(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
2019年2月21日(21.02.2019)

WIPO | PCT

(10) 国際公開番号
WO 2019/035161 A1

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

(21) 国際出願番号： PCT/JP2017/029288

(22) 国際出願日： 2017年8月14日(14.08.2017)

(25) 国際出願の言語： 日本語

(26) 国際公開の言語： 日本語

(71) 出願人: 日立化成株式会社(**HITACHI CHEMICAL COMPANY, LTD.**) [JP/JP]; 〒1006606 東京都千代田区丸の内一丁目９番２号 Tokyo (JP).

(72) 発明者: 花野 真之 (**HANANO Masayuki**); 〒1006606 東京都千代田区丸の内一丁目９番２号 日立化成株式会社内 Tokyo (JP). 瀧澤 寿夫(**TAKIZAWA Toshio**); 〒1006606 東京都千代田区丸の内一丁目９番２号 日立化成株式会社内 Tokyo (JP).

(74) 代理人: 長谷川 芳樹, 外(**HASEGAWA Yoshiki** et al.); 〒1000005 東京都千代田区丸の内二丁目１番１号丸の内 ＭＹ ＰＬＡＺＡ（明治安田生命ビル） ９階 創英国際特許法律事務所 Tokyo (JP).

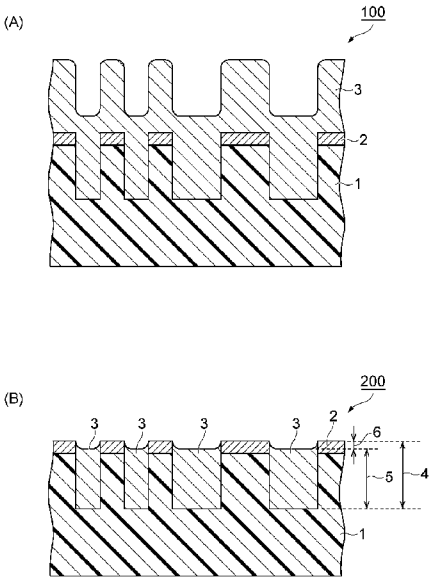
(81) 指定国(表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, 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,

WO 2019/035161 A1

(54) **Title:** POLISHING LIQUID, POLISHING LIQUID SET AND POLISHING METHOD

(54) 発明の名称： 研磨液、研磨液セット及び研磨方法

[図1]



(57) **Abstract:** According to the present invention, for a base including a substrate, a stopper provided on one surface of the substrate, and an insulation part provided on a surface, of the stopper, opposite to the substrate, a CMP polishing liquid is used to remove a portion of the insulation part, and expose the stopper. This polishing liquid includes: an abrasive grain containing cerium; a non-ionic water-soluble compound A; a polymer compound B having at least one selected from the group consisting of a carboxylic acid group and a carboxylate group; a basic pH adjuster optionally contained; and water, wherein the content of the basic pH adjuster is less than 1.3×10^{-2} mol/kg with respect to the total mass of the polishing liquid.

(57) 要約：基板と、基板の一方面上に設けられたストッパと、ストッパの基板とは反対側の面上に設けられた絶縁部と、を備える基体の、絶縁部の一部をＣＭＰによって除去し、ストッパを露出させるために用いられるＣＭＰ研磨液であって、セリウムを含む砥粒と、非イオン性の水溶性化合物Ａと、カルボン酸基及びカルボン酸塩基からなる群より選ばれる少なくとも一種を有する高分子化合物Ｂと、場合により含有される塩基性ｐＨ調整剤と、水と、を含有し、塩基性ｐＨ調整剤の含有量は、研磨液の全質量を基準として、１．３×１０$^{-2}$ｍｏｌ／ｋｇ未満である、研磨液。

［続葉有］

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:

一 国際調査報告(条約第21条(3))

明　細　書

発明の名称 ： 研磨液、研磨液セット及び研磨方法

技術分野

[0001] 本発明は、研磨液、研磨液セット及び研磨方法に関する。

背景技術

[0002] 近年、ＵＬＳＩ半導体素子の製造工程における半導体素子の高密度化及び微細化のための加工技術の研究開発が進められている。その加工技術の一つである、ＣＭＰ（ケミカル・メカニカル・ポリッシング：化学機械研磨）技術は、半導体素子の製造工程において、層間絶縁膜の平坦化工程、シャロートレンチ分離（シャロー・トレンチ・アイソレーション。以下「ＳＴＩ」という。）の形成工程、プラグの形成工程、埋め込み金属配線の形成工程（ダマシン工程）等を行う際に、必須の技術となってきている。ＣＭＰ技術を用いた平坦化工程（以下「ＣＭＰ工程」という。）は、一般に、研磨パッド（研磨布）と、基体上の被研磨部（例えば絶縁部）との間に研磨液を供給しながら、被研磨部を研磨することによって行われる。

[0003] ＣＭＰ用の研磨液（以下、「ＣＭＰ研磨液」という。）としては、種々のものが知られている。ＣＭＰ研磨液は、例えば、研磨液に含まれる砥粒（研磨粒子）の種類によって分類される。ＣＭＰ研磨液としては、砥粒として酸化セリウム（セリア）粒子を含むセリア系研磨液、砥粒として酸化珪素（シリカ）粒子を含むシリカ系研磨液、砥粒として酸化アルミニウム（アルミナ）粒子を含むアルミナ系研磨液、砥粒として有機樹脂粒子を含む樹脂粒子系研磨液等が知られている。

[0004] 半導体素子の製造工程において、酸化珪素、炭素含有酸化珪素等の絶縁材料を含む絶縁部を研磨するための研磨液としては、シリカ系研磨液と比較して、該絶縁材料に対する研磨速度が速い点で、セリア系研磨液が注目されている。

[0005] セリア系研磨液としては、高純度酸化セリウム砥粒を用いたＣＭＰ研磨液

が知られている（例えば下記特許文献１）。また、特許文献２には、セリア系研磨液の研磨速度を制御し、平坦性を向上させるために、少なくとも１つの親水基を有する分子量１００以上の有機化合物を添加する技術が開示されている。さらに、酸化セリウム粒子を含む研磨液において、不飽和二重結合を有するカルボン酸及びその塩の少なくとも一方を含む単量体を、還元性無機酸塩と酸素とをレドックス重合開始剤として重合してなる重合体を添加剤として用いることにより、配線パターンの密度差による影響の少ない均一な研磨を達成できることが知られている（例えば下記特許文献３）。

[0006] ＣＭＰ工程においては、ストッパ（例えば、単結晶シリコン膜、ポリシリコン膜、アモルファルスシリコン膜等）を用いて絶縁部を選択的に研磨することがある。例えば、一方面に凹凸パターンを有する基板と、該基板の凸部上に配置されたストッパ（ストッパ材料からなる研磨停止層）と、凹凸パターンの凹部を埋めるように、基板及びストッパの上に配置された絶縁材料からなる絶縁部（被研磨部）と、を有する積層体の研磨が行われる。

先行技術文献

特許文献

[0007] 特許文献1：特開平１０－１０６９９４号公報

特許文献2：特許第３２７８５３２号公報

特許文献3：国際公開第２００８／０３２７９４号

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0008] ところで、ストッパを用いて絶縁部を選択的に研磨する技術では、半導体素子の高密度化及び微細化のため、ストッパ材料の研磨速度を抑制しつつ、ストッパ材料の研磨速度に対する絶縁材料の研磨速度の比（絶縁材料の研磨速度／ストッパ材料の研磨速度。以下、単に「研磨速度比Ｒ」ともいう。）をより高めることが求められている。しかしながら、高い研磨速度比Ｒが得られる研磨液を用いた場合、ＣＭＰ工程後のストッパに傷、穴等の欠陥（凹

み欠陥）が発生することがある。上記のストッパはトランジスタのゲート電極等を構成する導電部としても用いられるため、凹み欠陥が発生した場合、半導体素子の信頼性に大きな影響を与える。このような理由から、ＣＭＰ研磨液には、ストッパが露出した段階で、ストッパを研磨せずに絶縁部の研磨を停止させるとともに、ストッパにおける上記のような欠陥の発生を抑制できることが要求される。

[0009] そこで、本発明は、ストッパ材料の研磨速度に対する絶縁材料の研磨速度の比に優れるとともに、ストッパの凹み欠陥の発生を抑制することができる、研磨液、該研磨液を得るための研磨液セット及び該研磨液を用いた研磨方法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

[0010] 本発明者らは、上記課題を解決すべく、ＣＭＰ研磨液について鋭意検討を重ねた。その結果、本発明者らは、セリウムを含む砥粒と、非イオン性の水溶性化合物Ａと、カルボン酸基及びカルボン酸塩基からなる群より選ばれる少なくとも一種を有する高分子化合物Ｂと、を含むＣＭＰ研磨液において、塩基性ｐＨ調整剤の含有量を所定量未満とすることで、優れた研磨速度比Ｒと、ストッパの凹み欠陥の発生の抑制と、を両立することができることを見出し、本発明を完成させた。

[0011] 本発明の一側面は、基板と、基板の一方面上に設けられたストッパと、ストッパの基板とは反対側の面上に設けられた絶縁部と、を備える基体の、絶縁部の一部をＣＭＰによって除去し、ストッパを露出させるために用いられる研磨液に関する。この研磨液は、セリウムを含む砥粒と、非イオン性の水溶性化合物Ａと、カルボン酸基及びカルボン酸塩基からなる群より選ばれる少なくとも一種を有する高分子化合物Ｂと、場合により含有される塩基性ｐＨ調整剤と、水と、を含有する。この研磨液において、塩基性ｐＨ調整剤の含有量は、研磨液の全質量を基準として、１．３×１０$^{-2}$ｍｏｌ／ｋｇ未満である。この研磨液によれば、研磨速度比Ｒに優れるとともに、ストッパの凹み欠陥の発生を抑制することができる。すなわち、上記研磨液によれば、

基板と、基板の一方面上に設けられたストッパ（例えば、ポリシリコン等のストッパ材料からなる研磨停止層）と、ストッパの基板とは反対側の面上に設けられた絶縁部（例えば、酸化珪素、炭素含有酸化珪素等の絶縁材料からなる絶縁膜。ＳＴＩ膜、ＢＰＳＧ膜（ボロン及びリンをドープした二酸化珪素膜）等の層間絶縁膜など。）と、を備える基体の、該絶縁部を研磨するＣＭＰ技術において、ストッパ材料に対する絶縁材料の研磨速度比を高めつつ、ストッパの凹み欠陥の発生を抑制することができる。

[0012] 一態様において、砥粒は酸化セリウムを含んでいてよい。

[0013] 一態様において、研磨液のｐＨは、６．０以下であってよく、５．０以上であってよい。

[0014] 一態様において、高分子化合物Ｂの含有量は、研磨液の全質量を基準として、０．３５質量％以下であってよく、０．０５質量％以上であってよい。

[0015] 一態様において、研磨液のｐＨをｘとし、研磨液の全質量を基準とした高分子化合物Ｂの含有量をｙとした場合、ｙ≧０．３３ｘ－１．７の関係を満たしていてよい。

[0016] 一態様において、水溶性化合物Ａの含有量は、研磨液の全質量を基準として、０．００５～０．３質量％であってよい。

[0017] 一態様において、塩基性ｐＨ調整剤の含有量は、研磨液の全質量を基準として、５．０×１０$^{-3}$ｍｏｌ／ｋｇ未満であってよい。

[0018] 一態様において、砥粒の含有量は、研磨液の全質量を基準として、０．２～５質量％であってよい。

[0019] 一態様において、研磨液は、有機酸及び有機酸塩からなる群より選ばれる少なくとも一種の有機酸成分を更に含有していてよい。

[0020] 一態様において、ストッパは、ポリシリコン、アモルファスシリコン及び単結晶シリコンからなる群より選ばれる少なくとも一種のストッパ材料を含んでいてよい。

[0021] 一態様において、上記研磨液は、砥粒及び水を含む第１の液と、水溶性化合物Ａ、高分子化合物Ｂ及び水を含む第２の液と、から構成される２液式研

磨液として保存されてもよい。この態様において、塩基性ｐＨ調整剤は第１の液及び第２の液の少なくとも一方に含まれていてよい。

[0022] 本発明の他の側面は、上記研磨液の構成成分が第１の液と第２の液とに分けて保存され、第１の液が砥粒及び水を含み、第２の液が水溶性化合物Ａ、高分子化合物Ｂ及び水を含む、研磨液セットに関する。

[0023] 本発明の他の側面は、上記の研磨液、又は、上記研磨液セットにおける第１の液と第２の液とを混合して得られる研磨液を用いて、基体の絶縁部の一部をＣＭＰによって除去し、ストッパを露出させる工程を備える、研磨方法に関する。この研磨方法によれば、ストッパの凹み欠陥の発生を抑制することができる。また、この研磨方法では、優れた研磨速度比Ｒが得られる傾向がある。

発明の効果

[0024] 本発明によれば、ストッパ材料の研磨速度に対する絶縁材料の研磨速度の比に優れるとともに、ストッパの凹み欠陥の発生を抑制することができる、研磨液、該研磨液を得るための研磨液セット及び該研磨液を用いた研磨方法を提供することができる。本発明によれば、半導体素子の製造技術である基体表面の平坦化工程（例えば、ＢＰＳＧ膜等の層間絶縁膜の平坦化工程、ＳＴＩの形成工程）への研磨液の使用を提供することができる。

図面の簡単な説明

[0025] [図1]図１は、本発明の一実施形態の研磨方法を示す模式断面図である。

[図2]図２は、実施例の凹み欠陥評価における研磨後の表面の観測画像である。

[図3]図３は、比較例の凹み欠陥評価における研磨後の表面の観測画像である。

[図4]図４は、実施例及び比較例の研磨液におけるｐＨ及び高分子化合物Ｂの含有量の関係を示すグラフである。

発明を実施するための形態

[0026] 以下、本発明の一実施形態について詳細に説明する。

[0027] ＜研磨液＞

一実施形態の研磨液は、基板と、基板の一方面上に設けられたストッパと、ストッパの基板とは反対側の面上に設けられた絶縁部と、を備える基体の、絶縁部の一部をＣＭＰによって除去し、ストッパを露出させるために用いられる研磨液（ＣＭＰ研磨液）であり、セリウムを含む砥粒と、非イオン性の水溶性化合物Ａと、カルボン酸基及びカルボン酸塩基からなる群より選ばれる少なくとも一種を有する高分子化合物Ｂと、場合により含有される塩基性ｐＨ調整剤と、水と、を含有する。本実施形態の研磨液において、塩基性ｐＨ調整剤の含有量は、研磨液の全質量を基準として、１．３×１０$^{-2}$ｍｏｌ／ｋｇ未満である。

