

(19) 日本国特許庁(JP)

再公表特許(A1)

(11) 国際公開番号

W02017/130749

発行日 平成30年11月22日 (2018.11.22)

(43) 国際公開日 平成29年8月3日 (2017.8.3)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
C09K 3/14 (2006.01)	C09K 3/14 550D	3C158
B24B 37/00 (2012.01)	C09K 3/14 550Z	5F057
H01L 21/304 (2006.01)	B24B 37/00 H	
	H01L 21/304 622D	

審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 35 頁)

出願番号 特願2017-564165 (P2017-564165)	(71) 出願人 000236702 株式会社フジミインコーポレーテッド 愛知県清須市西枇杷島町地領二丁目1番地1
(21) 国際出願番号 PCT/JP2017/001094	
(22) 国際出願日 平成29年1月13日 (2017.1.13)	
(31) 優先権主張番号 62/288,340	
(32) 優先日 平成28年1月28日 (2016.1.28)	(74) 代理人 110000671 八田国際特許業務法人
(33) 優先権主張国 米国 (US)	(72) 発明者 竹田 恒 アメリカ合衆国, オレゴン, チュアラティ ン, サウスウエスト, レプトン ドライブ 11200, フジミ コーポレーション 内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 研磨用組成物

(57) 【要約】

砥粒と、添加剤と、水溶性ポリマーとを含む研磨用組成物であって、 $D_{50(前)}$ に対する $D_{50(後)}$ の比率が 2.0 未満であり、ここで、 $D_{50(前)}$ は、前記研磨用組成物を 80 で 5 日間放置する前に測定された前記研磨用組成物の粒子の D_{50} の値であり、 $D_{50(後)}$ は、前記研磨用組成物を 80 で 5 日間放置した後に測定された前記研磨用組成物の粒子の D_{50} の値である、研磨用組成物である。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

砥粒と、添加剤と、水溶性ポリマーとを含む研磨用組成物であって、
 D_{50} (前) に対する D_{50} (後) の比率が 2.0 未満であり、
 ここで、 D_{50} (前) は、前記研磨用組成物を 80 で 5 日間放置する前に測定された
 前記研磨用組成物の粒子の D_{50} の値であり、 D_{50} (後) は、前記研磨用組成物を 80
 で 5 日間放置した後に測定された前記研磨用組成物の粒子の D_{50} の値である、研磨用
 組成物。

【請求項 2】

pH が 4.0 未満である、請求項 1 に記載の研磨用組成物。

10

【請求項 3】

pH が 3.0 未満である、請求項 2 に記載の研磨用組成物。

【請求項 4】

電気伝導度 (mS/cm) が、0.2 ~ 1.9 である、請求項 1 ~ 3 のいずれか 1 項に
 記載の研磨用組成物。

【請求項 5】

前記添加剤が、水酸基を含んでもよいカルボン酸である、請求項 1 ~ 4 のいずれか 1 項
 に記載の研磨用組成物。

【請求項 6】

前記水酸基を含んでもよいカルボン酸の分子中のカルボキシル基の数が、2 個以下であ
 る、請求項 5 に記載の研磨用組成物。

20

【請求項 7】

前記水酸基を含んでもよいカルボン酸が、乳酸およびシュウ酸の少なくとも一方である
 、請求項 5 または 6 に記載の研磨用組成物。

【請求項 8】

前記水溶性ポリマーが、少なくとも 1 つのカルボキシル基を含む、あるいは、グルコー
 スのみからなる多糖類を含む、請求項 1 ~ 7 のいずれか 1 項に記載の研磨用組成物。

【請求項 9】

前記グルコースのみからなる多糖類が、プルラン、デンプン、デキストリン、シクロデ
 キストリンまたはデキストランであり、

30

前記カルボキシル基を含む水溶性ポリマーが、ポリカルボン酸である、請求項 8 に記載
 の研磨用組成物。

【請求項 10】

前記ポリカルボン酸が、ポリアクリル酸である、請求項 9 に記載の研磨用組成物。

【請求項 11】

前記砥粒が、コロイダルシリカを含む、請求項 1 ~ 10 のいずれか 1 項に記載の研磨用
 組成物。

【請求項 12】

コロイダルシリカと、乳酸と、シュウ酸と、ポリアクリル酸とを含み、pH が 4.0 未
 満である、請求項 1 ~ 11 のいずれか 1 項に記載の研磨用組成物。

40

【請求項 13】

アゾール系抑制剤、アンモニウム塩、クエン酸およびクエン酸塩からなる群から選択さ
 れる少なくとも 1 種を含まない、請求項 1 ~ 12 のいずれか 1 項に記載の研磨用組成物。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、概して、研磨用組成物の分野に関する。

【背景技術】

【0002】

近年、半導体基板表面の多層配線化に伴い、デバイスを製造する際に、物理的に半導体

50

基板を研磨して平坦化する、いわゆる、化学的機械的研磨 (Chemical Mechanical Polishing; CMP) 技術が利用されている。CMPは、シリカやアルミナ、セリア等の砥粒、防食剤、界面活性剤などを含む研磨用組成物 (スラリー) を用いて、半導体基板等の研磨対象物 (被研磨物) の表面を平坦化する方法であり、研磨対象物 (被研磨物) は、シリコン、ポリシリコン、シリコン酸化膜 (酸化ケイ素)、シリコン窒化物や、金属等からなる配線、プラグなどである。

【0003】

例えば、CMPスラリーとして、特許文献1では、塩、可溶性セリウム、カルボン酸、およびヒュームドシリカを含む水性化学機械的研磨組成物が開示されている。

【先行技術文献】

10

【特許文献】

【0004】

【特許文献1】特表2001-507739号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

しかしながら、特許文献1に記載の水性化学機械的研磨組成物によれば、基板の研磨速度は向上しうるものの、基板表面のスクラッチが多く発生するという問題がある。特に、従来の研磨用組成物は、保管安定性が悪く、保管期間によっては、基板表面のスクラッチがより多く発生するという問題がある。

20

【0006】

そこで、本発明は、基板表面におけるスクラッチの発生を抑制し、長期間保管された場合でも、基板表面におけるスクラッチの発生を抑制できる研磨用組成物を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0007】

本発明者らは、上記課題を解決すべく、鋭意検討を行った。その結果、砥粒と、添加剤と、水溶性ポリマーとを含む研磨用組成物であって、 D_{50} (前) に対する D_{50} (後) の比率が2.0未満であり、ここで、 D_{50} (前) は、前記研磨用組成物を80で5日間放置する前に測定された前記研磨用組成物の粒子の D_{50} の値であり、 D_{50} (後) は、前記研磨用組成物を80で5日間放置した後に測定された前記研磨用組成物の粒子の D_{50} の値である、研磨用組成物を提供することによって上記課題が解決できることを見出し本発明の完成に至った。

30

【発明の効果】

【0008】

本発明によれば、基板表面におけるスクラッチの発生を抑制し、長期間保管された場合でも、基板表面におけるスクラッチの発生を抑制できる研磨用組成物を提供することができる。

【発明を実施するための形態】

【0009】

40

以下、本発明を説明する。なお、本発明は、以下の実施の形態のみには限定されない。また、本明細書において、範囲を示す「X~Y」は「X以上Y以下」を意味する。また、特記しない限り、操作および物性等の測定は室温 (20~25) / 相対湿度40~50% RHの条件で測定する。また、「重量」と「質量」、「重量%」と「質量%」、「重量部」と「質量部」は同義語として扱う。

【0010】

本発明は、砥粒と、添加剤と、水溶性ポリマーとを含む研磨用組成物であって、 D_{50} (前) に対する D_{50} (後) の比率が2.0未満であり、ここで、 D_{50} (前) は、前記研磨用組成物を80で5日間放置する前に測定された前記研磨用組成物の粒子の D_{50} の値であり、 D_{50} (後) は、前記研磨用組成物を80で5日間放置した後に測定され

50

た前記研磨用組成物の粒子の D_{50} の値である、研磨用組成物である。

【0011】

なお、本明細書中、「粒子」との用語は、砥粒を含む概念であって、砥粒が単分散している形態のみならず、凝集している形態も含む概念である。いくつかの実施形態では、粒子は、砥粒である。

【0012】

かかる構成によって、基板表面におけるスクラッチの発生を抑制し、長期間保管された場合でも、基板表面におけるスクラッチの発生を抑制できる研磨用組成物を提供することができる。

【0013】

以下、様々な実施形態を説明する。特定の実施形態は、包括的な説明や本明細書で説明された広い形態への限定を示すものではないことに留意されたい。特定の実施形態に関して説明した一態様は、必ずしもその実施形態に限定されるものではなく、(複数の)他の実施形態によって実施することができる。

【0014】

本明細書中において使用される場合、「約 (about)」の意味は、当業者には理解されるものであり、使用される文脈に応じてある程度変化する。それが使用された文脈を提供されても当業者にとって明確でない用語の使用がある場合、「約」は、特定の用語の $\pm 10\%$ までを意味する。

【0015】

構成要素を説明するための文脈(特に添付の特許請求の範囲の文脈)において、用語「a」、「an」、「前記 (the)」および同様の指示対象 (referents) の使用は、本明細書に示され、または文脈から明らかに否定されない限り、単数および複数の両方を包含するように解釈されるべきである。本明細書において、値の範囲の列挙は、本明細書において特に示唆しない限り、単に、範囲内に入るそれぞれ別個の値の個々に言及するための簡略な表記方法として用いられているに過ぎず、各別個の値は、それが個々に本明細書に列挙されているものとして、本明細書に組み込まれる。本明細書に示され、または文脈により明らかに矛盾しない限りにおいて、本明細書中に記載された全ての方法は、任意の適切な順序で行うことができる。任意および全ての例示の使用、または本明細書で提供される例示的言語(例えば、「など (such as)」)は、単により良い実施形態を明らかにするだけのものであり、特に明記しない限り、特許請求の範囲を限定するものではない。本明細書中の言語は、必須なものとして任意の非請求の要素を示すものと解釈されるべきではない。

【0016】

本明細書中において使用される場合、特に言及しない限り、用語「 D_{50} 」は、粒子径分布のメディアン径またはメディアン値を意味する。いくつかの実施形態では、「 D_{50} 」は、累積分布の50%における粒子径の値を意味する。いくつかの実施形態では、「 D_{50} 」は、体積分布のメディアン粒子径(例えば、直径)を意味する。本明細書中において使用される場合、特に言及しない限り、用語「 D_{90} 」は、体積分布の90%がこのサイズを下回る体積分布の粒子径(例えば、直径)である。同様に、本明細書において使用され、特に言及しない限り、用語「 D_{10} 」は、体積分布の10%がこのサイズを下回る体積分布の粒子径(例えば、直径)である。

【0017】

本発明の一態様によれば、砥粒と、研磨促進剤と、水溶性ポリマーとを含み、 D_{50} (前)に対する D_{50} (後)の比率が2.0未満である研磨用組成物が提供され、ここで、 D_{50} (前)は、前記組成物が保存条件を受ける前に測定された前記組成物の粒子の D_{50} の値であり、 D_{50} (後)は、前記組成物が保存条件を受けた後に測定された前記組成物の粒子の D_{50} の値である。いくつかの実施形態では、保存条件は、80で5日間である。

【0018】

10

20

30

40

50

また、本発明の他の態様によれば、砥粒と、添加剤と、水溶性ポリマーとを含み、 D_{50} (前) に対する D_{50} (後) の比率が 1.15 未満である研磨用組成物が提供され、ここで、 D_{50} (前) は、前記組成物が保存条件を受ける前に測定された前記組成物の粒子の D_{50} の値であり、 D_{50} (後) は、前記組成物が保存条件を受けた後に測定された前記組成物の粒子の D_{50} の値である。いくつかの実施形態では、保存条件は、25 で 7 日間である。

