



(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 I804660 B

(45)公告日：中華民國 112(2023)年 06 月 11 日

(21)申請案號：108126222

(22)申請日：中華民國 108(2019)年 07 月 24 日

(51)Int. Cl. : C09K3/14 (2006.01)
B24B37/00 (2012.01)C09G1/02 (2006.01)
H01L21/304 (2006.01)(30)優先權：2018/07/26 世界智慧財產權組織
2018/09/25 世界智慧財產權組織PCT/JP2018/028105
PCT/JP2018/035443(71)申請人：日商力森諾科股份有限公司(日本) RESONAC CORPORATION (JP)
日本

(72)發明人：久木田友美 KUKITA, TOMOMI (JP)；岩野友洋 IWANO, TOMOHIRO (JP)；松本貴彬 MATSUMOTO, TAKAAKI (JP)；長谷川智康 HASEGAWA, TOMOYASU (JP)

(74)代理人：葉環宗；卓俊傑

(56)參考文獻：

CN	1457506A	JP	2008-112990A
JP	2011-518098A	JP	2015-93932A
JP	2017-52858A	JP	2017-203076A
WO	97/029510A1	WO	2010/143579A1
WO	2012/070541A1	WO	2012/070542A1

審查人員：謝岡典

申請專利範圍項數：6 項 圖式數：0 共 47 頁

(54)名稱

研漿、研磨液的製造方法以及研磨方法

(57)摘要

一種研漿，其為含有研磨粒、及液狀介質的研漿，並且所述研磨粒包含第 1 粒子、及與該第 1 粒子接觸的第 2 粒子，且所述第 1 粒子含有鈰氧化物，所述第 2 粒子含有鈰化合物，並且由下述式(1)算出的 Rsp 值為 1.60 以上。式(1)： $Rsp = (Tb/Tav) - 1$ ；式中，Tav 表示於所述研磨粒的含量為 2.0 質量%的情況下所述研漿的利用脈衝 NMR 測定而獲得的鬆弛時間(單位：ms)，Tb 表示於所述研磨粒的含量為 2.0 質量%的情況下以離心加速度 $2.36 \times 10^5 G$ 對所述研漿進行離心分離 50 分鐘時，所獲得的上清液的利用脈衝 NMR 測定而獲得的鬆弛時間(單位：ms)



I804660

【發明摘要】

公告本

【中文發明名稱】研漿、研磨液的製造方法以及研磨方法

【中文】

一種研漿，其為含有研磨粒、及液狀介質的研漿，並且所述研磨粒包含第 1 粒子、及與該第 1 粒子接觸的第 2 粒子，且所述第 1 粒子含有鈰氧化物，所述第 2 粒子含有鈰化合物，並且由下述式(1)算出的 R_{sp} 值為 1.60 以上。式(1): $R_{sp} = (T_b/T_{av}) - 1$ ；式中， T_{av} 表示於所述研磨粒的含量為 2.0 質量%的情況下所述研漿的利用脈衝 NMR 測定而獲得的鬆弛時間（單位：ms）， T_b 表示於所述研磨粒的含量為 2.0 質量%的情況下以離心加速度 2.36×10^5 G 對所述研漿進行離心分離 50 分鐘時，所獲得的上清液的利用脈衝 NMR 測定而獲得的鬆弛時間（單位：ms）

【指定代表圖】無

【代表圖之符號簡單說明】

無

【特徵化學式】

無

【發明說明書】

【中文發明名稱】研漿、研磨液的製造方法以及研磨方法

【技術領域】

【0001】 本發明是有關於一種研漿（Slurry）、研磨液的製造方法以及研磨方法。

【先前技術】

【0002】 於近年來的半導體元件的製造步驟中，用於高密度化及微細化的加工技術的重要性逐漸提高。作為加工技術之一的化學機械研磨（Chemical Mechanical Polishing，CMP）技術於半導體元件的製造步驟中，對於淺溝槽隔離（Shallow Trench Isolation。以下，稱為「STI」）的形成、前金屬（Pre-metal）絕緣材料或層間絕緣材料的平坦化、插塞或埋入金屬配線的形成等而言成為必需的技術。

【0003】 作為最多使用的研磨液，例如可列舉包含煙熏二氧化矽（fumed silica）、膠體二氧化矽等二氧化矽（氧化矽）粒子作為研磨粒的二氧化矽系研磨液。二氧化矽系研磨液的特徵在於通用性高，藉由適當地選擇研磨粒含量、pH、添加劑等，不論絕緣材料及導電材料如何，可研磨廣泛種類的材料。

【0004】 另一方面，作為主要以氧化矽等絕緣材料為對象的研磨液，包含鈰化合物粒子作為研磨粒的研磨液的需要亦擴大。例如，包含鈰氧化物粒子作為研磨粒的鈰氧化物系研磨液即使研磨粒含

量低於二氧化矽系研磨液，亦可高速地研磨氧化矽（例如，參照下述專利文獻 1 及專利文獻 2）。

[現有技術文獻]

[專利文獻]

【0005】 [專利文獻 1]日本專利特開平 10-106994 號公報

[專利文獻 2]日本專利特開平 08-022970 號公報

[專利文獻 3]日本專利特開 2006-249129 號公報

[專利文獻 4]國際公開第 2012/070544 號

【發明內容】

【0006】 [發明所欲解決之課題]

且說，近年來，於半導體元件的製造步驟中，要求達成進一步的配線微細化，且研磨時產生的研磨損傷成為問題。即，若於研磨時存在大量的粗大粒子，則存在研磨時產生的研磨損傷增加的傾向。因此，於研磨液、及供於製作研磨液的研漿中要求減少粗大粒子。作為去除粗大粒子的方法，研究有沈降分離法、旋液分離器、過濾等。就對研磨液及研漿的特性的影響少的觀點、及再現性優異的觀點而言，存在實施過濾的傾向。

【0007】 但是，於先前的鉑氧化物系研磨液中，存在過濾中的粗大粒子的去除率（捕捉效率）低的問題。對此，為了提高粗大粒子的去除率而考慮有減小的過濾器的孔徑的方法。但是，於過濾器的孔徑過小的情況下，存在如下問題：因堵塞而粗大粒子的去除率降低的問題；或因粒子附著於濾材而粒徑分佈於過濾前後發

生變化，藉此研磨速度降低的問題。根據此種理由，藉由選擇過濾器（調整過濾器的孔徑等）來調整粗大粒子的去除率的操作存在極限。

【0008】 本發明欲解決所述課題，目的在於提供一種可獲得過濾中的優異的粗大粒子的去除率的研漿。另外，本發明的目的在於提供一種使用所述研漿的研磨液的製造方法。進而，本發明的目的在於提供一種使用利用所述研磨液的製造方法而獲得的研磨液的研磨方法。

[解決課題之手段]

【0009】 本發明的一方面的研漿為含有研磨粒、及液狀介質的研漿，並且所述研磨粒包含第 1 粒子、及與該第 1 粒子接觸的第 2 粒子，且所述第 1 粒子含有鈰氧化物，所述第 2 粒子含有鈰化合物，並且由下述式（1）算出的 Rsp 值為 1.60 以上。

$$Rsp = (Tb/Tav) - 1 \quad (1)$$

[式中，Tav 表示於所述研磨粒的含量為 2.0 質量%的情況下所述研漿的利用脈衝核磁共振（Nuclear Magnetic Resonance，NMR）測定而獲得的鬆弛時間（單位：ms），Tb 表示於所述研磨粒的含量為 2.0 質量%的情況下以離心加速度 2.36×10^5 G 對所述研漿進行離心分離 50 分鐘時，所獲得的上清液的利用脈衝 NMR 測定而獲得的鬆弛時間（單位：ms）]

【0010】 根據本發明的一方面的研漿，可獲得過濾中的優異的粗大粒子的去除率。根據此種研漿，藉由過濾而將粗大粒子去除，藉此可減少研磨時產生的研磨損傷。

【0011】 本發明的另一方面的研磨液的製造方法包括對所述研漿進行過濾的步驟。根據此種研磨液的製造方法，可獲得可減少研磨時產生的研磨損傷的研磨液。

【0012】 本發明的另一方面的研磨方法包括使用利用所述研磨液的製造方法而獲得的研磨液對被研磨面進行研磨的步驟。根據此種研磨方法，可減少研磨時產生的研磨損傷。

[發明的效果]

【0013】 根據本發明，可提供一種可獲得過濾中的優異的粗大粒子的去除率的研漿。另外，根據本發明，可提供一種使用所述研漿的研磨液的製造方法。進而，根據本發明，可提供一種使用利用所述研磨液的製造方法而獲得的研磨液的研磨方法。根據本發明，可提供一種研漿或研磨液於氧化矽的研磨中的應用。

【圖式簡單說明】

無

【實施方式】

【0014】 以下，對本發明的實施形態進行詳細說明。其中，本發明並不限定於以下的實施形態。

【0015】 <定義>

於本說明書中，使用「～」表示的數值範圍表示包含「～」

前後所記載的數值來分別作為最小值及最大值的範圍。本說明書中階段性地記載的數值範圍中，某階段的數值範圍的上限值或下限值可與另一階段的數值範圍的上限值或下限值任意組合。於本說明書中所記載的數值範圍中，該數值範圍的上限值或下限值亦可置換為實施例中所表示的值。所謂「A 或 B」，只要包含 A 及 B 的其中任一者即可，亦可同時包含兩者。本說明書中例示的材料只要無特別說明，則可單獨使用一種或者將兩種以上組合使用。於本說明書中，在組成物中存在多種相當於各成分的物質的情況下，只要無特別說明，則組成物中的各成分的含量是指組成物中存在的該多種物質的合計量。「步驟」一詞不僅是指獨立的步驟，即使於無法與其他步驟明確區分的情況下，只要可達成該步驟的預期作用，則亦包含於本用語中。

【0016】 如後述般，本實施形態的研漿及研磨液含有研磨粒（abrasive grain）。研磨粒亦稱為「研磨粒子」（abrasive particle），但於本說明書中稱為「研磨粒」。通常認為研磨粒為固體粒子，於研磨時藉由研磨粒所具有的機械作用（物理作用）、及研磨粒（主要是研磨粒的表面）的化學作用而將去除對象物去除（remove），但並不限定於此。