[0028] 本実施形態の研磨液によれば、優れた研磨速度比Ｒ（絶縁材料の研磨速度／ストッパ材料の研磨速度）と、ストッパの凹み欠陥の発生の抑制と、を両立することができる。

[0029] ところで、半導体素子の高密度化及び微細化のため、高い研磨速度比Ｒが得られる研磨液を用いた場合、絶縁部が過剰に研磨されることにより、ディッシングと呼ばれる絶縁部の削れ込みが発生することがある。一方、本発明者らの検討の結果、本実施形態の研磨液において、研磨液のｐＨ（ｘ）と、研磨液の全質量を基準とした高分子化合物Ｂの含有量（ｙ）とが、ｙ≧０．３３ｘ－０．１３３の関係を満たす場合に、ディッシング量（凹み量）、配線密度依存性等を低減し、表面平坦性（研磨後の表面の平坦性）を向上させやすくなることが明らかとなった。

[0030] すなわち、本実施形態では、優れた研磨速度比Ｒ（絶縁材料の研磨速度／ストッパ材料の研磨速度）と、ストッパの凹み欠陥の発生の抑制とを両立しつつ、ディッシング量、配線密度依存性等を低減し、表面平坦性を向上させる観点から、ｙ≧０．３３ｘ－１．７の関係を満たすことが好ましい。上記効果が顕著となる観点から、研磨液のｐＨ（ｘ）は、好ましくは４．０～６．０であり、より好ましくは４．５～６．０であり、更に好ましくは４．７～６．０であり、特に好ましくは５．０～６．０であり、極めて好ましくは

５．０～５．８であり、より一層好ましくは５．０～５．７であり、非常に好ましくは５．０～５．６である。上記効果が顕著となる観点から、高分子化合物Ｂの含有量（ｙ）は、好ましくは０．００１～２質量％であり、より好ましくは０．０１～１質量％であり、更に好ましくは０．０５～０．５質量％であり、特に好ましくは０．０５～０．３５質量％であり、極めて好ましくは０．０５～０．２５質量％であり、より一層好ましくは０．１～０．２５質量％である。

[0031] 以下に、本実施形態の研磨液の構成成分について詳述する。

[0032] （砥粒）

砥粒は、絶縁材料（例えば、酸化珪素、炭素含有酸化珪素等）に対する研磨作用が得られる観点から、セリウムを含む。なお、本明細書において「砥粒」（ａｂｒａｓｉｖｅ　ｇｒａｉｎ）とは、研磨液に含まれる粒子又はその集合を意味し、「研磨粒子」（ａｂｒａｓｉｖｅ　ｐａｒｔｉｃｌｅ）ともいわれる。砥粒は、一般的には固体粒子である。砥粒を用いた研磨では、砥粒が有する機械的作用、及び、砥粒（主に砥粒の表面）の化学的作用によって、除去対象物が除去（ｒｅｍｏｖｅ）されると考えられるが、砥粒による研磨機構はこれに限定されない。

[0033] セリウムを含む砥粒の構成成分としては、酸化セリウム（セリア）、セリウム水酸化物、硝酸アンモニウムセリウム、酢酸セリウム、硫酸セリウム水和物、臭素酸セリウム、臭化セリウム、塩化セリウム、シュウ酸セリウム、硝酸セリウム、炭酸セリウム、セリウム変性物等が挙げられる。換言すれば、本実施形態の研磨液は、セリウムを含む砥粒として、上述した成分（酸化セリウム、セリウム水酸化物等）を含む粒子を含んでいてよい。セリウム変性物を含む粒子としては、酸化セリウム、セリウム水酸化物等を含む粒子の表面をアルキル基で変性したもの、セリウムを含む粒子の表面にその他の粒子を付着させた複合粒子などが挙げられる。砥粒は、絶縁材料の研磨速度が安定し、ディッシング量を低減しやすくなる等の効果が得られる観点から、好ましくは、酸化セリウム及びセリウム水酸化物からなる群より選ばれる少

なくとも一種を含み、より好ましくは、酸化セリウムを含む。

[0034] 酸化セリウムを含む粒子（以下、「酸化セリウム粒子」という。）としては、特に制限はなく、公知のものを使用できる。好ましい酸化セリウム粒子は、炭酸塩、硝酸塩、硫酸塩、シュウ酸塩等のセリウム塩を酸化して得られる粒子である。酸化の方法としては、セリウム塩を６００～９００℃程度で焼成する焼成法、過酸化水素等の酸化剤を用いてセリウム塩を酸化する化学的酸化法などが挙げられる。酸化セリウム粒子の作製法としては、絶縁材料の高い研磨速度が得られやすい観点からは、焼成法が好ましく、研磨後の表面に研磨傷が発生し難い観点からは、化学的酸化法が好ましい。

[0035] 酸化セリウム粒子を使用する場合、酸化セリウム粒子の結晶子径（結晶子の直径）が大きく、且つ、結晶歪みが少ないほど（すなわち、結晶性が良いほど）、高速研磨が可能であるが、被研磨面（例えばストッパ及び絶縁部）に研磨傷が入りやすくなる。このような観点から、好ましい酸化セリウム粒子としては、２個以上の結晶子から構成され、結晶粒界を有する粒子等が挙げられる。中でも、結晶子径が５～３００ｎｍである粒子がより好ましい。また、別の好ましい酸化セリウム粒子としては、結晶子径が５～３００ｎｍであるコロイダルセリア粒子（例えばＲｈｏｄｉａ社製コロイダルセリア）が挙げられる。

[0036] 砥粒の平均粒径は、絶縁材料に対する更に良好な研磨速度が得られる観点から、好ましくは１０ｎｍ以上であり、より好ましくは２０ｎｍ以上であり、更に好ましくは５０ｎｍ以上である。砥粒の平均粒径は、被研磨面（例えばストッパ及び絶縁部）に傷がつきにくく、凹み欠陥の発生を抑制しやすい観点から、好ましくは５００ｎｍ以下であり、より好ましくは４００ｎｍ以下であり、更に好ましくは３００ｎｍ以下である。これらの観点から、砥粒の平均粒径は、好ましくは１０～５００ｎｍであり、より好ましくは２０～４００ｎｍであり、更に好ましくは５０～３００ｎｍである。

[0037] ここで、砥粒の平均粒径は、レーザ回折式粒度分布計Ｍａｓｔｅｒｓｉｚｅｒ　Ｍｉｃｒｏｐｌｕｓ（Ｍａｌｖｅｒｎ社製、商品名（「Ｍａｓｔｅｒ

ｓｉｚｅｒ」は登録商標））を用いて屈折率：１．９３、吸収：０として測定される測定サンプルのＤ５０（体積分布のメジアン径、累積中央値）の値を意味する。平均粒径の測定には、適切な含有量（例えば、Ｈｅ－Ｎｅレーザに対する測定時透過率（Ｈ）が６０～７０％となる含有量）のサンプルを用いる。また、砥粒を含む研磨液が、砥粒を水に分散させたセリウムスラリーと、添加液とに分けて保存されている場合は、セリウムスラリーを適切な含有量に希釈して測定することができる。

[0038] 砥粒は、セリウム以外の成分を含有してもよい。セリウム以外の成分としては、例えば、シリカ、アルミナ、ジルコニア、酸化マンガン、酸化マグネシウム、チタニア、ゲルマニア、樹脂、ダイヤモンド、炭化珪素、立方晶窒化ホウ素及びこれらの変性物からなる群より選ばれる少なくとも一種が挙げられる。換言すれば、本実施形態の研磨液は、砥粒として、上記成分（例えばシリカ、アルミナ等）を含む粒子を含んでいてよい。アルミナを含む粒子としては、コロイダルアルミナを用いることもできる。上記変性物を含む粒子としては、シリカ、アルミナ、ジルコニア、チタニア、ゲルマニア、酸化マンガン、酸化マグネシウム等を含む粒子の表面をアルキル基で変性したもの、一の粒子の表面に他の粒子を付着させた複合粒子などが挙げられる。砥粒は、一種類を単独で又は二種類以上を組み合わせて使用できる。

[0039] 砥粒は、どのような製造方法によって得られたものであってもよい。例えば、酸化物の製造方法としては、焼成等を用いる固相法；沈殿法、ゾルゲル法、水熱合成法等の液相法；スパッタ法、レーザ法、熱プラズマ法等の気相法などを用いることができる。

[0040] 砥粒が凝集している場合は、凝集した砥粒を機械的に粉砕してもよい。粉砕方法としては、例えば、ジェットミル等による乾式粉砕方法、及び、遊星ビーズミル等による湿式粉砕方法が好ましい。ジェットミルには、例えば、「化学工学論文集」、第６巻、第５号、（１９８０）、５２７～５３２頁に説明されている方法を適用することができる。

[0041] 砥粒を研磨液に適用する場合、好ましくは、主な分散媒である水中に砥粒

を分散させて研磨液を得る。分散方法としては、例えば、通常の攪拌機による分散処理のほか、ホモジナイザ、超音波分散機、湿式ボールミル等を用いた方法が挙げられる。分散方法及び粒径制御方法については、例えば、「分散技術大全集」［株式会社情報機構、２００５年７月］第三章「各種分散機の最新開発動向と選定基準」に記述されている方法を用いることができる。また、砥粒を含有する分散液の電気伝導度を下げる（例えば５００ｍＳ／ｍ以下）ことによっても砥粒の分散性を高めることができる。分散液の電気伝導度を下げる方法としては、砥粒と分散媒とを分けるために遠心分離等で固液分離を行い、上澄み液（分散媒）を捨て、電気伝導度の低い分散媒を加え再分散させる方法；限外ろ過、イオン交換樹脂等を用いた方法などが挙げられる。

[0042] 上記の方法により分散された砥粒は、更に微粒子化されてもよい。微粒子化の方法としては、例えば、沈降分級法（砥粒を遠心分離機で遠心分離した後、強制沈降させ、上澄み液のみを取り出す方法）が挙げられる。その他、分散媒中の砥粒同士を高圧で衝突させる高圧ホモジナイザを用いてもよい。

[0043] 砥粒におけるセリウムの含有量は、絶縁材料の研磨速度の向上効果が得られやすい観点から、砥粒の全質量を基準として、好ましくは５０質量％以上であり、より好ましくは６０質量％以下であり、更に好ましくは７０質量％以下であり、特に好ましくは８０質量％以下であり、極めて好ましくは９０質量％以上である。砥粒におけるセリウムの含有量は、砥粒の全質量を基準として、１００質量％であってもよい。上記含有量は、砥粒全体におけるセリウムの含有量であるが、砥粒一粒子におけるセリウムの含有量が上記範囲であってもよい。

[0044] セリウムを含む砥粒（例えば酸化セリウム粒子）の含有量は、砥粒の凝集を抑制し、凹み欠陥の発生を抑制しやすくなる、ディッシングの発生を抑制しやすくなる等の効果が得られる観点から、研磨液の全質量を基準として、好ましくは２０質量％以下であり、より好ましくは１０質量％以下であり、更に好ましくは５質量％以下であり、特に好ましくは３質量％以下であり、

極めて好ましくは１質量％以下である。セリウムを含む砥粒（例えば酸化セリウム粒子）の含有量は、絶縁材料の研磨速度の向上効果が得られやすい観点から、研磨液の全質量を基準として、好ましくは０．０１質量％以上であり、より好ましくは０．１質量％以上であり、更に好ましくは０．２質量％以上である。これらの観点から、砥粒（例えば酸化セリウム粒子）の含有量は、研磨液の全質量を基準として、好ましくは０．０１～２０質量％であり、より好ましくは０．１～１０質量％であり、更に好ましくは０．２～５質量％であり、特に好ましくは０．２～３質量％であり、極めて好ましくは０．２～１質量％である。

[0045] 砥粒の含有量は、砥粒の凝集を抑制し、凹み欠陥の発生を抑制しやすい観点から、研磨液の全質量を基準として、好ましくは２０質量％以下であり、より好ましくは１０質量％以下であり、更に好ましくは５質量％以下であり、特に好ましくは３質量％以下であり、極めて好ましくは１質量％以下である。砥粒の含有量は、絶縁材料の研磨速度の向上効果が得られやすい観点から、研磨液の全質量を基準として、好ましくは０．０１質量％以上であり、より好ましくは０．１質量％以上であり、更に好ましくは０．２質量％以上である。これらの観点から、砥粒の含有量は、研磨液の全質量を基準として、好ましくは０．０１～２０質量％であり、より好ましくは０．１～１０質量％であり、更に好ましくは０．２～５質量％であり、特に好ましくは０．２～３質量％であり、極めて好ましくは０．２～１質量％である。

[0046] （水溶性化合物Ａ）

水溶性化合物Ａは、非イオン性の水溶性化合物である。水溶性化合物Ａは、ストッパの研磨を抑制すること等に寄与する。これは、非イオン性の水溶性化合物が、絶縁材料（例えば酸化珪素、炭素含有酸化珪素等）よりもストッパ材料（例えばポリシリコン）に対する親和性を有しており、絶縁部の表面よりもストッパの表面に付着しやすいためであると推察される。すなわち、ＣＭＰ工程において絶縁部の研磨が進行しストッパが露出した際に、水溶性化合物Ａがストッパの表面に付着することでストッパの研磨を抑制してい

