

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局



(43) 国際公開日
2005 年 2 月 24 日 (24.02.2005)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 2005/017989 A1

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

(21) 国際出願番号: PCT/JP2004/011549

(22) 国際出願日: 2004 年 8 月 11 日 (11.08.2004)

(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2003-293438 2003 年 8 月 14 日 (14.08.2003) JP

(71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 日立化成工業株式会社 (HITACHI CHEMICAL CO., LTD.)
[JP/JP]; 〒1630449 東京都新宿区西新宿二丁目 1 番 1 号 Tokyo (JP).

(72) 発明者; および

(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 茅根 環司 (CHI-NONE, Kanshi) [JP/JP].

(74) 代理人: 三好 秀和 (MIYOSHI, Hidekazu); 〒1050001 東京都港区虎ノ門 1 丁目 2 番 3 号 虎ノ門第 1 ビル 9 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, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

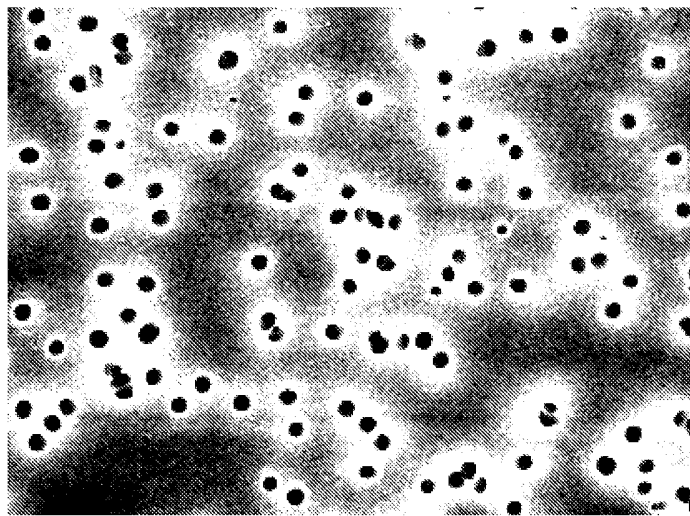
(84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ユーロッパ (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:
— 国際調査報告書

2 文字コード及び他の略語については、定期発行される各 PCT ガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

(54) Title: ABRASIVE COMPOUND FOR SEMICONDUCTOR PLANARIZATION

(54) 発明の名称: 半導体平坦化用研磨剤



(57) Abstract: An abrasive compound for semiconductor planarization containing cerium oxide particles and water is disclosed wherein the content of coarse cerium oxide particles not less than 3 μm in the solid is not more than 500 ppm (in weight), preferably not more than 100 ppm. More preferably, D99 of the cerium oxide particles (99 volume% of the entire particles in the abrasive compound) is not more than 1 μm . This abrasive compound enables to reduce scratches and is capable of precisely polishing the surface of a semiconductor substrate at high speed during the wiring step in semiconductor device production.

(57) 要約: 酸化セリウム粒子及び水を含み、3 μm 以上の粗大酸化セリウム粒子含有量が固体中の 500 ppm 以下 (重量比)、好ましくは 100 ppm 以下の研磨剤であって、より好ましくは、酸化セリウム粒子の D99 (研磨剤中の粒子全体

の 99 体積%) が 1 μm 以下である半導体平坦化用研磨剤。この研磨剤は、スクラッチの発生を低減し、半導体装置の配線形成工程における半導体基板表面を高速で精密に研磨可能である。

明 細 書

半導体平坦化用研磨剤

技術分野

[0001] 本発明は研磨剤に係るものであり、特に半導体平坦化用研磨剤に関する。

背景技術

[0002] 素材表面を精密に研磨加工することが必要な用例として光ディスク基板、磁気ディスク、フラットパネルディスプレイ用ガラス基板、時計板、カメラレンズ、光学部品用の各種レンズに用いられるガラス素材やフィルタ類などの結晶素材、半導体用のシリコンウエハ等の基板、半導体デバイス製造の各工程において形成された絶縁膜、金属層、バリア層等がある。これらの素材表面は高精度に研磨することが要求される。このために例えばシリカ、酸化ジルコニウム、アルミナ等を単独で又は二種類以上を組み合わせて研磨粒子として用いる研磨剤が一般的に用いられている。研磨剤の形態としては、例えば研磨粒子を液体中に分散させてスラリー状にしたものや、研磨粒子を樹脂その他の結着剤とともに固めたもの、研磨粒子を繊維、樹脂、金属等の基材表面に微粒子のみで結着剤と共に、付着及び／又は固定したものを研磨剤として用いるのが一般的である。

