界面に吸着することによって接触角を変化させる効果も有する。塩基性化合物は、有機塩基性化合物であってもよく、無機塩基性化合物であってもよい。塩基性化合物は、1種を単独でまたは2種以上を組み合わせる用いることができる。

[0058] 有機塩基性化合物の例としては、テトラアルキルアンモニウム塩等の第四級アンモニウム塩が挙げられる。上記アンモニウム塩におけるアニオンは、例えば、 OH^- 、 F^- 、 Cl^- 、 Br^- 、 I^- 、 ClO_4^- 、 BH_4^- 等であり得る。例えば、コリン、テトラメチルアンモニウムヒドロキシド、テトラエチルアンモニウムヒドロキシド、テトラプロピルアンモニウムヒドロキシド、テトラブチルアンモニウムヒドロキシド等の第四級アンモニウム塩を好ましく使用し得る。なかでもテトラメチルアンモニウムヒドロキシドが好ましい。

[0059] 有機塩基性化合物の他の例としては、テトラアルキルホスホニウム塩等の第四級ホスホニウム塩が挙げられる。上記ホスホニウム塩におけるアニオンは、例えば、 OH^- 、 F^- 、 Cl^- 、 Br^- 、 I^- 、 ClO_4^- 、 BH_4^- 等であり得る。例えば、テトラメチルホスホニウム、テトラエチルホスホニウム、テトラプロピルホスホニウム、テトラブチルホスホニウム等のハロゲン化物、水酸化物を好ましく使用し得る。

[0060] 有機塩基性化合物の他の例としては、アミン類（例えばメチルアミン、ジメチルアミン、トリメチルアミン、エチルアミン、ジエチルアミン、トリエチルアミン、エチレンジアミン、モノエタノールアミン、 $N-(\beta\text{-アミノエチル})$ エタノールアミン、ヘキサメチレンジアミン、ジエチレントリアミン、トリエチレンテトラミン）、ピペラジン類（例えばピペラジン、 $1-(2\text{-アミノエチル})$ ピペラジン、 $N\text{-メチルピペラジン}$ ）、アゾール類（例えばイミダゾール、トリアゾール）、ジアザビシクロアルカン類（例えば1

、4-ジアザビシクロ[2.2.2]オクタン、1,8-ジアザビシクロ[5.4.0]ウンデカー7-エン、1,5-ジアザビシクロ[4.3.0]-5-ノネン)、その他の環状アミン類(例えばピペリジン、アミノピリジン)、グアニジン等が挙げられる。

[0061] 無機塩基性化合物の例としては、アンモニア、アルカリ金属またはアルカリ土類金属の水酸化物(例えば水酸化カリウム、水酸化ナトリウム)が挙げられる。

[0062] 研磨用組成物に含まれる塩基性化合物の量は、好ましくは0.005重量%以上、より好ましくは0.01重量%以上、さらに好ましくは0.03重量%以上である。塩基性化合物の量の増大によって、より高い研磨レートが実現され得る。また、研磨用組成物に含まれる塩基性化合物の量は、基板の平坦性向上等の観点から、好ましくは1.0重量%以下、より好ましくは0.5重量%以下、さらに好ましくは0.3重量%以下、一層好ましくは0.15重量%以下である。

[0063] <水>

ここに開示される研磨用組成物を構成する水としては、イオン交換水(脱イオン水)、純水、超純水、蒸留水等を好ましく用いることができる。使用する水は、研磨用組成物に含有される他の成分の働きが阻害されることを極力回避するため、例えば遷移金属イオンの合計含有量が100ppb以下であることが好ましい。例えば、イオン交換樹脂による不純物イオンの除去、フィルタによる異物の除去、蒸留等の操作によって水の純度を高めることができる。

ここに開示される研磨用組成物は、必要に応じて、水と均一に混合し得る有機溶剤(低級アルコール、低級ケトン等)をさらに含有してもよい。通常は、研磨用組成物に含まれる溶媒の90体積%以上が水であることが好ましく、95体積%以上(典型的には99~100体積%)が水であることがより好ましい。

[0064] <キレート剤>

ここに開示される研磨用組成物には、任意成分として、キレート剤を含有させることができる。キレート剤は、研磨用組成物中に含まれ得る金属不純物と錯イオンを形成してこれを捕捉することにより、金属不純物による研磨対象物の汚染を抑制する働きをする。キレート剤は、1種を単独でまたは2種以上を組み合わせて用いることができる。

[0065] キレート剤の例としては、アミノカルボン酸系キレート剤および有機ホスホン酸系キレート剤が挙げられる。アミノカルボン酸系キレート剤の例には、エチレンジアミン四酢酸、エチレンジアミン四酢酸ナトリウム、ニトリロ三酢酸、ニトリロ三酢酸ナトリウム、ニトリロ三酢酸アンモニウム、ヒドロキシエチルエチレンジアミン三酢酸、ヒドロキシエチルエチレンジアミン三酢酸ナトリウム、ジエチレントリアミン五酢酸、ジエチレントリアミン五酢酸ナトリウム、トリエチレントトラミン六酢酸およびトリエチレントトラミン六酢酸ナトリウムが含まれる。有機ホスホン酸系キレート剤の例には、2-アミノエチルホスホン酸、1-ヒドロキシエチリデン-1, 1-ジホスホン酸、アミノトリ（メチレンホスホン酸）、エチレンジアミンテトラキス（メチレンホスホン酸）、ジエチレントリアミンペンタ（メチレンホスホン酸）、エタン-1, 1-ジホスホン酸、エタン-1, 1, 2-トリホスホン酸、エタン-1-ヒドロキシー-1, 1-ジホスホン酸、エタン-1-ヒドロキシー-1, 1, 2-トリホスホン酸、エタン-1, 2-ジカルボキシー-1, 2-ジホスホン酸、メタンヒドロキシホスホン酸、2-ホスホノブタン-1, 2-ジカルボン酸、1-ホスホノブタン-2, 3, 4-トリカルボン酸および α -メチルホスホノコハク酸が含まれる。これらのうち有機ホスホン酸系キレート剤がより好ましく、なかでも好ましいものとしてアミノトリ（メチレンホスホン酸）、エチレンジアミンテトラキス（メチレンホスホン酸）およびジエチレントリアミンペンタ（メチレンホスホン酸）が挙げられる。

[0066] 研磨用組成物に含まれるキレートの量は、好ましくは0.0001重量%以上、より好ましくは0.0005重量%以上、さらに好ましくは0.001重量%以上である。キレート剤の量の増大によって、基板の金属汚染が

低減され得る。また、研磨用組成物中に含まれるキレートの量は、研磨用組成物の保管安定性向上等の観点から、好ましくは0.1重量%以下、より好ましくは0.01重量%以下、さらに好ましくは0.005重量%以下である。