【0017】 所謂「研磨液」（polishing liquid、abrasive），定義為研磨時與被研磨面接觸的組成物。「研磨液」這一詞句自身並不對研磨液中所含的成分做任何限定。

【0018】 本說明書中的重量平均分子量例如可使用標準聚苯乙

烯的校準曲線並藉由凝膠滲透層析法（Gel Permeation Chromatography，GPC）而於下述條件下進行測定。

使用設備：日立 L-6000 型[日立製作所股份有限公司製造]

管柱：Gel pack GL-R420+Gel pack GL-R430+Gel pack

GL-R440[日立化成股份有限公司製造，商品名、共計 3 根]

溶離液：四氫呋喃

測定溫度：40°C

流量：1.75 mL/min

檢測器：L-3300RI[日立製作所股份有限公司製造]

【0019】 所謂「粗大粒子」，是指研漿或研磨液中的研磨粒的粒徑分佈中顯著大的粒子狀物質。粗大粒子的材料並無特別限定，可列舉粗大的結晶或粒子凝聚體、自外部混入的異物、該些的複合體等。粗大粒子的形狀並無特別限定，可為球形、棒狀等，亦可為具有大的縱橫比的形狀，亦可為表面具有凹凸的形狀。粗大粒子的大小（粒徑）的下限例如為 3 μm。其中，只要可獲得優異的粗大粒子的去除率，則粗大粒子的大小的下限例如亦可為 0.5 μm、1 μm、2 μm 等。

【0020】<研漿、研磨液及該些的製造方法>

本實施形態的研漿含有研磨粒及液狀介質作為必需成分。研磨粒含有複合粒子，所述複合粒子包含第 1 粒子、及與該第 1 粒子接觸的第 2 粒子。第 1 粒子含有鈰氧化物，第 2 粒子含有鈰化合物。於本實施形態的研漿中，由下述式(1)算出的 Rsp 值為 1.60

以上。

$$R_{sp} = (1/T_{av} - 1/T_b) \times (T_b) = (T_b/T_{av}) - 1 \quad (1)$$

[式中， T_{av} 表示於研磨粒的含量為 2.0 質量%的情況下研漿的利用脈衝 NMR 測定而獲得的鬆弛時間（單位：ms）， T_b 表示於研磨粒的含量為 2.0 質量%的情況下以離心加速度 2.36×10^5 G 對研漿進行離心分離 50 分鐘時，所獲得的上清液的利用脈衝 NMR 測定而獲得的鬆弛時間（單位：ms）]

【0021】 藉由對本實施形態的研漿進行過濾，可獲得優異的粗大粒子的去除率。根據此種研漿，藉由過濾而將粗大粒子去除，藉此可減少研磨時產生的研磨損傷。於粗大粒子的去除率大的情況下，存在容易減少粗大粒子數的傾向，可有效地減少研磨損傷。作為如此獲得優異的粗大粒子的去除率的理由，例如可列舉下述理由。其中，理由並不限定於下述。

【0022】 即，推測，於含有鉻化合物的第 2 粒子與含有鉻氧化物的第 1 粒子接觸的情況下，在粒子間產生引力相互作用。此種相互作用並無特別限定，可列舉：靜電引力、共價鍵、凡得瓦力 (van der Waals force)、偶極-偶極相互作用、疏水鍵、氫鍵、高分子或奈米粒子的濃度差引起的衰減效應 (depletion effect) 等。一般認為，所述相互作用於先前的研漿中會導致粒子的凝聚，從而使粗大粒子增加。

【0023】 對此，本實施形態中的複合粒子即使產生相互作用亦可維持分散狀態。推測其理由在於：在第 2 粒子彼此之間產生斥力相互作用。即，其他第 2 粒子（與第 1 粒子不接觸的粒子等）難以接近與第 1 粒子接觸的第 2 粒子。因此，第 2 粒子的新的吸附得到抑制，因此推測不會形成粗大的凝聚體。相對於第 1 粒子與第 2 粒子之間的引力相互作用，第 2 粒子彼此之間的斥力相互作用充分大，因此推測本實施形態中的複合粒子可維持分散狀態。所述斥力相互作用並無特別限定，可列舉靜電斥力、滲透壓、表面吸附層產生的立體排斥作用等。

【0024】 另一方面，關於粗大粒子，推測所述相反的相互作用的平衡與複合粒子不同。此處，已知，粒子間不可避免地發揮作用的引力相互作用（凡得瓦力等）是粒徑越變大而越增大。因此，關於粒徑大的粗大粒子，其他粒子容易吸附，難以顯現出基於第 2 粒子彼此之間的斥力相互作用的凝聚的抑制效果。即，即使粗大粒子由第 2 粒子被覆，第 2 粒子亦可連續不斷地進行吸附。因此，推測藉由第 1 粒子、第 2 粒子或該些的凝聚體吸附於粗大粒子，而形成具有大粒徑的粗大粒子。如此，粗大粒子的粒徑選擇性地增加，因此推測，粗大粒子由濾材捕捉，藉此粗大粒子的去除率容易提高。

【0025】 而且，於本實施形態中，藉由 R_{sp} 值為所述規定值以上，而如下述理由般可獲得優異的粗大粒子的去除率。

【0026】 於脈衝 NMR 測定中，對藉由向分子照射無線電波而獲

得能量的核自旋返回到原來的熱平衡狀態為止的時間（鬆弛時間）進行測定，通常已知，分子運動越慢，鬆弛時間越短。此處，於含有研磨粒的研漿中，在研磨粒的表面存在與研磨粒的表面的分子相互作用的水分子（束縛水）。而且，水分子因極性大而與複合粒子的第一粒子或第二粒子形成氫鍵等，藉此熱穩定化。該情況下，存在於研磨粒表面的束縛水的分子運動受到限制，因此束縛水的鬆弛時間較與研磨粒不接觸而處於自由狀態的水分子（自由水）的鬆弛時間而言變短。此處，脈衝 NMR 測定中獲得的鬆弛時間 T_{av} 表示反映存在於研磨粒表面的束縛水的體積的鬆弛時間、與反映自由水的體積的鬆弛時間的平均值。因此，與自由水的體積相比，束縛水的體積越大（即，研磨粒表面的分子與水分子的相互作用越強（親和性高））， T_{av} 越變短，結果，由所述式（1）獲得的 R_{sp} 值越變大。即， R_{sp} 值越大，越可謂是親水性高的研磨粒。

【0027】 使用過濾器對研漿進行過濾時，粗大粒子由過濾器的濾材中存在的微細的空孔（細孔）捕捉而被除去。另一方面，液狀介質藉由毛細管現象而滲透到濾材的空孔內。所謂毛細管現象，是指液體滲透到由固體包圍的狹小空間中的現象，固體相對於液體的潤濕性（固體相對於液體的親和性的高度）越高，液體越容易滲透到該空間中。通常，濾材中的空孔的大小並不均勻，研漿難以進入至微細的空孔中。特別是，於濾材的表面為疏水性的情況下，濾材相對於水的潤濕性小，因此研漿難以滲透到空孔中。

該情況下，研漿通過濾材中的空孔中孔徑比較大的空孔，因此粗大粒子容易通過空孔，因此粗大粒子的去除率降低。

【0028】 於本發明者等人的推斷中，在將包含親水性高的研磨粒的研漿（即， R_{sp} 值大的研漿）通液至過濾器的情況下，若研磨粒附著於濾材表面，則因研磨粒自身為親水性，因此濾材表面經親水化，濾材相對於水的潤濕性提高。結果，研漿容易滲透到空孔中，粗大粒子容易被捕捉，因此粗大粒子的去除率提高。根據以上理由，藉由 R_{sp} 值為所述規定值以上，可提高粗大粒子的去除率。

【0029】 並且認為，藉由調整粒子的製作方法，而避免粗大粒子的生成、及粗大粒子向研漿及研磨液的混入。例如，液相合成微小粒子的方法與將多晶（例如，鈰氧化物的多晶）粒子粉碎並加以微細化的方法相比較，容易減少粗大粒子的混入。但是，此種方法中，為了防止粗大粒子的意料外的生成，需要藉由使粒子的製造條件最佳化來使粒子微小化。該情況下，若粒子的微晶直徑小，則難以獲得機械研磨作用，因此存在研磨速度減小的傾向，因此難以有效地減少粗大粒子並且難以達成絕緣材料的高的研磨速度。

【0030】 另一方面，根據本實施形態，可有效地減少粗大粒子並且可達成絕緣材料（例如，氧化矽）的高速的研磨速度。作為如此提高絕緣材料的研磨速度的理由，例如可列舉下述理由。其中，理由並不限定於下述。

【0031】 即，含有鉑氧化物並且具有大於第 2 粒子的粒徑的第 1 粒子與第 2 粒子相比較，對於絕緣材料的機械作用（機械性）強。另一方面，含有鉑化合物並且具有小於第 1 粒子的粒徑的第 2 粒子與第 1 粒子相比較，對於絕緣材料的機械作用小，但因粒子整體的比表面積（每單位質量的表面積）大，因此對於絕緣材料的化學作用（化學性）強。如此，藉由併用機械作用強的第 1 粒子、及化學作用強的第 2 粒子，容易獲得提高研磨速度的相乘效果。藉此，可達成絕緣材料的高速的研磨速度。

【0032】 根據本實施形態，可達成絕緣材料的高速的研磨速度，因此，藉由將研磨粒的含量以變小的方式加以調整，亦可減少粗大粒子。另外，通常，隨著研磨粒的含量增加，而存在容易產生研磨損傷的傾向。另一方面，根據本實施形態，即使於研磨粒的含量小的情況下亦可獲得充分的研磨速度，因此藉由使用少量的研磨粒，亦可達成充分的研磨速度並且可以低研磨損傷對絕緣材料進行研磨。

【0033】 如上所述，於本實施形態的研漿中，使用藉由脈衝 NMR 測定（脈衝核磁共振測定）獲得的鬆弛時間 T_{av} 及鬆弛時間 T_b 且由式（1）算出的 R_{sp} 值為 1.60 以上。脈衝 NMR 測定是測定氫原子核（ 1H 核）的橫向鬆弛時間的方法，可使用日本路福特（Rufuto）股份有限公司製造的脈衝 NMR 粒子界面特性評價裝置（商品名：艾克朗阿亞（Acron Area））進行。鬆弛時間可利用卡爾-帕賽爾-梅博姆-吉爾（Carr Purcell Meiboom Gill）法（CPMG 法）而獲得。