[0003] 特にシリカ微粒子を研磨粒子として用いたシリカ研磨剤は被研磨面のスクラッチ発生などが少ないことから広く半導体集積回路(以下、半導体という。)の製造における配線形成等の精密研磨用研磨剤として普及しているが、研磨速度が遅いことから、近年、研磨速度が早い酸化セリウムを含む酸化セリウム研磨剤が注目されている(例えば、日本特開2000-26840号公報、日本特開平2-371267号公報参照。)。しかし、酸化セリウム研磨剤はシリカ研磨剤と比較してスクラッチが多いという課題がある。

[0004] 酸化セリウム研磨剤は、古くからガラス研磨用に用いられてきたが、半導体平坦化に適用するためには不純物混入を極力避ける必要があった。そこで、希土類原料を一旦精製し、セリウム塩を経由して、高純度の酸化セリウムを得ている。セリウム塩としては炭酸セリウム、蓚酸セリウム、硝酸セリウム等が用いられる。これらのセリウム塩を

仮焼、粉碎した酸化セリウムを分散して、半導体平坦化用研磨剤が製造されていた。

[0005] 研磨の過程で生ずるスクラッチは研磨剤粒子径との関連があると推定されていたが、定量的な評価結果はあまり得られていない。シリカ研磨剤の場合、製造工程中フィルタを使用し、粗大粒子を除去するとスクラッチが低減されているとされている。この場合、ろ過後の研磨剤物性とスクラッチとの関係は明らかでない。

[0006] 酸化セリウム研磨剤はシリカ研磨剤よりも平均粒子径が大きく、粗大粒子の含有量も多いと考えられるが、高感度の測定技術が確立されていないため、測定結果の信頼性が不十分であった。そのため、粗大粒子とスクラッチとの関係は概念的に理解されていたにとどまり、有効な具体策に乏しい状況であった。

[0007] 例えば、日本特開平10-154673号公報の段落番号(0020)にはレーザ回折式粒度分布計で粒子の最大粒子径を測定し、1 μ m以上のものが含まれないと記載されている。従来は、このようにMaster Sizer(マルバーン インストルメンツ社製商品名)等のレーザ回折式粒度分布計で測定して粒子の最大粒子径を小さくすることによってスクラッチを防止していた。

[0008] しかし、前記粒度分布計で検出される最大粒子径を小さくしても限界があり、昨今の半導体の集積化への対応が困難であった。

[0009] そこで、本発明者が、その原因を鋭意検討したところ、前記粒度分布計による測定法では存在しないと思われていた3 μ m以上の粒子が、実は検出できないほどの微量ながら存在し、それらがスクラッチに影響を与えていることを見出した。

[0010] 一方で半導体の高集積化が進行し、配線等の加工寸法は100nmまで微細化している。加工が微細化するにつれてスクラッチ等の欠陥低減要求はますます強く、研磨速度、平坦化、スクラッチ低減のすべてを満たす研磨剤が要求されている。

発明の開示

[0011] 本発明の目的は適切な研磨速度を維持しつつ、スクラッチの発生を低減し、半導体表面を精密に研磨可能な半導体平坦化用研磨剤を提供することにある。

[0012] 本発明者は半導体平坦化用研磨剤によるスクラッチの低減を鋭意検討した結果、研磨剤に微量含まれる粗大粒子を除去することでスクラッチを減少させることができることを見出し、本発明に至った。

[0013] 本発明の半導体平坦化用研磨剤は、酸化セリウム粒子及び水を含み、粒径 $3\mu\text{m}$ 以上の酸化セリウム粒子含有量が固体中の500ppm以下であることを特徴とする。

[0014] さらに、分散剤を含むことが好ましい。

[0015] さらにまた、酸化セリウム粒子全体の99体積%が粒径 $1\mu\text{m}$ 以下であることが好ましい。

[0016] 本発明により、配線形成工程における半導体表面を高速で研磨でき、かつ、平坦性良好でスクラッチを低減することが可能となる。

図面の簡単な説明

[0017] [図1]図1は、本発明の実施例で粗大粒子含有量の測定に使用した、レーザ加工で穿孔したフィルム(一層)タイプの分析用フィルタの表面拡大写真の一例である。