[0067] <その他の成分>

ここに開示される研磨用組成物は、本発明の効果が著しく妨げられない範囲で、界面活性剤、有機酸、無機酸、防腐剤、防カビ剤等の、研磨用組成物（典型的には、シリコンウェーハのポリシング工程に用いられる研磨用組成物）に用いられ得る公知の添加剤を、必要に応じてさらに含有してもよい。

[0068] ここに開示される研磨用組成物には、任意成分として、界面活性剤（典型的には、分子量 1×10^4 未満の水溶性有機化合物）を含有させることができる。界面活性剤の使用により、研磨用組成物の分散安定性が向上し得る。また界面活性剤は、上述の水溶性高分子や塩基性化合物と同様、各部材界面に吸着することによって接触角を変化させる効果も有する。界面活性剤は、1種を単独でまたは2種以上を組み合わせる用いることができる。

[0069] 界面活性剤としては、アニオン性またはノニオン性のものを好ましく採用し得る。低起泡性やpH調整の容易性の観点から、ノニオン性の界面活性剤がより好ましい。ノニオン性界面活性剤の例として、オキシアルキレン重合体（例えばポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコール、ポリテトラメチレングリコール等）、ポリオキシアルキレン付加物（例えばポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルアミン、ポリオキシエチレン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレングリセリルエーテル脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル）、複数種のオキシアルキレンの共重合体（ジブロック型、トリブロック型、ランダム型、交互型）等が挙げられる。

[0070] 研磨用組成物中に含まれる界面活性剤の量は、好ましくは0.5重量%以下、より好ましくは0.2重量%以下、さらに好ましくは0.1重量%以下である。ここに開示される研磨用組成物は、界面活性剤を実質的に含まない

態様でも好ましく実施され得る。

[0071] ここに開示される研磨用組成物は、酸化剤を実質的に含まないことが好ましい。研磨用組成物中に酸化剤が含まれていると、当該組成物が研磨対象物（例えばシリコンウェーハ）に供給されることで該研磨対象物の表面が酸化されて酸化膜が生じ、これにより研磨レートが低下してしまうことがあり得るためである。ここでいう酸化剤の具体例としては、過酸化水素（ H_2O_2 ）、過マンガン酸カリウム、過硫酸ナトリウム、過硫酸アンモニウム、ジクロロイソシアヌル酸ナトリウム等が挙げられる。なお、研磨用組成物が酸化剤を実質的に含まないとは、少なくとも意図的には酸化剤を含有させないことをいう。したがって、原料や製法等に由来して微量（例えば、研磨用組成物における酸化剤のモル濃度が0.0005モル/L以下、好ましくは0.0001モル/L以下、より好ましくは0.00001モル/L以下、特に好ましくは0.000001モル/L以下）の酸化剤が不可避免的に含まれている研磨用組成物は、ここでいう酸化剤を実質的に含有しない研磨用組成物の概念に包含され得る。

[0072] <研磨液>

ここに開示される研磨用組成物は、典型的には該研磨用組成物を含む研磨液の形態で研磨対象物に供給されて、その研磨対象物の研磨に用いられる。上記研磨液は、例えば、ここに開示されるいずれかの研磨用組成物を希釈（典型的には、水により希釈）して調製されたものであり得る。あるいは、該研磨用組成物をそのまま研磨液として使用してもよい。すなわち、ここに開示される技術における研磨用組成物の概念には、研磨対象物に供給されて該研磨対象物の研磨に用いられる研磨液（ワーキングスラリー）と、希釈して研磨液として用いられる濃縮液（研磨液の原液）との双方が包含される。ここに開示される研磨用組成物を含む研磨液の他の例として、該組成物のpHを調整してなる研磨液が挙げられる。

[0073] 研磨液のpHは、好ましくは8.0以上、より好ましくは9.0以上、さらに好ましくは9.5以上、一層好ましくは10.0以上である。研磨液の

pHが高くなると、研磨レートが向上する傾向にある。またpHは、研磨液中の砥粒の安定性等の観点から、好ましくは12.0以下、より好ましくは11.5以下、さらに好ましくは11.0以下である。上記pHは、シリコンウェーハの研磨に用いられる研磨液に好ましく適用され得る。研磨液のpHは、pHメータ（例えば、堀場製作所製のガラス電極式水素イオン濃度指示計（型番F-23））を使用し、標準緩衝液（フタル酸塩pH緩衝液 pH: 4.01（25℃）、中性リン酸塩pH緩衝液 pH: 6.86（25℃）、炭酸塩pH緩衝液 pH: 10.01（25℃））を用いて3点校正した後で、ガラス電極を研磨液に入れて、2分以上経過して安定した後の値を測定することにより把握することができる。

[0074] <濃縮液>

ここに開示される研磨用組成物は、研磨対象物に供給される前には濃縮された形態（すなわち、研磨液の濃縮液の形態）であってもよい。このように濃縮された形態の研磨用組成物は、製造、流通、保存等の際における利便性やコスト低減等の観点から有利である。濃縮倍率は、例えば、体積換算で2倍～100倍程度とすることができ、通常は5倍～50倍程度が適当である。好ましい一態様に係る研磨用組成物の濃縮倍率は10倍～40倍である。

[0075] このように濃縮液の形態にある研磨用組成物は、所望のタイミングで希釈して研磨液を調製し、その研磨液を研磨対象物に供給する態様で使うことができる。上記希釈は、典型的には、上記濃縮液に前述の水系溶媒を加えて混合することにより行うことができる。また、上記水系溶媒が混合溶媒である場合、該水系溶媒の構成成分のうち一部の成分のみを加えて希釈してもよく、それらの構成成分を上記水系溶媒とは異なる量比で含む混合溶媒を加えて希釈してもよい。また、後述するように多剤型の研磨用組成物においては、それらのうち一部の剤を希釈した後に他の剤と混合して研磨液を調製してもよく、複数の剤を混合した後にその混合物を希釈して研磨液を調製してもよい。

[0076] 上記濃縮液における砥粒の含有量は、研磨用組成物の安定性（例えば、砥

粒の分散安定性)や濾過性等の観点から、好ましくは50重量%以下、より好ましくは45重量%以下、さらに好ましくは40重量%以下である。また、製造、流通、保存等の際における利便性やコスト低減等の観点から、砥粒の含有量は、好ましくは1重量%以上、より好ましくは5重量%以上、さらに好ましくは10重量%以上、一層好ましくは15重量%以上である。

[0077] ここに開示される研磨用組成物は、一剤型であってもよいし、二剤型を始めとする多剤型であってもよい。例えば、該研磨用組成物の構成成分(典型的には、水系溶媒以外の成分)のうち一部の成分を含むA液と、残りの成分を含むB液とが混合されて研磨対象物の研磨に用いられるように構成されていてもよい。

[0078] <研磨用組成物の調製>

ここに開示される研磨用組成物の製造方法は特に限定されない。例えば、翼式攪拌機、超音波分散機、ホモミキサー等の周知の混合装置を用いて、研磨用組成物に含まれる各成分を混合するとよい。これらの成分を混合する態様は特に限定されず、例えば全成分を一度に混合してもよく、適宜設定した順序で混合してもよい。