測定溫度為 25°C。Rsp 值是指粒子與水分子的親和性的指標，可使用研漿的鬆弛時間 T_{av} 、與對研漿進行離心分離時獲得的上清液的鬆弛時間 T_b 並由所述式（1）而算出。

【0034】 就獲得優異的粗大粒子的去除率的觀點而言，Rsp 值為 1.60 以上。就容易獲得優異的粗大粒子的去除率的觀點而言，Rsp 值的下限較佳為 1.80 以上，更佳為 2.00 以上，進而佳為 2.20 以上，特佳為 2.40 以上。Rsp 值的上限例如可為 10.0 以下。

【0035】 研磨粒表面的束縛水的體積越多，Rsp 值越變大，因此，可吸附束縛水的研磨粒的表面積越大，Rsp 值越容易變大。因此，例如，藉由在複合粒子中使第 1 粒子及/或第 2 粒子的粒徑（平均一次粒徑或平均二次粒徑）變化，而可調整 Rsp 值。或者，亦可藉由對研磨粒表面進行親水化處理而增大 Rsp 值。作為親水化處理的方法，例如可列舉：利用具有對於水的親和性高的官能基（例如，羧基）的化合物被覆研磨粒表面的方法、及利用該化合物對研磨粒進行表面修飾的方法。

【0036】 本實施形態的研磨液（CMP 研磨液）例如可藉由對本實施形態的研漿進行過濾而獲得。本實施形態的研磨液的製造方法包括對本實施形態的研漿進行過濾的過濾步驟。

【0037】 過濾步驟中，可使用過濾器（濾材）將粗大粒子去除。過濾器的形狀並無特別限定，可列舉：盤型（disk type）、筒型（cartridge type）等。就提高通液性的觀點而言，筒型的過濾器亦可經加工為褶狀。

【0038】 作為構成過濾器的材料，可列舉：聚丙烯、尼龍、玻璃、聚酯、聚醚砜、聚四氟乙烯、聚碳酸酯、聚偏二氟乙烯、纖維素衍生物等。該些材料可經加工為膜（membrane）或纖維狀。

【0039】 過濾器的孔徑（標稱孔徑）較佳為下述範圍。就過濾速度優異的觀點、粒徑分佈難以變化的觀點、及過濾器壽命（防止堵塞的效果）優異的觀點而言，過濾器的孔徑的下限較佳為 0.10 μm 以上，更佳為 0.20 μm 以上。就容易獲得優異的粗大粒子的去除率的觀點而言，過濾器的孔徑的上限較佳為 3.0 μm 以下，更佳為 2.0 μm 以下，進而佳為 1.0 μm 以下，特佳為 0.80 μm 以下，極佳為 0.50 μm 以下。就所述觀點而言，過濾器的孔徑較佳為 0.10 μm \sim 3.0 μm 。

【0040】 過濾可以一階段實施，亦可進行將多個過濾器加以組合的多段處理。另外，可對單一過濾器通液一次研漿，亦可對同一過濾器進行多次循環處理。

【0041】 （研磨粒）

如上所述，本實施形態的研磨粒含有複合粒子，所述複合粒子包含第 1 粒子、及與該第 1 粒子接觸的第 2 粒子。

【0042】 第 2 粒子的粒徑較佳為小於第 1 粒子的粒徑。第 1 粒子及第 2 粒子的粒徑的大小關係可根據複合粒子的掃描式電子顯微鏡（Scanning Electron Microscope，SEM）圖像等進行判別。通常，於粒徑小的粒子中，與粒徑大的粒子相比，每單位質量的表面積大，因此反應活性高。另一方面，與粒徑大的粒子相比，粒徑小

的粒子的機械作用（機械研磨力）小。但是，於本實施形態中，即使在第 2 粒子的粒徑小於第 1 粒子的粒徑的情況下，亦可顯現出第 1 粒子及第 2 粒子的相乘效果，可容易使優異的反應活性及機械作用併存。

【0043】 就進一步提高絕緣材料的研磨速度的觀點而言，第 1 粒子的粒徑的下限較佳為 15 nm 以上，更佳為 25 nm 以上，進而佳為 35 nm 以上，特佳為 40 nm 以上，極佳為 50 nm 以上，非常佳為 80 nm 以上，進而更佳為 100 nm 以上。就提高研磨粒的分散性的觀點、及容易抑制對被研磨面造成損傷的觀點而言，第 1 粒子的粒徑的上限較佳為 1000 nm 以下，更佳為 800 nm 以下，進而佳為 600 nm 以下，特佳為 400 nm 以下，極佳為 300 nm 以下，非常佳為 200 nm 以下，進而更佳為 150 nm 以下。就所述觀點而言，第 1 粒子的粒徑更佳為 15 nm~1000 nm。第 1 粒子的平均粒徑(平均二次粒徑)亦可為所述範圍。

【0044】 就進一步提高絕緣材料的研磨速度的觀點而言，第 2 粒子的粒徑的下限較佳為 1 nm 以上，更佳為 2 nm 以上，進而佳為 3 nm 以上。就提高研磨粒的分散性的觀點、及容易抑制對被研磨面造成損傷的觀點而言，第 2 粒子的粒徑的上限較佳為 50 nm 以下，更佳為 30 nm 以下，進而佳為 25 nm 以下，特佳為 20 nm 以下，極佳為 15 nm 以下，非常佳為 10 nm 以下。就所述觀點而言，第 2 粒子的粒徑更佳為 1 nm~50 nm。第 2 粒子的平均粒徑(平均二次粒徑)亦可為所述範圍。

【0045】 研漿或研磨液中的研磨粒（包含複合粒子的研磨粒整體）的平均粒徑（平均二次粒徑）較佳為下述範圍。就進一步提高絕緣材料的研磨速度的觀點而言，研磨粒的平均粒徑的下限較佳為 16 nm 以上，更佳為 20 nm 以上，進而佳為 30 nm 以上，特佳為 40 nm 以上，極佳為 50 nm 以上，非常佳為 100 nm 以上，進而更佳為 120 nm 以上，進而尤佳為 140 nm 以上，特佳為 150 nm 以上，極佳為 155 nm 以上。就粒徑分佈難以變化的觀點、提高研磨粒的分散性的觀點、及容易抑制對被研磨面造成損傷的觀點而言，研磨粒的平均粒徑的上限較佳為 1050 nm 以下，更佳為 1000 nm 以下，進而佳為 800 nm 以下，特佳為 600 nm 以下，極佳為 500 nm 以下，非常佳為 400 nm 以下，進而更佳為 300 nm 以下，進而尤佳為 200 nm 以下，特佳為 160 nm 以下。就所述觀點而言，研磨粒的平均粒徑更佳為 16 nm~1050 nm。

【0046】 平均粒徑例如可使用光繞射散射式粒度分佈計（例如，貝克曼庫爾特（Beckman Coulter）股份有限公司製造、商品名：N5，或者麥奇克拜爾（Microtrac BEL）股份有限公司製造、商品名：麥奇克（Microtrac）MT3300EXII）進行測定。

【0047】 第 1 粒子可具有負的 ζ 電位（Zeta potential）。第 2 粒子可具有正的 ζ 電位。所謂 ζ 電位，是表示粒子的表面電位。 ζ 電位例如可使用動態光散射式 ζ 電位測定裝置（例如，貝克曼庫爾特（Beckman Coulter）股份有限公司製造、商品名：德爾薩奈米（DelsaNano）C）進行測定。粒子的 ζ 電位可使用添加劑進行調

整。例如，藉由使磷酸二氫銨、具有羧基的材料（例如，聚丙烯酸）等與含有鈰氧化物的粒子接觸，可獲得具有負的 ζ 電位的粒子。

【0048】 第 1 粒子含有鈰氧化物（例如，二氧化鈰（ceria）），第 2 粒子含有鈰化合物。作為第 2 粒子的鈰化合物，可列舉鈰氫氧化物、鈰氧化物等。作為第 2 粒子的鈰化合物，可使用與鈰氧化物不同的化合物。鈰化合物較佳為包含鈰氫氧化物。包含鈰氫氧化物的研磨粒與包含二氧化矽、鈰氧化物等的粒子相比較，藉由羥基的作用而與絕緣材料（例如，氧化矽）的反應性（化學作用）高，可以更高速的研磨速度對絕緣材料進行研磨。鈰氫氧化物例如為包含四價鈰 (Ce^{4+})、與至少一個氫氧根離子 (OH^-) 的化合物。鈰氫氧化物亦可包含氫氧根離子以外的陰離子（例如，硝酸根離子 NO_3^- 及硫酸根離子 SO_4^{2-} ）。例如，鈰氫氧化物亦可包含鍵結於四價鈰的陰離子（例如，硝酸根離子 NO_3^- 及硫酸根離子 SO_4^{2-} ）。

【0049】 鈰氫氧化物可藉由使鈰鹽與鹼源（鹼）進行反應而製作。鈰氫氧化物較佳為藉由將鈰鹽與鹼液（例如，鹼性水溶液）混合而製作。藉此，可獲得粒徑極細的粒子，容易獲得優異的研磨損傷的減少效果。此種方法例如揭示於專利文獻 3 及專利文獻 4 中。鈰氫氧化物可藉由將鈰鹽溶液（例如，鈰鹽水溶液）與鹼液混合而獲得。作為鈰鹽，可列舉： $Ce(NO_3)_4$ 、 $Ce(SO_4)_2$ 、 $Ce(NH_4)_2(NO_3)_6$ 、 $Ce(NH_4)_4(SO_4)_4$ 等。