ると推察される。なお、本明細書中、「水溶性化合物」とは、２５℃において水１００ｇに対して０．１ｇ以上溶解する化合物として定義する。

[0047] 水溶性化合物Ａとしては、ストッパ材料（例えばポリシリコン）の研磨抑制剤として用いられる水溶性化合物を広く用いることができる。水溶性化合物Ａとしては、（ポリ）オキシアルキレン鎖を有する化合物（例えば、ポリアルキレングリコール、ポリオキシアルキレン誘導体及びアセチレン系ジオールの（ポリ）オキシエチレン付加体）；アセチレン系ジオール（例えば、２，４，７，９－テトラメチル－５－デシン－４，７－ジオール）；ポリグリセリン；ビニルアルコール重合体（但し、（ポリ）オキシアルキレン鎖を有する化合物に該当する化合物を除く。）；アクリルアミド、メタアクリルアミド及びそのα－置換体からなる群より選択されるいずれかの化合物の、Ｎ－モノ置換体又はＮ，Ｎ－ジ置換体骨格を有する水溶性高分子化合物（例えば、Ｎ－モノ置換体及びＮ，Ｎ－ジ置換体の少なくとも一方を単量体とする重合体）等が好ましく用いられる。これらは、１種を単独で、又は、２種以上を組み合わせて用いることができる。

[0048] ポリアルキレングリコールとしては、ポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコール等が挙げられる。

[0049] ポリオキシアルキレン誘導体としては、ポリアルキレングリコールに置換基を導入した化合物、有機化合物にポリアルキレンオキシドを付加した化合物等が挙げられる。置換基としては、アルキルエーテル、アルキルフェニルエーテル、フェニルエーテル、スチレン化フェニルエーテル、アルキルアミン、脂肪酸エステル、グリコールエステル、ポリグリセリルエーテル、ジグリセリルエーテル、糖エーテル、糖エステル等が挙げられる。

[0050] ポリオキシアルキレン誘導体としては、例えば、ポリオキシエチレンスチレン化フェニルエーテル（例えば、第一工業製薬株式会社製、ノイゲン（登録商標）ＥＡシリーズ）；ポリオキシエチレンアルキルエーテル（例えば、花王株式会社製、エマルゲン（登録商標）シリーズ）；ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル（例えば、第一工業製薬株式会社製、エマルジッ

ト（登録商標）シリーズ）；ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル（例えば、第一工業製薬株式会社製、ソルゲン（登録商標）ＴＷシリーズ）；ポリエチレングリコールモノラウレート、ポリエチレングリコールモノステアレート、ポリエチレングリコールジステアレート、ポリエチレングリコールモノオレエート、ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油等のポリオキシエチレン脂肪酸エステル（例えば、花王株式会社製、エマノーン（登録商標）シリーズ）；ポリオキシエチレンアルキルアミン（例えば、第一工業製薬株式会社製、アミラヂン（登録商標）Ｄ）；ポリオキシプロピレンソルビトール（例えば、日油株式会社製、ユニオール（登録商標）ＨＳ－１６００Ｄ）；ポリオキシエチレンジグリセリルエーテル（例えば、阪本薬品工業株式会社製、ＳＣ－Ｅシリーズ）、ポリオキシプロピレンジグリセリルエーテル（例えば、阪本薬品工業株式会社製、ＳＹ－ＤＰシリーズ）等のポリオキシアルキレンジグリセリルエーテル；ポリオキシエチレンポリグリセリルエーテル、ポリオキシプロピレンポリグリセリルエーテル等のポリオキシアルキレンポリグリセリルエーテル；ポリアルキレンオキシドを付加した化合物（例えば、エアープロダクツジャパン社製、サーフィノール（登録商標）４６５；日本乳化剤株式会社製、ＴＭＰシリーズ）などが好ましく用いられる。

[0051] アセチレン系ジオールの（ポリ）オキシエチレン付加体としては、２，４，７，９－テトラメチル－５－デシン－４，７－ジオール－ジポリオキシエチレンエーテル、２，４，７，９－テトラメチル－５－デシン－４，７－ジオール－モノポリオキシエチレンエーテル等の化合物が例示される。水溶性と表面張力低下の両方の観点から、特に２，４，７，９－テトラメチル－５－デシン－４，７－ジオール－ジポリオキシエチレンエーテルが好ましい。

[0052] ビニルアルコールは単体では安定な化合物として存在し得ない傾向があるため、ビニルアルコール重合体は、一般に、酢酸ビニルモノマー等のカルボン酸ビニルモノマーを重合してポリカルボン酸ビニルを得た後、これをケン化（加水分解）して得られる。そのため、例えば、原料として酢酸ビニルモノマーを使用して得られたビニルアルコール重合体は、ＯＣＯＣＨ$_3$基と、加

水分解された水酸基（ＯＨ基）とを分子中に有しており、加水分解により生じた水酸基の割合がケン化度として定義される。つまり、ケン化度が１００％ではないビニルアルコール重合体は、実質的にカルボン酸ビニルモノマーとビニルアルコールとの共重合体のような構造を有している。また、ビニルアルコール重合体は、酢酸ビニルモノマー等のカルボン酸ビニルモノマーと、その他のビニル基含有モノマー（例えばエチレン、プロピレン、スチレン、塩化ビニル等）とを共重合させた後、カルボン酸ビニルモノマーに由来する部分の全部又は一部をケン化したものであってもよい。このようなビニルアルコール重合体としては、具体的には、株式会社クラレ製ＰＶＡ－４０３、日本酢ビ・ポバール株式会社製ＪＣ－２５等が挙げられる。本明細書では、これらを総称して「ビニルアルコール重合体」と定義する。

[0053] ビニルアルコール重合体は、ビニルアルコールの単独重合体（すなわちケン化度１００％の重合体）の誘導体、ビニルアルコールモノマーと他のビニル基含有モノマー（例えばエチレン、プロピレン、スチレン、塩化ビニル、酢酸ビニル等）との共重合体の誘導体等であってもよい。このような誘導体としては、水酸基の少なくとも一部がアミノ基、カルボキシル基、エステル基等で置換された化合物、水酸基の少なくとも一部が変性された化合物等が挙げられる。具体的には、反応型ポリビニルアルコール（例えば、日本合成化学工業株式会社製、ゴーセファイマー（登録商標）Ｚ）、カチオン化ポリビニルアルコール（例えば、日本合成化学工業株式会社製、ゴーセファイマー（登録商標）Ｋ）、アニオン化ポリビニルアルコール（例えば、日本合成化学工業株式会社製、ゴーセラン（登録商標）Ｌ、ゴーセナール（登録商標）Ｔ）、親水基変性ポリビニルアルコール（例えば、日本合成化学工業株式会社製、エコマティ（登録商標））等が挙げられる。

[0054] Ｎ－モノ置換体又はＮ，Ｎ－ジ置換体骨格を有する水溶性高分子化合物とは、Ｎ－モノ置換体又はＮ，Ｎ－ジ置換体に由来する構造単位を基本骨格に有する水溶性高分子化合物である。Ｎ－モノ置換体又はＮ，Ｎ－ジ置換体としては、Ｎ－メチルアクリルアミド、Ｎ－エチルアクリルアミド、Ｎ－プロ

ピルアクリルアミド、Ｎ－イソプロピルアクリルアミド、Ｎ－ブチルアクリルアミド、Ｎ－イソブチルアクリルアミド、Ｎ－ターシャリブチルアクリルアミド、Ｎ－ヘプチルアクリルアミド、Ｎ－オクチルアクリルアミド、Ｎ－ターシャリオクチルアクリルアミド、Ｎ－ドデシルアクリルアミド、Ｎ－オクタデシルアクリルアミド、Ｎ－メチロールアクリルアミド、Ｎ－アセチルアクリルアミド、Ｎ－ジアセトンアクリルアミド、Ｎ－メチルメタクリルアミド、Ｎ－エチルメタクリルアミド、Ｎ－プロピルメタクリルアミド、Ｎ－イソプロピルメタクリルアミド、Ｎ－ブチルメタクリルアミド、Ｎ－イソブチルメタクリルアミド、Ｎ－ターシャリブチルメタクリルアミド、Ｎ－ヘプチルメタクリルアミド、Ｎ－オクチルメタクリルアミド、Ｎ－ターシャリオクチルメタクリルアミド、Ｎ－ドデシルメタクリルアミド、Ｎ－オクタデシルメタクリルアミド、Ｎ－メチロールメタクリルアミド、Ｎ－アセチルメタクリルアミド、Ｎ－ジアセトンメタクリルアミド等のＮ－モノ置換体；Ｎ，Ｎ－ジメチルアクリルアミド、Ｎ，Ｎ－ジエチルアクリルアミド、Ｎ，Ｎ－ジプロピルアクリルアミド、Ｎ，Ｎ－ジイソプロピルアクリルアミド、Ｎ，Ｎ－ジブチルアクリルアミド、Ｎ，Ｎ－ジイソブチルアクリルアミド、Ｎ，Ｎ－ジターシャリブチルアクリルアミド、Ｎ，Ｎ－ジヘプチルアクリルアミド、Ｎ，Ｎ－ジオクチルアクリルアミド、Ｎ，Ｎ－ジターシャリオクチルアクリルアミド、Ｎ，Ｎ－ジドデシルアクリルアミド、Ｎ，Ｎ－ジオクタデシルアクリルアミド、Ｎ，Ｎ－ジメチロールアクリルアミド、Ｎ，Ｎ－ジアセチルアクリルアミド、Ｎ，Ｎ－ジアセトンアクリルアミド、Ｎ，Ｎ－ジメチルメタクリルアミド、Ｎ，Ｎ－ジエチルメタクリルアミド、Ｎ，Ｎ－ジプロピルメタクリルアミド、Ｎ，Ｎ－ジイソプロピルメタクリルアミド、Ｎ，Ｎ－ジブチルメタクリルアミド、Ｎ，Ｎ－ジイソブチルメタクリルアミド、Ｎ，Ｎ－ジターシャリブチルメタクリルアミド、Ｎ，Ｎ－ジヘプチルメタクリルアミド、Ｎ，Ｎ－ジオクチルメタクリルアミド、Ｎ，Ｎ－ジターシャリオクチルメタクリルアミド、Ｎ，Ｎ－ジドデシルメタクリルアミド、Ｎ，Ｎ－ジオクタデシルメタクリルアミド、Ｎ，Ｎ－ジメチロールメタクリルアミド

、Ｎ，Ｎ－ジアセチルメタクリルアミド、Ｎ，Ｎ－ジアセトンメタクリルアミド、アクリロイルピペリジン、アクリロイルモルホリン、アクリロイルチオモルホリン、アクリロイルピロリジン等のＮ，Ｎ－ジ置換体などが挙げられる。

[0055] 水溶性化合物Ａとしては、２－ヒドロキシエチルメタクリレート、アルキルアルカノールアミド等を用いてもよい。

[0056] 水溶性化合物Ａの重量平均分子量は、好ましくは２００以上であり、より好ましくは５００以上であり、更に好ましくは１０００以上であり、特に好ましくは２０００以上である。水溶性化合物Ａの重量平均分子量が大きいほど、ストッパの研磨を抑制する効果が高くなる傾向がある。また、水溶性化合物Ａの重量平均分子量は、好ましくは３００万以下であり、より好ましくは１００万以下であり、更に好ましくは５万以下であり、特に好ましくは２万以下であり、極めて好ましくは１万以下である。水溶性化合物Ａの重量平均分子量が大きくなりすぎると研磨剤の粘度が高まり、砥粒の沈殿など不具合が発生する場合があるが、上記範囲であると、このような不具合が起こり難い。これらの観点から、水溶性化合物Ａの重量平均分子量は、好ましくは２００～３００万であり、より好ましくは５００～３００万であり、更に好ましくは１０００～１００万であり、特に好ましくは２０００～５万であり、極めて好ましくは２０００～２万であり、より一層好ましくは２０００～１万である。

[0057] 重量平均分子量は、下記の方法により測定し、「Ｍｗ」として得られる値を読み取ることで測定できる。

｛測定方法｝

使用機器（検出器）：株式会社日立製作所製、「Ｌ－３３００型」液体クロマトグラフ用示差屈折率計

ポンプ：株式会社日立製作所製、液体クロマトグラフ用「Ｌ－７１００」

デガス装置：なし

データ処理：株式会社日立製作所製、ＧＰＣインテグレーター「Ｄ－２５

２０」

カラム：昭和電工株式会社製、「Ｓｈｏｄｅｘ　Ａｓａｈｉｐａｋ　ＧＦ－７１０ＨＱ」、内径７．６ｍｍ×３００ｍｍ

溶離液：５０ｍＭ－Na_2HPO_4水溶液／アセトニトリル＝９０／１０（ｖ／ｖ）

測定温度：２５℃

流量：０．６ｍＬ／分（Ｌはリットルを表す。以下同じ）

測定時間：３０分

試料：樹脂分濃度２質量％になるように溶離液と同じ組成の溶液で濃度を調整し、０．４５μｍのポリテトラフルオロエチレンフィルターでろ過して調製した試料

注入量：０．４μＬ

標準物質：Ｐｏｌｙｍｅｒ　Ｌａｂｏｒａｔｏｒｉｅｓ製、狭分子量ポリアクリル酸ナトリウム

[0058] 水溶性化合物Ａの含有量は、研磨液の全質量を基準として、好ましくは０．００５質量％以上であり、より好ましくは０．０１質量％以上であり、更に好ましくは０．０５質量％以上である。水溶性化合物Ａの含有量が０．００５質量％以上であると、ストッパ材料（特にポリシリコン）に対する研磨抑制効果が得られやすい。また、水溶性化合物Ａの含有量は、研磨液の全質量を基準として、好ましくは２質量％以下であり、より好ましくは１質量％以下であり、更に好ましくは０．３質量％以下である。水溶性化合物Ａの含有量が２質量％以下であると、絶縁材料（特に酸化珪素）の研磨速度が充分となりやすく、また、研磨液のゲル化による流動性の低下が起こり難い。これらの観点から、水溶性化合物Ａの含有量は、研磨液の全質量を基準として、好ましくは０．００５～２質量％であり、より好ましくは０．００５～１質量％であり、更に好ましくは０．００５～０．３質量％であり、特に好ましくは０．０１～０．３質量％であり、極めて好ましくは０．０５～０．３質量％である。

[0059]（高分子化合物Ｂ）

高分子化合物Ｂは、カルボン酸基及びカルボン酸塩基からなる群より選ばれる少なくとも一種を有する高分子化合物である。高分子化合物Ｂは、絶縁部におけるディッシング量を低減すること等に寄与する。高分子化合物Ｂは、一種類を単独で用いてもよく、二種類以上を併用してもよい。なお、高分子化合物Ｂは、砥粒の分散のために用いることもできる。

