



(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 I771603 B

(45)公告日：中華民國 111(2022)年 07 月 21 日

(21)申請案號：108126193

(22)申請日：中華民國 108(2019)年 07 月 24 日

(51)Int. Cl. : H01L21/304 (2006.01)

C09K3/14 (2006.01)

C09G1/02 (2006.01)

B24B37/00 (2012.01)

(30)優先權：2018/07/26 世界智慧財產權組織 PCT/JP2018/028105

(71)申請人：日商昭和電工材料股份有限公司(日本) SHOWA DENKO MATERIALS CO., LTD.

(JP)

日本

(72)發明人：長谷川智康 HASEGAWA, TOMOYASU (JP)；岩野友洋 IWANO, TOMOHIRO

(JP)；松本貴彬 MATSUMOTO, TAKAAKI (JP)

(74)代理人：葉璟宗；卓俊傑

(56)參考文獻：

JP 2009290188A

WO 2008146641A1

審查人員：林宥辰

申請專利範圍項數：5 項 圖式數：2 共 49 頁

(54)名稱

研漿及研磨方法

(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 2 粒子的粒徑小於第 1 粒子的粒徑，所述第 1 粒子含有鈰氧化物，所述第 2 粒子含有鈰化合物，並且於所述研磨粒的含量為 0.1 質量%的情況下，以離心加速度 $5.8 \times 10^4 G$ 對所述研漿進行離心分離 5 分鐘時，所獲得的液相中的對於波長 380 nm 的光的吸光度超過 0。

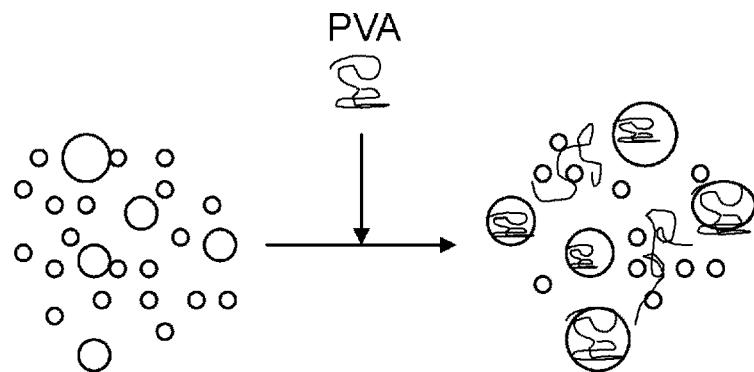
指定代表圖：

I771603

TW I771603 B

符號簡單說明：

無



【圖1】



公告本

I771603

【發明摘要】

【中文發明名稱】研漿及研磨方法

【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 2 粒子的粒徑小於第 1 粒子的粒徑，所述第 1 粒子含有鈰氧化物，所述第 2 粒子含有鈰化合物，並且於所述研磨粒的含量為 0.1 質量%的情況下，以離心加速度 5.8×10^4 G 對所述研漿進行離心分離 5 分鐘時，所獲得的液相中的對於波長 380 nm 的光的吸光度超過 0。

【指定代表圖】圖 1

【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】研漿及研磨方法

【技術領域】

【0001】 本發明是有關於一種研漿（Slurry）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（二氧化鈰（ceria））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）。

【0005】 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，研磨時所產生的研磨損傷成為問題。即，於使用先前的鈮氧化物系研磨液進行研磨時即使產生微小的研磨損傷，只要該研磨損傷的大小較先前的配線寬度小，則不會成為問題，但於欲達成進一步的配線微細化的情況下，即使研磨損傷微小，亦會成為問題。

【0006】 對於該問題，研究使用鈮氫氧化物的粒子的研磨液（例如，參照下述專利文獻 3～專利文獻 5）。另外，關於鈮氫氧化物的粒子的製造方法，亦進行了研究（例如，參照下述專利文獻 6 及專利文獻 7）。

[現有技術文獻]

[專利文獻]

【0007】 [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]國際公開第 2002/067309 號

[專利文獻 4]國際公開第 2012/070541 號

[專利文獻 5]國際公開第 2012/070542 號

[專利文獻 6]日本專利特開 2006-249129 號公報

[專利文獻 7]國際公開第 2012/070544 號

【發明內容】

【0008】 [發明所欲解決之課題]