【0050】 一般認為，根據鈰氫氧化物的製造條件等，生成包含 $\text{Ce}(\text{OH})_a\text{X}_b$ (式中， $a+b\times c=4$) 的粒子（再者，此種粒子亦為鈰氫氧化物），所述 $\text{Ce}(\text{OH})_a\text{X}_b$ 包含四價鈰 (Ce^{4+})、1 個～3 個氫氧根離子 (OH^-) 及 1 個～3 個陰離子 (X^{c-})。並且認為，於 $\text{Ce}(\text{OH})_a\text{X}_b$ 中，吸電子性的陰離子 (X^{c-}) 發揮作用而使氫氧根離子的反應性提高，且隨著 $\text{Ce}(\text{OH})_a\text{X}_b$ 的存在量增加，研磨速度提高。陰離子 (X^{c-}) 例如可列舉 NO_3^- 及 SO_4^{2-} 。以及認為，包含鈰氫氧化物的粒子不僅可包含 $\text{Ce}(\text{OH})_a\text{X}_b$ ，而且亦可包含 $\text{Ce}(\text{OH})_4$ 、 CeO_2 等。

【0051】 包含鈰氫氧化物的粒子含有 $\text{Ce}(\text{OH})_a\text{X}_b$ 可利用如下方法而確認：利用純水將粒子充分清洗後，使用傅立葉變換紅外分光光度計全反射測定法 (Fourier transform Infra Red Spectrometer Attenuated Total Reflection 法，FT-IR ATR 法) 而檢測出相當於陰離子 (X^{c-}) 的波峰。亦可利用 X 射線光電子分光法 (X-ray Photoelectron Spectroscopy、XPS 法) 來確認陰離子 (X^{c-}) 的存在。

【0052】 包含第 1 粒子及第 2 粒子的複合粒子可藉由如下方式等而獲得：使用均質器、奈米化機、球磨機、珠磨機、超音波處理機等使第 1 粒子與第 2 粒子接觸；使具有彼此相反的電荷的第 1 粒子與第 2 粒子接觸；以及於粒子的含量少的狀態下使第 1 粒子與第 2 粒子接觸。

【0053】 根據本實施形態，可提供一種研磨粒的製造方法，包括使含有鈰氧化物的第 1 粒子、與含有鈰化合物的第 2 粒子接觸的步驟。根據本實施形態，可提供一種研漿的製造方法，包括利用

所述研磨粒的製造方法而獲得研磨粒的步驟。

【0054】 就進一步提高絕緣材料的研磨速度的觀點而言，第 1 粒子中的鉑氧化物的含量的下限以第 1 粒子整體（研漿或研磨液中所含的第 1 粒子整體。以下相同）為基準而較佳為 50 質量%以上，更佳為 70 質量%以上，進而佳為 90 質量%以上，特佳為 95 質量%以上。第 1 粒子亦可為實質上包含鉑氧化物的態樣（實質上第 1 粒子的 100 質量%為鉑氧化物的態樣）。

【0055】 就進一步提高絕緣材料的研磨速度的觀點而言，第 2 粒子中的鉑化合物的含量的下限以第 2 粒子整體（研漿或研磨液中所含的第 2 粒子整體。以下相同）為基準而較佳為 50 質量%以上，更佳為 70 質量%以上，進而佳為 90 質量%以上，特佳為 95 質量%以上。第 2 粒子亦可為實質上包含鉑化合物的態樣（實質上第 2 粒子的 100 質量%為鉑化合物的態樣）。

【0056】 藉由在使特定波長的光透過研漿或研磨液時利用分光光度計而獲得的下述式的吸光度的值，可推斷第 2 粒子的含量。即，於粒子吸收特定波長的光的情況下，包含該粒子的區域的光透過率減少。光透過率不僅因粒子的吸收而減少，而且亦因散射而減少，但於第 2 粒子中，散射的影響小。因此，於本實施形態中，可藉由利用下述式算出的吸光度的值來推斷第 2 粒子的含量。

$$\text{吸光度} = -\log_{10} (\text{光透過率} [\%] / 100)$$

【0057】 研磨粒中的第 1 粒子的含量以研磨粒整體（研漿或研磨液中所含的研磨粒整體）為基準而較佳為下述範圍。就進一步提高絕緣材料的研磨速度的觀點而言，第 1 粒子的含量的下限較佳為 50 質量%以上，更佳為超過 50 質量%，進而佳為 60 質量%以上，特佳為 70 質量%以上，極佳為 75 質量%以上，非常佳為 80 質量%以上，進而更佳為 85 質量%以上。就進一步提高絕緣材料的研磨速度的觀點而言，第 1 粒子的含量的上限較佳為 97 質量%以下，更佳為 95 質量%以下，進而佳為 93 質量%以下，特佳為 90 質量%以下，極佳為 88 質量%以下，非常佳為 86 質量%以下。就所述觀點而言，第 1 粒子的含量更佳為 50 質量%～97 質量%。

【0058】 研磨粒中的第 2 粒子的含量以研磨粒整體（研漿或研磨液中所含的研磨粒整體）為基準而較佳為下述範圍。就進一步提高絕緣材料的研磨速度的觀點而言，第 2 粒子的含量的下限較佳為 3 質量%以上，更佳為 5 質量%以上，進而佳為 7 質量%以上，特佳為 10 質量%以上，極佳為 12 質量%以上，非常佳為 14 質量%以上。就進一步提高絕緣材料的研磨速度的觀點而言，第 2 粒子的含量的上限較佳為 50 質量%以下，更佳為小於 50 質量%，進而佳為 40 質量%以下，特佳為 30 質量%以下，極佳為 25 質量%以下，非常佳為 20 質量%以下，進而更佳為 15 質量%以下。就所述觀點而言，第 2 粒子的含量更佳為 3 質量%～50 質量%。

【0059】 研磨粒中的鈮氧化物的含量以研磨粒整體（研漿或研磨液中所含的研磨粒整體）為基準而較佳為下述範圍。就進一步提

高絕緣材料的研磨速度的觀點而言，鈮氧化物的含量的下限較佳為 50 質量%以上，更佳為超過 50 質量%，進而佳為 60 質量%以上，特佳為 70 質量%以上，極佳為 75 質量%以上，非常佳為 80 質量%以上，進而更佳為 85 質量%以上。就進一步提高絕緣材料的研磨速度的觀點而言，鈮氧化物的含量的上限較佳為 97 質量%以下，更佳為 95 質量%以下，進而佳為 93 質量%以下，特佳為 90 質量%以下，極佳為 88 質量%以下，非常佳為 86 質量%以下。就所述觀點而言，鈮氧化物的含量更佳為 50 質量%～97 質量%。

【0060】 研磨粒中的鈮氫氧化物的含量以研磨粒整體（研漿或研磨液中所含的研磨粒整體）為基準而較佳為下述範圍。就進一步提高絕緣材料的研磨速度的觀點而言，研磨粒中的鈮氫氧化物的含量的下限較佳為 3 質量%以上，更佳為 5 質量%以上，進而佳為 7 質量%以上，特佳為 10 質量%以上，極佳為 12 質量%以上，非常佳為 14 質量%以上。就進一步提高絕緣材料的研磨速度的觀點而言，研磨粒中的鈮氫氧化物的含量的上限較佳為 50 質量%以下，更佳為小於 50 質量%，進而佳為 40 質量%以下，特佳為 30 質量%以下，極佳為 25 質量%以下，非常佳為 20 質量%以下，進而更佳為 15 質量%以下。就所述觀點而言，研磨粒中的鈮氫氧化物的含量更佳為 3 質量%～50 質量%。

【0061】 研漿或研磨液中的第 1 粒子的含量以第 1 粒子及第 2 粒子的合計量為基準而較佳為下述範圍。就進一步提高絕緣材料的研磨速度的觀點而言，第 1 粒子的含量的下限較佳為 50 質量%以

上，更佳為超過 50 質量%，進而佳為 60 質量%以上，特佳為 70 質量%以上，極佳為 75 質量%以上，非常佳為 80 質量%以上，進而更佳為 85 質量%以上。就進一步提高絕緣材料的研磨速度的觀點而言，第 1 粒子的含量的上限較佳為 97 質量%以下，更佳為 95 質量%以下，進而佳為 93 質量%以下，特佳為 90 質量%以下，極佳為 88 質量%以下，非常佳為 86 質量%以下。就所述觀點而言，第 1 粒子的含量更佳為 50 質量%～97 質量%。

【0062】 研漿或研磨液中的第 2 粒子的含量以第 1 粒子及第 2 粒子的合計量為基準而較佳為下述範圍。就進一步提高絕緣材料的研磨速度的觀點而言，第 2 粒子的含量的下限較佳為 3 質量%以上，更佳為 5 質量%以上，進而佳為 7 質量%以上，特佳為 10 質量%以上，極佳為 12 質量%以上，非常佳為 14 質量%以上。就進一步提高絕緣材料的研磨速度的觀點而言，第 2 粒子的含量的上限較佳為 50 質量%以下，更佳為小於 50 質量%，進而佳為 40 質量%以下，特佳為 30 質量%以下，極佳為 25 質量%以下，非常佳為 20 質量%以下，進而更佳為 15 質量%以下。就所述觀點而言，第 2 粒子的含量更佳為 3 質量%～50 質量%。

【0063】 研漿中的第 1 粒子的含量以研漿的總質量為基準而較佳為下述範圍。就進一步提高絕緣材料的研磨速度的觀點而言，第 1 粒子的含量的下限較佳為 0.05 質量%以上，更佳為 0.08 質量%以上，進而佳為 0.1 質量%以上，特佳為 0.5 質量%以上，極佳為 0.8 質量%以上，非常佳為 1 質量%以上。就提高研漿的保存穩定性的

觀點而言，第 1 粒子的含量的上限較佳為 10 質量%以下，更佳為 8 質量%以下，進而佳為 5 質量%以下，特佳為 4 質量%以下，極佳為 3 質量%以下，非常佳為 2 質量%以下。就所述觀點而言，第 1 粒子的含量更佳為 0.05 質量%～10 質量%。

【0064】 研磨液中的第 1 粒子的含量以研磨液的總質量為基準而較佳為下述範圍。就進一步提高絕緣材料的研磨速度的觀點而言，第 1 粒子的含量的下限較佳為 0.005 質量%以上，更佳為 0.008 質量%以上，進而佳為 0.01 質量%以上，特佳為 0.05 質量%以上，極佳為 0.07 質量%以上，非常佳為 0.08 質量%以上。就提高研磨液的保存穩定性的觀點、及容易抑制對被研磨面造成損傷的觀點而言，第 1 粒子的含量的上限較佳為 10 質量%以下，更佳為 5 質量%以下，進而佳為 1 質量%以下，特佳為 0.5 質量%以下，極佳為 0.3 質量%以下，非常佳為 0.2 質量%以下，進而更佳為 0.1 質量%以下。就所述觀點而言，第 1 粒子的含量更佳為 0.005 質量%～1 質量%。