[0060] 高分子化合物Ｂにおけるカルボン酸基及びカルボン酸塩基の数は特に限定されない。高分子化合物Ｂは、モノカルボン酸又はその塩であってよく、ポリカルボン酸又はその塩であってもよい。高分子化合物Ｂは、例えば、特殊ポリカルボン酸型高分子化合物（花王株式会社製のデモール（登録商標）ＥＰ等）であってもよい。

[0061] 高分子化合物Ｂとしては、アクリル酸及びメタクリル酸からなる群より選ばれる少なくとも一種を含む単量体を重合させて得られる重合体又はその塩（以下、これらを「（メタ）アクリル酸系重合体」と総称する）が好ましく用いられる。単量体は、アクリル酸又はメタクリル酸と共重合可能な他の単量体（アクリル酸及びメタクリル酸を除く）を含んでいてもよい。

[0062] 高分子化合物Ｂとしては、アクリル酸の単独重合体（ポリアクリル酸）、メタクリル酸の単独重合体（ポリメタクリル酸）、アクリル酸とメタクリル酸との共重合体、アクリル酸又はメタクリル酸と他の単量体との共重合体、アクリル酸及びメタクリル酸と他の単量体との共重合体、並びに、これらの塩からなる群より選ばれる少なくとも一種であってもよい。中でも、（メタ）アクリル酸系重合体としては、被研磨材料（絶縁材料等）への吸着が良好である観点から、アクリル酸の単独重合体（ポリアクリル酸）及びその塩からなる群より選ばれる少なくとも一種が好ましい。重合体の塩（カルボン酸塩基を有する重合体）としては、アンモニウム塩等が挙げられる。アンモニウム塩としては、ポリアクリル酸アンモニウム等が挙げられる。なお、（メタ）アクリル酸系重合体は、一種類を単独で用いてもよく、二種類以上を併用してもよい。

[0063] 他の単量体（アクリル酸又はメタクリル酸と共重合可能な他の単量体）としては、例えば、クロトン酸、ペンテン酸、ヘキセン酸、ヘプテン酸、オクテン酸、ノネン酸、デセン酸、ウンデセン酸、ドデセン酸、トリデセン酸、テトラデセン酸、ペンタデセン酸、ヘキサデセン酸、ヘプタデセン酸等の不飽和カルボン酸；エチレン、プロピレン、スチレン等のビニル化合物が挙げられる。

[0064] 高分子化合物Ｂの重量平均分子量は、特に制限はないが、好ましくは５００～１５００００であり、より好ましくは１０００～８００００である。高分子化合物Ｂの重量平均分子量が５００以上であると、絶縁材料（酸化珪素等）を研磨するときに良好な研磨速度が得られやすくなる。高分子化合物Ｂの重量平均分子量が１５００００以下であると、研磨液の保存安定性が低下し難い。高分子化合物Ｂの重量平均分子量は、水溶性化合物Ａと同様の方法で測定できる。

[0065] 研磨液における高分子化合物Ｂの含有量は、研磨液の全質量を基準として、好ましくは０．００１質量％以上であり、より好ましくは０．０１質量％以上であり、更に好ましくは０．０５質量％以上であり、特に好ましくは０．１質量％以上である。高分子化合物Ｂの含有量は、研磨液の全質量を基準として、好ましくは２質量％以下であり、より好ましくは１質量％以下であり、更に好ましくは０．５質量％以下であり、特に好ましくは０．３５質量％以下であり、極めて好ましくは０．２５質量％以下である。高分子化合物Ｂの含有量は、０．３０質量％以下であってもよく、０．２０質量％以下であってもよい。高分子化合物Ｂの含有量が０．００１～２．０質量％であると、保管安定性を良好にすることができるとともに、ディッシング量、配線密度依存性等を低減し、表面平坦性を向上させることができる傾向がある。すなわち、高分子化合物Ｂの含有量が０．００１質量％以上であると、ディッシング量を低減することができ、表面平坦性を充分に確保することができる傾向があり、高分子化合物Ｂの含有量が２質量％以下であると、砥粒の保管安定性が向上することにより砥粒の凝集等が発生し難くなり、凹み欠陥の

発生を抑制しやすくなる、ディッシング量を低減しやすくなる等の効果が得られる傾向がある。これらの観点から、高分子化合物Ｂの含有量は、好ましくは０．００１～２質量％であり、より好ましくは０．０１～１質量％であり、更に好ましくは０．０５～０．５質量％であり、特に好ましくは０．０５～０．３５質量％であり、極めて好ましくは０．０５～０．２５質量％であり、より一層好ましくは０．１～０．２５質量％である。

[0066]（ｐＨ調整剤）

本実施形態の研磨液は、必要に応じてｐＨ調整剤（例えば塩基性ｐＨ調整剤）を含有することができる。これにより、所望のｐＨに調整することができる。ｐＨ調整剤としては、特に制限はないが、例えば、硝酸、硫酸、塩酸、リン酸、ホウ酸等の無機酸成分；水酸化ナトリウム、アンモニア、水酸化カリウム、水酸化カルシウム等の塩基性成分（塩基性ｐＨ調整剤）が挙げられる。有機酸成分を用いてｐＨを調整することもできる。研磨液が半導体研磨に使用される場合には、アンモニア又は酸成分が好適に使用される。

[0067] 研磨液中に含まれる塩基性ｐＨ調整剤の含有量は、ストッパ（ポリシリコン等のストッパ材料からなる研磨停止層）の凹み欠陥の発生を抑制する観点から、研磨液の全質量を基準として、１．３×１０$^{-2}$ｍｏｌｍｏｌ／ｋｇ未満である。同様の観点から、塩基性ｐＨ調整剤の含有量は、研磨液の全質量を基準として、好ましくは１．４×１０$^{-2}$ｍｏｌ／ｋｇ以下であり、より好ましくは５．０×１０$^{-3}$ｍｏｌ／ｋｇ未満であり、更に好ましくは４．０×１０$^{-3}$ｍｏｌ／ｋｇ未満である。塩基性ｐＨ調整剤の含有量の下限値は、特に限定されないが、砥粒の良好な保管安定性が得られるｐＨに調整する観点から、研磨液の全質量を基準として、１．０×１０$^{-4}$ｍｏｌ／ｋｇであってよく、１．２×１０$^{-4}$ｍｏｌ／ｋｇであってよく、１．８×１０$^{-4}$ｍｏｌ／ｋｇであってよい。

[0068]（ｐＨ）

研磨液のｐＨは、好ましくは４．０以上であり、より好ましくは４．５以上であり、更に好ましくは４．７以上であり、特に好ましくは５．０以上で

ある。研磨液のｐＨは、好ましくは６．０以下であり、より好ましくは５．８以下であり、更に好ましくは５．７以下であり、特に好ましくは５．６以下である。ｐＨが４．０～６．０であると、絶縁材料の優れた研磨速度を有しつつ優れた保存安定性を得ることができる。また、ストッパの凹み欠陥の発生を抑制しつつ、ディッシング量を低減することができ、表面平坦性を向上させることができる傾向がある。すなわち、研磨液のｐＨが４．０以上であると、砥粒の保管安定性が向上することにより砥粒の凝集等が発生し難くなり、凹み欠陥の発生を抑制しやすくなる、ディッシング量を低減しやすくなる等の効果が得られる傾向がある。また、研磨液のｐＨが６．０以下であると、凹み欠陥の発生を抑制しつつ、ディッシング量を低減することができ、表面平坦性を充分に確保することができる傾向がある。これらの観点から、研磨液のｐＨは、好ましくは４．０～６．０であり、より好ましくは４．５～６．０であり、更に好ましくは４．７～６．０であり、特に好ましくは５．０～６．０であり、極めて好ましくは５．０～５．８であり、より一層好ましくは５．０～５．７であり、非常に好ましくは５．０～５．６である。研磨液のｐＨは、４．５～５．８であってもよく、４．７～５．６であってもよい。

[0069] 研磨液のｐＨは、ｐＨメータ（例えば、横河電機株式会社製のＭｏｄｅｌ ＰＨ８１（商品名））を用いて測定することができる。具体的には例えば、フタル酸塩ｐＨ緩衝液（ｐＨ：４．０１）と、中性リン酸塩ｐＨ緩衝液（ｐＨ：６．８６）とを標準緩衝液として用いてｐＨメータを２点校正した後、ｐＨメータの電極を研磨液に入れて、２５℃で２分以上経過して安定した後の値を測定する。このとき、標準緩衝液及び研磨液の液温は共に２５℃とする。

[0070] （水）

水としては、特に制限されないが、脱イオン水、イオン交換水、超純水等が好ましい。水の含有量は、上記各含有成分の含有量の残部でよく、研磨液中に含有されていれば特に限定されない。なお、研磨液は、必要に応じて水

以外の溶媒（例えばエタノール、アセトン等の極性溶媒）を更に含有してもよい。

[0071]（分散剤）

本実施形態の研磨液は、必要に応じて分散剤（水溶性化合物Ａ及び高分子化合物Ｂを除く）を含有することができる。分散剤の含有量は、砥粒の全質量を基準として、好ましくは０．００１～４質量％である。分散剤としては、例えば、水溶性陽イオン性化合物、水溶性陰イオン性化合物、及び、水溶性両性化合物が挙げられ、中でも、静電反発力が大きく分散性が良好である観点から、水溶性陰イオン性化合物が好ましい。

[0072] 水溶性陽イオン性化合物としては、ポリビニルピロリドン及びポリビニルピロリドンを含む共重合体（以下、両者を総称してポリビニルピロリドン類という。）、ココナットアミンアセテート、ステアリルアミンアセテート等が挙げられる。

[0073] ポリビニルピロリドン類の含有量は、研磨液の全質量を基準として、好ましくは０．００５～５質量％である。ポリビニルピロリドン類の重量平均分子量は、好ましくは１０，０００～１，２００，０００である。ポリビニルピロリドン類の重量平均分子量が１０，０００以上であると表面平坦性を向上させやすくなり、ポリビニルピロリドン類の重量平均分子量が１，２００，０００以下であると砥粒の凝集を抑制しやすくなる傾向がある。ポリビニルピロリドン類を用いる場合の研磨液のｐＨとしては、５．０以上、１２．０以下が好ましく、６．０以上、７．０以下がより好ましい。ｐＨが５．０以上であると、ストッパ（例えばポリシリコン膜）の研磨速度が大きくなり難く、ｐＨが１２以下であると、絶縁部（例えば酸化珪素膜）の研磨速度を向上させやすい。

[0074] 水溶性陰イオン性化合物としては、ラウリル硫酸トリエタノールアミン、ラウリル硫酸アンモニウム、ポリオキシエチレンアルキルエーテル硫酸トリエタノールアミン等が挙げられる。

[0075] 水溶性両性化合物としては、ラウリルベタイン、ステアリルベタイン、ラ

ウリルジメチルアミンオキサイド、２－アルキル－Ｎ－カルボキシメチル－Ｎ－ヒドロキシエチルイミダゾリニウムベタイン等が挙げられる。

[0076]（有機酸成分）

本実施形態の研磨液は、有機酸及び有機酸塩からなる群より選ばれる少なくとも一種の有機酸成分を含有してもよい。有機酸成分は、ディッシング量を低減し、更に良好な表面平坦性を得ることに寄与する。有機酸成分は、高分子化合物Ｂにおけるカルボキシル基の解離を抑制すると考えられる。これにより、高分子化合物Ｂの疎水性が高まり、高分子化合物Ｂが被研磨材料（絶縁材料等）に更に吸着しやすくなると考えられる。なお、有機酸成分は、分子量５００未満の低分子化合物である。

[0077] 有機酸成分としては、－ＣＯＯＭ基、フェノール性－ＯＭ基、－SO_3Ｍ基、－Ｏ・SO_3Ｍ基、－PO_4M_2基及び－PO_3M_2基からなる群より選ばれる少なくとも一種（Ｍは、陽イオンを示す）を有する化合物（水溶性有機化合物等）が好ましい。

[0078] 式中のＭは、Ｈ；NH_4；Ｎａ、Ｋ等のアルカリ金属；Ｃａ、Ｍｇ等のアルカリ土類金属；Ａｌ、Ｆｅ、Ｃｒ等の三価を取り得る金属；Ｃｅ等の希土類金属などが挙げられる。

[0079] 有機酸成分は、高分子化合物Ｂと相互作用し、絶縁部の表面に強固な膜を形成すると考えられる。より具体的には、例えば、高分子化合物Ｂが有しているカルボキシル基（陰イオン性）が、有機酸成分における陽イオン（上記Ｍ等）と静電的に引き合い、陽イオンを核として高分子化合物Ｂが「丸まった状態」となり、これが絶縁部の表面に吸着して保護膜を形成すると考えられる。この保護膜は、「丸まった状態」ではない高分子化合物Ｂによって形成された保護膜と比較して強固であり、高い表面平坦性の向上効果（ディッシング量の低減効果）に寄与すると考えられる。また、有機酸成分における有機酸部分は、高分子化合物Ｂにおけるカルボキシル基の解離を抑制すると考えられる。これにより、高分子化合物Ｂの疎水性が高まり、絶縁部の表面研磨面により吸着しやすくなると考えられる。

