



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公告本

(11)證書號數：TW I640586 B

(45)公告日：中華民國 107 (2018) 年 11 月 11 日

(21)申請案號：103110296

(22)申請日：中華民國 103 (2014) 年 03 月 19 日

(51)Int. Cl. : C09G1/02 (2006.01)

C09K3/14 (2006.01)

B24B37/00 (2012.01)

H01L21/304 (2006.01)

(30)優先權：2013/03/19 日本

2013-057225

2013/03/19 日本

2013-057226

2013/03/19 日本

2013-057227

2013/03/19 日本

2013-057228

(71)申請人：福吉米股份有限公司 (日本) FUJIMI INCORPORATED (JP)

日本

(72)發明人：土屋公亮 TSUCHIYA, KOHSUKE (JP)；丹所久典 TANSO, HISANORI (JP)；市

坪大輝 ICHITSUBO, TAIKI (JP)

(74)代理人：林志剛

(56)參考文獻：

TW 200944583A

審查人員：吳志明

申請專利範圍項數：12 項 圖式數：0 共 163 頁

(54)名稱

研磨用組成物、研磨用組成物之製造方法及研磨用組成物之調製用套組

(57)摘要

本發明係提供一種研磨用組成物，其係含有具有含 SP 值相異的複數種重複單位之分子構造的水溶性聚合物，或是以既定之方法所求得之蝕刻率及研磨粒吸附率各在既定之範圍者。又，本發明提供一種研磨用組成物之製造方法，其係使用研磨粒、鹼性化合物、具有在鹼性條件下顯示水解反應性之官能基的水溶性聚合物 H 及水來製造研磨用組成物之方法，其係含以下步驟：準備至少含前述鹼性化合物之 A 劑的步驟、準備至少含前述水溶性聚合物 H 之 B 劑的步驟。

發明專利說明書

(本說明書格式、順序，請勿任意更動)

【發明名稱】（中文/英文）

研磨用組成物、研磨用組成物之製造方法及研磨用組成物之調製用套組

【技術領域】

[0001] 本發明係關於研磨對象物的研磨所用之研磨用組成物。詳言之，主要是關於矽晶圓等之半導體基板、其他基板之研磨所用的研磨用組成物。

又，本發明係關於研磨對象物的研磨所用之研磨用組成物之製造方法。再者，是關於其製造方法所用的研磨用組成物之調製用套組。

本案乃基於 2013 年 3 月 19 日所申請之日本國特願 2013-057225、日本國特願 2013-057226、日本國特願 2013-057227 及日本國特願 2013-057228 而主張優先權，該等之申請案的全部內容乃列入本說明書中以供參考。

【先前技術】

[0002] 作為半導體裝置之構成要件等所用之矽晶圓的表面一般係經過研磨步驟（粗研磨步驟）與拋光步驟（精密研磨步驟）而修飾成高品質之鏡面。上述拋光步驟典型上含 1 次拋光步驟（1 次研磨步驟）與最終拋光步驟（最終研磨步驟）。關於在研磨矽晶圓等半導體基板之用

途中主要使用之研磨用組成物之技術文獻，可舉出專利文獻 1。專利文獻 2 則是關於在研磨氧化矽膜等絕緣膜之用途中主要使用的研磨用組成物之技術文獻。

[先行技術文獻]

[專利文獻]

[0003]

[專利文獻 1]日本國專利第 4772156 號公報

[專利文獻 2]國際公開第 2010/143579 號

【發明內容】

[發明所欲解決之課題]

[0004] 對用以研磨矽晶圓等之半導體基板等等基板之研磨用組成物（特別是精密研磨用之研磨用組成物），要求可實現研磨後霧度低且微小顆粒（輕微點缺陷（Light Point Defect）；LPD）數較少之表面的性能。對該用途之研磨用組成物，除了水及研磨顆粒以外，在研磨對象物表面的保護或潤濕性的提昇等目的方面，大多含水溶性聚合物。其中，泛用之水溶性聚合物方面，可舉出羥基乙基纖維素。

[0005] 然而，羥基乙基纖維素（HEC）係源自天然物（纖維素）之聚合物，故相較於人工聚合單體所得之聚合物（以下亦稱為合成聚合物），化學構造或純度之控制性有其界限。例如，與合成聚合物相比構造控制較困難，故市場上能容易取得之 HEC 之重量平均分子量或分子量

分佈（重量平均分子量（ M_w ）對數平均分子量（ M_n ）之比，即 M_w/M_n ）之範圍受到限制。又，因以天然物為原料，故難以高度地減低可能成為產生表面缺陷之原因的異物或聚合物構造之局部紊亂（微凝聚等）等，且該種異物等之量或左右亦容易有偏差。在預料今後對於研磨後之表面品質之要求將日益嚴苛時，若能提供組成中不以 HEC 為必要成分之 LPD 數或霧度之減低效果優異之研磨用組成物，會是有益的。

[0006] 鑑於該情況，本發明係以提供一種 LPD 數或霧度之減低效果優異之研磨用組成物為一目的。相關連之其另一目的係提供使用該研磨用組成物製造研磨物之方法。

[0007] 又，用以研磨矽晶圓等之半導體基板等等基板之研磨用組成物，其代表性構成方面，含研磨粒、水及水溶性聚合物，並進一步使其含有鹼性化合物而得以舉出已調整至鹼性的構成。從研磨粒的分散安定性或研磨速度提昇之觀點來看，係以將研磨用組成物調整至鹼性者為佳。

[0008] 然而，水溶性聚合物之中，會有在鹼性條件下發生水解反應者。研磨用組成物中所含的水溶性聚合物若發生水解反應，該研磨用組成物之性能會有因經時而降低之虞。因此，經調整至鹼性的研磨用組成物（以下稱為「鹼性的研磨用組成物」），因需避免使用在鹼性條件下會發生水解反應之水溶性聚合物，而有組成的選擇受限之

不便。

[0009] 鹼性的研磨用組成物中，使用在鹼性條件下會發生水解反應之水溶性聚合物，若可改善其性能安定性的話則有益。在此，本發明係使用具有在鹼性條件下顯示水解反應性之官能基的水溶性聚合物，並提供製造性能安定性更加優異之鹼性的研磨用組成物之技術為另一個目的。

[用以解決課題之手段]

[0010] 藉由此說明書所提供之第一樣態 (aspect) 之研磨用組成物，係含含有 SP 值 (Solubility Parameter) 相異的複數種重複單位之分子構造的水溶性聚合物。上述水溶性聚合物中，上述複數種重複單位，含 SP 值為 14.5 以上之重複單位 A，以及 SP 值未達 14.5 之重複單位 B。上述水溶性聚合物，就上述分子構造中所含的全種類之重複單位而言，將各種類之重複單位的 SP 值與該重複單位的合計體積在上述分子構造中之全重複單位的體積中所占比例之乘積予以合計，所求得之平均 SP 值為 17.5 以下。在此，各種類之重複單位的合計體積，乃作為該重複單位的莫耳數與莫耳體積之積所算出。

含有該水溶性聚合物之研磨用組成物，例如，相較於將上述水溶性聚合物取代為同量的羥基乙基纖維素之組成的研磨用組成物，可獲得藉由減低研磨後表面之霧度及 LPD 數性能而優異者。

[0011] 本文所揭示之研磨用組成物，典型上除了上述水溶性聚合物之外，是以含研磨粒之組成而用於研磨對象物之研磨者。若依該樣態之研磨用組成物，則可藉由研磨粒之機械作用而使研磨效率提昇。

[0012] 上述水溶性聚合物方面，較佳可採用非離子性的聚合物。若依據重複單位 A、B 各自滿足上述 SP 值且含滿足上述平均 SP 值之非離子性的水溶性聚合物之研磨用組成物的話，研磨後的表面霧度及 LPD 數之減低效果得以更加地發揮。

[0013] 上述水溶性聚合物的一較佳例方面，可舉出上述重複單位 A 含乙烯醇單位者。在此所謂乙烯醇單位係指相當於乙烯醇（ $\text{CH}_2=\text{CH}-\text{OH}$ ）之乙烯基聚合而生成的構造之構造部分。上述乙烯醇單位，具體而言，乃是藉由後述之化學式： $-\text{CH}_2-\text{CH}(\text{OH})-$ 所示之構造部分（SP 值 18.5）。若依據含該水溶性聚合物之研磨用組成物，則研磨後的表面霧度及 LPD 數之減低效果得以更加地發揮。

[0014] 上述水溶性聚合物之外的一較佳例方面，可舉出上述重複單位 B 含乙酸乙烯基酯單位者。在此所謂乙酸乙烯基酯單位，係指相當於乙酸乙烯基酯（ $\text{CH}_3\text{COOCH}=\text{CH}_2$ ）之乙烯基聚合而生成的構造之構造部分。上述乙酸乙烯基酯單位，具體而言，乃藉由後述之化學式： $-\text{CH}_2-\text{CH}(\text{OCOCH}_3)-$ 所示之構造部分（SP 值 11.1）。若依據含該水溶性聚合物之研磨用組成物，則研磨後的表面霧度及 LPD 數之減低效果得以更加地發揮。

[0015] 上述水溶性聚合物含乙酸乙烯基酯單位時，上述乙酸乙烯基酯單位的莫耳數佔該水溶性聚合物之分子構造中所含的全重複單位的莫耳之比例（莫耳比），係以在 5%～80%之範圍者為佳。若依據含該水溶性聚合物之研磨用組成物，則研磨後的表面霧度及 LPD 數之減低效果得以更加地發揮。

[0016] 本文所揭示之研磨用組成物，係以進一步含鹼性化合物之樣態來實施。若依據該樣態之研磨用組成物，則藉由鹼性化合物之作用可使研磨效率提昇。

[0017] 依據此說明書，又可提供，使用本文所揭示之任一研磨用組成物來製造研磨物之方法。其方法含對研磨對象物供給研磨液（在此所謂「液」乃包含漿液之意）者。又，含將上述研磨對象物之表面以上述研磨液進行研磨者。若依據該製造方法，則可製造獲得具備有高品位的（例如，LPD 數少且霧度低）表面之研磨物。

[0018] 本文所揭示之技術較佳乃適用於矽晶圓的研磨，例如經研磨之矽晶圓的拋光。特佳的適用對象方面，可例示出矽晶圓的最後拋光。

[0019] 藉由本說明書所提供之第二樣態（aspect）之研磨用組成物，係含研磨粒、水溶性聚合物與水。上述研磨用組成物乃基於以下蝕刻率測定之蝕刻率為 2.0nm/分以下者為特徵。

[蝕刻率測定]

(1A) 調製含上述水溶性聚合物 0.18 質量%及氨 1.3 質量%，且剩餘部分為水所成之蝕刻率測定用藥液 LE。

(2A) 準備已去除了表面自然氧化膜之矽基板（縱 6cm、橫 3cm、厚度 775 μ m 之長方形狀），測定其質量 W0。

(3A) 將上述矽基板在室溫下浸漬於上述藥液 LE 中 12 小時。

(4A) 自上述藥液 LE 中取出上述矽基板，在室溫以 NH_3 （29%）： H_2O_2 （31%）：超純水=1：1：8（體積比）之洗淨液洗淨 10 秒鐘。

(5A) 測定洗淨後上述矽基板之質量 W1。

(6A) 從上述 W0 與上述 W1 之差及上述矽基板之比重來算出蝕刻率（nm/分）。

上述研磨用組成物，又，基於以下研磨粒吸附率測定之研磨粒吸附率為 20%以下者為特徵。

[研磨粒吸附率測定]

(1B) 對上述研磨用組成物進行離心處理而使上述研磨粒沈降，測定其上清液的全有機碳量後，求取該上清液中所含的有機碳之總量 C0。

(2B) 準備由上述研磨用組成物之組成去除研磨粒所成之組成的試驗液 L0，測定該試驗液 L0 的全有機碳量，求取上述試驗液 L0 中所含的有機碳之總量 C1。

(3B) 由上述 C0 及上述 C1，藉由下式算出研磨粒吸

附率：

$$\text{研磨粒吸附率}(\%) = [(C_0 - C_1) / C_0] \times 100。$$

[0020] 若依據滿足上述蝕刻率及研磨粒吸附率之研磨用組成物，相較於未能滿足該蝕刻率及研磨粒吸附率之一方或雙方之研磨用組成物，係可減低研磨後的表面霧度及 LPD 數。又，例如水溶性聚合物方面，相較於單獨使用羥基乙基纖維素之研磨用組成物（典型上為研磨粒吸附率超過 20%），係可減低研磨後的表面霧度及 LPD 數。

[0021] 上述水溶性聚合物方面，較佳可採用非離子性的聚合物。藉此，研磨後的表面霧度及 LPD 數減低之效果得以更加地進一步發揮。

[0022] 上述水溶性聚合物的一較佳例方面，可舉出重複單位方面含乙烯醇單位及乙酸乙烯基酯單位之分子構造者。在此所謂乙烯醇單位係指相當於乙烯醇（ $\text{CH}_2=\text{CH}-\text{OH}$ ）之乙烯基聚合而生成的構造之構造部分。上述乙烯醇單位，具體而言，乃為以後述之化學式： $-\text{CH}_2-\text{CH}(\text{OH})-$ 所示之構造部分。又，所謂乙酸乙烯基酯單位，係指相當於乙酸乙烯基酯（ $\text{CH}_3\text{COOCH}=\text{CH}_2$ ）之乙烯基聚合而生成的構造之構造部分。上述乙酸乙烯基酯單位，具體而言，乃為以後述之化學式： $-\text{CH}_2-\text{CH}(\text{OCOCH}_3)-$ 所示之構造部分。若依據含該水溶性聚合物之研磨用組成物，則研磨後的表面霧度及 LPD 數之減低效果得以更加地發揮。

[0023] 上述水溶性聚合物含乙酸乙烯基酯單位時，上述乙酸乙烯基酯單位的莫耳數佔該水溶性聚合物之分子

構造中所含的全重複單位的莫耳之比例（莫耳比），係以在 5%～80%之範圍者為佳。若依據含該水溶性聚合物之研磨用組成物，則研磨後的表面霧度及 LPD 數之減低效果得以更加地發揮。

[0024] 本文所揭示之研磨用組成物，除了研磨粒、水溶性聚合物及水之外，係可以進一步含鹼性化合物之樣態來實施。若依據該樣態之研磨用組成物，則藉由鹼性化合物之作用可使研磨效率提昇。

[0025] 依據此說明書，又可提供一使用本文所揭示之任一研磨用組成物來製造研磨物之方法。其方法含對研磨對象物供給研磨液（在此所謂「液」乃包含漿液之意）者。又，含將上述研磨對象物之表面以上述研磨液進行研磨者。若依據該製造方法，則可製造獲得具備有高品位的（例如，LPD 數少且霧度低）表面之研磨物。

[0026] 本文所揭示之技術乃更加地適用於矽晶圓的研磨，例如經研磨之矽晶圓的拋光。特佳的適用對象方面，可例示出矽晶圓的最後拋光。

[0027] 藉由本說明書所提供之第一樣態（aspect）相關的研磨用組成物之製造方法，係使用研磨粒、鹼性化合物、具有在鹼性條件下顯示水解反應性之官能基的水溶性聚合物 H 及水來製造研磨用組成物之方法，其係包含：至少準備含上述鹼性化合物之 A 劑的步驟，以及至少準備含上述水溶性聚合物 H 之 B 劑的步驟。上述製造方法乃進一步包含：藉由混合至少含上述 A 劑之第 1 組成物與至少

含上述 B 劑之第 2 組成物，而調製含上述研磨粒、上述鹼性化合物、上述水溶性聚合物 H 及水且上述鹼性化合物之濃度為 0.1 莫耳/L 以下之混合物的步驟。若依據該製造方法，則可製造獲得性能安定性更佳的研磨用組成物。

[0028] 上述製造方法，係以上述研磨粒至少含於上述 A 劑中的樣態來實施，意即，可以上述 A 劑含上述鹼性化合物、上述研磨粒及水的樣態來實施。如此般使用含研磨粒與鹼性化合物之 A 劑的樣態，從研磨粒的分散安定性觀點來看較佳。又，上述製造方法，係以上述研磨粒至少含於上述 B 劑中的樣態來實施，意即，可以上述 B 劑含上述水溶性聚合物 H、上述研磨粒及水的樣態來實施。上述 A 劑及上述 B 劑之雙方係可含上述研磨粒。

[0029] 本文所揭示之製造方法之較佳一樣態可舉出下述態樣：上述 A 劑係含有上述研磨粒、上述鹼性化合物與水之研磨粒分散液 C，且在稀釋上述研磨粒分散液 C 而調製上述第 1 組成物後，混合該第 1 組成物與上述第 2 組成物與來調製上述混合物。若依據該樣態，可製得研磨粒之分散性及性能安定性優異的研磨用組成物。

[0030] 依據此說明書，又可提供一使用研磨粒、鹼性化合物、具有在鹼性條件下顯示水解反應性之官能基的水溶性聚合物 H 及水來製造研磨用組成物之其他方法。其方法包含：至少準備含上述鹼性化合物之 A 劑的步驟，以及至少準備含上述水溶性聚合物 H 之 B 劑的步驟。上述製造方法進一步包含：藉由混合至少含上述 A 劑之第 1 組

成物與至少含上述 B 劑之第 2 組成物，來調製含上述研磨粒、上述鹼性化合物、上述水溶性聚合物 H 及水且上述研磨粒的濃度未達 3 質量%之混合物的步驟。若依據該製造方法，則可製造獲得性能安定性更佳的研磨用組成物。

上述製造方法係上述研磨粒至少被含於上述 A 劑中的樣態，意即，可以上述 A 劑含上述鹼性化合物、上述研磨粒及水的樣態來實施。如此般使用含研磨粒與鹼性化合物之 A 劑的樣態，從研磨粒的分散安定性觀點來看較佳。又，上述製造方法，係以上述研磨粒至少被含於上述 B 劑中的樣態，意即，可以上述 B 劑含上述水溶性聚合物 H、上述研磨粒及水的樣態來實施。上述 A 劑及上述 B 劑之雙方係可含上述研磨粒。

[0031] 本文所揭示之製造方法之較佳一樣態，可舉出下述態樣：上述 A 劑係含有上述研磨粒、上述鹼性化合物與水之研磨粒分散液 C，且在稀釋上述研磨粒分散液 C 而調製上述第 1 組成物後，混合該第 1 組成物與上述第 2 組成物與來調製上述混合物。若依據該樣態，可製得研磨粒之分散性及性能安定性優異的研磨用組成物。

上述研磨粒之分散性及研磨用組成物之性能安定性的觀點來看，上述研磨粒分散液 C 之稀釋係以於上述研磨粒分散液 C 中添加水而使該研磨粒的濃度未達 3 質量%以形成上述第 1 組成物者為佳。又，稀釋前的研磨粒分散液 C 係以其研磨粒濃度例如 3 質量%以上者為佳。藉此，在研磨粒分散液 C 的保管或移送上得以降低該成本。

[0032] 依據此說明書，又可提供一使用研磨粒、鹼性化合物、具有在鹼性條件下顯示水解反應性之官能基的水溶性聚合物 H 及水來製造研磨用組成物之其他方法。其製造方法係在使上述鹼性化合物與上述水溶性聚合物 H 共存的同時或在其之前，在所含上述研磨粒未達 3 質量%之濃度的水中使該研磨粒與上述水溶性聚合物 H 共存為特徵。若依據該方法，則可製造獲得性能安定性更佳的研磨用組成物。

[0033] 本文所揭示之技術較適用於例如使用具有作為在上述鹼性條件下顯示水解反應性之官能基的醯氧基（例如乙醯氧基）之水溶性聚合物 H 的研磨用組成物之製造。特別有意義的是，含如此的水溶性聚合物 H 之研磨用組成物，會因上述醯氧基的水解而使其性質（即研磨性能）容易變動之故，使得適用本文所揭示之方法來製造一事特別有意義。

[0034] 本文所揭示之技術，又較佳可適用於，使用分子構造中含乙酸乙烯基酯單位及乙烯醇單位作為重複單位之水溶性聚合物 H 的研磨用組成物之製造。在此所謂乙烯醇單位係指相當於乙烯醇（ $\text{CH}_2=\text{CH}-\text{OH}$ ）之乙烯基聚合而生成的構造之構造部分。上述乙烯醇單位，具體而言，係以後述之化學式： $-\text{CH}_2-\text{CH}(\text{OH})-$ 所示之構造部分。又，所謂乙酸乙烯基酯單位，係指相當於乙酸乙烯基酯（ $\text{CH}_3\text{COOCH}=\text{CH}_2$ ）之乙烯基聚合而生成的構造的構造之構造部分。上述乙酸乙烯基酯單位，具體而言，係以後

述之化學式： $-\text{CH}_2-\text{CH}(\text{OCOCH}_3)-$ 所示之構造部分，在鹼性條件下顯示水解反應性之官能基方面，係具有乙醯氧基之重複單位。含如此的水溶性聚合物 H 之研磨用組成物，會因上述醯氧基的水解而使其性質（即研磨性能）容易變動之故，使得適用本文所揭示之方法來製造一事特別有意義。

[0035] 上述水溶性聚合物 H 方面，較佳可採用非離子性的聚合物。使用該水溶性聚合物 H 所製造的研磨用組成物，可為更高性能（例如，減低研磨後的表面霧度值及/或 LPD 數之效果高）者。

[0036] 依據此說明書，又可提供，能適用於在此所揭示之任一研磨用組成物之製造方法的研磨用組成物之調製用套組。其套組具備有互相分開所保存之上述 A 劑與上述 B 劑。藉由使用該構成之套組，係可輕易地實施本文所揭示之研磨用組成物之製造方法。

[0037] 如此的研磨用組成物之調製用套組中，上述 A 劑至少含上述鹼性化合物，上述 B 劑至少含上述水溶性聚合物 H。上述研磨粒係可含於上述 A 劑中、可含於上述 B 劑中、可含於上述 A 劑及上述 B 劑雙方中。又，上述研磨用組成物之調製用套組係可為上述研磨粒被保管為與上述 A 劑及上述 B 劑不同的 C 劑之構成。

或者，上述研磨用組成物之調製用套組可為不含上述研磨粒之構成。該構成的研磨用組成物之調製用套組，例如，藉由與該套組為另外準備的研磨粒組合，可適用於本

文所揭示之研磨用組成物之製造方法。

[0038] 依據此說明書，又可提供，使用以本文所揭示之任一方法所製造之研磨用組成物來製造研磨物之方法。其方法包含，將含上述研磨用組成物之研磨液（在此所謂「液」乃包含漿液之意）供給於研磨對象物。又，含將上述研磨對象物之表面以上述研磨液進行研磨者。若依據該製造方法，則可製造獲得具備有高品位的（例如，LPD 數少且霧度低）表面之研磨物。

[0039] 本文所揭示之技術，較佳可適用於矽晶圓的研磨，例如經研磨之矽晶圓的拋光中所用的研磨用組成物之製造。特別好的適用對象（製造對象）方面，可例示出矽晶圓的最後拋光用之研磨用組成物。

[0040] 藉由本說明書所提供之第二樣態（aspect）的研磨用組成物之製造方法，係使用研磨粒、鹼性化合物、具有在鹼性條件下顯示水解反應性之官能基的水溶性聚合物 H 及水來製造研磨用組成物之方法，包含：至少準備含上述鹼性化合物之 A 劑的步驟，以及至少準備含上述水溶性聚合物 H 之 B 劑的步驟。上述製造方法進一步包含：至少混合上述 A 劑與上述 B 劑來調製上述鹼性化合物之濃度高於 0.02 莫耳/L 之研磨用組成物原液的步驟，以及混合上述 A 劑與上述 B 劑之後於 24 小時以內將上述研磨用組成物原液稀釋成上述鹼性化合物之濃度為 0.02 莫耳/L 以下為止的步驟。若依據該方法，可製造獲得性能安定性經改善之研磨用組成物。

上述製造方法，係以上述研磨粒至少被含於上述 A 劑中的樣態，意即，可以上述 A 劑含上述鹼性化合物、上述研磨粒及水的樣態來實施。如此般使用含研磨粒與鹼性化合物之 A 劑的樣態，從研磨粒的分散安定性觀點來看較佳。又，上述製造方法，係以上述研磨粒至少被含於上述 B 劑中的樣態，意即，可以上述 B 劑含上述水溶性聚合物 H、上述研磨粒及水的樣態來實施。上述 A 劑及上述 B 劑之雙方係可含上述研磨粒。

[0041] 依據此說明書，又可提供一使用研磨粒、鹼性化合物、具有在鹼性條件下顯示水解反應性之官能基的水溶性聚合物 H 及水來製造研磨用組成物之其他方法。其方法包含：至少準備含上述鹼性化合物之 A 劑的步驟，以及至少準備含上述水溶性聚合物 H 之 B 劑的步驟。上述製造方法進一步包含：至少混合上述 A 劑與上述 B 劑來調製上述研磨粒之含量為 1 質量%以上之研磨用組成物原液的步驟，以及混合上述 A 劑與上述 B 劑之後於 24 小時以內將上述研磨用組成物原液稀釋成上述研磨粒之含量未達 1 質量%之濃度為止的步驟。若依據該方法，可製造獲得性能安定性經改善之研磨用組成物。

上述製造方法，係以上述研磨粒至少被含於上述 A 劑中的樣態，意即，可以上述 A 劑含上述鹼性化合物、上述研磨粒及水的樣態來實施。如此般使用含研磨粒與鹼性化合物之 A 劑的樣態，從研磨粒的分散安定性觀點來看較佳。又，上述製造方法，係以上述研磨粒至少被含於上述

B 劑中的樣態，意即，可以上述 B 劑含上述水溶性聚合物 H、上述研磨粒及水的樣態來實施。上述 A 劑及上述 B 劑之雙方係可含上述研磨粒。

[0042] 本文所揭示之任一製造方法，係可於稀釋上述研磨用組成物原液之步驟中，將該原液稀釋成以體積基準計為 10 倍以上的樣態來實施。若依據該樣態，上述原液的調製中所用之上述 A 劑及上述 B 劑的至少一方，可使用較高濃度者。此乃從上述原液的調製所使用之材料的製造、流通、保存等時的便利性或成本之觀點來看較為有利。

[0043] 本文所揭示之技術，較佳可適用於，例如，使用上述具有作為在鹼性條件下顯示水解反應性之官能基的醯氧基（例如乙醯氧基）之水溶性聚合物 H 的研磨用組成物之製造。含如此的水溶性聚合物 H 之研磨用組成物，會因上述醯氧基的水解而使其性質（即研磨性能）容易變動之故，使得適用本文所揭示之方法來製造一事特別有意義。

[0044] 本文所揭示之技術，又較佳可適用於，使用以其分子構造中所含的全重複單位的 5% 以上之莫耳比含乙酸乙烯基酯單位之水溶性聚合物 H 的研磨用組成物之製造。在此所謂乙酸乙烯基酯單位，係指相當於乙酸乙烯基酯（ $\text{CH}_3\text{COOCH}=\text{CH}_2$ ）之乙烯基聚合而生成的構造之構造部分。上述乙酸乙烯基酯單位，具體而言，係以後述之化學式： $-\text{CH}_2-\text{CH}(\text{OCOCH}_3)-$ 所示之構造部分，在鹼性條

件下顯示水解反應性之官能基方面，係具有乙醯氧基之重複單位。含如此的水溶性聚合物 H 之研磨用組成物，會因上述醯氧基的水解而使其性質（即研磨性能）容易變動之故，使得適用本文所揭示之方法來製造一事特別有意義。

[0045] 本文所揭示之技術，又較佳可適用於，使用具有含重複單位為乙酸乙烯基酯單位及乙烯醇單位的分子構造之水溶性聚合物 H 的研磨用組成物之製造。在此所謂乙烯醇單位係指相當於乙烯醇（ $\text{CH}_2=\text{CH}-\text{OH}$ ）之乙烯基聚合而生成的構造之構造部分。上述乙烯醇單位，具體而言，係以後述之化學式： $-\text{CH}_2-\text{CH}(\text{OH})-$ 所示之構造部分。乙酸乙烯基酯單位係與上述同義。含如此的水溶性聚合物 H 之研磨用組成物，會因上述醯氧基的水解而使其性質（即研磨性能）容易變動之故，使得適用本文所揭示之方法來製造一事特別有意義。

[0046] 上述水溶性聚合物 H 方面，較佳可採用非離子性的聚合物。使用該水溶性聚合物 H 所製造的研磨用組成物，可為更高性能（例如，減低研磨後的表面霧度值及/或 LPD 數之效果高）者。

[0047] 依據此說明書，又可提供，本文所揭示之任一研磨用組成物之製造方法中所用的研磨用組成物之調製用套組。其套組具備有互相分開所保存之上述 A 劑與上述 B 劑。藉由使用該構成之套組，係可輕易地實施本文所揭示之研磨用組成物之製造方法。

[0048] 如此的研磨用組成物之調製用套組中，上述

A 劑至少含上述鹼性化合物，上述 B 劑至少含上述水溶性聚合物 H。上述研磨粒係可含於上述 A 劑中、可含於上述 B 劑中、可含於上述 A 劑及上述 B 劑雙方中。又，上述研磨用組成物之調製用套組係可為上述研磨粒被保管為與上述 A 劑及上述 B 劑不同的 C 劑之構成。

或者，上述研磨用組成物之調製用套組可為不含上述研磨粒之構成。該構成的研磨用組成物之調製用套組，例如，藉由與該套組為另外準備的研磨粒組合，可適用於本文所揭示之研磨用組成物之製造方法。

[0049] 依據此說明書，又可提供，使用以本文所揭示之任一方法所製造之研磨用組成物來製造研磨物之方法。其方法包含，將含上述研磨用組成物之研磨液（在此所謂「液」乃包含漿液之意）供給於研磨對象物。又，含將上述研磨對象物之表面以上述研磨液進行研磨者。若依據該製造方法，則可製造獲得具備有高品位的（例如，LPD 數少且霧度低）表面之研磨物。

[0050] 本文所揭示之技術，較佳可適用於矽晶圓的研磨，例如經研磨之矽晶圓的拋光中所用的研磨用組成物之製造。特別好的適用對象（製造對象）方面，可例示出矽晶圓的最後拋光用之研磨用組成物。

【實施方式】

[實施發明之形態]

[0051] 以下，說明本發明的較佳實施形態。此外，本說明書中特別言及之事項以外的情事，即本發明的實施

上所需的情事，得以把握為該領域中基於習知技術之業者的設計事項。本發明係可基於本說明書中所揭示之內容與該領域中的技術常識來予以實施。又，本說明書中，「重量」與「質量」、「重量%」與「質量%」及「重量份」與「質量份」，分別視為同義語來使用。

[0052]

<<1.第一樣態之研磨用組成物>>

本文所揭示之第一樣態之研磨用組成物，其特徵為含有滿足以下條件的水溶性聚合物：

具有含 SP 值相異的複數種重複單位之分子構造；

前述複數種重複單位係含 SP 值為 14.5 以上之重複單位 A 以及 SP 值未達 14.5 之重複單位 B；及

就前述分子構造中所含的全種類之重複單位而言，將各種類之重複單位的 SP 值與該重複單位的合計體積在上述分子構造中之全重複單位的體積中所占比例之乘積予以合計，所求得之平均 SP 值為 17.5 以下。

以下，就上述第一樣態之研磨用組成物詳細地說明。

[0053]

<1-1.水溶性聚合物>

本文所揭示之第一樣態之研磨用組成物係以含有含 SP 值為 14.5 以上之重複單位 A 與 SP 值未達 14.5 之重複單位 B，且平均 SP 值為 17.5 以下之水溶性聚合物為特徵。

在此所謂 SP 值，意指溶解度參數(Solubility Parameter)。

本說明書中，所謂構成水溶性聚合物之重複單位的 SP 值，意指由 Specific Interactions and the Miscibility of Polymer Blend, Michael M. Coleman et al. (1991) Technomic Publishing Co. Inc.中記載的原子團之莫耳蒸發熱的合計 ($\Sigma\Delta H$) 及莫耳體積的合計 (ΣV) 而以下述式 (1) 所算出的值。

$$\text{SP 值} (\delta(\text{cal}/\text{cm}^{-3})^{1/2}) = (\Sigma\Delta H / \Sigma V)^{1/2} \quad (1)$$

[0054] 又，本說明書中，所謂水溶性聚合物之平均 SP 值，乃是就該水溶性聚合物中所含的全種類之重複單位，來合計各種類之重複單位的 SP 值以及該重複單位的合計體積與其在上述水溶性聚合物之全重複單位的體積中所佔的比例（體積比）之乘積所算出的值。