【0019】

また、本発明の他の態様によれば、砥粒と、添加剤と、水溶性ポリマーとを含む研磨用組成物が提供され、ここで、前記研磨用組成物は、pH が 4 未満（一形態では、4.0 未満）であり、静的エッチングまたは他の除去メカニズムによる非鉄配線除去速度を制御するためのアゾール系抑制剤を含まない。

10

【0020】

また、本発明の他の態様によれば、砥粒と、添加剤と、水溶性ポリマーとを含む研磨用組成物が提供され、ここで、前記研磨用組成物は、pH が 4 未満（一形態では、4.0 未満）であり、アンモニウム塩を含まない。

【0021】

また、本発明の他の態様によれば、砥粒と、添加剤と、水溶性ポリマーとを含む研磨用組成物が提供され、ここで、前記研磨用組成物は、pH が 4 未満（一形態では、4.0 未満）であり、クエン酸およびクエン酸塩を含まない。

【0022】

いくつかの実施形態では、用語「 D_{50} (前)」は、本明細書に開示された新たに生成された組成物の粒子の D_{50} の値を意味する。本明細書中、「新たに生成された組成物」とは、砥粒と、添加剤と、水溶性ポリマーとを含む成分を混合することによって新たに調製された組成物を意味する。

20

【0023】

いくつかの実施形態では、用語「 D_{50} (前)」は、本明細書に開示された組成物が保存条件を受ける前に測定された組成物の粒子の D_{50} の値を意味する。

【0024】

いくつかの実施形態では、用語「 D_{50} (前)」は、本明細書に開示された組成物を 80 で 5 日間放置する前に測定された組成物の粒子の D_{50} の値を意味する。

30

【0025】

なお、本明細書中、「保存条件を受ける前」、「放置する前」とは、砥粒と、添加剤と、水溶性ポリマーとを含む成分を混合することによって研磨用組成物を新たに調製した直後を意味し、ここで「直後」とは、研磨用組成物を構成する成分をすべて混合した時点から、いくつかの実施形態では 50 分以内、いくつかの実施形態では 45 分以内、いくつかの実施形態では 30 分以内、いくつかの実施形態では 20 分以内、いくつかの実施形態では 15 分以内、いくつかの実施形態では 10 分以内、いくつかの実施形態では 5 分以内、いくつかの実施形態では 3 分以内、いくつかの実施形態では 1 分以内の時点であり、いくつかの実施形態では 50 分、いくつかの実施形態では 45 分、いくつかの実施形態では 30 分、いくつかの実施形態では 20 分、いくつかの実施形態では 15 分、いくつかの実施形態では 10 分、いくつかの実施形態では 5 分、いくつかの実施形態では 3 分、いくつかの実施形態では 1 分の時点である。

40

【0026】

また、「80 で 5 日間放置」とは、砥粒と、添加剤と、水溶性ポリマーとを含む成分を混合することによって研磨用組成物を新たに調製（研磨用組成物を構成する成分をすべて混合）し、80 の加熱器に置いた時点から 5 日間（120 時間）放置することを意味する。「55 で 10 日間放置」も同様に考える。「25 で 7 日間放置」とは、「25」は、本明細書中、測定の基準の温度であり、加熱器等に入れる必要はないため、砥粒と、添加剤と、水溶性ポリマーとを含む成分を混合することによって研磨用組成物を新たに調製（研磨用組成物を構成する成分をすべて混合）した時点から 7 日間（168 時間）

50

放置することを意味する。

【0027】

いくつかの実施形態では、用語「 $D_{50}(\text{前})$ 」は、本明細書に開示された組成物を25で7日間放置する前に測定された組成物の粒子の D_{50} の値を意味する。

【0028】

いくつかの実施形態では、用語「 $D_{90}(\text{前})$ 」は、本明細書に開示された新たに生成された組成物の粒子の D_{90} の値を意味する。

【0029】

いくつかの実施形態では、用語「 $D_{90}(\text{前})$ 」は、本明細書に開示された組成物が保存条件を受ける前に測定された組成物の粒子の D_{90} の値を意味する。

10

【0030】

いくつかの実施形態では、用語「 $D_{90}(\text{前})$ 」は、本明細書に開示された組成物を80で5日間放置する前に測定された組成物の粒子の D_{90} の値を意味する。

【0031】

いくつかの実施形態では、用語「 $D_{90}(\text{前})$ 」は、本明細書に開示された組成物を25で7日間放置する前に測定された組成物の粒子の D_{90} の値を意味する。

【0032】

いくつかの実施形態では、用語「 $MV(\text{前})$ 」は、本明細書に開示された新たに生成された組成物の粒子径分布の平均値を意味する。

【0033】

いくつかの実施形態では、用語「 $MV(\text{前})$ 」は、本明細書に開示された組成物が保存条件を受ける前に測定された組成物の粒子の粒子径分布の平均値を意味する。

20

【0034】

いくつかの実施形態では、用語「 $MV(\text{前})$ 」は、本明細書に開示された組成物を80で5日間放置する前に測定された組成物の粒子の粒子径分布の平均値を意味する。

【0035】

いくつかの実施形態では、用語「 $MV(\text{前})$ 」は、本明細書に開示された組成物を25で7日間放置する前に測定された組成物の粒子の粒子径分布の平均値を意味する。

【0036】

いくつかの実施形態では、用語「 $D_{50}(\text{後})$ 」は、本明細書に開示された組成物が保存条件を受けた後に測定された組成物の粒子の D_{50} の値を意味する。

30

【0037】

いくつかの実施形態では、用語「 $D_{50}(\text{後})$ 」は、本明細書に開示された組成物を80で5日間放置した後に測定された組成物の粒子の D_{50} の値を意味する。

【0038】

いくつかの実施形態では、用語「 $D_{50}(\text{後})$ 」は、本明細書に開示された組成物を25で7日間放置した後に測定された組成物の粒子の D_{50} の値を意味する。

【0039】

いくつかの実施形態では、用語「 $D_{90}(\text{後})$ 」は、本明細書に開示された組成物が保存条件を受けた後に測定された組成物の粒子の D_{90} の値を意味する。

40

【0040】

いくつかの実施形態では、用語「 $D_{90}(\text{後})$ 」は、本明細書に開示された組成物を80で5日間放置した後に測定された組成物の粒子の D_{90} の値を意味する。

【0041】

いくつかの実施形態では、用語「 $D_{90}(\text{後})$ 」は、本明細書に開示された組成物を25で7日間放置した後に測定された組成物の粒子の D_{90} の値を意味する。

【0042】

いくつかの実施形態では、用語「 $MV(\text{後})$ 」は、本明細書に開示された組成物が保存条件を受けた後に測定された組成物の粒子径分布の平均値を意味する。

【0043】

50

いくつかの実施形態では、用語「MV_(後)」は、本明細書に開示された組成物を80で5日間放置した後に測定された組成物の粒子の粒子径分布の平均値を意味する。

【0044】

いくつかの実施形態では、用語「MV_(後)」は、本明細書に開示された組成物を25で7日間放置した後に測定された組成物の粒子の粒子径分布の平均値を意味する。

【0045】

本明細書中において使用される場合、「保存条件」は、所定の温度で所定の期間保存することを意味する。所定の温度は、約20～約90とすることができる。所定の温度は、約20～約80、約20～約70、約20～約55、約20～約40、約25～約80、約25～約70、約25～約55、約25～約40、約30～約80、約30～約70、約30～約55、または約30～約40を含む。いくつかの実施形態では、所定の温度は、約20、約25、約30、約35、約40、約45、約50、約55、約60、約65、約70、約75、約80、約85、約90、またはそれ以上であり、その中で増分を含む。

10

【0046】

所定の期間は、約1時間～約2年間とすることができる。所定の期間は、約1時間～約24時間、約1時間～約48時間、約1時間～約7日間、約1日間～約5日間、約1日間～約7日間、約1日間～約10日間、約1日間～約1月間、約1日間～約12月間、約1日間～約18月間、約1日間～約2年間、約5日間～約7日間、約5日間～約10日間、約5日間～約1月間、約5日間～約6月間、約5日間～約12月間、約5日間～約18月間、約5日間～約2年間、約10日間～約1月間、約10日間～約6月間、約10日間～約12月間、約10日間～約18月間、約10日間～約2年間を含む。いくつかの実施形態では、所定の期間は、約1、2、3、4、5、6、7、8、9、10、11、12、13、14、15、16、17、18、19、20、21、22、23、24時間、またはそれ以上であり、その中で増分を含む。いくつかの実施形態では、所定の期間は、約1日間、約2日間、約3日間、約4日間、約5日間、約6日間、約7日間、約8日間、約9日間、約10日間、約11日間、約12日間、約13日間、約14日間、約15日間、約16日間、約17日間、約18日間、約19日間、約20日間、約21日間、約22日間、約23日間、約24日間、約25日間、約26日間、約27日間、約28日間、約29日間、約30日間、約31日間、またはそれ以上であり、その中で増分を含む。いくつかの実施形態では、所定の期間は、約1月間、約2月間、約3月間、約4月間、約5月間、約6月間、約7月間、約8月間、約9月間、約10月間、約11月間、約12月間、約13月間、約14月間、約15月間、約16月間、約17月間、約18月間、約19月間、約20月間、約21月間、約22月間、約23月間、約24月間であり、その中で増分を含む。

20

30

【0047】

前記研磨用組成物は、保存条件下で放置（すなわち、攪拌せずに保存）されてもよいし、保存条件下で攪拌されてもよい。前記研磨用組成物は、密閉された容器内に保存されてもよいし、大気中に開放されてもよい。

【0048】

いくつかの実施形態では、前記研磨用組成物は、密閉された容器内に保存された状態で、保存条件下で放置される。

40

【0049】

いくつかの実施形態では、前記研磨用組成物は、大気中に開放された状態で、保存条件下で攪拌される。特に記載のない限り、本明細書に開示された保存条件を受けた研磨用組成物は、エージングした研磨用組成物である。いくつかの実施形態では、粒子は、温度が高い程、より頻繁に凝集する。

【0050】

いくつかの実施形態では、研磨用組成物を80で5日間等の通常の保存条件よりも過酷な条件で保存を行っても凝集を抑制できる観点で優れている。

50

満である。いくつかの実施形態では、前記研磨用組成物の粒子は、 $MV_{(前)}$ に対する $MV_{(後)}$ の比率が 2.3 未満である。いくつかの実施形態では、前記研磨用組成物の粒子は、 $MV_{(前)}$ に対する $MV_{(後)}$ の比率が 2.2 未満である。いくつかの実施形態では、前記研磨用組成物の粒子は、 $MV_{(前)}$ に対する $MV_{(後)}$ の比率が 2.1 未満である。いくつかの実施形態では、前記研磨用組成物の粒子は、 $MV_{(前)}$ に対する $MV_{(後)}$ の比率が 2.0 未満である。いくつかの実施形態では、前記研磨用組成物の粒子は、 $MV_{(前)}$ に対する $MV_{(後)}$ の比率が 1.9 未満である。いくつかの実施形態では、前記研磨用組成物の粒子は、 $MV_{(前)}$ に対する $MV_{(後)}$ の比率が 1.8 未満である。いくつかの実施形態では、前記研磨用組成物の粒子は、 $MV_{(前)}$ に対する $MV_{(後)}$ の比率が 1.7 未満である。

10

【0054】

(砥粒)