発明を実施するための最良の形態

[0018] 以下、本発明の実施の形態を詳細に説明する。

[0019] 本発明の半導体平坦化用研磨剤(以下、研磨剤ともいう。)は、酸化セリウム粒子及び水を含むことを特徴とする。

[0020] TEOS-CVD法等で形成される酸化珪素膜の研磨に使用する酸化セリウム研磨剤は、一次粒子径が大きく、かつ結晶ひずみが少ないほど、すなわち結晶性がよいほど高速研磨が可能であるが、研磨傷が入りやすい傾向がある。そこで、本発明で用いる酸化セリウム粒子は、その製造方法を限定するものではないが、酸化セリウム一次粒子径の平均値は5nm以上300nm以下であることが好ましい。ここで一次粒子とは、SEM(走査型電子顕微鏡)で測定して観察される、粒界に囲まれた結晶子に相当する粒子のことをいう。

[0021] 上記の方法により製造された酸化セリウム粒子は凝集しやすいため、機械的に粉碎することが好ましい。粉碎方法として、ジェットミル等による乾式粉碎や遊星ビーズミル等による湿式粉碎方法が好ましい。ジェットミルは例えば化学工業論文集第6巻第5号(1980)527～532頁に説明されている。

[0022] 本発明の研磨剤は、前記酸化セリウム粒子、分散剤及び水を含む組成であるのが好ましい。例えば、上記方法にて作製した酸化セリウム粒子、分散剤を含んでなる組成物を水に分散させることによって得られる。

- [0023] 酸化セリウム粒子の濃度に制限はないが、分散液状の研磨剤の取り扱いやすさから、0.5重量%以上20重量%以下の範囲が好ましく、1重量%以上10重量%以下の範囲がより好ましく、1.5重量%以上5重量%以下の範囲が特に好ましい。
- [0024] 分散剤としては、半導体素子研磨に使用することからナトリウムイオン、カリウムイオン等のアルカリ金属およびハロゲン、イオウの含有率を10ppm以下に抑えることが好ましいので、例えば、共重合成分としてのアクリル酸アンモニウム塩を含む高分子分散剤が好ましい。
- [0025] 分散剤添加量は、研磨剤中の粒子の分散性および沈降防止、さらに研磨傷(スクラッチ)と分散剤添加量との関係から酸化セリウム粒子100重量部に対して、0.01重量部以上5.0重量部以下の範囲が好ましい。
- [0026] 分散剤の重量平均分子量は100～50,000が好ましく、1,000～10,000がより好ましい。分散剤の分子量が100未満の場合は、酸化珪素膜あるいは窒化珪素膜を研磨するときに、十分な研磨速度が得られにくく、分散剤の分子量が50,000を超えた場合は、粘度が高くなり、研磨剤の保存安定性が低下する傾向があるためである。なお、本発明において、重量平均分子量は、ゲルパーミエーションクロマトグラフィーで測定し、標準ポリスチレン換算した値である。
- [0027] これらの酸化セリウム粒子を水中に分散させる方法としては、通常の攪拌機による分散処理のほかにホモジナイザー、超音波分散機、湿式ボールミルなどを用いることができる。
- [0028] こうして作製された本発明の研磨剤中の酸化セリウム粒子の二次粒子径は粒径分布を持つため、酸化セリウム粒子の全体の99体積%(以下、D99という。)が粒径1.0 μ m以下であることが好ましい。D99が1.0 μ mを超えるとスクラッチ発生が多くなる。
- [0029] 前記酸化セリウム粒子の二次粒子径の中央値(以下、D50ともいう。)は、0.03～0.5 μ mであることが好ましく、0.05～0.3 μ mであることがより好ましい。二次粒子径の中央値が0.03 μ m未満であると研磨速度が低くなる傾向があり、0.5 μ mを超えると被研磨膜表面に研磨傷が生じやすくなるからである。研磨剤中の酸化セリウム粒子の二次粒子径の中央値(D50)および上記D99は、光散乱法、例えば、粒度分