[0080] 有機酸成分の具体例としては、ギ酸、酢酸、プロピオン酸、酪酸、吉草酸、シクロヘキサンカルボン酸、フェニル酢酸、安息香酸、ｏ－トルイル酸、ｍ－トルイル酸、ｐ－トルイル酸、ｏ－メトキシ安息香酸、ｍ－メトキシ安息香酸、ｐ－メトキシ安息香酸、アクリル酸、メタクリル酸、クロトン酸、ペンテン酸、ヘキセン酸、ヘプテン酸、オクテン酸、ノネン酸、デセン酸、ウンデセン酸、ドデセン酸、トリデセン酸、テトラデセン酸、ペンタデセン酸、ヘキサデセン酸、ヘプタデセン酸、イソ酪酸、イソ吉草酸、ケイ皮酸、キナルジン酸、ニコチン酸、１－ナフトエ酸、２－ナフトエ酸、ピコリン酸、ビニル酢酸、フェニル酢酸、フェノキシ酢酸、２－フランカルボン酸、メルカプト酢酸、レブリン酸、シュウ酸、マロン酸、コハク酸、グルタル酸、アジピン酸、ピメリン酸、スベリン酸、アゼライン酸、セバシン酸、１，９－ノナンジカルボン酸、１，１０－デカンジカルボン酸、１，１１－ウンデカンジカルボン酸、１，１２－ドデカンジカルボン酸、１，１３－トリデカンジカルボン酸、１，１４－テトラデカンジカルボン酸、１，１５－ペンタデカンジカルボン酸、１，１６－ヘキサデカンジカルボン酸、マレイン酸、フマル酸、イタコン酸、シトラコン酸、メサコン酸、キノリン酸、キニン酸、ナフタル酸、フタル酸、イソフタル酸、テレフタル酸、グリコール酸、乳酸、３－ヒドロキシプロピオン酸、２－ヒドロキシ酪酸、３－ヒドロキシ酪酸、４－ヒドロキシ酪酸、３－ヒドロキシ吉草酸、５－ヒドロキシ吉草酸、キナ酸、キヌレン酸、サリチル酸、酒石酸、アコニット酸、アスコルビン酸、アセチルサリチル酸、アセチルリンゴ酸、アセチレンジカルボン酸、アセトキシコハク酸、アセト酢酸、３－オキソグルタル酸、アトロパ酸、アトロラクチン酸、アントラキノンカルボン酸、アントラセンカルボン酸、カプロン酸、イソカプロン酸、イソカンホロン酸、イソクロトン酸、２－エチル－２－ヒドロキシ酪酸、エチルマロン酸、エトキシ酢酸、オキサロ酢酸、オキシ二酢酸、２－オキソ酪酸、カンホロン酸、クエン酸、グリオキシル酸、グリシド酸、グリセリン酸、グルカル酸、グルコン酸、クロコン酸、シクロブタンカルボン酸、シクロヘキサンジカルボン酸、ジフェニル酢酸、ジ－ｏ－

ベンゾイル酒石酸、ジメチルコハク酸、ジメトキシフタル酸、タルトロン酸、タンニン酸、チオフェンカルボン酸、チグリン酸、デソキサル酸、テトラヒドロキシコハク酸、テトラメチルコハク酸、テトロン酸、デヒドロアセト酸、テレビン酸、トロパ酸、バニリン酸、パラコン酸、ヒドロキシイソフタル酸、ヒドロキシケイ皮酸、ヒドロキシナフトエ酸、ｏ－ヒドロキシフェニル酢酸、ｍ－ヒドロキシフェニル酢酸、ｐ－ヒドロキシフェニル酢酸、３－ヒドロキシ－３－フェニルプロピオン酸、ピバル酸、ピリジンジカルボン酸、ピリジントリカルボン酸、ピルビン酸、α－フェニルケイ皮酸、フェニルグリシド酸、フェニルコハク酸、フェニル酢酸、フェニル乳酸、プロピオル酸、ソルビン酸、２，４－ヘキサジエン二酸、２－ベンジリデンプロピオン酸、３－ベンジリデンプロピオン酸、ベンジリデンマロン酸、ベンジル酸、ベンゼントリカルボン酸、１，２－ベンゼンジ酢酸、ベンゾイルオキシ酢酸、ベンゾイルオキシプロピオン酸、ベンゾイルギ酸、ベンゾイル酢酸、ｏ－ベンゾイル乳酸、３－ベンゾイルプロピオン酸、没食子酸、メソシュウ酸、５－メチルイソフタル酸、２－メチルクロトン酸、α－メチルケイ皮酸、メチルコハク酸、メチルマロン酸、２－メチル酪酸、ｏ－メトキシケイ皮酸、ｐ－メトキシケイ皮酸、メルカプトコハク酸、メルカプト酢酸、ｏ－ラクトイル乳酸、リンゴ酸、ロイコン酸、ロイシン酸、ロジゾン酸、ロゾール酸、α－ケトグルタル酸、Ｌ－アルコルビン酸、イズロン酸、ガラクツロン酸、グルクロン酸、ピログルタミン酸、エチレンジアミン四酢酸、シアン化三酢酸、アスパラギン酸、グルタミン酸、Ｎ’－ヒドロキシエチル－Ｎ，Ｎ，Ｎ’－トリ酢酸、ニトリロトリ酢酸等のカルボン酸；ｏ－アミノフェノール、ｍ－アミノフェノール、ｐ－アミノフェノール等のフェノール類；メタンスルホン酸、エタンスルホン酸、プロパンスルホン酸、ブタンスルホン酸、ペンタンスルホン酸、ヘキサンスルホン酸、ヘプタンスルホン酸、オクタンスルホン酸、ノナンスルホン酸、デカンスルホン酸、ウンデカンスルホン酸、ドデカンスルホン酸、トリデカンスルホン酸、テトラデカンスルホン酸、ペンタデカンスルホン酸、ヘキサデカンスルホン酸、ヘプタデカンスルホン酸

、オクタデカンスルホン酸、ベンゼンスルホン酸、ナフタレンスルホン酸、トルエンスルホン酸（例えばｐ－トルエンスルホン酸）、ヒドロキシエタンスルホン酸、ヒドロキシフェノールスルホン酸、アントラセンスルホン酸等のスルホン酸；デシルホスホン酸、フェニルホスホン酸等のホスホン酸が好ましい。カルボン酸は、砥粒の分散性を向上させる等の効果が期待される。

[0081] また、有機酸成分は、上記のカルボン酸、スルホン酸、ホスホン酸の主鎖のプロトンを１つ又は２つ以上、Ｆ、ＣＩ、Ｂｒ、Ｉ、ＯＨ、ＣＮ、NO_2等の原子又は原子団で置換した誘導体であってもよい。

[0082] 有機酸成分のｐＫａは、好ましくは９未満であり、より好ましくは８未満であり、更に好ましくは７未満であり、特に好ましくは６未満であり、極めて好ましくは５未満である。有機酸成分のｐＫａが９未満であると、研磨液中で少なくとも一部が有機酸イオンになり、水素イオンを放出し、所望するｐＨ領域にｐＨを保ちやすくなる。また、高分子化合物Ｂにおけるカルボキシル基の解離を抑制する効果が更に高くなり、表面平坦性の向上に効果的である。

[0083] 有機酸成分は、一種類を単独で用いてもよく、二種類以上を併用してもよい。

[0084] 有機酸成分の含有量は、研磨終了後の絶縁部（例えば酸化珪素を含む絶縁部）の表面平坦性を向上させやすくなる観点から、研磨液の全質量を基準として、好ましくは０．００１質量％であり、より好ましくは０．００５質量％以上であり、更に好ましくは０．０１質量％以上である。有機酸成分の含有量は、絶縁材料の研磨速度を充分に向上させやすくなる観点から、好ましくは２質量％以下であり、より好ましくは１質量％以下であり、更に好ましくは０．５質量％以下である。これらの観点から、有機酸成分の含有量は、研磨液の全質量を基準として、好ましくは０．００１～２質量％であり、より好ましくは０．００５～１質量％であり、更に好ましくは０．０１～０．５質量％である。

[0085]（その他の添加剤）

本実施形態の研磨液は、砥粒、水溶性化合物Ａ、高分子化合物Ｂ、ｐＨ調整剤、水、分散剤及び有機酸成分とは別の成分をその他の添加剤として含有することができる。その他の添加剤としては、水溶性高分子化合物（水溶性化合物Ａ及び高分子化合物Ｂを除く）等が挙げられる。水溶性高分子化合物としては、アルギン酸、ペクチン酸、カルボキシメチルセルロース、寒天、カードラン、プルラン、デキストリン、環状デキストリン等の多糖類などが挙げられる。

[0086] 研磨液をセリウムスラリーと添加液とに分けて保存する場合、好ましくは、その他の添加剤は添加液に含有させる。これらの添加剤は、一種類を単独で用いてもよく、二種類以上を併用してもよい。

[0087] 本実施形態の研磨液の構成成分は、該研磨液となるように二液以上に分けて保存されていてもよい。例えば、セリウムを含む砥粒及び水を含むセリウムスラリー（第１の液）と、水溶性化合物Ａ、高分子化合物Ｂ及び水を含む添加液（第２の液）と、から構成される二液式の研磨液セット（例えばＣＭＰ研磨液セット）として保存し、両者を混合することによって研磨液を得てもよい。この場合、砥粒以外の成分（例えば、ｐＨ調整剤）は、第２の液に含有させてよい。ｐＨ調整剤は第１の液に含まれる砥粒の電位の極性が変わらない限り、第１の液に含有させてもよい。有機酸成分及び「その他の添加剤」に記載した各成分は、好ましくは第２の液に含まれる。なお、研磨液の構成成分は、三液以上に分けた研磨液セットとして保存してもよい。

[0088] 研磨液セットにおいては、研磨直前又は研磨時に、スラリー及び添加液が混合されて研磨液が調製される。また、一液式研磨液は、水の含有量を減じた研磨液用貯蔵液として保存されるとともに、研磨直前又は研磨時に水で希釈して用いられてもよい。二液式の研磨液セットは、水の含有量を減じたスラリー用貯蔵液及び添加液用貯蔵液として保存されるとともに、研磨直前又は研磨時に水で希釈して用いられてもよい。

[0089] 一液式研磨液の場合、研磨定盤上への研磨液の供給方法としては、研磨液を直接送液して供給する方法；研磨液用貯蔵液及び水を別々の配管で送液し

、これらを合流、混合させて供給する方法；あらかじめ研磨液用貯蔵液及び水を混合しておき供給する方法等を用いることができる。

[0090] スラリーと添加液とに分けた二液式の研磨液セットとして保存する場合、これら二液の配合を任意に変えることにより研磨速度を調整できる。研磨液セットを用いて研磨する場合、研磨定盤上への研磨液の供給方法としては、下記に示す方法がある。例えば、スラリーと添加液とを別々の配管で送液し、これらの配管を合流、混合させて供給する方法；スラリー用貯蔵液、添加液用貯蔵液及び水を別々の配管で送液し、これらを合流、混合させて供給する方法；あらかじめスラリー及び添加液を混合しておき供給する方法；あらかじめスラリー用貯蔵液、添加液用貯蔵液及び水を混合しておき供給する方法を用いることができる。また、研磨液セットにおけるスラリーと添加液とをそれぞれ研磨定盤上へ供給する方法を用いることもできる。この場合、研磨定盤上においてスラリー及び添加液が混合されて得られる研磨液を用いて被研磨面が研磨される。

[0091] 本実施形態の研磨液及び研磨液セットは、基板と、基板の一方面上に設けられたストッパと、ストッパの基板とは反対側の面上に設けられた絶縁部と、を備える基体の、絶縁部の一部をＣＭＰによって除去し、ストッパを露出させるために好適に用いられるが、他の用途に用いることもできる。例えば、本実施形態の研磨液及び研磨液セットは、絶縁部を有し、且つ、ストッパを有しない基体の絶縁部の一部をＣＭＰによって除去するために用いることもできる。

[0092] ＜研磨液の製造方法＞

本実施形態の研磨液の製造方法は、例えば、少なくとも、砥粒と、水溶性化合物Ａと、高分子化合物Ｂと、水と、を混合して研磨液を得る研磨液製造工程を備える。研磨液製造工程では、任意に添加される成分（例えば、ｐＨ調整剤、分散剤等）を更に混合してもよい。研磨液製造工程において、各成分は同時に混合されてもよく、順次混合されてもよい。例えば、セリウムを含む砥粒（例えば酸化セリウムを含む砥粒）と、水と、を混合してセリウム

スラリー（例えば酸化セリウムスラリー）を得た後、該セリウムスラリーと、水溶性化合物Ａ、高分子化合物Ｂ及び水とを混合してよい。また、砥粒と、水溶性化合物Ａと、高分子化合物Ｂと、水と、を含む混合液を得た後、該混合液にｐＨ調整剤を添加してよい。

[0093] 本実施形態の研磨液の製造方法は、研磨液製造工程の前に、セリウムを含む砥粒（例えば酸化セリウムを含む砥粒）を得る工程を備えていてよく、水溶性化合物Ａを得る工程を備えていてもよく、高分子化合物Ｂを得る工程を備えていてもよい。

[0094] 本実施形態の研磨液の製造方法は、好ましくは砥粒を水中に分散させる分散工程を備えている。分散工程は、例えば、砥粒と分散剤とを混合する工程である。この場合、好ましくは、分散剤は、セリウムスラリー（例えば酸化セリウムスラリー）を得る工程で添加される。すなわち、セリウムスラリーは、好ましくは分散剤を含む。分散工程では、例えば、砥粒と、分散剤と、水とを混合し、砥粒を水中に分散させて酸化セリウムスラリーを得る。

[0095] ＜研磨方法＞

本実施形態の研磨方法は、本実施形態の研磨液を用いて、基板と、基板の一方面上に設けられたストッパと、ストッパの基板とは反対側の面上に設けられた絶縁部と、を備える基体を研磨する研磨方法（基体の研磨方法）である。本実施形態の研磨方法は、本実施形態の研磨液を用いて、基体の絶縁部の一部をＣＭＰによって除去し、ストッパを露出させる研磨工程を備えており、基体を準備する基体準備工程、研磨終了後の基体を洗浄する洗浄工程等を更に備えていてよい。本実施形態の研磨方法では、研磨液として、上述の一液式研磨液を用いてよく、研磨液セットにおけるスラリー（第１の液）と添加液（第２の液）とを混合して得られる研磨液を用いてもよい。

[0096] 本実施形態の研磨方法は、例えば、層間絶縁膜、ＢＰＳＧ膜等の平坦化工程、シャロートレンチ分離（ＳＴＩ）の形成工程などに好適に使用できる。本実施形態に係る研磨方法において研磨される基体としては、ダイオード、トランジスタ、化合物半導体、サーミスタ、バリスタ、サイリスタ等の個別

半導体；ＤＲＡＭ（ダイナミック・ランダム・アクセス・メモリー）、ＳＲＡＭ（スタティック・ランダム・アクセス・メモリー）、ＥＰＲＯＭ（イレイザブル・プログラマブル・リード・オンリー・メモリー）、マスクＲＯＭ（マスク・リード・オンリー・メモリー）、ＥＥＰＲＯＭ（エレクトリカル・イレイザブル・プログラマブル・リード・オンリー・メモリー）、フラッシュメモリー等の記憶素子；マイクロプロセッサー、ＤＳＰ、ＡＳＩＣ等の理論回路素子；ＭＭＩＣ（モノリシック・マイクロウェーブ集積回路）に代表される化合物半導体等の集積回路素子；混成集積回路（ハイブリッドＩＣ）、発光ダイオード、電荷結合素子等の光電変換素子などを有する基板が挙げられる。