【0065】 研漿中的第 2 粒子的含量以研漿的總質量為基準而較佳為下述範圍。就進一步提高研磨粒與被研磨面的化學相互作用而進一步提高絕緣材料的研磨速度的觀點而言，第 2 粒子的含量的下限較佳為 0.05 質量%以上，更佳為 0.1 質量%以上，進而佳為 0.15 質量%以上，特佳為 0.2 質量%以上，極佳為 0.25 質量%以上，非常佳為 0.275 質量%以上，進而更佳為 0.3 質量%以上，進而尤佳為 0.325 質量%以上，特佳為 0.35 質量%以上。就容易避免研磨

粒的凝聚、並且研磨粒與被研磨面的化學相互作用更良好、且容易有效地利用研磨粒的特性的觀點而言，第 2 粒子的含量的上限較佳為 5 質量%以下，更佳為 3 質量%以下，進而佳為 1 質量%以下，特佳為 0.5 質量%以下，極佳為 0.4 質量%以下。就所述觀點而言，第 2 粒子的含量更佳為 0.05 質量%～5 質量%。

【0066】 研磨液中的第 2 粒子的含量以研磨液的總質量為基準而較佳為下述範圍。就進一步提高研磨粒與被研磨面的化學相互作用而進一步提高絕緣材料的研磨速度的觀點而言，第 2 粒子的含量的下限較佳為 0.001 質量%以上，更佳為 0.003 質量%以上，進而佳為 0.005 質量%以上，特佳為 0.008 質量%以上，極佳為 0.01 質量%以上，非常佳為 0.012 質量%以上，進而更佳為 0.014 質量%以上。就容易避免研磨粒的凝聚、並且研磨粒與被研磨面的化學相互作用更良好、且容易有效地利用研磨粒的特性的觀點而言，第 2 粒子的含量的上限較佳為 1 質量%以下，更佳為 0.5 質量%以下，進而佳為 0.1 質量%以下，特佳為 0.05 質量%以下，極佳為 0.03 質量%以下，非常佳為 0.02 質量%以下，進而更佳為 0.015 質量%以下。就所述觀點而言，第 2 粒子的含量更佳為 0.001 質量%～1 質量%。

【0067】 研漿中的鈰氧化物的含量以研漿的總質量為基準而較佳為下述範圍。就進一步提高絕緣材料的研磨速度的觀點而言，鈰氧化物的含量的下限較佳為 0.05 質量%以上，更佳為 0.08 質量%以上，進而佳為 0.1 質量%以上，特佳為 0.5 質量%以上，極佳

為 0.8 質量%以上，非常佳為 1 質量%以上。就提高研漿的保存穩定性的觀點而言，鈰氧化物的含量的上限較佳為 10 質量%以下，更佳為 8 質量%以下，進而佳為 5 質量%以下，特佳為 4 質量%以下，極佳為 3 質量%以下，非常佳為 2 質量%以下。就所述觀點而言，鈰氧化物的含量更佳為 0.05 質量%～10 質量%。

【0068】 研磨液中的鈰氧化物的含量以研磨液的總質量為基準而較佳為下述範圍。就進一步提高絕緣材料的研磨速度的觀點而言，鈰氧化物的含量的下限較佳為 0.005 質量%以上，更佳為 0.008 質量%以上，進而佳為 0.01 質量%以上，特佳為 0.05 質量%以上，極佳為 0.07 質量%以上，非常佳為 0.08 質量%以上。就提高研磨液的保存穩定性的觀點、及容易抑制對被研磨面造成損傷的觀點而言，鈰氧化物的含量的上限較佳為 10 質量%以下，更佳為 5 質量%以下，進而佳為 1 質量%以下，特佳為 0.5 質量%以下，極佳為 0.3 質量%以下，非常佳為 0.2 質量%以下，進而更佳為 0.1 質量%以下。就所述觀點而言，鈰氧化物的含量更佳為 0.005 質量%～1 質量%。

【0069】 研漿中的鈰氫氧化物的含量以研漿的總質量為基準而較佳為下述範圍。就進一步提高研磨粒與被研磨面的化學相互作用而進一步提高絕緣材料的研磨速度的觀點而言，鈰氫氧化物的含量的下限較佳為 0.05 質量%以上，更佳為 0.1 質量%以上，進而佳為 0.15 質量%以上，特佳為 0.2 質量%以上，極佳為 0.25 質量%以上，非常佳為 0.275 質量%以上，進而更佳為 0.3 質量%以上，

進而尤佳為 0.325 質量%以上，特佳為 0.35 質量%以上。就容易避免研磨粒的凝聚、並且研磨粒與被研磨面的化學相互作用更良好、且容易有效地利用研磨粒的特性的觀點而言，鈰氫氧化物的含量的上限較佳為 5 質量%以下，更佳為 3 質量%以下，進而佳為 1 質量%以下，特佳為 0.5 質量%以下，極佳為 0.4 質量%以下。就所述觀點而言，鈰氫氧化物的含量更佳為 0.05 質量%～5 質量%。

【0070】 研磨液中的鈰氫氧化物的含量以研磨液的總質量為基準而較佳為下述範圍。就進一步提高研磨粒與被研磨面的化學相互作用而進一步提高絕緣材料的研磨速度的觀點而言，鈰氫氧化物的含量的下限較佳為 0.001 質量%以上，更佳為 0.003 質量%以上，進而佳為 0.005 質量%以上，特佳為 0.008 質量%以上，極佳為 0.01 質量%以上，非常佳為 0.012 質量%以上，進而更佳為 0.014 質量%以上。就容易避免研磨粒的凝聚、並且研磨粒與被研磨面的化學相互作用更良好、且容易有效地利用研磨粒的特性的觀點而言，鈰氫氧化物的含量的上限較佳為 1 質量%以下，更佳為 0.5 質量%以下，進而佳為 0.1 質量%以下，特佳為 0.05 質量%以下，極佳為 0.03 質量%以下，非常佳為 0.02 質量%以下，進而更佳為 0.015 質量%以下。就所述觀點而言，鈰氫氧化物的含量更佳為 0.001 質量%～1 質量%。

【0071】 研漿中的研磨粒的含量以研漿的總質量為基準而較佳為下述範圍。就進一步提高絕緣材料的研磨速度的觀點而言，研磨粒的含量的下限較佳為 0.01 質量%以上，更佳為 0.05 質量%以

上，進而佳為 0.1 質量%以上，特佳為 0.5 質量%以上，極佳為 1 質量%以上，非常佳為 1.5 質量%以上，進而更佳為 2 質量%以上，進而尤佳為 2.1 質量%以上，特佳為 2.2 質量%以上，極佳為 2.3 質量%以上，非常佳為 2.35 質量%以上。就提高研漿的保存穩定性的觀點而言，研磨粒的含量的上限較佳為 10 質量%以下，更佳為 8 質量%以下，進而佳為 5 質量%以下，特佳為 4 質量%以下，極佳為 3 質量%以下。就所述觀點而言，研磨粒的含量更佳為 0.01 質量%～10 質量%。

【0072】 研磨液中的研磨粒的含量以研磨液的總質量為基準而較佳為下述範圍。就進一步提高絕緣材料的研磨速度的觀點而言，研磨粒的含量的下限較佳為 0.01 質量%以上，更佳為 0.02 質量%以上，進而佳為 0.03 質量%以上，特佳為 0.05 質量%以上，極佳為 0.08 質量%以上，非常佳為 0.1 質量%以上。就提高研磨液的保存穩定性的觀點、及容易抑制對被研磨面造成損傷的觀點而言，研磨粒的含量的上限較佳為 10 質量%以下，更佳為 5 質量%以下，進而佳為 3 質量%以下，特佳為 1 質量%以下，極佳為 0.5 質量%以下，非常佳為 0.3 質量%以下，進而更佳為 0.2 質量%以下。就所述觀點而言，研磨粒的含量更佳為 0.01 質量%～10 質量%。

【0073】 本實施形態的研漿或研磨液亦可含有包含所述第 1 粒子及所述第 2 粒子的複合粒子以外的其他粒子。作為此種其他粒子，例如可列舉：與所述第 2 粒子不接觸的所述第 1 粒子；與所述第 1

粒子不接觸的所述第 2 粒子；包含二氧化矽、氧化鋁、氧化鋯、氧化鈦等的第 3 粒子（不包含第 1 粒子及第 2 粒子的粒子）。

【0074】（液狀介質）

液狀介質並無特別限制，較佳為去離子水、超純水等水。液狀介質的含量可為除去其他構成成分的含量的研漿或研磨液的剩餘部分，並無特別限定。

【0075】（任意成分）

本實施形態的研漿或研磨液亦可進而含有任意的添加劑。作為任意的添加劑，可列舉：具有羧基的材料（相當於聚氧伸烷基化合物或水溶性高分子的化合物除外）、聚氧伸烷基化合物、水溶性高分子、氧化劑（例如，過氧化氫）、分散劑（例如，磷酸系無機鹽）等。各添加劑可單獨使用一種或者將兩種以上組合使用。

【0076】 作為具有羧基的材料，可列舉：乙酸、丙酸、丁酸、戊酸等單羧酸；乳酸、蘋果酸、檸檬酸等羥基酸；丙二酸、丁二酸、反丁烯二酸、順丁烯二酸等二羧酸；聚丙烯酸、聚順丁烯二酸等多羧酸；精胺酸、組胺酸、離胺酸等胺基酸等。

