

(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
2024年5月2日(02.05.2024)



(10) 国際公開番号

WO 2024/089920 A1

(51) 国際特許分類:
C01F 17/235 (2020.01) H01L 21/304 (2006.01)
C09K 3/14 (2006.01)

(21) 国際出願番号: PCT/JP2023/017464

(22) 国際出願日: 2023年5月9日(09.05.2023)

(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 2022-172587 2022年10月27日(27.10.2022) JP

(71) 出願人: 株式会社 レゾナック (RESONAC CORPORATION) [JP/JP]; 〒1057325 東京都港区東新橋一丁目9番1号 Tokyo (JP).

(72) 発明者: 久保 拓夢 (KUBO Hiromu); 〒1058518 東京都港区芝大門一丁目13-9 株式会社レゾナック内 Tokyo (JP). 李 相哲 (LEE Sangchul); 〒1058518 東京都港区芝大門一丁目13-9 株式会社レゾナック内 Tokyo (JP). 影澤 幸一 (KAGESAWA Koichi); 〒1058518 東京都港区芝大門一丁目13-9 株式会社レゾナック内 Tokyo (JP). 野村 理行 (NOMURA Satoyuki); 〒1058518 東京都港区芝大門一丁目13-9 株式会社レゾナック内 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 M Y P L A Z A

(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, CV, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IQ, IR, IS, IT, JM, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, MG, MK, MN, MU, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, WS, ZA, ZM, ZW.

(84) 指定国(表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, CV, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SC, 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, ME, 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))

(54) Title: ABRASIVE GRAINS AND METHOD FOR SELECTING SAME, POLISHING LIQUID, MULTI-LIQUID TYPE POLISHING LIQUID, POLISHING METHOD, COMPONENT MANUFACTURING METHOD, AND SEMI-CONDUCTOR COMPONENT MANUFACTURING METHOD

(54) 発明の名称: 砥粒及びその選定方法、研磨液、複数液式研磨液、研磨方法、部品の製造方法、並びに、半導体部品の製造方法

(57) Abstract: This method is for selecting abrasive grains containing cerium, and involves selecting the abrasive grains on the basis of the average positron lifetime as measured by a positron annihilation method. Abrasive grains according to the present invention contain cerium, and have an average positron lifetime, as measured by a positron annihilation method, of 360 ps or less. This polishing liquid contains the abrasive grains and water. This multi-liquid type polishing liquid comprises: a first liquid containing the abrasive grains and water; and a second liquid containing water and a component other than the abrasive grains or water. This polishing method involves polishing a member to be polished by using the polishing liquid.

(57) 要約: 砥粒の選定方法であって、前記砥粒がセリウムを含み、陽電子消滅法により測定される陽電子寿命の平均値に基づき前記砥粒を選定する、砥粒の選定方法。セリウムを含み、陽電子消滅法により測定される陽電子寿命の平均値が360ps以下である、砥粒。前記砥粒と、水と、を含有する、研磨液。前記砥粒と、水と、を含有する第1の液、並びに、前記砥粒及び水以外の成分と、水と、を含有する第2の液を備える、複数液式研磨液。前記研磨液を用いて被研磨部材を研磨する、研磨方法。



WO 2024/089920 A1

明 細 書

発明の名称：

砥粒及びその選定方法、研磨液、複数液式研磨液、研磨方法、部品の製造方法、並びに、半導体部品の製造方法

技術分野

[0001] 本開示は、砥粒及びその選定方法、研磨液、複数液式研磨液、研磨方法、部品の製造方法、半導体部品の製造方法等に関する。

背景技術

[0002] 近年の電子デバイスの製造工程では、高密度化、微細化等のための加工技術の重要性がますます高まっている。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、電子デバイスの製造工程において、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：STI）の形成、プリメタル絶縁材料又は層間絶縁材料の平坦化、プラグ又は埋め込み金属配線の形成等に必須の技術となっている。CMPに用いられる研磨液としては、セリウムを含む砥粒を含有する研磨液が知られている（例えば、下記特許文献1及び2参照）。

先行技術文献

特許文献

[0003] 特許文献1：特開平10-106994号公報

特許文献2：特開平08-022970号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0004] 砥粒を含有する研磨液に対しては、用途に応じて被研磨材料の研磨速度を調整することが求められ、被研磨材料の研磨速度を調整するための新たな手法が求められる。また、砥粒を含有する研磨液に対しては、パターンを有さないブランケットウエハにおける酸化ケイ素の研磨速度を高めることが求め

られる場合がある。

[0005] 本開示の一側面は、被研磨材料の研磨速度を調整することが可能な砥粒の選定方法を提供することを目的とする。本開示の他の一側面は、ブランケットウエハにおける酸化ケイ素の研磨速度が高い砥粒を提供することを目的とする。本開示の他の一側面は、前記砥粒を含有する研磨液を提供することを目的とする。本開示の他の一側面は、前記砥粒を用いた複数液式研磨液を提供することを目的とする。本開示の他の一側面は、前記研磨液を用いた研磨方法を提供することを目的とする。本開示の他の一側面は、前記研磨方法により研磨された被研磨部材を用いた部品の製造方法を提供することを目的とする。本開示の他の一側面は、前記研磨方法により研磨された被研磨部材を用いた半導体部品の製造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

[0006] 本開示は、いくつかの側面において、下記の〔１〕～〔１７〕等に関する。

〔１〕 砥粒の選定方法であって、前記砥粒がセリウムを含み、陽電子消滅法により測定される陽電子寿命の平均値に基づき前記砥粒を選定する、砥粒の選定方法。

〔２〕 前記砥粒がセリウム酸化物を含む、〔１〕に記載の砥粒の選定方法。

〔３〕 セリウムを含み、陽電子消滅法により測定される陽電子寿命の平均値が３６０ p s 以下である、砥粒。

〔４〕 陽電子消滅法により測定される陽電子寿命の平均値が３００～３６０ p s である、〔３〕に記載の砥粒。

〔５〕 結晶子径が３０ n m 以上である、〔３〕又は〔４〕に記載の砥粒。

〔６〕 結晶子径が３６～５０ n m である、〔３〕～〔５〕のいずれか一つに記載の砥粒。

〔７〕 セリウム酸化物を含む、〔３〕～〔６〕のいずれか一つに記載の砥粒。

〔８〕 トリメシン酸のセリウム錯体由来のセリウム酸化物を含む、〔３〕～

〔 7 〕 のいずれか一つに記載の砥粒。

〔 9 〕 水酸化セリウム由来のセリウム酸化物を含む、〔 3 〕 ～〔 8 〕 のいずれか一つに記載の砥粒。

〔 1 0 〕 炭酸セリウム由来のセリウム酸化物を含む、〔 3 〕 ～〔 9 〕 のいずれか一つに記載の砥粒。

〔 1 1 〕 オキシ炭酸セリウム由来のセリウム酸化物を含む、〔 3 〕 ～〔 1 0 〕 のいずれか一つに記載の砥粒。

〔 1 2 〕 〔 1 〕 又は〔 2 〕 に記載の砥粒の選定方法により選定された砥粒、又は、〔 3 〕 ～〔 1 1 〕 のいずれか一つに記載の砥粒と、水と、を含有する、研磨液。