例示的な砥粒は、下記に限定されないが、酸化シリコン（例えば、コロイダルシリカ、ヒュームドシリカ、または沈降シリカ）、酸化鉄、酸化アルミニウム、酸化チタン、酸化マンガン、酸化セリウム、酸化クロム、炭化ケイ素、ダイヤモンドおよびそれらの任意の組合せを含む。いくつかの実施形態では、前記砥粒は、コロイダルシリカを含む。いくつかの実施形態では、前記砥粒は、ヒュームドシリカを含む。いくつかの実施形態では、前記砥粒は、コロイダルシリカ、ヒュームドシリカ、またはそれらの組合せを含む。

【0055】

いくつかの実施形態では、前記砥粒は、研磨用組成物の調製に用いられる前に、例えば水などの分散媒中に分散した形態であることが好ましい。その際、いくつかの実施形態では、前記砥粒の D_{10} は、10~50 nm であり、いくつかの実施形態では、20~45 nm である。また、いくつかの実施形態では、前記砥粒の D_{50} は、30~60 nm であり、いくつかの実施形態では、35~55 nm である。また、いくつかの実施形態では、前記砥粒の D_{90} は、50~80 nm であり、いくつかの実施形態では、60~65 nm である。また、いくつかの実施形態では、前記砥粒の BET 比表面積は、60~90 m^2/g であり、いくつかの実施形態では、70~80 m^2/g である。また、いくつかの実施形態では、前記砥粒の MV は、30~70 nm であり、いくつかの実施形態では、前記砥粒の MV は、40~60 nm である。

20

【0056】

また、いくつかの実施形態では、前記砥粒は、 D_{10} に対する D_{90} の比率 (D_{90}/D_{10}) が 3.0 未満である。いくつかの実施形態では、前記砥粒は、 D_{10} に対する D_{90} の比率 (D_{90}/D_{10}) が 2.9 未満である。いくつかの実施形態では、前記砥粒は、 D_{10} に対する D_{90} の比率 (D_{90}/D_{10}) が 2.8 未満である。いくつかの実施形態では、前記砥粒は、 D_{10} に対する D_{90} の比率 (D_{90}/D_{10}) が 2.7 未満である。いくつかの実施形態では、前記砥粒は、 D_{10} に対する D_{90} の比率 (D_{90}/D_{10}) が 2.6 未満である。いくつかの実施形態では、前記砥粒は、 D_{10} に対する D_{90} の比率 (D_{90}/D_{10}) が 2.5 未満である。いくつかの実施形態では、前記砥粒は、 D_{10} に対する D_{90} の比率 (D_{90}/D_{10}) が 2.4 未満である。いくつかの実施形態では、前記砥粒は、 D_{10} に対する D_{90} の比率 (D_{90}/D_{10}) が 2.3 未満である。いくつかの実施形態では、前記砥粒は、 D_{10} に対する D_{90} の比率 (D_{90}/D_{10}) が 2.2 未満である。いくつかの実施形態では、前記砥粒は、 D_{10} に対する D_{90} の比率 (D_{90}/D_{10}) が 2.1 未満である。いくつかの実施形態では、前記砥粒は、 D_{10} に対する D_{90} の比率 (D_{90}/D_{10}) が 2.0 未満である。

30

40

【0057】

いくつかの実施形態では、前記砥粒は、 D_{10} に対する D_{90} の比率 (D_{90}/D_{10}) が約 2.0、2.1、2.2、2.3、2.4、2.5、2.6、2.7、2.8、2.9、または 3.0 であり、その中で増分を含む。

【0058】

いくつかの実施形態では、 D_{10} に対する D_{90} の比率 (D_{90}/D_{10}) は、前記組

50

成物が保存条件を受ける前に測定される。いくつかの実施形態では、 D_{10} に対する D_{90} の比率(D_{90} / D_{10})は、前記組成物が保存条件を受けた後に測定される。 D_{10} に対する D_{90} の比率が大きい程、粒子径の分布がより広がり、その結果として粒子の表面積がより大きくなる。いくつかの実施形態では、粒子の表面積をより大きくすることによって、溶液中の粒子の安定性を改善する。いくつかの実施形態では、粒子径の分布をより広げることによって、溶液中の粒子の安定性を改善する。

【0059】

いくつかの実施形態では、前記砥粒は、前記研磨用組成物中に少なくとも約0.1質量% (wt%)の量で存在する。これは、少なくとも約0.2質量%、約0.3質量%、約0.4質量%、約0.6質量%、約0.7質量%、約0.8質量%、約0.9質量%、約1.0質量%、約1.1質量%、約1.2質量%、約1.3質量%、約1.4質量%、約1.5質量%、約1.6質量%、約1.7質量%、約1.8質量%、約1.9質量%、約2.0質量%、約2.1質量%、約2.2質量%、約2.3質量%、約2.4質量%、約2.5質量%、約2.6質量%、約2.7質量%、約2.8質量%、約2.9質量%、約3.0質量%、約3.1質量%、約3.2質量%、約3.3質量%、約3.4質量%、約3.5質量%、約3.6質量%、約3.7質量%、約3.8質量%、約3.9質量%、約4.0質量%、約4.1質量%、約4.2質量%、約4.3質量%、約4.4質量%、約4.5質量%、約4.6質量%、約4.7質量%、約4.8質量%、約4.9質量%、約5.0質量%、約5.1質量%、約5.2質量%、約5.3質量%、約5.4質量%、約5.5質量%、約5.6質量%、約5.7質量%、約5.8質量%、約5.9質量%、約6.0質量%、約6.5質量%、約7.0質量%、約7.5質量%、約8.0質量%、約8.5質量%、約9.0質量%、約9.5質量%、約10.0質量%、約11.0質量%、約12.0質量%、約13.0質量%、約14.0質量%、約15.0質量%、またはそれ以上の量を含み、その中で増分を含む。いくつかの実施形態では、前記砥粒は、前記研磨用組成物中に約0.1質量%~約10.0質量%の量で存在する。これは、約0.1質量%~約9.0質量%、約0.1質量%~約8.0質量%、約0.1質量%~約7.0質量%、約0.1質量%~約6.0質量%、約0.1質量%~約5.0質量%、約0.1質量%~約4.0質量%、約0.1質量%~約3.0質量%、約1.0質量%~約9.0質量%、約1.0質量%~約8.0質量%、約1.0質量%~約7.0質量%、約1.0質量%~約6.0質量%、約1.0質量%~約5.0質量%、約1.0質量%~約4.0質量%、約1.0質量%~約3.0質量%、約2.0質量%~約8.0質量%、約2.0質量%~約6.0質量%、または約2.0質量%~約4.0質量%の量を含む。いくつかの実施形態では、前記研磨用組成物中の前記砥粒の量は、約0.6質量%、約0.7質量%、約0.8質量%、約0.9質量%、約1.0質量%、約1.1質量%、約1.2質量%、約1.3質量%、約1.4質量%、約1.5質量%、約1.6質量%、約1.7質量%、約1.8質量%、約1.9質量%、約2.0質量%、約2.1質量%、約2.2質量%、約2.3質量%、約2.4質量%、約2.5質量%、約2.6質量%、約2.7質量%、約2.8質量%、約2.9質量%、約3.0質量%、約3.1質量%、約3.2質量%、約3.3質量%、約3.4質量%、約3.5質量%、約3.6質量%、約3.7質量%、約3.8質量%、約3.9質量%、約4.0質量%、約4.1質量%、約4.2質量%、約4.3質量%、約4.4質量%、約4.5質量%、約4.6質量%、約4.7質量%、約4.8質量%、約4.9質量%、約5.0質量%、約5.1質量%、約5.2質量%、約5.3質量%、約5.4質量%、約5.5質量%、約5.6質量%、約5.7質量%、約5.8質量%、約5.9質量%、約6.0質量%、約6.5質量%、約7.0質量%、約7.5質量%、約8.0質量%、約8.5質量%、約9.0質量%、約9.5質量%、約10質量%、またはそれ以上であり、その中で増分を含む。

【0060】

いくつかの実施形態では、前記研磨用組成物は、pHが7未満(一形態では、7.0未満)である。いくつかの実施形態では、前記研磨用組成物は、pHが約6以下(一形態では、6.0以下)である。いくつかの実施形態では、前記研磨用組成物は、pHが約5以

10
20
30
40
50

下（一形態では、5.0以下）である。いくつかの実施形態では、前記研磨用組成物は、pHが約4以下（一形態では、4.0以下）である。いくつかの実施形態では、前記研磨用組成物は、pHが約3以下（一形態では、3.0以下）である。いくつかの実施形態では、前記研磨用組成物は、pHが6未満（一形態では、6.0未満）である。いくつかの実施形態では、前記研磨用組成物は、pHが、5未満（一形態では、5.0未満）である。いくつかの実施形態では、前記研磨用組成物は、pHが、4未満（一形態では、4.0未満）である。かかる実施形態であることによって、本発明の所期の効果を効率よく奏することができる。いくつかの実施形態では、前記研磨用組成物は、pHが、3未満（一形態では、3.0未満）である。

【0061】

かかる実施形態であることによって、本発明の所期の効果を効率よく奏することができる。いくつかの実施形態では、前記研磨用組成物は、pHが、約6.9、約6.8、約6.7、約6.6、約6.5、約6.4、約6.3、約6.2、約6.1、約6.0、約5.9、約5.8、約5.7、約5.6、約5.5、約5.4、約5.3、約5.2、約5.1、約5.0、約4.9、約4.8、約4.7、約4.6、約4.5、約4.4、約4.3、約4.2、約4.1、約4.0、約3.9、約3.8、約3.7、約3.6、約3.5、約3.4、約3.3、約3.2、約3.1、約3.0、約2.9、約2.8、約2.7、約2.6、約2.5、約2.4、約2.3、約2.2、約2.1、約2.0、約1.9、約1.8、約1.7、約1.6、約1.5であり、その中で増分を含む。かかる実施形態であることによって、本発明の所期の効果を効率よく奏することができる。

【0062】

いくつかの実施形態では、前記研磨用組成物は、pHが、約2.0～約6.9である。いくつかの実施形態では、前記研磨用組成物は、pHが、約2.0～約6.5である。いくつかの実施形態では、前記研磨用組成物は、pHが、約2.0～約6.0である。いくつかの実施形態では、前記研磨用組成物は、pHが、約2.0～約5.5である。いくつかの実施形態では、前記研磨用組成物は、pHが、約2.0～約5.0である。いくつかの実施形態では、前記研磨用組成物は、pHが、約2.0～約4.5である。いくつかの実施形態では、前記研磨用組成物は、pHが、約2.0～約4.0である。いくつかの実施形態では、前記研磨用組成物は、pHが、約2.0～約3.9である。いくつかの実施形態では、前記研磨用組成物は、pHが、約2.5～約4.0である。いくつかの実施形態では、前記研磨用組成物は、pHが、約2.5～約3.9である。いくつかの実施形態では、前記研磨用組成物は、pHが、約3.0～約4.0である。いくつかの実施形態では、前記研磨用組成物は、pHが、約3.0～約3.9である。

【0063】

いくつかの実施形態では、前記研磨用組成物は、電気伝導度（mS/cm）が、約0.2～約1.9である。かかる実施形態であることによって、本発明の所期の効果を効率よく奏することができる。いくつかの実施形態では、電気伝導度（mS/cm）が、約0.3～約1.8であり、いくつかの実施形態では、電気伝導度（mS/cm）が、約0.4～約1.6であり、いくつかの実施形態では、電気伝導度（mS/cm）が、約0.5～約1.4であり、いくつかの実施形態では、電気伝導度（mS/cm）が、約0.6～約1.2である。かかる実施形態であることによって、本発明の所期の効果をより効率よく奏することができる。

【0064】

（添加剤）

いくつかの実施形態では、前記添加剤が、研磨促進剤である。

【0065】

いくつかの実施形態では、前記研磨用組成物中の添加剤の含有量（2種類以上含む場合、その合計量）は、0.5質量%以下であり、いくつかの実施形態では、0.4質量%以下であり、いくつかの実施形態では、0.3質量%以下であり、いくつかの実施形態では、0.2質量%以下であり、いくつかの実施形態では、0.1質量%以下である。かかる