【0077】 作為聚氧伸烷基化合物，可列舉聚烷二醇、聚氧伸烷基衍生物等。

【0078】 作為聚烷二醇，可列舉：聚乙二醇、聚丙二醇、聚丁二醇等。作為聚烷二醇，較佳為選自由聚乙二醇及聚丙二醇所組成的群組中的至少一種，更佳為聚乙二醇。

【0079】 聚氧伸烷基衍生物例如為於聚烷二醇中導入有官能基

或取代基的化合物、或於有機化合物上加成有聚環氧烷的化合物。作為所述官能基或取代基，例如可列舉：烷基醚基、烷基苯基醚基、苯基醚基、苯乙烯化苯基醚基、甘油基醚基、烷基胺基、脂肪酸酯基、及二醇酯基。作為聚氧伸烷基衍生物，例如可列舉：聚氧伸乙基烷基醚、聚氧伸乙基雙酚醚（例如，日本乳化劑股份有限公司製造、BA 二醇系列）、聚氧伸乙基苯乙烯化苯基醚（例如，花王股份有限公司製造、艾姆魯根（Emulgen）系列）、聚氧伸乙基烷基苯基醚（例如，第一工業製藥股份有限公司製造、瑙依根（Noigen）EA 系列）、聚氧伸烷基聚甘油基醚（例如，阪本藥品工業股份有限公司製造、SC-E 系列及 SC-P 系列）、聚氧伸乙基脫水山梨糖醇脂肪酸酯（例如，第一工業製藥股份有限公司製造、索魯根（Sorgen）TW 系列）、聚氧伸乙基脂肪酸酯（例如，花王股份有限公司製造、艾瑪瑙（Emanon）系列）、聚氧伸乙基烷基胺（例如，第一工業製藥股份有限公司製造、阿米拉金（Amiradine）D）、以及加成有聚環氧烷的其他化合物（例如，日信化學工業股份有限公司製造、薩非瑙魯（Surfynol）465、以及日本乳化劑股份有限公司製造、TMP 系列）。

【0080】 所謂「水溶性高分子」，定義為相對於 100 g 水而溶解 0.1 g 以上的高分子。相當於所述聚氧伸烷基化合物的高分子並不包含於「水溶性高分子」中。作為水溶性高分子，並無特別限制，可列舉：聚丙烯醯胺、聚二甲基丙烯醯胺等丙烯酸系聚合物；羧基甲基纖維素、瓊脂、卡德蘭膠（curdlan）、糊精、環糊精、聚三

葡萄糖（pullulan）等多糖類；聚乙烯基醇、聚乙烯基吡咯啶酮、聚丙烯醛（polyacrolein）等乙烯基系聚合物；聚甘油、聚甘油衍生物等甘油系聚合物；聚乙二醇等。

【0081】（研漿或研磨液的特性）

就進一步提高絕緣材料的研磨速度的觀點而言，本實施形態的研漿或研磨液的 pH 的下限較佳為 2.0 以上，更佳為 2.5 以上，進而佳為 2.8 以上，特佳為 3.0 以上，極佳為 3.2 以上，非常佳為 3.5 以上，進而更佳為 4.0 以上，進而尤佳為 4.2 以上，特佳為 4.3 以上。就進一步提高研漿或研磨液的保存穩定性的觀點而言，pH 的上限較佳為 7.0 以下，更佳為 6.5 以下，進而佳為 6.0 以下，特佳為 5.0 以下，極佳為 4.8 以下，非常佳為 4.7 以下，進而更佳為 4.6 以下，進而尤佳為 4.5 以下，特佳為 4.4 以下。就所述觀點而言，pH 更佳為 2.0~7.0。pH 是定義為液溫 25°C 下的 pH。

【0082】 pH 可藉由無機酸、有機酸等酸成分；氨、氫氧化鈉、四甲基氫氧化銨（tetramethylammonium hydroxide，TMAH）、咪唑、烷醇胺等鹼成分等來調整。為了使 pH 穩定化，亦可添加緩衝劑。亦可製成緩衝液（包含緩衝劑的液體）而添加緩衝劑。作為此種緩衝液，可列舉乙酸鹽緩衝液、鄰苯二甲酸鹽緩衝液等。

【0083】 pH 可利用 pH 計（例如，東亞 DKK 股份有限公司製造的型號 PHL-40）進行測定。具體而言，例如於使用鄰苯二甲酸鹽 pH 緩衝液（pH：4.01）及中性磷酸鹽 pH 緩衝液（pH：6.86）作為標準緩衝液而對 pH 計進行 2 點校正後，將 pH 計的電極放入研

漿或研磨液中，測定經過 2 分鐘以上而穩定後的值。液溫均設為 25°C。

【0084】 於使用本實施形態的研漿或研磨液作為 CMP 研磨液的情況下，可將研磨液的構成成分製成一液式研磨液而進行保存，亦可製成以將包含研磨粒及液狀介質的第 1 液、與包含添加劑及液狀介質的第 2 液（添加液）混合而成為研磨液的方式，將研磨液的構成成分分為第 1 液與第 2 液的多液式（例如，二液式）的研磨液套組而保存。第 2 液例如亦可包含氧化劑。研磨液的構成成分亦可製成分為三液以上的研磨液套組而保存。

【0085】 於研磨液套組中，於即將研磨之前或研磨時將第 1 液及第 2 液加以混合而製作研磨液。另外，一液式研磨液可製成使液狀介質的含量減少的研磨液用儲存液而保存，並且於研磨時利用液狀介質進行稀釋而使用。多液式的研磨液套組可製成使液狀介質的含量減少的第 1 液用儲存液及第 2 液用儲存液而保存，並且於研磨時利用液狀介質進行稀釋而使用。

【0086】 <研磨方法>

本實施形態的研磨方法（基體的研磨方法等）的第一態樣包括使用利用所述研磨液的製造方法而獲得的研磨液對被研磨面進行研磨的步驟。本實施形態的研磨方法（基體的研磨方法等）的第二態樣包括使用所述研漿（過濾前的研漿）作為研磨液而對被研磨面（基體的被研磨面等）進行研磨的研磨步驟。根據本實施形態，可達成絕緣材料的高速的研磨速度。本實施形態的研漿例

如可作為研磨液（CMP 研磨液）而使用。研磨步驟中的研磨液亦可為將所述研磨液套組中的第 1 液與第 2 液混合而獲得的研磨液。被研磨面例如包含氧化矽。

【0087】 根據本實施形態，可提供一種研漿或研磨液於包含氧化矽的被研磨面的研磨中的用途。根據本實施形態，可提供一種研漿或研磨液於作為半導體元件的製造技術的基體表面的平坦化步驟中的用途。根據本實施形態，可提供一種研漿或研磨液於 STI 絝緣材料、前金屬絝緣材料或層間絝緣材料的平坦化步驟中的用途。

【0088】 於研磨步驟中，例如在將具有被研磨材料的基體的該被研磨材料按壓於研磨壓盤的研磨墊（研磨布）上的狀態下，將研漿或研磨液供給至被研磨材料與研磨墊之間，使基體與研磨壓盤相對移動而對被研磨材料的被研磨面進行研磨。於研磨步驟中，例如藉由研磨而將被研磨材料的至少一部分去除。

【0089】 作為研磨對象的基體可列舉被研磨基板等。作為被研磨基板，例如可列舉在與半導體元件製造相關的基板（例如，形成有 STI 圖案、閘極圖案、配線圖案等的半導體基板）上形成有被研磨材料的基體。被研磨材料可列舉氧化矽等絝緣材料等。被研磨材料可為單一材料，亦可為多種材料。於多種材料露出於被研磨面的情況下，可將該些視為被研磨材料。被研磨材料可為膜狀（被研磨膜），亦可為氧化矽膜等絝緣膜等。

【0090】 利用研漿或研磨液對形成於此種基板上的被研磨材料

(例如，氧化矽等絕緣材料)進行研磨，將多餘的部分去除，藉此可消除被研磨材料表面的凹凸，而獲得被研磨材料的表面整體平滑的面。

【0091】 於本實施形態的研磨方法中，作為研磨裝置，可使用包含可保持具有被研磨面的基體的固定器、及可貼附研磨墊的研磨壓盤的通常的研磨裝置。於固定器及研磨壓盤各者中安裝有轉數可變更的馬達等。作為研磨裝置，例如可使用荏原製作所股份有限公司製造的研磨裝置：F-REX300 或應用材料（APPLIED MATERIALS）公司製造的研磨裝置：米拉（MIRRA）。

【0092】 作為研磨墊，可使用通常的不織布、發泡體、非發泡體等。作為研磨墊的材質，可使用聚胺基甲酸酯、丙烯酸樹脂、聚酯、丙烯酸-酯共聚物、聚四氟乙烯、聚丙烯、聚乙烯、聚 4-甲基戊烯、纖維素、纖維素酯、聚醯胺（例如，尼龍（商標名）及芳族聚醯胺）、聚醯亞胺、聚醯亞胺醯胺、聚矽氧烷共聚物、氧雜環丙烷化合物、酚樹脂、聚苯乙烯、聚碳酸酯、環氧樹脂等樹脂。作為研磨墊的材質，特別是就研磨速度及平坦性更優異的觀點而言，較佳為選自由發泡聚胺基甲酸酯及非發泡聚胺基甲酸酯所組成的群組中的至少一種。較佳為對研磨墊實施積存研漿或研磨液般的溝加工。

【0093】 研磨條件並無限制，為了使基體不會飛出，研磨壓盤的旋轉速度的上限較佳為 200 min^{-1} ($\text{min}^{-1}=\text{rpm}$) 以下，就容易抑制產生研磨損傷的觀點而言，對基體施加的研磨壓力（加工負荷）

的上限較佳為 100 kPa 以下。較佳為於進行研磨期間，利用泵等將研漿或研磨液連續地供給至研磨墊。該供給量並無限制，較佳為研磨墊的表面始終由研漿或研磨液覆蓋。

【0094】 本實施形態較佳為用於對包含氧化矽的被研磨面進行研磨。本實施形態可於 STI 的形成及層間絕緣材料的高速研磨中適宜地使用。絕緣材料（例如，氧化矽）的研磨速度的下限較佳為 150 nm/min 以上，更佳為 200 nm/min 以上，進而佳為 300 nm/min 以上，特佳為 400 nm/min 以上。

