(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
2008 年1 月24 日 (24.01.2008)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 2008/010499 A1

(51) 国際特許分類:
C09K 3/14 (2006.01) *B24B 37/04* (2006.01)
B24B 37/00 (2006.01) *H01L 21/304* (2006.01)

(21) 国際出願番号: PCT/JP2007/064124

(22) 国際出願日: 2007 年7 月11 日 (11.07.2007)

(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2006-195571 2006 年7 月18 日 (18.07.2006) JP

(71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): ＪＳＲ株式会社 (JSR CORPORATION) [JP/JP]; 〒1040045 東京都中央区築地五丁目６番１０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): 植野 富和 (UENO, Tomikazu) [JP/JP]; 〒1040045 東京都中央区築地五丁目６番１０号 ＪＳＲ株式会社内 Tokyo (JP). 池田 憲彦 (IKEDA, Norihiko) [JP/JP]; 〒1040045 東京都中央区築地五丁目６番１０号 ＪＳＲ株式会社内 Tokyo (JP). 目野 充 (MEMO, Mitsuru) [JP/JP]; 〒1040045 東京都中央区築地五丁目６番１０号 ＪＳＲ株式会社内 Tokyo (JP).

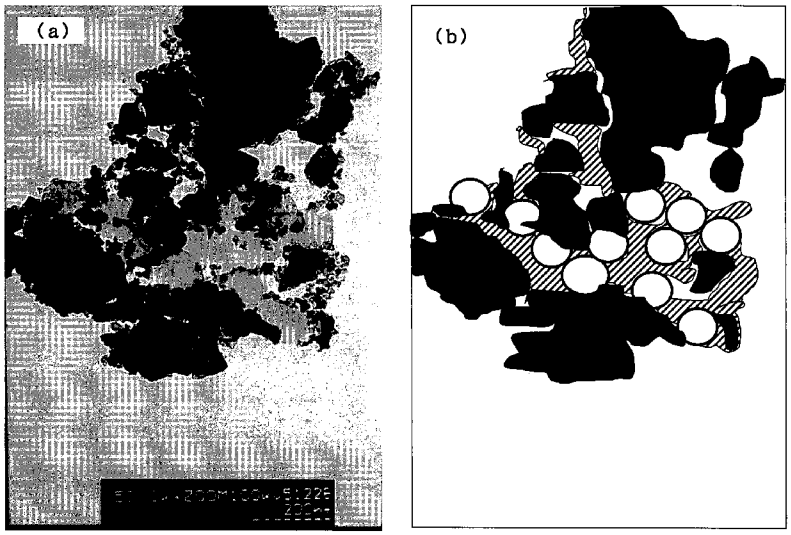
(74) 代理人: 大島 正孝 (OHSHIMA, Masataka); 〒1600022 東京都新宿区新宿１丁目１７番１１号 ＢＮ御苑ビル 大島特許事務所 Tokyo (JP).

(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, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, 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, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ,

[続葉有]

(54) **Title:** AQUEOUS DISPERSION FOR CHEMICAL MECHANICAL POLISHING, METHOD FOR PRODUCING THE SAME, AND CHEMICAL MECHANICAL POLISHING METHOD

(54) 発明の名称: 化学機械研磨用水系分散体、その製造方法および化学機械研磨方法



(57) **Abstract:** Disclosed is an aqueous dispersion for chemical mechanical polishing, which contains abrasive grains composed of 100 parts by weight of an inorganic particle (A) containing ceria, 5-100 parts by weight of a cationic organic polymer particle (B), and 5-120 parts by weight of an anionic water-soluble compound (C). The aqueous dispersion for chemical mechanical polishing is preferably produced by a method comprising a step for adding a second liquid containing 5-30% by weight of the anionic water-soluble compound (C) into a first liquid containing 0.1-10% by weight of the inorganic particle (A) containing ceria and 5-100 parts by weight of the cationic organic polymer particle (B) per 100 parts by weight of the inorganic particle (A).

(57) 要約: 本発明は、(A)セリアを含む無機粒子100重量部、(B)カチオン性有機重合体粒子5～100重量部および(C)アニオン性水溶性化合物5～120重量部からなる砥粒を含有する化学機械研磨用水系分散体

[続葉有]

WO 2008/010499 A1

OM, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SV, SY, 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, 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), ヨーロッパ (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MT, 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。

に関する。上記の化学機械研磨用水系分散体は、好ましくは(A)セリアを含む無機粒子0.1～10重量%および(A)無機粒子100重量部に対して5～100重量部の(B)カチオン性有機重合体粒子を含有する第一液に、(C)アニオン性水溶性化合物5～30重量%を含有する第二液を添加する工程を含む方法により製造される。

明 細 書

化学機械研磨用水系分散体、その製造方法および化学機械研磨方法

技術分野

本発明は、化学機械研磨用水系分散体、該水系分散体を製造するための方法および化学機械研磨方法に関する。更に詳しくは、半導体装置の製造工程における絶縁膜の化学機械研磨において特に有用な化学機械研磨用水系分散体、該水系分散体を製造するための方法および該水系分散体を用いた化学機械研磨方法に関する。

背景技術

半導体装置の集積度の向上、多層配線化等にともない、メモリデバイスの記憶容量は飛躍的に増大している。これは、加工技術の微細化の進歩に支えられたものであるが、多層配線化等にもかかわらず、チップサイズは大きくなり、微細化に伴い工程は増え、チップのコスト高を招いている。このような状況下、加工膜等の研磨に化学機械研磨の技術が導入され、広く採用されている。この化学機械研磨の技術を適用することにより、平坦化等、多くの微細化技術が具体化された。

そのような微細化技術としては、例えば、微細化素子分離（Ｓｈａｌｌｏｗ Ｔｒｅｎｃｈ Ｉｓｏｌａｔｉｏｎ）、いわゆるＳＴＩ技術が知られている。このＳＴＩ技術においては、ウェハ基板上に成膜した余分の絶縁層を除去するために化学機械研磨が行われている。この化学機械研磨工程においては、被研磨面の平坦性が重要であり、そのため種々の研磨剤が検討されている。

例えば特開平５－３２６４６９号公報および特開平９－２７０４０２号公報には、ＳＴＩの化学機械研磨工程において、研磨砥粒としてセリアを使用した水系分散体を用いることにより、研磨速度が速く、しかも比較的研磨傷の少ない被研磨面を得られることが開示されている。

近年、半導体素子の更なる多層化・高精細化が進むにつれ、半導体素子の歩留

まりおよびスループットの更なる向上が要求されるようになってきている。それに伴い、化学機械研磨工程後の被研磨面につき、実質的に研磨傷が発生せず、しかも高速な研磨が望まれるようになりつつある。

被研磨面の研磨傷の減少については、キトサン酢酸塩、ドデシルアミン、ポリビニルピロリドンといった界面活性剤が有効である旨の報告がある（例えば特開２０００－１０９８０９号公報、特開２００１－７０６１号公報および特開２００１－１８５５１４号公報）。しかし、これらの技術によると、研磨傷の減少には効果が見られるものの研磨速度が低下してしまい、スループットの向上はいまだ達成されていない。

本願出願人は、先に上記目的を達成する化学機械研磨用水系分散体として、セリアを含有する砥粒を１．５重量％以下の濃度で含有する水系分散体であって、該砥粒の平均分散粒径が１．０μｍ以上であることを特徴とする化学機械研磨用水系分散体を提案した（特開２００６－３２６１１号公報）。この水系分散体は、特に絶縁膜の化学機械研磨において被研磨面のスクラッチの発生が著しく抑制され、研磨速度も向上されたものであるが、当業者は更に高速の研磨を望んでいる。

ところで、上記の如き化学機械研磨工程において、被研磨面上の余剰の部分が研磨除去された後に速やかに研磨工程を終了することは、半導体材料や化学機械研磨用水系分散体等の節約に資し、また製品のスループットの向上にもつながる重要な項目である。研磨終点の決定は、古くは経験的に得られた時間を基準として行っていた。しかし、研磨に使用する水系分散体や研磨装置によって、研磨に要する時間は区々であり、様々に異なる条件の研磨において各々からすべて経験的に研磨時間を得ることは非常に効率が悪い。

これに対して、化学機械研磨装置の研磨定盤を回転するモーターの電流値を追跡して研磨終点を検出する方法が提案されている（特開２００２－２０３８１９号公報）。この方法は、研磨の進行により被研磨面の初期段差が解消されて平坦となり、定番の回転に要するトルクが減少することに起因する電流変化を捉えて終点とするものであるが、この方法によると真の終点、すなわち研磨により除去

すべき材料が完全に除去された時点を検出することは原理的に不可能である。また、被研磨面の状態を直接観測できる光学的な方法を用いた光学式終点検出装置および方法に関して研究が進められている（例えば特開平９－７９８５号公報および特開２０００－３２６２２０号公報）。しかし、光学的な終点検出方法は、ＳＴＩの化学機械研磨工程における絶縁層の除去においては、終点検出の信頼性に欠けるため、適用が困難である。

更に、化学機械研磨においては、研磨廃液の処理コストの削減が望まれている。

研磨廃液処理コストの削減のためには、使用する水系分散体に含有される砥粒の量を減少することが考えられる。しかし従来知られている化学機械研磨用水系分散体につき、砥粒の使用量を減ずる目的で希釈状態で使用すると、研磨速度の著しい低下を招き、所定の量の被研磨物を研磨除去するために要する砥粒量がかえって増加する結果を招くこととなる。

砥粒の含有量を減じても高い研磨速度において高度の表面平滑性を有する被研磨面を与えることができ、かかる観点からの研磨廃液の処理コストの削減を図りうる化学機械用水系分散体は従来知られていない。

発明の開示

本発明は上記事情に鑑みなされたものであり、その目的は、特にＳＴＩの化学機械研磨工程において、砥粒の含有量が少ない場合でも高い研磨速度を示し、且つ被研磨面に実質的に研磨傷が発生しない化学機械研磨用水系分散体および該水系分散体を製造するための方法を提供することにある。

本発明の別の目的は、特にＳＴＩの化学機械研磨工程において光学式の終点検出装置を使用せずに、容易に研磨終点の決定ができる化学機械研磨方法を提供することにある。

本発明によると、本発明の上記目的は第一に、（Ａ）セリアを含む無機粒子１００重量部、（Ｂ）カチオン性有機重合体粒子５～１００重量部および（Ｃ）アニオン性水溶性化合物５～１２０重量部からなる砥粒を含有する化学機械研磨用

水系分散体によって達成される。

本発明の上記目的は第二に、（A）セリアを含む無機粒子０．１～１０重量％および（A）無機粒子１００重量部に対して５～１００重量部の（B）カチオン性有機重合体粒子を含有する第一液に、