[0079] <用途>

ここに開示される研磨用組成物は、種々の材質および形状を有する研磨対象物の研磨に適用され得る。研磨対象物の材質は、例えば、金属または半金属、またはこれらの合金(例えばシリコン、アルミニウム、ニッケル、タングステン、銅、タンタル、チタン、ステンレス鋼、ゲルマニウム)、ガラス状物質(例えば石英ガラス、アルミノシリケートガラス、ガラス状カーボン)、セラミック材料(例えばアルミナ、シリカ、サファイア、窒化ケイ素、窒化タンタル、炭化チタン)、化合物半導体基板材料(例えば炭化ケイ素、窒化ガリウム、ヒ化ガリウム等)、樹脂材料(例えばポリイミド樹脂)等であり得る。これらのうち複数の材質により構成された研磨対象物であってもよい。なかでも、シリコンからなる表面を備えた研磨対象物(例えば、シリコン単結晶ウェーハなどのシリコン材料)の研磨に好適である。ここに開示

される技術は、典型的には、砥粒としてシリカ粒子のみを含み、かつ研磨対象物がシリコン材料である研磨用組成物に対して特に好ましく適用され得る。

研磨対象物の形状は特に制限されない。ここに開示される研磨用組成物は、例えば、板状や多面体状等の、平面を有する研磨対象物、または研磨対象物の端部の研磨（例えばウェーハエッジの研磨）に好ましく適用され得る。

[0080] <研磨装置>

続いて、研磨装置についての説明を行う。図1は、本発明の一実施形態による片面研磨装置を示す斜視図である。図1に示すように、片面研磨装置11は、上面に研磨パッド14が貼り付けられた円板状の回転定盤12を備えている。回転定盤12は、図3の矢印13a方向に回転する第1シャフト13に対して一体回転可能に設けられている。回転定盤12の上方には少なくとも一つの研磨対象物ホルダ15が設けられている。研磨対象物ホルダ15は、図3の矢印16a方向に回転する第2シャフト16に対して一体回転可能に設けられている。研磨対象物ホルダ15の底面には、セラミックプレート17および図示しないウレタンシートを介して、研磨対象物保持孔18を有する研磨対象物保持プレート19が取り外し可能に取り付けられている。片面研磨装置11は、研磨用組成物供給機21および図示しないリンス用組成物供給機をさらに備えていてもよい。研磨用組成物供給機21は、ノズル21aを通じて、研磨液を吐出し、また、図示しないリンス用組成物供給機からは図示しないノズルを通じてリンス用組成物が吐出されてもよい。その場合、研磨用組成物供給機21に代わってリンス用組成物供給機が回転定盤12の上方に配置される。片面研磨装置11の稼働条件を研磨用の設定からリンス用の設定に切り替えた後、リンス用組成物供給機からリンス用組成物が吐出されて研磨パッド14上にリンス用組成物が供給される。これにより、研磨パッド14と接する研磨対象物の面がリンスされる。なおリンス用組成物は、研磨用組成物供給機21のノズル21aを通じて吐出されてもよい。

[0081] 研磨対象物を研磨するときには、図 1 に示すように研磨用組成物供給機 2 1 が、回転定盤 1 2 の上方に配置される。研磨対象物は研磨対象物保持孔 1 8 内に吸引されて研磨対象物ホルダ 1 5 に保持される。まず、研磨対象物ホルダ 1 5 および回転定盤 1 2 の回転が開始され、研磨用組成物供給機 2 1 からは研磨液、あるいは場合によってはリンス用組成物が吐出されて研磨パッド 1 4 上に供給される。そして、研磨対象物を研磨パッド 1 4 に押し付けるべく、研磨対象物ホルダ 1 5 が回転定盤 1 2 に向かって移動させられる。これにより、研磨パッド 1 4 と接する研磨対象物の片面が研磨され、あるいはリンスされる。研磨パッドは、特に限定されず、ポリウレタンタイプ、不織布タイプ、スウェードタイプ、砥粒を含むもの、砥粒を含まないもの等のいずれを用いてもよい。

[0082] また、研磨パッドが貼り付けられた円板状の回転定盤をもう一つ備えることで、図 1 に示す仕上げ研磨装置を、研磨対象物の両面を研磨する予備研磨装置として利用することができる。図 2 は、本発明の一実施形態による両面研磨装置を示す斜視図である。

図 2 に示されるように、両面研磨装置の一実施形態としては、研磨パッドが貼り付けられた円板状の回転定盤をさらに上部に設けて、研磨パッド 1 4 が貼り付けられた上部回転定盤（上定盤 2 4）とし、下定盤 2 3 に貼り付けられた研磨パッド 1 4 と、上定盤 2 4 に貼り付けられた研磨パッド 1 4 とで、研磨対象物保持孔 1 8 に保持された研磨対象物を挟持する。上部回転定盤は、研磨用組成物供給機 2 1 から吐出された予備研磨用組成物や、仕上げ研磨用組成物（好ましくは予備研磨用組成物）（あるいは場合によってリンス用組成物）が下部に流れ出るようにする通流孔（研磨用組成物供給樋 2 6）を有している。

上部回転定盤（上定盤 2 4）と、下部回転定盤（下定盤 2 3）とは、矢印 1 3 a、矢印 1 6 a で示されるように、互いに逆方向に回転し、研磨用組成物供給機 2 1 からは、予備研磨用組成物、仕上げ研磨用組成物、あるいは場合によってはリンス用組成物が吐出されて、両方の研磨パッド 1 4 が研磨対

象物の両面を押し付けながら回転することで、研磨対象物の両面が研磨され、あるいはリンスされる。

[0083] 図2に示されるように、両面研磨装置22では、図1に図示された研磨対象物ホルダ15は不要であるが、代わりに一つの研磨対象物保持孔18を有する研磨対象物保持プレート19が必要になり、それら全体を研磨対象物ホルダあるいは加工キャリア25と呼ぶ。図2で示される形態によれば、1つの保持プレートあたり1枚の研磨対象物が入っており、それを3つ備えているが、別の形態によれば、1枚の研磨対象物が入る保持プレートを5つ備える場合や1つの保持プレートに研磨対象物が3枚入る場合もある。本発明では、いかような装置を用いることも可能であり、保持プレートの数にも、一つの保持プレートが保持する研磨対象物の数にも特に制限されず、従来公知の装置を、そのまま、あるいは適宜改良して使用することができる。

[0084] なお本発明において、研磨対象物保持具とは、片面研磨装置においては研磨対象物保持プレート19を、両面研磨装置においては加工キャリア25を指す。

[0085] <研磨>

ここに開示される研磨用組成物は、シリコン基板等のシリコン材料（例えば、単結晶または多結晶のシリコンウェーハ、特にシリコン単結晶ウェーハ）を研磨するための研磨用組成物として好ましく使用され得る。以下、ここに開示される研磨用組成物を用いて研磨対象物を研磨する方法の好適な一態様につき説明する。