10

20

30

40

50

実施形態であることによって、本発明の所期の効果を効率よく奏することができる。また、いくつかの実施形態では、0.01質量%以上であり、いくつかの実施形態では、0.02質量%以上であり、いくつかの実施形態では、0.03質量%以上であり、いくつかの実施形態では、0.04質量%以上であり、いくつかの実施形態では、0.05質量%以上である。かかる実施形態であることによって、本発明の所期の効果を効率よく奏することができる。

【0066】

いくつかの実施形態では、前記添加剤が、水酸基を含んでもよいカルボン酸である。かかる実施形態であることによって、本発明の所期の効果を効率よく奏することができる。いくつかの実施形態では、前記水酸基を含んでもよいカルボン酸の分子中のカルボキシル基の数が、2個以下である。かかる実施形態であることによって、本発明の所期の効果を効率よく奏することができる。いくつかの実施形態では、前記水酸基を含んでもよいカルボン酸は、乳酸およびシュウ酸の少なくとも一方である。かかる実施形態であることによって、本発明の所期の効果を効率よく奏することができる。

【0067】

いくつかの実施形態では、水酸基を含むカルボン酸としては、
- ヒドロキシカルボン酸、
- ヒドロキシカルボン酸等が挙げられる。いくつかの実施形態では、前記添加剤は、
- ヒドロキシカルボン酸を含む。
- ヒドロキシカルボン酸の例としては、下記に限定されないが、クエン酸、乳酸、グリコール酸、マンデル酸、リンゴ酸、シトラマル酸、イソクエン酸、酒石酸、およびタルトロン酸を含む。いくつかの実施形態では、前記添加剤は、
- ヒドロキシカルボン酸がクエン酸でないという条件で、
- ヒドロキシカルボン酸を含む。いくつかの実施形態では、前記添加剤は、乳酸を含む。いくつかの実施形態では、前記組成物は、乳酸を含むが、クエン酸は含まない。いくつかの実施形態では、前記組成物は、乳酸を含むが、クエン酸およびクエン酸塩を含まない。いくつかの実施形態では、
- ヒドロキシカルボン酸を含む研磨用組成物は、
- ヒドロキシカルボン酸を含まない研磨用組成物と比較して、より高いアルミニウムおよび/または酸化アルミニウムの除去をもたらす。いくつかの実施形態では、前記研磨用組成物は、水酸基を含むカルボン酸（好ましくは
- ヒドロキシカルボン酸、より好ましくは乳酸）を少なくとも約0.005質量%含む。いくつかの実施形態では、前記研磨用組成物は、水酸基を含むカルボン酸（好ましくは
- ヒドロキシカルボン酸、より好ましくは乳酸）を少なくとも約0.008質量%含む。いくつかの実施形態では、前記研磨用組成物は、水酸基を含むカルボン酸（好ましくは
- ヒドロキシカルボン酸、より好ましくは乳酸）を少なくとも約0.01質量%含む。いくつかの実施形態では、前記研磨用組成物は、水酸基を含むカルボン酸（好ましくは
- ヒドロキシカルボン酸、より好ましくは乳酸）を少なくとも約0.02質量%含む。いくつかの実施形態では、前記研磨用組成物は、水酸基を含むカルボン酸（好ましくは
- ヒドロキシカルボン酸、より好ましくは乳酸）を少なくとも約0.005質量%～約0.05質量%含む。これは、約0.005質量%～約0.03質量%、約0.005質量%～約0.02質量%、約0.008質量%～約0.03質量%、約0.008質量%～約0.02質量%、約0.01質量%～約0.03質量%、または約0.01質量%～約0.02質量%を含む。いくつかの実施形態では、前記研磨用組成物は、水酸基を含むカルボン酸（好ましくは
- ヒドロキシカルボン酸、より好ましくは乳酸）を約0.005質量%、約0.006質量%、約0.007質量%、約0.008質量%、約0.009質量%、約0.010質量%、約0.011質量%、約0.012質量%、約0.013質量%、約0.014質量%、約0.015質量%、約0.016質量%、約0.017質量%、約0.018質量%、約0.019質量%、約0.020質量%、約0.021質量%、約0.022質量%、約0.023質量%、約0.024質量%、約0.025質量%、約0.026質量%、約0.027質量%、約0.028質量%、約0.029質量%、約0.030質量%、約0.040質量%、約0.050質量%、約0.060質量%、約0.070質量%、約0.080質量%、約0.090質量%、約0.10質量%、またはそれ以上含み、その中で増分を

10

20

30

40

50

含む。

【0068】

いくつかの実施形態では、水酸基を含まないカルボン酸を含有することが出来る。いくつかの実施形態では、水酸基を含まないカルボン酸として、ジカルボン酸が好ましい。いくつかの実施形態では、水酸基を含まないカルボン酸として、シュウ酸、マロン酸、マレイン酸、イミノ二酢酸など金属に対してキレート作用を持つものが好適である。いくつかの実施形態では、水酸基を含まないカルボン酸（好ましくはシュウ酸）は、前記研磨用組成物中に少なくとも約0.005質量%の量で存在する。いくつかの実施形態では、水酸基を含まないカルボン酸（好ましくはシュウ酸）は、前記研磨用組成物中に少なくとも約0.008質量%の量で存在する。いくつかの実施形態では、水酸基を含まないカルボン酸（好ましくはシュウ酸）は、前記研磨用組成物中に少なくとも約0.01質量%の量で存在する。いくつかの実施形態では、水酸基を含まないカルボン酸（好ましくはシュウ酸）は、前記研磨用組成物中に少なくとも約0.005質量%～約0.1質量%の量で存在する。これは、約0.005質量%～約0.08質量%、約0.005質量%～約0.05質量%、約0.005質量%～約0.03質量%、約0.005質量%～約0.01質量%、約0.007質量%～約0.1質量%、約0.007質量%～約0.08質量%、約0.007質量%～約0.05質量%、約0.007質量%～約0.03質量%、約0.007質量%～約0.01質量%、約0.01質量%～約0.1質量%、約0.01質量%～約0.08質量%、約0.01質量%～約0.05質量%、または約0.01質量%～約0.03質量%の量を含む。いくつかの実施形態では、水酸基を含まないカルボン酸（好ましくはシュウ酸）は、前記研磨用組成物中に約0.005質量%、約0.006質量%、約0.007質量%、約0.008質量%、約0.009質量%、約0.010質量%、約0.011質量%、約0.012質量%、約0.013質量%、約0.014質量%、約0.015質量%、約0.016質量%、約0.017質量%、約0.018質量%、約0.019質量%、約0.020質量%、約0.021質量%、約0.022質量%、約0.023質量%、約0.024質量%、約0.025質量%、約0.026質量%、約0.027質量%、約0.028質量%、約0.029質量%、約0.030質量%、約0.031質量%、約0.032質量%、約0.033質量%、約0.034質量%、約0.035質量%、約0.036質量%、約0.037質量%、約0.038質量%、約0.039質量%、約0.040質量%、約0.041質量%、約0.042質量%、約0.043質量%、約0.044質量%、約0.045質量%、約0.046質量%、約0.047質量%、約0.048質量%、約0.049質量%、約0.050質量%、約0.055質量%、約0.060質量%、約0.065質量%、約0.070質量%、約0.075質量%、約0.080質量%、約0.085質量%、約0.090質量%、約0.095質量%、約0.10質量%、約0.15質量%、約0.20質量%、約0.25質量%、約0.30質量%、約0.35質量%、約0.40質量%、約0.45質量%、約0.50質量%、約0.55質量%、約0.60質量%、約0.65質量%、約0.70質量%、約0.75質量%、約0.80質量%、約0.85質量%、約0.90質量%、約0.95質量%、約1.00質量%、またはそれ以上の量存在し、その中で増分を含む。

10

20

30

40

【0069】

（水溶性ポリマー）

いくつかの実施形態では、前記水溶性ポリマーは、少なくとも1つのカルボキシル基を含む、あるいは、多糖類を含む。かかる実施形態であることによって、本発明の所期の効果を効率よく奏することができる。

【0070】

いくつかの実施形態では、多糖類が、グルコースのみからなる多糖類である。

【0071】

いくつかの実施形態では、前記グルコースのみからなる多糖類が、プルラン、デンプンデキストリン、シクロデキストリン、または、デキストランである。かかる実施形態であ

50

ることによって、本発明の所期の効果を効率よく奏することができる。

【0072】

いくつかの実施形態では、前記水溶性ポリマーを構成する繰り返し単位が、カルボキシル基を有する。かかる実施形態であることによって、本発明の所期の効果を効率よく奏することができる。いくつかの実施形態では、前記水溶性ポリマーは、ポリカルボン酸を含む。いくつかの実施形態では、前記水溶性ポリマーは、ポリアクリル酸を含む。かかる実施形態であることによって、本発明の所期の効果を効率よく奏することができる。いくつかの実施形態では、水溶性ポリマーの重量平均分子量は、好ましくは5万～50万、いくつかの実施形態では、10万～30万である。

【0073】

なお、重量平均分子量は、ゲルパーミーエーションクロマトグラフィー（GPC）によって測定した重量平均分子量（ポリエチレングリコール換算）の値を用いる。重量平均分子量は、下記の装置および条件によって測定する。

【0074】

GPC装置：株式会社島津製作所製

型式：Prominence + ELSD検出器（ELSD-LTII）

カラム：VP-ODS（株式会社島津製作所製）

移動相 A：MeOH

B：酢酸1%水溶液

検出器：ELSD temp. 40、Gain 8、N2 GAS 350 kPa

オープン温度：40。

【0075】

いくつかの実施形態では、前記研磨用組成物は、前記水溶性ポリマー（2種類以上であればその合計量）を少なくとも約0.05質量%含む。いくつかの実施形態では、前記研磨用組成物は、前記水溶性ポリマーを少なくとも約0.08質量%含む。いくつかの実施形態では、前記研磨用組成物は、前記水溶性ポリマーを約0.05質量%～約0.2質量%含む。これは、約0.05質量%～約0.15質量%、約0.05質量%～約0.1質量%、約0.08質量%～約0.2質量%、または約0.08質量%～約0.15質量%の前記水溶性ポリマーを含む。いくつかの実施形態では、前記研磨用組成物は、前記水溶性ポリマーを約0.05質量%、約0.06質量%、約0.07質量%、約0.08質量%、約0.09質量%、約0.10質量%、約0.11質量%、約0.12質量%、約0.13質量%、約0.14質量%、約0.15質量%、約0.16質量%、約0.17質量%、約0.18質量%、約0.19質量%、約0.20質量%、またはそれ以上含み、その中で増分を含む。

【0076】

いくつかの実施形態では、前記研磨用組成物は、ポリアクリル酸を少なくとも約0.05質量%含む。いくつかの実施形態では、前記研磨用組成物は、ポリアクリル酸を少なくとも約0.08質量%含む。いくつかの実施形態では、前記研磨用組成物は、ポリアクリル酸を少なくとも約0.05質量%～約0.2質量%含む。これは、約0.05質量%～約0.15質量%、約0.05質量%～約0.1質量%、約0.08質量%～約0.2質量%、または約0.08質量%～約0.15質量%のポリアクリル酸を含む。いくつかの実施形態では、前記研磨用組成物は、ポリアクリル酸を約0.05質量%、約0.06質量%、約0.07質量%、約0.08質量%、約0.09質量%、約0.10質量%、約0.11質量%、約0.12質量%、約0.13質量%、約0.14質量%、約0.15質量%、約0.16質量%、約0.17質量%、約0.18質量%、約0.19質量%、約0.20質量%またはそれ以上含み、その中で増分を含む。