（C）アニオン性水溶性化合物５～３０重量％を含有する第二液を添加する工程を含む、上記化学機械研磨用水系分散体を製造するための方法によって達成される。

更に本発明の上記目的は第三に、上記の化学研磨用水系分散体を用いて被研磨体の被研磨面を研磨する化学機械研磨方法によって達成される。

図面の簡単な説明

図１は、本発明の化学機械研磨方法の被研磨体の一例を示す断面概略図である。

図２は、実施例１７および比較例９における化学機械研磨装置の定盤を回転するモーターの電流値の経時変化を示すグラフである。

図３は、実施例１８で撮影した砥粒の電子顕微鏡写真である。図３（a）は電子顕微鏡写真であり、図３（b）は電子顕微鏡写真観察のための参考図である。

符号の説明

１　シリコン基板

２　溝

３　酸化シリコン層

４　窒化シリコン層

５　絶縁膜

１０　被研磨体

発明を実施するための最良の形態

化学機械研磨用水系分散体

本発明の化学機械研磨用水系分散体は、（A）セリアを含む無機粒子、（B）カ

チオン性有機重合体粒子および（C）アニオン性水溶性化合物からなる砥粒を含有する。以下、本発明の化学機械研磨用水系分散体に含有される砥粒を構成する各成分について説明する。

（A）セリアを含む無機粒子

上記（A）セリアを含む無機粒子（以下、「（A）無機粒子」ということがある。）は、セリアのみからなることができ、セリアと他の無機粒子との混合物であってもよい。他の無機粒子としては、例えばシリカ、アルミナ、チタニア、ジルコニア、二酸化マンガン、三酸化二マンガン、酸化鉄等を挙げることができ、これらのうち、シリカが好ましい。

上記セリアは、例えば４価のセリウム化合物を酸化雰囲気中、６００～８００℃で加熱処理することによって得ることができる。セリアの原料たる４価のセリウム化合物としては、例えば水酸化セリウム、炭酸セリウム、シュウ酸セリウム等を挙げることができる。

セリアの比表面積は、好ましくは５～１００m^2／ｇ、より好ましくは１０～７０m^2／ｇ、更に好ましく１０～３０m^2／ｇである。この範囲の比表面積を有するセリアを含む無機粒子を使用することにより、平坦性に優れた被研磨面を与える化学機械研磨用水系分散体を得ることができる。

上記シリカとしては、例えばヒュームドシリカ、コロイダルシリカ等を挙げることができる。上記ヒュームドシリカは、例えば塩化ケイ素を水素および酸素の存在下に反応させて得ることができる。コロイダルシリカは、例えばケイ酸塩化合物をイオン交換する方法、アルコキシケイ素化合物を加水分解し、縮合反応を経る方法等により得ることができる。

（A）無機粒子が、セリアと他の無機粒子との混合物である場合、全無機粒子中に占めるセリアの割合は、６０重量％以上であることが好ましく、９０重量％以上であることがより好ましい。

（A）無機粒子としては、セリアのみからなる無機粒子であるか、あるいはセリアおよびシリカからなる無機粒子であることが好ましく、セリアのみからなる

無機粒子であることがより好ましい。

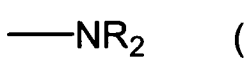
（A）無機粒子の平均粒子径は、好ましくは０．０１～１μｍ、より好ましくは０．０２～０．７μｍ、更に好ましくは０．０４～０．３μｍである。この平均粒子径は、動的光散乱法、レーザー散乱回折法、透過型電子顕微鏡観察等により測定することができる。これらのうち、レーザー散乱回折法により測定することが簡便であるため好ましい。

（A）無機粒子の細孔容積は、好ましくは０．０９～０．２０ｍＬ／ｇであり、より好ましくは０．１０～０．１４ｍＬ／ｇである。細孔容積は、ガス吸着法等により知ることができる。

上記範囲の平均粒子径、細孔容積を有する無機粒子を使用することにより、研磨速度と水系分散体中における分散安定性とのバランスに優れた砥粒を得ることができる。

（B）カチオン性有機重合体粒子

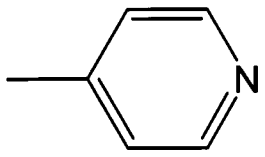
上記（B）カチオン性有機重合体粒子は、粒子中にカチオン性の残基を有する有機粒子をいう。ここで、カチオン性の残基とは、例えば下記式（１）～（４）で表される残基を挙げることができる。



（１）

（２）

（３）



（４）

ここで、Rはそれぞれ独立に、水素原子、炭素数１～３０の脂肪族炭化水素基または炭素数６～３０のアリール基であり、好ましくは水素原子または炭素数１～４のアルキル基であり、更に好ましくは水素原子またはメチル基である。また、R'は水素原子、炭素数１～３０の脂肪族炭化水素基または炭素数６～３０のアリール基である。

上記（B）カチオン性有機重合体粒子は、上記のようなカチオン性の残基を有する限り、特に制限はないが、例えば上記のようなカチオン性残基を有する重合体粒子、カチオン性残基を有する界面活性剤が付着した重合体粒子等であることができる。

（B）カチオン性有機粒子がカチオン性残基を有する重合体粒子である場合、上記カチオン性残基は、重合体の側鎖中および末端のうちの少なくとも一方に位置することができる。

カチオン性残基を側鎖に有する重合体は、カチオン性モノマーの単独重合もしくは二種以上のカチオン性モノマーの共重合またはカチオン性モノマーとそれ以外のモノマーとの共重合によって得ることができる。

上記カチオン性モノマーとしては、例えば、アミノアルキル基を有する（メタ）アクリル酸エステル、アミノアルコキシアルキル基を有する（メタ）アクリル酸エステル、（メタ）アクリル酸アミドまたはそのＮ－アルキル置換体、Ｎ－アミノアルキル基含有（メタ）アクリル酸エステル等を挙げることができる。

アミノアルキル基を有する（メタ）アクリル酸エステルとしては、例えば２－ジメチルアミノエチル（メタ）アクリレート、２－ジエチルアミノエチル（メタ）アクリレート、２－ジメチルアミノプロピル（メタ）アクリレート、３－ジメチルアミノプロピル（メタ）アクリレート等を；

アミノアルコキシアルキル基を有する（メタ）アクリル酸エステルとしては、例えば２－（ジメチルアミノエトキシ）エチル（メタ）アクリレート、２－（ジエチルアミノエトキシ）エチル（メタ）アクリレート、３－（ジメチルアミノエトキシ）プロピル（メタ）アクリレート等を；

（メタ）アクリル酸アミドまたはそのＮ－アルキル置換体としては、例えば（メ

タ）アクリルアミド、メチル（メタ）アクリルアミド等を；

Ｎ－アミノアルキル基含有（メタ）アクリル酸エステルとしては、例えばＮ－（２－ジメチルアミノエチル）（メタ）アクリルアミド、Ｎ－（２－ジエチルアミノエチル）（メタ）アクリルアミド、Ｎ－（２－ジメチルアミノプロピル）（メタ）アクリルアミド、Ｎ－（３－ジメチルアミノプロピル）（メタ）アクリルアミド等を、それぞれ挙げることができる。

これらのうち、２－ジメチルアミノエチル（メタ）アクリレート、Ｎ－（２－ジメチルアミノエチル）（メタ）アクリルアミドが好ましい。

なお、これらカチオン性モノマーは、塩化メチル、硫酸ジメチル、硫酸ジエチル等が付加した塩のかたちであってもよい。カチオン性モノマーがこれらの塩である場合には、塩化メチルが付加した塩が好ましい。

上記それ以外のモノマーとしては、例えば芳香族ビニル化合物、不飽和ニトリル化合物、（メタ）アクリル酸エステル（ただし、上記カチオン性モノマーに相当するものは除く。）、共役ジエン化合物、カルボン酸のビニルエステル、ハロゲン化ビニリデン等を挙げることができる。

芳香族ビニル化合物としては、例えばスチレン、α－メチルスチレン、ｐ－メチルスチレン、ハロゲン化スチレン等を；

不飽和ニトリル化合物としては例えばアクリロニトリル等を；

（メタ）アクリル酸エステル（ただし、上記カチオン性モノマーに相当するものは除く。）としては例えばメチル（メタ）アクリレート、エチル（メタ）アクリレート、ブチル（メタ）アクリレート、シクロヘキシル（メタ）アクリレート、２－エチルヘキシル（メタ）アクリレート、ラウリル（メタ）アクリレート、グリシジル（メタ）アクリレート、２－ヒドロキシエチル（メタ）アクリレート等を；

共役ジエン化合物としては、例えばブタジエン、イソプレン等を；

カルボン酸のビニルエステルとしては、例えば酢酸ビニル等を；

ハロゲン化ビニリデンとしては、例えば塩化ビニル、塩化ビニリデン等をそれぞれ挙げることができる。

これらのうち、スチレン、α－メチルスチレン、アクリロニトリル、メチルメタクリレート、ブチルメタクリレート、２－ヒドロキシエチルアクリレートおよびトリメチロールプロパントリメタクリレートが好ましい。

更に必要に応じて、重合性不飽和結合を二個以上有するモノマーを共重合してもよい。

このようなモノマーとしては、例えば、ジビニルベンゼン、ジビニルビフェニル、エチレングリコールジ（メタ）アクリレート、ジエチレングリコールジ（メタ）アクリレート、トリエチレングリコールジ（メタ）アクリレート、テトラエチレングリコールジ（メタ）アクリレート、プロピレングリコールジ（メタ）アクリレート、ジプロピレングリコールジ（メタ）アクリレート、トリプロピレングリコールジ（メタ）アクリレート、テトラプロピレングリコールジ（メタ）アクリレート、１，４－ブタンジオールジ（メタ）アクリレート、１，６－ヘキサンジオールジ（メタ）アクリレート、ネオペンチルグリコールジ（メタ）アクリレート、２，２’－ビス〔４－（メタ）アクリロイルオキシプロピオキシフェニル〕プロパン、２，２’－ビス〔４－（メタ）アクリロイルオキシジエトキシジフェニル〕プロパン、グリセリントリ（メタ）アクリレート、トリメチロールプロパントリ（メタ）アクリレート、ペンタエリスリトールテトラ（メタ）アクリレート等を挙げることができる。

これらのうち、ジビニルベンゼンおよびエチレングリコールジメタクリレートが好ましい。

（Ｂ）カチオン性有機粒子が、カチオン性モノマーとそれ以外のモノマーとの共重合体である場合には、原料として使用するカチオン性モノマーは、全モノマーに対して０．１～６０重量％であることが好ましく、０．１～２０重量％であることが更に好ましい。

上記の如き重合体は、ラジカル重合開始剤を用いて公知の方法により製造することができる。ここで、ラジカル重合開始剤としては、例えば過酸化ベンゾイル、過硫酸カリウム、過硫酸アンモニウム、２，２’－アゾビスイソブチロニトリル等を挙げることができる。ラジカル重合開始剤の使用量としては、モノマーの総量

１００重量部に対して好ましくは０．０５～３．０重量部であり、より好ましくは０．１～２．０重量部である。

上記末端にカチオン性の残基を有する重合体は、上記したようなモノマーを重合するに際して、重合開始剤として重合体の末端に残存してカチオン性の残基となる残基を有する重合開始剤（以下、「カチオン性重合開始剤」ということがある。）を用いて製造することができる。また、必要に応じて重合性不飽和結合を二個以上有するモノマーを共重合してもよい。

この場合の原料となる単量体としては、上記したカチオン性モノマーおよびそれ以外のモノマーのうちから選択される少なくとも１種のモノマーの単独重合または共重合によって製造することができる。ここで、原料モノマーの一部または全部にカチオン性モノマーを使用すると、重合体の側鎖および末端の双方にカチオン性の残基を有する重合体を得ることができる。