布計(例えば、マルバーン インストルメンツ社製、マスターサイザー マイクロ・プラス)で測定することができる。

[0030] 研磨剤中の固体全体に占める粒径 $3\mu\text{m}$ 以上の粗大粒子含有量は少ないことが好ましい。前記 $3\mu\text{m}$ 以上の粗大粒子とは、本発明では孔径 $3\mu\text{m}$ のフィルタでろ過することで捕捉される粒子をいう。本発明では、研磨剤中の固体全体に占める粒径 $3\mu\text{m}$ 以上の粒子含有量が重量比で500ppm以下である必要があり、これによりスクラッチ低減効果が明らかである。固体全体に占める $3\mu\text{m}$ 以上の粒子含有量が200ppm以下の場合スクラッチ低減効果が大きく、より好ましい。固体全体に占める $3\mu\text{m}$ 以上の粒子含有量が100ppm以下の場合にはスクラッチ低減効果が最も大きく、さらに好ましい。

[0031] $3\mu\text{m}$ 以上の粗大粒子含有量は、孔径 $3\mu\text{m}$ のフィルタでろ過することで捕捉される粒子を重量測定で求めることができる。研磨剤中の固体全体の含有量は、別途、研磨剤を乾燥させて測定しておく。例えば、10gの研磨剤を 150°C で1時間乾燥させた残りを重量測定して固体濃度を得る。そして、孔径 $3\mu\text{m}$ のフィルタでのろ過に用いる研磨剤の質量に前記固体濃度を乗じて、固体全体の含有量を得られる。孔径 $3\mu\text{m}$ のフィルタは、レーザ加工により穴をあけられた、フィルム(一層)タイプの分析用フィルタが好ましい。図1に、このようなフィルタの表面拡大写真の一例を示す。市販品では、ワットマン社製サイクロポア トラック エッチ メンブランフィルタ等が例示される。このような分析用フィルタは、孔径サイズが正確で、かつ、分布も一定なため、粒子サイズによる正確な分離が可能である。フィルタ上に補足された粒子を、光学顕微鏡または電子顕微鏡を用いて、観察するのに適している。

[0032] 粗大粒子含有量を低減する手段としては、ろ過、分級が可能であり、これに限定されるものではない。粗大粒子低減用のろ過には、量産用フィルタが好ましい。量産用フィルタは、多層構造であり、フィルタ外側から内側にかけて連続的に孔を小さくすることで面積と寿命を稼ぎ、多量の研磨剤をろ過することができる。但し、孔はレーザ加工ではなく、フィルタ繊維が重なることで形成される。この繊維の太さと密度を変えて捕捉粒径を変えることができるが、繊維同士は固定されていないため、孔が広がって粒子が抜ける場合があり、粒径による正確な粒子の分離は困難である。このため、3

μm より小さい孔径の量産用フィルタに研磨剤を通して、その後、孔径 $3\mu\text{m}$ の分析用フィルタでろ過した際に $3\mu\text{m}$ 以上の粒子が捕捉される場合がある。

[0033] 例えばこのような量産用フィルタで複数回ろ過したり、量産用フィルタの孔径を小さくしたりすることにより、粗大粒子含有率を減少させることができる。

[0034] また、研磨剤には、平坦性、分散性を更に向上させる高分子添加剤を加えることができる。以下限定されるわけではないが、例えばアクリル酸エステル誘導体、アクリル酸、アクリル酸塩等のポリマーを加えることができる。高分子添加剤の添加量は、特に限定されないが、酸化セリウム粒子100重量部に対して、5重量部以上20重量部以下が好ましい。高分子添加剤の重量平均分子量は100～50,000が好ましく、1,000～10,000がより好ましい。分子量が100未満の場合は、酸化珪素膜あるいは窒化珪素膜を研磨するときに、十分な研磨速度が得られにくく、分子量が50,000を超えた場合は、粘度が高くなり、研磨剤の保存安定性が低下する傾向があるためである。

[0035] 研磨剤のpHは、3以上9以下であることが好ましく、5以上8以下であることがより好ましい。pHが3より小さいと化学的作用力が小さくなり、研磨速度が低下する傾向がある。pHが9より大きいと化学的作用が強すぎ被研磨面が皿状に溶解（ディッシング）するおそれがある。pHは、pHメータ（例えば、横河電機株式会社製の Model PH 81）で測定した。標準緩衝液（フタル酸塩pH緩衝液pH:4.21(25℃)、中性りん酸塩pH緩衝液pH6.86(25℃)）を用いて、2点校正した後、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できる。