〔 1 3 〕 砥粒と、水と、を含有する第 1 の液、並びに、前記砥粒及び水以外の成分と、水と、を含有する第 2 の液を備え、前記砥粒が、〔 1 〕 又は〔 2 〕 に記載の砥粒の選定方法により選定された砥粒、又は、〔 3 〕 ～〔 1 1 〕 のいずれか一つに記載の砥粒である、複数液式研磨液。

〔 1 4 〕 〔 1 2 〕 に記載の研磨液を用いて被研磨部材を研磨する、研磨方法。

〔 1 5 〕 前記被研磨部材が酸化ケイ素を含む、〔 1 4 〕 に記載の研磨方法。

〔 1 6 〕 〔 1 4 〕 又は〔 1 5 〕 に記載の研磨方法により研磨された被研磨部材を用いて部品を得る、部品の製造方法。

〔 1 7 〕 〔 1 4 〕 又は〔 1 5 〕 に記載の研磨方法により研磨された被研磨部材を用いて半導体部品を得る、半導体部品の製造方法。

発明の効果

〔 0007 〕 本開示の一側面によれば、被研磨材料の研磨速度を調整することが可能な砥粒の選定方法を提供することができる。本開示の他の一側面によれば、ブランケットウエハにおける酸化ケイ素の研磨速度が高い砥粒を提供することができる。本開示の他の一側面によれば、前記砥粒を含有する研磨液を提供することができる。本開示の他の一側面によれば、前記砥粒を用いた複数液式研磨液を提供することができる。本開示の他の一側面によれば、前記研磨

液を用いた研磨方法を提供することができる。本開示の他の一側面によれば、前記研磨方法により研磨された被研磨部材を用いた部品の製造方法を提供することができる。本開示の他の一側面によれば、前記研磨方法により研磨された被研磨部材を用いた半導体部品の製造方法を提供することができる。

発明を実施するための形態

[0008] 以下、本開示の実施形態について説明する。但し、本開示は下記実施形態に限定されるものではない。

[0009] 本明細書において、「～」を用いて示された数値範囲は、「～」の前後に記載される数値をそれぞれ最小値及び最大値として含む範囲を示す。数値範囲の「A以上」とは、A、及び、Aを超える範囲を意味する。数値範囲の「A以下」とは、A、及び、A未満の範囲を意味する。本明細書に段階的に記載されている数値範囲において、ある段階の数値範囲の上限値又は下限値は、他の段階の数値範囲の上限値又は下限値と任意に組み合わせることができる。本明細書に記載されている数値範囲において、その数値範囲の上限値又は下限値は、実験例に示されている値に置き換えてもよい。「A又はB」とは、A及びBのどちらか一方を含んでいればよく、両方とも含んでいてもよい。本明細書に例示する材料は、特に断らない限り、1種を単独で又は2種以上を組み合わせ用いることができる。組成物中の各成分の含有量は、組成物中に各成分に該当する物質が複数存在する場合、特に断らない限り、組成物中に存在する当該複数の物質の合計量を意味する。「工程」との語は、独立した工程だけではなく、他の工程と明確に区別できない場合であってもその工程の所期の作用が達成されれば、本用語に含まれる。「砥粒」とは、複数の粒子の集合を意味するが、便宜的に、砥粒を構成する一の粒子を砥粒と呼ぶことがある。

[0010] 本実施形態に係る砥粒及びその選定方法は、研磨液に用いられる砥粒及びその選定方法である。本実施形態に係る砥粒及びその選定方法において、砥粒はセリウムを含む。本実施形態に係る砥粒の選定方法では、陽電子消滅法により測定される陽電子寿命の平均値（平均陽電子寿命）に基づき砥粒を選

定する。本実施形態に係る砥粒は、用途に応じて、陽電子消滅法により測定される陽電子寿命（砥粒の陽電子寿命）の平均値（平均陽電子寿命）として任意の数値を有する。

[0011] 本発明者は、セリウムを含む砥粒に着目した上で、陽電子消滅法により測定される当該砥粒の陽電子寿命の平均値を調整することにより、砥粒を用いて被研磨材料を研磨した場合における被研磨材料の研磨速度を調整できることを見出した。本実施形態に係る砥粒及びその選定方法によれば、陽電子消滅法により測定される陽電子寿命の平均値に基づき砥粒を選定し、このような砥粒を用いて被研磨材料を研磨した場合における被研磨材料の研磨速度を調整することができる。本実施形態によれば、砥粒における陽電子寿命の平均値（陽電子消滅法により測定される陽電子寿命の平均値）に基づき被研磨材料の研磨速度を調整する、研磨速度の調整方法を提供することができる。

[0012] 本実施形態に係る砥粒及びその選定方法の一態様によれば、ブランケットウエハ又はパターンウエハにおける被研磨材料の研磨速度を調整することができる。本実施形態に係る砥粒及びその選定方法の一態様によれば、被研磨材料の研磨速度を増加させるように被研磨材料の研磨速度を調整することが可能であり、被研磨材料の研磨速度を減少させるように被研磨材料の研磨速度を調整することもできる。本実施形態に係る砥粒及びその選定方法の一態様によれば、絶縁材料の研磨速度を調整することが可能であり、酸化ケイ素の研磨速度を調整することができる。

[0013] 砥粒は、セリウム（セリウム元素）を含み、セリウム化合物を含んでよい。セリウム化合物としては、セリウム酸化物、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（例えば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、炭酸セリウム等が挙げられる。砥粒は、被研磨材料の研磨速度を調整しやすい観点、又は、被研磨材料の研磨速度（ブランケットウエハにおける酸化ケイ素の研磨速度、パターンウエハにおける酸化ケイ素の研磨速度等；以下同様）を高めやすい観点から、セリウム酸化物を含んでよい。

セリウム酸化物は、 CeO_2 （酸化セリウム（Ⅳ）、セリア）であってよく、 Ce_2O_3 （酸化セリウム（Ⅲ））であってよい。

[0014] 砥粒は、セリウム源由来のセリウム酸化物を含んでよく、セリウム源の焼成物を含んでよい。セリウム源としては、セリウム塩を用いてよく、セリウム錯体を用いてよい。砥粒は、セリウム塩由来のセリウム酸化物を含んでよく、セリウム錯体由来のセリウム酸化物を含んでよい。

[0015] セリウム錯体は、被研磨材料の研磨速度を高めやすい観点から、炭素鎖を有する化合物Aのセリウム錯体（化合物Aの配位子と、セリウムと、を有する錯体）を含んでよい。化合物Aは、被研磨材料の研磨速度を高めやすい観点から、カルボキシ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含んでよい。この場合、カルボキシ基の数、又は、カルボキシ基及びカルボン酸塩基の合計数は、被研磨材料の研磨速度を高めやすい観点から、1～4、1～3、2～4、2～3、又は、3～4であってよい。化合物Aは、被研磨材料の研磨速度を高めやすい観点から、鎖状（非環式）の炭素鎖及び環状の炭素鎖からなる群より選ばれる少なくとも一種を有してよく、環状の炭素鎖を有してよい。環状の炭素鎖は、脂環、複素環又は芳香環であってよい。化合物Aは、被研磨材料の研磨速度を高めやすい観点から、芳香環を有してよい。セリウム錯体は、被研磨材料の研磨速度を高めやすい観点から、芳香族カルボン酸のセリウム錯体を含んでよく、ベンゼントリカルボン酸のセリウム錯体を含んでよく、トリメシン酸のセリウム錯体を含んでよい。セリウム錯体は、金属有機構造体（Metal Organic Frameworks）を含んでよい。