上記カチオン性重合開始剤としては、例えば、２，２′－アゾビス（２－メチル－Ｎ－フェニルプロピオンアミジン）ジヒドロクロライド（和光純薬工業（株）から商品名「ＶＡ－５４５」として販売）、

２，２′－アゾビス［Ｎ－（４－クロロフェニル）－２－メチルプロピオンアミジン）ジヒドロクロライド（和光純薬工業（株）から商品名「ＶＡ－５４６」として販売）、

２，２′－アゾビス［Ｎ－（４－ヒドロキシフェニル）－２－メチルプロピオンアミジン］ジヒドロクロライド（和光純薬工業（株）から商品名「ＶＡ－５４８」として販売）、

２，２′－アゾビス［２－メチル－Ｎ－（フェニルメチル）－プロピオンアミジン］ジヒドロクロライド（和光純薬工業（株）から商品名「ＶＡ－５５２」として販売）、

２，２′－アゾビス［２－メチル－Ｎ－（２－プロペニル）プロピオンアミジン］ジヒドロクロライド（和光純薬工業（株）から商品名「ＶＡ－５５３」として販売）、

２，２′－アゾビス（２－メチルプロピオンアミジン）ジヒドロクロライド（和光

純薬工業（株）から商品名「Ｖ－５０」として販売）、

２，２′－アゾビス［Ｎ－（２－ヒドロキシエチル）－２－メチルプロピオンアミジン］ジヒドロクロライド（和光純薬工業（株）から商品名「ＶＡ－５５８」として販売）、

２，２′－アゾビス［Ｎ－（２－カルボキシエチル）－２－メチルプロピオンアミジン］ハイドレート（和光純薬工業（株）から商品名「ＶＡ－０５７」として販売）、

２，２′－アゾビス［２－メチル－（５－メチル－２－イミダゾリン－２－イル）プロパン）ジヒドロクロライド（和光純薬工業（株）から商品名「ＶＡ－０４１」として販売）、

２，２′－アゾビス［２－（２－イミダゾリン－２－イル）プロパン）ジヒドロクロライド（和光純薬工業（株）から商品名「ＶＡ－０４４」として販売）、

２，２′－アゾビス［２－（４，５，６，７－テトラヒドロ－１Ｈ－１，３－ジアゼピン－２－イル）プロパン］ジヒドロクロライド（和光純薬工業（株）から商品名「ＶＡ－０５４」として販売）、

２，２′－アゾビス［２－（３，４，５，６－テトラヒドロピリミジン－２－イル）プロパン］ジヒドロクロライド（和光純薬工業（株）から商品名「ＶＡ－０５８」として販売）、

２，２′－アゾビス［２－（５－ヒドロキシ－３，４，５，６－テトラヒドロピリミジン－２－イル）プロパン］ジヒドロクロライド（和光純薬工業（株）から商品名「ＶＡ－０５９」として販売）、

２，２′－アゾビス｛２－［１－（２－ヒドロキシエチル）－２－イミダゾリン－２－イル］プロパン｝ジヒドロクロライド（和光純薬工業（株）から商品名「ＶＡ－０６０」として販売）、

２，２′－アゾビス［２－（２－イミダゾリン－２－イル）プロパン）（和光純薬工業（株）から商品名「ＶＡ－０６１」として販売）等を挙げることができる。

これらのうち、２，２′－アゾビス（２－メチルプロピオンアミジン）ジヒドロクロライド（商品名「Ｖ－５０」）、２，２′－アゾビス［Ｎ－（２－カルボキシ

エチル）－２－メチルプロピオンアミジン］ハイドレート（商品名「ＶＡ－０５７」）および2，2′－アゾビス［2－（２－イミダゾリン－２－イル）プロパン）ジヒドロクロライド（商品名「ＶＡ－０４４」）を使用することが好ましい。

かかるカチオン性重合開始剤の使用量としては、モノマーの総量１００重量部に対して好ましくは０．１～５．０重量部であり、より好ましくは０．２～３．０重量部であり、更に０．５～２．０重量部であることが好ましい。

（Ｂ）カチオン性有機重合体粒子がカチオン性残基を有する界面活性剤が付着した重合体粒子である場合、重合体としては、中性またはアニオン性の残基を有するものであることが好ましい。このような重合体は、上記した「その他のモノマー」または「その他のモノマー」と「重合性不飽和結合を二個以上有するモノマー」とを、上記したようなラジカル重合開始剤（上記カチオン性重合開始剤ではないもの）を用いて、公知の方法により製造することができる。

アニオン性残基を有するモノマーとしては、例えば上記したカルボン酸のビニルエステル等を用いることができる。ここで、アニオン性残基を有するモノマーの使用量としては、全モノマーに対して１～６０重量％であることが好ましく、１～３０重量％であることが更に好ましい。

この場合のラジカル重合開始剤の使用量としては、モノマーの総量１００重量部に対して好ましくは０．０５～３．０重量部であり、より好ましくは０．１～２．０重量部である。

上記カチオン性残基を有する界面活性剤としては、アルキルピリジニルクロライド、アルキルアミンアセテート、アルキルアンモニウムクロライド、アルキンアミン等の他、特開昭６０－２３５６３１号公報に記載されているようなジアリルアンモニウムハロゲン化物等の反応性陽イオン界面活性剤等が挙げられる。

カチオン性残基を有する界面活性剤の使用量は、重合体１００重量部に対して、好ましくは１～３０重量部であり、更に好ましくは１～１０重量部である。

重合体にカチオン性残基を有する界面活性剤を付着させるには、適宜の方法が使用できるが、例えば重合体粒子を含有する分散体を調製し、これに界面活性剤の溶液を加えることにより、実施することができる。

（B）カチオン性有機重合体粒子の平均粒子径としては、１．０μm以下であることが好ましく、更に好ましくは0．０２～０．６μmであり、特に0．０４～０．３μmであることが好ましい。また、この平均粒子径は、（A）無機粒子の平均粒子径と比較して同程度であることが好ましく、（A）無機粒子の平均粒子径の６０～２００％であることが更に好ましく、特に６０～１００％であることが好ましい。上記平均粒子径は、動的光散乱法、レーザー散乱回折法、透過型電子顕微鏡観察等により測定することができる。

（C）アニオン性水溶性化合物

上記（C）アニオン性水溶性化合物が有するアニオン性の官能基としては、例えばカルボキシル基、スルホン基等を挙げることができる。

（C）アニオン性水溶性化合物としては、好ましくはアニオン性水溶性高分子またはアニオン性界面活性剤である。

アニオン性官能基としてカルボキシル基を含有するアニオン性水溶性高分子としては、例えば不飽和カルボン酸の（共）重合体、ポリグルタミン酸、ポリマレイン酸等を挙げることができる。アニオン性基としてスルホン基を含有するアニオン性水溶性高分子としては、例えばスルホン基を有する不飽和単量体の(共)重合体等を挙げることができる。

上記不飽和カルボン酸（共）重合体は、不飽和カルボン酸の単独重合体または不飽和カルボン酸とその他の単量体との共重合体である。不飽和カルボン酸としては、例えば（メタ）アクリル酸を挙げることができる。その他の単量体としては、例えば（メタ）アクリルアミド、（メタ）アクリル酸エステル、スチレン、ブタジエン、イソプレン等を挙げることができる。（メタ）アクリル酸エステルとしては例えば（メタ）アクリル酸メチル、（メタ）アクリル酸エチル、（メタ）アクリル酸ベンジル等を挙げることができる。

上記スルホン基を有する不飽和単量体の(共)重合体は、スルホン基を有する不飽和単量体の単独重合体またはスルホン基を有する不飽和単量体とその他の単量体との共重合体である。スルホン基を有する不飽和単量体としては、例えばスチ

レンスルホン酸、ナフタレンスルホン酸、イソプレンスルホン酸等を挙げることができる。その他の単量体としては、上記した不飽和カルボン酸共重合体の原料として例示したその他の単量体と同様の単量体を使用することができる。

これらのアニオン性水溶性高分子のうち、不飽和カルボン酸（共）重合体が好ましく使用でき、特にポリ（メタ）アクリル酸が好ましい。

なお、これらアニオン性基を有する水溶性有機重合体は、これに含まれるアニオン性基の全部または一部が塩であるものを使用してもよい。その場合のカウンターカチオンとしては、例えばアンモニウムイオン、アルキルアンモニウムイオン、カリウムイオン等を挙げることができ、これらのうちアンモニウムイオンまたはアルキルアンモニウムイオンが好ましい。

アニオン性水溶性高分子の、ゲルパーミエーションクロマトグラフィー（ＧＰＣ）により溶媒を水として測定したポリエチレングリコール換算の重量平均分子量（Mw）は、好ましくは３，０００～３０，０００であり、より好ましくは４，０００～２５，０００、更に好ましくは５，０００～２０，０００である。この範囲の重量平均分子量にあるアニオン性水溶性高分子を使用することにより、被研磨面の表面欠陥の発生をより低減するという効果が有効に発現されることとなる。

上記アニオン性界面活性剤としては、アルキルベンゼンスルホン酸塩、アルキルジフェニルエーテルジスルフォン酸塩、アルキルスルホコハク酸塩、アルキルエーテル硫酸塩等を挙げることができる。これらのアニオン性界面活性剤のカウンターカチオンとしては、例えば、アンモニウムイオン、アルキルアンモニウムイオン、カリウムイオン等を挙げることができる。

これらのうち、ドデシルベンゼンスルホン酸の塩またはアルキルジフェニルエーテルジスルフォン酸の塩が好ましく、これらのアンモニウム塩がより好ましい。

本発明に用いられる（Ｃ）アニオン性水溶性化合物としては、アニオン性水溶性高分子が好ましい。

本発明の化学機械研磨用水系分散体に含有される砥粒は、（Ａ）セリアを含む

無機粒子１００重量部、（Ｂ）カチオン性有機重合体粒子５～１００重量部および（Ｃ）アニオン性水溶性化合物５～１２０重量部からなる。

（Ｂ）カチオン性有機重合体粒子は、（Ａ）無機粒子１００重量部に対して１０～８０重量部であることが好ましく、１５～６０重量部であることがより好ましい。（Ｃ）アニオン性水溶性化合物は、（Ａ）無機粒子１００重量部に対して１０～５０重量部であることが好ましく、１５～４０重量部であることがより好ましい。

上記砥粒は、電子顕微鏡観察によって、上記（Ａ）無機粒子と（Ｂ）カチオン性有機重合体粒子とが、（Ｃ）アニオン性水溶性化合物を介して集合してなる特異な集合状態にあることが分かった。

本発明の化学機械研磨用水系分散体に含有される砥粒の量は、水系分散体の全量に対して好ましくは０．１～２．０重量％であり、より好ましくは０．２～０８重量％である。

本発明の化学機械研磨用水系分散体は、上記の砥粒を必須成分として含有するが、そのほかに任意的に酸、塩基、防腐剤等を含有していてもよい。

上記酸としては、有機酸、無機酸のいずれをも用いることができる。有機酸としては、例えばパラトルエンスルホン酸、イソプレンスルホン酸、グルコン酸、乳酸、クエン酸、酒石酸、リンゴ酸、グリコール酸、マロン酸、ギ酸、シユウ酸、コハク酸、フマル酸、マレイン酸、フタル酸等が挙げられる。無機酸としては、例えば硝酸、塩酸及び硫酸等が挙げられる。これら酸の配合量は、化学機械研磨用水系分散体全体に対して好ましくは２重量％以下であり、より好ましくは１重量％以下である。