【0095】 本實施形態亦可用於前金屬絕緣材料的研磨中。作為前金屬絕緣材料，可列舉：氧化矽、磷-矽酸鹽玻璃、硼-磷-矽酸鹽玻璃、氧氟化矽、氟化非晶形碳等。

【0096】 本實施形態亦可應用於氧化矽等絕緣材料以外的材料中。作為此種材料，可列舉：Hf 系、Ti 系、Ta 系氧化物等高介電常數材料；矽、非晶矽、SiC、SiGe、Ge、GaN、GaP、GaAs、有機半導體等半導體材料；GeSbTe 等相變材料；銦錫氧化物(Indium Tin Oxide, ITO) 等無機導電材料；聚醯亞胺系、聚苯並噁唑系、丙烯酸系、環氧系、酚系等聚合物樹脂材料等。

【0097】 本實施形態不僅可應用於膜狀的研磨對象中，而且亦可應用於包含玻璃、矽、SiC、SiGe、Ge、GaN、GaP、GaAs、藍寶石、塑膠等的各種基板中。

【0098】 本實施形態不僅可用於半導體元件的製造中，而且亦可用於薄膜電晶體（Thin-Film Transistor，TFT）、有機電致發光

(Electro Luminescence , EL) 等圖像顯示裝置；光罩、透鏡、稜鏡、光纖、單晶閃爍體等光學零件；光開關元件、光波導等光學元件；固體雷射、藍色雷射發光二極體 (Light Emitting Diode , LED) 等發光元件；磁碟、磁頭等磁記憶裝置等的製造中。

[實施例]

【0099】 以下，基於實施例對本發明進行具體說明，但本發明並不限定於下述實施例。

【0100】 <鉑氧化物研漿 A 的準備>

將包含鉑氧化物的粒子（第 1 粒子。以下，稱為「鉑氧化物粒子」。鉑氧化物粒子 A)、與和光純藥工業股份有限公司製造的商品名：磷酸二氫銨（分子量：97.99）混合而製備含有 5.0 質量 % (固體成分含量) 的鉑氧化物粒子的鉑氧化物研漿 A (pH : 7) 。磷酸二氫銨的調配量是以鉑氧化物粒子的總量為基準而調整為 1 質量 % 。

【0101】 於麥奇克拜爾 (Microtrac BEL) 股份有限公司製造的商品名：麥奇克 (Microtrac) MT3300EXII 內投入適量的鉑氧化物研漿 A ，測定鉑氧化物粒子的平均粒徑。獲得顯示的平均粒徑值作為平均粒徑 (平均二次粒徑) 。鉑氧化物研漿 A 中的鉑氧化物粒子的平均粒徑為 145 nm 。

【0102】 於貝克曼庫爾特 (Beckman Coulter) 股份有限公司製造的商品名：德爾薩奈米 (DelsaNano) C 內投入適量的鉑氧化物研漿 A ，於 25°C 下進行兩次測定。獲得顯示的 ζ 電位的平均值作為

ζ 電位。鈰氫氧化物研漿 A 中的鈰氫氧化物粒子的 ζ 電位為 -55 mV。

【0103】 <鈰氫氧化物研漿的準備>

(鈰氫氧化物的合成)

將 480 g 的 $\text{Ce}(\text{NH}_4)_2(\text{NO}_3)_6$ 50 質量%水溶液（日本化學產業股份有限公司製造、商品名：CAN50 液）與 7450 g 的純水加以混合而獲得溶液。繼而，一面對該溶液進行攪拌，一面以 5 mL/min 的混合速度滴加 750 g 的咪唑水溶液（10 質量%水溶液、1.47 mol/L），獲得包含鈰氫氧化物的沈澱物。於溫度為 20°C、攪拌速度為 500 min^{-1} 下進行鈰氫氧化物的合成。使用葉片部總長為 5 cm 的三葉片節距漿片（three-vane pitch paddle）進行攪拌。

【0104】 對所獲得的沈澱物（包含鈰氫氧化物的沈澱物）進行離心分離（ 4000 min^{-1} 、5 分鐘）後，利用傾析將液相去除，藉此實施固液分離。將藉由固液分離而獲得的粒子 10 g 與水 990 g 加以混合後，使用超音波清洗機使粒子分散於水中，製備含有包含鈰氫氧化物的粒子（第 2 粒子。以下，稱為「鈰氫氧化物粒子」）的鈰氫氧化物研漿（粒子的含量：1.0 質量%）。

【0105】 (平均粒徑的測定)

使用貝克曼庫爾特（Beckman Coulter）股份有限公司製造的商品名：N5 測定鈰氫氧化物研漿中的鈰氫氧化物粒子的平均粒徑（平均二次粒徑），結果為 10 nm。測定方法為如下所述。首先，將約 1 mL 包含 1.0 質量%的鈰氫氧化物粒子的測定樣品（鈰氫氧化物研漿。水分散液）放入 1 cm 見方的槽中，之後，將槽設置於

N5 內。將 N5 的軟體的測定樣品資訊的折射率設定為 1.333，將黏度設定為 0.887 mPa·s，於 25°C 下進行測定，讀取顯示的值作為單峰大小均值（Unimodal Size Mean）。

【0106】 (ζ 電位的測定)

於貝克曼庫爾特（Beckman Coulter）股份有限公司製造的商品名：德爾薩奈米（DelsaNano）C 內投入適量的鈰氫氧化物研漿，於 25°C 下進行兩次測定。獲得顯示的 ζ 電位的平均值作為 ζ 電位。鈰氫氧化物研漿中的鈰氫氧化物粒子的 ζ 電位為 +50 mV。

【0107】 (鈰氫氧化物粒子的結構分析)

採取適量的鈰氫氧化物研漿，進行真空乾燥而對鈰氫氧化物粒子進行分離後，利用純水充分地進行清洗而獲得試樣。關於所獲得的試樣，藉由 FT-IR ATR 法進行測定，結果，除了觀測到基於氫氧根離子（OH⁻）的波峰以外，亦觀測到基於硝酸根離子（NO₃⁻）的波峰。另外，關於相同的試樣，進行對氮的 XPS（N-XPS）測定，結果，未觀測到基於 NH₄⁺的波峰，而觀測到基於硝酸根離子的波峰。根據該些結果，可確認到：鈰氫氧化物粒子含有至少一部分具有與鈰元素鍵結的硝酸根離子的粒子。另外，因鈰氫氧化物粒子的至少一部分中含有具有與鈰元素鍵結的氫氧根離子的粒子，因此可確認到鈰氫氧化物粒子含有鈰氫氧化物。根據該些結果，可確認到：鈰的氫氧化物包含與鈰元素鍵結的氫氧根離子。

【0108】 <研漿的製備>

(實施例 1)

使用兩葉片的攪拌葉片，一面以 300 rpm 的轉數進行攪拌，一面將所述鈮氫氧化物研漿 175 g、與離子交換水 125 g 混合而獲得混合液。繼而，一面攪拌所述混合液，一面將所述鈮氧化物研漿 A 200 g 與所述混合液混合，之後，一面使用 SND 股份有限公司製造的超音波清洗機（裝置名：US-105）照射超音波，一面進行攪拌。藉此，製備含有包含鈮氧化物粒子、及與該鈮氧化物粒子接觸的鈮氫氧化物粒子的複合粒子的試驗用研漿（鈮氧化物粒子的含量：2.0 質量%、鈮氫氧化物粒子的含量：0.35 質量%）。

【0109】（實施例 2）

除了對所述鈮氫氧化物研漿的使用量進行變更以外，與實施例 1 同樣地進行，藉此，製備含有包含鈮氧化物粒子、及與該鈮氧化物粒子接觸的鈮氫氧化物粒子的複合粒子的試驗用研漿（鈮氧化物粒子的含量：2.0 質量%、鈮氫氧化物粒子的含量：0.3 質量%）。

【0110】（實施例 3）

將鈮氧化物粒子（與鈮氧化物粒子 A 不同的鈮氧化物粒子 B）、與和光純藥工業股份有限公司製造的商品名：磷酸二氫銨（分子量：97.99）混合而製備含有 5.0 質量%（固體成分含量）的鈮氧化物粒子的鈮氧化物研漿 B (pH：7)。磷酸二氫銨的調配量是以鈮氧化物粒子的總量為基準而調整為 1 質量%。與鈮氧化物研漿 A 同樣地測定鈮氧化物研漿 B 中的鈮氧化物粒子的平均粒徑及 ζ 電位，結果為 148 nm 及 -55 mV。

【0111】 使用兩葉片的攪拌葉片，一面以 300 rpm 的轉數進行攪拌，一面將所述鈮氫氧化物研漿 150 g、與離子交換水 150 g 混合而獲得混合液。繼而，一面攪拌所述混合液，一面將所述鈮氧化物研漿 B 200 g 與所述混合液混合，之後，一面使用 SND 股份有限公司製造的超音波清洗機（裝置名：US-105）照射超音波，一面進行攪拌。藉此，製備含有包含鈮氧化物粒子、及與該鈮氧化物粒子接觸的鈮氫氧化物粒子的複合粒子的試驗用研漿（鈮氧化物粒子的含量：2.0 質量%、鈮氫氧化物粒子的含量：0.3 質量%）。

【0112】（實施例 4）

除了對所述鈮氫氧化物研漿的使用量進行變更以外，與實施例 3 同樣地進行，藉此，製備含有包含鈮氧化物粒子、及與該鈮氧化物粒子接觸的鈮氫氧化物粒子的複合粒子的試驗用研漿（鈮氧化物粒子的含量：2.0 質量%、鈮氫氧化物粒子的含量：0.5 質量%）。

【0113】（實施例 5）

將鈮氧化物粒子（與鈮氧化物粒子 A 及鈮氧化物粒子 B 不同的鈮氧化物粒子 C）、和光純藥工業股份有限公司製造的商品名：聚丙烯酸 5000（重量平均分子量：5000）、及離子交換水混合，藉此製備鈮氧化物研漿 C（鈮氧化物粒子的含量：5.0 質量%）。聚丙烯酸的調配量是以鈮氧化物粒子的總量為基準而調整為 1 質量%。與鈮氧化物研漿 A 同樣地測定鈮氧化物研漿 C 中的鈮氧化物粒子的平均粒徑及 ζ 電位，結果為 145 nm 及 -55 mV。