[0016] セリウム源としては、炭酸セリウム（オキシ炭酸セリウムを除く）、オキシ炭酸セリウム、トリメシン酸のセリウム錯体、酢酸セリウム、ステアリン酸セリウム、硝酸セリウム、硫酸セリウム、シュウ酸セリウム、水酸化セリウム等が挙げられる。砥粒は、被研磨材料の研磨速度を高めやすい観点から、炭酸セリウム由来のセリウム酸化物（例えば、炭酸セリウムの焼成物）、オキシ炭酸セリウム由来のセリウム酸化物（例えば、オキシ炭酸セリウムの

焼成物)、トリメシン酸のセリウム錯体由来のセリウム酸化物(例えば、トリメシン酸のセリウム錯体の焼成物)、及び、水酸化セリウム由来のセリウム酸化物(例えば、水酸化セリウムの焼成物)からなる群より選ばれる少なくとも一種を含んでよい。すなわち、砥粒は、炭酸セリウム由来のセリウム酸化物を含む態様、オキシ炭酸セリウム由来のセリウム酸化物を含む態様、トリメシン酸のセリウム錯体由来のセリウム酸化物を含む態様、又は、水酸化セリウム由来のセリウム酸化物を含む態様であってよい。

[0017] 本実施形態に係る砥粒は、セリウムを含む原料(砥粒を得るための原料)を処理することにより得られてよく、例えば、セリウムを含む原料(砥粒を得るための原料)を粉砕することにより得られてよい。本実施形態に係る砥粒の製造方法は、セリウムを含む原料(砥粒を得るための原料)を処理する処理工程を有してよく、例えば、セリウムを含む原料(砥粒を得るための原料)を粉砕することにより粉砕物を得る粉砕工程を備えてよい。セリウムを含む原料の形状は、特に限定されず、例えば、粒子状、繊維状、フレーク状、液状(例えば高粘性の液状)等であってよい。本実施形態に係る砥粒の製造方法は、粉砕工程の後に、粉砕物を分級する分級工程を備えてよい。分級工程では、粗大物(例えば粗大粒子)を除去することができる。粉砕工程における粉砕方法としては、特に限定されず、湿式粉砕、乾式粉砕等の各種粉砕方法を用いることができる。分級工程における分級方法としては、特に限定されず、遠心分離等が挙げられる。

[0018] 本実施形態に係る砥粒の製造方法は、処理工程(例えば粉砕工程)の前に、上述のセリウム源(例えばセリウム塩)を酸化することにより、セリウムを含む原料(砥粒を得るための原料)を得る原料作製工程を備えてよい。酸化の方法としては、セリウム源を600~900℃等で焼成する焼成法;過酸化水素等の酸化剤を用いてセリウム源を酸化する化学的酸化法などが挙げられる。

[0019] 陽電子寿命の測定では、材料に入射した陽電子が消滅するまでの時間を計測することにより、原子レベルの欠陥、分子間空隙、空孔構造等を評価でき

る。陽電子寿命の平均値は、陽電子消滅法により陽電子寿命を測定した後に、カプトン成分及び接着剤成分の計2成分を線源成分として用いて3成分解析を行ったときの試料由来の成分である。陽電子寿命の平均値は、例えば、酸素欠陥の大きさの平均値の指標として用いることができる。陽電子寿命の平均値は、後述の実験例に記載の方法により測定できる。陽電子寿命の平均値は、砥粒の作製条件等により調整できる。例えば、セリウムを含む原料（砥粒を得るための原料）を得る際のセリウム源の焼成温度が高いほど、陽電子寿命が小さい（短い）傾向がある。

[0020] 本発明者は、陽電子消滅法により測定される陽電子寿命の平均値として360ps以下を有する砥粒を用いることにより、酸化ケイ素の研磨速度を高めやすいことを見出した。本実施形態に係る砥粒の一態様は、セリウムを含み、陽電子消滅法により測定される陽電子寿命の平均値が360ps以下である。このような砥粒によれば、ブランケットウエハにおける酸化ケイ素の研磨速度を高めやすい。本実施形態に係る砥粒の一態様によれば、後述の実験例に記載の評価方法において、ブランケットウエハにおける酸化ケイ素の研磨速度として、例えば25nm/min以上（好ましくは、30nm/min以上、50nm/min以上、70nm/min以上、90nm/min以上、100nm/min以上、110nm/min以上、120nm/min以上等）を得ることができる。

[0021] 本実施形態に係る砥粒の一態様によれば、パターンウエハにおける酸化ケイ素の研磨速度を高めやすい。本実施形態に係る砥粒の一態様によれば、後述の実験例に記載の評価方法において、L/S=50/50のパターン領域における酸化ケイ素の研磨速度として、例えば15nm/min以上（好ましくは、20nm/min以上、25nm/min以上、30nm/min以上、35nm/min以上等）を得ることができる。本実施形態に係る砥粒の一態様によれば、後述の実験例に記載の評価方法において、L/S=20/80のパターン領域における酸化ケイ素の研磨速度として、例えば25.5nm/min以上（好ましくは、27nm/min以上、30nm/min

i n 以上、35 nm/min 以上、40 nm/min 以上、45 nm/min 以上、50 nm/min 以上等）を得ることができる。

[0022] 高い研磨速度が得られやすい理由の一例としては、下記の理由等が挙げられる。但し、高い研磨速度が得られやすい理由は当該内容に限定されない。すなわち、砥粒における陽電子寿命の平均値が小さいほど砥粒の内部における酸素欠陥が小さい。そして、このように砥粒内部の酸素欠陥が小さいと、研磨時において砥粒が割れにくい、そのため、砥粒の機械研磨力が高く維持されやすいことから高い研磨速度が得られやすい。

[0023] 本実施形態に係る砥粒及びその選定方法において、陽電子消滅法により測定される陽電子寿命（砥粒の陽電子寿命）の平均値は、被研磨材料の研磨速度を調整しやすい観点から、500 ps 以下、450 ps 以下、400 ps 以下、390 ps 以下、380 ps 以下、又は、370 ps 以下であってよい。

[0024] 本実施形態に係る砥粒及びその選定方法において、陽電子消滅法により測定される陽電子寿命（砥粒の陽電子寿命）の平均値は、被研磨材料の研磨速度を調整しやすい観点、又は、被研磨材料の研磨速度（ブランケットウエハにおける酸化ケイ素の研磨速度、パターンウエハにおける酸化ケイ素の研磨速度等）を高めやすい観点から、下記の範囲であってよい。陽電子寿命の平均値は、360 ps 以下、355 ps 以下、353 ps 以下、350 ps 以下、345 ps 以下、340 ps 以下、335 ps 以下、又は、330 ps 以下であってよい。陽電子寿命の平均値は、200 ps 以上、250 ps 以上、280 ps 以上、300 ps 以上、310 ps 以上、320 ps 以上、325 ps 以上、330 ps 以上、335 ps 以上、340 ps 以上、345 ps 以上、350 ps 以上、又は、353 ps 以上であってよい。

[0025] これらの観点から、陽電子寿命の平均値は、200～500 ps、200～360 ps、200～350 ps、200～330 ps、300～500 ps、300～360 ps、300～350 ps、300～330 ps、330～500 ps、330～360 ps、330～350 ps、350～5