上記塩基としては特に限定されず、有機塩基、無機塩基のいずれをも用いることができる。有機塩基としては、例えばエチレンジアミン、エタノールアミン、水酸化テトラメチルアンモニウム等の含窒素有機化合物等が挙げられる。無機塩基としては、例えばアンモニア、水酸化カリウム、水酸化ナトリウム、水酸化リチウム等が挙げられる。上記塩基の含有量は、化学機械研磨用水系分散体全体に

対して好ましくは１重量％以下、より好ましくは０．５重量％以下である。

上記防腐剤としては、例えばブロモニトロアルコール化合物、イソチアゾロン化合物を挙げることができる。ブロモニトロアルコール化合物としては、例えば２－ブロモ－２－ニトロ－１，３－プロパンジオール、２－ブロモ－２－ニトロ－１，３－ブタンジオール、２，２－ジブロモ－２－ニトロエタノール、２，２－ジブロモ－３－ニトリロプロピオンアミド等が挙げられる。イソチアゾロン化合物としては、たとえば１，２－ベンゾイソチアゾロン－３－オン、５－クロロ－２－メチル－４－イソチアゾロン－３－オン、２－メチル－４－イソチアゾロン－３－オン、５－クロロ－２－フェネチル－３－イソチアゾロン、４－ブロモ－２－ｎ－ドデシル－３－イソチアゾロン、４，５－ジクロロ－２－ｎ－オクチル－３－イソチアゾロン、４－メチル－５－クロロ－２－（４’－クロロベンジル）－３－イソチアゾロン、４，５－ジクロロ－２－（４’－クロロベンジル）－３－イソチアゾロン、４，５－ジクロロ－２－（４’－クロロフェニル）－３－イソチアゾロン、４，５－ジクロロ－２－（２’－メトキシ－３’－クロロフェニル）－３－イソチアゾロン、４，５－ジブロモ－２－（４’－クロロベンジル）－３－イソチアゾロン、４－メチル－５－クロロ－２－（４’－ヒドロキシフェニル）－３－イソチアゾロン、４，５－ジクロロ－２－ｎ－ヘキシル－３－イソチアゾロン、５－クロロ－２－（３’，４’－ジクロロフェニル）－３－イソチアゾロン等が挙げられる。これらのうち２－ブロモ－２－ニトロ－１，３－プロパンジオール、１，２－ベンゾイソチアゾロン－３－オン、５－クロロ－２－メチル－４－イソチアゾロン－３－オンまたは２－メチル－４－イソチアゾロン－３－オンが好ましい。

本発明の化学機械研磨用水系分散体における防腐剤の使用量としては、好ましくは０．１重量％以下であり、より好ましくは０．０１重量％以下である。

本発明の化学機械研磨用水系分散体は、必須成分として上記の砥粒および任意添加成分として酸、塩基、防腐剤等を含有した水系分散体である。

本発明の化学機械研磨用水系分散体に使用できる分散媒としては、例えば水、

および水と水溶性アルコールとの混合溶媒を挙げることができる、水溶性アルコールとしては、例えばメタノール、エタノール、イソプロパノール等をあげることができる。これらのうち、研磨材の製造時の媒体としては水を使用することが好ましい。

本発明の化学機械研磨用水系分散体のｐＨは、好ましくは４．０～９．０であり、より好ましくは５．０～８．５であり、更に５．５～８．０であることが好ましい。

上記の割合の（A）、（B）および（C）各成分からなる砥粒を含有する本発明の化学機械研磨用水系分散体は、後述する実施例から明らかなように、被研磨面に実質的に研磨傷が発生せず且つ高速な研磨が可能であり、特に微細素子分離工程（ＳＴＩ工程）における絶縁膜研磨、多層化配線基板の層間絶縁膜の研磨に極めて好適に使用できる。

化学機械研磨用水系分散体を製造するための方法

本発明の化学機械研磨用水系分散体は、

（A）セリアを含む無機粒子０．１～１０重量％および（A）無機粒子１００重量部に対して５～１００重量部の（B）カチオン性有機重合体粒子を含有する第一液に、

（C）アニオン性水溶性化合物５～３０重量％を含有する第二液を添加する工程を含む方法により製造することができる。

第一液は水系分散体であり、その分散媒は、所望の化学機械研磨用水系分散体の分散媒と同様であり、水を使用することが好ましい。第一液中の（A）セリアを含む無機粒子の含有量は、好ましくは０．２５～７．５重量％である。第一液中の（B）カチオン性有機重合体粒子の含有量は、所望の化学機械研磨用水系分散体に含有される砥粒における（A）無機粒子と（B）重合体粒子との比に応じて決定することができ、好ましくは第一液に含有される（A）無機粒子１００重量部に対して１０～８０重量部であり、より好ましくは１５～６０重量部である。第一液のｐＨは、好ましくは３．５～９．０であり、より好ましくは４．０～８．

０であり、更に４．５～６．０であることが好ましい。第一液は、そのｐＨを上記の好ましいｐＨ範囲とするために、上記した酸または塩基を含有することができる。

第一液を調製するには、（１）（Ａ）無機粒子を含有する水系分散体と（Ｂ）重合体粒子を含有する水系分散体とをそれぞれ準備し、両者を混合する方法、（２）（Ａ）無機粒子および（Ｂ）重合体粒子のうちの一方を含有する水系分散体を準備し、これに他方を固体状（粉体状）で加えることにより混合する方法、（３）両者を固体状（粉体状）で混合し、次いでこれを水系媒体に分散させる方法のいずれによってもよい。これらの方法のうち、上記（１）の方法が好ましい。

第二液は溶液であり、その溶媒は、所望の化学機械研磨用水系分散体の分散媒と同様であり、水を使用することが好ましい。第二液に含有される（Ｃ）アニオン性水溶性化合物の量は、好ましくは１０～２５重量％であり、より好ましくは１５～２０重量％である。第二液のｐＨは、好ましくは４．０～９．０であり、より好ましくは５．０～８．０であり、更に５．５～７．０であることが好ましい。第二液は、そのｐＨを上記の好ましいｐＨ範囲とするために、それぞれ上記した酸または塩基を含有することができる。

第一液および第二液に含有される各成分の含有量を上記の好ましい範囲とすることにより、これらを用いて均一な組成の砥粒を適当な含有量で含有する本発明の化学機械研磨用水系分散体またはその濃縮物を容易に得ることができることとなる。

上記のように調製された第一液および第二液を準備し、第一液を好ましくは撹拌しつつ、これに第二液を添加し、必要に応じて任意添加成分を加え、更に必要に応じて砥粒の含有量を調整すべく希釈することにより、本発明の化学機械研磨用水系分散体を製造することができる。

第一液と第二液とを混合した後に化学機械研磨用水系分散体のｐＨを調整するために、更に酸または塩基を加えてもよい。

また、本発明の化学機械研磨用水系分散体が、上述の防腐剤を含有するものである場合、防腐剤は予め第一液および第二液のいずれか一方または双方に含有さ

せておいてもよく、あるいは防腐剤を含有しない第一液および第二液を混合した後に更に防腐剤を加えてもよい。これらのうち、予め第一液に混合しておくことが好ましい。

こうして調製された水系分散体は、孔径２～１０μm程度のフィルターで濾過した後に化学機械研磨工程に供してもよい。

本発明の化学機械研磨用水系分散体は、上記の（A）、（B）および（C）成分のすべてを含有する水系分散体またはその濃縮物として製造、保存して使用するよりも、上記第一液および第二液のセットとして製造、保存し、化学機械研磨工程に近接した時点で上記の如き方法により製造した化学機械研磨用水系分散体を使用に供することが好ましい。

化学機械研磨用水系分散体を製造するためのセットは、それぞれ上記の化学機械研磨用水系分散体を製造するための方法に用いられる第一液および第二液からなる。この第一液もしくは第二液またはその双方は、各液に含有される各成分の含有割合を保ったまま濃縮状態に調製されたものであってもよい。

したがって、本発明の化学機械研磨用水系分散体を製造するためのセットは、（A）セリアを含む無機粒子１００重量部および（B）カチオン性有機重合体粒子５～１００重量部を含有する第一液ならびに

（C）アニオン性水溶性化合物を含有する第二液からなる。

セットに含まれる第一液が濃縮物である場合、この第一液中の（A）セリアを含む無機粒子および（B）カチオン性有機重合体粒子の含有量は、それぞれ３０重量%以下とすることが好ましく、それぞれ２０重量%以下とすることがより好ましい。第一液である濃縮物中の（A）無機粒子および（B）カチオン性有機重合体粒子をかかる含有量とすることにより、第一液を長期間保存した後でも第一液中で粒子の沈降が生じず、あるいは沈降が生じたとしても容易に再分散させることができるため、これを希釈することにより容易に本発明の化学機械研磨用水系分散体の製造に供することができる。したがって、セットの第一液中の（A）セリアを含む無機粒子の含有量は、好ましくは１～３０重量%であり、より好ま

しくは２．５～２０重量％である。

一方、セットに含まれる第二液が濃縮物である場合、この第二液中の（Ｃ）アニオン性水溶性化合物の含有量は４０重量％以下であることが好ましい。第二液である濃縮物中の（Ｃ）アニオン性水溶性化合物をかかる含有量とすることにより、第二液を均一且つ安定な溶液とすることができ、第二液を長期間保存した後でもこれを希釈することにより本発明の化学機械研磨用水系分散体の製造に好適に供することができることとなる。したがって、セットの第二液中の（Ｃ）アニオン性水溶性化合物の含有量は、好ましくは５～４０重量％である。

なお、本発明の化学機械研磨用水系分散体を製造してから化学機械研磨工程に供するまでの時間は６０日以内とすることが好ましく、１５日以内とすることがより好ましい。一方、二液からなるセットとして保存する場合には、通常の保存環境において少なくとも１年程度は安定に保存することができ、保存後に上記の方法により所期の性能を発揮する化学機械研磨用水系分散体を製造することができる。

化学機械研磨方法

本発明の化学機械研磨方法は、上記の化学機械研磨用水系分散体を用いて被研磨体を研磨するものである。被研磨体の被研磨面を構成する好ましい材料としては絶縁膜が挙げられる。具体的には、微細素子分離工程（ＳＴＩ工程）において研磨される絶縁膜、多層化配線基板の層間絶縁膜等を挙げることができる。

ＳＴＩ工程における被研磨体としては、例えば図１に断面概略図として示したような被研磨体を挙げることができる。図１の被研磨体１０は、素子分離領域となるべき溝２を有するシリコン基板１のうち溝部以外の表面に酸化シリコン層３、その上に更に窒化シリコン層４が形成され、更に溝２および窒化シリコン層４上に絶縁膜５が堆積された被研磨体である。図１の被研磨体では、ＳＴＩ工程において理想的には窒化シリコン層４が露出するまで研磨が行われる。