すなわち、ここに開示されるいずれかの研磨用組成物を含む研磨液を用意する。上記研磨液を用意することには、研磨用組成物に、濃度調整（例えば希釈）、pH調整等の操作を加えて研磨液を調製することが含まれ得る。あるいは、上記研磨用組成物をそのまま研磨液として使用してもよい。また、多剤型の研磨用組成物の場合、上記研磨液を用意することには、それらの剤を混合すること、該混合の前に1または複数の剤を希釈すること、該混合の後にその混合物を希釈すること、等が含まれ得る。

[0086] 次いで、その研磨液を研磨対象物に供給し、常法により研磨する。例えば、シリコン基板の1次研磨工程（典型的には両面研磨工程）を行う場合には、ラッピング工程を経たシリコン基板を一般的な研磨装置にセットし、該研磨装置の研磨パッドを通じて上記シリコン基板の研磨対象面に研磨液を供給する。典型的には、上記研磨液を連続的に供給しつつ、シリコン基板の研磨対象面に研磨パッドを押しつけて両者を相対的に移動（例えば回転移動）させる。その後、必要に応じてさらなる2次研磨工程（典型的には片面研磨工程）を経て、最終的にファイナルポリシングを行って研磨対象物の研磨が完了する。

[0087] ここに開示される研磨用組成物は、いったん研磨に使用したら使い捨てにする態様（いわゆる「かけ流し」）で使用されてもよいし、循環して繰り返し使用されてもよい。研磨用組成物を循環使用する方法の一例として、研磨装置から排出される使用済みの研磨用組成物をタンク内に回収し、回収した研磨用組成物を再度研磨装置に供給する方法が挙げられる。研磨用組成物を循環使用する場合には、かけ流しで使用する場合に比べて、廃液として処理される使用済みの研磨用組成物の量が減ることにより環境負荷を低減できる。また、研磨用組成物の使用量が減ることによりコストを抑えることができる。

なお、ここに開示される研磨用組成物を循環使用する場合、その使用中の研磨用組成物に、任意のタイミングで、新たな成分、使用により減少した成分または増加させることが望ましい成分を添加してもよい。

[0088] 好ましい一態様において、上記研磨用組成物を用いる基板研磨工程は、ファイナルポリシングよりも上流のポリシング工程である。なかでも、ラッピング工程を終えた基板の予備ポリシングに好ましく適用することができる。例えば、ラッピング工程を経た基板に対して行われる両面研磨工程（典型的には、両面研磨装置を用いて行われる1次研磨工程）や、該両面研磨工程を経た基板に対して行われる最初の片面研磨工程（典型的には最初の2次研磨工程）において、ここに開示される研磨用組成物が好ましく使用され得る。

さらには、両面研磨装置を用いて行われる１次研磨工程において、ここに開示される研磨用組成物がより好ましく使用され得る。

[0089] <実施例>

以下、本発明に関するいくつかの実施例を説明するが、本発明を実施例に示すものに限定することを意図したものではない。

[0090] <研磨用組成物の調製>

下記の研磨用組成物Ａ～Ｅを調整し、実施例１では、研磨用組成物Ａを、実施例２では、研磨用組成物Ｂを、実施例３および比較例１、３、４では研磨用組成物Ｃを、比較例２では研磨用組成物Ｄを、比較例５では研磨用組成物Ｅを使用した。

(研磨用組成物Ａ)

砥粒としてのコロイダルシリカ（平均一次粒子径が３５ｎｍ、平均二次粒子径が６８ｎｍ）を０．２９重量％と、塩基性化合物としての水酸化テトラメチルアンモニウムを０．０６３重量％と、残部の純水とを混合して、実施例２の研磨用組成物を調製した。研磨用組成物のｐＨは１０．８であった。

[0091] (研磨用組成物Ｂ)

砥粒としてのコロイダルシリカ（平均一次粒子径が３５ｎｍ、平均二次粒子径が６８ｎｍ）を０．２９重量％と、塩としての炭酸カリウムを０．０９５重量％と、塩基性化合物としての水酸化テトラメチルアンモニウムを０．１４重量％と、残部の純水とを混合して、実施例２の研磨用組成物を調製した。研磨用組成物のｐＨは１０．７であった。

[0092] (研磨用組成物Ｃ)

砥粒としてのコロイダルシリカ（平均一次粒子径が５１ｎｍ、平均二次粒子径が１０１ｎｍ）を１．１７重量％と、水溶性高分子としてのポリビニルピロリドン（重量平均分子量４５，０００）を０．０００２４重量％と、塩としての炭酸カリウムを０．０３７重量％と、塩基性化合物としての水酸化テトラメチルアンモニウムを０．０５７重量％ならびに水酸化カリウム０．００４３重量％と、残部の純水とを混合して、実施例１の研磨用組成物を調

製した。研磨用組成物のpHは10.5であった。

[0093] (研磨用組成物D)

砥粒としてのコロイダルシリカ（平均一次粒子径が35nm、平均二次粒子径が68nm）を0.29重量%と、水溶性高分子としてのポリビニルピロリドン（重量平均分子量45,000）を0.0014重量%と、塩としての炭酸カリウムを0.15重量%と、塩基性化合物としての水酸化テトラメチルアンモニウムを0.14重量%と、残部の純水とを混合して、実施例2の研磨用組成物を調製した。研磨用組成物のpHは10.7であった。

[0094] (研磨用組成物E)

砥粒としてのコロイダルシリカ（平均一次粒子径が51nm、平均二次粒子径が101nm）を1.08重量%と、水溶性高分子としてのポリビニルピロリドン（重量平均分子量45,000）を0.00022重量%と、塩としての炭酸カリウムを0.033重量%と、塩基性化合物としての水酸化テトラメチルアンモニウムを0.051重量%と、水酸化カリウム0.0039重量%ならびにヒドロキシエチルセルロース（重量平均分子量120000）を0.01重量%と、残部の純水とを混合して、実施例5の研磨用組成物を調製した。研磨用組成物のpHは10.5であった。

[0095] <研磨パッド>

研磨パッドとして、実施例1、2、3、比較例2においてはニッタ・ハース株式会社製 MH-S15Aを用い、比較例1、3、4、5においてはニッタ・ハース株式会社製 SUBA800を用いた。

[0096] <研磨対象物保持具>

研磨対象物保持具として、実施例1、2、3、比較例2においてはSUS304製加工キャリアを用い、比較例1、3、5においてはガラスエポキシ製加工キャリアを用い、比較例4においてはスピードファム製 DLC（ダイヤモンド・ライク・カーボン）コーティングキャリアを用いた。