00 p s、又は、350～360 p sであってよい。

[0026] 本実施形態に係る砥粒の選定方法は、陽電子消滅法により測定される陽電子寿命の平均値に基づき砥粒を選定する選定工程を備える。選定工程では、陽電子寿命の平均値が上述のいずれかの範囲であるか否か（例えば、陽電子寿命の平均値が360 p s以下であるか否か）に基づき砥粒を選定してよい。

[0027] 本実施形態に係る砥粒は、用途に応じて、結晶子径として任意の数値を有する。本実施形態に係る砥粒の選定方法における選定工程では、陽電子寿命の平均値に加えて、結晶子径に基づき砥粒を選定してよい。選定工程では、陽電子寿命の平均値に加えて、結晶子径が後述のいずれかの範囲であるか否か（例えば、結晶子径が30 nm以上であるか否か）に基づき砥粒を選定してよい。

[0028] 本実施形態に係る砥粒及びその選定方法において、砥粒の結晶子径は、被研磨材料の研磨速度を調整しやすい観点から、10 nm以上、15 nm以上、20 nm以上、又は、25 nm以上であってよい。

[0029] 本発明者は、結晶子径として30 nm以上を有する砥粒を用いることにより、酸化ケイ素の研磨速度を更に高めやすいことを見出した。砥粒の結晶子径が大きいことにより砥粒の機械研磨力が高く維持されやすいことから高い研磨速度が得られやすいと推測される。但し、高い研磨速度が得られやすい理由は当該内容に限定されない。

[0030] 本実施形態に係る砥粒及びその選定方法において、砥粒の結晶子径は、被研磨材料の研磨速度を調整しやすい観点、又は、被研磨材料の研磨速度（ブランケットウエハにおける酸化ケイ素の研磨速度、パターンウエハにおける酸化ケイ素の研磨速度等）を高めやすい観点から、下記の範囲であってよい。結晶子径は、30 nm以上、33 nm以上、35 nm以上、36 nm以上、38 nm以上、又は、40 nm以上であってよい。結晶子径は、100 nm以下、90 nm以下、80 nm以下、70 nm以下、60 nm以下、55 nm以下、50 nm以下、45 nm以下、42 nm以下、40 nm以下、3

8 nm以下、36 nm以下、又は、35 nm以下であってよい。

[0031] これらの観点から、結晶子径は、10～100 nm、10～50 nm、10～40 nm、20～100 nm、20～50 nm、20～40 nm、30～100 nm、30～50 nm、30～40 nm、35～100 nm、35～50 nm、35～40 nm、36～100 nm、36～50 nm、36～40 nm、40～100 nm、又は、40～50 nmであってよい。

[0032] 砥粒の結晶子径としては、砥粒の平均結晶子径を用いることができる。砥粒の結晶子径は、後述の実験例に記載の方法により測定できる。砥粒の結晶子径は、砥粒の作製条件により調整できる。例えば、セリウムを含む原料（砥粒を得るための原料）を得る際のセリウム源の焼成温度が高いほど、結晶子径が大きい傾向がある。

[0033] 本実施形態に係る研磨液は、本実施形態に係る砥粒と、水と、を含有し、本実施形態に係る砥粒の選定方法により選定された砥粒と、水と、を含有してよい。本実施形態に係る研磨液は、砥粒及び水に加えて、砥粒及び水以外の成分（例えば、後述の各種成分）を含有してよい。本実施形態に係る複数液式研磨液は、本実施形態に係る砥粒と水とを含有する液A（第1の液）、並びに、砥粒及び水以外の成分（例えば、後述の各種成分）と水とを含有する液B（第2の液）を備える。液Aの砥粒は、本実施形態に係る砥粒の選定方法により選定された砥粒であってよい。液Aは、砥粒及び水以外の成分（例えば、後述の各種成分）を含有してよく、砥粒及び水以外の成分（例えば、後述の各種成分）を含有していなくてもよい。本実施形態に係る研磨液の製造方法では、本実施形態に係る砥粒（例えば、本実施形態に係る砥粒の製造方法により得られた砥粒）と、水と、を混合することにより研磨液を得てよく、本実施形態に係る複数液式研磨液の液A及び液Bを互いに混合することにより研磨液を得てよい。液Aは、本実施形態に係る砥粒（例えば、本実施形態に係る砥粒の製造方法により得られた砥粒）と、水と、を混合することにより得ることができる。液Aは、複数の液であってよく、例えば、砥粒の種類が互いに異なる複数の液であってよい。液Bは、複数の液であってよ

く、例えば、砥粒及び水以外の成分の種類が互いに異なる複数の液であってよい。

[0034] 砥粒の含有量は、研磨液の全質量又は水の全質量を基準として下記の範囲であってよい。砥粒の含有量は、被研磨材料の研磨速度を高めやすい観点から、0.01質量%以上、0.05質量%以上、0.1質量%以上、0.2質量%以上、0.3質量%以上、0.4質量%以上、又は、0.5質量%以上であってよい。砥粒の含有量は、研磨液の粘度の上昇、砥粒の凝集等を抑制しやすい観点から、10質量%以下、8質量%以下、5質量%以下、3質量%以下、1質量%以下、0.8質量%以下、又は、0.5質量%以下であってよいこれらの観点から、砥粒の含有量は、0.01～10質量%、0.01～5質量%、0.01～1質量%、0.05～10質量%、0.05～5質量%、0.05～1質量%、0.1～10質量%、0.1～5質量%、又は、0.1～1質量%であってよい。

[0035] 水は、研磨液から他の成分を除いた残部として含有されていればよい。水の含有量は、研磨液の全質量を基準として下記の範囲であってよい。水の含有量は、90質量%以上、91質量%以上、92質量%以上、93質量%以上、94質量%以上、95質量%以上、96質量%以上、97質量%以上、98質量%以上、又は、99質量%以上であってよい。水の含有量は、100質量%未満、99.9質量%以下、99.8質量%以下、99.7質量%以下、99.6質量%以下、又は、99.5質量%以下であってよい。これらの観点から、水の含有量は、90質量%以上100質量%未満、95質量%以上100質量%未満、又は、98質量%以上100質量%未満であってよい。

[0036] 本実施形態に係る研磨液は、必要に応じてリン酸塩化合物を含有することができる。リン酸塩化合物は、砥粒の分散剤として用いてよい。リン酸塩化合物としては、リン酸塩及びその誘導体（リン酸塩誘導体）からなる群より選ばれる少なくとも一種を用いることができる。リン酸水素塩化合物としては、リン酸水素塩及びその誘導体（リン酸水素塩誘導体）からなる群より選

ばれる少なくとも一種を用いることができる。

[0037] リン酸塩としては、リン酸カリウム塩、リン酸ナトリウム塩、リン酸アンモニウム塩、リン酸カルシウム塩等が挙げられ、具体的には、リン酸三カリウム、リン酸三ナトリウム、リン酸アンモニウム、リン酸三カルシウム等が挙げられる。リン酸塩誘導体としては、二リン酸ナトリウム、二リン酸カリウム、ポリリン酸カリウム、ポリリン酸アンモニウム、ポリリン酸カルシウム等が挙げられる。

[0038] リン酸水素塩としては、リン酸水素カリウム塩、リン酸水素ナトリウム塩、リン酸水素アンモニウム塩、リン酸水素カルシウム塩等が挙げられ、具体的には、リン酸水素二カリウム、リン酸水素二ナトリウム、リン酸水素二アンモニウム、リン酸水素カルシウム、リン酸二水素カリウム、リン酸二水素ナトリウム、リン酸二水素アンモニウム、リン酸二水素カルシウム等が挙げられる。リン酸水素塩誘導体としては、リン酸水素カリウムドデシル、リン酸水素ナトリウムドデシル、リン酸水素ドデシルアンモニウム等が挙げられる。