上記ＳＴＩ工程における研磨の対象となる絶縁膜および多層化配線基板の絶縁膜を構成する材料としては、例えば熱酸化膜、ＰＥＴＥＯＳ膜（Ｐｌａｓｍａ

Ｅｎｈａｎｃｅｄ－ＴＥＯＳ膜）、ＨＤＰ膜（Ｈｉｇｈ Ｄｅｎｓｉｔｙ Ｐｌａｓｍａ Ｅｎｈａｎｃｅｄ－ＴＥＯＳ膜）、熱化学気相蒸着法（熱ＣＶＤ法）により得られる酸化シリコン膜、ホウ素リンシリケート膜（ＢＰＳＧ膜）、フッ化シリケート膜（ＦＳＧ膜）等が挙げられる。

上記熱酸化膜は、高温にしたシリコンを酸化性雰囲気に晒し、シリコンと酸素あるいはシリコンと水分を化学反応させることにより形成されたものである。

上記ＰＥＴＥＯＳ膜は、テトラエチルオルトシリケート（ＴＥＯＳ）を原料として、促進条件としてプラズマを利用して化学気相成長で形成されたものである。

上記ＨＤＰ膜はテトラエチルオルトシリケート（ＴＥＯＳ）を原料として、促進条件として高密度プラズマを利用して化学気相成長で形成されたものである。

上記熱ＣＶＤ法により得られる酸化シリコン膜は、常圧ＣＶＤ法（ＡＰ－ＣＶＤ法）又は減圧ＣＶＤ法（ＬＰ－ＣＶＤ法）により形成されたものである。

上記ホウ素リンシリケート膜（ＢＰＳＧ膜）は、常圧ＣＶＤ法（ＡＰ－ＣＶＤ法）又は減圧ＣＶＤ法（ＬＰ－ＣＶＤ法）により形成されたものである。

また、上記フッ化シリケート膜は、促進条件として高密度プラズマを利用して化学気相成長で形成されたものである。

本発明の化学機械研磨方法は、市販の化学機械研磨装置を使用して、適宜の条件で実施することができる。ここで、市販の化学機械研磨装置としては、例えば「ＥＰＯ－１１２」、「ＥＰＯ－２２２」（（株）荏原製作所製）、「Ｍｉｒｒａ－Ｍｅｓａ」（アプライドマテリアル社製）等を挙げることができる。

本発明の化学機械研磨方法において、図１の如き被研磨体を研磨対象とする場合、化学機械研磨装置の定盤を回転するモーターの電流値を追跡することにより、化学機械研磨の終点を容易に知ることができる。

すなわち、本発明の化学機械研磨方法では、研磨開始初期の不安定時期（例えば研磨開始後２～５秒程度）を除いて、上記電流値が先ず徐々に増加する傾向が見られる。この増加傾向は被研磨物の研磨が進行するに連れて被研磨面の初期段差が解消され、研磨パッドと被研磨面との接触面積が増大し、これにより摩擦が増加することによるものと思われる。その後更に研磨が進むと、電流値は減少傾

向に転じる。そして該電流値の経時変化を示すグラフにおいて電流値が増加傾向から減少傾向に転じた後に変曲点を示した時点が、化学機械研磨工程の終点、すなわち窒化シリコン層４が露出した時点と一致することがわかった。この時点は、電流値が増加傾向から減少傾向に転じた後に下記数式（１）

$$d^2A/dt^2=0 \qquad (1)$$

（上式中、Ａは化学機械研磨装置の定盤を回転するモーターの電流値であり、ｔは時間である。）

をはじめに充たした時点である。

一方、従来知られているセリア砥粒では、定盤を回転するモーターの電流値と研磨終点との間に明確な相関は見られない。

実施例

セリアの水分散体の調製

炭酸セリウムを空気中、７００℃で４時間加熱し、セリアを得た。このセリアをイオン交換水と混合してジルコニアビーズを使用したビーズミルで粉砕した。これを７２時間静置し、上部の９０重量％相当分を分取することにより分級し、２８．７重量％のセリアを含有するセリアの水分散体を得た。

この水分散体中のセリアにつき、レーザー回折法によって測定した平均粒子径は１４０ｎｍであった。また、上記セリアの水分散体を乾燥して得たセリアにつき、ヘリウムを用いたガス吸着法によって測定した細孔容積は０．１０５ｍＬ／ｇであり、窒素を用いてＢＥＴ法により測定した比表面積は１５．４m^2／ｇであった。

カチオン性有機重合体粒子の調製

合成例１（有機粒子（ａ）の調製）

モノマーとしてメチルメタクリレート６０重量部およびスチレン４０重量部、

重合開始剤として2，2’－アゾビス（2－メチルプロピオンアミジン）ジヒドロクロライド（商品名「Ｖ－５０」、和光純薬工業（株）製）０．５重量部、界面活性剤として非イオン系界面活性剤「アデカソープ　ＥＲ－１０」（（株）ＡＤＥＫＡ製）１重量部およびイオン交換水４００重量部を混合し、窒素ガス雰囲気下、攪拌しながら７０℃に昇温し、同温度で５時間重合させることにより、有機粒子（ａ）を１９．７重量％含有する水分散体を得た。重合反応転化率は９８．３％であった。

得られた有機粒子（ａ）につきレーザー光回折法により測定した平均粒子径は１２８ｎｍであり、また有機粒子（ａ）のゼータ電位は＋２０ｍＶであった。

合成例２～６（有機粒子（ｂ）～（ｆ）の調製）

使用したモノマー、重合開始剤および界面活性剤の種類および量を表１に記載のとおりとしたほかは、合成例１と同様にして実施し、有機粒子（ｂ）～（ｆ）をそれぞれ含有する水分散体を得た。各合成例における重合反応転化率、各水分散体の粒子含有率ならびに各有機粒子の平均粒子径およびゼータ電位を表１に示した。

表1

		合成例 1	合成例 2	合成例 3	合成例 4	合成例 5	合成例 6
		有機粒子 (a)	有機粒子 (b)	有機粒子 (c)	有機粒子 (d)	有機粒子 (e)	有機粒子 (f)
モノマー							
	メチルメタクリレート	60	50	35	60	90	60
	スチレン	40	30	64	33	−	28
	アクリロニトリル	−	20	−	−	−	−
	ジビニルベンゼン	−	−	1	5	5	10
	メチルメタクリルアミド	−	−	−	2	5	−
	メタクリル酸	−	−	−	−	−	2
重合開始剤							
	V−50	0．5	0．5	0．5	0．5	1	−
	過硫酸アンモニウム	−	−	−	−	−	0．5
界面活性剤							
	ER−10	1	1	−	−	−	−
	ER−30	−	−	0．5	1	−	−
	コータミン24P	−	−	−	−	5	−
	DBSA	−	−	−	−	−	1
一般物性							
	重合反応転化率（%）	98．3	97．4	98．6	98．9	97．9	97．9
	平均粒子径（nm）	128	119	268	55	130	145
	ゼータ電位（mV）	+20	+20	+18	+23	+28	−32
	粒子含量（重量%）	19．7	19．4	19．8	19．8	19．5	19．6

なお、表１中の略称等は、それぞれ以下を表わす。

重合開始剤；

Ｖ－５０：商品名、和光純薬工業（株）製。２，２’－アゾビス（２－メチルプロピオンジアミン）ジヒドロクロライド

界面活性剤

ＥＲ－１０：商品名「アデカリアソープ　ＥＲ－１０」、（株）アデカ製。非イオン反応性界面活性剤。

ＥＲ－３０：商品名「アデカリアソープ　ＥＲ－３０」、（株）アデカ製。非イオン反応性界面活性剤。

コータミン２４Ｐ：商品名、花王（株）製、ドデシルトリメチルアンモニウムクロリド。

ＤＢＳＡ：ドデシルベンゼンスルホン酸アンモニウム。

表１中の各成分に対応する数字は、それぞれ重合反応に際して当該成分を添加した量（重量部）である。「－」は、当該欄に対応する成分を添加しなかったことを示す。

実施例１

（１）化学機械研磨用水系分散体の調製

（１－１）第一液の調製

予め容器に入れたイオン交換水中に、（Ａ）無機粒子として上記で調製したセリアの水分散体を加え、第一液中のセリア含有量が６．２５重量％となるように希釈した。ここに（Ｂ）カチオン性有機重合体粒子として有機粒子（ａ）を含有する水分散体を、第一液中の有機粒子（ａ）含有量が０．６２５重量％となるような量だけ加えた。この混合物につき、更に３０分間攪拌を継続することにより、（Ａ）無機粒子および（Ｂ）カチオン性有機重合体粒子を含有する水分散体である第一液を調製した。

（１－２）第二液の調製

（C）アニオン性水溶性化合物として重量平均分子量Mwが１０，０００のポリアクリル酸アンモニウムを１０重量％含有する水溶液である第二液を調製した。

（１－３）化学機械研磨用水系分散体の調製

上記で調製した第一液を撹拌しつつ、これに第二液を、（C）アニオン性水溶性化合物の量が第一液中の（A）無機粒子１００重量部に対して４０重量部に相当する量だけ加え、更に３０分間撹拌を継続した。これを孔径５μmのポリプロピレン製デプスフィルターで濾過することにより、（A）無機粒子として１００重量部（５．０重量％）のセリア、（B）カチオン性有機重合体粒子として１０重量部（０．５重量％）の有機粒子（a）および（C）アニオン性水溶性化合物として４０重量部（２．０重量％）のポリアクリル酸アンモニウムからなる砥粒（１）を７．５重量％含有する化学機械研磨用水系分散体の濃縮物を得た。

この濃縮物を、砥粒（１）の含有量が２．００重量％となるように希釈した後、化学機械研磨試験に供した。

（２）化学機械研磨試験

上記のようにして調製した化学機械研磨用水系分散体（希釈後のもの）を使用して、以下の条件下、直径８インチの熱酸化膜つきウェハを被研磨体として化学機械研磨を行った。

研磨装置：（株）荏原製作所製、型式「ＥＰＯ－１１２」

研磨パッド：ロデール・ニッタ（株）製、「ＩＣ１０００／ＳＵＢＡ４００」

水系分散体供給速度：２００mL／分

定盤回転数：１００ｒｐｍ

研磨ヘッド回転数：１０７ｒｐｍ

研磨ヘッド押し付け圧：３５０ｈＰａ

＜研磨速度評価方法＞

被研磨体である直径８インチの熱酸化膜つきウェハにつき、その研磨前の膜厚を光干渉式膜厚計「ＮａｎｏＳｐｅｃ　６１００」（ナノメトリクス・ジャパン（株）製）によって予め測定した後、上記の化学機械研磨試験条件にて１分間研磨を行った。研磨後の被研磨体の膜厚を、研磨前と同じ光干渉式膜厚計を用いて測定し、研磨前の膜厚との差、すなわち化学機械研磨により減少した膜厚を求めた。ここで減少した膜厚および研磨時間から研磨速度を算出したところ、研磨速度は３６３ｎｍ／分であった。