[0097] <研磨用組成物の研磨パッドに対する後退接触角の測定>

各例に係る研磨用組成物の研磨パッドに対する後退接触角Cpを、以下の

手順に基づいて測定した。

(1 P) 新品の研磨パッドを協和界面科学株式会社製動的接触角測定装置 DM-501 上に設置する。

(2 P) 上記研磨パッドに研磨用組成物 30 μ L を滴下する。

(3 P) 研磨用組成物を滴下して 1° / 秒の速度で上記研磨パッドを傾けていき、10 秒後の後退接触角を測定する。

得られた結果を表 1 に示す。

[0098] <研磨用組成物の研磨対象物に対する後退接触角の測定>

各例に係る研磨用組成物の研磨対象物に対する後退接触角 C_w を、以下の手順に基づいて測定した。

(1 W) 予め鏡面化ならびに自然酸化膜を除去した研磨対象物 (300 mm シリコンウェーハ、伝導型 P 型、結晶方位 $\langle 100 \rangle$ 、抵抗率が 0.1 $\Omega \cdot \text{cm}$ 以上 100 $\Omega \cdot \text{cm}$ 未満) を協和界面科学株式会社製動的接触角測定装置 DM-501 上に設置する。

(2 W) 上記研磨対象物に研磨用組成物 30 μ L を滴下する。

(3 W) 研磨用組成物を滴下して 1° / 秒の速度で上記研磨対象物を傾けていき、10 秒後の後退接触角を測定する。

得られた結果を表 1 に示す。

[0099] <研磨用組成物の研磨対象物保持具に対する後退接触角の測定>

各例に係る研磨用組成物の研磨対象物保持具に対する後退接触角を C_c は、以下の手順に基づいて測定した。

(1 C) 新品の研磨対象物保持具を協和界面科学株式会社製動的接触角測定装置 DM-501 上に設置する。

(2 C) 上記研磨対象物保持具に研磨用組成物 30 μ L を滴下する。

(3 C) 研磨用組成物を滴下して 1° / 秒の速度で上記研磨対象物保持具を傾けていき、10 秒後の後退接触角を測定する。

得られた結果を表 1 に示す。

[0100] <研磨用組成物の研磨パッドに対する動的表面張力の測定>

各例に係る研磨用組成物の研磨パッドに対する動的表面張力 T_p を、以下の手順に基づいて測定した。

(1 p) 新品の研磨パッドを $25\text{ mm} \times 40\text{ mm}$ の大きさに切る。

(2 p) 上記研磨パッドを取り出し、研磨用組成物に 1 分間浸漬する。

(3 p) 上記研磨パッドを取り出し、イオン交換水を入れた容器に 1 秒間浸漬する。

(4 p) 上記研磨パッドを取り出し、エアーガンなどで過剰な水を飛ばしきるまで空気を吹き付ける。

(5 p) 上記研磨パッドを株式会社レスカ製動的濡れ性試験機 6200TN に設置する。

(6 p) 上記研磨パッドを動的濡れ性試験機にあらかじめ設置した研磨用組成物中に 0.2 mm/秒 の速度で 10 mm 浸漬し、2 秒間保持する。

(7 p) 上記研磨パッドを 0.2 mm/秒 の速度で引き上げる。

(8 p) 上記の試験による前進濡れ応力を測定する。

得られた結果を表 2 に示す。

[0101] <研磨用組成物の研磨対象物に対する動的表面張力の測定>

各例に係る研磨用組成物の研磨対象物に対する動的表面張力 T_w を、以下の手順に基づいて測定した。

(1 w) 新品の研磨対象物を $25\text{ mm} \times 40\text{ mm}$ の大きさに切る。

(2 w) 上記研磨対象物をアンモニア：過酸化水素：イオン交換水 = 1 : 1 : 30 (体積比) の薬液に 60 秒間浸漬する。

(3 w) 上記研磨対象物を取り出し、上記研磨対象物を 5% フッ化水素酸に 60 秒間浸漬する。

(4 w) 上記研磨対象物を取り出し、研磨用組成物に 1 分間浸漬する。

(5 w) 上記研磨対象物を取り出し、イオン交換水を入れた容器に 1 秒間浸漬する。

(6 w) 上記研磨対象物を取り出し、エアーガンなどで過剰な水を飛ばしきるまで空気を吹き付ける。

(7 w) 上記研磨対象物を株式会社レスカ製動的濡れ性試験機 6 2 0 0 T N に設置する。

(8 w) 上記研磨対象物を動的濡れ性試験機にあらかじめ設置した研磨用組成物中に 0. 2 mm/秒の速度で 1 0 mm 浸漬し、2 秒間保持する。

(9 w) 上記研磨対象物を 0. 2 mm/秒の速度で引き上げる。

(1 0 w) 上記の試験による前進濡れ応力を測定する。

得られた結果を表 2 に示す。

[0102] <研磨用組成物の研磨対象物保持具に対する動的表面張力の測定>

各例に係る研磨用組成物の研磨対象物保持具に対する動的表面張力 T_c は、以下の手順に基づいて測定した。

(1 c) 新品の研磨対象物保持具を 2 5 mm × 4 0 mm の大きさに切る。

(2 c) 上記研磨対象物保持具をアンモニア：過酸化水素：イオン交換水 = 1 : 1 : 3 0 (体積比) の薬液に 6 0 秒間浸漬する。

(3 c) 上記研磨対象物保持具を取り出し、上記研磨対象物を 5 % フッ化水素酸に 6 0 秒間浸漬する。

(4 c) 上記研磨対象物保持具を取り出し、研磨用組成物に 1 分間浸漬する。

(5 c) 上記研磨対象物保持具を取り出し、イオン交換水を入れた容器に 1 秒間浸漬する。

(6 c) 上記研磨対象物保持具を取り出し、エアガンなどで過剰な水を飛ばしきるまで空気を吹き付ける。

(7 c) 上記研磨対象物保持具を株式会社レスカ製動的濡れ性試験機 6 2 0 0 T N に設置する。

(8 c) 上記研磨対象物保持具を動的濡れ性試験機にあらかじめ設置した研磨用組成物中に 0. 2 mm/秒の速度で 1 0 mm 浸漬し、2 秒間保持する。

(9 c) 上記研磨対象物保持具を 0. 2 mm/秒の速度で引き上げる。

(1 0 c) 上記の試験による前進濡れ応力を測定する。

得られた結果を表 2 に示す。

[0103] <平坦度の評価>

各例に係る研磨用組成物をそのまま研磨液として使用して、シリコンウェーハに対して研磨試験を行い、以下の条件で研磨し、平坦度をSFQRの値で評価した。SFQRはシリコンウェーハ上の指定されたサイズ内の表面基準厚さ偏差を示し、数値が小さいほど平坦度が良好であることを示す指標である。研磨対象物は上述と同じもの（厚さは785 μ m）を用いた。結果を表1、表2に示す。

[研磨条件]