且說，近年來，使裝置（device）的槽部沿縱方向積層的 3D-NAND 裝置興起。本技術中，槽形成時的絕緣材料的階差與先前的平面型（planar type）相比，高數倍。伴隨於此，為了維持裝置製造的產量，需要於 CMP 步驟等中儘快消除如所述般的高階差，需要提高絕緣材料的研磨速度。

【0009】 本發明欲解決所述課題，目的在於提供一種可提高絕緣材料的研磨速度的研漿、及使用該研漿的研磨方法。

[解決課題之手段]

【0010】 本發明的研漿的一方面為含有研磨粒、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 2 粒子的粒徑小於第 1 粒子的粒徑，所述第 1 粒子含有鉑氧化物，所述第 2 粒子含有鉑化合物，並且於所述研磨粒的含量為 0.1 質量 % 的情況下，以離心加速度 5.8×10^4 G 對所述研漿進行離心分離 5 分鐘時，所獲得的液相中的對於波長 380 nm 的光的吸光度超過 0。

【0011】 根據本發明的研漿的一方面，可提高絕緣材料的研磨速度，且可以高速的研磨速度研磨絕緣材料。

【0012】 本發明的研磨方法的一方面可包括使用所述研漿對被研磨面進行研磨的步驟。根據此種研磨方法，藉由使用所述研漿，可獲得與所述研漿相同的所述效果。

[發明的效果]

【0013】 根據本發明，可提供一種可提高絕緣材料（例如，氧化

矽）的研磨速度的研漿。根據本發明，可提供一種使用所述研漿的研磨方法。

【0014】 根據本發明，可提供一種研漿於包含氧化矽的被研磨面的研磨中的用途。根據本發明，可提供一種研漿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。根據本發明，可提供一種研漿於 STI 絶緣材料、前金屬絕緣材料或層間絕緣材料的平坦化步驟中的用途。

【圖式簡單說明】

【0015】

圖 1 是表示加入添加劑時，研磨粒進行凝聚的形態的示意圖。

圖 2 是表示加入添加劑時，研磨粒進行凝聚的形態的示意圖。

【實施方式】

【0016】 以下，對本發明的實施形態的研漿、及使用該研漿的研磨方法進行詳細說明。

【0017】 <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置換為另一階段的數值範圍的上限值或下限值。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

【0018】 如後述般，本實施形態的研漿含有研磨粒（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、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。

【0019】 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]

【0020】 <研漿>

本實施形態的研漿含有研磨粒及液狀介質作為必需成分。本實施形態的研漿例如可作為研磨液（CMP 研磨液）使用。於本說

明書中，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。

【0021】 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2粒子的粒徑小於第1粒子的粒徑。第1粒子含有鈮氧化物，第2粒子含有鈮化合物。於研磨粒的含量為0.1質量%的情況下，以離心加速度 5.8×10^4 G 對本實施形態的研漿進行離心分離 5 分鐘時，所獲得的液相（上清液）中的對於波長 380 nm 的光的吸光度超過 0。

【0022】 藉由使用本實施形態的研漿，可提高絕緣材料（例如，氧化矽）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。

【0023】 即，含有鈮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，對於絕緣材料的物理作用（機械性）強。另一方面，含有鈮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，對於絕緣材料的物理作用小，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，藉由併用物理作用強的第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。

進而，於本實施形態的研漿中，對研漿進行離心分離時所獲得的液相中的對於波長 380 nm 的光的吸光度超過 0。此種離心分離中，容易選擇性地去除複合粒子，可獲得含有游離的粒子（以

下，稱為「游離粒子」。例如，與第 1 粒子不接觸的第 2 粒子）作為固體成分的液相，且於吸光度超過 0 的情況下，研磨粒於研漿中除了包含複合粒子以外，亦包含游離粒子。游離粒子與複合粒子相比較，粒徑小，因此於研漿中的擴散速度高，優先吸附於絕緣材料的表面而被覆該表面。該情況下，複合粒子不僅可直接作用於絕緣材料，而且亦可作用於吸附於絕緣材料的游離粒子而間接地作用於絕緣材料（例如，可經由吸附於絕緣材料的游離粒子而將物理作用傳遞至絕緣材料）。