＜スクラッチ評価方法＞

被研磨体である直径８インチの熱酸化膜つきウェハを、上記の化学機械研磨試験条件にて２分間研磨を行った。研磨後の被研磨面につき、ケーエルエー・テンコール（株）製のウェハ欠陥検査装置「ＫＬＡ２３５１」により欠陥検査した。先ず、ピクセルサイズ０．３９μｍ、敷居値（ｔｈｒｅｓｈｏｌｄ）２０の条件でウェハ被研磨面の全範囲について、「ＫＬＡ２３５１」が「欠陥」としてカウントした数を計測した。次いで、これら「欠陥」を順次に装置のディスプレイ上に表示し、それぞれの「欠陥」がスクラッチであるか否かを分類することにより、ウェハ全面のスクラッチ数を調べたところ、スクラッチ数は１５個／ウェハであった。なお、ウェハ欠陥検査装置が欠陥としてカウントしたもののうち、スクラッチでないものとは、例えば付着したゴミ、ウェハ製造時に発生したシミ等を挙げることができる。

実施例２および３

実施例１において、化学機械研磨用水系分散体の濃縮物を希釈する際、砥粒（１）の含有量がそれぞれ表６に記載の含有量となるように希釈したほかは、実施例１と同様にして化学機械研磨用水系分散体を調製し、化学機械研磨試験を行った。結果を表６に示した。

実施例４～９

実施例１において、第一液中の（Ｂ）カチオン性有機重合体粒子および第二液中の（Ｃ）アニオン性水溶性化合物の種類および含有量を表２に記載のとおりとし、第一液と第二液との混合割合を、化学機械研磨用水系分散体の濃縮物中の（Ａ）、（Ｂ）および（Ｃ）成分の含有量がそれぞれ表４に記載の通りとなるようにしたほかは実施例１と同様にして、それぞれ砥粒（２）～（７）を含有する化学機械研磨用水系分散体の濃縮物を調製した。

これら濃縮物を、イオン交換水によってそれぞれ表６に記載の砥粒濃度に希釈したものを化学機械研磨用水系分散体として用いたほかは実施例１と同様にして化学機械研磨試験を行った。結果を表６に示した。

実施例１０

（１－１）第一液の濃縮物の調製

予め容器に入れたイオン交換水中に、（Ａ）無機粒子として上記で調製したセリアの水分散体を加え、第一液中のセリア含有量が５．０重量％となるように希釈した。ここに（Ｂ）カチオン性有機重合体粒子として有機粒子（ａ）を含有する水分散体を、第一液中の有機粒子（ａ）含有量が０．５重量％となるような量だけ加えた。この混合物につき、更に３０分間攪拌を継続した後、これを孔径５μｍのポリプロピレン製デプスフィルターで濾過することにより、（Ａ）無機粒子および（Ｂ）カチオン性有機重合体粒子を含有する水分散体である第一液の濃縮物を調製した。

（１－２）第二液の調製

（Ｃ）アニオン性水溶性化合物として重量平均分子量Ｍｗが８，０００のポリアクリル酸アンモニウムを３０重量％含有する水溶液である第二液を調製した。

（１－３）化学機械研磨用水系分散体の調製

予め容器に入れたイオン交換水中に、上記で調製した第一液を、化学機械研磨用水系分散体中の（Ａ）無機粒子の含有量が０．５重量％となるような量だけ入

れた。ここに第二液を、（C）アニオン性水溶性化合物の量が第一液中の（A）無機粒子１００重量部に対して５０重量部に相当する量だけ加え、更に３０分間撹拌を継続することにより、（A）無機粒子として１００重量部（０．５重量%）のセリア、（B）カチオン性有機重合体粒子として１０重量部（０．０５重量%）の有機重合体粒子（b）および（C）アニオン性水溶性化合物として５０重量部（０．２５重量%）のポリアクリル酸アンモニウムからなる砥粒（8）を０．８重量%含有する化学機械研磨用水系分散体を得た。

（2）化学機械研磨試験

上記で調製した化学機械研磨用水系分散体を用いて実施例１と同様にして化学機械研磨試験を行った。結果を表６に示した。

実施例１１～１６、比較例１～３

実施例１０において、第一液中の（A）無機粒子（セリア）の含有量ならびに（B）カチオン性有機重合体粒子種類および含有量を表３に記載のとおりとしたほかは実施例１０と同様にして第一液の濃縮物をそれぞれ調製した。

一方、実施例１０において第二液中の（C）アニオン性水溶性化合物の種類および含有量を表３に記載のとおりとしたほかは実施例１０と同様にして第二液を調製した。

次いで、第一液および第二液の使用量を、化学機械研磨用水系分散体の濃縮物中の（A）、（B）および（C）成分の含有量がそれぞれ表５に記載の通りとなるようにしたほかは実施例１０と同様にして、それぞれ砥粒（9）～（１７）を含有する化学機械研磨用水系分散体を調製した。

上記で調製した化学機械研磨用水系分散体を用いて実施例１と同様にしてそれぞれ化学機械研磨試験を行った。結果を表６に示した。

比較例４

比較例１において調製した化学機械研磨用水系分散体に、更にイオン交換水を

加えて砥粒（１５）の含有量が０．０７重量％となるように希釈したものを化学機械研磨用水系分散体として用いたほかは、比較例１と同様にして化学機械研磨試験を行った。結果を表６に示した。なお、本比較例においては、研磨速度が低すぎて実用に適さないことが明らかだったので、スクラッチの評価は行わなかった。

比較例５

予め容器に入れたイオン交換水中に、第一稀元素化学工業（株）製　セリアゾル　ＣＥＳＬ－４０Ｎ（平均粒子径：４０ｎｍ、セリア含有量：２０重量％）を加え、イオン交換水により化学機械研磨用水系分散体の濃縮物中のセリア含有量が５重量％となるように希釈した。ここに更に、Ｍｗが１０，０００のポリアクリル酸アンモニウムを１０重量％含有する水溶液を、化学機械研磨用水系分散体の濃縮物中のポリアクリル酸アンモニウム含有量が２．０重量％となるような量だけ加え１０分間攪拌した。これを孔径５μｍのポリプロピレン製デプスフィルターで濾過し、セリア（ａ）を５重量％含有する化学機械研磨用水系分散体の濃縮物を得た。

この濃縮物をイオン交換水によってセリア含有量が０．５重量％となるように希釈した後、実施例１と同様にして化学機械研磨試験を行った。結果を表６に示した。なお、本比較例においては、研磨速度が低すぎて実用に適さないことが明らかだったので、スクラッチの評価は行わなかった。

比較例６

炭酸セリウムを空気中、８００℃で４時間加熱し、セリアを得た。このセリアをイオン交換水と混合してジルコニアビーズを使用したビーズミルで粉砕した。これを２４時間静置し、上部の９０重量％相当分を分取することにより分級し、３１．６重量％のセリアの水分散体を得た。得られたセリアについて、レーザー回折法により測定した平均粒径は４４０ｎｍであった。

このセリア水分散体をＣＥＳＬ－４０Ｎの代わりに用いた以外は比較例１と同

様にしてセリア（ｂ）を５重量％含有する化学機械研磨用水系分散体の濃縮物を得た。

この濃縮物にイオン交換水を加えて砥粒の含有量が表６に記載の値となるように希釈した後、実施例１と同様にして化学機械研磨試験を行った。結果を表６に示した。

比較例７

上記比較例２で調製したセリア（ｂ）を含む濃縮物および上記合成例１で調製した有機粒子（ａ）を含む水分散体を混合し、更にイオン交換水を加えてセリア（ｂ）および有機粒子（ａ）の含有量がそれぞれ表６に記載の値となるように希釈した後、実施例１と同様にして化学機械研磨試験を行った。結果を表６に示した。

比較例８

上記比較例６で調製したセリア（ｂ）を含む濃縮物および上記合成例６で調製した有機粒子（ｆ）を含む水分散体を混合し、更にイオン交換水を加えてセリア（ｂ）および有機粒子（ｆ）の含有量がそれぞれ表６に記載の値となるように希釈した後、実施例１と同様にして化学機械研磨試験を行った。結果を表６に示した。

表2

	第一液			第二液	
	(A) セリア含有量(重量%)	(B) カチオン性有機重合体粒子		(C) アニオン性水溶性化合物	
		種類	含有量(重量%)	種類	含有量(重量%)
砥粒(1)	6.25	有機粒子(a)	0.625	PAAA(1)	10.0
砥粒(2)	6.67	有機粒子(b)	1.33	PAAA(1)	10.0
砥粒(3)	7.14	有機粒子(b)	2.86	PAAA(2)	10.0
砥粒(4)	6.25	有機粒子(c)	2.50	PAAA(1)	10.0
砥粒(5)	6.25	有機粒子(d)	1.25	PAAA(2)	10.0
砥粒(6)	5.55	有機粒子(a)	4.44	DBSA	10.0
砥粒(7)	5.55	有機粒子(a)	1.11	DBSA	10.0

表3

	第一液の濃縮液			第二液	
	(A) セリア含有量 (重量%)	(B) カチオン性有機重合体粒子		(C) アニオン性水溶性化合物	
		種類	含有量 (重量%)	種類	含有量 (重量%)
砥粒 (8)	5.0	有機粒子 (a)	0.5	PAAA (2)	30.0
砥粒 (9)	5.0	有機粒子 (a)	4.0	PAAA (1)	10.0
砥粒 (10)	5.0	有機粒子 (a)	3.0	PAAA (1)	10.0
砥粒 (11)	5.0	有機粒子 (b)	1.0	PAAA (1)	20.0
砥粒 (12)	5.0	有機粒子 (d)	0.25	PAAA (2)	30.0
砥粒 (13)	5.0	有機粒子 (c)	0.5	DBSA	10.0
砥粒 (14)	5.0	有機粒子 (a)	1.0	PAAA (1)	40.0
砥粒 (15)	5.0	有機粒子 (a)	5.0	PAAA (2)	30.0
砥粒 (16)	5.0	有機粒子 (c)	7.0	PAAA (1)	20.0
砥粒 (17)	5.0	有機粒子 (e)	0.2	DBSA	10.0

表４

	（A）セリア含有量（重量%）	（B）カチオン性有機重合体粒子		（C）アニオン性水溶性化合物	
		種類	含有量（重量%）	種類	含有量（重量%）
砥粒（1）	5．0	有機粒子（a）	0．5	PAAA（1）	2．0
砥粒（2）	5．0	有機粒子（b）	1．0	PAAA（1）	2．5
砥粒（3）	5．0	有機粒子（b）	2．0	PAAA（2）	3．0
砥粒（4）	5．0	有機粒子（c）	2．0	PAAA（1）	2．0
砥粒（5）	5．0	有機粒子（d）	1．0	PAAA（2）	2．0
砥粒（6）	5．0	有機粒子（a）	4．0	DBSA	1．0
砥粒（7）	5．0	有機粒子（a）	1．0	DBSA	1．0

表5

	（A）セリア含有量（重量%）	（B）カチオン性有機重合体粒子		（C）アニオン性水溶性化合物	
		種類	含有量（重量%）	種類	含有量（重量%）
砥粒（8）	0．5	有機粒子（a）	0．05	PAAA（2）	0．25
砥粒（9）	0．5	有機粒子（a）	0．4	PAAA（1）	0．025
砥粒（10）	0．5	有機粒子（a）	0．3	PAAA（1）	0．05
砥粒（11）	0．31	有機粒子（b）	0．062	PAAA（1）	0．031
砥粒（12）	0．5	有機粒子（d）	0．025	PAAA（2）	0．6
砥粒（13）	0．5	有機粒子（c）	0．5	DBSA	0．025
砥粒（14）	0．5	有機粒子（a）	0．1	PAAA（1）	0．25
砥粒（15）	0．5	有機粒子（a）	0．5	PAAA（2）	0．7
砥粒（16）	0．5	有機粒子（c）	0．7	PAAA（1）	0．02
砥粒（17）	0．5	有機粒子（e）	0．02	DBSA	0．02