[0039] 本実施形態に係る研磨液は、被研磨材料の研磨速度を高めやすい観点から、リン酸水素塩を含有してよく、リン酸二水素アンモニウムを含有してよい。

[0040] リン酸塩化合物の含有量は、研磨液の全質量又は水の全質量を基準として下記の範囲であってよい。リン酸塩化合物の含有量は、被研磨材料の研磨速度を高めやすい観点から、0.0001質量%以上、0.0005質量%以上、0.001質量%以上、0.002質量%以上、0.003質量%以上、0.004質量%以上、0.005質量%以上、0.008質量%以上、又は、0.01質量%以上であってよい。リン酸塩化合物の含有量は、砥粒の凝集を抑制しやすい観点から、1質量%以下、0.5質量%以下、0.1質量%以下、0.08質量%以下、0.05質量%以下、0.04質量%以下、0.03質量%以下、0.02質量%以下、又は、0.01質量%以下であってよい。これらの観点から、リン酸塩化合物の含有量は、0.000

1～1質量%、0.0001～0.1質量%、0.0001～0.05質量%、0.001～1質量%、0.001～0.1質量%、0.001～0.05質量%、0.005～1質量%、0.005～0.1質量%、又は、0.005～0.05質量%であってよい。

[0041] リン酸塩化合物の含有量は、砥粒100質量部に対して下記の範囲であってよい。リン酸塩化合物の含有量は、被研磨材料の研磨速度を高めやすい観点から、0.01質量部以上、0.05質量部以上、0.1質量部以上、0.3質量部以上、0.5質量部以上、0.8質量部以上、1質量部以上、1.2質量部以上、1.5質量部以上、1.8質量部以上、又は、2質量部以上であってよい。リン酸塩化合物の含有量は、砥粒の凝集を抑制しやすい観点から、50質量部以下、30質量部以下、20質量部以下、10質量部以下、8質量部以下、5質量部以下、4質量部以下、3質量部以下、2.5質量部以下、又は、2質量部以下であってよい。これらの観点から、リン酸塩化合物の含有量は、0.01～50質量部、0.01～10質量部、0.01～5質量部、0.1～50質量部、0.1～10質量部、0.1～5質量部、0.5～50質量部、0.5～10質量部、0.5～5質量部、1～50質量部、1～10質量部、又は、1～5質量部であってよい。

[0042] 本実施形態に係る研磨液は、必要に応じて重合体を含有することができる。重合体としては、アクリル酸、メタクリル酸、マレイン酸、フマル酸、イタコン酸等の不飽和カルボン酸の単独重合体（ポリアクリル酸等）；当該単独重合体のアンモニウム塩又はアミン塩；アクリル酸、メタクリル酸、マレイン酸、フマル酸、イタコン酸等の不飽和カルボン酸と、アクリル酸アルキル（アクリル酸メチル、アクリル酸エチル等）、アクリル酸ヒドロキシアルキル（アクリル酸ヒドロキシエチル等）、メタクリル酸アルキル（メタクリル酸メチル、メタクリル酸エチル等）、メタクリル酸ヒドロキシアルキル（メタクリル酸ヒドロキシエチル等）、スチレン化合物（スチレン、アルキルスチレン、スチレンスルホン酸等）、酢酸ビニル、ビニルアルコールなどの単量体との共重合体；当該共重合体のアンモニウム塩又はアミン塩などが挙

げられる。本実施形態に係る研磨液は、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とスチレン化合物とを単量体単位として有する共重合体を含有してよく、スチレン及びアクリル酸を単量体単位として有する共重合体（スチレン／アクリル酸共重合体）を含有してよい。

[0043] 本実施形態に係る研磨液は、必要に応じて酸成分（但し、リン酸塩化合物に該当する化合物を除く）を含有することができる。酸成分としては、プロピオン酸、酢酸等の有機酸（アミノ酸に該当する化合物を除く）；硝酸、硫酸、塩酸、リン酸、ホウ酸等の無機酸；グリシン等のアミノ酸などが挙げられる。

[0044] 本実施形態に係る研磨液は、本実施形態に係る砥粒、水、リン酸塩化合物、重合体及び酸成分以外の成分を含有してよい。このような成分としては、特に限定されず、セリウムを含まない砥粒；塩基性化合物等が挙げられる。

[0045] 本実施形態に係る研磨液のpHは、被研磨材料の研磨速度を高めやすい観点から、下記の範囲であってよい。研磨液のpHは、1.0以上、1.5以上、2.0以上、2.5以上、3.0以上、3.5以上、4.0以上、4.5以上、5.0以上、5.5以上、6.0以上、6.5以上、7.0以上、7.0超、7.5以上、8.0以上、又は、8.5以上であってよい。研磨液のpHは、12.0以下、11.5以下、11.0以下、10.5以下、10.0以下、9.5以下、又は、9.0以下であってよい。これらの観点から、研磨液のpHは、1.0～12.0、1.0～10.0、1.0～9.0、5.0～12.0、5.0～10.0、5.0～9.0、7.0～12.0、7.0～10.0、又は、7.0～9.0であってよい。本実施形態に係る研磨液のpHは、後述の実験例に記載の方法により測定できる。

[0046] 本実施形態に係る研磨方法は、本実施形態に係る研磨液（例えば、本実施形態に係る研磨液の製造方法により得られた研磨液）を用いて被研磨部材を研磨する研磨工程を備える。研磨工程で用いられる研磨液は、本実施形態に係る複数液式研磨液の液A（第1の液）及び液B（第2の液）を混合することにより得られる研磨液であってよい。研磨工程では、被研磨部材の被研磨

面を研磨することができる。研磨工程では、被研磨部材における被研磨材料の少なくとも一部を研磨して除去することができる。被研磨材料としては、酸化ケイ素、窒化ケイ素等の絶縁材料などが挙げられる。被研磨部材は、酸化ケイ素を含んでよく、酸化ケイ素及び窒化ケイ素を含んでよい。研磨工程では、パターンを有さないブランケットウエハを研磨してよく、線幅 $50\mu\text{m}$ の直線状の窒化ケイ素パターン及び線幅 $50\mu\text{m}$ の直線状の酸化ケイ素パターンが交互に配列されたパターン領域を研磨してよく、線幅 $20\mu\text{m}$ の直線状の窒化ケイ素パターン及び線幅 $80\mu\text{m}$ の直線状の酸化ケイ素パターンが交互に配列されたパターン領域を研磨してよい。本実施形態に係る砥粒、研磨液、研磨方法等は、これらの被研磨部材の研磨に用いられることに限られず、例えば、他のパターン領域の研磨に用いられてよい。被研磨部材は、特に限定されず、ウエハ（例えば半導体ウエハ）であってよく、チップ（例えば半導体チップ）であってよい。被研磨部材は、配線板であってよく、回路基板であってよい。