[0097] 以下では、本実施形態の研磨方法の一例について図１を参照して説明する。

[0098] 図１は、本実施形態の研磨方法の一例を示す模式断面図である。この研磨方法では、まず、基体として、凹部（トレンチ部）及び凸部（アクティブ部）により構成される凹凸パターンが表面に形成された基板（例えばウエハ）１と、基板１の凸部上に設けられたストッパ２と、基板１の凹凸パターンの凹部を埋めるように、基板１及びストッパ２の上に設けられた絶縁部３と、を備える基体１００を用意する（基体準備工程）（図１（Ａ）参照。）。

[0099] 基板１としては、例えば、半導体素子製造に係る基板（例えば、回路素子と配線パターンが形成された段階の半導体基板、及び、回路素子が形成された段階の半導体基板等の半導体基板上に絶縁部（例えば無機絶縁材料からなる絶縁膜）が形成された基板）が挙げられる。なお、図１に示す基板の表面には凹凸パターンが形成されているが、本実施形態の研磨方法は、表面に凹凸パターンが形成されていない基板に適用することもできる。

[0100] ストッパ２を構成するストッパ材料としては、単結晶シリコン、ポリシリコン、アモルファスシリコン等が挙げられる。ストッパ２の形状は、特に限定されず、例えば膜状（ストッパ膜：例えばポリシリコン膜）である。本実施形態の研磨方法では、ストッパ材料がポリシリコンである場合にストッパ

の凹み欠陥の抑制効果が顕著となる。

[0101] 絶縁部３を構成する絶縁材料としては、無機絶縁材料、有機絶縁材料等が挙げられる。無機絶縁材料としては、シリコン系絶縁材料等が挙げられる。シリコン系絶縁材料としては、酸化珪素、炭素含有酸化珪素、フルオロシリケートグラス、オルガノシリケートグラス、水素化シルセスキオキサン等のシリカ系材料；シリコンカーバイド；シリコンナイトライド（窒化珪素）などが挙げられる。有機絶縁材料としては、例えば、全芳香族系低誘電率絶縁材料が挙げられる。絶縁材料（酸化珪素等）には、リン、ホウ素等の元素がドープされていてもよい。絶縁部３の形状は、特に限定されず、例えば膜状（絶縁膜）である。

[0102] ストッパ材料と絶縁材料との組み合わせは特に限定されないが、本発明の効果が顕著となる観点から、好ましくは、ストッパ材料がポリシリコンであり、絶縁材料が酸化珪素である。換言すれば、研磨工程は、好ましくは、ポリシリコンをストッパ材料として用いて酸化珪素を研磨する工程である。

[0103] 基板準備工程では、一方面にストッパ２が設けられた基板１の該一方面上に、絶縁部３を形成することにより基体１００を得てよい。例えば、基板１と、基板１の凸部上に形成されたストッパ２とを有する基板を準備した後、基板１の表面の凹部を埋めるように絶縁部３を構成する絶縁材料を基板１及びストッパ２上に堆積して基体１００を得てよい。絶縁部３の形成方法としては、低圧ＣＶＤ法、プラズマＣＶＤ法、塗布法等が挙げられる。

[0104] 絶縁部３が酸化珪素で構成される酸化珪素膜である場合、低圧ＣＶＤ法による酸化珪素膜の形成は、Ｓｉ源としてモノシラン（SiH_4）、酸素源として酸素（O_2）を用いて行うことができる。このSiH_4－O_2系酸化反応を４００℃以下の低温で行うことにより酸化珪素膜が得られる。場合によっては、ＣＶＤにより得られた酸化珪素膜は、１０００℃又はそれ以下の温度で熱処理される。高温リフローによる表面平坦化を図るために酸化珪素膜にリン（Ｐ）をドープする場合、好ましくはSiH_4－O_2－PH_3系反応ガスが用いられる。

[0105] プラズマＣＶＤ法は、通常の熱平衡下では高温を必要とする化学反応が低温でできる利点を有する。プラズマ発生法には、容量結合型と誘導結合型の２つが挙げられる。反応ガスとしては、Ｓｉ源としてＳｉＨ$_4$、酸素源としてN_2Oを用いたＳｉＨ$_4$－N_2O系ガス、Ｓｉ源としてテトラエトキシシラン（ＴＥＯＳ）を用いたＴＥＯＳ－Ｏ系ガス（ＴＥＯＳ－プラズマＣＶＤ法）等が挙げられる。基板温度は好ましくは２５０～４００℃であり、反応圧力は好ましくは６７～４００Ｐａである。

[0106] 絶縁部３が窒化珪素で構成される窒化珪素膜である場合、低圧ＣＶＤ法による窒化珪素膜の形成は、Ｓｉ源としてジクロルシラン（ＳｉＨ$_2$Ｃｌ$_2$）、窒素源としてアンモニア（ＮＨ$_3$）を用いて行うことができる。このＳｉＨ$_2$Ｃｌ$_2$－ＮＨ$_3$系酸化反応を９００℃等の高温で行わせることにより窒化珪素膜が得られる。プラズマＣＶＤ法による窒化珪素膜の形成における反応ガスとしては、Ｓｉ源としてＳｉＨ$_4$、窒素源としてＮＨ$_3$を用いたＳｉＨ$_4$－ＮＨ$_3$系ガス等が挙げられる。基板温度は、好ましくは３００～４００℃である。

[0107] 基板準備工程では、ＣＶＤ法により、基板１上にストッパ２（例えばポリシリコン膜）を形成してもよい。ＣＶＤ法によるポリシリコン膜の形成は、例えば、Ｓｉ源としてＳｉＨ$_4$を用いて基板温度は６００～１０００℃にて行われる。

[0108] 次に、本実施形態の研磨液を用いて基体１００の表面（絶縁部３の表面、絶縁材料で形成されている表面）をＣＭＰによって研磨する（研磨工程）（図１（Ｂ）参照。）。これにより、絶縁部３の一部を除去し、ストッパ２を露出させる。

[0109] 研磨工程は、例えば、基体を保持可能なホルダーと、研磨パッドを貼り付け可能な研磨定盤とを有する一般的な研磨装置と、研磨パッドと、を用いて実施することができる。研磨工程は、例えば、以下の手順で行われる。まず、基体１００の表面（絶縁部３の表面、絶縁材料で形成された表面）が研磨パッド（研磨布）に対向するように基体１００を研磨パッド上に配置する（基体配置工程）。次いで、基体１００の表面を研磨定盤の研磨パッドに押圧

した状態で、研磨パッドと絶縁部３との間に研磨液を供給し、基体１００と研磨定盤とを相対的に動かして基体１００の表面を研磨する。ストッパ２が露出するまで絶縁部３を研磨して除去することにより、図１（Ｂ）に示す基体２００を得る。

[0110] 研磨工程では、ストッパ２の表面のうち、基板１に平行な面の全てが露出した時点で研磨を終了することが好ましい。研磨工程では、絶縁部３とともにストッパ２の一部を研磨してもよいが、ストッパ２に凹み欠陥を生じさせない観点から、ストッパ２を研磨しないことが好ましい。

[0111] 具体的な研磨装置としては、例えば、ＡＰＰＬＩＥＤ ＭＡＴＥＲＩＡＬＳ社製の研磨装置（商品名：Ｍｉｒｒａ－３４００、ＲｅｆｌｅｘｉｏｎＬＫ）、株式会社荏原製作所製の研磨装置（商品名：Ｆ－ＲＥＸ３００）等が挙げられる。

[0112] 研磨パッドとしては、一般的な不織布、発泡体、非発泡体等が使用できる。研磨パッドの材質としては、ポリウレタン、アクリル樹脂、ポリエステル、アクリル－エステル共重合体、ポリテトラフルオロエチレン、ポリプロピレン、ポリエチレン、ポリ４－メチルペンテン、セルロース、セルロースエステル、ポリアミド（例えば、ナイロン（商標名）及びアラミド）、ポリイミド、ポリイミドアミド、ポリシロキサン共重合体、オキシラン化合物、フェノール樹脂、ポリスチレン、ポリカーボネート、エポキシ樹脂等の樹脂が使用できる。研磨パッドの材質としては、特に、更に優れた研磨速度及び表面平坦性を得る観点から、発泡ポリウレタン及び非発泡ポリウレタンが好ましい。研磨パッドには、研磨液がたまるような溝加工が施されていてもよい。

[0113] 研磨条件は、特に制限されない。研磨定盤の回転速度は、基体１００が研磨定盤から飛び出さないように、好ましくは２００ｍｉｎ$^{-1}$（ｒｐｍ）以下である。基体１００にかける研磨圧力（加工荷重）は、研磨後の表面に研磨傷が発生すること（例えばストッパに凹み欠陥が発生すること）を充分に抑制する観点から、好ましくは１００ｋＰａ以下である。研磨工程では、研磨

している間、ポンプ等で連続的に研磨液を研磨パッドに供給することが好ましい。この供給量に制限はないが、研磨パッドの表面が常に研磨液で覆われていることが好ましい。

[0114] 最後に、研磨終了後の基体を、流水中でよく洗浄して、基体に付着した粒子を除去する（洗浄工程）。洗浄には、純水以外に希フッ酸又はアンモニア水を用いてもよく、洗浄効率を高めるためにブラシを用いてもよい。また、洗浄後は、スピンドライ等を用いて、基体に付着した水滴を払い落としてから基体を乾燥させることが好ましい。なお、本実施形態の研磨方法は、洗浄工程を備えることが好ましいが、洗浄工程を備えていなくてもよい。

[0115] 上記実施形態の研磨方法によれば、高い研磨速度比Ｒ（絶縁材料の研磨速度／ストッパ材料の研磨速度）を得ることができ、ストッパ材料（ストッパ）に対して絶縁材料（絶縁部）を選択的に（優先的に）研磨することができる。本実施形態の研磨方法では、特に、ポリシリコンに対して酸化珪素を選択的に（優先的に）研磨することができる傾向がある。換言すれば、本実施形態の研磨方法において、研磨工程は、ストッパ材料（ストッパ）に対して絶縁材料（絶縁部）を選択的に（優先的に）研磨する工程であり、ポリシリコンに対して酸化珪素を選択的に（優先的に）研磨する工程であってもよい。

[0116] また、研磨終了後の基体２００においては、ストッパ２における凹み欠陥が少ないことが好ましい。この点、本実施形態の研磨方法によれば、該凹み欠陥の発生を抑制することができる。

[0117] このように、上記実施形態の研磨方法によれば、基体１００の表面の凹凸が解消され、基体２００の全面にわたって平滑な面が得られる。

[0118] また、研磨終了後の基体２００においては、凹部（トレンチ部）の深さ（基板１の凹部の底面からストッパ２の表面までの高さ）４から凹部（トレンチ部）内の絶縁部３の厚さ５を引いた値であるディッシング量（凹み量）６が小さいことが好ましい。この点、本実施形態の研磨方法によれば、ディッシング量６を低減できる場合がある。例えば、研磨液のｐＨ（ｘ）と高分子

化合物Ｂの含有量（ｙ）とがｙ≧０．３３ｘ－１．７の関係を満たす研磨液を用いることにより、ディッシング量６を低減できる傾向がある。更に、研磨液のｐＨ（ｘ）と高分子化合物Ｂの含有量（ｙ）とが、ｙ≧０．３３ｘ－１．７の関係を満たし、且つ、５．０≦ｘ≦６．０及び０．０５≦ｙ≦０．３５を満たす研磨液を用いることにより、ディッシング量６をより低減できる傾向がある。ディッシング量６は、例えば、触針式段差測定装置（ＫＬＡ－Ｔｅｎｃｏｒ製、商品名：Ｐ１６）を用いて、研磨後の基体の表面におけるストッパ２と絶縁部３の段差を測定することで得ることができる。

[0119] 本実施形態の研磨液は、上述した実施形態で述べたような、基体の研磨（例えば、半導体基板に形成された絶縁膜等の研磨）に限られず、所定の配線を有する配線板に形成された酸化珪素、ガラス、窒化珪素等の無機絶縁材料；Ａｌ、Ｃｕ、Ｔｉ、ＴｉＮ、Ｗ、Ｔａ、ＴａＮ等を主として含有する材料の研磨に適用することもできる。

[0120] 本実施形態の研磨方法で研磨された基体は、種々の電子部品の製造に用いることができる。本実施形態の研磨方法で研磨された基体（基板）を備える電子部品としては、半導体素子だけでなく、フォトマスク・レンズ・プリズム等の光学ガラス；ＩＴＯ等の無機導電膜；ガラス及び結晶質材料で構成される光集積回路；光スイッチング素子；光導波路；光ファイバーの端面；シンチレータ等の光学用単結晶；固体レーザ単結晶；青色レーザＬＥＤ用サファイヤ基板；ＳｉＣ、ＧａＰ、ＧａＡｓ等の半導体単結晶；磁気ディスク用ガラス基板；磁気ヘッドなどが挙げられる。これらの電子部品では、本実施形態の研磨液によって各層を研磨することにより、高集積化を図ることができるとともに、優れた特性を発揮することができる。

実施例

[0121] 以下、実施例により本発明を説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

[0122] ＜砥粒の準備＞

市販の炭酸セリウム水和物４０ｋｇをアルミナ製容器に入れ、空気中、８

３０℃で２時間焼成することにより黄白色の粉末を２０ｋｇ得た。この粉末の相同定をＸ線回折法で行ったところ、酸化セリウムであることを確認した。得られた酸化セリウム粉末２０ｋｇを、ジェットミルを用いて乾式粉砕し、酸化セリウム粒子を含む酸化セリウム粉末を得た。

[0123] ＜水溶性化合物Ａの準備＞

水溶性化合物Ａ－１として、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレングリコールエーテル（第一工業製薬株式会社製、商品名：エパン）を準備した。また、水溶性化合物Ａ－２として、２，４，７，９－テトラメチル－５－デシン－４，７－ジオール（アセチレン系ジオール）を準備した。また、水溶性化合物Ａ－３として、ポリエチレングリコール（第一工業製薬株式会社製、商品名：ＰＧＥ－４０００）を準備した。