なお、表２～４中の略称等は、それぞれ以下を表わす。

（Ｃ）アニオン性水溶性化合物；

ＰＡＡＡ（１）：ポリアクリル酸アンモニウム、Ｍｗ＝１０，０００。

ＰＡＡＡ（２）：ポリアクリル酸アンモニウム、Ｍｗ＝６，０００。

ＤＢＳＡ：ドデシルベンゼンスルホン酸アンモニウム。

表6

	化学機械研磨用水系分散体				化学機械研磨試験	
	砥粒		他の添加剤		研磨速度 (nm/分)	スクラッチ数 (個/ウェハ)
	種類	含有量 (重量%)	種類	含有量 (重量%)		
実施例 1	砥粒（1）	2．0	−	−	363	15
実施例 2	砥粒（1）	1．0	−	−	321	18
実施例 3	砥粒（1）	0．4	−	−	221	21
実施例 4	砥粒（2）	0．6	−	−	275	16
実施例 5	砥粒（3）	0．7	−	−	283	27
実施例 6	砥粒（4）	0．7	−	−	259	7
実施例 7	砥粒（5）	0．6	−	−	221	31
実施例 8	砥粒（6）	0．8	−	−	243	39
実施例 9	砥粒（7）	1．2	−	−	296	49
実施例 10	砥粒（8）	0．8	−	−	246	13
実施例 11	砥粒（9）	0．93	−	−	219	6
実施例 12	砥粒（10）	0．85	−	−	242	18

表6（つづき）

	化学機械研磨用水系分散体				化学機械研磨試験	
	砥粒		他の添加剤		研磨速度 (nm/分)	スクラッチ数 (個/ウェハ)
	種類	含有量 (重量%)	種類	含有量 (重量%)		
実施例 13	砥粒（１１）	０．４０	－	－	３８４	１１
実施例 14	砥粒（１２）	１．１３	－	－	２３７	２５
実施例 15	砥粒（１３）	１．０３	－	－	２０６	３
実施例 16	砥粒（１４）	０．８５	－	－	４６９	９
比較例 1	砥粒（１５）	１．７０	－	－	３７	５
比較例 2	砥粒（１６）	１．２２	－	－	４７	３
比較例 3	砥粒（１７）	０．５４	－	－	５７９	４３５
比較例 4	砥粒（１５）	０．０７	－	－	８	－
比較例 5	セリア（a）	０．５	ＰＡＡＡ	０．２	６	－
比較例 6	セリア（b）	０．５	ＰＡＡＡ	０．２	５６０	４７６
比較例 7	セリア(b)／有機粒子(a)	０．５／０．１	－	－	４２０	２９０
比較例 8	セリア(b)／有機粒子(f)	０．５／０．２	－	－	３９５	３８６

実施例１７

実施例４で調製した化学機械研磨用水系分散体（希釈後のもの）を用い、被研磨体として８６４ＣＭＰ（アドバンスマテリアルズテクノロジー社製のテスト用ウェハ。図１において、溝２の部分の窒化シリコン４の上表面までの深さが約５，０００Å、酸化シリコン層３の厚さが約１００Å、窒化シリコン層４の厚さが約１，５００Åである断面構造を有する。）を用いたほかは実施例１と同様の条件で３分間化学機械研磨試験を行った。研磨試験中の定盤を回転するためのモーター電流を図２に示した。

図２の電流値の経時変化を見ると、研磨初期の不安定状態を脱した後増加傾向を示し、研磨開始後７０秒ほどで最大値に達して減少傾向に転じた後、研磨開始約８０秒に変曲点が見られる。

この時点が研磨終点であることを確認するために、上記と同種の被研磨体を用い、化学機械研磨装置の定盤を回転するモーターの電流値を追跡しつつ同一の研磨条件で研磨を行い、該電流値が上昇傾向から減少傾向へと転じ、変曲点が検出された時点で研磨を終了した。研磨後の被研磨面を光干渉式膜厚計「ＮａｎｏＳｐｅｃ　６１００」（ナノメトリクス・ジャパン（株）製）にて分析した結果、パターン密度３０～９０％の１００μｍピッチの各パターンにおける窒化シリコン層上の酸化シリコン層の厚さは、０Åであった。また、パターン密度３０～９０％の１００μｍピッチのいずれのパターンでも研磨による窒化シリコン層の厚さ減少は５０Å以下であり、窒化シリコン層はほとんど研磨されていなかったことから、上記変曲点が現れた時点を研磨終点として利用しうることが分かった。

比較例９

実施例１７において、化学機械研磨用水系分散体として比較例６で調製した化学機械研磨用水系分散体（希釈後のもの）を用いたほかは実施例１７と同様にして３分間の化学機械研磨試験を行った。研磨試験中のトルク電流を図２に示した。

比較例６で評価した研磨速度からは、実施例１７の場合よりも短時間で終点に達するものと推定されるが、比較例９の電流値は想定される終点付近でも何らの

傾向も示さずに、電流値の追跡によっては終点が検出できないことが分かった。

実施例１８

本実施例は、本発明の砥粒が、（A）セリアを含む無機粒子と（B）カチオン性有機重合体粒子とが（C）アニオン性水溶性化合物を介して集合してなることを検証するために行った。

実施例１において調製した化学機械研磨用水系分散体を更にイオン交換水で希釈してコロジオン膜に塗布し乾燥した後、透過型電子顕微鏡（ＴＥＭ）写真を撮影した。この写真により、本砥粒は、セリアと有機粒子（ａ）とがポリアクリル酸アンモニウムを介して集合していることが理解される。この電子顕微鏡写真を図３に示す。図３（ａ）はＴＥＭ画像であり、図３（ｂ）は、ＴＥＭ画像観察のための参考図である。図３（ａ）において、セリアは最も黒く見え（（ｂ）において黒く塗りつぶした部分に相当する。）、有機粒子（ａ）は半透明の球形に見え（（ｂ）における白抜きの円の部分に相当する。）、セリアと有機粒子を取り巻くアメーバの如く見える半透明の部分がポリアクリル酸アンモニウムである（（ｂ）において、斜線で示した部分に相当する。）。

請 求 の 範 囲

1． （A）セリアを含む無機粒子１００重量部、（B）カチオン性有機重合体粒子５～１００重量部および（C）アニオン性水溶性化合物５～１２０重量部からなる砥粒を含有することを特徴とする、化学機械研磨用水系分散体。

2． （A）セリアを含む無機粒子１００重量部に対する（B）カチオン性有機重合体粒子の量が１０～８０重量部であり、（C）アニオン性水溶性化合物の量が１０～５０重量部である、請求項１に記載の化学機械研磨用水系分散体。

3． 砥粒の含有量が０．１～２．０重量％である、請求項１または２に記載の化学機械研磨用水系分散体。

4． 砥粒の含有量が０．１～０．８重量％である、請求項１または２に記載の化学機械研磨用水系分散体。

5． 砥粒が、（A）セリアを含む無機粒子と（B）カチオン性有機重合体粒子とが、（C）アニオン性水溶性化合物を介して集合してなるものである、請求項１または２に記載の化学機械研磨用水系分散体。

6． （A）セリアを含む無機粒子０．１～１０重量％および（A）無機粒子１００重量部に対して５～１００重量部の（B）カチオン性有機重合体粒子を含有する第一液に、

（C）アニオン性水溶性化合物５～３０重量％を含有する第二液を添加する工程を含むことを特徴とする、請求項１に記載の化学機械研磨用水系分散体を製造するための方法。

7． （A）セリアを含む無機粒子１００重量部および（B）カチオン性有機重

合体粒子５～１００重量部を含有する第一液ならびに

（Ｃ）アニオン性水溶性化合物を含有する第二液からなることを特徴とする、請求項１に記載の化学機械研磨用水系分散体を製造するためのセット。

８．　請求項１に記載の化学機械研磨用水系分散体を用いて被研磨体の被研磨面を研磨することを特徴とする、化学機械研磨方法。

９．　被研磨面の少なくとも一部が絶縁膜である、請求項８に記載の化学機械研磨方法。

１０．　化学機械研磨装置の定盤を回転するモーターの電流値を追跡し、該電流値の経時変化を示すグラフにおいて該電流値が増加傾向から減少傾向に転じた後に変曲点を示した時点をもって化学機械研磨の終点として決定することを特徴とする、請求項８または９に記載の化学機械研磨方法。