[0036] 本発明の研磨剤は、例えば、酸化セリウム粒子、分散剤、高分子添加剤及び水から構成される一液式研磨剤として調製することもでき、また、酸化セリウム粒子、分散剤及び水からなる酸化セリウムスラリーと、高分子添加剤及び水からなる添加液とを分けた二液式研磨剤として調製することもできる。いずれの場合も、安定した特性を得ることができる。

[0037] 酸化セリウムスラリーと添加液とを分けた二液式研磨剤として保存する場合、これら二液の配合を任意に変えられることにより平坦化特性と研磨速度の調整が可能となる。二液式の場合、添加液と酸化セリウムスラリーとを別々の配管で任意の流量で送

液し、これらの配管を合流させて、すなわち供給配管出口の直前で両者を混合して、研磨定盤上に供給する方法(直前混合方式)か、予め任意の割合で両者を容器内で混合してから供給する方法(事前混合方式)がとられる。

[0038] 本発明の研磨剤は、基体に形成されている被研磨膜と、研磨布との間に研磨液を供給しながら、基体を研磨布に押しあて加圧し、被研磨膜と研磨布とを相対的に動かして被研磨膜を平坦に研磨する研磨に使用できる。

[0039] 基体として、例えば半導体装置の形成工程に関する基板、具体的には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、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、無機絶縁層が形成された基板などが挙げられる。そして、被研磨膜は、前記無機絶縁層、例えば酸化珪素膜層あるいは窒化珪素膜層及び酸化珪素膜層等が挙げられる。

[0040] (実施例1)

以下、本発明を、実施例を挙げて具体的に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

[0041] 市販の炭酸セリウム約6kgをアルミナ製容器に入れ、800℃、空气中で2時間焼成することにより黄白色の粉末を約3kg得た。この粉末をX線回折法で相同定を行ったところ酸化セリウムであることを確認した。焼成粉末粒子径は30〜100 μm であった。さらに、得られた酸化セリウム粉末3kgを、ジェットミルを用いて乾式粉碎し、酸化セリウム粒子を得た。

[0042] 上記作製した酸化セリウム粒子1000gとポリアクリル酸アンモニウム塩水溶液(40重量%)80gと脱イオン水3920gを混合し、攪拌しながら超音波分散を10分間施した。得られた分散液を室温で20時間静置沈降させ、上澄みを採取した。この上澄み液を孔径1.0 μm の量産用フィルタ(フィルタ繊維が重なって孔を形成している)でろ過した後、再び1.0 μm の量産用フィルタでろ過し、脱イオン水を加えて固形分濃度を5%に調整して、半導体平坦化用研磨剤を作製した。

[0043] 得られた半導体平坦化用研磨剤の粒径をレーザ回折式粒度分布計(マルバーンインストルメンツ社製、マスターサイザー マイクロ・プラス)を用い、屈折率:1.9285、光源:He-Neレーザ、吸収0の条件で、半導体平坦化用研磨剤原液について測

定した結果、二次粒子径の中央値(D50)は190nm、D99は0.7 μ mであった。また、この測定では粒径3 μ m以上の粒子は検出されなかった。

[0044] 粗大粒子含有量を調べるために、得られた半導体平坦化用研磨剤を15倍希釈し、孔径3 μ mフィルタ(ワットマン社製サイクロポアトラックエッチメンブランフィルタ)で30gろ過した。ろ過後、フィルタを室温で乾燥させて、フィルタの重量を測定し、ろ過前後の重量増加分から3 μ m以上の粗大粒子量を求めた。別途、この研磨剤10gを150℃で1時間乾燥させて研磨剤中の固体濃度を算出した。その結果、3 μ m以上の粗大粒子量(重量比)は固体中450ppmであった。

[0045] また、上記半導体平坦化用研磨剤を脱イオン水で5倍に希釈し、以下の方法で研磨を行った。研磨速度は650nm/min、光学顕微鏡でウエハ表面を観察したところ、200mmウエハ全面にスクラッチは20個観察された。

[0046] [研磨試験方法]

研磨荷重:30kPa

研磨パッド:ロデール社製発泡ポリウレタン樹脂(IC-1000)

回転数:定盤75rpm、パッド75rpm

研磨剤供給速度:200mL/min

研磨対象物:P-TEOS成膜Siウエハ(200mm)

(実施例2)