[0055] 水溶性聚合物之平均 SP 值的下限並無特別限定。從對水的溶解性等之觀點來看，水溶性聚合物之平均 SP 值係以 10.0 以上為佳、11.0 以上更佳、12.0 以上（例如 12.5 以上）又更佳。較佳的一樣態中，水溶性聚合物之平均 SP 值可為 13.5 以上，亦可為 14.0 以上。又，對研磨對象物（例如矽晶圓）而言，從顯示出適度的吸附性，且霧度的減低與 LPD 數的減低平衡兼具之觀點來看，水溶性聚合物之平均 SP 值係以 17.4 以下為佳、17.2 以下更佳、17.0 以下又更佳。

[0056] 上述水溶性聚合物，可含單獨 1 種或組合 2

種以上 SP 值為 14.5 以上之重複單位 A。重複單位 A 的具體例方面，可舉出以下表 1 所示者。

[0057]

[表 1]

表 1

名稱	構造	SP 值
丙烯醯胺單位	$-\text{CH}_2-\text{CH}(\text{CONH}_2)-$	14. 5
乙烯醇單位	$-\text{CH}_2-\text{CH}(\text{OH})-$	18. 5
丙烯酸單位	$-\text{CH}_2-\text{CH}(\text{COOH})-$	20. 2

[0058] 從容易調整水溶性聚合物之平均 SP 值之觀點來看，重複單位 A 的 SP 值（含 2 種以上之重複單位 A 時，為該等之平均 SP 值。以下相同）方面，係以 15 以上為佳、16 以上更佳、17 以上（例如 18 以上）又更佳。

[0059] 上述水溶性聚合物，可含單獨 1 種或組合 2 種以上 SP 值未達 14.5 之重複單位 B。重複單位 B 的具體例方面，可舉出以下表 2 中所示者。

[0060]

[表 2]

表 2

名稱	構造	SP 值
氧伸丙基單位	$-\text{CH}_2-\text{CH}(\text{CH}_3)-\text{O}-$	9.0
氧伸乙基單位	$-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O}-$	9.4
N-異丙基丙烯醯胺單位	$-\text{CH}_2-\text{CH}-$ $\quad\quad\quad $ $\quad\quad\quad \text{CONH}(\text{CH}(\text{CH}_3)_2)$	9.9
丙烯醯基嗎啉單位	$-\text{CH}_2-\text{CH}-$ $\quad\quad\quad $ $\quad\quad\quad \text{C}=\text{O}$ $\quad\quad\quad $ $\quad\quad\quad \text{N}$ $\quad\quad\quad \text{O}$	10.9
N-乙基吡咯啉酮單位	$-\text{CH}_2-\text{CH}-$ $\quad\quad\quad $ $\quad\quad\quad \text{N}$ $\quad\quad\quad \text{O}$	11.0
乙酸乙烯酯單位	$-\text{CH}_2-\text{CH}(\text{OCOCH}_3)-$	11.1
己烷酸乙烯酯單位	$-\text{CH}_2-\text{CH}(\text{OCOC}_5\text{H}_{11})-$	9.0

[0061] 從容易調整水溶性聚合物之平均 SP 值之觀點來看，重複單位 B 的 SP 值（含 2 種以上之重複單位 B 時為該等之平均 SP 值。以下相同）方面，係以 13.5 以下為佳、13.0 以下更佳、12.5 以下（例如 12.0 以下）又更佳。較佳的一樣態中，重複單位 B 的 SP 值可為 11.0 以下，進一步可為 10.0 以下。

[0062] 雖然沒有特別限定，但從容易調整水溶性聚合物之平均 SP 值之觀點來看，重複單位 A 的 SP 值與重複單位 B 的 SP 值之差，係以 1 以上為佳、3 以上更佳、5 以上（例如 7 以上）又更佳。又，共聚合反應性等之觀點來看，重複單位 A 的 SP 值與重複單位 B 的 SP 值之差，係以 15 以下者為佳、13 以下（例如 12 以下）者更佳。

[0063] 上述水溶性聚合物的一較佳例方面，可舉出含有具羥基之重複單位的聚合物作為上述重複單位 A。如此的水溶性聚合物，因容易成為水溶性優異者而較佳。具羥基之重複單位 A 的代表例方面，可舉出乙烯醇單位。

[0064] 上述水溶性聚合物之外的較佳例方面，可舉出含有單羧酸乙烯基酯單位的聚合物作為上述重複單位 B。上述單羧酸乙烯基酯單位的較佳具體例方面，可舉出乙酸乙烯基酯單位、己烷酸乙烯基酯單位等。

[0065] 含有單羧酸乙烯基酯單位之水溶性聚合物的一較佳例方面，可舉出含有乙酸乙烯基酯單位之聚合物作為上述重複單位 B。如此的水溶性聚合物中，全重複單位的莫耳數中所佔之乙酸乙烯基酯單位的莫耳數，典型上為 5% 以上，10% 以上更佳、15% 以上再更佳、20% 以上特別佳。全重複單位的莫耳數中所佔之乙酸乙烯基酯單位的莫耳數雖無特別限制，但從對水的溶解性等之觀點來看，通常以 80% 以下為適、60% 以下者為佳、50% 以下者更佳、40% 以下者又更佳。

[0066] 含有單羧酸乙烯基酯單位之水溶性聚合物之外的較佳例方面，可舉出含有己烷酸乙烯基酯單位之聚合物作為上述重複單位 B。全重複單位的莫耳數中所佔之己烷酸乙烯基酯單位的莫耳數雖無特別限定，但典型上為 5% 以上，10% 以上更佳、15% 以上又更佳。雖然沒有特別限定，但全重複單位的莫耳數中所佔之己烷酸乙烯基酯單位的莫耳數的上限，從對水的溶解性等之觀點來看，通常

以 80%以下為適、60%以下者為佳、50%以下者更佳、40%以下（例如 30%以下）者又更佳。

[0067] 本文所揭示之技術，在上述水溶性聚合物方面，係以使用含有作為重複單位 A 之乙烯醇單位與作為重複單位 B 之乙酸乙烯基酯單位的水溶性聚合物之樣態來實施。如此的水溶性聚合物之一例方面，可舉出將乙酸乙烯基酯的均聚物或共聚物經部分皂化後之構造的水溶性聚合物。例如，較佳可使用將乙酸乙烯基酯的均聚物經部分皂化後之構造的部分皂化聚乙烯醇。上述部分皂化聚乙烯醇，係乙烯醇單位與乙酸乙烯基酯單位所成之水溶性聚合物。

本文所揭示之技術，在上述水溶性聚合物方面，又可以使用含有作為重複單位 A 之乙烯醇單位與作為重複單位 B 之己烷酸乙烯基酯單位所成的水溶性聚合物之樣態來實施。如此的水溶性聚合物之一例方面，可舉出將己烷酸乙烯基的均聚物或共聚物經部分皂化後之構造的水溶性聚合物。例如，較佳可使用將乙酸乙烯基酯與己烷酸乙烯基酯之共聚物經部分皂化後之構造的部分皂化聚乙烯醇。上述部分皂化聚乙烯醇之例中，包含乙烯醇單位與己烷酸乙烯基酯單位所成之水溶性聚合物，以及乙烯醇單位與乙酸乙烯基酯單位與己烷酸乙烯基酯單位所成之水溶性聚合物。

如此的部分皂化聚乙烯醇方面，從對水的溶解性等之觀點來看，較佳可使用皂化度為 50 莫耳%以上（更佳為 60 莫耳%以上）且平均 SP 值為 17.5 以下者。平均 SP 值

為 17.0 以下的部分皂化聚乙炔醇更佳、平均 SP 值為 16.5 以下（例如 16.0 以下）者又更佳。

[0068] 上述水溶性聚合物係以非離子性者為佳。換言之，係以實質上不含陰離子性或陽離子性的重複單位之水溶性聚合物較佳。在此，所謂實質上不含陰離子性或陽離子性的重複單位，意指此等之重複單位的莫耳比未達 0.02%（例如未達 0.001%）者。若依據重複單位 A、B 各自滿足上述之 SP 值，且含有滿足上述平均 SP 值之非離子性的水溶性聚合物之研磨用組成物的話，研磨後的表面霧度及 LPD 數之減低效果得以更加地發揮。水溶性聚合物為非離子性一事，從凝聚物之減低或洗淨性提昇等之觀點來看亦較佳。

[0069] 上述水溶性聚合物之分子量並未特別限定。例如，可使用重量平均分子量（ M_w ）為 200×10^4 以下（典型上為 $1 \times 10^4 \sim 200 \times 10^4$ ，例如 $1 \times 10^4 \sim 150 \times 10^4$ ）的水溶性聚合物。從更加防止凝聚物之產生的觀點來看，通常，以使用 M_w 未達 100×10^4 （更佳為 80×10^4 以下，再更佳為 50×10^4 以下，典型上為 40×10^4 以下，例如 30×10^4 以下）的水溶性聚合物較佳。又，從研磨用組成物之過濾性或洗淨性等之觀點來看，較佳可使用 M_w 為 25×10^4 以下（更佳為 20×10^4 以下，再更佳為 15×10^4 以下，典型上為 10×10^4 以下，例如 5×10^4 以下）的水溶性聚合物。另一方面，一般而言，水溶性聚合物之 M_w 若變大，則霧度減低效果會有變高的傾向。從該觀點來看，通常，以採用 M_w

為 0.1×10^4 以上（典型上為 0.2×10^4 以上，例如 1×10^4 以上）的水溶性聚合物為佳。

[0070] 本文所揭示之第一樣態之研磨用組成物中，較佳可使用 M_w 為 3×10^4 以下的水溶性聚合物。上述水溶性聚合物之 M_w 可為 2×10^4 以下，亦可為 1×10^4 以下或未達 0.5×10^4 （例如未達 0.4×10^4 ）者。水溶性聚合物之 M_w ，典型上為 0.1×10^4 以上，通常以 0.2×10^4 以上者為佳。例如，作為重複單位 A 之含乙烯醇單位的水溶性聚合物（例如，如上述之部分皂化乙烯醇），較佳可適用上述 M_w 之範圍。

[0071] 上述水溶性聚合物之重量平均分子量（ M_w ）與數平均分子量（ M_n ）的關係並無特別限制。從防止凝聚物之產生等的觀點來看，較佳可使用例如分子量分布（ M_w/M_n ）為 5.0 以下者。從研磨用組成物之性能安定性等之觀點來看，水溶性聚合物之 M_w/M_n 較佳為 4.0 以下，更佳為 3.5 以下，再更佳為 3.0 以下（例如 2.5 以下）。

此外，原理上， M_w/M_n 為 1.0 以上。從原料的取得容易性或合成容易性之觀點來看，通常以使用 M_w/M_n 為 1.05 以上的水溶性聚合物為佳。

[0072] 此外，水溶性聚合物之 M_w 及 M_n 方面，可採用基於水系的膠體滲透層析（GPC）之值（水系、聚氧乙烯換算）。

[0073]

<1-2.水>

本文所揭示之研磨用組成物，典型上，除了上述水溶性聚合物之外，尚含水。水方面，較佳可使用離子交換水（去離子水）、純水、超純水、蒸餾水等。使用的水，為了極力地避免研磨用組成物中所含的其他成分作用受阻，例如過渡金屬離子的合計含量係以 100ppb 以下者為佳。例如，可藉由以離子交換樹脂而為的雜質離子之去除、以過濾器而為的異物之去除、蒸餾等之操作來提高水的純度。

本文所揭示之研磨用組成物，亦可視需要進一步含有可與水均勻混合之有機溶劑（低級醇、低級酮等）。通常以研磨用組成物中所含的溶媒之 90 體積%以上為水者佳、95 體積%以上（典型上為 99~100 體積%）為水者更佳。

[0074] 本文所揭示之研磨用組成物（典型上為漿液狀之組成物），例如，可以其固形分含量（non-volatile content; NV）為 0.01 質量%~50 質量%、剩餘部分為水系溶媒（水或水與上述有機溶劑之混合溶媒）的形態、或剩餘部分為水系溶媒及揮發性化合物（例如氨）的形態來實施。更佳係上述 NV 為 0.05 質量%~40 質量%的形態。此外，所謂上述固形分含量（NV）係指，使研磨用組成物在 105℃ 乾燥 24 小時後，其殘留物佔上述研磨用組成物之質量的比例。

[0075]

<1-3.研磨粒>

本文所揭示之研磨用組成物，典型上係含有研磨粒。研磨粒的材質或性狀並無特別限制，可因應研磨用組成物之使用目的或使用樣態適當地選擇即可。研磨粒之例方面，可舉出無機粒子、有機粒子、及有機無機複合粒子。無機粒子的具體例方面，可舉出二氧化矽粒子、氧化鋁粒子、氧化鈾粒子、氧化鉻粒子、二氧化鈦粒子、氧化鋯粒子、氧化鎂粒子、二氧化錳粒子、氧化鋅粒子、氧化鐵（Bengala）粒子等之氧化物粒子；氮化矽粒子、氮化硼粒子等之氮化物粒子；碳化矽粒子、碳化硼粒子等之碳化物粒子；金剛石粒子；碳酸鈣或碳酸鋇等之碳酸鹽等。有機粒子的具體例方面，可舉出聚甲基丙烯酸甲酯（PMMA）粒子或聚（甲基）丙烯酸粒子（在此，所謂（甲基）丙烯酸，意指包含丙烯酸及甲基丙烯酸）、聚丙烯腈粒子等。如此的研磨粒，可單獨使用 1 種，亦可組合 2 種以上使用。

[0076] 上述研磨粒較佳為無機粒子，其中以由金屬或半金屬氧化物所成之粒子較佳。本文所揭示之技術中可使用之研磨粒的較佳例方面，可舉出二氧化矽粒子。例如，將本文所揭示之技術適用於可使用在矽晶圓的研磨之研磨用組成物時，最好使用二氧化矽粒子作為研磨粒。其理由係因研磨對象物為矽晶圓時，若使用由與研磨對象物相同元素及氧原子所成之二氧化矽粒子作為研磨粒，則研磨後不會發生與矽不同之金屬或半金屬之殘留物，且不會

有矽晶圓表面之污染或因與矽不同之金屬或半金屬擴散到研磨對象物內部而造成矽晶圓的電特性劣化等之虞。再者，因矽與二氧化矽的硬度相近，而得以在對矽晶圓表面未予過度損傷的情況下來進行研磨加工。從該觀點來看，較佳的研磨用組成物之一形態方面，可例示僅含二氧化矽粒子作為研磨粒之研磨用組成物。又，二氧化矽具有容易獲得高純度者之性質。此亦可為二氧化矽粒子是較佳的研磨粒之理由。二氧化矽粒子的具體例方面，可舉出膠體二氧化矽、發煙二氧化矽、沈降二氧化矽等。從研磨對象物表面上不易產生刮痕、可實現更低霧度之表面的觀點來看，較佳的二氧化矽粒子可舉出膠體二氧化矽及發煙二氧化矽。其中，以膠體二氧化矽較佳。例如，矽晶圓的拋光（特別是最後拋光）中所用的研磨用組成物之研磨粒方面，係以採用膠體二氧化矽為佳。

[0077] 構成二氧化矽粒子之二氧化矽的真比重，以 1.5 以上者為佳、更佳為 1.6 以上，再更佳為 1.7 以上。隨著二氧化矽之真比重增加，於研磨研磨對象物（例如矽晶圓）時，可提高研磨速度（每單位時間去除研磨對象物表面之量）。就減低研磨對象物表面（研磨面）產生之刮痕之觀點來看，係以真比重為 2.2 以下的二氧化矽粒子較佳。二氧化矽的真比重方面，可採用以乙醇作為置換液之液體置換法所得的測定值。

[0078] 本文所揭示之技術中，研磨用組成物中所含的研磨粒，可為一次粒子之形態，亦可為複數的一次粒子

凝聚而成之二次粒子形態。又，一次粒子形態之研磨粒與二次粒子形態之研磨粒混在亦可。較佳的一樣態乃是至少一部分研磨粒以二次粒子形態含於研磨用組成物中。

[0079] 研磨粒之平均一次粒子徑 D_{P1} 雖無特別限制，但研磨效率等之觀點來看，較佳為 5nm 以上，更佳為 10nm 以上。從獲得更高研磨效果（例如，霧度的減低、缺陷的去除等之效果）的觀點來看，平均一次粒子徑 D_{P1} 係以 15nm 以上為佳、20nm 以上（例如超過 20nm）更佳。又，從易獲得平滑性更高之表面的的觀點來看，研磨粒之平均一次粒子徑 D_{P1} 較佳為 100nm 以下，更佳為 50nm 以下，再更佳為 40nm 以下。本文所揭示之技術，從易獲得更高品位的表面（例如，LPD 或 PID（Polishing Induced Effect）等之缺陷已減低的表面）等之觀點來看，平均一次粒子徑 D_{P1} 亦可以使用 35nm 以下（典型上未達 35nm、更佳為 32nm 以下，例如未達 30nm）的研磨粒之樣態來實施。

[0080] 此外，本文所揭示之技術中，研磨粒之平均一次粒子徑 D_{P1} 係可藉由例如從 BET 法所測定之比表面積 S (m^2/g) 以平均一次粒子徑 D_{P1} (nm) = $2727/S$ 之式來算出。研磨粒之比表面積的測定，係可使用例如，Micromeritics 公司製的表面積測定裝置、商品名「Flow Sorb II 2300」來進行。

[0081] 研磨粒之平均二次粒子徑 D_{P2} 雖無特別限定，但從研磨速度等之觀點來看，較佳為 10nm 以上，更

佳為 20nm 以上。從獲得更高研磨效果的觀點來看，平均二次粒子徑 D_{P2} 係以 30nm 以上者為佳、35nm 以上者更佳、40nm 以上（例如超過 40nm）者又更佳。又，從獲得平滑性更高之表面的觀點來看，研磨粒之平均二次粒子徑 D_{P2} 係以 200nm 以下為宜，較佳為 150nm 以下，更佳為 100nm 以下。本文所揭示之技術，從易得更高品味的表面（例如，LPD 或 PID 等之缺陷已減低的表面）等之觀點來看，亦可藉由使用平均二次粒子徑 D_{P2} 未達 60nm（更佳為 55nm 以下，例如未達 50nm）的研磨粒之樣態來實施。

研磨粒之平均二次粒子徑 D_{P2} ，將對象之研磨粒的水分散液（不含水溶性聚合物等之組成的分散液）作為測定樣品時，可舉例如藉由以日機裝股份公司製的型式「UPA-UT151」之動態光散亂法來測定。

[0082] 研磨粒之平均二次粒子徑 D_{P2} 一般係與研磨粒之平均一次粒子徑 D_{P1} 同等以上（ $D_{P2}/D_{P1} \geq 1$ ），典型上較 D_{P1} 更大（ $D_{P2}/D_{P1} > 1$ ）。雖然沒有特別限定，但從研磨效果及研磨後之表面平滑性的觀點來看，研磨粒之 D_{P2}/D_{P1} 通常以落在 1.2~3 之範圍為宜，1.5~2.5 之範圍為佳、1.7~2.3（例如 1.8 以上 2.2 以下）的範圍更佳。

[0083] 研磨粒之形狀（外形）可為球形或非球形。成為非球形之研磨粒的具體例方面，可舉出花生形狀（意即，落花生之殼的形狀）、繭型形狀、金平糖形狀、橄欖球形狀等。例如，研磨粒較佳可採用研磨粒大多為花生形狀之研磨粒。

[0084] 雖然沒有特別限定，但研磨粒之一次粒子之長徑/短徑比的平均值（平均長寬比）原理上為 1.0 以上，較佳為 1.05 以上，更佳為 1.1 以上。藉由增大研磨粒之平均長寬比，可實現更高之研磨速度。又，研磨粒之平均長寬比，從刮痕減低等之觀點來看，較佳為 3.0 以下，更佳為 2.0 以下，再更佳為 1.5 以下。

[0085] 上述研磨粒之形狀（外形）或平均長寬比，係可利用例如電子顯微鏡觀察而掌握。掌握平均長寬比之具體順序為例如使用掃描型電子顯微鏡（SEM），針對可辨識獨立粒子形狀之既定個數（例如 200 個）之研磨粒子，描繪出外切於各粒子圖像之最小長方形。接著，就對各粒子圖像描繪出之長方形，將其長邊之長度（長徑之值）除以短邊之長度（短徑之值）之值作為長徑/短徑比（長寬比）而算出。藉由算術平均上述既定個數之粒子長寬比，可求出平均長寬比。

[0086]

<1-4.鹼性化合物>

本文所揭示之研磨用組成物，典型上含有鹼性化合物。本說明書中所謂鹼性化合物意指具有溶解於水而使水溶液的 pH 上昇之機能的化合物。典型上係指具有藉由添加於研磨用組成物中而使該組成物之 pH 上昇之機能的化合物。鹼性化合物係以化學性地研磨會成為研磨對象之面為作用，能寄予研磨速度的提昇。又，鹼性化合物對於提昇研磨用組成物（特別是含研磨粒之組成的研磨用組成

物) 的分散安定性有用。

[0087] 鹼性化合物方面，可使用含氮之有機或無機的鹼性化合物、鹼金屬或鹼土類金屬的氫氧化物、各種的碳酸鹽或碳酸氫鹽等。可舉例如鹼金屬的氫氧化物、氫氧化第四級銨或其鹽、氨、胺等。鹼金屬的氫氧化物之具體例方面，可舉出氫氧化鉀、氫氧化鈉等。碳酸鹽或碳酸氫鹽的具體例方面，可舉出碳酸氫銨、碳酸銨、碳酸氫鉀、碳酸鉀、碳酸氫鈉、碳酸鈉等。氫氧化第四級銨或其鹽的具體例方面，氫氧化四甲基銨、氫氧化四乙基銨、氫氧化四丁基銨等。胺的具體例方面，甲基胺、二甲基胺、三甲基胺、乙基胺、二乙基胺、三乙基胺、乙二胺、單乙醇胺、N-(β -胺基乙基)乙醇胺、己二胺、二伸乙基三胺、三伸乙基四胺、無水哌嗪、哌嗪六水合物、1-(2-胺基乙基)哌嗪、N-甲基哌嗪、胍、咪唑或三唑等之唑類等。如此的鹼性化合物可單獨使用 1 種或組合 2 種以上使用。

[0088] 從研磨速度提昇等之觀點來看，較佳的鹼性化合物方面，可舉出氨、氫氧化鉀、氫氧化鈉、氫氧化四甲基銨、氫氧化四乙基銨、碳酸氫銨、碳酸銨、碳酸氫鉀、碳酸鉀、碳酸氫鈉及碳酸鈉。其中，較佳的可例示氨、氫氧化鉀、氫氧化鈉、氫氧化四甲基銨及氫氧化四乙基銨。更佳的可舉出氨及氫氧化四甲基銨。特佳的鹼性化合物可舉出氨。

[0089]

<1-5.界面活性劑>

本文所揭示之研磨用組成物中，可視需要而使其含有界面活性劑（典型上為分子量未達 1×10^4 之水溶性有機化合物）。藉由界面活性劑的使用，可提昇研磨用組成物（特別是含研磨粒之研磨用組成物）的分散安定性。又，可輕易地減低研磨面之霧度。界面活性劑可單獨使用 1 種或組合 2 種以上使用。

[0090] 界面活性劑方面，較佳係採用陰離子性或非離子性者。從低起泡性或 pH 調整之容易性的觀點來看，以非離子性的界面活性劑更佳。可舉例如，聚乙二醇、聚丙二醇、聚四亞甲基二醇等之氧伸烷基聚合物；聚氧基伸乙基烷基醚、聚氧基伸乙基烷基苯基醚、聚氧基伸乙基烷基胺、聚氧基伸乙基脂肪酸酯、聚氧基伸乙基甘油醚脂肪酸酯、聚氧基伸乙基山梨糖醇酐脂肪酸酯等之聚氧伸烷基加成物；複數種氧伸烷基的共聚物（二嵌段型、三嵌段型、無規型、交互型）；等之非離子性界面活性劑。

[0091] 非離子性活性劑的具體例方面，可舉出 EO 與 PO 之嵌段共聚物（二嵌段體、PEO-PPO-PEO 型三嵌段體、PPO-PEO-PPO 型三嵌段體等）、EO 與 PO 之無規共聚物、聚氧基乙二醇、聚氧基伸乙基丙基醚、聚氧基伸乙基丁基醚、聚氧基伸乙基戊基醚、聚氧基伸乙基己基醚、聚氧基伸乙基辛基醚、聚氧基伸乙基-2-乙基己基醚、聚氧基伸乙基壬基醚、聚氧基伸乙基癸基醚、聚氧基伸乙基異癸基醚、聚氧基伸乙基十三烷基醚、聚氧基伸乙基月桂基醚、聚氧基伸乙基鯨蠟基醚、聚氧基伸乙

基硬脂基醚、聚氧基伸乙基異硬脂基醚、聚氧基伸乙基油基醚、聚氧基伸乙基苯基醚、聚氧基伸乙基辛基苯基醚、聚氧基伸乙基壬基苯基醚、聚氧基伸乙基十二烷基苯基醚、聚氧基伸乙基苯乙烯化苯基醚、聚氧基伸乙基月桂基胺、聚氧基伸乙基硬脂基胺、聚氧基伸乙基油基胺、聚氧基伸乙基硬脂基醯胺、聚氧基伸乙基油基醯胺、聚氧基伸乙基單月桂酸酯、聚氧基伸乙基單硬脂酸酯、聚氧基伸乙基二硬脂酸酯、聚氧基伸乙基單油酸酯、聚氧基伸乙基二油酸酯、單月桂酸聚氧基伸乙基山梨糖醇酐、單棕櫚酸聚氧基伸乙基山梨糖醇酐、單硬脂酸聚氧基伸乙基山梨糖醇酐、單油酸聚氧基伸乙基山梨糖醇酐、三油酸聚氧基伸乙基山梨糖醇酐、四油酸聚氧基伸乙基山梨糖醇、聚氧基伸乙基蓖麻油、聚氧基伸乙基硬化蓖麻油等。其中，較佳的界面活性劑方面，可舉出 EO 與 PO 之嵌段共聚物（特別是 PEO-PPO-PEO 型的三嵌段體）、EO 與 PO 之無規共聚物及聚氧基伸乙基烷基醚（例如聚氧基伸乙基癸基醚）。

[0092] 界面活性劑的分子量，典型上未達 1×10^4 ，從研磨用組成物之過濾性或研磨對象物之洗淨性等之觀點來看，較佳為 9500 以下。又，界面活性劑的分子量，典型上為 200 以上，從霧度減低效果等之觀點來看，以 250 以上為佳、300 以上（例如 500 以上）更佳。此外，界面活性劑的分子量方面，可採用以 GPC 所求得的重量平均分子量（ M_w ）（水系、聚乙二醇換算）或化學式所算出之

分子量。

界面活性劑的分子量之更佳範圍亦可視界面活性劑的種類而異。例如，使用 EO 與 PO 之嵌段共聚物作為界面活性劑時，係以 Mw 為 1000 以上者為佳、2000 以上者更佳、5000 以上者又更佳。

[0093]

<1-6.任意聚合物>

本文所揭示之研磨用組成物，除了上述水溶性聚合物（意即，包含滿足既定 SP 值之重複單位 A 及重複單位 B，且滿足既定平均 SP 值之水溶性聚合物）之外，可視需要而含有 Mw 為 1×10^4 以上的其他水溶性聚合物（以下亦稱為「任意聚合物」）。該任意聚合物之種類並無特別限制，在研磨用組成物之領域中，乃為公知的水溶性聚合物，可從不是上述水溶性聚合物者中適當地選擇。

上述任意聚合物，可為分子中具有由陽離子性基、陰離子性基及非離子性基選出的至少 1 種官能基者。上述任意聚合物，可為例如分子中具有羥基、羧基、醯氧基、磺基、醯胺構造、第四級氮構造、雜環構造、乙烯基構造、聚氧伸烷基構造等。從凝聚物之減低或洗淨性提昇等之觀點來看，上述任意聚合物方面，較佳可採用非離子性的聚合物。

[0094] 本文所揭示之研磨用組成物中任意聚合物之較佳例方面，可例示含氧伸烷基單位之聚合物、含有氮原子之聚合物、平均 SP 值較 17.5 更高的聚乙烯醇等。

[0095] 含氧伸烷基單位之聚合物之例方面，可舉出聚氧伸乙基（PEO）、氧伸乙基（EO）與氧伸丙基（PO）之嵌段共聚物、EO與PO之無規共聚物等。EO與PO之嵌段共聚物可為含聚氧伸乙基（PEO）嵌段與聚氧伸丙基（PPO）嵌段之二嵌段體、三嵌段體等。上述三嵌段體之例中，包含PEO-PPO-PEO型三嵌段體及PPO-PEO-PPO型三嵌段體。通常以PEO-PPO-PEO型三嵌段體更佳。

EO與PO之嵌段共聚物或無規共聚物中，構成該共聚物的EO與PO之莫耳比（EO/PO），從對水的溶解性或洗淨性等之觀點來看，係以大於1者為佳、2以上者更佳、3以上（例如5以上）者又更佳。

[0096] 含有氮原子之聚合物方面，可使用主鏈上含有氮原子之聚合物及側鏈官能基（側基）上具有氮原子之聚合物之任一者。主鏈上含有氮原子之聚合物之例方面，可舉出N-醯基伸烷基亞胺型單體的均聚物及共聚物。N-醯基伸烷基亞胺型單體的具體例方面，可舉出N-乙醯基伸乙基亞胺、N-丙醯基伸乙基亞胺等。側基具有氮原子之聚合物方面，可舉例如含N-（甲基）丙烯醯基型的單體單位之聚合物、含N-乙烯基型的單體單位之聚合物等。在此「（甲基）丙烯醯基」意指包含丙烯醯及甲基丙烯醯。例如，可採用N-（甲基）丙烯醯基嗎啉的均聚物及共聚物、N-乙烯基吡咯啉酮的均聚物及共聚物等。

此外，本說明書中當共聚物沒有特別紀錄下，意指包

括無規共聚物、交互共聚物、嵌段共聚物、接枝共聚物等之各種的共聚物。

[0097] 任意聚合物方面，使用聚乙烯醇時，該聚乙烯醇係以皂化度 90 莫耳%以上者為佳、95 莫耳%以上（例如超過 98 莫耳%）者更佳。此外，聚乙烯醇的皂化度原理上為 100 莫耳%以下。

[0098] 本文所揭示之研磨用組成物中可使其含有的任意聚合物之外的例方面，可舉出羥基乙基纖維素、羥基丙基纖維素、羥基乙基甲基纖維素、羥基丙基甲基纖維素、甲基纖維素、乙基纖維素、乙基羥基乙基纖維素、羧基甲基纖維素等之纖維素衍生物及普魯蘭多醣。

[0099] 上述任意聚合物之分子量及分子量分布（ M_w/M_n ）並未特別限定。例如，亦可將上述水溶性聚合物中較佳的 M_w 及分子量分布適用於任意聚合物中較佳的 M_w 及分子量分布。

[0100] 任意聚合物之使用量係以研磨用組成物中所含的 $M_w 1 \times 10^4$ 以上之水溶性成分（含上述水溶性聚合物及因應需要所使用的任意聚合物）的總量之 30 質量%以下為適、15 質量%以下為佳、10 質量%以下（例如 5 質量%以下）更佳。本文所揭示之研磨用組成物係以實質上不含任意聚合物（例如，上述水溶性成分的總量中所佔任意聚合物之比例未達 1 質量%或未能檢出任意聚合物）的狀態來實施。

[0101] 又，本文所揭示之研磨用組成物當含纖維素

衍生物作為任意聚合物時，其使用量係以抑制在該研磨用組成物中所含的 $M_w 1 \times 10^4$ 以上之水溶性成分總量的 10 質量%以下為佳、5 質量%以下（典型上為 1 質量%以下）又更佳。藉此，可更高度地抑制因來自天然物之纖維素衍生物的使用所致的異物之混入或凝聚的產生。本文所揭示之研磨用組成物係以例如實質上不含纖維素衍生物（例如，上述水溶性成分的總量中所佔纖維素衍生物的比例未達 1 質量%或是未能檢出纖維素衍生物）的樣態來實施。