根據以上，推測，藉由使用本實施形態的研漿，可提高絕緣材料的研磨速度。

【0024】 以離心加速度 5.8×10^4 G 對本實施形態的研漿進行離心分離 5 分鐘時，所獲得的液相中的對於波長 380 nm 的光的吸光度較佳為下述範圍。就進一步提高絕緣材料的研磨速度的觀點而言，所述吸光度較佳為 0.001 以上，更佳為 0.002 以上，進而佳為 0.01 以上，特佳為 0.03 以上，極佳為 0.05 以上，非常佳為 0.08 以上，進而更佳為 0.09 以上，進而尤佳為 0.1 以上，特佳為 0.2 以上。於研漿中的游離粒子的含量多的情況下，游離粒子對於絕緣材料的吸附量增加，因此推測進一步提高絕緣材料的研磨速度。就進一步提高絕緣材料的研磨速度的觀點而言，所述吸光度較佳為 0.5 以下，更佳為 0.4 以下，進而佳為 0.3 以下，特佳為 0.25 以下，極佳為 0.2 以下。就所述觀點而言，所述吸光度更佳為超過 0 且 0.5 以下。藉由調整研磨粒中的游離粒子的含量，可調整所述

吸光度。例如，藉由增加第 2 粒子所接觸的第 1 粒子的表面積、於使第 1 粒子與第 2 粒子接觸時調整為不充分的分散狀態（減少分散時間、減少包含第 1 粒子及第 2 粒子的液體的攪拌中的轉數、減弱粒子間產生的靜電排斥力等）等，可減少所述吸光度。

【0025】（研磨粒）

如上所述，本實施形態的研漿的研磨粒除了含有包含第 1 粒子、及與該第 1 粒子接觸的第 2 粒子的複合粒子以外，亦含有游離粒子（例如，與第 1 粒子不接觸的第 2 粒子）。第 2 粒子的粒徑小於第 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。

【0026】第 1 粒子的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，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。

【0027】第 2 粒子的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，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。

【0028】 研漿中的研磨粒(包含複合粒子及游離粒子的研磨粒整體)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。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，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，極佳為 155 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。

【0029】 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。

【0030】 第 1 粒子含有鈰氧化物，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-} ）。研磨粒可進而含有包含二氧化矽、氧化鋁、氧化鋯、氧化釔等的粒子。

【0031】 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，容易獲得研磨損傷的減少效果優異的研漿。此種方法例如揭示於專利文獻 6 及專利文獻 7 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，可無特別限制地使用先前公知者，可列舉： $\text{Ce}(\text{NO}_3)_4$ 、 $\text{Ce}(\text{SO}_4)_2$ 、 $\text{Ce}(\text{NH}_4)_2(\text{NO}_3)_6$ 、 $\text{Ce}(\text{NH}_4)_4(\text{SO}_4)_4$ 等。

【0032】 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。

【0033】 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）。

【0034】 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）。

【0035】 藉由在使特定波長的光透過研漿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。

吸光度=-LOG₁₀(光透過率[%]/100)

【0036】 就進一步提高絕緣材料的研磨速度的觀點而言，研磨粒中的第 1 粒子的含量的下限以研磨粒整體（研漿中所含的研磨粒整體。以下相同）為基準而較佳為 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。就進一步提高絕緣材料的研磨速度的觀點而言，研磨粒中的第 1 粒子的含量的上限以研磨粒整體為基準而較佳為 95 質量%以下，更佳為 93 質量%以下，進而佳為 90 質量%以下，特佳為 88 質量%以下，極佳為 86 質量%以下，非常佳為 85 質量%以下，進而更佳為 82 質量%以下。就所述觀點而言，研磨粒中的第 1 粒子的含量以研磨粒整體為基準而更佳為 50 質量%～95 質量%。