実施例1で作製した酸化セリウム粒子1000gとポリアクリル酸アンモニウム塩水溶液(40重量%)80gと脱イオン水3920gを混合し、攪拌しながら超音波分散を10分間施した。得られた分散液を室温で100時間静置沈降させ、上澄みを採取した。この上澄み液を孔径0.7 μ mの量産用フィルタでろ過した後、再び0.7 μ mの量産用フィルタでろ過し、脱イオン水を加えて固形分濃度を5%に調整して、半導体平坦化用研磨剤を作製した。

[0047] 得られた半導体平坦化用研磨剤の粒径を、実施例1と同様にして測定した結果、二次粒子径の中央値(D50)は160nm、D99は0.5 μ mであり、粒径3 μ m以上の粒子は検出されなかった。

[0048] 粗大粒子含有量を調べるために、得られた半導体平坦化用研磨剤を実施例1と同

様にしてろ過前後の重量増加分から $3\mu\text{m}$ 以上の粗大粒子量を求めた。その結果、 $3\mu\text{m}$ 以上の粗大粒子量は固体中50ppmであった。

[0049] また、上記半導体平坦化用研磨剤を脱イオン水で5倍に希釈し、実施例1と同じ研磨試験方法で研磨を行った。研磨速度は $350\text{nm}/\text{min}$ 、光学顕微鏡でウエハ表面を観察したところ、200mmウエハ全面にスクラッチは10個観察された。

[0050] (比較例1)

実施例1と同じ方法で作製した酸化セリウム粒子1000gとポリアクリル酸アンモニウム塩水溶液(40重量%)80gと脱イオン水3920gを混合し、攪拌しながら超音波分散を10分間施した。得られた分散液を室温で4時間静置沈降させ、上澄みを採取した。この上澄み液を孔径 $10\mu\text{m}$ の量産用フィルタでろ過した後、脱イオン水を加えて固形分濃度を5%に調整して、半導体平坦化用研磨剤を作製した。

[0051] 得られた半導体平坦化用研磨剤の粒径を実施例1と同様にして測定した結果、二次粒子径の中央値(D50)は 240nm 、D99は $2.5\mu\text{m}$ であり、粒径 $3\mu\text{m}$ 以上の粒子は検出されなかった。

[0052] 粗大粒子含有量を調べるために、得られた半導体平坦化用研磨剤を実施例1と同様にしてろ過前後の重量増加分から $3\mu\text{m}$ 以上の粗大粒子量を求めた。その結果、 $3\mu\text{m}$ 以上の粗大粒子量は固体中1200ppmであった。

[0053] また、上記半導体平坦化用研磨剤を脱イオン水で5倍に希釈し、実施例1と同じ研磨試験方法で研磨を行った。研磨速度は $700\text{nm}/\text{min}$ 、光学顕微鏡でウエハ表面を観察したところ、200mmウエハ全面にスクラッチは100個観察された。

[0054] (比較例2)

実施例1と同じ方法で作製した酸化セリウム粒子1000gとポリアクリル酸アンモニウム塩水溶液(40重量%)80gと脱イオン水3920gを混合し、攪拌しながら超音波分散を10分間施した。得られた分散液を室温で4時間静置沈降させ、上澄みを採取した。この上澄み液に脱イオン水を加えて固形分濃度を5%に調整して、半導体平坦化用研磨剤を作製した。

[0055] 得られた半導体平坦化用研磨剤の粒径を実施例1と同様にして測定した結果、二次粒子径の中央値(D50)は 240nm 、D99は $2.5\mu\text{m}$ であった。

- [0056] 粗大粒子含有量を調べるために、得られた半導体平坦化用研磨剤を実施例1と同様にしてろ過前後の重量増加分から $3\mu\text{m}$ 以上の粗大粒子量を求めた。その結果、 $3\mu\text{m}$ 以上の粗大粒子量は固体中2500ppmであった。
- [0057] また、上記半導体平坦化用研磨剤を脱イオン水で5倍に希釈し、実施例1と同じ研磨試験方法で研磨を行った。研磨速度は $700\text{nm}/\text{min}$ 、光学顕微鏡でウエハ表面を観察したところ、200mmウエハ全面にスクラッチは100個観察された。
- [0058] 実施例及び比較例によれば、レーザ回折式粒度分布計では、比較例1の1200ppm(0.12%)以下の微量成分は検出できない一方、重量測定法では実施例2の50ppmの微量成分でも検出できる。これらの結果より、レーザ回折式粒度分布計よりも重量測定法の方が、粗大粒子の測定感度は高いと考えられる。