[0047] 本実施形態に係る部品の製造方法は、本実施形態に係る研磨方法により研磨された被研磨部材を用いて部品を得る部品作製工程を備える。本実施形態に係る部品は、本実施形態に係る部品の製造方法により得られる部品である。本実施形態に係る部品は、特に限定されず、電子部品（例えば、半導体パッケージ等の半導体部品）であってよく、ウエハ（例えば半導体ウエハ）であってよく、チップ（例えば半導体チップ）であってよい。本実施形態に係る部品の製造方法の一態様として、本実施形態に係る電子部品の製造方法では、本実施形態に係る研磨方法により研磨された被研磨部材を用いて電子部品を得る。本実施形態に係る部品の製造方法の一態様として、本実施形態に係る半導体部品の製造方法では、本実施形態に係る研磨方法により研磨された被研磨部材を用いて半導体部品（例えば半導体パッケージ）を得る。本実施形態に係る部品の製造方法は、部品作製工程の前に、本実施形態に係る研磨方法により被研磨部材を研磨する研磨工程を備えてよい。

[0048] 本実施形態に係る部品の製造方法は、部品作製工程の一態様として、本実

施形態に係る研磨方法により研磨された被研磨部材を個片化する個片化工程を備えてよい。個片化工程は、例えば、本実施形態に係る研磨方法により研磨されたウエハ（例えば半導体ウエハ）をダイシングしてチップ（例えば半導体チップ）を得る工程であってよい。本実施形態に係る部品の製造方法の一態様として、本実施形態に係る電子部品の製造方法は、本実施形態に係る研磨方法により研磨された被研磨部材を個片化することにより電子部品（例えば半導体部品）を得る工程を備えてよい。本実施形態に係る部品の製造方法の一態様として、本実施形態に係る半導体部品の製造方法は、本実施形態に係る研磨方法により研磨された被研磨部材を個片化することにより半導体部品（例えば半導体パッケージ）を得る工程を備えてよい。

[0049] 本実施形態に係る部品の製造方法は、部品作製工程の一態様として、本実施形態に係る研磨方法により研磨された被研磨部材と他の被接続体とを接続（例えば電氣的に接続）する接続工程を備えてよい。本実施形態に係る研磨方法により研磨された被研磨部材に接続される被接続体は、特に限定されず、本実施形態に係る研磨方法により研磨された被研磨部材であってよく、本実施形態に係る研磨方法により研磨された被研磨部材とは異なる被接続体であってよい。接続工程では、被研磨部材と被接続体とを直接接続（被研磨部材と被接続体とが接触した状態で接続）してよく、他の部材（導電部材等）を介して被研磨部材と被接続体とを接続してよい。接続工程は、個片化工程の前、個片化工程の後、又は、個片化工程の前後に行うことができる。

[0050] 接続工程は、本実施形態に係る研磨方法により研磨された被研磨部材の被研磨面と、被接続体と、を接続する工程であってよく、本実施形態に係る研磨方法により研磨された被研磨部材の接続面と、被接続体の接続面と、を接続する工程であってよい。被研磨部材の接続面は、本実施形態に係る研磨方法により研磨された被研磨面であってよい。接続工程により、被研磨部材及び被接続体を備える接続体を得ることができる。接続工程では、被研磨部材の接続面が金属部を有する場合、金属部に被接続体を接触させてよい。接続工程では、被研磨部材の接続面が金属部を有すると共に被接続体の接続面が

金属部を有する場合、金属部同士を接触させてよい。金属部は、例えば銅を含んでよい。

- [0051] 本実施形態に係るデバイス（例えば、半導体デバイス等の電子デバイス）は、本実施形態に係る研磨方法により研磨された被研磨部材、及び、本実施形態に係る部品からなる群より選ばれる少なくとも一種を備える。

実施例

- [0052] 以下、本開示を実験例に基づいて具体的に説明するが、本開示は当該実験例に限定されるものではない。

- [0053] （セリウム酸化物粒子の作製）

電気炉を用いて表1のセリウム源を800℃、空気下で1時間焼成することによりセリウム酸化物粒子（セリア粒子）を得た。

- [0054] トリメシン酸のセリウム錯体（金属有機構造体）は、次の手順で作製した。まず、水／エタノール混合溶媒（質量比1：1）480mLに34.7g（165mmol）のトリメシン酸（1, 3, 5-BTC：1, 3, 5-Benzene tricarboxylic acid、東京化成工業株式会社製）を加えることによりトリメシン酸溶液を調製した。また、71.2g（164mmol）の硝酸セリウム六水和物（富士フィルム和光純薬株式会社製）を水20mLに加えることにより硝酸セリウム水溶液を調製した。上述のトリメシン酸溶液に上述の硝酸セリウム水溶液を加えることにより混合液Aを得た後、マグネチックスターラーを用いて混合液Aを25℃、400rpmで5時間攪拌した。混合液Aにおいて固形分（白色沈殿）が生じた後、混合液Aを15時間静置した。混合液Aを攪拌することにより固形分を再分散させた後、混合液Aを50mL遠沈管に入れ、5000rpmで5分間遠心分離した。遠心分離後の上澄み液を別容器に移した後、25℃、700rpmで上澄み液を攪拌しながらトリエチルアミン（富士フィルム和光純薬株式会社製）25.4g（251mmol、35mL）を上澄み液にゆっくり加えてpHを1.0から8.4まで上昇させることにより、固形分（白色沈殿）の生じた混合液Bを得た。混合液Bを攪拌することにより固形分を

再分散させた後、混合液Bを50mL遠沈管に入れ、5000rpmで5分間遠心分離した。遠心分離後に上澄み液を取り除き、水／エタノール混合溶媒（質量比1：1）35mLを遠沈管に入れた。固形分（白色沈殿）を再分散させた後、5000rpmで5分間遠心分離を行った。この洗浄操作（上澄み液を取り除いた後に水／エタノール混合溶媒を加え、遠心分離を行う操作）を計2回行った後、溶媒（洗浄液）を取り除いた。加熱真空乾燥機で39時間乾燥させることにより、トリメシン酸のセリウム錯体の白色固体（Ce（1，3，5-BTC）・6H₂O）21.5g（44.3mmol）を得た。

[0055] （砥粒の作製）

上述のセリウム酸化物粒子と、リン酸二水素アンモニウムと、水とを混合することにより懸濁液を得た。セリウム酸化物粒子の含有量は、懸濁液の全質量を基準として5質量％であり、リン酸二水素アンモニウムの含有量は、セリウム酸化物粒子100質量部に対して2質量部であった。

[0056] 超音波分散装置（株式会社エスエヌディ製、商品名「US-105」）を用いて上述の懸濁液に分散処理を30分間施した。次に、ビーズミル（アシザワ・ファインテック株式会社製、商品名：ラボスターミニ、型番：DMS65）を用いて、粒径が約200nmに至るまで上述の懸濁液中のセリウム酸化物粒子を粉砕処理（湿式粉砕）した。

[0057] 上述の粉砕処理後、遠心分離機（エッペンドルフ・ハイマック・テクノロジーズ株式会社製、商品名：CF-15R）を用いて分級処理を行うことにより上述の懸濁液中の粗大粒子を除去して粒径を約150nmに揃えることにより砥粒の水分散液を得た。当該分級処理は、懸濁液50gを遠沈管に入れ、1500～3700min⁻¹で5分間遠心分離を行うことにより行った。