【0037】 就進一步提高絕緣材料的研磨速度的觀點而言，研磨粒中的第 2 粒子的含量的下限以研磨粒整體（研漿中所含的研磨粒整體）為基準而較佳為 5 質量%以上，更佳為 7 質量%以上，進而佳為 10 質量%以上，特佳為 12 質量%以上，極佳為 14 質量%以上，非常佳為 15 質量%以上，進而更佳為 18 質量%以上。就進一步提高絕緣材料的研磨速度的觀點而言，研磨粒中的第 2 粒子的含量的上限以研磨粒整體為基準而較佳為 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。就所述觀點而言，研磨粒中的第 2 粒子的含量以研磨粒整體為基準而更佳為 5 質量% ~ 50 質量%。

【0038】 就進一步提高絕緣材料的研磨速度的觀點而言，研磨粒中的鈰氧化物的含量的下限以研磨粒整體（研漿中所含的研磨粒整體）為基準而較佳為 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。就進一步提高絕緣材料的研磨速度的觀點而言，研磨粒中的鈰氧化物的含量的上限以研磨粒整體為基準而較佳為 95 質量%以下，更佳為 93 質量%以下，進而佳為 90 質量%以下，特佳為 88 質量%以下，極佳為 86 質量%以下，非常佳為 85 質量%以下，進而更佳為 82 質量%以下。就所述觀點而言，研磨粒中的鈰氧化物的含量以研磨粒整體為基準而更佳為 50 質量% ~ 95 質量%。

【0039】 就進一步提高絕緣材料的研磨速度的觀點而言，研磨粒中的鈰氫氧化物的含量的下限以研磨粒整體（研漿中所含的研磨粒整體）為基準而較佳為 5 質量%以上，更佳為 7 質量%以上，進而佳為 10 質量%以上，特佳為 12 質量%以上，極佳為 14 質量%以上，非常佳為 15 質量%以上，進而更佳為 18 質量%以上。就進一步提高絕緣材料的研磨速度的觀點而言，研磨粒中的鈰氫氧化物的含量的上限以研磨粒整體為基準而較佳為 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。就所述觀點而言，研磨粒中的鈰氫氧化物的含量以研磨粒整體為基準而更佳為 5 質量%～50 質量%。

【0040】 就進一步提高絕緣材料的研磨速度的觀點而言，第 1 粒子的含量的下限以第 1 粒子及第 2 粒子的合計量為基準而較佳為 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。就進一步提高絕緣材料的研磨速度的觀點而言，第 1 粒子的含量的上限以第 1 粒子及第 2 粒子的合計量為基準而較佳為 95 質量%以下，更佳為 93 質量%以下，進而佳為 90 質量%以下，特佳為 88 質量%以下，極佳為 86 質量%以下，非常佳為 85 質量%以下，進而更佳為 82 質量%以下。就所述觀點而言，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更佳為 50 質量%～95 質量%。

【0041】 就進一步提高絕緣材料的研磨速度的觀點而言，第 2 粒子的含量的下限以第 1 粒子及第 2 粒子的合計量為基準而較佳為 5 質量%以上，更佳為 7 質量%以上，進而佳為 10 質量%以上，特佳為 12 質量%以上，極佳為 14 質量%以上，非常佳為 15 質量%以上，進而更佳為 18 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 粒子的含量的上限以第 1 粒子及第 2 粒子的合計量為基準而較佳為 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。就所述觀點而言，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更佳為 5 質量%～50 質量%。

【0042】 就進一步提高絕緣材料的研磨速度的觀點而言，研漿中的第 1 粒子的含量的下限以研漿的總質量為基準而較佳為 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 0.08 質量%以上，非常佳為 0.1 質量%以上。就提高研漿的保存穩定性的觀點而言，研漿中的第 1 粒子的含量的上限以研漿的總質量為基準而較佳為 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 0.3 質量%以下。就所述觀點而言，研漿中的第 1 粒子的含量以研漿的總質量為基準而更佳為 0.005 質量%～5 質量%。

【0043】 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，研漿中的第 2 粒子的含量的下限以研漿的總質量為基準而較佳為 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 0.012 質量%以上，極佳為 0.015 質量%以上，非常佳為 0.018 質量%以上，進而更佳為 0.02 質量%以上，進而尤佳為 0.0225 質量%以上，特佳為 0.025 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，研漿中的第 2 粒子的含量的上限以研漿的總質