[0124] ＜高分子化合物Ｂの準備＞

高分子化合物Ｂ－１として、重量平均分子量２５００（ポリアクリル酸ナトリウム換算値）のポリアクリル酸を準備した。また、高分子化合物Ｂ－２として、重量平均分子量８０００のポリアクリル酸アンモニウムを準備した。

[0125] ＜塩基性ｐＨ調整剤の準備＞

塩基性ｐＨ調整剤１として、アンモニア（２５質量％水溶液）を準備した。また、塩基性ｐＨ調整剤２として、イミダゾールを準備した。

[0126] ＜評価用試験ウエハの準備＞

第１の評価用試験ウエハ及び第２の評価用試験ウエハとして、以下に示す、パターン構造が形成されていないブランケットウエハ（Ｂｌａｎｋｅｔウエハ）を準備した。

第１の評価用試験ウエハ：シリコン（Ｓｉ）基板（直径：２００ｍｍ）上に、ＴＥＯＳ－プラズマＣＶＤ法を用いて形成された厚さ１０００ｎｍの酸化珪素膜を有するウエハ（ｐ－ＴＥＯＳウエハ）

第２の評価用試験ウエハ：シリコン（Ｓｉ）基板（直径：２００ｍｍ）上にポリシリコン膜を有するウエハ

[0127] 第３の評価用試験ウエハとして、下記のパターン構造が形成されているウエハを準備した。

凸部（アクティブ部）構造：シリコン（Ｓｉ）基板上に、ＴＥＯＳ膜、ポリシリコン膜及びＴＥＯＳ膜がこの順に積層しており、最上層のＴＥＯＳ膜の厚さが６００ｎｍ

凹部（トレンチ部）構造：シリコン（Ｓｉ）基板上にＴＥＯＳ膜が積層しており、ＴＥＯＳ膜の厚さが６００ｎｍ

パターンレイアウト：ＳＥＭＡＴＣＨ８６４

[0128] ＜ＣＭＰ研磨液の作製＞

（実施例１）

上記のとおり作製した酸化セリウム粉末２００．０ｇと、脱イオン水７９５．０ｇとを混合し、ポリアクリル酸アンモニウム水溶液（高分子化合物Ｂ－２を４０質量％含む水溶液）５ｇを添加して、攪拌しながら超音波分散を行い、酸化セリウム分散液を得た。超音波分散は、超音波周波数４００ｋＨｚ、分散時間２０分で行った。

[0129] その後、１Ｌ容器（高さ：１７０ｍｍ）に１ｋｇの酸化セリウム分散液を入れて静置し、沈降分級を行った。分級時間１５時間後、水面からの深さ１３０ｍｍより上の上澄みをポンプでくみ上げた。得られた上澄みの酸化セリウム分散液を、固形分含量が５質量％になるように脱イオン水で希釈して、酸化セリウム及び高分子化合物Ｂ－２を含む酸化セリウムスラリーを得た。

[0130] 酸化セリウムスラリー中における酸化セリウムの平均粒径（Ｄ５０）を測定するため、Ｈｅ－Ｎｅレーザに対する測定時透過率（Ｈ）が６０～７０％になるように上記スラリーを希釈して測定サンプルとした。レーザ回折式粒度分布計（株式会社堀場製作所製、商品名：ＬＡ－９２０、屈折率：１．９３、光源：Ｈｅ－Ｎｅレーザ、吸収０）で測定サンプルのＤ５０を測定したところ、Ｄ５０の値は１５０ｎｍであった。

[0131] 上記準備した酸化セリウムスラリーと、水溶性化合物Ａ－１と、高分子化合物Ｂ－１と、純水と、を混合し混合液を得た後、得られた混合液に塩基性

ｐＨ調整剤１を添加して、ｐＨを５．７に調整した。これにより実施例１の研磨液を得た。なお、各成分は、研磨液の全質量を基準とした含有量（単位：質量％）及びｐＨ調整剤の含有量（単位：ｍｏｌ／ｋｇ）が表１に示す値となるように配合した。また、研磨液のｐＨは、下記に従って測定した。

・測定器：ｐＨメータ（横河電機株式会社製、商品名：Ｍｏｄｅｌ　ＰＨ８１）

・測定方法：フタル酸塩ｐＨ緩衝液（ｐＨ：４．０１）と、中性リン酸塩ｐＨ緩衝液（ｐＨ：６．８６）とを標準緩衝液として用いてｐＨメータを２点校正した後、ｐＨメータの電極を研磨液に入れて、２５℃で２分以上経過して安定した後の値を測定した。このとき、標準緩衝液及び研磨液の液温は共に２５℃とした。

[0132]（実施例２）

水溶性化合物Ａ－１に代えて水溶性化合物Ａ－２を用いたこと以外は、実施例１と同様にして、実施例２の研磨液を調製した。

[0133]（実施例３～１２及び比較例１～２）

水溶性化合物Ａ－１に代えて水溶性化合物Ａ－３を用いたこと、並びに、研磨液中の各成分の含有量が表１～表３に示す値となるように、各成分の配合量を調整したこと以外は、実施例１と同様にして、実施例３～１２及び比較例１～２の研磨液を調製した。

[0134]（実施例１３）

水溶性化合物Ａ－１に代えて水溶性化合物Ａ－３を用いたこと、塩基性ｐＨ調整剤１に代えて塩基性ｐＨ調整剤２を用いたこと、並びに、研磨液中の各成分の含有量が表２に示す値となるように、各成分の配合量を調整したこと以外は、実施例１と同様にして、実施例１３の研磨液を調製した。

[0135]（比較例３）

水溶性化合物Ａ－１を用いなかったこと、並びに、研磨液中の各成分の含有量が表３に示す値となるように、各成分の配合量を調整したこと以外は、実施例１と同様にして、比較例３の研磨液を調製した。

[0136] ＜評価＞

（研磨選択性評価）

研磨装置（ＡＰＰＬＩＥＤ　ＭＡＴＥＲＩＡＬＳ社製、商品名：Ｍｉｒｒａ）を用いて第１の評価用試験ウエハ及び第２の評価用試験ウエハをそれぞれ研磨した。具体的には、まず、基板取り付け用の吸着パッドを貼り付けたホルダーに評価用試験ウエハをセットした。次いで、研磨装置の研磨定盤に、多孔質ウレタン樹脂製の研磨布（ローム・アンド・ハース・ジャパン株式会社製、型番：ＩＣ１０００）を貼り付けた。被研磨膜である絶縁膜（酸化珪素膜）又はポリシリコン膜が配置された面を下にして上記ホルダーを研磨定盤上に載せ、加工荷重を３．６ｐｓｉ（約２５ｋＰａ）に設定した。次いで、上記研磨定盤上に上記ＣＭＰ研磨液を２００ｍＬ／ｍｉｎの速度で滴下しながら、研磨定盤と評価用試験ウエハとをそれぞれ９３ｍｉｎ$^{-1}$、８７ｍｉｎ$^{-1}$で回転させて、評価用試験ウエハを６０秒間研磨した。研磨後のウエハは、純水でよく洗浄した後、乾燥させた。

[0137] 光干渉式膜厚装置（大日本スクリーン製造株式会社製、商品名：ＲＥ－３０００）を用いて、研磨前後の酸化珪素膜及びポリシリコン膜の膜厚を測定し、膜厚変化量の平均値を研磨時間で除算することにより、ブランケットウエハにおける酸化珪素膜及びポリシリコン膜の研磨速度（単位：ｎｍ／ｍｉｎ）を算出した。得られた研磨速度から、ポリシリコン膜の研磨速度に対する酸化ケイ素膜の研磨速度の比ｒ（酸化ケイ素膜の研磨速度／ポリシリコン膜の研磨速度）を求めた。

[0138] 下記の評価基準に基づき、研磨速度比ｒを評価した。評価がＡ又はＢである場合に研磨速度比に優れると評価される。結果を表１～表３に示す。

Ａ：ｒ＞５０

Ｂ：１０≦ｒ≦５０

Ｃ：ｒ＜１０

[0139] （凹み欠陥評価）

光学顕微鏡（オリンパス製、商品名：ＤＳＸ－５１０）を用いて、×２０

倍対物レンズ設定で、研磨速度評価で得られた研磨後の第２の評価用試験ウエハの中央部を５箇所撮影した。そして撮影した１画像当りの凹み欠陥の数をカウントし、５画像の平均値を凹み欠陥数（単位：個／視野）として求めた。

[0140] 下記の評価基準に基づき、凹み欠陥の抑制効果を評価した。評価がＡ又はＢである場合に凹み欠陥の抑制効果に優れると評価される。結果を表１～表３。また、一例として、実施例５の凹み欠陥観測画像及び比較例１の凹み欠陥観測画像を図２及び図３に示す。

Ａ：凹み欠陥数≦１０個

Ｂ：１０個＜凹み欠陥数＜２１個

Ｃ：凹み欠陥数≧２１個

[0141]（ディッシング評価）

凸部／凹部の横幅が５０ｕｍ／５０ｕｍであるレイアウト部における凸部のポリシリコンが露出するまで研磨したこと以外は、研磨速度評価における第１の評価用試験ウエハ及び第２の評価用試験ウエハの研磨と同様にして、第３の評価用試験ウエハを研磨した。

[0142] 触針式段差測定装置（ＫＬＡ－Ｔｅｎｃｏｒ製、商品名：Ｐ１６）を用いて、研磨後の第３の評価用試験ウエハの中心部の、凸部／凹部の横幅が５０ｕｍ／５０ｕｍであるレイアウト部における凹部の凹み量（ディッシング量、単位：ｎｍ）を測定した。

[0143] 下記の評価基準に基づき、ディッシングの抑制効果を評価した。評価がＡ又はＢである場合にディッシングの抑制効果に優れると評価される。結果を表１～表３に示す。

Ａ：ディッシング量≦３０ｎｍ

Ｂ：３０ｎｍ＜ディッシング量＜４１ｎｍ

Ｃ：ディッシング量≧４１ｎｍ

[0144]

[表1]

組成	単位	実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	実施例5	実施例6	実施例7
酸化セリウム	質量%	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
水溶性化合物A-1	質量%	0.05	−	−	−	−	−	−
水溶性化合物A-2	質量%	−	0.05	−	−	−	−	−
水溶性化合物A-3	質量%	−	−	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10
高分子化合物B-1	質量%	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.15	0.15
高分子化合物B-2	質量%	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01
塩基性pH調整剤1	質量%	0.011	0.011	0.013	0.011	0.0075	0.0057	0.004
	mol/kg	6.46×10^{-3}	6.46×10^{-3}	7.63×10^{-3}	6.46×10^{-3}	4.40×10^{-3}	3.35×10^{-3}	2.35×10^{-3}
塩基性pH調整剤2	質量%	−	−	−	−	−	−	−
	mol/kg	−	−	−	−	−	−	−
研磨液のpH		5.7	5.7	6.0	5.7	5.3	5.5	5.3
研磨速度比R		A	A	A	B	B	A	A
凹み欠陥		B	B	B	B	A	A	A
ディッシング		B	B	C	B	A	B	A

[0145] [表2]

組成	単位	実施例8	実施例9	実施例10	実施例11	実施例12	実施例13
酸化セリウム	質量%	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
水溶性化合物A-1	質量%	−	−	−	−	−	−
水溶性化合物A-2	質量%	−	−	−	−	−	−
水溶性化合物A-3	質量%	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10
高分子化合物B-1	質量%	0.10	0.10	0.10	0.05	0.05	0.10
高分子化合物B-2	質量%	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01
塩基性pH調整剤1	質量%	0.0055	0.004	0.0013	0.002	0.0003	−
	mol/kg	3.23×10^{-3}	2.35×10^{-3}	7.63×10^{-4}	1.17×10^{-3}	1.76×10^{-4}	−
塩基性pH調整剤2	質量%	−	−	−	−	−	0.0029
	mol/kg	−	−	−	−	−	4.26×10^{-4}
研磨液のpH		5.7	6.0	5.0	5.7	5.0	5.0
研磨速度比R		A	A	A	A	A	A
凹み欠陥		A	A	A	A	A	A
ディッシング		C	C	A	C	A	A

[0146] [表3]

組成	単位	比較例1	比較例2	比較例3
酸化セリウム	質量%	1.0	1.0	1.0
水溶性化合物A-1	質量%	−	−	−
水溶性化合物A-2	質量%	−	−	−
水溶性化合物A-3	質量%	0.10	0.10	−
高分子化合物B-1	質量%	0.30	0.30	0.10
高分子化合物B-2	質量%	0.01	0.01	0.01
塩基性pH調整剤1	質量%	0.04	0.023	0.0013
	mol/kg	2.35×10^{-2}	1.35×10^{-2}	7.63×10^{-4}
塩基性pH調整剤2	質量%	−	−	−
	mol/kg	−	−	−
研磨液のpH		6.5	6.0	5.0
研磨速度比R		A	B	C
凹み欠陥		C	C	A
ディッシング		C	B	−

[0147] 表１～表３、並びに、図２及び図３に示すように、セリウムを含む砥粒と

、水溶性化合物Ａと、高分子化合物Ｂと、を含有する研磨液において、塩基性ｐＨ調整剤の含有量を１．３×１０$^{-2}$ｍｏｌ／ｋｇ未満とすることにより、ストッパ材料の研磨速度に対する絶縁材料の研磨速度の比に優れるとともに、ストッパの凹み欠陥の発生を抑制することができることが確認された。

[0148] 図４は、実施例及び比較例の研磨液における、ｐＨと高分子化合物Ｂの含有量の関係を示すグラフである。図４に示すグラフのｘ軸は研磨液のｐＨを示し、ｙ軸は高分子化合物Ｂの含有量（単位：質量％）を示す。表１～表３、及び、図４に示すように、研磨液のｐＨ（ｘ）と高分子化合物の含有量（ｙ）とが、ｙ≧０．３３ｘ－１．７の関係を満たす研磨液において、ディッシングの抑制効果が得られることが確認された。