[0102] 此外，本文所揭示之技術乃是以包含滿足以下條件： M_w 為 1×10^4 以上；含具羥基之重複單位 h ；及羥基量在 4mmol/g 以上 21mmol/g 以下的範圍之水溶性聚合物 Q 的研磨用組成物之樣態來予以實施。上述水溶性聚合物 Q 可包含上述滿足既定 SP 值之重複單位 A 及重複單位 B 且相當於滿足既定平均 SP 值之水溶性聚合物者，亦可為相當於上述任意聚合物者。包含如此的水溶性聚合物 Q 之研磨用組成物係以該水溶性聚合物 Q 的羥基量維持在 4mmol/g 以上 21mmol/g 以下的範圍之狀態供給於研磨對象物而用於該研磨對象物之研磨者為佳。上述重複單位 h ，例如乙烯醇單位。

[0103] 在本說明書中，羥基量意指每 1g 聚合物中所含羥基的莫耳數。羥基量一般而言，係以在含測定對象之聚合物的試料液中使用 JIS K0070 規定之中和滴定法求得羥基價（ mgKOH/g ），再除以 56.1 而得。

又，測定對象之聚合物例如部分皂化聚乙烯醇般由羧

酸乙烯基單位及乙烯醇單位所成之聚合物時，乃藉由在含其測定對象之聚合物的試料液中添加氫氧化鉀（KOH）後予以加溫，以滴定使其完全皂化時的 KOH 消費量來求得，由其結果算出羧酸乙烯基單位的莫耳數及乙烯醇單位的莫耳數，並可由該等之莫耳數算出羥基量。

上述羥基量的測定中，使研磨用組成物中所含的聚合物作為測定對象時，可使用該研磨用組成物作為上述試料液。在此，上述研磨用組成物為含研磨粒之研磨用組成物時，可使用已將該研磨粒予以離心使其沈降之上清液作為上述試料液。

[0104]

<1-7.其他成分>

本文所揭示之研磨用組成物，在不顯著妨礙本發明之效果的範圍下，可因應需要含有螯合劑、有機酸、有機酸鹽、無機酸、無機酸鹽、防腐劑、防黴劑等可用於研磨用組成物（典型上為矽晶圓的最後拋光中所用之研磨用組成物）之公知的添加劑。

[0105] 螯合劑的例方面，可舉出胺基羧酸系螯合劑及有機膦酸系螯合劑。胺基羧酸系螯合劑之例中，包含乙二胺四乙酸、乙二胺四乙酸鈉、氨基三乙酸、氨基三乙酸鈉、氨基三乙酸銨、羥基乙基乙二胺三乙酸、羥基乙基乙二胺三乙酸鈉、二伸乙基三胺五乙酸、二伸乙基三胺五乙酸鈉、三伸乙基四胺六乙酸及三伸乙基四胺六乙酸鈉。有機膦酸系螯合劑之例中，包含 2-胺基乙基膦酸、1-羥基亞

乙基-1,1-二膦酸、胺基三（亞甲基膦酸）、乙二胺肆（亞甲基膦酸）、二伸乙基三胺五（亞甲基膦酸）、乙烷-1,1-二膦酸、乙烷-1,1,2-三膦酸、乙烷-1-羥基-1,1-二膦酸、乙烷-1-羥基-1,1,2-三膦酸、乙烷-1,2-二羧基-1,2-二膦酸、甲烷羥基膦酸、2-膦醯基丁烷-1,2-二羧酸、1-膦醯基丁烷-2,3,4-三羧酸及 α -甲基膦醯基琥珀酸。此等之中以有機膦酸系螯合劑更佳，其中，較佳者可舉出乙二胺肆（亞甲基膦酸）及二伸乙基三胺五（亞甲基膦酸）。特佳的螯合劑方面，可舉出乙二胺肆（亞甲基膦酸）。

[0106] 有機酸之例方面，可舉出甲酸、乙酸、丙酸等之脂肪酸、安息香酸、苯二甲酸等之芳香族羧酸、檸檬酸、草酸、酒石酸、蘋果酸、馬來酸、富馬酸、琥珀酸、有機磺酸、有機膦酸等。有機酸鹽之例方面，可舉出有機酸的鹼金屬鹽（鈉鹽、鉀鹽等）或銨鹽等。無機酸之例方面，可舉出硫酸、硝酸、鹽酸、碳酸等。無機酸鹽之例方面，可舉出無機酸的鹼金屬鹽（鈉鹽、鉀鹽等）或銨鹽。有機酸及其鹽和無機酸及其鹽可單獨使用 1 種或組合 2 種以上使用。

防腐劑及防黴劑的例方面，可舉出異噻唑啉酮系化合物、對羥基安息香酸酯類、苯氧基乙醇等。

[0107]

<1-8.用途>

本文揭示之研磨用組成物可應用於具有各種材質及形狀之研磨對象物之研磨。研磨對象物之材質可為例如矽、

鋁、鎳、鎢、銅、鈇、鈦、不銹鋼等之金屬或半金屬、或此等之合金；石英玻璃、鋁矽酸鹽玻璃、玻璃狀碳等之玻璃狀物質；氧化鋁、二氧化矽、藍寶石、氮化矽、氮化鈇、碳化鈦等之陶瓷材料；碳化矽、氮化鎵、砷化鎵等之化合物半導體基板材料；聚醯亞胺樹脂等之樹脂材料等。亦可為以此等之中複數材質所構成的研磨對象物。其中，可適用於具備由矽所成之表面之研磨對象物的研磨。本文所揭示之技術，例如可適用於含二氧化矽粒子作為研磨粒之研磨用組成物（典型上為僅含二氧化矽粒子作為研磨粒之研磨用組成物），特別是研磨對象物為矽之研磨用組成物。

研磨對象物之形狀並無特別限制。本文揭示之研磨用組成物可較佳地應用於例如板狀或多面體狀等之具有平面之研磨對象物的研磨。

[0108] 本文所揭示之研磨用組成物可較佳地使用於研磨對象物之最後拋光。因此，依據此說明書，可提供含有使用上述研磨用組成物之最後拋光步驟的研磨物之製造方法（例如，矽晶圓之製造方法）。此外，最後拋光意指目的物之製程中最後的拋光步驟（意即，其步驟之後不再實施進一步拋光之步驟）。本文所揭示之研磨用組成物亦可用於比最後拋光更上游的拋光步驟（意指粗研磨步驟與最終研磨步驟之間的步驟。典型上至少包含 1 次拋光步驟，且進一步包含 2 次、3 次…等之拋光步驟），例如恰在最後拋光之前所實施的拋光步驟。

[0109] 本文所揭示之研磨用組成物較佳可使用於研磨由矽所成之表面的研磨，且特別適用於矽晶圓的研磨。例如，以作為矽晶圓的最後拋光或其更上游的拋光步驟中所用的研磨用組成物為佳。例如，可有效地應用於由上游步驟調製成表面粗度為 $0.01\text{nm} \sim 100\text{nm}$ 的表面狀態之矽晶圓的拋光（典型上為最後拋光或其即前的拋光）。最好則是適用在最後拋光。

[0110]

<1-9. 研磨液>

本文揭示之研磨用組成物典型上係以含該研磨用組成物之研磨液之形態供給於研磨對象物，使用於該研磨對象物之研磨。上述研磨液可為例如將本文揭示之任一研磨用組成物稀釋（典型上係以水稀釋）而調製者。或者，亦可直接使用該研磨用組成物作為研磨液。亦即，本文揭示之技術中之研磨用組成物之概念包含供給於研磨對象物的該研磨對象物之研磨所用之研磨液（作用漿液）與經稀釋作為研磨液使用之濃縮液（研磨液之原液）兩者。至於含本文揭示之研磨用組成物的研磨液之其他例，可舉出調整該組成物之 pH 而成之研磨液。

[0111] 研磨液中水溶性聚合物之含量並無特別限制，例如可為 1×10^{-4} 質量%以上。從霧度減低等之觀點來看，較佳的含量為 5×10^{-4} 質量%以上，更佳為 1×10^{-3} 質量%以上，例如 2×10^{-3} 質量%以上。又，從研磨速度等之觀點來看，係以使上述含量為 0.2 質量%以下者佳、0.1 質量

%以下（例如 0.05 質量%以下）更佳。

[0112] 本文所揭示之研磨用組成物含研磨粒時，研磨液中研磨粒之含量雖無特別限制，但典型上為 0.01 質量%以上，0.05 質量%以上者為佳、更佳為 0.1 質量%以上，例如 0.15 質量%以上。藉由增加研磨粒之含量，可實現更高的研磨速度。從實現霧度更低之表面的觀點來看，通常以上述含量以 10 質量%以下為宜，較佳為 7 質量%以下，更佳為 5 質量%以下，再更佳為 2 質量%以下，例如 1 質量%以下。

[0113] 本文所揭示之研磨用組成物含鹼性化合物時，研磨液中鹼性化合物之含量並無特別限制。從研磨速度提昇等之觀點來看，通常以使其含量為研磨液的 0.001 質量%以上者佳、0.003 質量%以上者更佳。又，從霧度減低等之觀點來看，係以使上述含量未達 0.4 質量%者佳、未達 0.25 質量%者更佳。

[0114] 研磨液的 pH 並無特別限制。例如，以 pH8.0～12.0 為佳、9.0～11.0 更佳。以含有鹼性化合物而使其成為該 pH 之研磨液者佳。上述 pH 例如可適用於矽晶圓的研磨中所用的研磨液（例如最後拋光用之研磨液）。

[0115] 本文所揭示之研磨用組成物含界面活性劑時，研磨液中界面活性劑之含量並無特別限制，可為例如 1×10^{-4} 質量%以上。從霧度減低等之觀點來看，較佳的含量為 5×10^{-4} 質量%以上，更佳為 1×10^{-3} 質量%以上，例如 2×10^{-3} 質量%以上。又，洗淨性或研磨速度等之觀點來

看，上述含量為 0.2 質量%以下為佳、0.1 質量%以下（例如 0.05 質量%以下）更佳。

又，本文所揭示之研磨用組成物含界面活性劑時，水溶性聚合物之含量 w_1 與界面活性劑之含量 w_2 的質量比（ w_1/w_2 ）雖無特別限制，但可為例如 0.01～100 之範圍、0.05～50 之範圍者佳、0.1～30 之範圍更佳。

[0116] 本文所揭示之研磨用組成物以含研磨粒之研磨液的形態被使用時，對該研磨粒 100 質量份而言，界面活性劑之含量係以例如 20 質量份以下為適、15 質量份以下為佳、10 質量份以下（例如 6 質量份以下）更佳。從使界面活性劑的使用效果更加地發揮之觀點來看，對研磨粒 100 質量份而言，界面活性劑含量係以 0.001 質量份以上為宜、0.005 質量份以上為佳、0.01 質量份以上（例如 0.1 質量份以上）更佳。

或者，從組成的單純化等之觀點來看，本文所揭示之研磨用組成物亦可以實質上不含界面活性劑的樣態來實施。

[0117]

<1-10.濃縮液>

本文所揭示之研磨用組成物，在供給於研磨對象物之前，可為經濃縮之形態（意即，研磨液的濃縮液之形態）。如此經濃縮之形態的研磨用組成物，從製造、流通、保存等時的便利性或成本減低等之觀點來看，較為有利。濃縮倍率例如以體積換算可為 2 倍～100 倍左右，通

常以 5 倍～50 倍左右為宜。較佳的一樣態之研磨用組成物，其濃縮倍率為 10 倍～40 倍，例如 15 倍～25 倍。

[0118] 如此，處於濃縮液形態之研磨用組成物可以在期望之時點經稀釋而調製研磨液，並以將該研磨液供給於研磨對象物之樣態來使用。上述稀釋，典型上可藉由在上述濃縮液中加入前述水系溶媒予以混合來進行。又，上述水系溶媒為混合溶媒時，可僅添加該水系溶媒之構成成分中的部分成分來進行稀釋，亦可添加以與上述水系溶劑不同之量比含有該等構成成分之混合溶劑來進行稀釋。又，如後述之多劑型的研磨用組成物中，亦可在稀釋了該等之中部分的劑之後與其他的劑混合來調製研磨液，或是在混合複數的劑之後稀釋其混合物來調製研磨液。

[0119] 上述濃縮液的 NV 可為例如 50 質量%以下。研磨用組成物之安定性（例如，研磨粒之分散安定性）或過濾性等之觀點來看，通常，濃縮液的 NV 係以 40 質量%以下為適、30 質量%以下為佳、更佳為 20 質量%以下，例如 15 質量%以下。又，從製造、流通、保存等時的便利性或成本減低等之觀點來看，濃縮液的 NV 係以 0.5 質量%以上為適、較佳為 1 質量%以上，更佳為 3 質量%以上，例如 5 質量%以上。

[0120] 上述濃縮液中水溶性聚合物之含量，可為例如 3 質量%以下。從研磨用組成物之過濾性或洗淨性等之觀點來看，通常，上述含量較佳為 1 質量%以下，更佳為 0.5 質量%以下。又，上述含量從製造、流通、保存等時

的便利性或成本減低等之觀點來看，通常以 1×10^{-3} 質量%以上者為宜，較佳為 5×10^{-3} 質量%以上，更佳為 1×10^{-2} 質量%以上。

[0121] 本文所揭示之研磨用組成物含研磨粒時，上述濃縮液中研磨粒之含量可為例如 50 質量%以下。研磨用組成物之安定性（例如，研磨粒之分散安定性）或過濾性等之觀點來看，通常，上述含量較佳為 45 質量%以下，更佳為 40 質量%以下。較佳的一樣態中，可使研磨粒之含量為 30 質量%以下或 20 質量%以下（例如 15 質量%以下）。又，從製造、流通、保存等時的便利性或成本減低等之觀點來看，研磨粒之含量可為例如 0.5 質量%以上，較佳為 1 質量%以上，更佳為 3 質量%以上（例如 5 質量%以上）。

[0122] 本文所揭示之研磨用組成物可為一劑型，亦可為以二劑型為首的多劑型。例如，可由含該研磨用組成物之構成成分中的部分成分之 A 液（例如後述之鹼性研磨粒分散液）與含剩餘成分之 B 液（例如後述之聚合物水溶液）混合而構成研磨對象物之研磨中所用者。

[0123]

<1-11.研磨用組成物之調製>

本文所揭示之研磨用組成物之製造方法並未特別限定。例如，可使用翼式攪拌機、超音波分散機、均質混合機等之習知的混合裝置來混合研磨用組成物中所含的各成分。混合此等成分之樣態並未特別限制，例如可將全部成

分一次混合或以適當設定之順序予以混合。

[0124] 雖然沒有特別限定，但針對含水溶性聚合物、研磨粒與鹼性化合物之組成的研磨用組成物，從安定（再現性佳）地製造凝聚更少的研磨用組成物之觀點來看，係以採用例如準備含研磨粒（例如二氧化矽粒子）、鹼性化合物與水之分散液（以下亦稱「鹼性研磨粒分散液」），並將此鹼性研磨粒分散液與水溶性聚合物混合之製造方法為佳。

[0125] 如此，研磨粒與鹼性化合物共存的鹼性研磨粒分散液，乃藉由上述鹼性化合物而使上述研磨粒之靜電排斥增強，因此相較於不含鹼性化合物（典型上幾乎是中性的）研磨粒分散液，其研磨粒之分散安定性高。因此，相較於在中性的研磨粒分散液中加入水溶性聚合物之後再添加鹼性化合物的樣態，或是一次混合中性的研磨粒分散液、水溶性聚合物與鹼性化合物之樣態，不易產生研磨粒之局部凝聚。此就研磨用組成物之過濾性提昇或研磨後之表面中缺陷減低等之觀點而言，是較佳的。

[0126] 此外，上述水溶性聚合物係以預先溶解於水之水溶液（以下亦稱為「聚合物水溶液」）的形態來與鹼性研磨粒分散液混合者為佳。藉此，可更充分抑制研磨粒之局部凝聚。

混合鹼性研磨粒分散液與聚合物水溶液時，係以對鹼性研磨粒分散液添加聚合物水溶液者為佳。若依該混合方法，相較於例如對聚合物水溶液添加鹼性研磨粒分散液之

混合方法，可更充分地防止研磨粒之局部凝聚。研磨粒為二氧化矽粒子（例如膠體二氧化矽粒子）時，係以採用如上述對鹼性研磨粒分散液添加聚合物水溶液之混合方法，特別地有意義。

[0127] 上述鹼性研磨粒分散液，係含有構成欲成為製造目的之研磨用組成物之研磨粒、水溶性聚合物、鹼性化合物及水之中研磨粒之至少一部分、鹼性化合物之至少一部分以及水的至少一部分。例如，上述研磨粒分散液較佳可採用含有構成研磨用組成物之研磨粒的全部、鹼性化合物之至少一部分與水的至少一部分之樣態。

[0128] 鹼性研磨粒分散液中，鹼性化合物之含量較佳為 0.01 質量%以上，更佳為 0.05 質量%以上，再更佳為 0.1 質量%以上。藉由增加鹼性化合物之含量，有能夠更充分抑制研磨用組成物之調製時的局部凝聚產生之傾向。又，鹼性研磨粒分散液中，鹼性化合物之含量較佳為 10 質量%以下，更佳為 5 質量%以下，再更佳為 3 質量%以下。藉由降低鹼性化合物之含量，可使研磨用組成物中之鹼性化合物含量之調整變容易。

[0129] 鹼性研磨粒分散液的 pH 係以 8 以上為佳、更佳為 9 以上。根據 pH 的上昇，在此鹼性研磨粒分散液中添加了水溶性聚合物或其水溶液時，傾向於可更充分地抑制局部凝聚的產生。鹼性研磨粒分散液的 pH 係以 12 以下為佳、更佳為 11.5 以下，再更佳為 10.5 以下。藉由將鹼性研磨粒分散液的 pH 設定為 7 以上之範圍中較低者，因

該分散液調製所需的鹼性化合物之量變少，而得以使研磨用組成物中之鹼性化合物含量之調整變容易。又，例如研磨粒為二氧化矽粒子時，不使 pH 過高對抑制二氧化矽的溶解之觀點而言是有利的。混合物之 pH 係可藉由鹼性化合物之摻合量等來調整。

[0130] 該鹼性研磨粒分散液可藉由混合研磨粒與鹼性化合物及水來調製。上述混合中，可使用例如翼式攪拌機、超音波分散機、均質混合機等之習知的混合裝置。混合鹼性研磨粒分散液中所含的各成分之樣態並無特別限定，例如可將全部成分一次混合或以適當設定之順序予以混合。較佳的一樣態之一例，可舉出將含研磨粒與水的幾乎中性的分散液與鹼性化合物或其水溶液予以混合之樣態。

[0131] 將上述水溶性聚合物於鹼性研磨粒分散液中以水溶液（聚合物水溶液）之形態予以混合時，其聚合物水溶液中，水溶性聚合物之含量較佳為 0.02 質量%以上，更佳為 0.05 質量%以上，再更佳為 0.1 質量%以上。藉由增加水溶性聚合物之含量，可容易地調整研磨用組成物中水溶性聚合物之含量。聚合物水溶液中，水溶性聚合物之含量較佳為 10 質量%以下，更佳為 5 質量%以下，再更佳為 3 質量%以下。藉由減少水溶性聚合物之含量，在混合此聚合物水溶液與鹼性研磨粒分散液時，傾向於可更充分地抑制研磨粒之局部凝聚。

[0132] 上述聚合物水溶液的 pH 並無特別限定，可調

整為例如 pH2~11。上述聚合物水溶液較佳可調整為中性附近至鹼性附近之液性，更佳則調整為鹼性。更具體而言，聚合物水溶液的 pH 係以 8 以上為佳、更佳為 9 以上。pH 的調整，典型上可使用構成研磨用組成物之鹼性化合物的一部分來進行。藉由聚合物水溶液之 pH 的上昇，於鹼性研磨粒分散液添加聚合物水溶液時，可更充分抑制研磨粒之局部凝聚。聚合物水溶液的 pH 係以 12 以下為佳、更佳為 10.5 以下。聚合物水溶液的 pH 若變得更低，該聚合物水溶液的調製中所需鹼性化合物之量會變少，因而可使研磨用組成物中之鹼性化合物含量之調整變容易。又，例如研磨粒為二氧化矽粒子時，pH 不過高就抑制二氧化矽溶解之觀點而言，也是有利的。

[0133] 鹼性研磨粒分散液中投入聚合物水溶液時的速度（供給速率），對該分散液 1L 而言，係以聚合物水溶液 500mL/分以下為佳、更佳為 100mL/分以下，再更佳為 50mL/分以下。藉由減少投入速度，而得以更加充分地抑制研磨粒之局部凝聚。

[0134] 較佳的一樣態中，聚合物水溶液係可於投入鹼性研磨粒分散液中之前進行過濾。藉由過濾聚合物水溶液，可進一步減低該聚合物水溶液中所含的異物或凝聚物之量。

[0135] 過濾的方法並無特別限定，可適當地採用例如在常壓下進行的自然過濾，此外還有抽氣過濾、加壓過濾、離心過濾等公知的過濾方法。過濾所用的過濾器係以

網目大小為基準所選擇者為佳。從研磨用組成物之生產效率的觀點來看，過濾器的網目大小係以 $0.05\mu\text{m}$ 以上為佳、更佳為 $0.1\mu\text{m}$ 以上，再更佳為 $0.2\mu\text{m}$ 。又，從提高異物或凝聚物之去除效果的觀點來看，過濾器的網目大小係以 $100\mu\text{m}$ 以下為佳、更佳為 $70\mu\text{m}$ 以下，再更佳為 $50\mu\text{m}$ 以下。過濾器的材質或構造並未特別限定。過濾器的材質方面，可舉例如纖維素、耐龍、聚砒、聚醚砒、聚丙烯、聚四氟乙烯（PTFE）、聚碳酸酯、玻璃等。過濾器的構造方面，例如深層（depth）過濾器、打褶過濾器、薄膜過濾器等。

[0136] 上述說明之研磨用組成物之製造方法，可較佳地應用於混合鹼性研磨粒分散液與水溶性聚合物或其水溶液所得之研磨用組成物為研磨液（作用漿液）、與此幾乎相同之 NV 之情況或是為後述濃縮液之情況。

[0137] 雖然沒有特別限定，但上述水溶性聚合物為具有在鹼性條件下顯示水解反應性之官能基的水溶性聚合物（以下亦稱為「水溶性聚合物 H」）時，從更加地發揮使用該水溶性聚合物的效果之觀點來看，係以混合鹼性研磨粒分散液與水溶性聚合物 H 之水溶液，使其形成研磨液或形成與此幾乎相同的 NV（典型上研磨粒之含量未達 3 質量%、更佳為未達 1 質量%）之研磨用組成物者為佳。或者，混合了鹼性研磨粒分散液與水溶性聚合物 H 的水溶液之後，自其混合起較短的時間內（例如，混合後 24 小時以內），係以將該混合物稀釋成研磨液或與此幾乎相同

的 NV（典型上為研磨粒之含量未達 3 質量%、更佳為未達 1 質量%）者為佳。水溶性聚合物 H 的具體例方面，可舉出含 5 莫耳%以上之乙酸乙烯基酯單位作為重複單位的水溶性聚合物（例如，包含乙酸乙烯基酯單位與乙烯醇單位作為重複單位之水溶性聚合物）。

[0138]

<1-12. 研磨>

本文所揭示之研磨用組成物可以例如含以下操作之樣態較佳地使用於研磨對象物之研磨。以下，針對使用本文揭示之研磨用組成物對研磨對象物進行研磨之方法的較佳樣態加以說明。

意即，準備含本文所揭示之任一研磨用組成物之研磨液（典型上為漿液狀之研磨液，有時亦稱為研磨漿液）。準備上述研磨液係如上述，包含對研磨用組成物施予濃度調整（例如稀釋）、pH 調整等之操作來調製研磨液。或者，上述研磨用組成物亦可直接用作為研磨液。又，多劑型的研磨用組成物的情況下，可在準備上述研磨液時，包含混合該等之劑、於該混合之前稀釋 1 或複數之劑、於該混合之後稀釋其混合物等。

[0139] 接著，將該研磨液供給於研磨對象物，藉由常法來研磨。例如，進行矽晶圓的最後拋光時，將經過研磨步驟及 1 次拋光步驟之矽晶圓固定在一般研磨裝置上，通過該研磨裝置之研磨墊將研磨液供給於上述矽晶圓表面（研磨對象面）。典型上，係邊連續供給上述研磨液，邊

將研磨墊抵壓於矽晶圓表面並使二者相對移動（例如旋轉移動）。經過該研磨步驟而完成研磨對象物之研磨。

此外，上述研磨步驟中所使用的研磨墊並未特別限定。可使用例如不織布型、毛氈型、含研磨粒者、不含研磨粒者等之任一者。

[0140] 如上述之研磨步驟可為研磨物（例如矽晶圓等之基板）的製程之一部分。因此，依據本說明書，係可提供包含上述研磨步驟之研磨物之製造方法（較佳為矽晶圓之製造方法）。

[0141] 如上述的研磨步驟中，供給於研磨對象物之研磨液係以含本文所揭示之水溶性聚合物（意即，含 SP 值為 14.5 以上之重複單位 A 與 SP 值未達 14.5 之重複單位 B，且平均 SP 值為 17.5 以下之水溶性聚合物）者為佳。藉此，使用上述水溶性聚合物之效果（霧度減低、LPD 數減低等）可更適切地發揮。

[0142]

<1-13.洗淨>

使用了本文所揭示之研磨用組成物所研磨之研磨物，典型上係於研磨後進行洗淨。此洗淨可使用適當的洗淨液來進行。使用的洗淨液並無特別限定，可使用例如半導體等之領域中之一般的 SC-1 洗淨液（氫氧化銨（ NH_4OH ）與過氧化氫（ H_2O_2 ）與水（ H_2O ）之混合液。以下，將使用 SC-1 洗淨液來洗淨者稱為「SC-1 洗淨」）、SC-2 洗淨液（ HCl 與 H_2O_2 與 H_2O 之混合液）等。洗淨液的溫度可

為例如常溫 $\sim 90^{\circ}\text{C}$ 左右。從使洗淨效果提昇的觀點來看，較佳可使用 $50^{\circ}\text{C} \sim 85^{\circ}\text{C}$ 左右的洗淨液。

[0143]

<<2.第二樣態之研磨用組成物>>

本文所揭示之第二樣態的研磨用組成物，係含研磨粒、水溶性聚合物與水。上述研磨用組成物，基於以下的蝕刻率測定之蝕刻率為 2.0nm/分 以下：

(1A) 準備含前述水溶性聚合物 0.18 質量%及氨 1.3 質量%且剩餘部分為水所成之蝕刻率測定用藥液 LE；

(2A) 準備已去除了表面自然氧化膜之矽基板（縱 6cm 、橫 3cm 、厚度 $775\mu\text{m}$ 之長方形狀），測定其質量 W_0 ；

(3A) 將前述矽基板在室溫浸漬於前述藥液 LE 12 小時；

(4A) 從前述藥液 LE 取出前述矽基板，在室溫以 NH_3 （29%）： H_2O_2 （31%）：超純水=1：1：8（體積比）之洗淨液洗淨 10 秒鐘；

(5A) 測定洗淨後之前述矽基板的質量 W_1 ；及

(6A) 由前述 W_0 與前述 W_1 之差及前述矽基板之比重算出蝕刻率（ nm/分 ）；

且基於以下的研磨粒吸附率測定之研磨粒吸附率為20%以下：

(1B) 對前述研磨用組成物進行離心處理而使前述研磨粒沉降，並測定其上清液的全有機碳量，求取該上清液

中所含的有機碳之總量 C_0 ；

(2B) 準備已從前述研磨用組成物之組成去除了研磨粒而成之組成的試驗液 L_0 ，測定該試驗液 L_0 的全有機碳量，求得上述試驗液 L_0 中所含的有機碳之總量 C_1 ；

(3B) 由前述 C_0 及前述 C_1 ，以次式來算出研磨粒吸附率：

$$\text{研磨粒吸附率 (\%)} = [(C_0 - C_1) / C_0] \times 100。$$

以下，就上述第二樣態之研磨用組成物詳細說明。

[0144]

<2-1.水溶性聚合物>

本文所揭示之第二樣態的研磨用組成物中所含的水溶性聚合物之種類並無特別限制，在研磨用組成物之領域中，可從公知的水溶性聚合物之中適當地選擇，以實現上述研磨用組成物中既定之蝕刻率及研磨粒吸附率。

上述水溶性聚合物，可為分子中具有由陽離子性基、陰離子性基及非離子性基選出的至少 1 種官能基者。上述水溶性聚合物可為例如分子中具有羥基、羧基、醯氧基、磺基、醯胺構造、第四級氮構造、雜環構造、乙烯基構造、聚氧伸烷基構造等者。

[0145] 分子中具有醯氧基之水溶性聚合物的一較佳例方面，可舉出至少含有單羧酸乙烯基酯單位的聚合物。上述單羧酸乙烯基酯單位的較佳具體例方面，可舉出乙酸乙烯基酯單位、己烷酸乙烯基酯單位等。

[0146] 含有單羧酸乙烯基酯單位之水溶性聚合物的

一較佳例方面，可舉出含乙酸乙烯基酯單位之聚合物。如此的水溶性聚合物中，全重複單位的莫耳數中所佔之乙酸乙烯基酯單位的莫耳數，典型上為 5% 以上，10% 以上更佳、15% 以上再更佳、20% 以上特別佳。全重複單位的莫耳數中所佔之乙酸乙烯基酯單位的莫耳數雖無特別限制，但從對水的溶解性等之觀點來看，通常以 80% 以下為適、60% 以下者為佳、50% 以下者更佳、40% 以下者又更佳。

[0147] 含有單羧酸乙烯基酯單位之水溶性聚合物之外的較佳例方面，可舉出含己烷酸乙烯基酯單位之聚合物。全重複單位的莫耳數中所佔之己烷酸乙烯基酯單位的莫耳數雖無特別限定，但典型上為 5% 以上，10% 以上更佳、15% 以上又更佳。雖然沒有特別限定，但全重複單位的莫耳數中所佔之己烷酸乙烯基酯單位的莫耳數的上限，從對水的溶解性等之觀點來看，通常以 80% 以下為適、60% 以下者為佳、50% 以下者更佳、40% 以下（例如 30% 以下）者又更佳。

[0148] 分子中具有羥基之水溶性聚合物的一較佳例方面，可舉出至少含乙烯醇單位之聚合物。本文所揭示之技術，在上述水溶性聚合物方面，係以使用含乙烯醇單位與乙酸乙烯基酯單位之水溶性聚合物的樣態來實施。如此的水溶性聚合物之一例方面，可舉出將乙酸乙烯基酯的均聚物或共聚物經部分皂化後之構造的水溶性聚合物。例如，較佳可使用將乙酸乙烯基酯的均聚物經部分皂化後之構造的部分皂化聚乙烯醇。上述部分皂化聚乙烯醇，係乙

烯醇單位與乙酸乙烯基酯單位所成之水溶性聚合物。

本文所揭示之技術，在上述水溶性聚合物方面，又可以使用含乙烯醇單位與己烷酸乙烯基酯單位之水溶性聚合物的樣態來實施。如此的水溶性聚合物之一例方面，可舉出將己烷酸乙烯基的均聚物或共聚物經部分皂化後之構造的水溶性聚合物。例如，較佳可使用將乙酸乙烯基酯與己烷酸乙烯基酯之共聚物經部分皂化後之構造的部分皂化聚乙烯醇。上述部分皂化聚乙烯醇之例中，可包含由乙烯醇單位與己烷酸乙烯基酯單位所成之水溶性聚合物與由乙烯醇單位與己烷酸乙烯基酯單位與乙酸乙烯基酯單位所成的水溶性聚合物。

如此的部分皂化聚乙烯醇方面，從對水的溶解性等之觀點來看，較佳可使用皂化度為 50 莫耳%以上（更佳為 60 莫耳%以上）且滿足既定之蝕刻率及研磨粒吸附率者。從上述蝕刻率及研磨粒吸附率之觀點來看，係以皂化度為 90 莫耳%以下的部分皂化聚乙烯醇為佳、85 莫耳%以下者更佳。較佳的一樣態中，可使用皂化度為 80 莫耳%以下的部分皂化聚乙烯醇。此外，聚乙烯醇的皂化度原理上為 100 莫耳%以下。

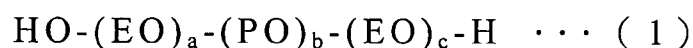
[0149] 上述水溶性聚合物方面，從凝聚物之減低或洗淨性提昇等之觀點來看，較佳可採用非離子性的水溶性聚合物。換言之，係以實質上不含陰離子性或陽離子性的重複單位之水溶性聚合物較佳。在此，所謂實質上不含陰離子性或陽離子性的重複單位，意指此等之重複單位的莫