研磨装置：スピードファム株式会社製両面研磨機、型式「DSM20B-5P-4D」

研磨圧力：17.5 kPa

上定盤回転数：20回転／分（反時計回り）

下定盤回転数：20回転／分（時計回り）

研磨液の供給レート：4.5 L／分（100 Lの研磨液を循環使用）

研磨液の温度：25℃

研磨取り代：10 μ m

[評価条件]

評価装置：黒田精工株式会社製基板平坦度測定装置、型式「ナノメトロ300TT」

評価項目：サイトサイズ25mm×25mm（エッジ除外領域2mm）のSFQRのうち、ウェーハ外周部の32箇所のSFQRの平均値（以下、「SFQR」）

[0104] [表1]

	研磨用組成物	研磨パッド	研磨対象物保持具	研磨用組成物の動的表面張力[mN]			Tp、Tw、Tcの大小関係	SFQR [nm]
				Cp	Cw	Cc		
実施例1	A	MH-S15A	SUS304	68.3	58.0	48.5	Cp>Cw>Cc	32
実施例2	B	MH-S15A	SUS304	41.8	49.1	41.7	Cw>Cp>Cc	28
比較例1	C	SUBA800	ガラスエポキシ	74.8	40.1	46.8	Cp>Cc>Cw	48
比較例2	D	MH-S15A	SUS304	20.3	60.5	37.5	Cw>Cc>Cp	52

[0105]

[表2]

	研磨用組成物	研磨パッド	研磨対象物保持具	研磨用組成物の動的表面張力[mN]			Tp、Tw、Tcの大小関係	SFQR [nm]
				Tp	Tw	Tc		
実施例3	C	MH-S15A	SUS304	0.30	2.55	2.74	$T_c > T_w > T_p$	25
比較例3	C	SUBA800	ガラスエポキシ	3.88	2.55	1.87	$T_p > T_w > T_c$	43
比較例4	C	SUBA800	DLCコーティング	3.88	2.55	1.52	$T_p > T_w > T_c$	49
比較例5	E	SUBA800	ガラスエポキシ	3.96	2.90	1.95	$T_p > T_w > T_c$	33

[0106] 表1に示されるように、Ccが最も小さい研磨液を使用した実施例1および2は、Cc以外が最も小さい比較例1および2に比べて、基板の平坦度を示すSFQRの値が明らかに良好であった。

[0107] また表2に示されるように、Tcが最も大きい研磨液を使用した実施例3は、Tc以外が最も大きい比較例3、4、5に比べて、基板の平坦度を示すSFQRの値が明らかに良好であった。

[0108] 以上、本発明の具体例を詳細に説明したが、これらは例示にすぎず、特許請求の範囲を限定するものではない。特許請求の範囲に記載の技術には、以上に例示した具体例を様々に変形、変更したものが含まれる。

符号の説明

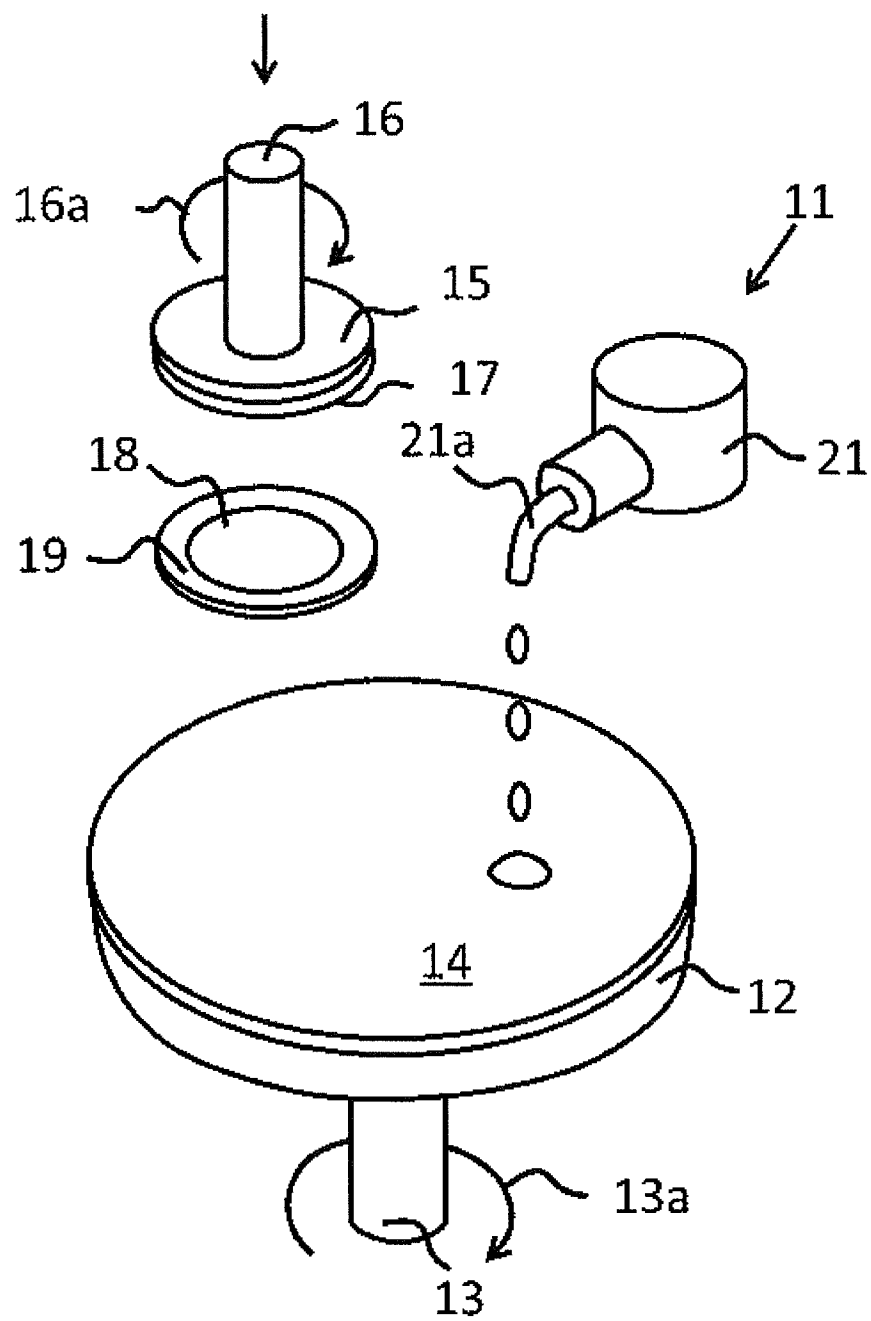
- [0109]
- 11 片面研磨装置、
 - 14 研磨パッド、
 - 12 回転定盤、
 - 13a 矢印、
 - 13 第1シャフト、
 - 15 研磨対象物ホルダ、
 - 16a 矢印、
 - 16 第2シャフト、
 - 17 セラミックプレート、
 - 18 研磨対象物保持孔、
 - 19 研磨対象物保持プレート、
 - 21 研磨用組成物供給機、
 - 21a ノズル、