量為基準而較佳為 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 0.1 質量%以下，非常佳為 0.05 質量%以下，進而更佳為 0.04 質量%以下，進而尤佳為 0.035 質量%以下，進一步更佳為 0.03 質量%以下。就所述觀點而言，研漿中的第 2 粒子的含量以研漿的總質量為基準而更佳為 0.005 質量%～5 質量%。

【0044】 就進一步提高絕緣材料的研磨速度的觀點而言，研漿中的鉻氧化物的含量的下限以研漿的總質量為基準而較佳為 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 0.08 質量%以上，非常佳為 0.1 質量%以上。就提高研漿的保存穩定性的觀點而言，研漿中的鉻氧化物的含量的上限以研漿的總質量為基準而較佳為 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 0.3 質量%以下。就所述觀點而言，研漿中的鉻氧化物的含量以研漿的總質量為基準而更佳為 0.005 質量%～5 質量%。

【0045】 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，研漿中的鉻氫氧化物的含量的下限以研漿的總質量為基準而較佳為 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 0.012 質量%以上，極佳為 0.015 質量%以上，非常佳為 0.018 質量%以上，進而更佳為 0.02 質量%以上，進而尤佳為 0.0225 質量%以上，

特佳為 0.025 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，研漿中的鉑氫氧化物的含量的上限以研漿的總質量為基準而較佳為 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 0.1 質量%以下，非常佳為 0.05 質量%以下，進而更佳為 0.04 質量%以下，進而尤佳為 0.035 質量%以下，進一步更佳為 0.03 質量%以下。就所述觀點而言，研漿中的鉑氫氧化物的含量以研漿的總質量為基準而更佳為 0.005 質量%～5 質量%。

【0046】 就進一步提高絕緣材料的研磨速度的觀點而言，研漿中的研磨粒的含量的下限以研漿的總質量為基準而較佳為 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 0.11 質量%以上，極佳為 0.113 質量%以上，非常佳為 0.115 質量%以上，進而更佳為 0.118 質量%以上，進而尤佳為 0.12 質量%以上，特佳為 0.125 質量%以上。就提高研漿的保存穩定性的觀點而言，研漿中的研磨粒的含量的上限以研漿的總質量為基準而較佳為 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，非常佳為 0.2 質量%以下，進而更佳為 0.15 質量%以下，進而尤佳為 0.135 質量%以下，特佳為 0.13 質量%以下，極佳為 0.1 質量%以下。就所述觀點而言，研漿中的研磨粒的含量以研漿的總質量為基準而更佳為 0.01 質量%～10 質量%。

【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，藉由使具有羧基的材料（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 2 粒子含有鈰氫氧化物，且較佳為滿足下述條件 (a) 及條件 (b) 的至少一個條件。再者，所謂將第 2 粒子的含量調整為規定量的「水分散液」，是指包含規定量的第 2 粒子與水的液體。

(a) 第 2 粒子於將該第 2 粒子的含量調整為 1.0 質量% 的水分散液中提供對於波長 400 nm 的光而言為 1.00 以上的吸光度。

(b) 第 2 粒子於將該第 2 粒子的含量調整為 0.0065 質量% 的水分散液中提供對於波長 290 nm 的光而言為 1.000 以上的吸光度。

【0049】 關於所述條件 (a)，藉由使用在將第 2 粒子的含量調整為 1.0 質量% 的水分散液中提供對於波長 400 nm 的光而言為 1.00 以上的吸光度的粒子，可使研磨速度進一步提高。其理由未必明確，但本發明者認為如以下所述。即認為，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-})。一般認

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。而且認為，包含 $\text{Ce}(\text{OH})_a\text{X}_b$ 的粒子吸收波長 400 nm 的光，因此 $\text{Ce}(\text{OH})_a\text{X}_b$ 的存在量增加而使對於波長 400 nm 的光的吸光度變高，伴隨於此，研磨速度提高。

【0050】 一般認為，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。陰離子 (X^{c-}) 例如可列舉 NO_3^- 及 SO_4^{2-} 。