耳比未達 0.02%（例如未達 0.001%）。非離子性的水溶性聚合物之例方面，可舉出部分皂化聚乙烯醇、含氧伸烷基單位之聚合物、含有氮原子之聚合物等。

[0150] 含氧伸烷基單位之聚合物，可為含碳原子數 2～6 之氧伸烷基單位（典型上係以 $-C_nH_{2n}O-$ 所示之構造單位。在此 n 為 2～6 之整數）的 1 種或 2 種以上之聚合物。上述氧伸烷基單位的碳原子數為 2～3 之聚合物較佳。該聚合物之例方面，可舉出聚氧伸乙基（PEO）、氧伸乙基（EO）與氧伸丙基（PO）之嵌段共聚物、EO 與 PO 之無規共聚物等。

EO 與 PO 之嵌段共聚物，可為含聚氧伸乙基（PEO）嵌段與聚氧伸丙基（PPO）嵌段之二嵌段體、三嵌段體等。上述三嵌段體之例中，包含 PEO-PPO-PEO 型三嵌段體及 PPO-PEO-PPO 型三嵌段體。通常以 PEO-PPO-PEO 型三嵌段體更佳。

[0151] PEO-PPO-PEO 型三嵌段體方面，較佳可使用下述一般式（1）所示之聚合物。



一般式（1）中的 EO 表示氧伸乙基單位（ $-CH_2CH_2O-$ ）、PO 表示氧伸丙基單位（ $-CH_2CH(CH_3)O-$ ），且 a 、 b 及 c 分別表示 1 以上（典型上為 2 以上）的整數。

一般式（1）中， a 與 c 合計係以 2～1000 之範圍者為

佳、更佳為 5~500 之範圍、再更佳為 10~200 之範圍。
一般式 (1) 中的 b 係以 2~200 之範圍者為佳、更佳為 5~100 之範圍、再更佳為 10~50 之範圍。

[0152] EO 與 PO 之嵌段共聚物或無規共聚物中，構成該共聚物的 EO 與 PO 之莫耳比 (EO/PO)，從對水的溶解性或洗淨性等之觀點來看，係以大於 1 者為佳、2 以上者更佳、3 以上 (例如 5 以上) 者又更佳。

[0153] 含有氮原子之聚合物方面，亦可使用主鏈上含有氮原子之聚合物及側鏈官能基 (側基) 上具有氮原子之聚合物的任一者。

主鏈上含有氮原子之聚合物之例方面，可舉出 N-醯基伸烷基亞胺型單體的均聚物及共聚物。N-醯基伸烷基亞胺型單體的具體例方面，N-乙醯基伸乙基亞胺、N-丙醯基伸乙基亞胺、N-己醯基伸乙基亞胺、N-苯甲醯基伸乙基亞胺、N-乙醯基伸丙基亞胺、N-丁醯基伸乙基亞胺等。N-醯基伸烷基亞胺型單體的均聚物方面，可舉出聚 (N-乙醯基伸乙基亞胺)、聚 (N-丙醯基伸乙基亞胺)、聚 (N-己醯基伸乙基亞胺)、聚 (N-苯甲醯基伸乙基亞胺)、聚 (N-乙醯基伸丙基亞胺)、聚 (N-丁醯基伸乙基亞胺) 等。N-醯基伸烷基亞胺型單體的共聚物之例中，包含 2 種以上之 N-醯基伸烷基亞胺型單體的共聚物，以及 1 種或 2 種以上之 N-醯基伸烷基亞胺型單體與其他單體的共聚物。

此外，本說明書中，共聚物若未特別說明，則意指包括無規共聚物、交互共聚物、嵌段共聚物、接枝共聚物等

各種共聚物。

[0154] 側基具有氮原子之聚合物方面，可舉例如含 N-（甲基）丙烯醯基型的單體單位之聚合物、含 N-乙烯基型的單體單位之聚合物等。在此「（甲基）丙烯醯基」意指包含丙烯醯及甲基丙烯醯。

[0155] 含 N-（甲基）丙烯醯基型的單體單位之聚合物之例，包含 N-（甲基）丙烯醯基型單體的均聚物及共聚物（典型上為 N-（甲基）丙烯醯基型單體的共聚合比例超過 50 質量%之共聚物）。N-（甲基）丙烯醯基型單體之例中，包含具有 N-（甲基）丙烯醯基之鏈狀醯胺及具有 N-（甲基）丙烯醯基之環狀醯胺。

[0156] 具有 N-（甲基）丙烯醯基之鏈狀醯胺之例方面，可舉出（甲基）丙烯醯胺；N-甲基（甲基）丙烯醯胺、N-乙基（甲基）丙烯醯胺、N-丙基（甲基）丙烯醯胺、N-異丙基（甲基）丙烯醯胺、N-n-丁基（甲基）丙烯醯胺等之 N-烷基（甲基）丙烯醯胺；N,N-二甲基（甲基）丙烯醯胺、N,N-二乙基（甲基）丙烯醯胺、N,N-二丙基（甲基）丙烯醯胺、N,N-二異丙基（甲基）丙烯醯胺、N,N-二（n-丁基）（甲基）丙烯醯胺等之 N,N-二烷基（甲基）丙烯醯胺；等。含具有 N-（甲基）丙烯醯基之鏈狀醯胺作為單體單位之聚合物之例方面，可舉出 N-異丙基丙烯醯胺的均聚物及 N-異丙基丙烯醯胺的共聚物（例如，N-異丙基丙烯醯胺的共聚合比例超過 50 質量%之共聚物）。

[0157] 具有 N-（甲基）丙烯醯基之環狀醯胺之例方面，可舉出 N-（甲基）丙烯醯基嗎啉、N-（甲基）丙烯醯基吡咯啉等。含具有 N-（甲基）丙烯醯基之環狀醯胺作為單體單位之聚合物之例方面，可舉出 N-丙烯醯基嗎啉的均聚物及 N-丙烯醯基嗎啉的共聚物（例如，N-丙烯醯基嗎啉的共聚合比例超過 50 質量%之共聚物）。

[0158] 含 N-乙烯基型的單體單位之聚合物之例中，包含 N-乙烯基無規型單體的均聚物及共聚物（例如，N-乙烯基無規型單體的共聚合比例超過 50 質量%之共聚物）、N-乙烯基鏈狀醯胺的均聚物及共聚物（例如，N-乙烯基鏈狀醯胺的共聚合比例超過 50 質量%之共聚物）。

N-乙烯基無規型單體的具體例方面，可舉出 N-乙烯基吡咯啉酮（VP）、N-乙烯基哌啉酮、N-乙烯基嗎啉酮、N-乙烯基己內醯胺（VC）、N-乙烯基-1,3-噁嗪-2-酮、N-乙烯基-3,5-嗎啉二酮等。含 N-乙烯基無規型的單體單位之聚合物之具體例方面，可舉出聚乙烯基吡咯啉酮（PVP）、聚乙烯基己內醯胺、VP 與 VC 之無規共聚物、VP 及 VC 之一方或雙方與其他乙烯基單體（例如丙烯酸系單體、乙烯基酯系單體等）之無規共聚物、含有含 VP 及 VC 之一方或雙方之聚合物片段的嵌段共聚物或接枝共聚物（例如，聚乙烯醇上接枝了聚乙烯吡咯啉酮而成之接枝共聚物）等。

N-乙烯基鏈狀醯胺的具體例方面，可舉出 N-乙烯基乙醯胺、N-乙烯基丙酸醯胺、N-乙烯基酪酸醯胺等。

[0159] 側基具有氮原子之聚合物之外的例方面，可舉出胺基乙基（甲基）丙烯酸酯、N,N-二甲基胺基乙基（甲基）丙烯酸酯、N,N-二甲基胺基丙基（甲基）丙烯酸酯等具有胺基之乙烯基單體（例如，具有（甲基）丙烯醯基之單體）的均聚物及共聚物。

[0160] 本文所揭示之研磨用組成物中可使其含有的水溶性聚合物之外的例方面，可舉出羥基乙基纖維素、羥基丙基纖維素、羥基乙基甲基纖維素、羥基丙基甲基纖維素、甲基纖維素、乙基纖維素、乙基羥基乙基纖維素、羧基甲基纖維素等之纖維素衍生物及普魯蘭多醣。

[0161] 上述水溶性聚合物之分子量並未特別限定。可使用例如重量平均分子量（ M_w ）為 200×10^4 以下（典型上為 $1 \times 10^4 \sim 200 \times 10^4$ ，例如 $1 \times 10^4 \sim 150 \times 10^4$ ）的水溶性聚合物。從更加防止凝聚物之產生的觀點來看，通常以使用 M_w 未達 100×10^4 （更佳為 80×10^4 以下，再更佳為 50×10^4 以下，典型上為 40×10^4 以下，例如 30×10^4 以下）的水溶性聚合物較佳。又，從研磨用組成物之過濾性或洗淨性等之觀點來看，較佳可使用 M_w 為 25×10^4 以下（更佳為 20×10^4 以下，再更佳為 15×10^4 以下，典型上為 10×10^4 以下，例如 5×10^4 以下）的水溶性聚合物。另一方面，一般而言，水溶性聚合物之 M_w 若變大，則霧度減低效果會有變高的傾向。從該觀點來看，通常以採用 M_w 為 0.1×10^4 以上（典型上為 0.2×10^4 以上，例如 1×10^4 以上）的水溶性聚合物較佳。

[0162] 本文所揭示之技術中，水溶性聚合物之重量平均分子量（ M_w ）與數平均分子量（ M_n ）的關係並無特別限制。從防止凝聚物之產生等的觀點來看，較佳可使用例如分子量分布（ M_w/M_n ）為 5.0 以下者。從研磨用組成物之性能安定性等之觀點來看，水溶性聚合物之 M_w/M_n 較佳為 4.0 以下，更佳為 3.5 以下，再更佳為 3.0 以下（例如 2.5 以下）。

此外，原理上， M_w/M_n 為 1.0 以上。從原料的取得容易性或合成容易性之觀點來看，通常以使用 M_w/M_n 為 1.05 以上的水溶性聚合物為佳。

[0163] 此外，水溶性聚合物之 M_w 及 M_n 方面，可採用基於水系的膠體滲透層析（GPC）之值（水系、聚氧伸乙基換算）。

[0164]

<2-2.水>

本文所揭示之第二樣態的研磨用組成物中所含的水，可使用與在第一樣態之研磨用組成物說明的水相同者。

本文所揭示之研磨用組成物，亦可視需要進一步含有可與水均勻混合之有機溶劑（低級醇、低級酮等）。通常以研磨用組成物中所含的溶媒之 90 體積%以上為水者佳、95 體積%以上（典型上為 99~100 體積%）為水者更佳。

[0165] 本文所揭示之研磨用組成物（典型上為漿液狀之組成物）係以例如其固形分含量(non-volatile content;

NV)為 0.01 質量%~50 質量%、剩餘部分為水系溶媒（水或水與上述有機溶劑之混合溶媒）之形態、或剩餘部分為水系溶媒及揮發性化合物（例如氨）之形態來實施。上述 NV 為 0.05 質量%~40 質量%之形態更佳。此外，上述固形分含量（NV），係指使研磨用組成物在 105℃ 乾燥 24 小時後，其殘留物佔上述研磨用組成物之質量的比例。

[0166]

<2-3.研磨粒>

本文所揭示之第二樣態的研磨用組成物中所含的研磨粒，係與含於第一樣態之研磨用組成物中之研磨粒相同，故省略詳細說明。

[0167]

<2-4.鹼性化合物>

本文所揭示之第二樣態的研磨用組成物中所含的鹼性化合物，係與第一樣態之研磨用組成物中所含的鹼性化合物相同，因此省略詳細的說明。

[0168]

<2-5.界面活性劑>

本文所揭示之第二樣態的研磨用組成物中，因應需要而可使其含有界面活性劑。可使用之界面活性劑係與第一樣態之研磨用組成物相同，因此省略詳細的說明。

[0169]

<2-7.其他成分>

本文所揭示之第二樣態的研磨用組成物，在不顯著妨

礙本發明之效果的範圍下，可視需要而進一步含有螯合劑、有機酸、有機酸鹽、無機酸、無機酸鹽、防腐劑、防黴劑等研磨用組成物（典型上為矽晶圓的最後拋光中所用的研磨用組成物）中可使用之公知的添加劑。第二樣態之研磨用組成物中可使其含有的添加劑係與第一樣態之研磨用組成物相同，因此省略詳細的說明。

[0170]

<2-8.蝕刻率及研磨粒吸附比>

本文所揭示之第二樣態的研磨用組成物，其特徵係含研磨粒、水溶性聚合物與水，上述蝕刻率測定所得的蝕刻率為 2.0nm/分以下，且基於上述研磨粒吸附率測定所得的研磨粒吸附率為 20%以下。

[0171] 蝕刻率測定係以下述之方式實施。更詳言之，例如可與在後述實施例中記載的蝕刻率測定同樣地實施。

[蝕刻率測定]

（1A）調製含有研磨用組成物中所含的水溶性聚合物 0.18 質量%及氨 1.3 質量%且剩餘部分為水所成之蝕刻率測定用藥液 LE。

（2A）準備已去除了表面自然氧化膜之矽基板（縱 6cm、橫 3cm、厚度 775 μ m 之長方形狀），測定其質量 W0。

（3A）將上述矽基板在室溫下浸漬於上述藥液 LE 中

12 小時。

(4A) 自上述藥液 LE 中取出上述矽基板，在室溫以 NH_3 (29%) : H_2O_2 (31%) : 超純水 = 1 : 1 : 8 (體積比) 之洗淨液洗淨 10 秒鐘。

(5A) 測定洗淨後上述矽基板之質量 W1。

(6A) 從上述 W0 與上述 W1 之差及上述矽基板之比重來算出蝕刻率 (nm/分)。

此外，有關含 2 種以上水溶性聚合物之研磨用組成物的蝕刻率，係以與上述研磨用組成物相同比例使用該等 2 種以上水溶性聚合物，藉由實施上述蝕刻率測定來求得。

[0172] 研磨粒吸附率測定係以下述之方式實施。更詳言之，例如可與在後述實施例中記載的研磨粒吸附率測定同樣地進行。

[研磨粒吸附率測定]

(1B) 對上述研磨用組成物進行離心處理而使上述研磨粒沈降，並測定其上清液的全有機碳量，求取該上清液中所含的有機碳之總量 C0。

(2B) 準備已從上述研磨用組成物之組成去除了研磨粒而成之組成的試驗液 L0，測定該試驗液 L0 的全有機碳量，求得上述試驗液 L0 中所含的有機碳之總量 C1。

(3B) 由上述 C0 及上述 C1，以次式：

$$\text{研磨粒吸附率}(\%) = [(C0 - C1) / C0] \times 100;$$

來算出研磨粒吸附率。

[0173] 上述研磨粒吸附率為 20%以下，意指研磨用組成物中所含水溶性聚合物之中大部分（典型上超過 80 質量%）處於不被研磨粒所吸附之狀態。如此，不被研磨粒所吸附之狀態之水溶性聚合物（以下亦稱為自由聚合物），相較於該聚合物被研磨粒所吸附的情況，因可快速吸附到研磨對象物之表面，該表面的保護性因此較高。所以，在使用自由聚合物之比例更高（研磨粒吸附率為低）的研磨用組成物所進行的研磨中，該研磨用組成物中所含的水溶性聚合物得以更有效地被利用於研磨對象物之表面保護。

[0174] 另一方面，水溶性聚合物保護研磨對象物表面之性能，也會因該水溶性聚合物之特性而異。上述蝕刻率，係以評價在去除研磨粒所致機械作用之影響的條件下，從水溶性聚合物被鹼腐蝕來保護研磨對象物表面之性能來作為指標。蝕刻率更低，表示研磨對象物之表面有水溶性聚合物吸附，該表面藉由鹼性化合物等來抑制化學性蝕刻的現象之性能，即表示保護研磨對象物表面之性能有更高的傾向。本文所揭示之研磨用組成物包含顯示出蝕刻率為所定值以下之表面保護性能的水溶性聚合物。換言之，該水溶性聚合物之大部分乃作為自由聚合物而存在於液相中，一部分吸附於研磨粒，藉此的確得以發揮減低研磨對象物表面霧度的效果。又，因研磨粒吸附性低，所以難以產生研磨粒與水溶性聚合物之凝聚物。此對 LPD 數的減低及研磨用組成物之過濾性的提昇有利。

[0175] 上述蝕刻率，從表面保護性能（即霧度減低效果）的觀點來看，係以未達 2.0nm/分者佳、1.8nm/分以下者更佳、1.5nm/分以下者又更佳。本文所揭示之研磨用組成物，從獲得更高霧度減低效果之觀點來看，亦可以上述蝕刻率為 1.2nm/分以下（甚至是未達 1.0nm/分）之樣態來實施。上述蝕刻率的下限並無特別限定，從研磨效率之觀點來看，通常以 0.3nm/分以上者為佳、0.5nm/分以上者更佳。

[0176] 上述研磨粒吸附率，若從兼具高水準的霧度減低效果與 LPD 數減低效果之觀點來看，係以 20%以下（典型上未達 20%）者為佳、15%以下者為佳、10%以下者更佳。本文所揭示之研磨用組成物，從實現更高品位的表面之觀點來看，亦可以研磨粒吸附率為 5%以下（更佳為 3%以下，實質上可為 0%）之樣態來實施。

[0177] 本文所揭示之第二樣態的研磨用組成物中所含的水溶性聚合物之種類及量（濃度），可因應使用之研磨粒種類（材質、大小、形狀）或濃度、研磨用組成物之 pH 等，以滿足上述蝕刻率及研磨粒吸附量的方式來選擇。

水溶性聚合物，可使用公知的水溶性聚合物（例如，上述例示之水溶性聚合物）中的單獨 1 種或組合 2 種以上使用。組合 2 種以上之水溶性聚合物使用時，可以滿足上述蝕刻率及研磨粒吸附量來設定該等之使用量比。

[0178] 雖然沒有特別限定，但本文所揭示之第二樣

態的研磨用組成物係以單獨含 1 種水溶性聚合物之樣態（典型上，只為該研磨用組成物中所含成分之中 M_w 超過 1×10^4 的水溶性成分 1 種的樣態）來實施。該研磨用組成物因其組成單純，所以在原料成本的減低、生產設備的簡化、品質安定性的提昇、品質管理的容易化等之點上有利。該樣態之研磨用組成物中所採用之水溶性聚合物的一較佳例方面，可舉出皂化度未達 95 莫耳%（更佳為 90 莫耳%以下，再更佳為 85 莫耳%以下，典型上為 80 莫耳%以下）的聚乙烯醇。如此的研磨用組成物之水溶性聚合物方面，係以所用聚乙烯醇之皂化度為 60 莫耳%以上者為佳、65 莫耳%以上（例如 70 莫耳%以上）者更佳。

[0179] 如此，單獨含 1 種水溶性聚合物的樣態中，該水溶性聚合物（例如，皂化度未達 95 莫耳%的聚乙烯醇）方面，從過濾性或洗淨性等之觀點來看，較佳可使用 M_w 為 25×10^4 以下（更佳為 20×10^4 以下，再更佳為 15×10^4 以下，典型上為 10×10^4 以下，例如 5×10^4 以下）者。又，從霧度減低之觀點來看，上述水溶性聚合物之 M_w 係以 1×10^4 以上者為佳。

[0180] 本文所揭示之第二樣態的研磨用組成物中，較佳可使用 M_w 為 3×10^4 以下的水溶性聚合物。上述水溶性聚合物之 M_w 可為 2×10^4 以下，亦可為 1×10^4 以下或 0.5×10^4 以下（例如 0.4×10^4 以下）。水溶性聚合物之 M_w ，典型上為 1×10^3 以上，通常以 0.2×10^4 以上者為佳。例如，至少含乙烯醇單位之水溶性聚合物，乃適用上述

Mw 之範圍。

[0181] 雖然沒有特別限定，但上述水溶性聚合物之 Mw/Mn，從防止凝聚物之產生等的觀點來看，係以 5.0 以下（典型上為 1.05 以上 5.0 以下）為宜、4.0 以下為佳、3.5 以下更佳、3.0 以下（例如 2.5 以下）又更佳。

[0182] 本文所揭示之第二樣態的研磨用組成物的構成成分上，在選擇使用的水溶性聚合物時，例如，可考慮該水溶性聚合物之平均 SP 值。藉此，可有效率地選擇滿足所期望蝕刻率及研磨粒吸附量之水溶性聚合物。更具體而言，本文所揭示之第二樣態的研磨用組成物中水溶性聚合物方面，較佳可採用上述平均 SP 值為 17.5 以下之水溶性聚合物。含如此的水溶性聚合物之研磨用組成物，係以對水的溶解性、對研磨粒（典型上為二氧化矽研磨粒）的吸附性及對研磨對象物（例如矽基板）之吸附性均衡者為宜，容易滿足本文所揭示之較佳蝕刻率及研磨粒吸附率。其中，較佳的水溶性聚合物方面，可舉出含 SP 值為 14.5 以上之重複單位 A 與 SP 值未達 14.5 之重複單位 B，且平均 SP 值為 17.5 以下之水溶性聚合物。

[0183] 水溶性聚合物之平均 SP 值的下限並無特別限定。從對水的溶解性等之觀點來看，水溶性聚合物之平均 SP 值係以 10.0 以上為佳、11.0 以上更佳、12.0 以上（例如 12.5 以上）者又更佳。較佳的一樣態中，水溶性聚合物之平均 SP 值可為 13.5 以上，亦可為 14.0 以上。又，對研磨對象物（例如矽晶圓）而言，從顯示出適度的吸附

性，且霧度的減低與 LPD 數的減低平衡兼具之觀點來看，水溶性聚合物之 SP 值係以 17.4 以下為佳、17.2 以下更佳、17.0 以下又更佳。

[0184] 上述水溶性聚合物，可含單獨 1 種或組合 2 種以上 SP 值為 14.5 以上之重複單位 A。重複單位 A 的具體例方面，可舉出上述表 1 中所示者。

[0185] 從容易調整水溶性聚合物之平均 SP 值之觀點來看，重複單位 A 的 SP 值（含 2 種以上之重複單位 A 時係該等之平均 SP 值。以下同義）方面，係以 15 以上為佳、16 以上更佳、17 以上（例如 18 以上）又更佳。

[0186] 上述水溶性聚合物，可含單獨 1 種或組合 2 種以上 SP 值未達 14.5 之重複單位 B。重複單位 B 的具體例方面，可舉出上述表 2 中所示者。

[0187] 從容易調整水溶性聚合物之平均 SP 值之觀點來看，重複單位 B 的 SP 值（含 2 種以上之重複單位 B 時係該等之平均 SP 值。以下同義）方面，13.5 以下為佳、13.0 以下更佳、12.5 以下（例如 12.0 以下）又更佳。較佳的一樣態中，重複單位 B 的 SP 值可為 11.0 以下，進一步可為 10.0 以下。

[0188] 雖然沒有特別限定，但從容易調整水溶性聚合物之平均 SP 值之觀點來看，重複單位 A 的 SP 值與重複單位 B 的 SP 值之差，係以 1 以上為佳、3 以上更佳、5 以上（例如 7 以上）又更佳。又，共聚合反應性等之觀點來看，重複單位 A 的 SP 值與重複單位 B 的 SP 值之差，

係以 15 以下者為佳、13 以下（例如 12 以下）者更佳。

[0189] 本文所揭示之研磨用組成物，在含纖維素衍生物作為水溶性聚合物時，其使用量係以控制在該研磨用組成物中所含的水溶性聚合物全體之 40 質量%以下者佳、25 質量%以下者更佳、10 質量%以下（典型上為 5 質量%以下）又更佳。藉此，可更高度地抑制起因於使用來自天然物之纖維素衍生物的異物之混入或凝聚的產生。本文所揭示之研磨用組成物，例如可以實質上不含作為水溶性聚合物之纖維素衍生物的樣態來實施。

[0190] 雖然沒有特別限定，但水溶性聚合物之含量，對研磨粒 100 質量份而言，可為例如 0.01 質量份以上。水溶性聚合物之含量對研磨粒 100 質量份而言，從研磨後之表面平滑性提昇（例如霧度或缺陷的減低）的觀點來看，係以 0.05 質量份以上為宜、較佳為 0.1 質量份以上，更佳為 0.5 質量份以上（例如 1 質量份以上）。又，水溶性聚合物之含量對研磨粒 100 質量份而言，若從研磨速度或洗淨性等之觀點來看，可為例如 40 質量份以下，通常以 20 質量份以下為宜，較佳為 15 質量份以下，更佳為 10 質量份以下。

[0191] 又，本文所揭示之技術係可以含滿足下述條件：Mw 為 1×10^4 以上，含具羥基之重複單位 h 及羥基量在 4mmol/g 以上 21mmol/g 以下的範圍之水溶性聚合物 Q 的研磨用組成物之樣態來予以實施。上述水溶性聚合物 Q 可為相當於上述任一水溶性聚合物者。含如此的水溶性聚

合物 Q 之研磨用組成物，係以該水溶性聚合物 Q 的羥基量可維持在 4mmol/g 以上 21mmol/g 以下的範圍之狀態供給於研磨對象物來用於該研磨對象物之研磨者為佳。上述重複單位 h 可為例如乙烯醇單位。

[0192]

<2-9.用途>

本文所揭示之第二樣態的研磨用組成物之用途係與第一樣態之研磨用組成物相同，因此省略詳細的說明。

[0193]

<2-10.研磨液及濃縮液>

有關本文所揭示之第二樣態的研磨用組成物之研磨液及濃縮液，係與第一樣態之研磨用組成物相同，因此省略詳細的說明。

[0194]

<2-11.研磨用組成物之調製>

有關本文所揭示之第二樣態的研磨用組成物之調製，係與第一樣態之研磨用組成物相同，因此省略詳細的說明。

[0195]

<2-12.研磨>

有關使用本文所揭示之第二樣態的研磨用組成物之研磨，係與第一樣態之研磨用組成物相同，因此省略詳細的說明。

[0196]

<2-13.洗淨>

有關使用本文所揭示之第二樣態的研磨用組成物所研磨而成之研磨物之洗淨，係與第一樣態之研磨用組成物相同，因此省略詳細的說明。

[0197]

<<3.第一樣態之研磨用組成物之製造方法>>

本文所揭示之第一樣態之研磨用組成物之製造方法係使用研磨粒、鹼性化合物、具有在鹼性條件下顯示水解反應性之官能基的水溶性聚合物 H 及水來製造研磨用組成物之方法，包含下述步驟：

準備至少含前述鹼性化合物之 A 劑的步驟；

準備至少含前述水溶性聚合物 H 之 B 劑的步驟；及

藉由混合至少含前述 A 劑之第 1 組成物與至少含前述 B 劑之第 2 組成物，來調製含前述研磨粒、前述鹼性化合物、前述水溶性聚合物 H 及水且前述鹼性化合物之濃度為 0.1 莫耳/L 以下之混合物的步驟。

以下，就上述第一樣態之研磨用組成物之製造方法詳細地說明。

[0198]

<3-1.水溶性聚合物 H>

本文所揭示之第一樣態之研磨用組成物之製造方法，乃適用於含有在鹼性條件下具有顯示水解反應性之官能基（以下稱為「水解性基」）的水溶性聚合物（水溶性聚合物 H）之研磨用組成物之製造。上述水溶性聚合物 H，典

型上為其分子構造中所含全重複單位的莫耳數之中具有水解性基之重複單位的莫耳數比例（莫耳比）超過 2% 之水溶性聚合物。該研磨用組成物之製造中，採用本文所揭示之方法所得的效果能良好地發揮。本文所揭示之方法特別適用的對象（製造對象），可舉出含具有水解性基之重複單位的莫耳比為 5% 以上之水溶性聚合物 H 的研磨用組成物。

[0199] 本文所揭示之研磨用組成物之製造方法，係以在鹼性條件下使用具有酯基作為顯示水解性之官能基的水溶性聚合物 H 之樣態來實施。具有酯基之水溶性聚合物 H 之例方面，可舉出羧酸乙烯基酯或（甲基）丙烯酸酯的均聚物、共聚物、該等之改性物（例如部分皂化物）等。羧酸乙烯基酯的具體例方面，可舉出乙酸乙烯基酯、丙酸乙烯基、酪酸乙烯基等。（甲基）丙烯酸酯的具體例方面，可舉出丙烯酸甲酯、丙烯酸 2-羥基乙基、甲基丙烯酸甲酯等。如此具有酯基之水溶性聚合物 H，係藉由水解反應而得以例如分別使羧酸乙烯基酯聚合物變換成主鏈骨架為多元醇之聚合物、使（甲基）丙烯酸酯聚合物變換成聚（甲基）丙烯酸。

[0200] 水溶性聚合物 H 的其他例方面，可舉出在鹼性條件下作為顯示水解性之官能基之具醯胺基之聚（甲基）丙烯醯胺、具烷氧矽烷基之聚烷氧矽烷衍生物、及聚縮醛等，該等可藉由水解分別變換成聚羧酸、聚矽醇、聚醛等。

[0201] 此外，本說明書中，共聚物若未特別說明，則意指包括無規共聚物、交互共聚物、嵌段共聚物、接枝共聚物等各種共聚物。又，「（甲基）丙烯酸」意指包含丙烯酸及甲基丙烯酸，「（甲基）丙烯醯基」意指包含丙烯醯及甲基丙烯醯。

[0202] 本文所揭示之技術中水溶性聚合物 H 的較佳例方面，可舉出其分子構造中含羧酸乙烯基酯單位者。例如，以含有相當於次式： $\text{RCOOCH}=\text{CH}_2$ 所示之羧酸乙烯基酯之乙烯基聚合而生成的構造之構造部分的水溶性聚合物 H 較佳。在此，R 為一價的有機基、較佳為碳原子數 1～6 之烴基。該構造部分，具體而言，係以次式： $-\text{CH}_2-\text{CH}(\text{OCOR})-$ 所示。羧酸乙烯基酯單位的代表例方面，可舉出乙酸乙烯基酯（ $\text{CH}_3\text{COOCH}=\text{CH}_2$ ）的乙烯基聚合生成的乙酸乙烯基酯單位（次式： $-\text{CH}_2-\text{CH}(\text{OCOCH}_3)-$ 所示之構造部分）。

[0203] 水溶性聚合物 H 係以含具有水解性基之重複單位（例如羧酸乙烯基酯單位）的 1 種或 2 種以上合計大於 2 莫耳%者佳、含 5 莫耳%以上（莫耳比 5% 以上）的比例更佳、含 10 莫耳%以上又更佳。從本文所揭示之製造方法的適用效果更能發揮的觀點來看，較佳可採用具有水解性基之重複單位的莫耳比為 15% 以上（更佳為 20% 以上）之水溶性聚合物 H。

水溶性聚合物 H 中具有水解性基之重複單位的莫耳比的上限雖無特別限定，但從該水溶性聚合物 H 的對水的溶

解性的觀點來看，典型上為 80%以下，通常以 60%以下者為佳、50%以下者更佳、40%以下（例如 30%以下）者又更佳。

[0204] 水溶性聚合物 H 的一較佳例方面，可舉出乙酸乙烯基酯的均聚物或共聚物的部分皂化物。其中，較佳的水溶性聚合物 H 方面，可舉出乙酸乙烯基酯的均聚物的部分皂化物。該水溶性聚合物 H 亦可以視其皂化度的比例（莫耳比）含有乙酸乙烯基酯單位（ $-\text{CH}_2-\text{CH}(\text{OCOCH}_3)-$ ），以及該乙酸乙烯基酯單位所皂化生成的乙烯醇單位（ $-\text{CH}_2-\text{CH}(\text{OH})-$ ）來作為部分皂化聚乙烯醇。該部分皂化聚乙烯醇的皂化度，典型上超過 2 莫耳%，通常以 5 莫耳%以上，較佳為 10 莫耳%以上，更佳為 15 莫耳%以上（例如 20 莫耳%以上）。又，上述部分皂化聚乙烯醇的皂化度，典型上為 80 莫耳%以下，通常以 60 莫耳%以下，較佳為 50 莫耳%以下，更佳為 40 莫耳%以下（例如 30 莫耳%以下）。