【0077】

いくつかの実施形態では、前記研磨用組成物は、酸化剤をさらに含む。例示的な酸化剤は、下記に限定されないが、過酸化水素、過硫酸塩、過塩素酸塩、過ヨウ素酸塩、または硝酸塩を含む。

10

20

30

40

50

【0078】

いくつかの実施形態では、前記酸化剤は、前記研磨用組成物中に約0.1体積%、約0.2体積%、約0.3体積%、約0.4体積%、約0.5体積%、約0.6体積%、約0.7体積%、約0.8体積%、約0.9体積%、約1.0体積%、約1.1体積%、約1.2体積%、約1.3体積%、約1.4体積%、約1.5体積%、約1.6体積%、約1.7体積%、約1.8体積%、約1.9体積%、約2.0体積%、約2.1体積%、約2.2体積%、約2.3体積%、約2.4体積%、約2.5体積%、約2.6体積%、約2.7体積%、約2.8体積%、約2.9体積%、約3.0体積%(vol%)またはそれ以上の量存在し、その中で増分を含む。いくつかの実施形態では、前記過酸化水素は、前記研磨用組成物中に約0~約3.0体積%(vol%)の量で存在する。前記酸化剤を含むことによって、より均一なおよび/またはより高い除去率をもたらすことができる。

10

【0079】

例示的なアゾール系抑制剤は、下記に限定されないが、ベンゾトリアゾール、ベンゾイミダゾール、トリアゾール、イミダゾール、トリルトリアゾール、およびそれらの任意の組み合わせを含む。具体的な例としては、下記に限定されないが、1-(1,2-ジカルボキシエチル)ベンゾトリアゾール、1-[N,N-ビス(ヒドロキシエチル)アミノメチル]ベンゾトリアゾール、1-(2,3-ジヒドロキシプロピル)ベンゾトリアゾール、および1-(ヒドロキシメチル)ベンゾトリアゾールを含む。

【0080】

粘度のレベルが高すぎると基板の研磨に不均一性の問題が生じることがある。いくつかの実施形態では、前記研磨用組成物は、約50cps以下の粘度を有する。いくつかの実施形態では、前記研磨用組成物は、約10cps以下の粘度を有する。いくつかの実施形態では、前記研磨用組成物は、約5cps以下の粘度を有する。いくつかの実施形態では、前記研磨用組成物は、約2cps以下の粘度を有する。いくつかの実施形態では、前記研磨用組成物は、約0.1cps、約0.2cps、約0.3cps、約0.4cps、約0.5cps、約0.6cps、約0.7cps、約0.8cps、約0.9cps、約1.0cps、約1.1cpsの粘度を有し、その中で増分を含む。なお、いくつかの実施形態では、かかる粘度の測定方法は、以下のとおりである。

20

【0081】

粘度は、粘度計(キャノン・フェンスケ、柴田科学株式会社製)を用いて測定し、次式に従い算出する(粘度の測定は25℃である)。

30

【0082】

粘度 = 比重 × 流出時間。

【0083】

いくつかの実施形態では、前記研磨用組成物は、砥粒と、添加剤と、水溶性ポリマーとを含み、ここで、前記研磨用組成物は、pHが4未満(一形態では、4.0未満)であり、アンモニウム塩、クエン酸および/またはクエン酸塩を含まない。

【0084】

いくつかの実施形態では、前記研磨用組成物は、砥粒と、添加剤と、水溶性ポリマーとを含み、ここで、前記研磨用組成物は、pHが4未満(一形態では、4.0未満)であり、アゾール系抑制剤および/またはアンモニウム塩を含まない。

40

【0085】

いくつかの実施形態では、前記研磨用組成物は、砥粒と、添加剤と、水溶性ポリマーとを含み、ここで、前記研磨用組成物は、pHが4未満(一形態では、4.0未満)であり、アゾール系抑制剤、クエン酸および/またはクエン酸塩を含まない。

【0086】

いくつかの実施形態では、前記研磨用組成物は、砥粒と、添加剤と、水溶性ポリマーとを含み、ここで、前記研磨用組成物は、pHが4未満であり、アゾール系抑制剤、アンモニウム塩、クエン酸および/またはクエン酸塩を含まない。

【0087】

50

いくつかの実施形態では、前記研磨用組成物は、本質的に、コロイダルシリカと、乳酸と、シュウ酸と、ポリアクリル酸と、分散媒（溶媒）とからなり、ここで、前記研磨用組成物は、pHが4未満（一形態では、4.0未満）である。

【0088】

かかる実施形態であることによって、本発明の所期の効果を効率よく奏することができる。さらなる実施形態では、前記研磨用組成物は、アンモニウム塩、クエン酸および/またはクエン酸塩、およびアゾール系抑制剤からなる群から選択される少なくとも1種を含まない。いくつかの実施形態では、前記研磨用組成物は、pHが3未満（一形態では、3.0未満）である。かかる実施形態であることによって、本発明の所期の効果を効率よく奏することができる。

【0089】

また、本発明の別の態様によれば、本明細書に開示された研磨用組成物を調製する方法が提供される。

【0090】

本明細書に開示された研磨用組成物は、任意の適切な方法で使用することができる。例を挙げると、前記組成物は、例えば、その安定性によって、「湿潤（wet）」状態で使用のために出荷することができる。いくつかの実施形態では、前記組成物は、鉄道や道路によって輸送される。前記組成物は、乾燥させてもよいし、当業者によって通常使用されるように使用されてもよい。いくつかの実施形態では、本明細書に開示された組成物は、研磨用として使用される。

【0091】

いくつかの実施形態では、本明細書に開示された研磨用組成物の使用は、シリコンウェハ（いくつかの実施形態では、酸化膜を一面に載せたシリコンウェハ）の最小のスクラッチをもたらす。

【0092】

いくつかの実施形態では、最小のスクラッチとは、スクラッチ数が約250以下を意味する。これは、約240、約230、約220、約210、約200、約195、約180、約175、約170、約165、約160、約155、約150、約145、約140、約135、約130、約125、約120、約115、約110、約105、約100、約95、約90、約85、約80、約75、約70、約65、約60、約55、約50、約45、約40、約35、約30未満のスクラッチ数の最小のスクラッチを含み、その中で増分を含む。いくつかの実施形態では、前記研磨用組成物は、新たに生成され、または保存条件下でエージングされる。

【0093】

いくつかの実施形態では、本明細書に開示された新たに生成された研磨用組成物またはそれをエージングした同等物（counterpart）の使用は、シリコンウェハ（いくつかの実施形態では、酸化膜を一面に載せたシリコンウェハ）の最小のスクラッチをもたらす。いくつかの実施形態では、エージングされた研磨用組成物の使用によるシリコンウェハのスクラッチのレベルは、新たに生成された研磨用組成物の使用によるシリコンウェハのスクラッチのレベルと近いことが好ましい。より具体的には、新たに生成された研磨用組成物の使用によるスクラッチ数と、エージングされた研磨用組成物の使用によるスクラッチ数との差が、新たに生成された研磨用組成物の使用によるスクラッチ数を基準に、約800%以下の差を意味する。

【0094】

つまり、新たに生成された研磨用組成物の使用によるシリコンウェハのスクラッチが100個であり、エージングされた研磨用組成物の使用によるシリコンウェハのスクラッチが900個であれば、800%ということである。新たに生成された研磨用組成物の使用によるシリコンウェハのスクラッチが100個であり、エージングされた研磨用組成物の使用によるシリコンウェハのスクラッチが100個であれば、0%ということである。いくつかの実施形態では、約700%以下、約600%以下、約500%以下、約400%

10

20

30

40

50

以下、約300%以下、約200%以下、約100%以下、約90%以下、約80%以下、約70%以下、約60%以下、約50%以下、約40%以下、約30%以下、約24%以下、23%以下、22%以下、21%以下、20%以下、19%以下、18%以下、17%以下、16%以下、15%以下、14%以下、13%以下、12%以下、11%以下、10%以下、9%以下、8%以下、7%以下、6%以下、5%以下、4%以下、3%以下、2%以下、1%以下、0%の差を含む。

【0095】

(他の成分)

いくつかの実施形態では、研磨用組成物は、必要に応じて、金属防食剤、防腐剤、防カビ剤、還元剤、界面活性剤、難溶性の有機物を溶解するための有機溶媒等の他の成分をさらに含んでもよい。

10

【0096】

(研磨用組成物の製造方法)

いくつかの実施形態では、研磨用組成物は、研磨用組成物を構成する各成分を混合することによって製造することができる。

【0097】

上記の混合の方法は、特に制限されず、例えば、砥粒と、添加剤と、水溶性ポリマーとを、分散媒中で攪拌混合することで行えばよい。砥粒と、添加剤と、水溶性ポリマーとの添加順序にも制限はないが、組成物中の各成分の最大溶解度を確保するため、また、組成物の調製時の化学変化を最小限に抑えるために、砥粒は最後に添加することがよい。各成分を混合する際の温度は特に制限されないが、10~40℃が好ましく、溶解速度を上げるために加熱してもよい。また、混合時間も特に制限されない。

20

【0098】

なお、分散媒としては水を含むことが好ましい。その際、他の成分の作用を阻害することを抑制するという観点から、不純物をできる限り含有しない水が好ましく、具体的には、イオン交換樹脂にて不純物イオンを除去した後、フィルタを通して異物を除去した純水や超純水、または蒸留水が好ましい。

【0099】

(研磨方法)

本発明においては、上記の研磨用組成物を用いて、または、上記の製造方法によって研磨用組成物を得、それを用いて、研磨対象物を研磨する、研磨方法が提供される。

30

【0100】

研磨装置としては、研磨対象物を有する基板等を保持するホルダーと回転数を変更可能なモータ等とが取り付けられており、研磨パッド(研磨布)を貼り付け可能な研磨定盤を有する一般的な研磨装置を使用することができる。

【0101】

前記研磨パッドとしては、一般的な不織布、ポリウレタン、および多孔質フッ素樹脂等を特に制限なく使用することができる。研磨パッドには、研磨液が溜まるような溝加工が施されていることが好ましい。

【0102】

研磨条件にも特に制限はなく、例えば、研磨定盤およびヘッドの回転速度は、それぞれ独立して、10~500rpmが好ましく、研磨対象物を有する基板にかける圧力(研磨圧力)は、0.5~10psiが好ましい。研磨パッドに研磨用組成物を供給する方法も特に制限されず、例えば、ポンプ等で連続的に供給する方法が採用される。この供給量に制限はないが、研磨パッドの表面が常に本発明の研磨用組成物で覆われていることが好ましい。

40

【0103】

本発明に係る研磨用組成物は一液型であってもよいし、研磨用組成物の一部または全部を任意の混合比率で混合した二液型をはじめとする多液型であってもよい。また、研磨用組成物の供給経路を複数有する研磨装置を用いた場合、研磨装置上で研磨用組成物が混合

50

されるように、予め調製された2つ以上の研磨用組成物を用いてもよい。

【0104】

また、本発明に係る研磨用組成物は、原液の形態であってもよく、研磨用組成物の原液を水で希釈することにより調製されてもよい。研磨用組成物が二液型であった場合には、混合および希釈の順序は任意であり、例えば一方の組成物を水で希釈後それらを混合する場合や、混合と同時に水で希釈する場合、また、混合された研磨用組成物を水で希釈する場合等が挙げられる。

【0105】

なお、本発明においては、以下の実施形態も提供される。

【0106】

(1) 砥粒と、研磨促進剤と、水溶性ポリマーとを含む研磨用組成物であって、 D_{50} (前) に対する D_{50} (後) の比率が2.0未満であり、ここで、 D_{50} (前) は、前記研磨用組成物を80 で5日間放置する前に測定された前記研磨用組成物の D_{50} の値であり、 D_{50} (後) は、前記研磨用組成物を80 で5日間放置した後に測定された前記研磨用組成物の D_{50} の値である、研磨用組成物。