[0058] （砥粒の陽電子寿命の測定）

上述の砥粒の陽電子寿命の平均値を下記の手順で測定した。測定結果を表1に示す。

[0059] 遠心分離機（エッペンドルフ・ハイマック・テクノロジーズ株式会社製、商品名：CF-15R）を用いて上述の水分散液に遠心分離を施し、上澄み液を除去することにより固形分を得た。当該遠心分離は、懸濁液50gを遠沈管に入れ、 8000 min^{-1} で25分間遠心分離を行うことにより行った。そして、真空定温乾燥機（ヤマト科学株式会社製、商品名：ADP200）を用いてこの固形分を30℃で15時間乾燥させた後、乳鉢で固形分を解砕することにより砥粒を得た。

[0060] 粉体測定用セルに上述の砥粒を高さ5mmとなるように充填し、陽電子消滅法により下記条件で陽電子寿命（陽電子消滅寿命）の測定を行った。陽電子寿命の測定値を用いて、線源に含まれるカプトンと接着剤との寿命及び強度を含む3成分解析を行った。線源に含まれるカプトンの寿命である τ_1 は0.38nsであると分かっており、試料の陽電子寿命に近いことから、正しく試料の陽電子寿命を測定するためには、線源に含まれるカプトンの強度I1を固定する必要がある。I1は20～35%程度であると分かっているため、本測定では30%に固定した。 τ_2 は、線源に含まれる接着剤の寿命であり、当該寿命に対応するI2は、線源に含まれる接着剤の強度を示す。3成分解析で得られたセリウム酸化物由来の寿命を陽電子寿命の平均値（ τ_3 ）、それに応じた強度をI3として得た（ $I_1 + I_2 + I_3 = 100\%$ ）。

[0061] {測定条件}

測定装置：東洋精鋼株式会社製、商品名「PSA Type L-11」

陽電子線源：薄膜陽電子線源（公益社団法人日本アイソトープ協会製）

総カウント数：1000000カウント

[0062] （砥粒の結晶子径の測定）

上述の陽電子寿命の測定と同様に、上述の水分散液から砥粒を得た。次に、粉末X線回折装置（XRD、株式会社リガク（Rigaku）製、Ultima IV、発散高制限スリット10mm、発散スリット1°、散乱スリット1°、アブソーバーCu $\kappa\beta$ 、受光スリット0.15mm、出力40k

V / 20 mA) を用いて砥粒の回折スペクトルを $2\theta = 27 \sim 30^\circ$ の範囲で取得した。測定間隔 $0.02^\circ / \text{step}$ 、スキャン速度 $4 \text{ steps} / \text{s}$ の条件で測定し、 CeO_2 (111) ピークの半値幅及びシェラーの式より結晶子径 (平均値) を算出した。シェラー定数として 0.89 を用いた。測定結果を表 1 に示す。

[0063] (研磨液の調製)

上述の水分散液を水で希釈することにより研磨液を得た。研磨液の全質量を基準として、砥粒の含有量は 0.5 質量%であり、リン酸二水素アンモニウムの含有量は 0.01 質量%であった。

[0064] コンパクト pH メータ (株式会社堀場製作所製、商品名: LAQUA twin) を用いて研磨液の pH を測定した。2 種の pH 緩衝液 (pH 4.01 及び pH 6.86) 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 メータのセンサーを研磨液に入れ、pH が安定してから pH を測定した。標準緩衝液及び研磨液の液温は共に 25°C であった。測定結果を表 1 に示す。

[0065] (研磨特性の評価)

ブランケットウエハ (BKW) を次の手順で作製した。まず、表面に酸化ケイ素膜 (SiO_2 、初期膜厚: 2000 nm) を有する $\phi 200 \text{ mm}$ のパターンなしのウエハを準備した。次に、このウエハを $20 \text{ mm} \times 20 \text{ mm}$ に切り抜くことにより研磨用のブランケットウエハを得た。

[0066] パターンウエハ (PTW) を次の手順で作製した。まず、SEMATECH 製の商品名「8” SEMATECH 864」(Stop on Nitride) を準備した。このウエハは、直径 200 mm のシリコン基板上の一部にストッパ膜として SiN 膜を形成すると共に、 SiN 膜の無い部分のシリコン基板を 350 nm エッチングして凹部を形成し、次いで、プラズマ CVD 法で 600 nm の SiO_2 膜をストッパ膜上及び凹部内に成膜して得られたウエハである。次に、このウエハを $20 \text{ mm} \times 20 \text{ mm}$ に切り抜くことにより、 SiN パターン (Line) 及び SiO_2 パターン (Space) の

線幅 (L/S ; 単位 μm) が 50/50 であるパターン領域、並びに、SiN パターン (Line) 及び SiO₂ パターン (Space) の線幅 (L/S ; 単位 μm) が 20/80 であるパターン領域を有するパターンウエハを得た。

[0067] 研磨装置 (株式会社ナノファクター製、商品名 : FACT-200) において、吸着パッドを貼り付けた基体取り付け用のホルダーに上述のウエハ (ブランケットウエハ又はパターンウエハ) を取り付け付けた。研磨パッド (ニッタ・デュポン株式会社製、商品名 : IC1010) を貼り付けた定盤上に、被研磨面が研磨パッドに対向するようにホルダーを載せた。上述の研磨液を供給量 5 mL/min で研磨パッド上に供給しながら、研磨荷重 7 psi (1 psi = 6.9 kPa) でウエハを研磨パッドに押し当てた。このとき、定盤を 120 min⁻¹ で回転させ、ホルダーを定盤と共回りで回転させることにより、60 秒間研磨を行った。研磨後のウエハを純水でよく洗浄した後乾燥させた。

[0068] ブランケットウエハでは、膜厚測定装置 (東朋テクノロジー株式会社製、商品名 : TohoSpec3100) を用いて、研磨後のウエハの中心点、及び、中心点から対角線方向に 7.1 cm 離れた 4 点の合計 5 点の測定点において膜厚を測定した。これらの膜厚の平均値と研磨前のウエハの中心点における膜厚との差を膜厚変化量として得ることによりブランケットウエハの研磨速度を求めた。結果を表 1 に示す。

[0069] パターンウエハでは、膜厚測定装置 (東朋テクノロジー株式会社製、商品名 : TohoSpec3100) を用いて、L/S = 50/50 のパターン領域及び L/S = 20/80 のパターン領域における SiN 上の SiO₂ (1 箇所) の研磨前後の厚さの変化量を測定することにより酸化ケイ素の研磨速度を求めた。結果を表 1 に示す。

[0070]

[表1]

		実験例				
		1	2	3	4	5
セリウム源		トリメシン酸のセリウム錯体	水酸化セリウム	炭酸セリウム	オキシ炭酸セリウム	酢酸セリウム
陽電子寿命 [ps]		327.5	332.4	351.6	354.7	368.5
結晶子径 [nm]		38.1	35.6	40.2	34.7	25.6
pH		8.61	8.53	8.63	8.58	8.58
研磨速度 [nm/min]	BKW	119.0	28.2	129.9	110.6	21.3
	PTW(50/50)	35.3	17.0	24.3	33.1	12.9
	PTW(20/80)	53.5	25.6	27.8	39.8	25.1