[0205] 上述水溶性聚合物之分子量並未特別限定。可使用例如重量平均分子量（ M_w ）為 200×10^4 以下（典型上為 $1 \times 10^4 \sim 200 \times 10^4$ ，例如 $1 \times 10^4 \sim 150 \times 10^4$ ）的水溶性聚合物。從更加防止凝聚物之產生的觀點來看，通常以使用 M_w 未達 100×10^4 （更佳為 80×10^4 以下，再更佳為 50×10^4 以下，典型上為 40×10^4 以下，例如 30×10^4 以下）的水溶性聚合物較佳。又，從所得研磨用組成物之過濾性或洗淨性等之觀點來看，較佳可使用 M_w 為 25×10^4 以下

(更佳為 20×10^4 以下，再更佳為 15×10^4 以下，典型上為 10×10^4 以下，例如 5×10^4 以下) 的水溶性聚合物。另一方面，一般而言，水溶性聚合物之 M_w 若變大，則霧度減低效果會有變高的傾向。從該觀點來看，通常以採用 M_w 為 1×10^4 以上之水溶性聚合物為佳。

[0206] 本文所揭示之技術中，水溶性聚合物之重量平均分子量 (M_w) 與數平均分子量 (M_n) 的關係並無特別限制。從防止凝聚物之產生等的觀點來看，較佳可使用例如分子量分布 (M_w/M_n) 為 5.0 以下者。從研磨用組成物之性能安定性等之觀點來看，水溶性聚合物之 M_w/M_n 較佳為 4.0 以下，更佳為 3.5 以下，再更佳為 3.0 以下 (例如 2.5 以下)。

此外，原理上， M_w/M_n 為 1.0 以上。從原料的取得容易性或合成容易性之觀點來看，通常以使用 M_w/M_n 為 1.05 以上的水溶性聚合物為佳。

[0207] 此外，水溶性聚合物之 M_w 及 M_n 方面，可採用基於水系膠體滲透層析 (GPC) 之值 (水系、聚氧伸乙基換算)。

[0208] 水溶性聚合物 H 係以非離子性者為佳。換言之，實質上不含陰離子性或陽離子性的重複單位之水溶性聚合物 H 較佳。在此，所謂實質上不含陰離子性或陽離子性的重複單位，意指此等之重複單位對全重複單位之莫耳比未達 0.02% (例如未達 0.001%)。若根據含非離子性的水溶性聚合物 H 之研磨用組成物，可更發揮研磨後的表面

霧度值及 LPD 數的減低效果。水溶性聚合物 H 為非離子性一事，從凝聚物之減低或洗淨性提昇等之觀點來看亦較佳。

[0209]

<3-2.研磨粒、鹼性化合物、水>

在此所揭示之第一樣態之研磨用組成物之製造方法中可使用之研磨粒、鹼性化合物及水，係與本文所揭示之第一樣態之研磨用組成物相同，因此省略詳細的說明。

[0210]

<3-3.研磨用組成物之製造>

本文所揭示之第一樣態之研磨用組成物之製造方法，可使用如上述之研磨粒、鹼性化合物、水溶性聚合物 H 及水來實施。其製造方法係以含有下述步驟為特徵：至少準備含上述鹼性化合物之 A 劑的步驟、至少準備含上述水溶性聚合物 H 之 B 劑的步驟，且再含有藉由混合至少含上述 A 劑之第 1 組成物與至少含上述 B 劑之第 2 組成物，並調製滿足以下的 (A) 及 (B) 之一方或雙方的混合物之步驟。

(A) 含上述研磨粒、上述鹼性化合物、上述水溶性聚合物 H 及水，且上述鹼性化合物之濃度為 0.1 莫耳/L 以下。

(B) 含上述研磨粒、上述鹼性化合物、上述水溶性聚合物 H 及水，且上述研磨粒之濃度未達 3 質量%。

[0211] 藉由本文所揭示之技術製造的研磨用組成

物，乃根據有上述特徵之製造方法的使用，得以既是鹼性的研磨用組成物且研磨性能在經時安定性上優異。因此，從調製滿足上述（A）及上述（B）之一方或雙方的混合物到使用含該混合物之研磨用組成物為止的時間（保存時間），並無特別限制。從研磨用組成物之保存製程或使用製程（例如，使用該研磨用組成物所為的研磨對象物之研磨製程或伴隨該研磨之研磨物製程）的自由度為高的觀點來看，係以此較佳。從調製滿足上述（A）及上述（B）之一方或雙方的混合物到使用含該混合物之研磨用組成物為止的時間，例如可超過 12 小時，亦可超過 24 小時或者超過 48 小時（例如超過 48 小時而於 3 個月以內）。當然，在較此更短時間內使用研磨用組成物並無所礙。例如，從製造研磨用組成物到使用為止的時間可為 3 小時以內，亦可為 1 小時以內或 30 分以內。

[0212] 以下，以製造使用作為研磨粒之二氧化矽粒子、作為鹼性化合物之氨、作為水溶性聚合物 H 之部分皂化聚乙烯醇（皂化度 73 莫耳%）來製造研磨用組成物時，其主例方面，雖以本文所揭示之第一樣態之研磨用組成物之製造方法為代表的實施形態來進行說明，但此並不是限制本發明之實施形態或製造對象的意圖。

[0213]

（第 1 實施形態）

此實施形態（embodiment）中，係使用以下的 A 劑與 B 劑分別保管之研磨用組成物調製用套組來調製研磨用組

成物。

A 劑：含研磨粒與鹼性化合物與水之研磨粒分散液（研磨粒濃度 5~25 質量%、鹼性化合物濃度 0.0001~1 莫耳/L 之鹼性研磨粒分散液）

B 劑：水溶性聚合物 H 之水溶液（聚合物濃度 0.02~50 質量%、pH 約 6 之聚合物水溶液）

[0214] 具體而言，例如於 A 劑（研磨粒分散液 C）中加水，調製滿足研磨粒濃度未達 3 質量%及鹼性化合物濃度 0.1 莫耳/L 以下的至少一方之第 1 組成物。其後，於上述第 1 組成物（本實施形態中 A 劑的稀釋物）中添加 B 劑，並藉由混合而得研磨用組成物。

此實施形態中，於上述第 1 組成物中添加 B 劑予以混合之後，可視需要進一步加水來調節研磨用組成物之研磨粒濃度。又，於上述第 1 組成物中添加 B 劑予以混合之後，可視需要進一步加入鹼性化合物來調節研磨用組成物之 pH。

[0215] 若根據此實施形態，乃藉由於滿足研磨粒濃度未達 3 質量%及鹼性化合物濃度 0.1 莫耳/L 以下的至少一方之第 1 組成物中添加水溶性聚合物 H 之水溶液（B 劑），而在使用水溶性聚合物 H 時，可製造研磨性能之安定性優異之鹼性的研磨用組成物。

能獲得該效果的其中一個理由，乃是因在研磨粒濃度未達 3 質量%之研磨粒分散液中，該研磨粒與上述水溶性聚合物 H 共存之狀態，會在上述鹼性化合物與上述水溶性

聚合物 H 共存之狀態的同時或之前（本實施形態中為同時）實現所致。能獲得上述效果的另一個理由，乃是上述鹼性化合物與上述水溶性聚合物 H 共存之狀態，會在鹼性化合物之濃度為 0.1 莫耳/L 以下之狀態的同時或之前（本實施形態中為同時）實現所致。

[0216] 此實施形態中所使用的 A 劑（研磨粒分散液 C）係因在研磨粒與鹼性化合物共存之狀態，所以，會因上述鹼性化合物而使上述研磨粒之靜電排斥增強，該研磨粒之分散安定性高。因此，與水溶性聚合物混合時，可高度地防止研磨粒之局部凝聚。

又，此實施形態中所使用的 B 劑因預先使水溶性聚合物 H 溶解於水中而調製成水溶液之故，在與上述第 1 組成物混合時，可高度地防止研磨粒之局部凝聚。從以本實施形態所製造的研磨用組成物之過濾性提昇或研磨後之表面中缺陷減低等之觀點來看，此係較佳。

[0217] 此實施形態中 A 劑（研磨粒分散液 C），因較製造對象之研磨用組成物更為濃縮之形態（研磨粒濃度高之形態），從製造、流通、保存等時的便利性或成本減低等之觀點來看有利。如此，經濃縮之形態的 A 劑中研磨粒之含量可為例如 50 質量%以下。從使用上述 A 劑製造的研磨用組成物之安定性（例如，研磨粒之分散安定性）或過濾性等之觀點來看，通常，上述含量較佳為 45 質量%以下，更佳為 40 質量%以下。較佳的一樣態中，研磨粒之含量可為 30 質量%以下，亦可為 20 質量%以下（例如

15 質量%以下)。又，從製造、流通、保存等時的便利性或成本減低等之觀點來看，研磨粒之含量可為例如 0.5 質量%以上，較佳為 1 質量%以上，更佳為 3 質量%以上。

[0218] A 劑中鹼性化合物之含量較佳為 0.001 質量%以上，更佳為 0.005 質量%以上，再更佳為 0.01 質量%以上。依鹼性化合物之含量的增加，在此 A 劑的稀釋時或與 B 劑的混合時，傾向於可更充分地抑制局部凝聚的產生。又，A 劑中鹼性化合物之含量較佳為 10 質量%以下，更佳為 5 質量%以下，再更佳為 3 質量%以下。藉由降低鹼性化合物之含量，可使研磨用組成物中之鹼性化合物含量之調整變容易。

[0219] A 劑的 pH 係以 9 以上為佳、更佳為 9.5 以上。依 pH 的上昇，在此 A 劑的稀釋時或與 B 劑的混合時，傾向於可更充分地抑制局部凝聚的產生。又，一般，若 pH 變高則水溶性聚合物 H 的水解速度會變大，因此使用本文所揭示之製造方法會更加有意義。A 劑的 pH 係以 12 以下為佳、更佳為 11.5 以下，再更佳為 10.5 以下。A 劑的 pH 若設得更低，該 A 劑的調製中所需鹼性化合物之量會變少，可使研磨用組成物中之鹼性化合物含量之調整變容易。又，例如研磨粒為二氧化矽粒子時，pH 不過高就抑制二氧化矽溶解之觀點而言，也是有利的。A 劑的 pH 係可藉由鹼性化合物之摻含量（濃度）等來調整。

[0220] B 劑中水溶性聚合物 H 之含量（濃度）較佳為 0.02 質量%以上，更佳為 0.05 質量%以上，再更佳為 0.1

質量%以上。藉由水溶性聚合物 H 之含量的增加，可輕易地調整研磨用組成物中水溶性聚合物 H 之含量。B 劑中水溶性聚合物 H 之含量較佳為 50 質量%以下，例如可為 20 質量%以下。藉由水溶性聚合物 H 之含量的減少，於上述第 1 組成物（本實施形態中為 A 劑的稀釋物）中添加 B 劑時，傾向於可更充分地抑制研磨粒之局部凝聚。

[0221] B 劑，從抑制水溶性聚合物 H 的水解之觀點來看，係以調製成大概中性附近者為佳。B 劑的 pH，通常以 4 以上且未達 9 為佳、5.5~7.5 者更佳。本文所揭示之技術係以例如 B 劑的 pH 約 6（例如 6 ± 0.3 ）之樣態來予以實施。又，較佳的一樣態中，B 劑係可調製成實質上不含鹼性化合物之組成（例如，只由水溶性聚合物 H 與水所成的組成）。

[0222] 此實施形態係於稀釋含研磨粒與鹼性化合物之 A 劑來調製第 1 組成物之後，於其第 1 組成物中添加 B 劑。稀釋 A 劑的倍率可設定使第 1 組成物中研磨粒濃度未達 3 質量%及鹼性化合物濃度 0.1 莫耳/L 以下的至少一方實現。稀釋倍率例如，可以體積換算為 2 倍~200 倍左右，通常以 5 倍~100 倍左右為宜。較佳的一樣態之稀釋倍率為 10 倍~80 倍，例如以稀釋成 15 倍~40 倍者為佳。

[0223] 第 1 組成物（A 劑的稀釋物）中較佳的研磨粒濃度雖依製造對象之研磨用組成物之研磨粒濃度而異，但通常以 2 質量%以下為佳、1 質量%以下（例如 0.7 質量

%以下)更佳。較佳的一樣態中，第 1 組成物之研磨粒濃度可與製造對象之研磨用組成物之研磨粒濃度相同程度，或可為稍微高一點的濃度。例如，對製造對象之研磨用組成物之研磨粒濃度而言，可為高 1~10 質量%左右之濃度。

又，第 1 組成物 (A 劑的稀釋物) 中較佳的鹼性化合物濃度雖因製造對象之研磨用組成物之鹼性化合物濃度而異，但通常以 0.1 莫耳/L 以下為佳、0.05 莫耳/L 以下者更佳、0.02 莫耳/L 以下者又更佳。較佳的一樣態中，第 1 組成物之鹼性化合物濃度係與製造對象之研磨用組成物之鹼性化合物濃度相同程度，或可為稍微高一點的濃度。例如，對製造對象之研磨用組成物之鹼性化合物濃度 (莫耳/L) 而言，可為高 1~10% 左右之濃度 (莫耳/L)。

[0224] A 劑與 B 劑之混合係如上述，係以對第 1 組成物 (A 劑的稀釋物) 添加 B 劑之樣態來進行者為佳。若依該混合方法，例如相較於對 B 劑添加第 1 組成物之混合方法，可更充分地防止研磨粒之局部凝聚。研磨粒為二氧化矽粒子 (例如膠體二氧化矽粒子) 時，如上述般以採用對第 1 組成物添加 B 劑之混合方法特別有意義。

[0225] 對第 1 組成物投入 B 劑時的速度 (供給速率) 係以對 1 升 (1L) 的第 1 組成物而言，B 劑 500mL/分以下為佳、更佳為 100mL/分以下，再更佳為 50mL/分以下。藉由減少投入速度，而得以更加充分地抑制研磨粒之局部凝聚。

[0226] 此外，各別調製 A 劑及 B 劑時，或稀釋 A 劑來調製第 1 組成物時、於第 1 組成物中添加 B 劑而混合時等，所使用的裝置並未特別限定。例如，可使用翼式攪拌機、超音波分散機、均質混合機等之習知的混合裝置。

較佳的一樣態中，B 劑可在與第 1 組成物混合之前過濾。過濾的方法並無特別限定，例如，除了在常壓下進行的自然過濾之外，可適當地採用抽氣過濾、加壓過濾、離心過濾等公知的過濾方法。

[0227] 此實施形態中，於第 1 組成物（A 劑的稀釋物）中添加 B 劑為止，可迴避 A 劑中的鹼性化合物與 B 劑中的水溶性聚合物 H 之共存。因此，稀釋 A 劑之後（意即，調製第 1 組成物之後）到添加 B 劑為止的時間並未特別限定。從研磨用組成物之製程的自由度高的觀點來看，此係較佳。調製第 1 組成物後添加 B 劑為止的時間可為例如超過 12 小時、亦可超過 24 小時或超過 48 小時（例如超過 48 小時且 3 個月以內）。當然，亦可於較此更短的時間內於第 1 組成物中添加 B 劑。例如，可使調製第 1 組成物後添加 B 劑為止的時間為 3 小時以內，亦可為 1 小時以內或 30 分以內。

[0228] 上述第 1 實施形態之變形例方面，可舉例如藉由於 B 劑中加入水來調製第 2 組成物（B 劑的稀釋物），將其第 2 組成物添加入 A 劑中予以混合，來調製滿足研磨粒濃度未達 3 質量%及鹼性化合物濃度 0.1 莫耳/L 以下之一方或雙方的混合物之樣態。或者，藉由同時混合

A 劑、B 劑與稀釋用之水來調製滿足研磨粒濃度未達 3 質量%及鹼性化合物濃度 0.1 莫耳/L 以下之一方或雙方的混合物。又，此第 1 實施形態之套組亦可為具備預先稀釋之形態（意即，滿足研磨粒濃度未達 3 質量%及鹼性化合物濃度 0.1 莫耳/L 以下的至少一方之形態）的研磨粒分散液作為 A 劑，並於該 A 劑中添加上述 B 劑來調製研磨用組成物之構成。亦可根據此等之變形例，製造性能安定性優異的研磨用組成物。

[0229]

（第 2 實施形態）

此實施形態係使用以下的 A 劑、B 劑及 C 劑各別保管之研磨用組成物之調製用套組來製造研磨用組成物。

A 劑：鹼性化合物之水溶液（鹼性化合物濃度 0.0001 ~ 1 莫耳/L 之水溶液）

B 劑：水溶性聚合物 H 之水溶液（聚合物濃度 0.02 ~ 50 質量%、pH 約 6 之聚合物水溶液）

C 劑：含研磨粒與水之分散液（研磨粒濃度 5 ~ 25 質量%之研磨粒分散液）

[0230] 具體而言，例如於 C 劑中加入水來稀釋成研磨粒濃度未達 3 質量%者。於其 C 劑的稀釋物中添加 B 劑來予以混合。其後，藉由再加入 A 劑予以混合而得研磨用組成物。

此實施形態係於研磨粒濃度未達 3 質量%且不含鹼性化合物之研磨粒分散液（C 劑的稀釋物）中，先添加水溶

性聚合物 H 之水溶液（B 劑）。藉此，可實現於研磨粒濃度未達 3 質量%之研磨粒分散液中有該研磨粒與上述水溶性聚合物 H 共存之狀態。其後，再加入 A 劑予以混合，藉此在使用水溶性聚合物 H 時，可製造研磨性能之安定性優異之鹼性的研磨用組成物。

[0231] 此實施形態中，於 C 劑的稀釋物與 B 劑之混合物中添加 A 劑為止，係可迴避 A 劑中的鹼性化合物與 B 劑中的水溶性聚合物 H 之共存。因此，調製 C 劑的稀釋物與 B 劑之混合物之後添加 A 劑為止的時間並未特別限定。從研磨用組成物之製程的自由度高之觀點來看，此係較佳。調製 C 劑的稀釋物與 B 劑之混合物之後添加 A 劑為止的時間例如可超過 12 小時，亦可超過 24 小時或超過 48 小時（例如超過 48 小時而於 3 個月以內）。當然，亦可於較此更短的時間內在上述混合物中添加 A 劑。例如，可使調製上述混合物之後添加 A 劑為止的時間為 3 小時以內，亦可為 1 小時以內或 30 分以內。

[0232] 上述第 2 實施形態之變形例方面，可舉例如藉由將 B 劑的稀釋物添加至 C 劑中予以混合來調製研磨粒與水溶性聚合物 H 共存之研磨粒濃度未達 3 質量%的混合物後，於該混合物中添加 A 劑之樣態。若依此變形例，藉由將 B 劑的稀釋物添加至 C 劑中予以混合，可實現於研磨粒濃度未達 3 質量%之研磨粒分散液中有該研磨粒與上述水溶性聚合物 H 共存之狀態。藉由於該混合物中添加 A 劑，而在使用水溶性聚合物 H 時，可製造研磨性能之安

定性優異之鹼性的研磨用組成物。或者，亦可藉由混合 B 劑與 C 劑與稀釋用之水來調製研磨粒與水溶性聚合物 H 共存之研磨粒濃度未達 3 質量%的混合物之後，於該混合物中添加 A 劑。

[0233] 本實施形態再其他的變形例方面，可舉出藉由混合 A 劑與 C 劑與稀釋用之水來調製研磨粒濃度未達 3 質量%的第 1 組成物之後，以於該第 1 組成物中加入 B 劑來混合而得研磨用組成物之樣態。若依此變形例，在研磨粒濃度未達 3 質量%之研磨粒分散液中有該研磨粒與上述水溶性聚合物 H 共存的狀態，係可同時實現上述鹼性化合物與上述水溶性聚合物 H 共存的狀態。藉此，可在使用水溶性聚合物 H 時製造研磨性能之安定性優異之鹼性的研磨用組成物。

[0234] 本實施形態再其他的變形例方面，可舉出藉由混合 A 劑與 C 劑與稀釋用之水來調製鹼性化合物之濃度為 0.1 莫耳/L 以下的第 1 組成物之後，以於該第 1 組成物中加入 B 劑來混合而得研磨用組成物之樣態。若依此變形例，上述鹼性化合物與上述水溶性聚合物 H 共存的狀態，係可同時實現鹼性化合物之濃度為 0.1 莫耳/L 以下的狀態。藉此，可在使用水溶性聚合物 H 時製造研磨性能之安定性優異之鹼性的研磨用組成物。

[0235]

（第 3 實施形態）

此實施形態，係以使用下述的 A 劑與 B 劑各自保管

的研磨用組成物之調製用套組來製造研磨用組成物。

A 劑：鹼性化合物之水溶液（鹼性化合物濃度 0.0001 ~ 1 莫耳/L 之水溶液）

B 劑：含研磨粒與水溶性聚合物 H 之水分散液（聚合物濃度 0.02 ~ 50 質量%、研磨粒濃度 5 ~ 25 質量%、pH 約 7）

[0236] 具體而言，例如，於 B 劑中加入水稀釋至研磨粒濃度未達 3 質量%為止。於該經稀釋之 B 劑中添加 A 劑予以混合。

此實施形態，首先，將含研磨粒與水溶性聚合物 H 之水分散液（B 劑）稀釋成研磨粒濃度未達 3 質量%。藉此，可實現於研磨粒濃度未達 3 質量%之研磨粒分散液中有該研磨粒與上述水溶性聚合物 H 共存之狀態。其後，添加鹼性化合物之水溶液（A 劑）。因此，在使上述鹼性化合物與上述水溶性聚合物 H 共存之前，於研磨粒濃度未達 3 質量%之研磨粒分散液中可使該研磨粒與上述水溶性聚合物 H 共存。藉此，用水溶性聚合物 H，且可製造研磨性能之安定性優異之鹼性的研磨用組成物。

[0237]

<3-4. 研磨用組成物>

本文所揭示之第一樣態之研磨用組成物之製造方法，典型上可適用於其固形分含量（non-volatile content; NV）為 5 質量%以下之研磨用組成物（典型上為漿液狀之組成物）的製造。更適用於上述 NV 為 0.05 質量% ~ 3 質

量%（例如 0.05~2 質量%）之研磨用組成物之製造。此外，上述固形分含量（NV）係指使研磨用組成物在 105℃ 乾燥 24 小時後，其殘留物佔上述研磨用組成物之質量的比例。

本文所揭示之方法，典型上可適用於研磨粒之含量未達 3 質量%之研磨用組成物之製造。較佳的製造對象方面，可舉出研磨粒之含量為 0.05~2 質量%（更佳為 0.05~1 質量%）之研磨用組成物。

[0238] 藉由本文所揭示之方法製造的研磨用組成物中水溶性聚合物 H 之含量並無特別限制，可為例如 1×10^{-4} 質量%以上。從霧度減低等之觀點來看，較佳的含量為 5×10^{-4} 質量%以上，更佳為 1×10^{-3} 質量%以上，例如 2×10^{-3} 質量%以上。又，從研磨速度等之觀點來看，係以使上述含量為 0.5 質量%以下者佳、0.2 質量%以下（例如 0.1 質量%以下）更佳。

[0239] 雖然沒有特別限定，但水溶性聚合物 H 之含量，對研磨粒 100 質量份而言，可為例如 0.01 質量份以上。水溶性聚合物 H 對研磨粒 100 質量份之含量，從研磨後之表面平滑性提昇（例如霧度或缺陷的減低）的觀點來看，係以 0.05 質量份以上為宜、較佳為 0.1 質量份以上，更佳為 0.5 質量份以上（例如 1 質量份以上）。又，水溶性聚合物 H 對研磨粒 100 質量份之含量，從研磨速度或洗淨性等之觀點來看，可為例如 40 質量份以下，通常以 20 質量份以下為宜，較佳為 15 質量份以下，更佳為 10 質量

份以下。

[0240] 所製造之研磨用組成物的 pH 雖無特別限制，但從本文所揭示技術的適用意義大之觀點來看，係以 7.5 以上為宜、8.0 以上為佳、9.0 以上（例如 9.5 以上）更佳。又，從容易調製含此研磨用組成物之研磨液的 pH 之觀點來看，研磨用組成物之 pH 係以 12.0 以下為佳、11.0 以下更佳。以含有鹼性化合物來達成該 pH 之研磨用組成物者佳。

[0241]

<3-5.任意成分>

（任意聚合物）

本文所揭示之第一樣態之研磨用組成物之製造方法，亦可適用於除了水溶性聚合物 H 之外，可視需要而含有其他水溶性聚合物（意即，不具有在鹼性條件下顯示水解反應性之官能基的水溶性聚合物。以下亦稱為「任意聚合物」）之研磨用組成物之製造。該任意聚合物之種類並無特別限制，在研磨用組成物之領域中乃為公知的水溶性聚合物，可自非水溶性聚合物 H 者之中適當地選擇。

[0242] 上述任意聚合物，可為分子中具有由陽離子性基、陰離子性基及非離子性基選出的至少 1 種官能基者。上述任意聚合物可為例如具有羥基、羧基、磺基、醯胺構造、第四級氮構造、雜環構造、乙烯基構造、聚氧伸烷基構造等者。從凝聚物之減低或洗淨性提昇等之觀點來看，上述任意聚合物方面，較佳可採用非離子性的聚合

物。

[0243] 上述任意聚合物之較佳例方面，可例示含氧伸烷基單位之聚合物、含有氮原子之聚合物、完全皂化聚乙烯醇（典型上為皂化度超過 98 莫耳%之聚乙烯醇）等。

[0244] 含氧伸烷基單位之聚合物方面，係可使用與作為上述第二樣態之研磨用組成物中水溶性聚合物之一例所說明的含氧伸烷基單位之聚合物相同者。含氧伸烷基單位之聚合物之例方面，可舉出聚氧伸乙基（PEO）、氧伸乙基（EO）與氧伸丙基（PO）之嵌段共聚物、EO 與 PO 之無規共聚物等。EO 與 PO 之嵌段共聚物可為含聚氧伸乙基（PEO）嵌段與聚氧伸丙基（PPO）嵌段之二嵌段體、三嵌段體等。上述三嵌段體之例中，包含 PEO-PPO-PEO 型三嵌段體及 PPO-PEO-PPO 型三嵌段體。通常以 PEO-PPO-PEO 型三嵌段體更佳。

EO 與 PO 之嵌段共聚物或無規共聚物中，構成該共聚物的 EO 與 PO 之莫耳比（EO/PO），從對水的溶解性或洗淨性等之觀點來看，係以大於 1 者為佳、2 以上者更佳、3 以上（例如 5 以上）者又更佳。

[0245] 含有氮原子之聚合物方面，可使用與作為上述第二樣態之研磨用組成物中水溶性聚合物之一例所說明的含有氮原子之聚合物相同者。含有氮原子之聚合物方面，亦可使用主鏈上含有氮原子之聚合物及側鏈官能基（側基）上具有氮原子之聚合物的任一者。主鏈上含有氮

原子之聚合物之例方面，可舉出 N-醯基伸烷基亞胺型單體的均聚物及共聚物。N-醯基伸烷基亞胺型單體的具體例方面，可舉出 N-乙醯基伸乙基亞胺、N-丙醯基伸乙基亞胺等。側基具有氮原子之聚合物方面，可舉例如含 N-（甲基）丙烯醯基型的單體單位之聚合物、含 N-乙烯基型的單體單位之聚合物等。在此「（甲基）丙烯醯基」意指包含丙烯醯及甲基丙烯醯。例如，可採用 N-（甲基）丙烯醯基嗎啉的均聚物及共聚物、N-乙烯基吡咯啉酮的均聚物及共聚物等。

[0246] 上述任意聚合物之外的例方面，可舉出羥基乙基纖維素、羥基丙基纖維素、羥基乙基甲基纖維素、羥基丙基甲基纖維素、甲基纖維素、乙基纖維素、乙基羥基乙基纖維素、羧基甲基纖維素等之纖維素衍生物及普魯蘭多醣。

[0247] 上述任意聚合物之分子量及分子量分布（ M_w/M_n ）並未特別限定。例如，上述水溶性聚合物 H 中較佳的 M_w 及分子量分布亦可適用於任意聚合物中較佳的 M_w 及分子量分布。

[0248] 任意聚合物之使用量係以研磨用組成物中所含的 $M_w 1 \times 10^4$ 以上之水溶性成分（含上述水溶性聚合物 H 及因應需要所使用的任意聚合物）的總量之 30 質量%以下為適、15 質量%以下為佳、10 質量%以下（例如 5 質量%以下）更佳。本文所揭示之方法較佳乃適用於實質上不含任意聚合物研磨用組成物（例如，上述水溶性成分的總

量中所佔任意聚合物之比例未達 1 質量%或未能檢出任意聚合物研磨用組成物)的製造。

[0249] 此外，使用作為任意聚合物之纖維素衍生物時，其使用量係以控制在研磨用組成物中所含的 $M_w 1 \times 10^4$ 以上之水溶性成分總量的 10 質量%以下為佳、5 質量%以下（典型上為 1 質量%以下）又更佳。藉此，可更高度地抑制起因於使用來自天然物之纖維素衍生物的異物之混入或凝聚的產生。本文所揭示之方法較佳可適用於例如實質上不含纖維素衍生物（例如，上述水溶性成分的總量中所佔纖維素衍生物的比例未達 1 質量%或是未能檢出纖維素衍生物）研磨用組成物之製造。

[0250]

（界面活性劑）

藉由本文所揭示之方法製造的研磨用組成物中，可視需要而含有界面活性劑（典型上為分子量未達 1×10^4 之水溶性有機化合物）。界面活性劑方面，同樣地可使用與上述第一樣態之研磨用組成物中的界面活性劑相同者。例如，界面活性劑方面，較佳可採用陰離子性或非離子性者。從低起泡性或 pH 調整的容易性之觀點來看，係以非離子性的界面活性劑更佳。界面活性劑的分子量，典型上為未達 1×10^4 ，且從研磨用組成物之過濾性或被研磨物之洗淨性等之觀點來看，以 9500 以下較佳。又，界面活性劑的分子量，典型上為 200 以上，且從霧度減低效果等之觀點來看以 250 以上為佳、300 以上（例如 500 以上）更

佳。此外，界面活性劑的分子量方面，可採用以 GPC 所求得之重量平均分子量（ M_w ）（水系、聚乙二醇換算）或化學式所算出之分子量。

使用界面活性劑時，其使用量並無特別限制。通常，從洗淨性等之觀點來看，對上述研磨用組成物中所含的研磨粒 100 質量份而言，係使界面活性劑的使用量為 20 質量份以下者適、15 質量份以下為佳、10 質量份以下（例如 6 質量份以下）更佳。從使界面活性劑的使用效果更加地發揮之觀點來看，對研磨粒 100 質量份而言，界面活性劑的使用量係以 0.001 質量份以上為宜、0.005 質量份以上為佳、0.01 質量份以上（例如 0.1 質量份以上）更佳。或者，從組成的單純化等之觀點來看，亦可實質上不使用界面活性劑。

[0251]

（添加劑）

藉由本文所揭示之方法製造的研磨用組成物，在不顯著妨礙本發明之效果的範圍下，可視需要而進一步含有螯合劑、有機酸、有機酸鹽、無機酸、無機酸鹽、防腐劑、防黴劑等研磨用組成物（典型上為矽晶圓的最後拋光中所用的研磨用組成物）中可使用之公知的添加劑。此等之添加劑，因與上述第一樣態之研磨用組成物相同，所以省略說明。

[0252] 本文所揭示之第一樣態之研磨用組成物之製造方法中，如此的任意成分之添加時機並未特別限定。例

如，於上述實施形態中，可含於 A 劑、B 劑、C 劑的任一者中。或者，亦可於以本文所揭示之方法所製造之研磨用組成物中，再添加任意成分加（後添加）。

[0253]

<3-6.研磨液>

藉由本文所揭示之方法製造的研磨用組成物，典型上係以含該研磨用組成物之研磨液的形態供給於研磨對象物，可用於研磨對象物之研磨。上述研磨液方面可直接使用上述研磨用組成物。或者，可將上述研磨用組成物進一步稀釋來調製研磨液。意即，本文所揭示之技術中研磨用組成物之概念包含可供給於研磨對象物而用於該研磨對象物之研磨的研磨液（作用漿液），與稀釋後用為研磨液之濃縮液（研磨液的原液）等兩者。上述濃縮液對研磨液之濃縮倍率雖無特別限制，但可為例如以體積換算計 1.2 倍～200 倍左右，通常以 1.5 倍～100 倍（典型上為 1.5 倍～50 倍，例如 2 倍～40 倍）左右為宜。含以本文所揭示之方法製造的研磨用組成物之研磨液的其他例方面，可舉出調整該研磨用組成物之 pH 所成之研磨液。