【0107】

(2) D_{90} (前) に対する D_{90} (後) の比率が2.0未満であり、ここで、 D_{90} (前) は、前記研磨用組成物を80 で5日間放置する前に測定された前記研磨用組成物の D_{90} の値であり、 D_{90} (後) は、前記研磨用組成物を80 で5日間放置した後に測定された前記研磨用組成物の D_{90} の値である、(1)に記載の研磨用組成物。

【0108】

(3) MV (前) に対する MV (後) の比率が2.0未満であり、ここで、 MV (前) は、前記研磨用組成物を80 で5日間放置する前に測定された前記研磨用組成物の粒子径分布の平均値であり、 MV (後) は、前記研磨用組成物を80 で5日間放置した後に測定された前記研磨用組成物の粒子径分布の平均値である、(1)または(2)に記載の研磨用組成物。

【0109】

(4) 砥粒と、研磨促進剤と、水溶性ポリマーとを含む研磨用組成物であって、 D_{50} (前) に対する D_{50} (後) の比率が1.15未満であり、ここで、 D_{50} (前) は、前記研磨用組成物を25 で7日間放置する前に測定された前記研磨用組成物の D_{50} の値であり、 D_{50} (後) は、前記研磨用組成物を25 で7日間放置した後に測定された前記研磨用組成物の D_{50} の値である、研磨用組成物。

【0110】

(5) D_{90} (前) に対する D_{90} (後) の比率が1.05未満であり、ここで、 D_{90} (前) は、前記研磨用組成物を25 で7日間放置する前に測定された前記研磨用組成物の D_{90} の値であり、 D_{90} (後) は、前記研磨用組成物を25 で7日間放置した後に測定された前記研磨用組成物の D_{90} の値である、(4)に記載の研磨用組成物。

【0111】

(6) MV (前) に対する MV (後) の比率が1.15未満であり、ここで、 MV (前) は、前記研磨用組成物を25 で7日間放置する前に測定された前記研磨用組成物の粒子径分布の平均値であり、 MV (後) は、前記研磨用組成物を25 で7日間放置した後に測定された前記研磨用組成物の粒子径分布の平均値である、(4)または(5)に記載の研磨用組成物。

【0112】

(7) pHが4未満である、(1)～(6)のいずれか1つに記載の研磨用組成物。

【0113】

(8) pHが3未満である、(7)に記載の研磨用組成物。

【0114】

(9) 前記研磨促進剤は、 α -ヒドロキシカルボン酸を含む、(1)～(8)のいずれか1つに記載の研磨用組成物。

10

20

30

40

50

- 【0115】
(10) 前記 - ヒドロキシカルボン酸は、乳酸である、(9)に記載の研磨用組成物。
- 【0116】
(11) 前記水溶性ポリマーは、少なくとも1つのカルボン酸を含む、(1)～(10)のいずれか1つに記載の研磨用組成物。
- 【0117】
(12) 前記水溶性ポリマーは、ポリカルボン酸である、(11)に記載の研磨用組成物。
- 【0118】 10
(13) 前記水溶性ポリマーは、ポリアクリル酸である、(11)または(12)に記載の研磨用組成物。
- 【0119】
(14) シュウ酸をさらに含む、(1)～(13)のいずれか1つに記載の研磨用組成物。
- 【0120】
(15) 酸化剤をさらに含む、(1)～(14)のいずれか1つに記載の研磨用組成物。
- 【0121】 20
(16) 前記砥粒は、コロイダルシリカを含む、(1)～(15)のいずれか1つに記載の研磨用組成物。
- 【0122】
(17) 前記砥粒は、 D_{10} に対する D_{90} の比率(D_{90}/D_{10})が3未満である、(1)～(16)のいずれか1つに記載の研磨用組成物。
- 【0123】
(18) 前記砥粒は、 D_{10} に対する D_{90} の比率(D_{90}/D_{10})が2.5未満である、(1)～(17)のいずれか1項に記載の研磨用組成物。
- 【0124】 30
(19) 前記砥粒は、 D_{10} に対する D_{90} の比率(D_{90}/D_{10})が2.3未満である、(1)～(18)のいずれか1つに記載の研磨用組成物。
- 【0125】
(20) 砥粒と、研磨促進剤と、水溶性ポリマーとを含む研磨用組成物であって、ここで、前記研磨用組成物は、pHが4未満であり、静的エッチングまたは他の除去メカニズムによる非鉄配線除去速度を制御するためのアゾール系抑制剤を含まない、研磨用組成物。
- 【0126】
(21) 前記研磨促進剤は、 - ヒドロキシカルボン酸を含む、(20)に記載の研磨用組成物。
- 【0127】 40
(22) 前記 - ヒドロキシカルボン酸は、乳酸である、(21)に記載の研磨用組成物。
- 【0128】
(23) 前記水溶性ポリマーは、少なくとも1つのカルボン酸を含む、(20)～(22)のいずれか1つに記載の研磨用組成物。
- 【0129】
(24) 前記水溶性ポリマーは、ポリカルボン酸である、(23)に記載の研磨用組成物。
- 【0130】 50
(25) 前記水溶性ポリマーは、ポリアクリル酸である、(23)または(24)に記載の研磨用組成物。

【0131】

(26) シュウ酸をさらに含む、(20)～(25)のいずれか1つに記載の研磨用組成物。

【0132】

(27) 酸化剤をさらに含む、(20)～(26)のいずれか1つに記載の研磨用組成物。

【0133】

(28) 前記砥粒は、コロイダルシリカを含む、(20)～(27)のいずれか1つに記載の研磨用組成物。

【0134】

(29)

前記砥粒は、 D_{10} に対する D_{90} の比率(D_{90}/D_{10})が3未満である、(20)～(28)のいずれか1つに記載の研磨用組成物。

【0135】

(30) 前記砥粒は、 D_{10} に対する D_{90} の比率(D_{90}/D_{10})が2.5未満である、(20)～(29)のいずれか1つに記載の研磨用組成物。

【0136】

(31) 前記砥粒は、 D_{10} に対する D_{90} の比率(D_{90}/D_{10})が2.3未満である、(20)～(30)のいずれか1つに記載の研磨用組成物。

【0137】

(32) 砥粒と、研磨促進剤と、水溶性ポリマーとを含む研磨用組成物であって、ここで、前記研磨用組成物は、pHが4未満であり、アンモニウム塩を含まない、研磨用組成物。

【0138】

(33) 前記研磨促進剤は、 α -ヒドロキシカルボン酸を含む、(32)に記載の研磨用組成物。

【0139】

(34) 前記 α -ヒドロキシカルボン酸は、乳酸である、(33)に記載の研磨用組成物。

【0140】

(35) 前記水溶性ポリマーは、少なくとも1つのカルボン酸を含む、(32)～(34)のいずれか1つに記載の研磨用組成物。

【0141】

(36) 前記水溶性ポリマーは、ポリカルボン酸である、(35)に記載の研磨用組成物。

【0142】

(37) 前記水溶性ポリマーは、ポリアクリル酸である、(35)または(36)に記載の研磨用組成物。

【0143】

(38) シュウ酸をさらに含む、(32)～(37)のいずれか1つに記載の研磨用組成物。

【0144】

(39) 酸化剤をさらに含む、(32)～(38)のいずれか1つに記載の研磨用組成物。

【0145】

(40) 前記砥粒は、コロイダルシリカを含む、(32)～(39)のいずれか1つに記載の研磨用組成物。

【0146】

(41) 前記砥粒は、 D_{10} に対する D_{90} の比率(D_{90}/D_{10})が3未満である、(32)～(40)のいずれか1つに記載の研磨用組成物。

10

20

30

40

50

【0147】

(42) 前記砥粒は、 D_{10} に対する D_{90} の比率 (D_{90} / D_{10}) が 2.5 未満である、(32) ~ (41) のいずれか 1 つに記載の研磨用組成物。

【0148】

(43) 前記砥粒は、 D_{10} に対する D_{90} の比率 (D_{90} / D_{10}) が 2.3 未満である、(32) ~ (42) のいずれか 1 つに記載の研磨用組成物。

【0149】

(44) 砥粒と、研磨促進剤と、水溶性ポリマーとを含む研磨用組成物であって、ここで、前記研磨用組成物は、pH が 4 未満であり、クエン酸およびクエン酸塩を含まない、研磨用組成物。

【0150】

(45) 前記研磨促進剤は、 α -ヒドロキシカルボン酸を含む、(44) に記載の研磨用組成物。

【0151】

(46) 前記 α -ヒドロキシカルボン酸は、乳酸である、(45) に記載の研磨用組成物。

【0152】

(47) 前記水溶性ポリマーは、少なくとも 1 つのカルボン酸を含む、(44) ~ (46) のいずれか 1 つに記載の研磨用組成物。

【0153】

(48) 前記水溶性ポリマーは、ポリカルボン酸である、(47) に記載の研磨用組成物。

【0154】

(49) 前記水溶性ポリマーは、ポリアクリル酸である、(47) または (48) に記載の研磨用組成物。

【0155】

(50) シュウ酸をさらに含む、(44) ~ (49) のいずれか 1 つに記載の研磨用組成物。

【0156】

(51) 酸化剤をさらに含む、(44) ~ (50) のいずれか 1 つに記載の研磨用組成物。

【0157】

(52) 前記砥粒は、コロイダルシリカを含む、(44) ~ (51) のいずれか 1 つに記載の研磨用組成物。

【0158】

(53) 前記砥粒は、 D_{10} に対する D_{90} の比率 (D_{90} / D_{10}) が 3 未満である、(44) ~ (52) のいずれか 1 つに記載の研磨用組成物。

【0159】

(54) 前記砥粒は、 D_{10} に対する D_{90} の比率 (D_{90} / D_{10}) が 2.5 未満である、(44) ~ (53) のいずれか 1 つに記載の研磨用組成物。

【0160】

(55) 前記砥粒は、 D_{10} に対する D_{90} の比率 (D_{90} / D_{10}) が 2.3 未満である、(44) ~ (54) のいずれか 1 つに記載の研磨用組成物。

【0161】

(56) 本質的に、コロイダルシリカと、乳酸と、シュウ酸と、ポリアクリル酸とからなる研磨用組成物であって、ここで、前記研磨用組成物は、pH が 4 未満である、研磨用組成物。

【0162】

(57) 前記研磨用組成物は、pH が 3 未満である、(56) に記載の研磨用組成物。

【0163】

10

20

30

40

50

上述に一般的に説明した本発明は、以下の実施例を参照することによってより容易に理解される。以下の実施例は例示のために提供されたものであり、本発明を限定するものではない。

【0164】

なお、特記しない限り、「%」および「部」は、それぞれ、「質量%」および「質量部」を意味する。また、下記実施例において、特記しない限り、操作は室温(25) / 相対湿度40 ~ 50 % RHの条件下で行われた。

【実施例】

【0165】

実施例1：研磨用組成物

表1には、調製された5つの組成物を示す。コロイダルシリカは、組成物の調製時の化学変化を最小限に抑えるために、最後に添加した。組成物は、300rpm以下の混合速度で、室温で調製した。スラリーAは、水にクエン酸を添加し、次いで、クエン酸三カリウム水和物、プルラン、そしてその後、コロイダルシリカAを添加することによって調製した。スラリーBおよびスラリーEは、水に乳酸を添加し、次いで、シュウ酸、ポリアクリル酸(25質量%溶液)、およびコロイダルシリカBを添加することによって調製した。スラリーCは、水に乳酸を添加し、次いで、シュウ酸、ポリアクリル酸(25質量%溶液)、およびコロイダルシリカAを添加することによって調製した。スラリーDは、水に乳酸を添加し、次いで、シュウ酸、プルラン、およびコロイダルシリカBを添加することによって調製した。なお、調製された5つの組成物(25)の粘度は全て1.1 ± 0.02 cpsであった。