符号の説明

[0149] １…基板、２…ストッパ、３…絶縁部、１００…基体。

請求の範囲

[請求項1] 基板と、前記基板の一方面上に設けられたストッパと、前記ストッパの前記基板とは反対側の面上に設けられた絶縁部と、を備える基体の、前記絶縁部の一部をＣＭＰによって除去し、前記ストッパを露出させるために用いられる研磨液であって、

セリウムを含む砥粒と、非イオン性の水溶性化合物Ａと、カルボン酸基及びカルボン酸塩基からなる群より選ばれる少なくとも一種を有する高分子化合物Ｂと、場合により含有される塩基性ｐＨ調整剤と、水と、を含有し、

前記塩基性ｐＨ調整剤の含有量は、前記研磨液の全質量を基準として、１．３×１０$^{-2}$ｍｏｌ／ｋｇ未満である、研磨液。

[請求項2] 前記砥粒は酸化セリウムを含む、請求項１に記載の研磨液。

[請求項3] 前記研磨液のｐＨは６．０以下である、請求項１又は２に記載の研磨液。

[請求項4] 前記研磨液のｐＨは５．０以上である、請求項１～３のいずれか一項に記載の研磨液。

[請求項5] 前記高分子化合物Ｂの含有量は、前記研磨液の全質量を基準として、０．３５質量％以下である、請求項１～４のいずれか一項に記載の研磨液。

[請求項6] 前記高分子化合物Ｂの含有量は、前記研磨液の全質量を基準として、０．０５質量％以上である、請求項１～５のいずれか一項に記載の研磨液。

[請求項7] 前記研磨液のｐＨをｘとし、研磨液の全質量を基準とした前記高分子化合物Ｂの含有量をｙとした場合、ｙ≧０．３３ｘ－１．７の関係を満たす、請求項１～６のいずれか一項に記載の研磨液。

[請求項8] 前記水溶性化合物Ａの含有量は、前記研磨液の全質量を基準として、０．００５～０．３質量％である、請求項１～７のいずれか一項に記載の研磨液。

[請求項9] 前記塩基性ｐＨ調整剤の含有量は、前記研磨液の全質量を基準として、５．０×１０$^{-3}$ｍｏｌ／ｋｇ未満である、請求項１～８のいずれか一項に記載の研磨液。

[請求項10] 前記砥粒の含有量は、前記研磨液の全質量を基準として、０．２～５質量％である、請求項１～９のいずれか一項に記載の研磨液。

[請求項11] 有機酸及び有機酸塩からなる群より選ばれる少なくとも一種の有機酸成分を更に含有する、請求項１～１０のいずれか一項に記載の研磨液。

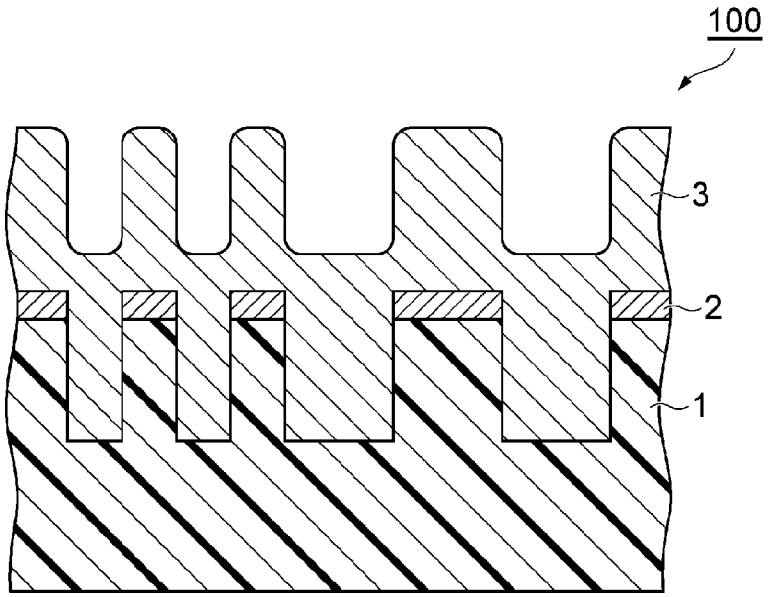
[請求項12] 前記ストッパは、ポリシリコン、アモルファスシリコン及び単結晶シリコンからなる群より選ばれる少なくとも一種のストッパ材料を含む、請求項１～１１のいずれか一項に記載の研磨液。

[請求項13] 請求項１～１２のいずれか一項に記載の研磨液の構成成分が第１の液と第２の液とに分けて保存され、前記第１の液が前記砥粒及び水を含み、前記第２の液が前記水溶性化合物Ａ、前記高分子化合物Ｂ及び水を含む、研磨液セット。

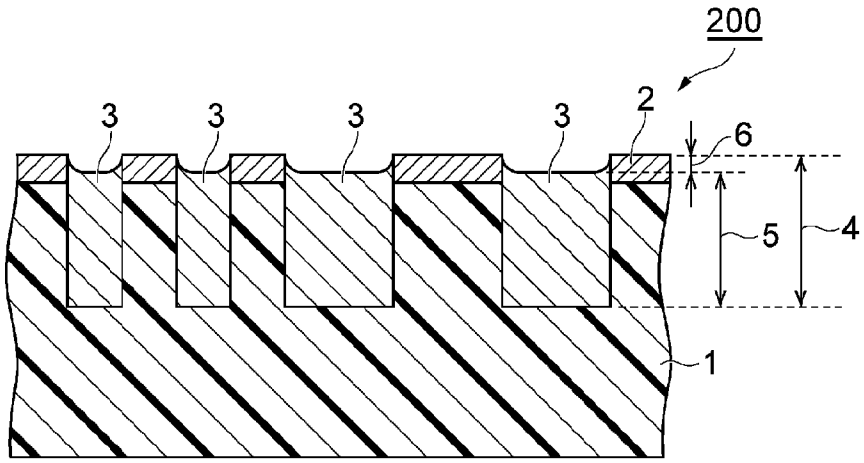
[請求項14] 請求項１～１２のいずれか一項に記載の研磨液、又は、請求項１３に記載の研磨液セットにおける前記第１の液と前記第２の液とを混合して得られる研磨液を用いて、前記基体の前記絶縁部の一部をＣＭＰによって除去し、前記ストッパを露出させる工程を備える、研磨方法。

[図1]

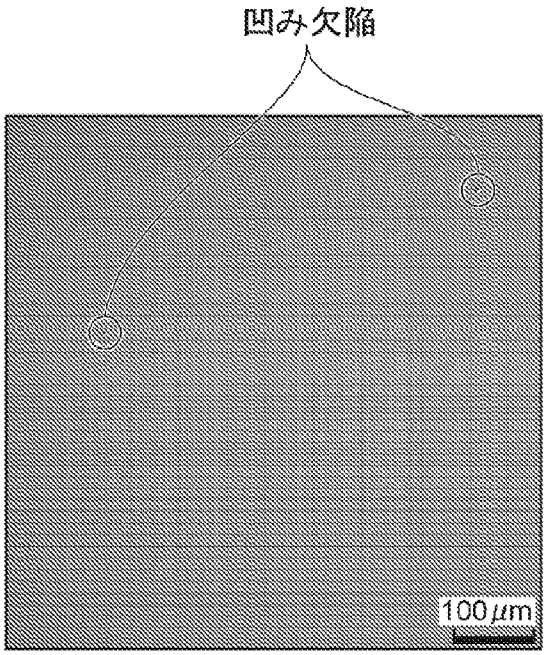
(A)



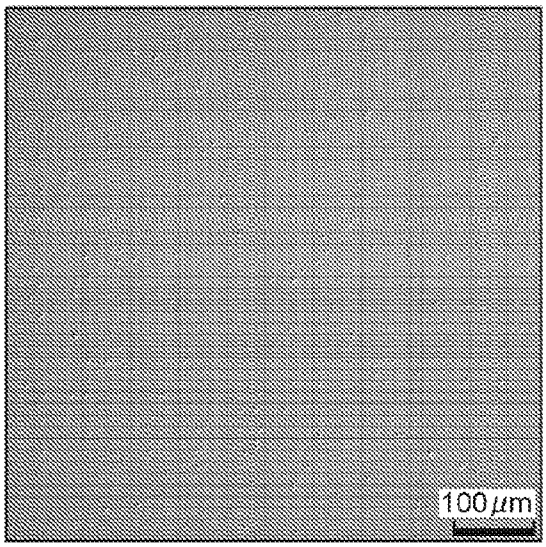
(B)



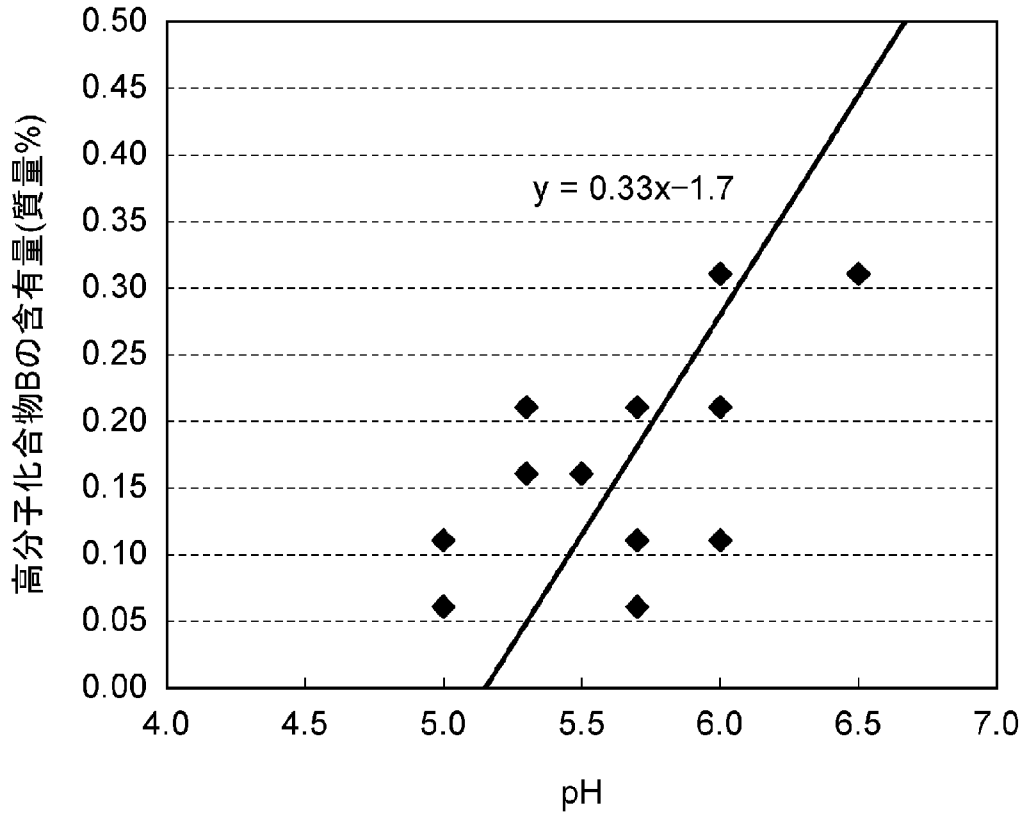
[図2]



[図3]



[図4]


0.50
0.45
0.40
0.35
0.30
0.25
0.20
0.15
0.10
0.05
0.00
y = 0.33x−1.7
高分子化合物Bの含有量(質量%)
4.0
4.5
5.0
5.5
6.0
6.5
7.0
pH

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2017/029288

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
H01L21/304(2006.01)i, *C09K3/14*(2006.01)i

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

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
H01L21/304, C09K3/14

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

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2017
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2017	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2017

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

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X Y	JP 2011-181946 A (Hitachi Chemical Co., Ltd.), 15 September 2011 (15.09.2011), paragraphs [0004], [0041] to [0081]; table 1 & US 2007/0218811 A1 & WO 2006/035771 A1 paragraphs [0004], [0041] to [0081]; table 1 & KR 10-2007-0044065 A & CN 101023512 A & TW 200621958 A	1-12 13-14
Y A	JP 2017-110177 A (Hitachi Chemical Co., Ltd.), 22 June 2017 (22.06.2017), paragraphs [0024] to [0070] (Family: none)	13-14 1-12
A	JP 2017-110219 A (Hitachi Chemical Co., Ltd.), 22 June 2017 (22.06.2017), paragraphs [0026] to [0092] (Family: none)	1-14

☒ 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
19 October 2017 (19.10.17)	31 October 2017 (31.10.17)

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/JP2017/029288

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2013-74036 A (Toshiba Corp.), 22 April 2013 (22.04.2013), paragraph [0016] & US 2013/0078784 A1 paragraph [0017]	1-14

国際調査報告

国際出願番号　ＰＣＴ／ＪＰ２０１７／０２９２８８

Ａ．　発明の属する分野の分類（国際特許分類（ＩＰＣ））

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

Ｂ．　調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（ＩＰＣ））

Int.Cl.　H01L21/304, C09K3/14

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	１９２２－１９９６年
日本国公開実用新案公報	１９７１－２０１７年
日本国実用新案登録公報	１９９６－２０１７年
日本国登録実用新案公報	１９９４－２０１７年

国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

Ｃ．　関連すると認められる文献

引用文献のカテゴリー＊	引用文献名　及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する請求項の番号
X Y	JP 2011-181946 A（日立化成工業株式会社）2011.09.15, 段落００００４，００４１－００８１、表１ & US 2007/0218811 A1 & WO 2006/035771 A1, 段落０００４，００４１－００８１、ＴＡＢＬＥ１ & KR 10-2007-0044065 A & CN 101023512 A & TW 200621958 A	1-12 13-14
Y A	JP 2017-110177 A（日立化成株式会社）2017.06.22, 段落００２４－００７０（ファミリーなし）	13-14 1-12

☑　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	国際調査報告の発送日
１９．１０．２０１７	３１．１０．２０１７

国際調査機関の名称及びあて先
日本国特許庁（ＩＳＡ／ＪＰ）
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）　５Ｏ　３５６６
儀同　孝信
電話番号　０３－３５８１－１１０１　内線　３５５９

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
A	JP 2017-110219 A（日立化成株式会社）2017.06.22，段落００２６－００９２（ファミリーなし）	1-14
A	JP 2013-74036 A（株式会社東芝）2013.04.22，段落００１６ & US 2013/0078784 A1，段落００１７	1-14