[0254] 研磨液中研磨粒之含量雖無特別限制，但典型上為 0.01 質量%以上，0.05 質量%以上者為佳、更佳為 0.1 質量%以上。藉由增加研磨粒之含量，可實現更高的研磨速度。從容易適用本文所揭示之製造方法的觀點來看，通常以研磨液中研磨粒之含量未達 3 質量%為宜，較佳為 2 質量%以下，更佳為 1 質量%以下。

[0255] 研磨液的 pH 雖無特別限制，但從本文所揭示技術的適用意義大之觀點來看，7.5 以上為宜、8.0 以上為佳、9.0 以上（例如 9.5 以上）更佳。又，從研磨後的表面平滑性等之觀點來看，研磨液的 pH 係以 12.0 以下為佳、11.0 以下更佳。以含有鹼性化合物而成該 pH 之研磨液者為佳。上述 pH 較佳可適用於例如矽晶圓的研磨中所用的研磨液（例如最後拋光用之研磨液）。

[0256]

<3-7.用途>

藉由本文所揭示之方法製造的研磨用組成物之用途，因與上述第一樣態之研磨用組成物相同，所以省略說明。

[0257]

<3-8.研磨>

研磨對象物之研磨，例如可如下述般實施。

意即，準備含以本文所揭示之任一方法所製造之研磨用組成物的研磨液（典型上亦可稱為漿液狀之研磨液、研磨漿液）。準備上述研磨液係如上述，包含對研磨用組成物施予濃度調整（例如稀釋）、pH 調整等之操作來調製研磨液。或者，上述研磨用組成物亦可直接用作為研磨液。

接著，將該研磨液供給於研磨對象物，以常法進行研磨。例如，進行矽晶圓的最後拋光時，乃是將已經過研磨步驟及 1 次拋光步驟之矽晶圓裝置於一般的研磨裝置上，透過該研磨裝置之研磨墊對上述矽晶圓的表面（研磨對象

面) 供給研磨液。典型上是邊連續地供給上述研磨液，邊將研磨墊壓附至矽晶圓的表面，使兩者相對地移動(例如旋轉移動)。經過該研磨步驟來完成研磨對象物之研磨。

上述研磨步驟中所使用的研磨墊並未特別限定。例如，不織布型、毛氈型、含研磨粒者、不含研磨粒者等之任一者。

如上述之研磨步驟可為研磨物(例如矽晶圓等之基板)的製程之一部分。因此，依據本說明書，係可提供包含上述研磨步驟之研磨物之製造方法(較佳為矽晶圓之製造方法)。

[0258] 研磨步驟後之研磨物，典型上可予以洗淨。此洗淨可使用適當的洗淨液來進行。使用的洗淨液並無特別限定，可使用例如半導體等之領域中之一般的 SC-1 洗淨液(氫氧化銨(NH_4OH)與過氧化氫(H_2O_2)與水(H_2O)之混合液。以下，將使用 SC-1 洗淨液來洗淨者稱為「SC-1 洗淨」、SC-2 洗淨液(HCl 與 H_2O_2 與 H_2O 之混合液)等。洗淨液的溫度可為例如常溫 $\sim 90^\circ\text{C}$ 左右。從使洗淨效果提昇的觀點來看，較佳可使用 $50^\circ\text{C} \sim 85^\circ\text{C}$ 左右的洗淨液。

[0259]

<<4.第二樣態之研磨用組成物之製造方法>>

本文所揭示之第二樣態的研磨用組成物之製造方法，係

使用研磨粒、鹼性化合物、具有在鹼性條件下顯示水

解反應性之官能基的水溶性聚合物 H 及水來製造研磨用組成物的方法，包含

準備至少含前述鹼性化合物之 A 劑的步驟；

準備至少含前述水溶性聚合物 H 之 B 劑的步驟；

至少混合前述 A 劑與前述 B 劑來調製較前述鹼性化合物之濃度高 0.02 莫耳/L 之研磨用組成物原液的步驟；
及

混合前述 A 劑與前述 B 劑之後於 24 小時以內，稀釋前述研磨用組成物原液使前述鹼性化合物之濃度為 0.02 莫耳/L 以下為止的步驟。

以下，就上述第二樣態之研磨用組成物之製造方法詳細地說明。

[0260]

<4-1.水溶性聚合物 H>

本文所揭示之第二樣態的研磨用組成物之製造方法，較佳乃適用於含具有在鹼性條件下顯示水解反應性之官能基（以下亦稱「水解性基」）的水溶性聚合物（水溶性聚合物 H）之研磨用組成物的製造。第二樣態之研磨用組成物之製造方法中水溶性聚合物 H 因與上述第一樣態之研磨用組成物之製造方法中的水溶性聚合物 H 相同，故省略重複說明。

[0261]

<4-2.研磨粒、鹼性化合物、水>

本文所揭示之第二樣態的研磨用組成物之製造方法中

所用的研磨粒、鹼性化合物及水因與上述第一樣態之研磨用組成物中的研磨粒、鹼性化合物及水相同，故省略重複說明。

[0262]

<4-3.研磨用組成物之製造>

本文所揭示之第二樣態的研磨用組成物之製造方法，係可使用如上述之研磨粒、鹼性化合物、水溶性聚合物 H 及水來實施。該製造方法係準備至少含上述鹼性化合物之 A 劑與至少含上述水溶性聚合物 H 之 B 劑，並藉由至少混合上述 A 劑與上述 B 劑來調製滿足以下的 (A) 及 (B) 之一方或雙方的研磨用組成物原液。

(A) 上述鹼性化合物之濃度較 0.02 莫耳/L 高。

(B) 上述研磨粒濃度為 1 質量%以上。

而且，調製上述研磨用組成物原液之後於 24 小時以內稀釋該原液。上述稀釋係以使滿足上述 (A) 之研磨用組成物原液成為上述鹼性化合物之濃度為 0.02 莫耳/L 以下來進行者為佳。又，以使滿足上述 (B) 之研磨用組成物原液成為上述研磨粒之濃度未達 1 質量%來進行上述稀釋者為佳。

[0263] 以本文所揭示之方法製造的研磨用組成物既為鹼性且研磨性能之經時安定性優異。又，上述方法，除了在調製上述研磨用組成物原液之後稀釋該原液為止的時間方面設有一定的限制之外，在準備上述 A 劑與上述 B 劑之後到將此等混合為止的時間，或是將上述研磨用組成

物原液稀釋來調製研磨用組成物之後到使用該研磨用組成物為止的時間（保存時間）並無特別限制。換言之，藉由遵守自調製上述研磨用組成物原液之後到將該原液稀釋成鹼性化合物濃度 0.02 莫耳/L 以下或研磨粒濃度未達 1 質量%為止的時間，可提高研磨用組成物之製造的其他製程自由度。又，因一度調製鹼性化合物濃度超過 0.02 莫耳/L 或研磨粒濃度 1 質量%以上之研磨用組成物原液之後稀釋該原液來調製研磨用組成物之故，上述原液的調製中用的材料之製造、流通、保存等時的便利性高，從製造成本減低之觀點來看亦較佳。

[0264] 本文所揭示之技術中，調製上述研磨用組成物原液之後稀釋該原液為止的時間，具體而言，係以 24 小時以內為適、20 小時以內為佳、16 小時以內者更佳。藉由使上述時間為 12 小時以內（例如 8 小時以內），可更加發揮適用本文所揭示之製造方法的效果。上述時間的下限並無特別限定，例如可使自上述原液的調製至稀釋為止的時間為 30 秒以內。雖然沒有特別限定，但較佳的一樣態中，從活用一度調製研磨用組成物原液之後到稀釋該原液來調製研磨用組成物的便利性之觀點來看，可將自上述原液的調製至稀釋為止的時間設定在 1 小時～10 小時（例如 2 小時～8 小時）左右。

[0265] 調製滿足上述（A）之研磨用組成物原液的樣態中，該原液中鹼性化合物之濃度若為較 0.02 莫耳/L 高之濃度的話，並無特別限定。從研磨用組成物原液或其調

製中用的材料之製造、流通、保存等時的便利性或成本減低等之觀點來看，該原液中鹼性化合物之濃度係以 0.03 莫耳/L 以上為佳、0.05 莫耳/L 以上更佳。上述原液中鹼性化合物之濃度的上限並無特別限定，可為例如 0.4 莫耳/L 以下。為了延遲水溶性聚合物 H 的水解速度，通常以使上述鹼性化合物之濃度為 0.3 莫耳/L 以下者適、0.15 莫耳/L 以下者佳。

[0266] 滿足上述 (A) 之研磨用組成物原液的稀釋係以使該稀釋物中鹼性化合物之濃度為 0.02 莫耳/L 以下之方式進行為佳。上述稀釋物中較佳的鹼性化合物濃度雖會因製造對象之研磨用組成物之鹼性化合物濃度而異，但通常以 0.015 莫耳/L 以下為佳、0.01 莫耳/L 以下更佳。較佳的一樣態中，可使上述稀釋物之鹼性化合物濃度為與製造對象之研磨用組成物之鹼性化合物濃度同等之濃度。或者，例如可預先使上述稀釋物之鹼性化合物濃度成為較製造對象之研磨用組成物稍微（例如 1~10 質量%左右）提高，且將上述原液於上述所定時間內稀釋成鹼性化合物濃度 0.02 莫耳/L 以下之後，在任意時機進一步加入水來調節鹼性化合物濃度。

[0267] 調製滿足上述 (B) 之研磨用組成物原液的樣態中，該原液中研磨粒濃度若為 1 質量%以上的話，並無特別限定。從研磨用組成物原液或其調製中用的材料之製造、流通、保存等時的便利性或成本減低等之觀點來看，該原液中研磨粒濃度係以 2 質量%以上為佳、3 質量%以

上更佳。上述原液中研磨粒濃度的上限並無特別限定，例如可為 50 質量%以下。從更加地防止研磨粒之局部凝聚等之觀點來看，通常以使上述研磨粒濃度為 40 質量%以下者適、30 質量%以下為佳、25 質量%以下（例如 20 質量%以下）更佳。

[0268] 滿足上述（B）之研磨用組成物原液的稀釋係以使該稀釋物中研磨粒濃度未達 1 質量%之方式進行者為佳。上述稀釋物中較佳的研磨粒濃度雖視製造對象之研磨用組成物之研磨粒濃度而異，但通常以 0.9 質量%以下為佳、0.8 質量%以下（例如 0.7 質量%以下）更佳。較佳的一樣態中，可使上述稀釋物之研磨粒濃度成與製造對象之研磨用組成物之研磨粒濃度同等之濃度。或者，例如可預先使上述稀釋物之研磨粒濃度較製造對象之研磨用組成物稍微（例如 1~10 質量%左右）提高，且將上述原液於上述所定時間內稀釋成研磨粒濃度未達 1 質量%為止之後，在任意時機進一步加入水來調節研磨粒濃度。

[0269] 稀釋上述研磨用組成物原液時的稀釋倍率以體積換算計係以例如超過 3 倍~200 倍左右為適、通常以 5 倍~100 倍左右為佳、10~70 倍左右（例如 15~50 倍左右）者更佳。

[0270] 上述研磨用組成物原液中鹼性化合物之含量較佳為 0.01 質量%以上，更佳為 0.03 質量%以上。依鹼性化合物之含量的增加，研磨粒之分散安定性會提昇。又，原液中鹼性化合物之含量較佳為 10 質量%以下，更佳為 5

質量%以下，再更佳為 3 質量%以下。藉由降低鹼性化合物之含量，可使研磨用組成物中之鹼性化合物含量之調整變容易。

[0271] 上述研磨用組成物原液的 pH 係以 9 以上為佳、更佳為 9.5 以上。依 pH 的上昇，研磨粒之分散安定性會提昇。又，一般，若 pH 變高則水溶性聚合物 H 的水解速度會變大，因此使用本文所揭示之製造方法會更加有意義。上述原液的 pH 係以 12 以下為佳、更佳為 11.5 以下，再更佳為 10.5 以下。上述原液的 pH 若設得更低，可使研磨用組成物中之鹼性化合物含量之調整變容易。又，例如研磨粒為二氧化矽粒子時，pH 不過高就抑制二氧化矽溶解之觀點而言，也是有利的。

[0272] 上述研磨用組成物原液中水溶性聚合物 H 之含量（濃度）較佳為 0.02 質量%以上，更佳為 0.05 質量%以上，再更佳為 0.1 質量%以上。藉由水溶性聚合物 H 之含量的增加，可輕易地調整研磨用組成物中水溶性聚合物 H 之含量。上述原液中水溶性聚合物 H 之含量較佳為 20 質量%以下，例如可為 15 質量%以下。因水溶性聚合物 H 之含量的減少，傾向於可更充分地抑制研磨粒之局部凝聚。

[0273] 以下，在以使用作為研磨粒之二氧化矽粒子、作為鹼性化合物之氨、作為水溶性聚合物 H 之部分皂化聚乙稀醇（皂化度 73 莫耳%）來製造研磨用組成物的情況為主要例方面，雖說明本文所揭示之第二樣態的研磨

用組成物之製造方法的代表性實施形態，但並無意限定本發明之實施形態或製造對象。

[0274]

(第 1 實施形態)

此實施形態，係以使用下述的 A 劑與 B 劑各自保管的研磨用組成物之調製用套組來製造研磨用組成物。

A 劑：含研磨粒、鹼性化合物與水之研磨粒分散液（研磨粒濃度 3～25 質量%、鹼性化合物濃度 0.02～1 莫耳/L 之鹼性研磨粒分散液）

B 劑：水溶性聚合物 H 之水溶液（聚合物濃度 0.02～50 質量%、pH 約 6 之聚合物水溶液）

[0275] 具體而言，例如，藉由對 A 劑添加 B 劑來予以混合，以調製滿足鹼性化合物濃度超過 0.02 莫耳/L 及研磨粒濃度 1 質量%以上之至少一方的研磨用組成物原液。自調製此原液至上述較佳的時間內，藉由於該原液中加入超純水來稀釋至滿足鹼性化合物濃度 0.02 莫耳/L 以下及研磨粒濃度未達 1 質量%之至少一方的濃度為止，而得以製造保存安定性優異的研磨用組成物。

[0276] 此實施形態中所使用的 A 劑因在研磨粒與鹼性化合物共存之狀態下，藉由上述鹼性化合物可增強上述研磨粒之靜電排斥，該研磨粒之分散安定性高。因此，與 B 劑混合時，可高度地防止研磨粒之局部凝聚。

又，此實施形態中所使用的 B 劑，因預先使水溶性聚合物 H 溶解於水中調製成水溶液之故，與上述 A 劑混合

時，可高度地防止研磨粒之局部凝聚。此係以本實施形態所製造的研磨用組成物之過濾性提昇或研磨後之表面中缺陷減低等之觀點來看較佳。

[0277] 此實施形態中，使用的 A 劑及 B 劑因較製造對象之研磨用組成物為經濃縮之形態（研磨粒濃度或鹼性化合物濃度的至少一方較高之形態）之故，從製造、流通、保存等時的便利性或成本減低等之觀點來看，是有利的。

A 劑中研磨粒之含量可為例如 50 質量%以下。從更加地防止研磨粒之局部凝聚等之觀點來看，通常是使上述研磨粒濃度為 40 質量%以下者適、30 質量%以下為佳、25 質量%以下（例如 20 質量%以下）更佳。又，從製造、流通、保存等時的便利性或成本減低等之觀點來看，A 劑中研磨粒之含量，例如以超過 2 質量%為適、超過 3 質量%者較佳。

[0278] A 劑中鹼性化合物之含量較佳為 0.01 質量%以上，更佳為 0.05 質量%以上，再更佳為 0.1 質量%以上。依鹼性化合物之含量的增加，與 B 劑之混合時，傾向於可更充分地抑制局部凝聚的產生。又，A 劑中鹼性化合物之含量較佳為 10 質量%以下，更佳為 5 質量%以下，再更佳為 3 質量%以下。藉由降低鹼性化合物之含量，可使研磨用組成物中之鹼性化合物含量之調整變容易。

[0279] A 劑的 pH 係以 9 以上為佳、更佳為 9.5 以上。依 pH 的上昇，與 B 劑之混合時傾向於可更充分地抑

制局部凝聚的產生。又，一般，若 pH 變高則水溶性聚合物 H 的水解速度會變大，因此使用本文所揭示之製造方法會更加有意義。A 劑的 pH 係以 12 以下為佳、更佳為 11.5 以下，再更佳為 10.5 以下。A 劑的 pH 若設得更低，可使研磨用組成物中之鹼性化合物含量之調整變容易。又，例如研磨粒為二氧化矽粒子時，pH 不過高就抑制二氧化矽溶解之觀點而言，也是有利的。A 劑的 pH 係可藉由鹼性化合物之摻含量（濃度）等來調整。

[0280] B 劑中水溶性聚合物 H 之含量（濃度）較佳為 0.02 質量%以上，更佳為 0.05 質量%以上，再更佳為 0.1 質量%以上。藉由水溶性聚合物 H 之含量的增加，可輕易地調整研磨用組成物中水溶性聚合物 H 之含量。B 劑中水溶性聚合物 H 之含量較佳為 50 質量%以下，例如可為 20 質量%以下。因水溶性聚合物 H 之含量的減少，於經稀釋之 A 劑中添加 B 劑時，傾向於可更充分地抑制研磨粒之局部凝聚。

[0281] B 劑，從抑制水溶性聚合物 H 的水解之觀點來看，係以調製成大概中性附近者為佳。B 劑的 pH，通常以 4 以上且未達 9 為佳、5.5~7.5 者更佳。本文所揭示之技術係以例如，B 劑的 pH 約 6（例如 6 ± 0.3 ）之樣態來予以實施。又，較佳的一樣態中，B 劑可調製成實質上不含鹼性化合物之組成（例如，僅只由水溶性聚合物 H 與水所成之組成）。

[0282] A 劑與 B 劑之混合如上述，以對 A 劑添加 B

劑之樣態來實施者佳。若依該混合方法，例如相較於對 B 劑添加 A 劑之混合方法，可更充分地防止研磨粒之局部凝聚。研磨粒為二氧化矽粒子（例如膠體二氧化矽粒子）時，係如上述，係以採用對 A 劑添加 B 劑之混合方法特別有意義。

[0283] 對 A 劑投入 B 劑時的速度（供給速率）係對 1 升（1L）的 A 劑，並以 B 劑為 500mL/分以下者佳、更佳為 100mL/分以下，再更佳為 50mL/分以下。藉由減少投入速度，而得以更加充分地抑制研磨粒之局部凝聚。

[0284] 此外，各別調製 A 劑及 B 劑時，或各別調製 A 劑及 B 劑時，稀釋研磨用組成物原液時等使用之裝置並未特別限定。例如，可使用翼式攪拌機、超音波分散機、均質混合機等之習知的混合裝置。

較佳的一樣態中，B 劑可於與 A 劑混合之前進行過濾。過濾的方法並無特別限定，例如，除了在常壓下進行的自然過濾之外，其他係可適當地採用抽氣過濾、加壓過濾、離心過濾等公知的過濾方法。

[0285]

（第 2 實施形態）

此實施形態係以下之 A 劑、B 劑及 C 劑各自受到保管之研磨用組成物之調製用套組，製造研磨用組成物。

A 劑：鹼性化合物之水溶液（鹼性化合物濃度 0.02 莫耳/L 以上之水溶液）

B 劑：水溶性聚合物 H 之水溶液（聚合物濃度 0.02～

50 質量%、pH 約 6 之聚合物水溶液)

C 劑：含研磨粒與水之分散液（研磨粒濃度 3~25 質量%之研磨粒分散液）

[0286] 具體而言，例如，首先使 A 劑與 C 劑混合，調製含研磨粒與鹼性化合物之鹼性研磨粒分散液。藉由對該分散液添加 B 劑來予以混合，係可調製滿足鹼性化合物濃度超過 0.02 莫耳/L 及研磨粒濃度 1 質量%以上之至少一方的研磨用組成物原液。在調製此原液而於上述較佳的時間內，該原液中加入超純水以滿足鹼性化合物濃度 0.02 莫耳/L 以下及研磨粒濃度未達 1 質量%之至少一方的濃度之方式進行稀釋，藉此得以製造保存安定性優異的研磨用組成物。

[0287]

<4-4. 研磨用組成物>

本文所揭示之研磨用組成物之製造方法，較佳可適用於典型上其固形分含量（non-volatile content; NV）為 2 質量%以下之研磨用組成物（典型上為漿液狀之組成物）的製造。上述 NV 為 0.05 質量%~1 質量%（例如 0.05~0.8 質量%）對研磨用組成物之製造更為適用。此外，上述固形分含量（NV）係指使研磨用組成物在 105℃ 乾燥 24 小時後，其殘留物佔上述研磨用組成物之質量的比例。

本文所揭示之方法，典型上較佳可適用於研磨粒之含量未達 1 質量%之研磨用組成物之製造。較佳的製造對象

方面，可舉出研磨粒之含量為 $0.05 \sim 0.9$ 質量%（更佳為 $0.05 \sim 0.8$ 質量%）之研磨用組成物。

[0288] 藉由本文所揭示之方法製造的研磨用組成物中水溶性聚合物 H 之含量並無特別限制，例如可為 1×10^{-4} 質量%以上。從霧度減低等之觀點來看，較佳的含量為 5×10^{-4} 質量%以上，更佳為 1×10^{-3} 質量%以上，例如 2×10^{-3} 質量%以上。又，從研磨速度等之觀點來看，係以使上述含量為 0.5 質量%以下者佳、0.2 質量%以下（例如 0.1 質量%以下）更佳。

[0289] 雖然沒有特別限定，但水溶性聚合物 H 之含量，對研磨粒 100 質量份而言，可為例如 0.01 質量份以上。水溶性聚合物 H 對研磨粒 100 質量份之含量，從研磨後之表面平滑性提昇（例如霧度或缺陷的減低）的觀點來看，0.05 質量份以上為宜、較佳為 0.1 質量份以上，更佳為 0.5 質量份以上（例如 1 質量份以上）。又，水溶性聚合物 H 對研磨粒 100 質量份之含量，從研磨速度或洗淨性等之觀點來看，例如可為 40 質量份以下，通常以 20 質量份以下為宜，較佳為 15 質量份以下，更佳為 10 質量份以下。

[0290] 所製造之研磨用組成物的 pH 雖無特別限制，但從本文所揭示技術的適用意義大之觀點來看，係以 7.5 以上為宜、8.0 以上為佳、9.0 以上（例如 9.5 以上）更佳。又，從容易調製含此研磨用組成物之研磨液的 pH 之觀點來看，研磨用組成物之 pH 係以 12.0 以下為佳、11.0

以下更佳。以含有鹼性化合物來達成該 pH 之研磨用組成物者佳。

[0291]

<4-5.任意成分>

(任意聚合物)

本文所揭示之技術，除了水溶性聚合物 H 之外，較佳可適用於可視需要含有 M_w 為 1×10^4 以上的其他水溶性聚合物（意即，不具有在鹼性條件下顯示水解反應性之官能基的水溶性聚合物。以下亦稱為「任意聚合物」）之研磨用組成物之製造。該任意聚合物之種類並無特別限制，在研磨用組成物之領域中，乃為公知的水溶性聚合物，可自非為水溶性聚合物 H 者之中適當地選擇。

如此的任意聚合物之種類、分子量及分子量分布（ M_w/M_n ）、使用量等係與上述第一樣態之研磨用組成物之製造方法相同，故說明予以省略。

[0292]

(界面活性劑)

藉由本文所揭示之方法製造的研磨用組成物中，可視需要而含有界面活性劑（典型上為分子量未達 1×10^4 之水溶性有機化合物）。界面活性劑之種類、具體例、分子量、使用量等係與上述第一樣態之研磨用組成物中的界面活性劑相同，故省略詳細地說明。

[0293]

(添加劑)

藉由本文所揭示之方法製造的研磨用組成物，在不顯著妨礙本發明之效果的範圍下，可視需要而進一步含有螯合劑、有機酸、有機酸鹽、無機酸、無機酸鹽、防腐劑、防黴劑等研磨用組成物（典型上為矽晶圓的最後拋光中所用的研磨用組成物）中可使用之公知的添加劑。此等之添加劑因與上述第一樣態之研磨用組成物相同之故，省略詳細地說明。

[0294] 本文所揭示之研磨用組成物之製造方法中，如此的任意成分之添加時機並未特別限定。例如，上述實施形態中，可含於 A 劑、B 劑、C 劑的任一者中。或者，亦可在以本文所揭示之方法所製造之研磨用組成物中，進一步添加（後添加）任意成分。

[0295]

<4-6. 研磨液>

藉由本文所揭示之方法製造的研磨用組成物，典型上係以含該研磨用組成物之研磨液的形態供給於研磨對象物，可用於研磨對象物之研磨。上述研磨液方面，可直接使用上述研磨用組成物。或者，可將上述研磨用組成物進一步稀釋來調製研磨液。意即，本文所揭示之技術中研磨用組成物之概念包含供給於研磨對象物而用於該研磨對象物之研磨的研磨液（作用漿液）與經稀釋而用作為研磨液之濃縮液雙方。上述濃縮液對研磨液之濃縮倍率雖無特別限制，但可為例如以體積換算計之 1.05 倍～200 倍左右、通常以 1.2 倍～100 倍左右為佳、1.5 倍～70 倍左右更

佳。含以本文所揭示之方法製造的研磨用組成物之研磨液的其他例方面，可舉出調整該研磨用組成物之 pH 所成之研磨液。

[0296] 研磨液中研磨粒之含量雖無特別限制，但典型上為 0.01 質量%以上，0.05 質量%以上者為佳、更佳為 0.1 質量%以上。藉由增加研磨粒之含量，可實現更高的研磨速度。從容易適用本文所揭示之製造方法的觀點來看，通常以研磨液中研磨粒之含量未達 1 質量%為宜，較佳為 0.8 質量%以下，更佳為 0.6 質量%以下。

[0297] 研磨液的 pH 雖無特別限制，但從本文所揭示技術的適用意義大之觀點來看，以 7.5 以上為宜、8.0 以上為佳、9.0 以上（例如 9.5 以上）更佳。又，從研磨後的表面平滑性等之觀點來看，研磨液的 pH 係以 12.0 以下為佳、11.0 以下更佳。以含有鹼性化合物而成該 pH 之研磨液者為佳。上述 pH 較佳可適用於例如矽晶圓的研磨中所用的研磨液（例如最後拋光用之研磨液）。

[0298]

<4-7.用途、研磨及洗淨>

有關藉由本文所揭示之第二樣態的研磨用組成物之製造方法所製造之研磨用組成物的用途、使用該研磨組成物之研磨及研磨步驟度之研磨物之洗淨，均與藉由上述第一樣態之研磨用組成物之製造方法所製造之研磨用組成物相同，因此省略詳細地說明。

[0299] 從以上之說明及以下的實施例可理解，藉由

此說明書所揭示的事項包含如下。

(1) 一種研磨用組成物之製造方法，其係使用含分子構造中具有顯示水解反應性之官能基的重複單位 f 之水溶性聚合物 P 與水來製造研磨用組成物之方法，其特徵係

該所製造之研磨用組成物中，上述水溶性聚合物 P 中所含上述重複單位 f 的莫耳數 m_f 對全重複單位的莫耳數 m_T 之比 (m_f/m_T) 維持在 5% 以上。

(2) 一種研磨物之製造方法，其係包含將上述 (1) 的方法所製造之研磨用組成物供給於研磨對象物而研磨該研磨對象物之步驟，且

供給於上述研磨對象物之研磨用組成物中所含上述水溶性聚合物 P 中，上述比 (m_f/m_T) 維持在 5% 以上。

[0300] 上述重複單位 f 可為酸性或在鹼性條件下顯示水解反應性之官能基。該官能基的代表例方面可舉出酯基。具有酯基之重複單位 f 的代表例方面，可舉出羧酸乙烯基酯或 (甲基) 丙烯酸酯的均聚物、共聚物、該等之改性物 (例如部分皂化物) 等。上述研磨用組成物除了上述水溶性聚合物 P 及水之外，可含作為任意成分之研磨粒、鹼性化合物及酸性化合物之任一者或 2 者以上。

上述 (1) 之製造方法，可適用例如本文所揭示之任一製造方法 (例如，上述第一樣態之製造方法中第 1~第 3 實施形態、上述第二樣態之製造方法中第 1，第 2 實施形態、及該等之變形例之樣態之製造方法) 來予以實施，

但並不受限於此。

[0301] 又，可由以上之說明及以下的實施例所理解，藉由此說明書所揭示的事項進一步包含如下。

(3) 一種研磨用組成物之製造方法，其係使用含具羥基之重複單位 h 的水溶性聚合物 Q 與水來製造研磨用組成物之方法，其特徵係

該所製造之研磨用組成物中，上述水溶性聚合物 Q 的羥基量為 4 毫莫耳/g 以上 21 毫莫耳/g 以下。

(4) 一種研磨物之製造方法，其係包含將藉由上述 (3) 的方法所製造之研磨用組成物供給於研磨對象物來研磨該研磨對象物之步驟，且

供給於上述研磨對象物之研磨用組成物中所含的上述水溶性聚合物 Q 中，該水溶性聚合物 Q 的羥基量在 4 毫莫耳/g 以上 21 毫莫耳/g 以下的範圍。

[0302] 在此，上述羥基量意指每 1g 聚合物中所含羥基的莫耳數。上述羥基量一般而言，乃是於含測定對象之聚合物的試料液中適用 JIS K0070 規定之中和滴定法求得羥基價 (mgKOH/g)，並將其除以 56.1 所得。

又，測定對象之聚合物，例如在如部分皂化聚乙烯醇般由羧酸乙烯基單位及乙烯醇單位所成之聚合物時，係於含該測定對象之聚合物的試料液中添加氫氧化鉀 (KOH) 後予以加溫，藉此使其完全皂化之際藉由滴定求得 KOH 消費量，由其結果算出羧酸乙烯基單位的莫耳數及乙烯醇單位的莫耳數，且由該等之莫耳數算出羥基量。

上述羥基量的測定中，使研磨用組成物中所含的聚合物作為測定對象時，可使用該研磨用組成物作為上述試料液。在此，上述研磨用組成物為含研磨粒之研磨用組成物時，可使用已將該研磨粒予以離心使其沈降之上清液作為上述試料液。

[0303] 以下，乃就本發明說明幾個實施例，但本發明並不限於該實施例中所示者。此外，以下說明中，「份」及「%」在未特別限制下，乃為質量基準。

[0304]

<<實驗例 1>>

<研磨用組成物之調製>

（實施例 A1）

混合研磨粒、水溶性聚合物 HA、氨水（濃度 29%）及超純水而調製研磨用組成物之濃縮液之後，藉由將此濃縮液自上述混合起 1 小時以內以超純水稀釋成 20 倍（體積基準），調製研磨粒之濃度為 0.5%、氨（ NH_3 ）的濃度為 0.010%、水溶性聚合物 HA 的濃度為 0.018%、剩餘部分為水所成之研磨用組成物。此研磨用組成物之 pH 為 10.2。

研磨粒方面，係使用平均一次粒子徑 35nm、平均二次粒子徑 66nm 的膠體二氧化矽。上述平均一次粒子徑係使用 Micromeritics 公司製的表面積測定裝置、商品名「Flow Sorb II 2300」所測定者。又，上述平均二次粒子徑係使用日機裝股份公司製的型式「UPA-UT151」所測定

之體積平均二次粒子徑（以下的例中相同）。

水溶性聚合物 HA 方面，使用皂化度 73 莫耳%、重量平均分子量（ M_w ） 2.8×10^4 的聚乙烯醇。此水溶性聚合物 HA 中乙烯醇單位（SP 值 18.5）的莫耳比（全重複單位的莫耳數中所佔之乙烯醇單位的莫耳數之比例）為 73%、乙酸乙烯基酯單位（SP 值 11.1）的莫耳比為 27%。由各重複單位的 SP 值及體積比所算出之水溶性聚合物 HA 的平均 SP 值為 15.1。

[0305]

（實施例 A2）

本例中，研磨粒方面係使用平均一次粒子徑 25nm、平均二次粒子徑 46nm 的膠體二氧化矽。混合此研磨粒與氨水（濃度 29%）及超純水調製研磨用組成物之濃縮液之後，藉由將此濃縮液自上述混合起 1 小時以內以超純水稀釋成 20 倍（體積基準），調製研磨粒之濃度為 0.2%、氨的濃度為 0.005%、水溶性聚合物 HA 的濃度為 0.010%、剩餘部分為水所成之研磨用組成物。此研磨液的 pH 為 10.1。