請求の範囲

- [請求項1] 砥粒の選定方法であって、
前記砥粒がセリウムを含み、
陽電子消滅法により測定される陽電子寿命の平均値に基づき前記砥粒を選定する、砥粒の選定方法。
- [請求項2] 前記砥粒がセリウム酸化物を含む、請求項1に記載の砥粒の選定方法。
- [請求項3] セリウムを含み、
陽電子消滅法により測定される陽電子寿命の平均値が360 p s以下である、砥粒。
- [請求項4] 陽電子消滅法により測定される陽電子寿命の平均値が300～360 p sである、請求項3に記載の砥粒。
- [請求項5] 結晶子径が30 nm以上である、請求項3に記載の砥粒。
- [請求項6] 結晶子径が36～50 nmである、請求項3に記載の砥粒。
- [請求項7] セリウム酸化物を含む、請求項3に記載の砥粒。
- [請求項8] トリメシン酸のセリウム錯体由来のセリウム酸化物を含む、請求項3に記載の砥粒。
- [請求項9] 水酸化セリウム由来のセリウム酸化物を含む、請求項3に記載の砥粒。
- [請求項10] 炭酸セリウム由来のセリウム酸化物を含む、請求項3に記載の砥粒。
- [請求項11] オキシ炭酸セリウム由来のセリウム酸化物を含む、請求項3に記載の砥粒。
- [請求項12] 請求項3～11のいずれか一項に記載の砥粒と、水と、を含有する、研磨液。
- [請求項13] 請求項3～11のいずれか一項に記載の砥粒と、水と、を含有する第1の液、並びに、前記砥粒及び水以外の成分と、水と、を含有する第2の液を備える、複数液式研磨液。

- [請求項14] 請求項 1 2 に記載の研磨液を用いて被研磨部材を研磨する、研磨方法。
- [請求項15] 前記被研磨部材が酸化ケイ素を含む、請求項 1 4 に記載の研磨方法。
- [請求項16] 請求項 1 4 に記載の研磨方法により研磨された被研磨部材を用いて部品を得る、部品の製造方法。
- [請求項17] 請求項 1 4 に記載の研磨方法により研磨された被研磨部材を用いて半導体部品を得る、半導体部品の製造方法。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2023/017464

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER**C01F 17/235**(2020.01)i; **C09K 3/14**(2006.01)i; **H01L 21/304**(2006.01)i

FI: C01F17/235; C09K3/14 550D; C09K3/14 550Z; H01L21/304 621D

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)

C01F17/235; C09K3/14; H01L21/304

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

Published examined utility model applications of Japan 1922-1996
 Published unexamined utility model applications of Japan 1971-2023
 Registered utility model specifications of Japan 1996-2023
 Published registered utility model applications of Japan 1994-2023

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	WO 2022/070923 A1 (SHOWA DENKO MATERIALS CO., LTD.) 07 April 2022 (2022-04-07)	1-4, 7-17
Y	claims, paragraphs [0005], [0015]-[0019]	5-6, 9-11
X	JP 2007-129248 A (HITACHI CHEM CO LTD) 24 May 2007 (2007-05-24)	3-17
Y	claims, paragraph [0027], example 2	5-6, 10
X	WO 00/73211 A1 (HITACHI CHEM CO LTD) 07 December 2000 (2000-12-07)	3-17
Y	claims, p. 7, lines 24-25, example 1	5-6, 10
X	KR 10-2014-0087668 A (K.C.TECH CO., LTD.) 09 July 2014 (2014-07-09)	3-17
Y	paragraphs [0093]-[0109], examples 1-4	5-6, 10

☒ 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

05 July 2023

Date of mailing of the international search report

18 July 2023

Name and mailing address of the ISA/JP

Japan Patent Office (ISA/JP)
 3-4-3 Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915
 Japan

Authorized officer

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2023/017464

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	CN 106915761 A (ANJI MICROELECTRONICS TECHNOLOGY(SHANGHAI) CO., LTD.) 04 July 2017 (2017-07-04) paragraphs [0002], [0029]-[0030], examples 2-3	3-4, 7-17
Y		5-6, 11
X	JP 2006-116617 A (HITACHI MAXELL LTD) 11 May 2006 (2006-05-11) example 1	3-4, 7-11
Y		5-6, 9

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.

PCT/JP2023/017464

Patent document cited in search report			Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)	Publication date (day/month/year)
WO	2022/070923	A1	07 April 2022	TW 202225349 A	
JP	2007-129248	A	24 May 2007	US 2002/0090895 A1	
				claims, example 2	
				EP 1043379 A1	
				KR 10-2006-0132046 A	
				CN 1282362 A	
WO	00/73211	A1	07 December 2000	US 6615499 B1	
				claims, example 1	
				EP 1201607 A1	
				KR 10-2005-0039789 A	
KR	10-2014-0087668	A	09 July 2014	(Family: none)	
CN	106915761	A	04 July 2017	(Family: none)	
JP	2006-116617	A	11 May 2006	(Family: none)	

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC）） C01F 17/235(2020.01)i; C09K 3/14(2006.01)i; H01L 21/304(2006.01)i FI: C01F17/235; C09K3/14 550D; C09K3/14 550Z; H01L21/304 621D		
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）） C01F17/235; C09K3/14; 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 1971-2023年 日本国実用新案登録公報 1996-2023年 日本国登録実用新案公報 1994-2023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	WO 2022/070923 A1（昭和電工マテリアルズ株式会社）07.04.2022（2022-04-07） 請求の範囲、[0005]、[0015] - [0019]	1-4, 7-17
Y		5-6, 9-11
X	JP 2007-129248 A（日立化成工業株式会社）24.05.2007（2007-05-24） 特許請求の範囲、[0027]、実施例2	3-17
Y		5-6, 10
X	WO 00/73211 A1（日立化成工業株式会社）07.12.2000（2000-12-07） 請求の範囲、第7頁第24-25行、実施例1	3-17
Y		5-6, 10
X	KR 10-2014-0087668 A（K.C.TECH CO., LTD.）09.07.2014（2014-07-09） [0093] - [0109]、実施例1-4	3-17
Y		5-6, 10
☒ 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、一般的技术水準を示すもの “E” 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの “L” 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す） “O” 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献 “P” 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願の日の後に公表された文献 “T” 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と抵触するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの “X” 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの “Y” 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの “&” 同一パテントファミリー文献		
国際調査を完了した日 05.07.2023		国際調査報告の発送日 18.07.2023
名称及びあて先 日本国特許庁(ISA/JP) 〒100-8915 日本国 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号		権限のある職員（特許庁審査官） 中田 光祐 4V 1146 電話番号 03-3581-1101 内線 3483

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	CN 106915761 A (ANJI MICROELECTRONICS TECHNOLOGY(SHANGHAI) CO., LTD) 04.07.2017 (2017 - 07 - 04)	3-4, 7-17
Y	[0002]、[0029] - [0030]、実施例2 - 3	5-6, 11
X	JP 2006-116617 A (日立マクセル株式会社) 11.05.2006 (2006 - 05 - 11)	3-4, 7-11
Y	実施例 1	5-6, 9

国際調査報告
 パテントファミリーに関する情報

国際出願番号

PCT/JP2023/017464

引用文献			公表日	パテントファミリー文献			公表日
WO	2022/070923	A1	07.04.2022	TW	202225349	A	
JP	2007-129248	A	24.05.2007	US	2002/0090895	A1	
				請求の範囲、実施例 2			
				EP	1043379	A1	
				KR	10-2006-0132046	A	
				CN	1282362	A	
WO	00/73211	A1	07.12.2000	US	6615499	B1	
				請求の範囲、実施例 1			
				EP	1201607	A1	
				KR	10-2005-0039789	A	
KR	10-2014-0087668	A	09.07.2014	(ファミリーなし)			
CN	106915761	A	04.07.2017	(ファミリーなし)			
JP	2006-116617	A	11.05.2006	(ファミリーなし)			