図1

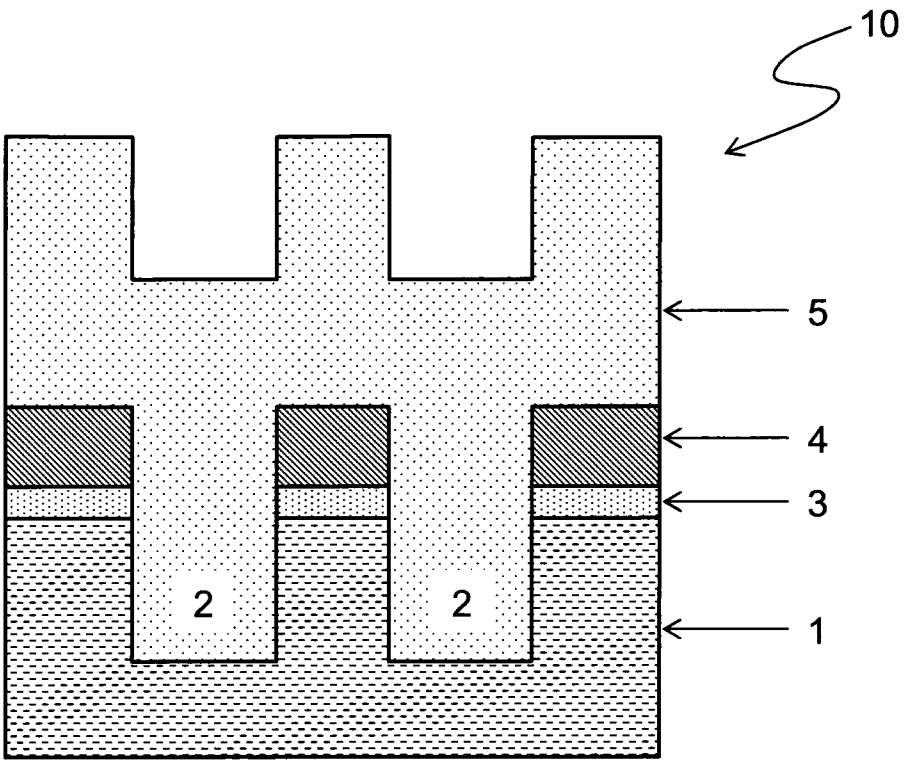


図2

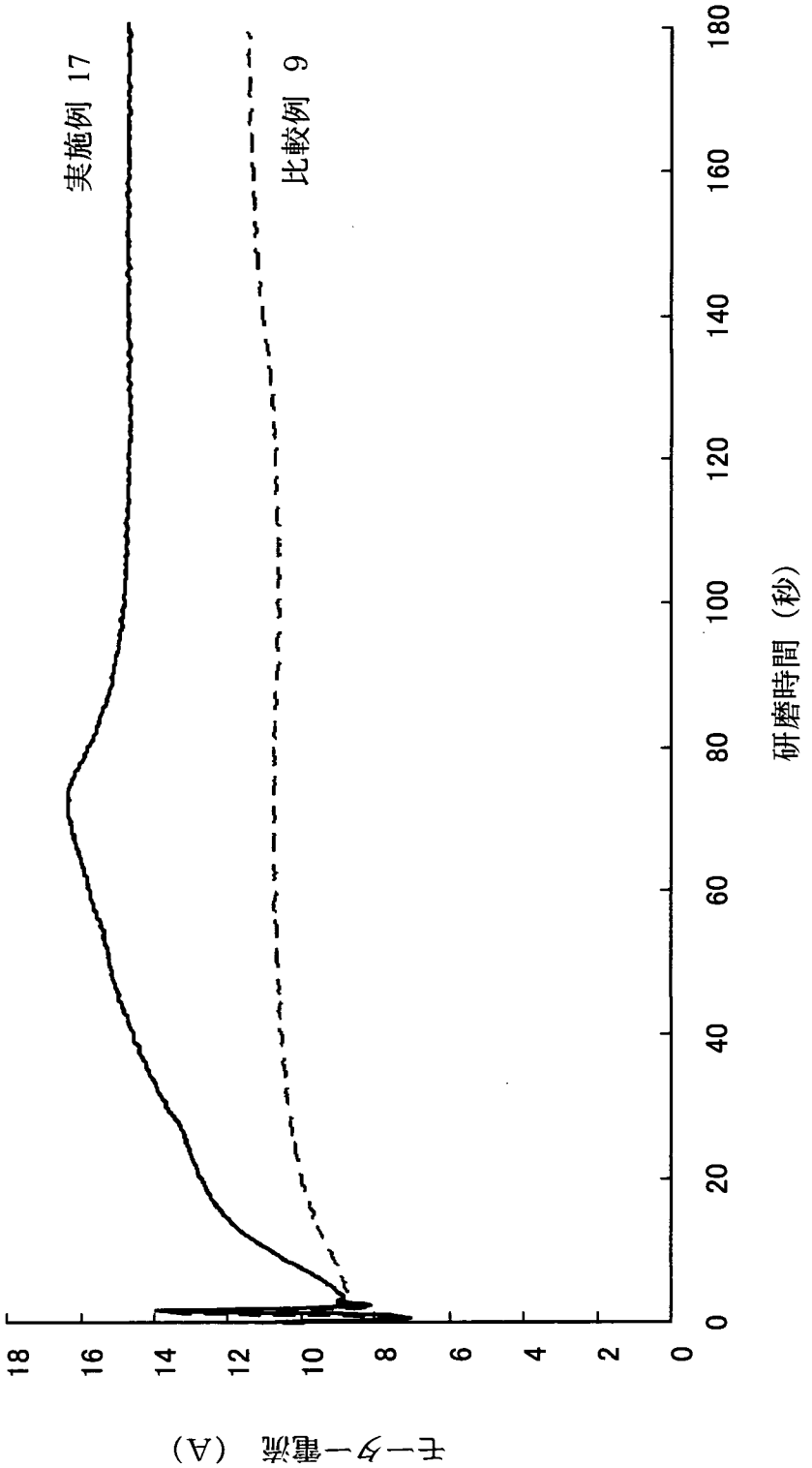
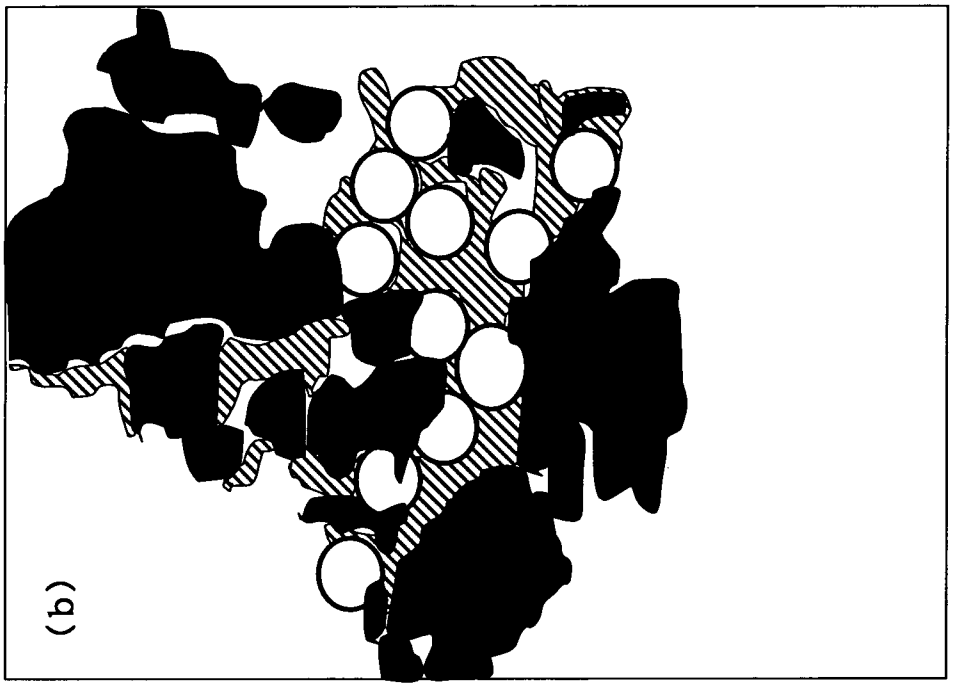
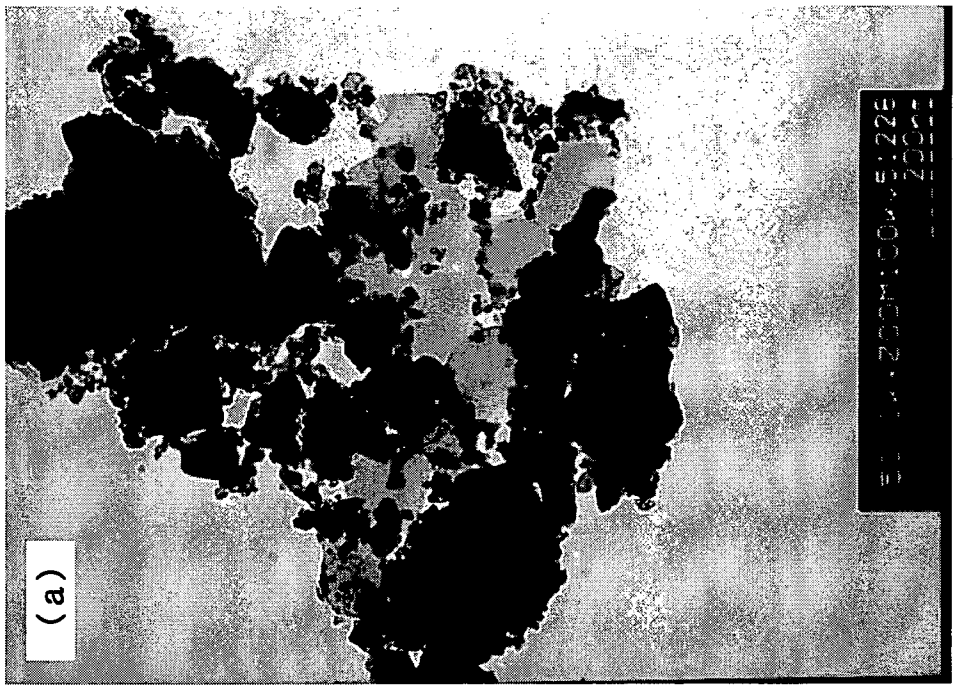

実施例 17
比較例 9
研磨時間（秒）
ドレッサー電流 （A）
0
20
40
60
80
100
120
140
160
180
0
2
4
6
8
10
12
14
16
18

図3





INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2007/064124

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
C09K3/14(2006.01)i, *B24B37/00*(2006.01)i, *B24B37/04*(2006.01)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, B24B37/04, 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 1996-2007
Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2007 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2007

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

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 8-257898 A (Tokyo Jiki Insatsu Kabushiki Kaisha), 08 October, 1996 (08.10.96), Claims 1 to 3 (Family: none)	1-10
Y	JP 2006-32611 A (JSR Corp.), 02 February, 2006 (02.02.06), Claims 1, 2 & US 2006/10781 A1 & EP 1616927 A1	1-10
Y	JP 2004-363574 A (JSR Corp.), 24 December, 2004 (24.12.04), Claims 1, 2 & US 2004/237413 A1 & EP 1477538 A1	6,7

☒ 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
11 September, 2007 (11.09.07)	25 September, 2007 (25.09.07)
Name and mailing address of the ISA/ Japanese Patent Office Facsimile No.	Authorized officer Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2007/064124

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 2005-81504 A (Kao Corp.), 31 March, 2005 (31.03.05), Claims 1, 2 & US 2005/54273 A1 & GB 2406098 A	6,7
Y	JP 2005-64450 A (Fujitsu Ltd.), 10 March, 2005 (10.03.05), Par. Nos. [0202] to [0218] & US 2005/26439 A1	10
A	JP 2003-109919 A (Toshiba Corp.), 11 April, 2003 (11.04.03), Full text (Family: none)	1-10
A	JP 2000-269169 A (Toshiba Corp.), 29 September, 2000 (29.09.00), Claims 1 to 9 & US 6740590 B1 & EP 1036836 A1	1-10

国際調査報告

国際出願番号　ＰＣＴ／ＪＰ２００７／０６４１２４

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(2006.01)i, B24B37/04(2006.01)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, B24B37/04, 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	１９７１－２００７年
日本国実用新案登録公報	１９９６－２００７年
日本国登録実用新案公報	１９９４－２００７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
Y	JP　8-257898　A　（東京磁気印刷株式会社）　1996.10.08, 請求項1-3,　（ファミリーなし）	1-10
Y	JP　2006-32611　A　（ＪＳＲ株式会社）　2006.02.02, 請求項1,2,　＆　US　2006/10781　A1　＆　EP　1616927　A1	1-10
Y	JP　2004-363574　A　（ＪＳＲ株式会社）　2004.12.24, 請求項1,2,　＆　US　2004/237413　A1　＆　EP　1477538　A1	6,7

☑ 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
１１．０９．２００７	２５．０９．２００７

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）　３Ｃ　３７４７
橋本　卓行
電話番号　０３－３５８１－１１０１　内線　３３２４

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
Ｙ	JP　2005-81504　A　（花王株式会社）　2005.03.31, 請求項1,2,　＆　US　2005/54273　A1　＆　GB　2406098　A	6,7
Ｙ	JP　2005-64450　A　（富士通株式会社）　2005.03.10, 【0202】－【0218】,　＆　US　2005/26439　A1	10
Ａ	JP　2003-109919　A　（株式会社東芝）　2003.04.11, 全文　（ファミリーなし）	1-10
Ａ	JP　2000-269169　A　（株式会社東芝）　2000.09.29, 請求項1-9,　＆　US　6740590　B1　＆　EP　1036836　A1	1-10