此外，本例之研磨用組成物中水溶性聚合物 HA 及氨的濃度，係調整成每單位體積之研磨液中所含的研磨粒之表面積的水溶性聚合物及氨之含量以使與實施例 A1 之研磨液大概相同程度者。

[0306]

（實施例 A3）

本例中係使用皂化度 78 莫耳%、 $M_w 2.7 \times 10^4$ 的聚乙烯醇（水溶性聚合物 HB）來取代實施例 A1 中水溶性聚合物 HA。其他點係與實施例 A1 同樣地實施，調製本例之研磨用組成物。

上述水溶性聚合物 HB 中乙烯醇單位（SP 值 18.5）的莫耳比為 78%、乙酸乙烯基酯單位（SP 值 11.1）的莫耳比為 22%。由各重複單位的 SP 值及體積比所算出之水溶性聚合物 HB 的平均 SP 值為 15.6。

[0307]

（實施例 A4）

本例中係使用 M_w 為 2.8×10^4 的聚乙烯醇（含乙烯醇單位 80 莫耳%及己烷酸乙烯基酯單位 20 莫耳%；以下記為「水溶性聚合物 HJ」）來取代實施例 A1 中水溶性聚合物 HA。其他點係與實施例 A1 同樣地實施，調製本例之研磨用組成物。

[0308]

（實施例 A5）

本例中係使用 M_w 為 0.3×10^4 的聚乙烯醇（含乙烯醇單位 80 莫耳%及己烷酸乙烯基酯單位 20 莫耳%；以下記為「水溶性聚合物 HK」）來取代實施例 A1 中水溶性聚合物 HA。又，使研磨用組成物中水溶性聚合物 HK 的濃度為 0.003%。其他點係與實施例 A1 同樣地實施，調製本例之研磨用組成物。

[0309]

(比較例 A1)

本例中係使用完全皂化聚乙烯醇(皂化度 98 莫耳%、 $M_w 2.2 \times 10^4$ 的聚乙烯醇; 以下稱為水溶性聚合物 HC)來取代實施例 A1 中水溶性聚合物 HA。其他點係與實施例 A1 同樣地實施, 調製本例之研磨用組成物。

上述水溶性聚合物 HC 中乙烯醇單位(SP 值 18.5)的莫耳比為 98%、乙酸乙烯基酯單位(SP 值 11.1)的莫耳比為 2%。由各重複單位的 SP 值及體積比所算出之水溶性聚合物 HC 的平均 SP 值為 18.2。

[0310]

(比較例 A2)

本例中係使用丙烯醯胺與丙烯酸之無規共聚物(水溶性聚合物 HD)來取代實施例 A1 中水溶性聚合物 HA。其他點係與實施例 A1 同樣地實施, 調製本例之研磨用組成物。

上述水溶性聚合物 HD 係使來自丙烯酸之重複單位(SP 值 20.2)與來自丙烯醯胺之重複單位(SP 值 14.5)以 40:60 的莫耳比含有之 $M_w 20 \times 10^4$ 的共聚物。由各重複單位的 SP 值及體積比所算出之水溶性聚合物 HD 的平均 SP 值為 16.5。

[0311]

(比較例 A3)

本例中係使用氧伸乙基與氧伸丙基之無規共聚物(水溶性聚合物 HE)來取代實施例 A1 中水溶性聚合物 HA。

其他點係與實施例 A1 同樣地實施，調製本例之研磨用組成物。

上述水溶性聚合物 HE 係使來自氧伸乙基之重複單位（SP 值 9.4）與來自氧伸丙基之重複單位（SP 值 9.0）以 92：8 的莫耳比含有之 $M_w 10 \times 10^4$ 的共聚物。由各重複單位的 SP 值及體積比所算出之水溶性聚合物 HE 的平均 SP 值為 9.4。

[0312]

（比較例 A4）

本例中係使用 M_w 為 6×10^4 的聚（N-乙烯基吡咯啉酮）（水溶性聚合物 HF）來取代實施例 A1 中水溶性聚合物 HA。其他點係與實施例 A1 同樣地實施，調製本例之研磨用組成物。

上述水溶性聚合物 HF 係以 N-乙烯基吡咯啉酮（SP 值 11.0）的均聚物。因此，此水溶性聚合物 HF 的平均 SP 值為 11.0。

[0313]

（比較例 A5）

本例中係使用 M_w 為 25×10^4 的羥基乙基纖維素（水溶性聚合物 HG；SP 值 18.3）來取代實施例 A1 中水溶性聚合物 HA。其他點係與實施例 A1 同樣地實施，調製本例之研磨用組成物。

[0314]

<矽晶圓的研磨>

直接使用各例之研磨用組成物作為研磨液，以下述的條件研磨矽晶圓的表面。矽晶圓方面，係藉由對直徑為 300mm、傳導型為 P 型、結晶方位為<100>、抵抗率為 $0.1\ \Omega\cdot\text{cm}$ 以上未達 $100\ \Omega\cdot\text{cm}$ 者，使用研磨漿液（Fujimi Incorporated 股份公司製、商品名「GLANZOX 2100」）進行預研磨，調整成表面粗度 $0.1\text{nm}\sim 10\text{nm}$ 來使用。此外，使自各研磨用組成物之調製起至研磨開始為止的時間約 1 小時。

[0315]

[研磨條件]

研磨機：岡本工作機械製作所股份公司製的葉片研磨機、型式「PNX-332B」

研磨檯：使用上述研磨機具有之 3 檯中之後段之 2 檯，實施預研磨後之最終研磨第 1 段及第 2 段。

（以下的條件於各檯均相同）

研磨荷重：15kPa

定盤旋轉數：30rpm

頭旋轉數：30rpm

研磨時間：2 分

研磨液的溫度：20℃

研磨液的供給速度：2.0 升/分（湧出使用）

[0316]

<洗淨>

將研磨後之矽晶圓使用 NH_4OH （29%）： H_2O_2

(31%)：去離子水 (DIW) = 1 : 3 : 30 (體積比) 的洗淨液予以洗淨 (SC-1 洗淨)。更具體而言，準備 2 個安裝有頻率 950kHz 的超音波發振器之洗淨槽，於此等第 1 及第 2 之洗淨槽之各槽中收容上述洗淨液且保持於 60℃，使各上述超音波振盪器作動之狀態下，使研磨後之矽晶圓浸漬於第 1 洗淨槽中 6 分鐘，隨後經過利用超純水與超音波之洗滌槽，並浸漬於第 2 洗淨槽中 6 分鐘。

[0317]

<微小顆粒 (LPD) 數評價>

使用 KLA Tencor 公司製之晶圓檢查裝置，商品名「Surfscan SP2」，計算存在於洗淨後之直徑 300mm 之矽晶圓表面之 37nm 以上大小的顆粒之個數 (LPD 數)。

[0318]

<霧度測定>

針對洗淨後之矽晶圓表面，使用 KLA Tencor 公司製之晶圓檢查裝置，商品名「Surfscan SP2」，以 DWO 模式測定霧度 (ppm)。

[0319] 將上述藉由 LPD 數評價及霧度測定所得之結果，以單獨使用羥基乙基纖維素 (HEC) 作為水溶性聚合物之比較例 A5 的 LPD 數及霧度值各自換算成 100% 之相對值而顯示於表 3。此表 3 中一併顯示各例中使用的水溶性聚合物之構成。有關實施例 A1 ~ A5 及比較例 A1 ~ A3，係以使用之各水溶性聚合物中所含的 2 種重複單位中 SP 值較大的重複單位為第 1 重複單位，SP 值小的重複單

位作為第 2 重複單位。又，顯示 LPD 數的欄中所謂「測定不可」意指上述晶圓檢查裝置所致缺陷測定中顯示 Data Overload 者，意即表示 LPD 數超過測定上限。

[0320]

[表 3]

表 3

	水溶性聚合物							性能	
	第1重複單位			第2重複單位			平均 SP值	Mw [$\times 10^4$]	霧度 [%]
	種類	SP值	莫耳比 [%]	種類	SP值	莫耳比 [%]			
實施例 A1	乙烯醇單位	18.5	73	乙酸乙烯基酯單位	11.1	27	15.1	2.8	80
實施例 A2	乙烯醇單位	18.5	73	乙酸乙烯基酯單位	11.1	27	15.1	2.8	80
實施例 A3	乙烯醇單位	18.5	78	乙酸乙烯基酯單位	11.1	22	15.6	2.7	85
實施例 A4	乙烯醇單位	18.5	80	己酸乙烯基酯單位	9.0	20	13.0	2.8	80
實施例 A5	乙烯醇單位	18.5	80	己酸乙烯基酯單位	9.0	20	13.0	0.3	80
比較例 A1	乙烯醇單位	18.5	98	乙酸乙烯基酯單位	11.1	2	18.2	2.2	225
比較例 A2	丙烯酸單位	20.2	40	丙烯酰胺單位	14.5	60	16.5	20	無法測定
比較例 A3	氧伸乙基單位	9.4	92	氧伸丙基單位	9.0	8	9.4	10	150
比較例 A4	聚(N-乙烯基吡咯啉酮)							6	400
比較例 A5	羥基乙基纖維素							25	100

[0321] 如表 3 所示，若依使用含 SP 值為 14.5 以上之重複單位 A 與 SP 值未達 14.5 之重複單位 B，且平均 SP 值為 17.5 以下之水溶性聚合物的實施例 A1~A5 之研磨液，在水溶性聚合物方面，相較於使用 HEC 之比較例 A5，在霧度值及 LPD 數上均有明顯的改善。

[0322] 相對於此，使用由在實施例 A1~A5 所用的水溶性聚合物同種之重複單位所成但平均 SP 值過高的水溶性聚合物之比較例 A1，在霧度值及 LPD 數的任一點均不及實施例 A1~A5 之結果。使用平均 SP 值為 17.5 以下但不含 SP 值未達 14.5 之重複單位 B 的水溶性聚合物之比較例 A2、使用平均 SP 值為 17.5 以下但不含 SP 值 14.5 以上之重複單位 A 的水溶性聚合物之比較例 A3、A4，其霧度值及 LPD 數的任一點均不及實施例 A1~A5。

[0323]

<<實驗例 2>>

<研磨用組成物之調製>

(實施例 B1)

於由研磨粒、氨及超純水所成之 NV 約 0.46% 的鹼性研磨粒分散液中，藉由加入以 1.5 質量% 的濃度含有水溶性聚合物 P1 之聚合物水溶液來予以混合，調製了研磨粒之濃度為 0.46%、氨 (NH₃) 的濃度為 0.010%、水溶性聚合物 HA 的濃度為 0.018%、剩餘部分為水所成之研磨用組成物。此研磨用組成物之 pH 係以 10.2。

研磨粒方面，係使用平均一次粒子徑 35nm、平均二次粒子徑 66nm 的膠體二氧化矽。上述平均一次粒子徑係使用 Micromeritics 公司製的表面積測定裝置、商品名「Flow Sorb II 2300」所測定者。又，上述平均二次粒子徑係使用日機裝股份公司製的型式「UPA-UT151」所測定之體積平均二次粒子徑（以下的例中相同）。

水溶性聚合物 P1 方面，係使用皂化度 73 莫耳%、重量平均分子量（Mw） 2.8×10^4 的聚乙烯醇。此水溶性聚合物 P1 係含聚乙烯醇單位 73 莫耳%及乙酸乙烯基酯單位 27 莫耳%之共聚物。

[0324]

（實施例 B2）

本例中，研磨粒方面係使用平均一次粒子徑 25nm、平均二次粒子徑 46nm 的膠體二氧化矽。在此研磨粒與氨與超純水所成之 NV 約 0.18% 的鹼性研磨粒分散液，藉由加入以 1.5 質量%的濃度含有水溶性聚合物 P1 之聚合物水溶液來予以混合，調製了研磨粒之濃度為 0.18%、氨的濃度為 0.005%、水溶性聚合物 HA 的濃度為 0.010%、剩餘部分為水所成之研磨用組成物。此研磨液的 pH 為 10.1。

此外，本例之研磨用組成物中水溶性聚合物 P1 及氨的濃度，係調整成每單位體積之研磨液中所含的研磨粒之表面積的水溶性聚合物及氨之含量以使與實施例 B1 之研磨液大概相同程度者。

[0325]

(實施例 B3)

本例中，係使用皂化度 79 莫耳%、 $M_w 2.7 \times 10^4$ 的聚乙烯醇（水溶性聚合物 P2）來取代實施例 B1 中水溶性聚合物 P1。其他點則與實施例 B1 同樣地實施，調製本例之研磨用組成物。

[0326]

(實施例 B4)

本例中，係使用含聚乙烯醇單位 80 莫耳%及己烷酸乙烯基酯單位 20 莫耳%且 M_w 為 2.8×10^4 之聚乙烯醇（水溶性聚合物 P3）來取代實施例 B1 中水溶性聚合物 P1。其他點則與實施例 B1 同樣地實施，調製本例之研磨用組成物。

[0327]

(實施例 B5)

本例中，係使用含聚乙烯醇單位 80 莫耳%及己烷酸乙烯基酯單位 20 莫耳%且 M_w 為 0.3×10^4 之聚乙烯醇（水溶性聚合物 P4）來取代實施例 B1 中水溶性聚合物 P1。又，使研磨用組成物中水溶性聚合物 P4 的濃度為 0.003%。其他點則與實施例 B1 同樣地實施，調製本例之研磨用組成物。

[0328]

(比較例 B1)

本例中，係使用完全皂化聚乙烯醇（皂化度 98 莫耳%、 $M_w 2.2 \times 10^4$ 的聚乙烯醇；以下稱為水溶性聚合物 P5）

來取代實施例 B1 中水溶性聚合物 P1。其他點則與實施例 B1 同樣地實施，調製本例之研磨用組成物。

[0329]

(比較例 B2)

本例中，係使用 M_w 為 6.0×10^4 的聚(N-乙烷基吡咯啉酮) (水溶性聚合物 P6) 來取代實施例 B1 中水溶性聚合物 P1。其他點則與實施例 B1 同樣地實施，調製本例之研磨用組成物。

[0330]

(比較例 B3)

本例中，係使用 M_w 為 25×10^4 的羥基乙基纖維素 (水溶性聚合物 P7) 來取代實施例 B1 中水溶性聚合物 P1。其他點則與實施例 B1 同樣地實施，調製本例之研磨用組成物。

[0331]

(比較例 B4)

本例中，係使用於聚乙炔醇上接枝了聚(N-乙烷基吡咯啉酮)之接枝共聚物 (水溶性聚合物 P8) 來取代實施例 B1 中水溶性聚合物 P1。此接枝共聚物係全體之 M_w 為 17.5×10^4 、該接枝共聚物 1 分子中所含的聚乙炔醇鏈的 M_w 為 7.5×10^4 、聚(N-乙烷基吡咯啉酮)鏈的合計 M_w 為 10×10^4 。又，上述聚乙炔醇鏈的皂化度為 98 莫耳%以上。其他點則與實施例 B1 同樣地實施，調製本例之研磨用組成物。

[0332]

<蝕刻率測定>

混合以 1.5 質量%的濃度含實施例 B1、B2 中使用的水溶性聚合物 P1 所成之聚合物水溶液與氨水（29%）與超純水，調製了水溶性聚合物 P1 的濃度為 0.18%、氨的濃度為 1.3%、剩餘部分為水所成之蝕刻率測定用藥液 LE。

準備縱 6cm、橫 3cm、厚度 775 μ m 之長方形狀之矽基板（傳導型：P 型、結晶方位：<100>），藉由將其表面的自然氧化膜浸漬於氟化氫（3%）水溶液中 1 分鐘予以去除之後，測定該矽基板的質量 W0。

將上述矽基板在室溫（25℃）浸漬於上述藥液 LE 中 12 小時之後，自該藥液 LE 取出矽基板，在 NH₃（29%）：H₂O₂（31%）：超純水=1：1：8（體積比）的洗淨液中室溫（25℃）下浸漬 10 秒鐘。將自該洗淨液取出的矽基板予以水洗，測定其質量 W1。自上述 W0 與上述 W1 之差、上述矽基板之比重（2.33g/cm³）及該矽基板的表面積（18cm²）算出蝕刻率，為 0.8nm/分。

其他實施例及比較例使用之水溶性聚合物 P2～P8 也同樣地測定蝕刻率。將所得之結果對應使用各水溶性聚合物之實施例及比較例而顯示於表 4。

[0333]

<研磨粒吸附率測定>

對實施例 B1 之研磨用組成物，使用 BECKMAN

COULTER 公司製的離心器、型式「Avanti HP-30I」以 20000 rpm 的旋轉數進行 30 分鐘的離心處理。回收上述離心處理後之上清液，使用島津製作所公司製的全有機體碳計（燃燒觸媒氧化方式、型式「TOC-5000A」）測定其上清液的全有機碳量（TOC）。藉由將測定結果以上述上清液的體積換算，求得該上清液中所含的有機碳之總量（來自上述上清液中作為自由聚合物所含之水溶性聚合物的有機碳之總量）C1。此外，自研磨用組成物之調製至離心處理開始為止的時間約 1 小時。

調製自實施例 B1 之研磨用組成物之組成去除了研磨粒所成之組成的試驗液 L0。意即，調製氨（NH₃）的濃度為 0.010%、水溶性聚合物 P1 的濃度為 0.018%、剩餘部分為水所成之試驗液 L0。以上述全有機體碳計測定此試驗液 L0 的 TOC，體積換算求得該試驗液 L0 中所含的有機碳之總量 C0。

由上述 C0 及上述 C1，藉由次式：

$$\text{研磨粒吸附率 (\%)} = [(C0 - C1) / C0] \times 100;$$

算出研磨粒吸附率時，幾乎為 0%。

有關實施例 B2～B5 及比較例 B1～B4 之研磨用組成物也同樣地實施，測定研磨粒吸附率。將所得之結果顯示於表 4。

[0334]

<矽晶圓的研磨>

直接使用各例之研磨用組成物作為研磨液，以下述的

條件研磨矽晶圓的表面。矽晶圓方面，乃藉由使用研磨漿液（Fujimi Incorporated 股份公司製、商品名「GLANZOX 2100」）對直徑為 300mm、傳導型為 P 型、結晶方位為 <100>、抵抗率為 $0.1\Omega\cdot\text{cm}$ 以上未達 $100\Omega\cdot\text{cm}$ 者進行預研磨，來調整成表面粗度 $0.1\text{nm}\sim 10\text{nm}$ 。此外，使自各研磨用組成物之調製起至研磨開始為止的時間約 1 小時。

[0335]

[研磨條件]

研磨機：岡本工作機械製作所股份公司製的葉片研磨機、型式「PNX-332B」

研磨檯：使用上述研磨機具有之 3 檯中之後段之 2 檯，實施預研磨後之最終研磨第 1 段及第 2 段。

（以下的條件於各檯均相同）

研磨荷重：15kPa

定盤旋轉數：30rpm

頭旋轉數：30rpm

研磨時間：2 分

研磨液的溫度：20℃

研磨液的供給速度：2.0 升/分（湧出使用）

[0336]

<洗淨>

將研磨後之矽晶圓使用 NH_3 （29%）： H_2O_2 （31%）：去離子水（DIW）=1：3：30（體積比）的洗淨液予以洗淨（SC-1 洗淨）。更具體而言，準備 2 個安裝有頻率

950kHz 之超音波振盪器之洗淨槽，於此等第 1 及第 2 之洗淨槽之各槽中收容上述洗淨液且保持於 60℃，使各上述超音波振盪器作動之狀態下，使研磨後之矽晶圓浸漬於第 1 洗淨槽中 6 分鐘，隨後經過利用超純水與超音波之洗滌槽，並浸漬於第 2 洗淨槽中 6 分鐘。

[0337]

<微小顆粒（LPD）數評價>

使用 KLA Tencor 公司製之晶圓檢查裝置，商品名「Surfscan SP2」，計算存在於洗淨後之直徑 300mm 之矽晶圓表面之 37nm 以上大小的顆粒之個數（LPD 數）。

[0338]

<霧度測定>

針對洗淨後之矽晶圓表面，使用 KLA Tencor 公司製之晶圓檢查裝置，商品名「Surfscan SP2」，以 DWO 模式測定霧度（ppm）。

[0339] 將上述藉由 LPD 數評價及霧度測定所得之結果，以單獨使用完全皂化聚乙烯醇（PVA）作為水溶性聚合物之比較例 B1 的 LPD 數及霧度值各自換算成 100%之相對值而顯示於表 4。表 4 顯示 LPD 數欄中，「測定不可」意指上述晶圓檢查裝置所致缺陷測定中顯示 Data Overload 者，意即表示 LPD 數超過測定上限。

[0340]

<過濾性評價>

將各例之研磨液以溫度 25℃、過濾差壓 50kPa 的條

件進行抽氣過濾。過濾器方面，係使用日本 POUL 公司製的圓盤過濾器、商品名「ultipore（登錄商標）N66」（直徑 47mm、定格過濾精度 0.2 μ m）。在通過上述過濾器之研磨用組成物之流動停止為止，從通過該過濾器的研磨用組成物之體積，以下述 2 水準來評價過濾性。將所得之結果顯示於表 4 的「過濾性」之欄。

A：通過過濾器的研磨用組成物之體積為 25mL 以上。

C：通過過濾器的研磨用組成物之體積未達 25mL。

[0341]

[表 4]

表 4

	水溶性聚合物	研磨粒吸附率 [%]	蝕刻率 [nm/min]	平均一次 粒徑[nm]	霧度 [%]	LPD [%]	過濾性
實施例 B1	P1	0	0.8	35	36	40	A
實施例 B2	P1	0	0.8	25	31	40	A
實施例 B3	P2	0	0.9	35	38	43	A
實施例 B4	P3	0	0.8	35	40	40	A
實施例 B5	P4	0	0.8	35	36	40	A
比較例 B1	P5	0	2.8	35	100	100	A
比較例 B2	P6	90	1.0	35	178	無法測定	A
比較例 B3	P7	51	3.4	35	44	50	C
比較例 B4	P8	51	2.0	35	67	65	C

P1: 乙烯醇(73莫耳%)-乙酸乙烯基酯(27莫耳%)共聚物; Mw 2.8x10⁴
P2: 乙烯醇(79莫耳%)-乙酸乙烯基酯(21莫耳%)共聚物; Mw 2.7x10⁴
P3: 乙烯醇(80莫耳%)-己酸乙烯基酯(20莫耳%)共聚物; Mw 2.8x10⁴
P4: 乙烯醇(80莫耳%)-己酸乙烯基酯(20莫耳%)共聚物; Mw 0.3x10⁴
P5: 乙烯醇(98莫耳%)-乙酸乙烯基酯(2莫耳%)共聚物; Mw 2.2x10⁴
P6: 聚乙烯基吡咯啉酮; Mw 6.0x10⁴
P7: 羥基乙基纖維素; Mw 25x10⁴
P8: 聚乙烯醇(Mw 7.5x10⁴)-聚乙烯基吡咯啉酮(Mw 10x10⁴)接枝共聚物

[0342] 如表 4 中所示，水溶性聚合物方面，使用完全皂化 PVA 之比較例 B1 的研磨液其研磨粒吸附率雖為 20%以下。但因蝕刻率較 2.0nm/分高而為表面保護性能低者。因此，相較於使用 HEC 之比較例 B3，過濾性提昇者的霧度明顯地變高。

相對於此，若依滿足研磨粒吸附率 20%以下及蝕刻率 2.0nm/分以下雙方之實施例 B1~B5 之研磨液，除了可確保與比較例 B1 同樣良好的過濾性之外，相較於比較例

B1，亦可使霧度值及 LPD 數大幅地降低。藉由實施例 B1～B5 之研磨液所實現的霧度值及 LPD 數的減低效果，亦進一步較比較例 B3 要高。

另一方面，雖然蝕刻率低，但研磨粒吸附率高的比較例 B2 之研磨液不管在霧度減低及 LPD 數減低的任一點效果均低。此係因為研磨粒吸附率過高，自由聚合物之量不足，無法發揮充分的表面保護效果。比較例 B3 及顯示與此同等之研磨粒吸附率的比較例 B4 之研磨液，相較於實施例 B1～B5，在霧度值減低效果及 LPD 數減低效果上均較差。

[0343]

<<實驗例 3>>

<研磨用組成物之調製>

（實施例 C1）

準備含研磨粒 12%及氨 0.26%（0.16 莫耳/L）且剩餘部分為水所成之鹼性研磨粒分散液（A 劑），與以 1.5%的濃度含有水溶性聚合物之聚合物水溶液（B 劑）。

上述研磨粒方面，係使用平均一次粒子徑 35nm、平均二次粒子徑 66nm 的膠體二氧化矽（研磨粒 GA）。上述平均一次粒子徑係使用 Micromeritics 公司製的表面積測定裝置、商品名「Flow Sorb II 2300」所測定者。又，上述平均二次粒子徑係使用日機裝股份公司製的型式「UPA-UT151」所測定之體積平均二次粒子徑（以下的例中相同）。

上述水溶性聚合物方面，係使用皂化度 73 莫耳%、重量平均分子量 (M_w) 2.8×10^4 的聚乙烯醇（水溶性聚合物 HA）。此水溶性聚合物 HA 乃具有以 27 莫耳%的比例含有乙酸乙烯基酯單位作為具有乙醯氧基之重複單位的分子構造。

將上述 A 劑 808g 以超純水 19000g 予以稀釋，調製研磨粒濃度約 0.49%、氨濃度 0.006 莫耳/L 之第 1 組成物。此第 1 組成物（上述 A 劑的稀釋液）中添加上述 B 劑 246g 予以混合，藉此調製研磨粒 GA 的濃度為 0.48%、氨的濃度為 0.010%（0.006 莫耳/L）、水溶性聚合物 HA 的濃度為 0.018%、剩餘部分為水所成之研磨用組成物（pH10.2）。將此研磨用組成物在室溫攪拌約 1 小時之後，使用於後述矽晶圓的研磨。

[0344]

（實施例 C2）

準備含研磨粒 GA9.4%及氨 0.20%（0.12 莫耳/L）且剩餘部分為水所成之鹼性研磨粒分散液（A 劑），與以 15%的濃度含水溶性聚合物之聚合物水溶液（B 劑）。

上述水溶性聚合物方面，係使用皂化度 79 莫耳%、 $M_w 2.7 \times 10^4$ 的聚乙烯醇（水溶性聚合物 HB）。此水溶性聚合物 HB 係具有以 21 莫耳%的比例含乙酸乙烯基酯單位之分子構造。

將上述 A 劑 1030g 以超純水 19000g 予以稀釋，調製研磨粒濃度約 0.48%、氨濃度 0.006 莫耳/L 之第 1 組成

物。於此第 1 組成物（上述 A 劑的稀釋液）中添加上述 B 劑 25g 予以混合，藉此調製研磨粒 GA 的濃度為 0.48%、氨的濃度為 0.010%（0.006 莫耳/L）、水溶性聚合物 HB 的濃度為 0.019%、剩餘部分為水所成之研磨用組成物（pH10.2）。將此研磨用組成物在室溫攪拌約 1 小時之後，使用於後述之矽晶圓的研磨。

[0345]

（實施例 C3）

準備含研磨粒 GA19.2%及氨 0.41%（0.28 莫耳/L）且剩餘部分為水所成之鹼性研磨粒分散液（A 劑）與以 15%的濃度含水溶性聚合物 HB 之聚合物水溶液（B 劑）。

將上述 A 劑 1005g 以超純水 39000g 稀釋，調製研磨粒濃度約 0.48%、氨濃度 0.006 莫耳/L 之第 1 組成物。於此第 1 組成物（上述 A 劑的稀釋液）中添加上述 B 劑 49g 予以混合，藉此調製研磨粒 GA 的濃度為 0.48%、氨的濃度為 0.010%（0.006 莫耳/L）、水溶性聚合物 HB 的濃度為 0.019%、剩餘部分為水所成之研磨用組成物（pH10.2）。將此研磨用組成物在室溫攪拌約 1 小時之後，使用於後述之矽晶圓的研磨。

[0346]

（實施例 C4）

準備含研磨粒 5.2%及氨 0.11%（0.067 莫耳/L）且剩餘部分為水所成之鹼性研磨粒分散液（A 劑）與以 1.5%的濃度含水溶性聚合物 HA 之聚合物水溶液（B 劑）。

上述研磨粒方面，係使用平均一次粒子徑 25nm、平均二次粒子徑 46nm 的膠體二氧化矽（研磨粒 GB）。

將上述 A 劑 532g 以超純水 19000g 稀釋，調製研磨粒濃度約 0.18%、氨濃度 0.002 莫耳/L 之第 1 組成物。於此第 1 組成物（上述 A 劑的稀釋液）中添加上述 B 劑 123g 予以混合，藉此調製研磨粒 GB 的濃度為 0.18%、氨的濃度為 0.003%（0.002 莫耳/L）、水溶性聚合物 HA 的濃度為 0.009%、剩餘部分為水所成之研磨用組成物（pH10.2）。將此研磨用組成物在室溫攪拌約 1 小時之後，使用於後述之矽晶圓的研磨。

此外，本例之研磨用組成物中水溶性聚合物 HA 及氨的濃度，係調整成每單位體積之研磨用組成物中所含的研磨粒之表面積其水溶性聚合物 HA 及氨之含量大概與實施例 C1 之研磨用組成物大概相同程度者。

[0347]

（比較例 C1）

調製研磨粒 GA 的濃度為 9.2%、氨的濃度為 0.20%（0.12 莫耳/L）、水溶性聚合物 HA 的濃度為 0.35%、剩餘部分為水所成之濃縮液。

自上述濃縮液的調製起約經過 24 小時後，將該濃縮液 1055g 以超純水 19000g 予以稀釋，藉此調製研磨粒 GA 的濃度為 0.48%、氨的濃度為 0.010%（0.006 莫耳/L）、水溶性聚合物 HA 的濃度為 0.018%、剩餘部分為水所成之研磨用組成物（pH10.2）。將此研磨用組成物在室溫攪拌

約 1 小時之後，使用於後述之矽晶圓的研磨。

[0348]

(比較例 C2)

本例中，係使用完全皂化聚乙烯醇（皂化度 98 莫耳 %、 $M_w 2.2 \times 10^4$ 的聚乙烯醇；以下記為「PVA」）來取代實施例 C1 中水溶性聚合物 HA。其他點係與實施例 C1 同樣地實施，調製研磨粒 GA 的濃度為 0.48%、氨的濃度為 0.010%（0.006 莫耳/L）、PVA 的濃度為 0.018%、剩餘部分為水所成之研磨用組成物（pH10.2）。將此研磨用組成物在室溫攪拌約 1 小時之後，使用於後述之矽晶圓的研磨。

[0349]

(比較例 C3)

本例中，係使用 M_w 為 6×10^4 的聚（N-乙基吡咯啉酮）（以下記為「PVP」）來取代實施例 C2 中水溶性聚合物 HB。其他點係與實施例 C2 同樣地實施，調製研磨粒 GA 的濃度為 0.48%、氨的濃度為 0.010%（0.006 莫耳/L）、PVP 的濃度為 0.019%、剩餘部分為水所成之研磨用組成物（pH10.2）。將此研磨用組成物在室溫攪拌約 1 小時之後，使用於後述之矽晶圓的研磨。

[0350]

(比較例 C4)

調製研磨粒 GA 的濃度為 9.2%、氨的濃度為 0.2%（0.12 莫耳/L）、水溶性聚合物之濃度為 0.35%、剩餘部

分為水所成之濃縮液。

上述水溶性聚合物方面，係使用 M_w 為 25×10^4 的羥基乙基纖維素（以下記為「HEC」）。

自上述濃縮液的調製起約經過 24 小時之後，將該濃縮液 1055g 以超純水 19000g 稀釋，藉此調製研磨粒 GA 的濃度為 0.48%、氨的濃度為 0.010%（0.006 莫耳/L）、HEC 的濃度為 0.018%、剩餘部分為水所成之研磨用組成物（pH10.2）。將此研磨用組成物在室溫攪拌約 1 小時之後，使用於後述之矽晶圓的研磨。

[0351]

<矽晶圓的研磨>

直接使用各例之研磨用組成物作為研磨液，以下述的條件研磨矽晶圓的表面。矽晶圓方面，係使用研磨漿液（Fujimi Incorporated 股份公司製、商品名「GLANZOX 2100」）對直徑為 300mm、傳導型為 P 型、結晶方位為 <100>、抵抗率為 $0.1\Omega \cdot \text{cm}$ 以上未達 $100\Omega \cdot \text{cm}$ 者進行預研磨，藉此調整成表面粗度 $0.1\text{nm} \sim 10\text{nm}$ 來使用。