【0166】

10

20

【表 1】

スラリー+	砥粒	砥粒 (質量%)	珪酸 (質量%)	シュウ酸 (質量%)	乳酸 (質量%)	クエン酸三カリウム 一水和物 (質量%)	クエン酸 (質量%)	フルラン (質量%) 重量平均分子 量(Mw)約 20 万	ホリアクリル酸 (質量%) 重量平均分子 量(Mw)約 20 万	pH	電気伝導度 (mS/cm)	ゼータ 電位 (mV)
A	コロイダルシリカ A*	6.0	--	--	--	0.23	0.23	0.05	--	4.0	2.05	-6.40
B	コロイダルシリカ B**	3.0	0.03	0.03	0.02	--	--	--	0.08	2.8	0.79	-0.50
C	コロイダルシリカ A	6.0	0.03	0.03	0.02	--	--	--	0.08	2.6	1.04	-16.90
D	コロイダルシリカ B	3.0	0.03	0.03	0.02	--	--	0.05	--	2.7	0.91	ND
E	コロイダルシリカ B	3.0	0.0045	0.0045	0.002	--	--	--	0.08	4.2	0.08	ND

十水中のスラリー

*コロイダルシリカ A: $D_{50} = 104$ nm; $D_{10} = 70$ nm; $D_{90} = 152$ nm; mean value (MV) 粒度分布 = 108 nm; D_{90} -to- D_{10} ratio = 2.17; 純度: Na ppm = 260; BET: 82 m²/g

**コロイダルシリカ B: $D_{50} = 48$ nm; $D_{10} = 34$ nm; $D_{90} = 69$ nm; MV = 50 nm; D_{10} に対する D_{90} の比率 = 2.03; 純度: Na ppm = 0.02; BET: 78 m²/g

ND = 未検出

【 0 1 6 7 】

実施例 2 : 8 0 で 5 日間の保存

実施例 1 のうち 5 つの組成物を、それぞれ 8 0 で 5 日間、攪拌することなく、密閉さ

10

20

30

40

50

れた容器に保存した。粒子径分布の値 (D_{50} 、 D_{90} 、および MV) は、新たに生成された組成物だけでなくエージングした組成物についても、粒子径測定器 (株式会社堀場製作所製の LA-950) を用いた光散乱法により測定した。

【0168】

つまり、研磨用組成物を構成する成分をすべて混合した時点から30分後の組成物に対して、粒子径分布の値 (D_{50} 、 D_{90} 、および MV) を、粒子径測定器 (株式会社堀場製作所製の LA-950) を用いた光散乱法により測定した。また、研磨用組成物を構成する成分をすべて混合して80の加熱器に置いた時点から5日後 (120時間後) の組成物であって室温 (25) に放置して25まで冷却した組成物に対して、粒子径分布の値 (D_{50} 、 D_{90} 、および MV) を、粒子径測定器 (株式会社堀場製作所製の LA-950) を用いた光散乱法により測定した。

10

【0169】

酸化膜を一面に載せたシリコンウエハを、新たに生成された組成物、または、エージングした組成物によって下記の条件で研磨し、スクラッチ数を定量化するために欠陥を非パターン化されたウエハ表面検査装置 Surfscan (登録商標) SP2によってスキャンし、日立 RS-6000 機器を用いた走査型電子顕微鏡 (SEM) によって観察した。0.13 μm 未満の大きさの欠陥を記録した。データを表2に示す。

【0170】

(研磨条件)

研磨機: Mirra-200mm 研磨機 (アプライドマテリアルズ社製: AMAT)

研磨パッド: ポリウレタン製パッド (IC1010: ロームアンドハース社製)

圧力: 1.5 psi

プラテン (定盤) 回転数: 60 rpm

ヘッド (キャリア) 回転数: 60 rpm

研磨用組成物の流量: 200 ml/min

研磨時間: 60 sec

20

【0171】

【表2】

スラリー	D_{50} (後)/ D_{50} (前)	D_{90} (後)/ D_{90} (前)	MV (後)/ MV (前)	スクラッチ数(前)	スクラッチ数(後)
A	12.18	23.16	16.08	200	1250
B	1.55	1.94	1.65	30	120
C	1.25	1.22	1.22	200	220
D	1.71	1.80	1.75	30	250
E	3.01	3.22	3.12	30	760

30

【0172】

表2に示されるとおり、スラリーB、CおよびDは、 D_{50} (前) に対する D_{50} (後) の比率が2.0未満であり、 D_{90} (前) に対する D_{90} (後) の比率が2.0未満であり、また、 MV (前) に対する MV (後) の比率が2.0未満であり、好適なスラリーである。また、スクラッチ数(前)、スクラッチ数(後)の数も有意に低く、好適である。

40

【0173】

実施例3: 25で7日間の保存

実施例1のうち2つの組成物を、それぞれ25で7日間、大気中で、攪拌することなく、密閉されていないピーカーに保存した。実施例2と同様に、 D_{50} 、 D_{90} 、および MV の測定を行った。また、実施例2と同様に、シリコンウエハのスクラッチを評価した

50

。データを表 3 に示す。

【 0 1 7 4 】

つまり、研磨用組成物を構成する成分をすべて混合した時点から 30 分後の組成物に対して、粒子径分布の値 (D_{50} 、 D_{90} 、および MV) を、粒子径測定器 (株式会社堀場製作所製の LA - 950) を用いた光散乱法により測定した。また、研磨用組成物を構成する成分をすべて混合した時点から 7 日後 (168 時間後) の組成物に対して、粒子径分布の値 (D_{50} 、 D_{90} および MV) を、粒子径測定器 (株式会社堀場製作所製の LA - 950) を用いた光散乱法により測定した。

【 0 1 7 5 】

【表 3】

スラリー	D_{50} (後)/ D_{50} (前)	D_{90} (後)/ D_{90} (前)	MV (後)/ MV (前)	スクラッチ数 (前)	スクラッチ数 (後)
A	1.16	1.05	1.13	200	320
B	1.01	0.99	1.01	30	80

10

【 0 1 7 6 】

表 3 に示されるとおり、スラリー B は、 D_{50} (前) に対する D_{50} (後) の比率が 1.15 未満であり、 D_{90} (前) に対する D_{90} (後) の比率が 1.05 未満であり、 MV (前) に対する MV (後) の比率が 1.15 未満であり、好適なスラリーである。また、スクラッチ数 (前)、スクラッチ数 (後) の数も有意に低く、好適である。

20

【 0 1 7 7 】

実施例 4 : 55 で 10 日間の保存

実施例 1 のうち 5 つの組成物を、それぞれ 55 で 10 日間、攪拌することなく、密閉された容器に保存した。実施例 2 と同様に、 D_{50} 、 D_{90} 、および MV の測定を行った。また、実施例 2 と同様に、シリコンウェハのスクラッチを評価した。データを表 4 に示す。

【 0 1 7 8 】

つまり、研磨用組成物を構成する成分をすべて混合した時点から 30 分後の組成物に対して、粒子径分布の値 (D_{50} 、 D_{90} 、および MV) を、粒子径測定器 (株式会社堀場製作所製の LA - 950) を用いた光散乱法により測定した。また、研磨用組成物を構成する成分をすべて混合して 55 の加熱器に置いた時点から 10 日後 (240 時間後) の組成物であって室温 (25) に放置して 25 まで冷却した組成物に対して、粒子径分布の値 (D_{50} 、 D_{90} 、および MV) を、粒子径測定器 (株式会社堀場製作所製の LA - 950) を用いた光散乱法により測定した。

30

【 0 1 7 9 】

【表 4】

スラリー	D_{50} (後)/ D_{50} (前)	D_{90} (後)/ D_{90} (前)	MV (後)/ MV (前)	スクラッチ数 (前)	スクラッチ数 (後)
A	6.58	13.05	8.97	200	600
B	1.19	1.17	1.18	30	90
C	1.00	1.00	1.00	200	200
D	1.31	1.33	1.32	30	110
E	2.42	2.58	2.48	30	200

40

【 0 1 8 0 】

本発明の特定の実施形態を例示して説明したが、特許請求の範囲に規定される広範な態様における技術から逸脱することなく種々の変更および改変がなされうことは、当業者

50

にとって自明である。

【0181】

本明細書において例示的に説明された実施形態は、本明細書に具体的に開示されていないが、任意の構成要素または複数の構成要素、制限または複数の制限がない場合でも適切に実施することができる。したがって、例えば、「備える (comprising)」、「含む (including)」、「含有する (containing)」などの用語は、広範かつ制限なしに解釈されるものとする。さらに、本明細書で使用される用語および表現は、限定するための用語ではなく説明するための用語として用いられており、本明細書に示され開示された特徴またはその一部と同等のものを排除するような用語および表現を使用する意図はなく、特許請求の範囲に記載された技術的範囲内で様々な変更が可能であることが認識される。さらに、「本質的に～からなる (consisting essentially of)」という表現は、具体的に列挙された構成要素および特許請求の範囲に記載された技術の基本的かつ新規な特徴に実質的に影響を与えない追加の構成要素を含むことが理解される。「～からなる (consisting of)」という表現は、特定されていない構成要素を排除する。

10

【0182】

本発明は、本願に開示された特定の実施形態に限定されるものではない。当業者には明らかであるように、本発明の精神および範囲から逸脱することなく、多くの改変および変形を行うことができる。本明細書に列挙したものに加えて、本願の開示の範囲内において機能的に同等な方法および組成物は、上記の記載から当業者には明らかであろう。そのような改変および変形は、添付の特許請求の範囲内に入ることが意図される。本願の開示は、権利を与えられる特許請求の範囲と同等の全範囲とともに、添付の特許請求の範囲の用語によってのみ限定される。本願の開示は特定の方法、試薬、化合物、または組成物に限定されず、当然改変可能であることが理解される。本明細書で使用される用語は、特定の実施形態のみを説明するためのものであり、限定することを意図するものではないことも理解されたい。

20

【0183】

さらに、本願の開示の特徴または態様がマーカッシュグループとして記述される場合、当業者は、本願の開示が、それによって、マーカッシュグループの任意の個々のメンバーまたはメンバーのサブグループとしても記述されることを認識する。

30

【0184】

当業者に理解されるように、任意のおよび全ての目的で、特に書面による説明を提供することに関しては、本明細書に開示された全ての範囲は、任意のおよび全ての可能性ある部分範囲およびそれらの部分範囲の組合せも包含する。任意の列挙された範囲は、十分に記述するためのものとして、かつ同じ範囲を少なくとも均等な半分、3分の1、4分の1、5分の1、10分の1などに分けることができることを、容易に理解することができる。非限定的な例として、本明細書で論じられた各範囲は、下部3分の1、中部3分の1、および上部3分の1などに容易に分けることができる。当業者に理解されるように、「～まで (up to)」、「少なくとも (at least)」、「～より大きい (greater than)」、「～未満 (less than)」などのような全ての言語は、列挙された数を含み、かつ、上記にて論じられた部分範囲に引き続き分けることができる範囲を指す。最後に、当業者に理解されるように、ある範囲は、個々のそれぞれのメンバーを含む。

40

【0185】

本明細書で言及された刊行物、特許出願、交付済み特許およびその他の文献は全て、個々の刊行物、特許出願、交付済み特許、またはその他の文献が、参照により組み込まれることを具体的かつ個別的に示唆されているかのように、その内容全体を参照として本明細書に組み込む。参照により組み込まれた本文に含まれるものの定義には、本明細書に開示された定義と矛盾する範囲は除外される。