- 2 2 両面研磨装置
- 2 3 下定盤、
- 2 4 上定盤、
- 2 5 加工キャリア、
- 2 6 研磨用組成物供給樋。

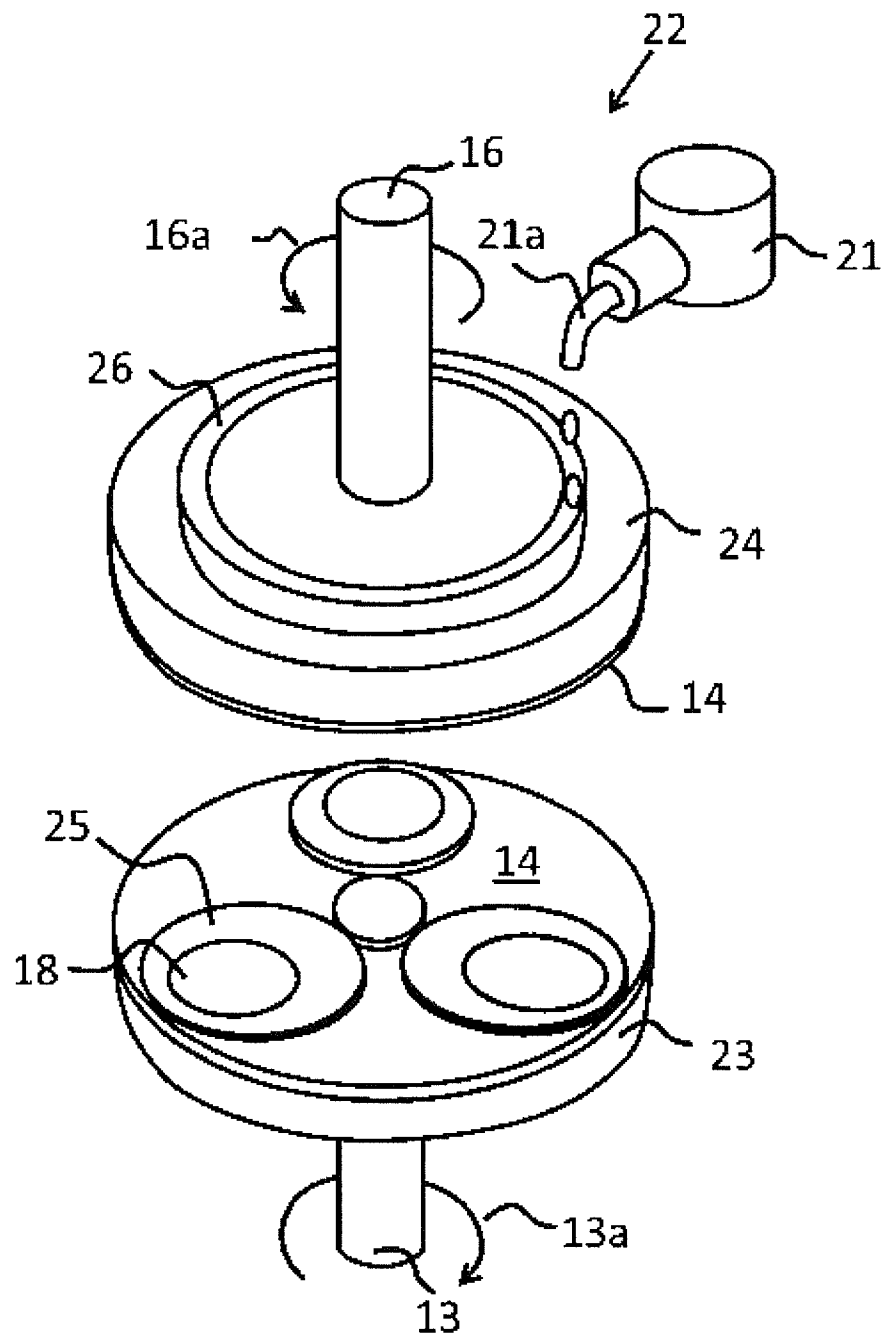
請求の範囲

- [請求項1] 研磨用組成物の、研磨パッドに対するなじみ性を W_p 、研磨対象物に対するなじみ性を W_w 、研磨対象物保持具に対するなじみ性を W_c としたとき、 W_c の値が最も大きいことを満たす研磨用組成物。
- [請求項2] 研磨用組成物の、研磨パッドに対する後退接触角を C_p 、研磨対象物に対する後退接触角を C_w 、研磨対象物保持具に対する後退接触角を C_c としたとき、 C_c の値が最も小さいことを満たす、請求項1に記載の研磨用組成物。
- [請求項3] 研磨用組成物の、研磨パッドに対する動的表面張力を T_p 、研磨対象物に対する動的表面張力を T_w 、研磨対象物保持具に対する動的表面張力を T_c としたとき、 T_c の値が最も大きいことを満たす、請求項1に記載の研磨用組成物。
- [請求項4] 水溶性高分子ならびに塩を含有する、請求項1から3のいずれか一項に記載の研磨用組成物。
- [請求項5] シリコンウェーハを研磨するために用いられる、請求項1から4のいずれか一項に記載の研磨用組成物。
- [請求項6] シリコンウェーハの両面研磨をするために用いられる、請求項1から5のいずれか一項に記載の研磨用組成物。

[図1]



[図2]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2016/063598

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C09K3/14(2006.01)i, B24B37/00(2012.01)i, H01L21/304(2006.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C09K3/14, B24B37/00, H01L21/304

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

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2016
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2016	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2016

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

CAplus/REGISTRY (STN), JSTPlus/JMEDPlus/JST7580/JSTChina(JDreamIII)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP 2008-53415 A (Fujimi Inc.), 06 March 2008 (06.03.2008), claims; examples & CN 101130668 A & DE 102007039910 A1 & GB 2443286 A & KR 10-2008-0018823 A & TW 200813207 A & US 2008/0051010 A1 & US 2009/0137123 A1 & US 2012/0138851 A1 & US 2013/0040461 A1 claims; examples	1-6
X	WO 2010/122985 A1 (Hitachi Chemical Co., Ltd.), 28 October 2010 (28.10.2010), claims; examples 23, 25 to 32, 35 to 36; comparative examples 37 to 38 & JP 5413456 B2 & KR 10-1277342 B1 & TW 201042019 A	1-6

☒ 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

"I" 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
26 July 2016 (26.07.16)Date of mailing of the international search report
09 August 2016 (09.08.16)Name and mailing address of the ISA/
Japan Patent Office
3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku,
Tokyo 100-8915, Japan

Authorized officer

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2016/063598

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	KR 10-2005-0050351 A (CHEIL INDUSTRIES INC.), 31 May 2005 (31.05.2005), claims; examples 1 to 2 (Family: none)	1-6
X	KR 10-2006-0019257 A (CHEIL INDUSTRIES INC.), 03 March 2006 (03.03.2006), claims; example 3 (Family: none)	1-6
X	JP 2001-3036 A (Fujimi Inc.), 09 January 2001 (09.01.2001), claims; examples & CN 1515641 A & CN 1516246 A & CN 1240223 A & DE 69925199 T2 & EP 967260 A1 & KR 10-2000-0006327 A & MY 124691 A & US 2001/0003672 A1 claims; examples	1-6
X	JP 2004-335664 A (Shin-Etsu Handotai Co., Ltd.), 25 November 2004 (25.11.2004), claims; paragraph [0025]; examples 1 to 3; comparative examples 1, 3 to 4 & TW 200424302 A	1-6

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2016/063598

Object to be covered by this search:

The invention in claim 1 pertains to a polishing composition specified by "affinity for a polishing pad, W_p ", "affinity for a work to be polished, W_w ", and "affinity for a work holder, W_c " which satisfy a feature wherein the value of W_c is the largest of these. However, there is no limitations at all on the components contained in the composition, the proportions thereof, etc.