[0352]

[研磨條件]

研磨機：岡本工作機械製作所股份公司製的葉片研磨機、型式「PNX-332B」

研磨檯：使用上述研磨機具有之 3 檯中之後段之 2 檯，實施預研磨後之最終研磨第 1 段及第 2 段。

（以下的條件於各檯均相同）

研磨荷重：15kPa

定盤旋轉數：30rpm

頭旋轉數：30rpm

研磨時間：2 分

研磨液的溫度：20℃

研磨液的供給速度：2.0 升/分（湧出使用）

[0353]

<洗淨>

將研磨後之矽晶圓使用 NH_3 （29%）： H_2O_2 （31%）：去離子水（DIW）=1：3：30（體積比）的洗淨液予以洗淨（SC-1 洗淨）。更具體而言，準備 2 個安裝有頻率 950 kHz 之超音波振盪器之洗淨槽，於此等第 1 及第 2 之洗淨槽之各槽中收容上述洗淨液且保持於 60℃，使各上述超音波振盪器作動之狀態下，使研磨後之矽晶圓浸漬於第 1 洗淨槽中 6 分鐘，隨後經過利用超純水與超音波之洗滌槽，並浸漬於第 2 洗淨槽中 6 分鐘。

[0354]

<微小顆粒（LPD）數評價>

使用 KLA Tencor 公司製之晶圓檢查裝置，商品名「Surfscan SP2」，計算存在於洗淨後之直徑 300mm 之矽晶圓表面之 37nm 以上大小的顆粒之個數（LPD 數）。

[0355]

<霧度測定>

針對洗淨後之矽晶圓表面，使用 KLA Tencor 公司製

之晶圓檢查裝置，商品名「Surfscan SP2」，以 DWO 模式測定霧度（ppm）。

[0356] 將上述藉由 LPD 數評價及霧度測定所得之結果，以單獨使用羥基乙基纖維素（HEC）作為水溶性聚合物之比較例 C4 的 LPD 數及霧度值各自換算成 100% 之相對值而顯示於表 5。表 5 中顯示 LPD 數之欄所謂「測定不可」意指上述晶圓檢查裝置所致缺陷測定中顯示 Data Overload 者，意即表示 LPD 數超過測定上限。

[0357]

<過濾性評價>

將各例之研磨用組成物以溫度 25℃、過濾差壓 50kPa 的條件進行抽氣過濾。過濾器方面，係使用日本 POUL 公司製的圓盤過濾器、商品名「ultrapore（登錄商標）N66」（直徑 47mm、定格過濾精度 0.2μm）。在通過上述過濾器之研磨用組成物之流動停止為止，從通過該過濾器的研磨用組成物之體積，以下述 2 水準來評價過濾性。將所得之結果顯示於表 5 的「過濾性」之欄。

A：通過過濾器的研磨用組成物之體積為 25mL 以上。

C：通過過濾器的研磨用組成物之體積未達 25mL。

[0358]

[表 5]

表 5

	研磨粒	水溶性聚合物 (皂化度)	調製順序	霧度 [%]	LPD [%]	過濾性
實施例C1	GA	HA (73莫耳%)	① 將研磨粒濃度12質量%、NH ₃ 濃度0.16莫耳/L之A劑稀釋成 研磨粒濃度0.49質量%、NH ₃ 濃度0.006莫耳/L。 ② 將含水性聚合物之B劑添加至上述稀釋液中,調製研磨粒 濃度0.48質量%、NH ₃ 濃度0.006莫耳/L之混合物。	80	60	A
實施例C2	GA	HB (79莫耳%)	① 將研磨粒濃度9.4質量%、NH ₃ 濃度0.12莫耳/L之A劑稀釋成 研磨粒濃度0.48質量%、NH ₃ 濃度0.006莫耳/L。 ② 將含水性聚合物之B劑添加至上述稀釋液中,調製研磨粒 濃度0.48質量%、NH ₃ 濃度0.006莫耳/L之混合物。	85	65	A
實施例C3	GA	HB (79莫耳%)	① 將研磨粒濃度19.2質量%、NH ₃ 濃度0.28莫耳/L之A劑稀釋成 研磨粒濃度0.48質量%、NH ₃ 濃度0.006莫耳/L。 ② 將含水性聚合物之B劑添加至上述稀釋液中,調製研磨粒 濃度0.48質量%、NH ₃ 濃度0.006莫耳/L之混合物。	85	60	A
實施例C4	GB	HA (73莫耳%)	① 將研磨粒濃度5.2質量%、NH ₃ 濃度0.067莫耳/L之A劑稀釋 成研磨粒濃度0.18質量%、NH ₃ 濃度0.002莫耳/L。 ② 將含水性聚合物之B劑添加至上述稀釋液中,調製研磨粒 濃度0.18質量%、NH ₃ 濃度0.002莫耳/L之混合物。	70	50	A
比較例C1	GA	HA (73莫耳%)	將研磨粒濃度9.2質量%、NH ₃ 濃度0.12莫耳/L且含水性聚合物之濃縮液 予以稀釋,調製研磨粒濃度0.48質量%、NH ₃ 濃度0.006莫耳/L之混合物。	210	200	A
比較例C2	GA	PVA	① 將研磨粒濃度12質量%、NH ₃ 濃度0.16莫耳/L之A劑稀釋成 研磨粒濃度0.49質量%、NH ₃ 濃度0.006莫耳/L。 ② 將含水性聚合物之B劑添加至上述稀釋液中,調製研磨粒 濃度0.48質量%、NH ₃ 濃度0.006莫耳/L之混合物。	225	200	A
比較例C3	GA	PVP	① 將研磨粒濃度9.4質量%、NH ₃ 濃度0.12莫耳/L之A劑稀釋成 研磨粒濃度0.48質量%、NH ₃ 濃度0.006莫耳/L。 ② 將含水性聚合物之B劑添加至上述稀釋液中,調製研磨粒 濃度0.48質量%、NH ₃ 濃度0.006莫耳/L之混合物。	400	無法測定	A
比較例C4	GA	HEC	將研磨粒濃度9.2質量%、NH ₃ 濃度0.12莫耳/L且含水性聚合物之濃縮液 予以稀釋,調製研磨粒濃度0.48質量%、NH ₃ 濃度0.006莫耳/L之混合物。	100	100	C

[0359] 如表 5 所示，將含研磨粒及鹼性化合物之 A 劑稀釋成滿足研磨粒濃度未達 3 質量%及氨濃度 0.1 莫耳/L 以下的至少一方之後，於其稀釋液中添加水溶性聚合物 HA 之水溶液所製造之實施例 C1 之研磨用組成物，相較

於將鹼性化合物與水溶性聚合物 HA 共存之濃縮液稀釋所製造之比較例 C1 之研磨用組成物，霧度值及 LPD 數的任一點均明顯地變優。又，實施例 C1 之研磨用組成物，對使用泛用之水溶性聚合物 HEC 的比較例 C4 而言，其霧度值及 LPD 數的減低效果亦高，且相較於比較例 C4，在過濾性的點上明顯地變優。以與實施例 C1 同樣的方法所製造之實施例 C2~C4 之研磨用組成物，亦為霧度值及 LPD 數的減低效果高且過濾性佳者。

另一方面，雖與水溶性聚合物 HA、HB 同樣地含乙烯醇單位，但使用實質上不含乙酸乙烯基酯單位之 PVA 的比較例 C2 之研磨用組成物，雖以與實施例 C1~C4 同樣的方法所製造的，但卻非為實現如實施例 C1~C4 的霧度值及 LPD 數的減低效果者。使用不含酯鍵之水溶性聚合物 PVP 而以與實施例 C1~C4 同樣的方法所製造之比較例 C3 之研磨用組成物，在霧度值及 LPD 數的點上不及實施例 C1~C4。

[0360] 此外，實施例 C1~C4 中雖使自調製研磨用組成物至用於研磨為止的保存時間為在室溫約 1 小時，但使此保存時間為 12 小時或 48 小時時，在與比較例 C1~C4 的比較下，確認了可獲得與表 5 同樣的效果。

又，實施例 C1~C4 的各研磨用組成物在使用於研磨之前，即刻算出各研磨用組成物中所含構成水溶性聚合物之單體的乙酸乙烯基酯單位的莫耳數對全重複單位的莫耳數之比，得知實施例 C1 為 25%、實施例 C2 為 19%、實

施例 C3 為 19%、實施例 C4 為 16%。意即，可確認實施例 C1~C4 之研磨用組成物實際被用於研磨的時點，係含乙酸乙烯基酯單位的莫耳比維持在 5%以上之水溶性聚合物（皂化度 95 莫耳%以下的聚乙烯醇）。

此外，上述莫耳比係將研磨用組成物中所含的研磨粒以離心使其沈降所得之上清液作為試料液，於該試料液中添加鹼性化合物予以加溫，並藉由滴定來求得使其完全皂化時的鹼性化合物消費量，從其結果算出羧酸乙烯基單位的莫耳數及乙烯醇單位的莫耳數，再藉此計算出該莫耳比。

[0361]

<<實驗例 4>>

<研磨用組成物之調製>

（實施例 D1）

A 劑方面，係準備含研磨粒 12%及氨 0.26%（0.16 莫耳/L）且剩餘部分為水所成之鹼性研磨粒分散液（A1 劑）。上述研磨粒方面，係使用平均一次粒子徑 35nm、平均二次粒子徑 66nm 的膠體二氧化矽（研磨粒 GA）。上述平均一次粒子徑係使用 Micromeritics 公司製的表面積測定裝置、商品名「Flow Sorb II 2300」所測定者。又，上述平均二次粒子徑係使用日機裝股份公司製的型式「UPA-UT151」所測定之體積平均二次粒子徑（以下的例中相同）。

B 劑方面，係準備以 1.5%的濃度含水溶性聚合物所成

之聚合物水溶液（B1 劑）。上述水溶性聚合物方面，係使用皂化度 73 莫耳%、重量平均分子量（ M_w ） 2.8×10^4 的聚乙烯醇（水溶性聚合物 HA）。此水溶性聚合物 HA 係具有以 27 莫耳%的比例含有乙酸乙烯基酯單位作為具有乙醯氧基之重複單位的分子構造。

於上述 A1 劑 808g 中添加上述 B1 劑 246g，調製研磨粒濃度 9.2%、氨濃度 0.12 莫耳/L 之研磨用組成物原液。自上述原液的調製起 1 分後（意即，在混合 A1 劑與 B1 劑起 1 分後）加入超純水，將該原液以體積換算計 20 倍予以稀釋，調製研磨粒濃度 0.46%、氨濃度 0.006 莫耳/L 之研磨用組成物（pH10.2）。

[0362]

（實施例 D2）

A 劑方面，係準備含研磨粒 GA9.4%及氨 0.20%（0.12 莫耳/L）且剩餘部分為水所成之鹼性研磨粒分散液（A2 劑）。

B 劑方面，係準備以 15%的濃度含有水溶性聚合物之聚合物水溶液（B2 劑）。上述水溶性聚合物方面，係使用皂化度 79 莫耳%、 $M_w 2.7 \times 10^4$ 的聚乙烯醇（水溶性聚合物 HB）。此水溶性聚合物 HB 係具有以 21 莫耳%的比例含有乙酸乙烯基酯單位之分子構造。

於上述 A2 劑 1030g 中添加上述 B2 劑 25g，調製研磨粒濃度 9.2%、氨濃度 0.12 莫耳/L 之研磨用組成物原液。藉由於上述原液的調製起至 1 小時後加入超純水，將該原

液稀釋成以體積換算計 20 倍，調製研磨粒濃度 0.46%、
氨濃度 0.006 莫耳/L 之研磨用組成物（pH10.2）。

[0363]

（實施例 D3）

實施例 D1 中，將調製研磨用組成物原液起至以超純水稀釋為止的時間變更為 6 小時。其他點係與實施例 D1 同樣地實施，調製本例之研磨用組成物。

[0364]

（實施例 D4）

A 劑方面，係準備含研磨粒 GA19.2%及氨 0.41%（0.28 莫耳/L）且剩餘部分為水所成之鹼性研磨粒分散液（A3 劑）。

B 劑方面，係準備以 15%的濃度含有水溶性聚合物之聚合物水溶液（B2 劑）。上述水溶性聚合物方面，係使用皂化度 79 莫耳%、 $M_w 2.7 \times 10^4$ 的聚乙烯醇（水溶性聚合物 HB）。此水溶性聚合物 HB 係具有以 21 莫耳%的比例含有乙酸乙烯基酯單位之分子構造。

於上述 A3 劑 1005g 中添加上述 B2 劑 49g，調製研磨粒濃度 18.3%、氨濃度 0.24 莫耳/L 之研磨用組成物原液。藉由自上述原液的調製起至 12 小時後加入超純水，將該原液稀釋成以體積換算計 40 倍，調製研磨粒濃度 0.46%、氨濃度 0.006 莫耳/L 之研磨用組成物（pH10.2）。

[0365]

（實施例 D5）

A 劑方面，係準備含研磨粒 4.4%及氨 0.11%（0.067 莫耳/L）且剩餘部分為水所成之鹼性研磨粒分散液（A4 劑）。上述研磨粒方面，係使用平均一次粒子徑 25nm、平均二次粒子徑 46nm 的膠體二氧化矽（研磨粒 GB）。

B 劑方面，係使用以 1.5%的濃度含有水溶性聚合物 HA 之聚合物水溶液（B1 劑）。

於上述 A4 劑 532g 中添加上述 B1 劑 123g，調製研磨粒濃度 3.6%、氨濃度 0.055 莫耳/L 之研磨用組成物原液。藉由自上述原液的調製起至 20 小時後加入超純水，將該原液稀釋成以體積換算計 20 倍，調製研磨粒濃度 0.18%、氨濃度 0.003 莫耳/L 之研磨用組成物（pH10.2）。

[0366]

（比較例 D1）

實施例 D1 中，將調製研磨用組成物原液起至以超純水稀釋為止的時間變更為 30 小時。其他點係與實施例 D1 同樣地實施，調製本例之研磨用組成物（研磨粒濃度 0.46%、氨濃度 0.006 莫耳/L）。

[0367]

（比較例 D2）

實施例 D2 中，將調製研磨用組成物原液起至以超純水稀釋為止的時間變更為 64 小時。其他點係與實施例 D1 同樣地實施，調製本例之研磨用組成物（研磨粒濃度 0.46%、氨濃度 0.006 莫耳/L）。

[0368]

(比較例 D3)

本例中，B 劑方面，係使用以 1.5% 的濃度含完全皂化聚乙 烯醇（皂化度 98 莫耳 %、 $M_w 2.2 \times 10^4$ 的聚乙 烯醇；以下記為「PVA」）之聚合物水溶液（B3 劑）。

於上述 A1 劑 808g 中添加上述 B3 劑 246g，調製研磨粒濃度 9.2%、氮濃度 0.12 莫耳/L 之研磨用組成物原液。藉由自上述原液的調製起 1 分後加入超純水，將該原液稀釋成以體積換算計 20 倍，調製研磨粒濃度 0.46%、氮濃度 0.006 莫耳/L 之研磨用組成物（pH10.2）。

[0369]

(比較例 D4)

本例中，B 劑方面，可使用以 1.5% 的濃度含 M_w 為 6×10^4 的聚（N-乙 烯基吡咯啉酮）（以下記為「PVP」）之聚合物水溶液（B4 劑）。

於上述 A1 劑 808g 中添加上述 B4 劑 246g，調製研磨粒濃度 9.2%、氮濃度 0.12 莫耳/L 之研磨用組成物原液。藉由自上述原液的調製起至 6 小時後加入超純水，將該原液稀釋成以體積換算計 20 倍，調製研磨粒濃度 0.46%、氮濃度 0.006 莫耳/L 之研磨用組成物（pH10.2）。

[0370]

(比較例 D5)

本例中，B 劑方面，可使用以 1.5% 的濃度含 M_w 為 25×10^4 的羥基乙基纖維素（以下記為「HEC」）之聚合物水溶液（B5 劑）。

於上述 A1 劑 808g 中添加上述 B5 劑 246g，調製研磨粒濃度 9.2%、氨濃度 0.12 莫耳/L 之研磨用組成物原液。藉由自上述原液的調製起至 6 小時後加入超純水，將該原液稀釋成以體積換算計 20 倍，調製研磨粒濃度 0.46%、氨濃度 0.006 莫耳/L 之研磨用組成物（pH10.2）。

[0371]

<矽晶圓的研磨>

將如此調製之實施例 D1～D5 及比較例 D1～D5 之研磨用組成物，於室溫攪拌約 1 小時而保存。其後，直接使用各例之研磨用組成物作為研磨液，以下述的條件研磨矽晶圓的表面。矽晶圓方面，藉由使用研磨漿液（Fujimi Incorporated 股份公司製、商品名「GLANZOX 2100」）對直徑為 300mm、傳導型為 P 型、結晶方位為<100>、抵抗率為 $0.1\Omega\cdot\text{cm}$ 以上未達 $100\Omega\cdot\text{cm}$ 者進行預研磨來調整表面粗度至 0.1nm～10nm 來使用。

[0372]

[研磨條件]

研磨機：岡本工作機械製作所股份公司製的葉片研磨機、型式「PNX-332B」

研磨檯：使用上述研磨機具有之 3 檯中之後段之 2 檯，實施預研磨後之最終研磨第 1 段及第 2 段。

（以下的條件於各檯均相同）

研磨荷重：15kPa

定盤旋轉數：30rpm

頭旋轉數：30rpm

研磨時間：2 分

研磨液的溫度：20℃

研磨液的供給速度：2.0 升/分（湧出使用）

[0373]

<洗淨>

將研磨後之矽晶圓使用 NH_3 （29%）： H_2O_2 （31%）：去離子水（DIW）=1：3：30（體積比）的洗淨液進行洗淨（SC-1 洗淨）。更具體而言，準備 2 個安裝有頻率 950 kHz 之超音波振盪器之洗淨槽，於此等第 1 及第 2 之洗淨槽之各槽中收容上述洗淨液且保持於 60℃，使各上述超音波振盪器作動之狀態下，使研磨後之矽晶圓浸漬於第 1 洗淨槽中 6 分鐘，隨後經過利用超純水與超音波之洗滌槽，並浸漬於第 2 洗淨槽中 6 分鐘。

[0374]

<微小顆粒（LPD）數評價>

使用 KLA Tencor 公司製之晶圓檢查裝置，商品名「Surfscan SP2」，計算存在於洗淨後之直徑 300mm 之矽晶圓表面之 37nm 以上大小的顆粒之個數（LPD 數）。

[0375]

<霧度測定>

針對洗淨後之矽晶圓表面，使用 KLA Tencor 公司製之晶圓檢查裝置，商品名「Surfscan SP2」，以 DWO 模式測定霧度（ppm）。

[0376] 將上述藉由 LPD 數評價及霧度測定所得之結果，水溶性聚合物方面，使單獨使用羥基乙基纖維素（HEC）之比較例 D5 的 LPD 數及霧度值各自換算成 100% 之相對值而顯示於表 6。表 6 之顯示 LPD 數的欄中，「無法測定」意指上述晶圓檢查裝置所致缺陷測定中顯示 Data Overload 者，意即表示 LPD 數超過測定上限。

[0377]

<過濾性評價>

將各例之研磨用組成物以溫度 25℃、過濾差壓 50kPa 的條件進行抽氣過濾。過濾器方面，係使用日本 POUL 公司製的圓盤過濾器、商品名「ultipore（登錄商標）N66」（直徑 47mm、定格過濾精度 0.2 μ m）。在通過上述過濾器之研磨用組成物之流動停止為止時，從通過該過濾器之研磨用組成物的體積，可以下述 2 水準來評價過濾性。將所得之結果顯示於表 6 之「過濾性」的欄。

A：通過過濾器的研磨用組成物之體積為 25mL 以上。

C：通過過濾器的研磨用組成物之體積未達 25mL。

[0378]

[表 6]

表 6

	A劑 (研磨粒)	B劑 (水溶性聚合物)	原液調製後至稀 釋為止的時間	研磨粒濃度 [wt%]		NH ₃ 濃度[莫耳/L]		霧度 [%]	LPD [%]	過濾性
				原液	研磨用組成物	原液	研磨用組成物			
實施例 D1	A1 (GA)	B1 (HA; 皂化度73莫耳%)	1分鐘	9.2	0.46	0.12	0.006	80	60	A
實施例 D2	A2 (GA)	B2 (HB; 皂化度79莫耳%)	1小時	9.2	0.46	0.12	0.006	85	65	A
實施例 D3	A1 (GA)	B1 (HA; 皂化度73莫耳%)	6 小時	9.2	0.46	0.12	0.006	85	65	A
實施例 D4	A3 (GA)	B2 (HB; 皂化度79莫耳%)	12 小時	18.3	0.46	0.24	0.006	90	70	A
實施例 D5	A4 (GB)	B1 (HA; 皂化度73莫耳%)	20 小時	3.6	0.18	0.055	0.003	85	70	A
比較例 D1	A1 (GA)	B1 (HA; 皂化度73莫耳%)	30 小時	9.2	0.46	0.12	0.006	210	200	A
比較例 D2	A2 (GA)	B2 (HB; 皂化度79莫耳%)	64 小時	9.2	0.46	0.12	0.006	230	210	A
比較例 D3	A1 (GA)	B3 (PVA)	1分鐘	9.2	0.46	0.12	0.006	225	200	A
比較例 D4	A1 (GA)	B4 (PVP)	6 小時	9.2	0.46	0.12	0.006	400	無法測定	A
比較例 D5	A1 (GA)	B5 (HEC)	6 小時	9.2	0.46	0.12	0.006	100	100	C

[0379] 如表 6 所示，使用部分皂化聚乙醇作為水溶性聚合物 H 之實施例 D1～D5 及比較例 D1～D2 之中，使自調製研磨用組成物原液起至稀釋為止的時間為 24 小

時以內所製造之實施例 D1~D5 之研磨用組成物，相較於上述時間較 24 小時更長之比較例 D1~D2，從霧度值及 LPD 數的任一點均有明顯的優異。又，實施例 D1~D5 之研磨用組成物，對使用泛用之水溶性聚合物的 HEC 之比較例 D5 而言，霧度值及 LPD 數的減低效果變高，且相較於比較例 D5，在過濾性的點上明顯地變優。

又，從實施例 D2 與實施例 D4 的比較可知，藉由使自調製原液起至稀釋為止的時間在 10 小時以內，相較於自原液的調製至 12 小時後進行稀釋時，從霧度值及 LPD 數的點來看，可製造更高性能之研磨用組成物。實施例 D3 與實施例 D5 的 LPD 值中亦表示相同的傾向。

另一方面，使用與水溶性聚合物 HA、HB 同樣地含乙烯醇單位但實質上不含乙酸乙烯基酯單位之 PVA 的比較例 D3 之研磨用組成物，雖使調製原液起至稀釋為止的時間與實施例 D1 同樣地為 1 分鐘所製造者，但未能實現如實施例 D1 之霧度值及 LPD 數的減低效果。藉由使用不含酯鍵之水溶性聚合物 PVP 而以與實施例 D1~D5 同樣的方法所製造之比較例 D4 之研磨用組成物，在霧度值及 LPD 數的點上也不及實施例 D1~D5。

[0380] 此外，實施例 D1~D5 雖使自調製研磨用組成物起至用於研磨為止的保存時間為室溫約 1 小時，但即使令此保存時間為 12 小時或 48 小時時，相較於比較例 D1~D5，確認可獲得與表 6 同樣的效果。

又，在將實施例 D1~D5 的各研磨用組成物使用於研

磨之前，即刻算出各研磨用組成物中所含構成水溶性聚合物之單體的乙酸乙烯基酯單位的莫耳數對全重複單位的莫耳數之比時，得知實施例 D1 為 27%、實施例 D2 為 18%、實施例 D3 為 15%、實施例 D4 為 10%、實施例 D5 為 8%。意即，可確認實施例 D1～D5 之研磨用組成物在實際被使用於研磨的時點，係含乙酸乙烯基酯單位的莫耳比維持在 5%以上之水溶性聚合物（皂化度 95 莫耳%以下的聚乙烯醇）。

此外，上述莫耳比係將研磨用組成物中所含的研磨粒以離心使其沈降所得之上清液作為試料液，於該試料液中添加鹼性化合物予以加溫，並藉由滴定來求得使其完全皂化時的鹼性化合物消費量，從其結果算出羧酸乙烯基單位的莫耳數及乙烯醇單位的莫耳數，再藉此計算出該莫耳比。

[0381] 以上，雖詳細地說明了本發明的具體例，但此等只不過是例示，並非是限定申請專利範圍者。申請專利範圍中所記載的技術包含以上例示之具體例的各種變形、變更者。

I640586

發明摘要

※申請案號：103110296

※申請日：103 年 03 月 19 日

※IPC 分類：

【發明名稱】(中文/英文)

研磨用組成物、研磨用組成物之製造方法及研磨用組成物之調製用套組

【中文】

本發明係提供一種研磨用組成物，其係含有具有含 SP 值相異的複數種重複單位之分子構造的水溶性聚合物，或是以既定之方法所求得之蝕刻率及研磨粒吸附率各在既定之範圍者。又，本發明提供一種研磨用組成物之製造方法，其係使用研磨粒、鹼性化合物、具有在鹼性條件下顯示水解反應性之官能基的水溶性聚合物 H 及水來製造研磨用組成物之方法，其係含以下步驟：準備至少含前述鹼性化合物之 A 劑的步驟、準備至少含前述水溶性聚合物 H 之 B 劑的步驟。

【英文】

【代表圖】

【本案指定代表圖】：無

【本代表圖之符號簡單說明】：無

【本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式】：無

申請專利範圍

1. 一種研磨用組成物，其係含研磨粒與水溶性聚合物與水之研磨用組成物，其特徵係

前述水溶性聚合物含乙烯醇單位及單羧酸乙烯基酯單位作為重複單位，

前述研磨粒之平均二次粒子徑 D_{p2} 為 20nm 以上 100nm 以下，

前述水溶性聚合物之含量為 1×10^{-4} 質量%以上 0.2 質量%以下，

基於以下蝕刻率測定之蝕刻率為 2.0nm/分以下：

(1A) 準備含前述水溶性聚合物 0.18 質量%及氨 1.3 質量%且剩餘部分為水所成之蝕刻率測定用藥液 LE；

(2A) 準備已去除了表面自然氧化膜之矽基板（縱 6cm、橫 3cm、厚度 775 μ m 之長方形狀），測定其質量 W_0 ；

(3A) 將前述矽基板在室溫浸漬於前述藥液 LE 12 小時；

(4A) 從前述藥液 LE 取出前述矽基板，在室溫以 NH_3 （29%）： H_2O_2 （31%）：超純水=1：1：8（體積比）之洗淨液洗淨 10 秒鐘；

(5A) 測定洗淨後之前述矽基板的質量 W_1 ；及

(6A) 由前述 W_0 與前述 W_1 之差及前述矽基板之比重算出蝕刻率（nm/分）；

且，基於以下研磨粒吸附率測定之研磨粒吸附率為

20%以下：

(1B) 對前述研磨用組成物進行離心處理而使前述研磨粒沈降，並測定其上清液的全有機碳量，求得該上清液中所含的有機碳之總量 C_0 ；

(2B) 準備已從前述研磨用組成物之組成去除了研磨粒而成之組成的試驗液 L_0 ，測定該試驗液 L_0 的全有機碳量，求得上述試驗液 L_0 中所含的有機碳之總量 C_1 ；

(3B) 由前述 C_0 及前述 C_1 ，以次式來算出研磨粒吸附率：

$$\text{研磨粒吸附率 (\%)} = [(C_0 - C_1) / C_0] \times 100。$$

2.如請求項 1 中記載之研磨用組成物，其中，前述水溶性聚合物係非離子性的聚合物。

3.如請求項 1 或 2 中記載之研磨用組成物，其中，前述水溶性聚合物具有含乙烯醇單位及乙酸乙烯基酯單位作為重複單位之分子構造。

4.一種研磨用組成物之製造方法，其係使用研磨粒、鹼性化合物、具有在鹼性條件下顯示水解反應性之官能基的水溶性聚合物 H 及水來製造研磨用組成物之方法，其特徵係含有下述步驟：

準備至少含前述鹼性化合物之 A 劑的步驟；

準備至少含前述水溶性聚合物 H 之 B 劑的步驟；及

藉由混合至少含前述 A 劑之第 1 組成物與至少含前述 B 劑之第 2 組成物，來調製含前述研磨粒、前述鹼性化合物、前述水溶性聚合物 H 及水且前述鹼性化合物之濃度為

0.1 莫耳/L 以下之混合物的步驟，且

前述水溶性聚合物 H 係於其分子構造中含乙烯醇單位及羧酸乙烯基酯單位。

5.如請求項 4 中記載之研磨用組成物之製造方法，其中，前述 A 劑係含前述研磨粒與前述鹼性化合物與水之研磨粒分散液 C，且

於稀釋前述研磨粒分散液 C 而調製前述第 1 組成物之後，混合該第 1 組成物與前述第 2 組成物而調製前述混合物。

6.一種研磨用組成物之製造方法，其係使用研磨粒、鹼性化合物、具有在鹼性條件下顯示水解反應性之官能基的水溶性聚合物 H 及水來製造研磨用組成物的方法，其特徵係含有下述步驟：

準備至少含前述鹼性化合物之 A 劑的步驟；

準備至少含前述水溶性聚合物 H 之 B 劑的步驟；

藉由混合至少含前述 A 劑之第 1 組成物與至少含前述 B 劑之第 2 組成物，調製含前述研磨粒、前述鹼性化合物、前述水溶性聚合物 H 及水且前述研磨粒之濃度未達 3 質量%之混合物的步驟，且

前述水溶性聚合物 H 係於其分子構造中含乙烯醇單位及羧酸乙烯基酯單位。

7.如請求項 6 中記載之研磨用組成物之製造方法，其中，前述 A 劑係含前述研磨粒與前述鹼性化合物與水之研磨粒分散液 C，且

於稀釋前述研磨粒分散液 C 而調製前述第 1 組成物之後，混合該第 1 組成物與前述第 2 組成物而調製前述混合物。

8.一種研磨用組成物之調製用套組，其係如請求項 4～7 的任一項中記載之製造方法中所用的研磨用組成物之調製用套組，其特徵係具備被互相分隔保管之前述 A 劑與前述 B 劑。

9.一種研磨用組成物之製造方法，其係使用研磨粒、鹼性化合物、具有在鹼性條件下顯示水解反應性之官能基的水溶性聚合物 H 及水來製造研磨用組成物的方法，其特徵係含有下述步驟：

準備至少含前述鹼性化合物之 A 劑的步驟；

準備至少含前述水溶性聚合物 H 之 B 劑的步驟；

至少混合前述 A 劑與前述 B 劑來調製較前述鹼性化合物之濃度高 0.02 莫耳/L 之研磨用組成物原液的步驟；

混合前述 A 劑與前述 B 劑之後於 24 小時以內，稀釋前述研磨用組成物原液使前述鹼性化合物之濃度為 0.02 莫耳/L 以下為止的步驟，且

前述水溶性聚合物 H 係於其分子構造中含乙烯醇單位及羧酸乙烯基酯單位。

10.一種研磨用組成物之製造方法，其係使用研磨粒、鹼性化合物、具有在鹼性條件下顯示水解反應性之官能基的水溶性聚合物 H 及水來製造研磨用組成物的方法，其特徵係含有下述步驟：

準備至少含前述鹼性化合物之 A 劑的步驟；

準備至少含前述水溶性聚合物 H 之 B 劑的步驟；

至少混合前述 A 劑與前述 B 劑來調製前述研磨粒之含量為 1 質量%以上之研磨用組成物原液的步驟；

混合前述 A 劑與前述 B 劑之後於 24 小時以內，稀釋前述研磨用組成物原液使前述研磨粒之含量為未達 1 質量%之濃度為止的步驟，且

前述水溶性聚合物 H 係於其分子構造中含乙烯醇單位及羧酸乙烯基酯單位。

11.如請求項 9 或 10 中記載之研磨用組成物之製造方法，其中，稀釋前述研磨用組成物原液的步驟係將該原液稀釋成以體積基準計 10 倍以上。

12.一種研磨用組成物之調製用套組，其係如請求項 9～11 的任一項中記載之製造方法中所用的研磨用組成物之調製用套組，其特徵係具備被互相分隔保管之前述 A 劑與前述 B 劑。