【0114】 使用兩葉片的攪拌葉片，一面以 300 rpm 的轉數進行攪拌，一面將所述鈮氫氧化物研漿 150 g、與離子交換水 150 g 混合而獲得混合液。繼而，一面攪拌所述混合液，一面將所述鈮氧化物研漿 C 200 g 與所述混合液混合，之後，一面使用 SND 股份有限公司製造的超音波清洗機（裝置名：US-105）照射超音波，一面進行攪拌。藉此，製備含有包含鈮氧化物粒子、及與該鈮氧化物粒子接觸的鈮氫氧化物粒子的複合粒子的試驗用研漿（鈮氧化物粒子的含量：2.0 質量%、鈮氫氧化物粒子的含量：0.3 質量%）。

【0115】（比較例 1）

將所述鈮氧化物研漿 C 與離子交換水混合，藉此，製備含有鈮氧化物粒子的試驗用研漿（鈮氧化物粒子的含量：2.0 質量%）。

【0116】（比較例 2）

將鈮氧化物粒子（與鈮氧化物粒子 A、鈮氧化物粒子 B 及鈮氧化物粒子 C 不同的鈮氧化物粒子 D）、乙酸（和光純藥工業股份有限公司製造）、及離子交換水混合，藉此，製備含有鈮氧化物粒子的試驗用研漿（鈮氧化物粒子的含量：2.0 質量%）。乙酸的調配量以鈮氧化物粒子的總量為基準而為 1.0 質量%。

【0117】（比較例 3）

將一次粒徑為 90 nm 的膠體二氧化鈮粒子（與鈮氧化物粒子 A、鈮氧化物粒子 B、鈮氧化物粒子 C 及鈮氧化物粒子 D 不同的鈮氧化物粒子 E）、與離子交換水混合，藉此，製備含有鈮氧化物粒子的試驗用研漿（鈮氧化物粒子的含量：2.0 質量%（固體成分

含量))。

【0118】（比較例 4）

將一次粒徑為 50 nm 的膠體二氧化鈰粒子（與鈰氧化物粒子 A、鈰氧化物粒子 B、鈰氧化物粒子 C、鈰氧化物粒子 D 及鈰氧化物粒子 E 不同的鈰氧化物粒子 F）、與離子交換水混合，藉此，製備含有鈰氧化物粒子的試驗用研漿（鈰氧化物粒子的含量：2.0 質量%（固體成分含量）)。

【0119】<研磨粒的平均粒徑>

於麥奇克拜爾（Microtrac BEL）股份有限公司製造的商品名：麥奇克（Microtrac）MT3300EXII 內投入適量的所述各試驗用研漿，進行研磨粒的平均粒徑的測定。獲得顯示的平均粒徑值作為研磨粒的平均粒徑（平均二次粒徑）。將測定結果示於表 1 中。

【0120】<Rsp 值>

視需要利用離子交換水對試驗用研漿的研磨粒的含量進行調整，藉此製作研磨粒的含量（研磨粒的總量）為 2.0 質量%的測定試樣。其次，將測定試樣 2 mL 添加至 NMR 管中後，將管設置於脈衝 NMR 粒子界面特性評價裝置（日本路福特（Rufuto）股份有限公司製造、商品名：艾克朗阿亞（Acron Area））中。而且，於下述條件下進行脈衝 NMR 的測定，藉此獲得鬆弛時間 Tav (5 次測定的平均值)。

設定溫度：25°C

測定次數：5 次

【0121】 將所述測定試樣 7.5 g 添加至 16 mm (內徑) × 76 mm 長的管中後，將管設置於離心分離機（貝克曼庫爾特（Beckman Coulter）股份有限公司製造、商品名：奧普馬（Optima）MAX-TL）內。而且，以離心加速度 2.36×10^5 G (236228 G)、設定溫度 25 °C 進行離心分離 50 分鐘後，分取約 4 mL 上清液。繼而，使用上清液並利用與所述方法相同的方法進行脈衝 NMR 的測定，藉此獲得鬆弛時間 Tb。

【0122】 使用所獲得的鬆弛時間 T_{av} 及鬆弛時間 Tb 並由所述式 (1) 算出 R_{sp} 值。將 R_{sp} 值示於表 1 中。

【0123】<粗大粒子的去除率>

(研漿的過濾)

視需要利用離子交換水對試驗用研漿的研磨粒的含量進行調整，藉此製作研磨粒的含量（研磨粒的總量）為 2.0 質量%的測定試樣 200 g。將所述測定試樣放入至設置有洛基科技(Roki Techno)股份有限公司製造的 47 mmΦ 盤形過濾器（商品名：SCP-005、濾材：聚丙烯、標稱孔徑：0.5 μm）的圓筒形狀的簡易過濾裝置中，之後，以 0.2 MPa 壓送，藉此回收通過所述過濾器的測定試樣（濾液）。並不進行循環處理而是對單一過濾器通液一次研漿，藉此進行過濾。

【0124】(去除率的測定)

於 100 mL 容器中添加測定試樣（過濾前後的各測定試樣）10 g 與離子交換水 90 g，藉此對測定試樣進行 10 倍稀釋，之後，

將容器設置於混合轉子（mix rotor）上。自調整為比測定裝置中的粗大粒子數的上限的測定極限低的範圍的觀點而言，如所述般對測定試樣進行稀釋。其次，以轉數 100 rpm 攪拌 10 分鐘。繼而，將所述容器安靜地設置於理音（Rion）股份有限公司製造的光遮斷式液中微粒子感測器（particle sensor）（裝置名：KS-71），之後，於下述測定條件下測定過濾前後的各自的 3 μm 以上的大小（粒徑）的粗大粒子的數量（LPC：Large Particle Counts。5 次測定的平均值）。基於測定試樣的過濾前後的粗大粒子數，算出粗大粒子的去除率（粗大粒子的去除率[%]=（1-（過濾後的 LPC[個/mL]）/（過濾前的 LPC[個/mL]））×100）。將測定結果示於表 1 中。

測定液量：10 mL/次

流量：60 mL/min

測定次數：5 次

【0125】 再者，對於進行過濾後的研磨粒的含量的調整中使用的離子交換水，以與所述相同的條件測定粗大粒子的去除率，結果確認到：粗大粒子的去除率為 50% 以下，且離子交換水中的粗大粒子的含量少。藉此，確認到：LPC 並未因去除率的測定試樣的製備中使用的離子交換水中的粗大粒子、及附著於容器的異物的混入而較真值而言被過高地評價。

【0126】 < CMP 評價 >

於進行與所述相同的過濾而獲得的濾液中添加離子交換水，藉此獲得研磨粒的含量（研磨粒的總量）為 0.1 質量% 的 CMP 研

磨液。使用該 CMP 研磨液，於下述研磨條件下對被研磨基板進行研磨。

[CMP 研磨條件]

研磨裝置：米拉(MIRRA)(應用材料(APPLIED MATERIALS) 公司製造)

研磨液的流量：200 mL/min

被研磨基板：作為未形成圖案的毯覆式晶圓，使用於矽基板上具有利用電漿化學氣相沈積(Chemical Vapor Deposition , CVD)法而形成的厚度 2 μm 的氧化矽膜的被研磨基板。

研磨墊：具有獨立氣泡的發泡聚胺基甲酸酯樹脂（日本陶氏化學 (Dow Chemical) 股份有限公司製造，型號 IC1010)

研磨壓力：13 kPa (2.0 psi)

被研磨基板及研磨壓盤的轉數：被研磨基板/研磨壓盤 = 93/87 rpm

研磨時間：1 min

晶圓的清洗：於 CMP 處理後，一面施加超音波，一面利用水進行清洗，進而藉由旋轉乾燥器使其乾燥。

【0127】 由下述式求出於所述條件下經研磨及清洗的氧化矽膜的研磨速度 (SiO_2RR)。將結果示於表 1 中。研磨前後的氧化矽膜的膜厚差是使用光干涉式膜厚測定裝置 (菲爾邁特克斯 (Filmetrics) 股份有限公司製造、商品名：F80) 而求出。

研磨速度 (RR) = (研磨前後的氧化矽膜的膜厚差 [nm]) /
(研磨時間 : 1[min])

【0128】 [表 1]

	實施例					比較例			
	1	2	3	4	5	1	2	3	4
研磨粒的平均粒徑 (nm)	155	155	158	158	155	145	140	199	140
Rsp 值	2.16	2.41	1.94	1.74	2.46	1.56	0.92	0.62	0.72
粗大粒子的去除率 (%)	84	97	90	82	91	32	24	22	20
研磨速度 (nm/min)	450	401	410	457	388	-	-	-	-

【符號說明】

【0129】

無

111-10-19

【發明申請專利範圍】

【第1項】 一種研漿，其為含有研磨粒、及液狀介質的研漿，其中所述研磨粒包含第 1 粒子、及與所述第 1 粒子接觸的第 2 粒子，

所述第 1 粒子含有鈰氧化物，

所述第 2 粒子含有鈰化合物，

所述研漿由下述式（1）算出的 Rsp 值為 1.60 以上，

所述鈰化合物包含鈰氫氧化物，

$$Rsp = (Tb/Tav) - 1 \quad (1)$$

式中，Tav 表示於所述研磨粒的含量為 2.0 質量%的情況下所述研漿的利用脈衝核磁共振測定而獲得的鬆弛時間，單位為 ms； Tb 表示於所述研磨粒的含量為 2.0 質量%的情況下以離心加速度 2.36×10^5 G 對所述研漿進行離心分離 50 分鐘時，所獲得的上清液的利用脈衝核磁共振測定而獲得的鬆弛時間，單位為 ms。

【第2項】 如申請專利範圍第 1 項所述的研漿，其中所述研磨粒的平均粒徑為 16 nm ~ 1050 nm。

【第3項】 如申請專利範圍第 1 項或第 2 項所述的研漿，其中所述研磨粒的含量為 0.01 質量% ~ 10 質量%。

【第4項】 一種研磨液的製造方法，包括對如申請專利範圍第 1 項至第 3 項中任一項所述的研漿進行過濾的步驟。

111-10-19

【第5項】 一種研磨方法，包括使用利用如申請專利範圍第 4 項所述的研磨液的製造方法而獲得的研磨液對被研磨面進行研磨的步驟。

【第6項】 如申請專利範圍第 5 項所述的研磨方法，其中所述被研磨面包含氧化矽。