The above-said opinion may be also applied to claims 2-6.

The above-mentioned affinities each vary depending on the components of the composition and the proportions thereof. To begin with, those are not governed only by the components of the composition and the proportions thereof, and are determined only when a polishing pad, a work to be polished, and a work holder are specified.

Actually, the description of this application shows that the same polishing composition C was involved in the present invention (example) and was not involved in the present invention (comparative example), depending on differences in polishing pad and work holder.

Consequently, the invention of this application cannot be clearly grasped and it is unclear what is involved in the invention of this application, the invention of this application lacks the requirement of clarity in PCT Article 6.

The compositions specified in claims 1-6 involve an extremely large number of compositions. However, the modes disclosed in the meaning of PCT Article 5 are limited to the specific compositions given as examples in the description which were each applied to a specific polishing pad, work to be polished, and work holder. Claims 1-6 are not fully supported in the meaning of PCT Article 6.

Consequently, this search has covered the following object taking the stated matters in the examples and comparative examples of this application into consideration.

a) A polishing composition comprising silica, tetramethylammonium hydroxide (or tetraethylammonium hydroxide), and polyvinylpyrrolidone (pyrrolidone-based polymer)

b) A polishing composition consisting only of silica, tetramethylammonium hydroxide (or tetraethylammonium hydroxide), and water

c) A polishing composition consisting only of silica, tetramethylammonium hydroxide (or tetraethylammonium hydroxide), an inorganic base such as an alkali carbonate, and water

The polishing compositions a) to c) mentioned above were deemed to be involved in the present invention.

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl. C09K3/14(2006.01)i, B24B37/00(2012.01)i, H01L21/304(2006.01)i

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl. 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	1971-2016年
日本国実用新案登録公報	1996-2016年
日本国登録実用新案公報	1994-2016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)

CAplus/REGISTRY (STN), JSTplus/JMEDplus/JST7580/JSTChina (JDreamIII)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
X	JP 2008-53415 A (株式会社フジミインコーポレーテッド) 2008.03.06, 特許請求の範囲, 実施例 & CN 101130668 A & DE 102007039910 A1 & GB 2443286 A & KR 10-2008-0018823 A & TW 200813207 A & US 2008/0051010 A1 & US 2009/0137123 A1 & US 2012/0138851 A1 & US 2013/0040461 A1, claims, examples	1-6

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矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

26.07.2016

国際調査報告の発送日

09.08.2016

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/J P)

郵便番号 100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

小久保 敦規

4 Z

4512

電話番号 03-3581-1101 内線 3480

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
X	WO 2010/122985 A1 (日立化成工業株式会社) 2010. 10. 28, 請求の範囲, 実施例 23, 25-32, 35-36, 比較例 37-38 & JP 5413456 B2 & KR 10-1277342 B1 & TW 201042019 A	1-6
X	KR 10-2005-0050351 A (CHEIL INDUSTRIES INC.) 2005. 05. 31, 特許請求の範囲, 実施例 1-2 (ファミリーなし)	1-6
X	KR 10-2006-0019257 A (CHEIL INDUSTRIES INC.) 2006. 03. 03, 特許請求の範囲, 実施例 3 (ファミリーなし)	1-6
X	JP 2001-3036 A (株式会社フジミインコーポレーテッド) 2001. 01. 09, 特許請求の範囲, 実施例 & CN 1515641 A & CN 1516246 A & CN 1240223 A & DE 69925199 T2 & EP 967260 A1 & KR 10-2000-0006327 A & MY 124691 A & US 2001/0003672 A1, claims, examples	1-6
X	JP 2004-335664 A (信越半導体株式会社) 2004. 11. 25, 特許請求の範囲, [0025], 実施例 1-3, 比較例 1, 3-4 & TW 200424302 A	1-6

＜調査の対象について＞

請求項 1 に係る発明は、研磨用組成物について、「研磨パッドに対するなじみ性：W_p」、「研磨対象物に対するなじみ性：W_w」、及び「研磨対象物保持具に対するなじみ性：W_c」について規定し、W_cの値が最も大きいことを満たす研磨用組成物の発明であるが、組成物に含まれる成分及びその量比などについては全く規定されていない。

請求項 2-6 についても同様である。

ここで、上記なじみ性は、組成物のみの成分及びその量比によって異なるものであるし、そもそも、組成物のみの成分及びその量比によって決まるものではなく、研磨パッド、研磨対象物、及び研磨対象物保持具が特定されて、初めて決まるものである。

実際、本願明細書において、同じ研磨用組成物 C を用いたとしても、研磨パッド及び研磨対象物保持具が異なると、本願発明に包含される場合（実施例）と、本願発明に包含されない場合（比較例）になることが記載されている。

よって、本願発明を明確に把握できないし、どのようなものが本願発明に包含されるかも不明であるから、PCT 第 6 条における明確性の要件を欠いている。

また、請求項 1-6 において規定する組成物には、非常に多数の組成物を包含するものであるが、PCT 第 5 条の意味において開示されているのは、明細書に実施例として記載された特定の組成物を、特定の研磨パッド、研磨対象物、及び研磨対象物保持具に適用したもののみであり、PCT 第 6 条の意味で十分に裏付けられていない。

以上のことより、本願実施例及び比較例の記載事項を参酌し、調査の対象は次のとおりとした。

- a) シリカ、水酸化テトラメチルアンモニウム（又は水酸化テトラエチルアンモニウム）及びポリビニルピロリドン（系重合体）を含む研磨用組成物
- b) シリカ、水酸化テトラメチルアンモニウム（又は水酸化テトラエチルアンモニウム）及び水のみを含む研磨用組成物
- c) シリカ、水酸化テトラメチルアンモニウム（又は水酸化テトラエチルアンモニウム）、アルカリ炭酸塩などの無機塩基、及び水のみを含む研磨用組成物

そして、上記 a)-c) において述べた研磨用組成物は、本願発明に包含されると判断した。