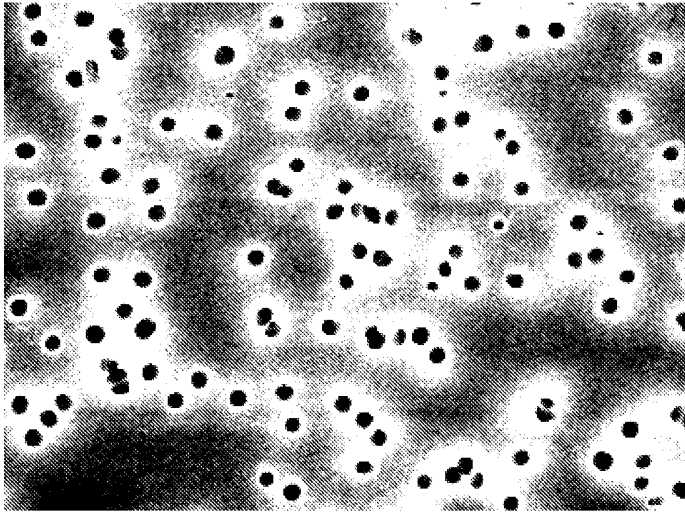
産業上の利用の可能性

- [0059] 本発明により、配線形成工程における半導体表面を高速で研磨でき、かつ、平坦性良好でスクラッチを低減することが可能となる。

請求の範囲

- [1] 酸化セリウム粒子及び水を含み、粒径 $3\mu\text{m}$ 以上の酸化セリウム粒子含有量が固体中の500ppm以下である半導体平坦化用研磨剤。
- [2] さらに分散剤を含む請求の範囲第1項記載の半導体平坦化用研磨剤。
- [3] 酸化セリウム粒子全体の99体積%が粒径 $1\mu\text{m}$ 以下である請求の範囲第1項または第2項記載の半導体平坦化用研磨剤。

[図1]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2004/011549

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl⁷ H01L21/304, B24B37/00, C09K3/14

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)

Int.Cl⁷ H01L21/304, B24B37/00, C09K3/14

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

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2004
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2004	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2004

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	JP 10-154673 A (Hitachi Chemical Co., Ltd.), 09 June, 1998 (09.06.98), Claims 1 to 3; page 4, left column, lines 20 to 23 & EP 0939431 A1	1-3
X	JP 2003-188122 A (Sanyo Chemical Industries, Ltd.), 04 July, 2003 (04.07.03), Claims 1, 2; Par. Nos. [0006], [0019], [0021], [0024] (Family: none)	1-3
A	JP 2003-171653 A (Hitachi Chemical Co., Ltd.), 20 June, 2003 (20.06.03), Claim 1 (Family: none)	1-3

☒ 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
08 November, 2004 (08.11.04)

Date of mailing of the international search report
22 November, 2004 (22.11.04)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2004/011549

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 2002-212544 A (Mitsui Mining & Smelting Co., Ltd.), 31 July, 2002 (31.07.02), Claim 1 (Family: none)	1-3

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁷ H01L 21/304, B24B 37/00, C09K 3/14

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. Cl⁷ H01L 21/304, B24B 37/00, C09K 3/14

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 1971-2004年
 日本国登録実用新案公報 1994-2004年
 日本国実用新案登録公報 1996-2004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 請求の範囲の番号
X	J P 10-154673 A (日立化成工業株式会社) 1998.06.09, 請求項1-請求項3, 第4頁左欄第20-23行 & E P 0939431 A1	1-3
X	J P 2003-188122 A (三洋化成工業株式会社) 2003.07.04, 請求項1, 請求項2, 【0006】, 【0019】, 【0021】, 【0024】 (ファミリーなし)	1-3
A	J P 2003-171653 A (日立化成工業株式会社) 2003.06.20, 請求項1 (ファミリーなし)	1-3

☒ 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

08.11.2004

国際調査報告の発送日

22.11.2004

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)

紀本 孝

3 P

8815

電話番号 03-3581-1101 内線 3363

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 請求の範囲の番号
A	J P 2002-212544 A (三井金属鉱業株式会社) 2002. 07. 31, 請求項1 (ファミリーなし)	1-3