【0186】

50

他の実施形態は、添付の特許請求の範囲に示される。本出願は、2016年1月28日に出願された米国仮特許出願第62/288,340号に基づいており、その開示内容は、参照により全体として引用されている。

【 国際調査報告 】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT		International application No. PCT/JP2017/001094
A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER C09K3/14(2006.01)i, B24B37/00(2012.01)i, H01L21/304(2006.01)i According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) C09K3/14, B24B37/00, H01L21/304 Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Jitsuyo Shinan Koho 1922-1996 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2017 Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2017 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2017 Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X Y	JP 2013-038237 A (Hitachi Chemical Co., Ltd.), 21 February 2013 (21.02.2013), claim 1; paragraphs [0044], [0056], [0069] to [0070]; example 2; table 1 (Family: none)	1-11, 13 12
X Y	JP 2009-302255 A (Fujifilm Corp.), 24 December 2009 (24.12.2009), claim 1; paragraphs [0041], [0060], [0106]; example 21; table 1 (3rd figure) & US 2009/0311864 A1 claim 1; paragraphs [0065], [0089] to [0090], [0163]; example 21; table 1	1-11, 13 1-13
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input type="checkbox"/> See patent family annex.		
* Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed		"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family
Date of the actual completion of the international search 29 March 2017 (29.03.17)		Date of mailing of the international search report 11 April 2017 (11.04.17)
Name and mailing address of the ISA/ Japan Patent Office 3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915, Japan		Authorized officer Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2017/001094

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X Y	JP 2010-153576 A (Asahi Glass Co., Ltd.), 08 July 2010 (08.07.2010), claim 1; paragraphs [0025], [0031] to [0032]; example 9; table 1 (Family: none)	1-10, 13 1-13
Y	JP 2007-123826 A (Fujifilm Corp.), 17 May 2007 (17.05.2007), claims 1 to 2; paragraphs [0011] to [0013], [0022], [0034]; example 5; table 1 & US 2007/0093187 A1 claims 1 to 2; paragraphs [0021] to [0034], [0053], [0082]; example 5; table 1	1-13
A	JP 2015-025108 A (Hitachi Chemical Co., Ltd.), 05 February 2015 (05.02.2015), (Family: none)	1-13

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2017/001094

Claim 1 is "a polishing composition which comprises abrasive grains, an additive, and a water-soluble polymer". Claim 1 includes any such polishing composition wherein the particles are ones in which "the ratio of D50(after) to D50(before)", determined under given conditions, is a given value or less.

In particular, with respect to the "additive", claim 1 includes any additive (which is not clearly distinguishable from the "water-soluble polymer", the periphery of which is unclear).

Meanwhile, the modes which satisfy the "ratio" and are specifically disclosed in examples of the description are limited to slurries B to D, which each include specific additives and a specific water-soluble polymer and which each have a specific pH and a specific electric conductivity. The description (tables 1-2) indicates that slurries A and E, which differ therefrom in the kind of the additives, pH, or electric conductivity, do not satisfy said ratio.

It is considered from the statements in paragraphs [0060], [0063], [0065]-[0066], and [0069] of the description that polishing compositions which satisfy the requirements that the pH is less than 4.0 (referred to as requirement in claim 2), that the electric conductivity (mS/cm) is 0.2-1.9 (referred to as requirement in claim 4), that the additive content is 0.5 mass% or less but 0.01 mass% or higher (referred to as requirement in paragraph [0065]), that the additive is an optionally hydroxylated carboxylic acid in which the number of carboxyl groups in the molecule is 2 or less (referred to as requirement in claims 5-6), and that the water-soluble polymer contains at least one carboxyl group or includes a polysaccharide consisting only of glucose (referred to as requirement in claim 8) efficiently exhibit the expected effect of the present invention, that is, the effect of "inhibiting the substrate surfaces from having scratches and, even when stored for a long period, being capable of inhibiting substrate surfaces from having scratches" (paragraph [0008]).

In view of common technical knowledge wherein scratches occur due to coarse particles contained in the polishing liquid, it can be understood that the "ratio", which is related to the formation of coarse particles, can be controlled by the above-mentioned requirements. However, it would not be obvious to a person skilled in the art what regulation enables control of the "ratio" in a polishing composition which satisfies none of the above-mentioned requirements.

Consequently, the inventions of claims 1-13 exceed the range set forth in the description, and do not comply with the requirement of the support prescribed under PCT Article 6.

Further, when the statement in the description as said above and a common technical knowledge at the time of filing of the present application is taken into consideration, excess trial and error are required for a person skilled in the art in order to work the inventions of claims 1-13, the inventions of claims 1-13 are not clearly and fully set forth in the description to such a degree that a person skilled in the art can work the inventions, and therefore, the description does not comply with the requirement prescribed under PCT Article 5.

(Continued to next extra sheet)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2017/001094

Therefore, no search was made for the polishing composition specified in claim 1 which does not satisfy all of the requirement in claim 2, requirement in claim 4, requirement in paragraph [0065], requirement in claims 5-6, and requirement in claim 8, because a meaningful search is impossible.

国際調査報告		国際出願番号 PCT/J P 2 0 1 7 / 0 0 1 0 9 4									
A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC)) Int.Cl. C09K3/14(2006.01)i, B24B37/00(2012.01)i, H01L21/304(2006.01)i											
B. 調査を行った分野 調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC)) Int.Cl. C09K3/14, B24B37/00, H01L21/304											
最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの <table border="0"> <tr> <td>日本国実用新案公報</td> <td>1922-1996年</td> </tr> <tr> <td>日本国公開実用新案公報</td> <td>1971-2017年</td> </tr> <tr> <td>日本国実用新案登録公報</td> <td>1996-2017年</td> </tr> <tr> <td>日本国登録実用新案公報</td> <td>1994-2017年</td> </tr> </table>				日本国実用新案公報	1922-1996年	日本国公開実用新案公報	1971-2017年	日本国実用新案登録公報	1996-2017年	日本国登録実用新案公報	1994-2017年
日本国実用新案公報	1922-1996年										
日本国公開実用新案公報	1971-2017年										
日本国実用新案登録公報	1996-2017年										
日本国登録実用新案公報	1994-2017年										
国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)											
C. 関連すると認められる文献											
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号									
X Y	JP 2013-038237 A (日立化成工業株式会社) 2013.02.21, 請求項1、段落44, 56, 69-70、実施例2、表1 (ファミリーなし)	1-11, 13 12									
X Y	JP 2009-302255 A (富士フイルム株式会社) 2009.12.24, 請求項1、段落41, 60, 106、実施例21、表1 (その3) & US 2009/0311864 A1 請求項1、段落65, 89-90, 163、実施例21、表1	1-11, 13 1-13									
<input checked="" type="checkbox"/> C欄の続きにも文献が列挙されている。 <input type="checkbox"/> パテントファミリーに関する別紙を参照。											
* 引用文献のカテゴリー		の日の後に公表された文献									
「A」特に関連のある文献ではなく、一般的な技術水準を示すもの		「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの									
「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの		「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの									
「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)		「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの									
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献		「&」同一パテントファミリー文献									
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願											
国際調査を完了した日 29.03.2017		国際調査報告の発送日 11.04.2017									
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁 (ISA/J P) 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号		特許庁審査官 (権限のある職員) 大島 彰公	4V 4869								
		電話番号 03-3581-1101 内線 3483									

国際調査報告		国際出願番号 PCT/J P 2017/001094
C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
X Y	JP 2010-153576 A (旭硝子株式会社) 2010.07.08, 請求項1、段落25、31-32、実施例9、表1 (ファミリーなし)	1-10, 13 1-13
Y	JP 2007-123826 A (富士フイルム株式会社) 2007.05.17, 請求項1-2、段落11-13、22、34、実施例5、表1 & US 2007/0093187 A1 請求項1-2、段落21-34、53、82、実施例5、表1	1-13
A	JP 2015-025108 A (日立化成株式会社) 2015.02.05, (ファミリーなし)	1-13

請求項1は、「砥粒と、添加剤と、水溶性ポリマーとを含む研磨用組成物であって」、当該組成物の粒子について、所定の条件で計測される「D50（前）に対するD50（後）の比率」が所定値以下である限り、あらゆる研磨用組成物が包含される。

特に、「添加剤」については、その外縁も不明な「水溶性ポリマー」との区別も明確でないあらゆる添加剤を包含する。

他方、当該「比率」を満たすものとして、明細書に実施例をもって具体的に開示されているのは、特定の添加剤及び水溶性ポリマーを含み、特定のpH及び電気伝導度を有するスラリーB-Dのみであり、添加剤の種類、pH及び電気伝導度が異なるスラリーA、Eは、当該比率を満たさないことが開示されている（表1-2）。

また、明細書の段落60、63、65-66、69の記載を参酌すると、

- ・ pHが4.0未満（請求項2の条件という）、
- ・ 電気伝導度（mS/cm）が、0.2~1.9（請求項4の条件という）、
- ・ 添加剤の含有量が、0.5質量%以下であり且つ0.01質量%以上（段落65の条件という）
- ・ 添加剤が、分子中のカルボキシル基の数が、2個以下である水酸基を含んでもよいカルボン酸（請求項5-6の条件という）、
- ・ 水溶性ポリマーが、少なくとも1つのカルボキシル基を含む、あるいは、グルコースのみからなる多糖類を含む（請求項8の条件という）

という各条件を満たす研磨用組成物が、本願発明の所期の効果、すなわち、「基板表面におけるスクラッチの発生を抑制し、長期間保管された場合でも、基板表面におけるスクラッチの発生を抑制できる」（段落08）という効果を効率良く奏すると認められる。

そして、スクラッチが、研磨液中の粗大粒子により発生するという技術常識を参酌すると、上記各条件により、粗大粒子の発生に関連する当該「比率」を制御し得ることは理解できるが、上記各条件の全てを満たさない研磨用組成物において、いかなる調整により、当該「比率」を制御できるかが、当業者にとって自明であるとはいえない。

したがって、請求項1-13に係る発明は、明細書に記載した範囲を超えるものであり、PCT第6条に規定される裏付けに関する要件を満たしていない。

また、上記のような明細書の記載及び出願時の技術常識を考慮すると、請求項1-13に係る発明を実施するには、当業者にとって過度な試行錯誤が必要となり、明細書は、請求項1-13に係る発明を当業者が実施できる程度に明確かつ十分に記載されておらず、PCT第5条に規定される要件を満たしていない。

よって、請求項1に特定される研磨用組成物のうち、上記請求項2の条件、請求項4の条件、段落65の条件、請求項5-6の条件及び請求項8の条件を全て満たす組成物以外は、有意義な調査を行うことができないため、調査を行わなかった。

フロントページの続き

(81)指定国 AP(BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), EA(AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), EP(AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ

(72)発明者 グランストロム ジミー エリック
 アメリカ合衆国, オレゴン, チュアラティン, サウスウエスト, レプトン ドライブ 1 1 2 0 0
 , フジミ コーポレーション内

(72)発明者 佐伯 房世
 アメリカ合衆国, オレゴン, チュアラティン, サウスウエスト, レプトン ドライブ 1 1 2 0 0
 , フジミ コーポレーション内

Fターム(参考) 3C158 AA07 CB02 DA02 DA12 DA17 EA11 EB01 ED03 ED10 ED23
 ED26 ED28
 5F057 AA03 AA29 BA15 BB16 CA12 DA03 EA01 EA07 EA16 EA21
 EA32

(注)この公表は、国際事務局(WIPO)により国際公開された公報を基に作成したものである。なおこの公表に係る日本語特許出願(日本語実用新案登録出願)の国際公開の効果は、特許法第184条の10第1項(実用新案法第48条の13第2項)により生ずるものであり、本掲載とは関係ありません。