【0051】 再者，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】 此處，確認到 $\text{Ce}(\text{OH})_a\text{X}_b$ (例如， $\text{Ce}(\text{OH})_3\text{X}$) 的波長 400 nm 的吸收波峰遠小於後述的波長 290 nm 的吸收波峰。對此，本發明者使用粒子的含量比較多、且容易檢測出大的吸光度的含量 1.0 質量% 的水分散液來對吸光度的大小進行研究，結果發現，於該水分散液中，於使用提供對於波長 400 nm 的光而言為 1.00 以上的吸光度的粒子的情況下，研磨速度的提高效果優異。

【0053】 就容易以更優異的研磨速度對絕緣材料進行研磨的觀

點而言，對於波長 400 nm 的光的吸光度的下限較佳為 1.50 以上，更佳為 1.55 以上，進而佳為 1.60 以上。

【0054】 關於所述條件 (b)，藉由使用在將第 2 粒子的含量調整為 0.0065 質量%的水分散液中提供對於波長 290 nm 的光而言為 1.000 以上的吸光度的第 2 粒子，可使研磨速度進一步提高。其理由未必明確，但本發明者認為如以下所述。即，根據鈰氫氧化物的製造條件等，包含生成的 $\text{Ce(OH)}_a\text{X}_b$ (例如， $\text{Ce(OH)}_3\text{X}$) 的粒子，在計算上於波長 290 nm 附近具有吸收波峰，例如包含 $\text{Ce}^{4+}(\text{OH})_3\text{NO}_3^-$ 的粒子於波長 290 nm 處具有吸收波峰。因此認為， $\text{Ce(OH)}_a\text{X}_b$ 的存在量增加而使對於波長 290 nm 的光的吸光度變高，伴隨於此，研磨速度提高。

【0055】 此處，對於波長 290 nm 附近的光的吸光度存在越超過測定極限越檢測得大的傾向。對此，本發明者使用粒子的含量比較少、且容易檢測出小的吸光度的含量 0.0065 質量%的水分散液而對吸光度的大小進行研究，結果發現，於該水分散液中，於使用提供對於波長 290 nm 的光而言為 1.000 以上的吸光度的粒子的情況下，研磨速度的提高效果優異。

【0056】 就以更優異的研磨速度對絕緣材料進行研磨的觀點而言，對於波長 290 nm 的光的吸光度的下限更佳為 1.050 以上，進而佳為 1.100 以上，特佳為 1.130 以上，極佳為 1.150 以上。對於波長 290 nm 的光的吸光度的上限並無特別限制，例如較佳為 10.00 以下。

【0057】 提供對於波長 400 nm 的光而言為 1.00 以上的吸光度的第 2 粒子於在將第 2 粒子的含量調整為 0.0065 質量%的水分散液中提供對於波長 290 nm 的光而言為 1.000 以上的吸光度的情況下，可以更優異的研磨速度對絕緣材料進行研磨。

【0058】 另外，鈰氫氧化物（例如， $\text{Ce}(\text{OH})_a\text{X}_b$ ）存在不吸收波長 450 nm 以上（特別是波長 450 nm~600 nm）的光的傾向。因此，就抑制因包含雜質而對研磨產生不良影響、從而以更優異的研磨速度對絕緣材料進行研磨的觀點而言，第 2 粒子較佳為於將該第 2 粒子的含量調整為 0.0065 質量%（65 ppm）的水分散液中提供對於波長 450 nm~600 nm 的光而言為 0.010 以下的吸光度。即，於將第 2 粒子的含量調整為 0.0065 質量%的水分散液中，對於波長 450 nm~600 nm 的範圍的所有光的吸光度較佳為不超過 0.010。對於波長 450 nm~600 nm 的光的吸光度的上限更佳為小於 0.010。對於波長 450 nm~600 nm 的光的吸光度的下限較佳為 0。

【0059】 水分散液中的吸光度例如可使用日立製作所股份有限公司製造的分光光度計（裝置名：U3310）進行測定。具體而言，例如製備將第 2 粒子的含量調整為 1.0 質量%或 0.0065 質量%的水分散液作為測定樣品。將約 4 mL 的該測定樣品放入 1 cm 見方的槽中，將槽設置於裝置內。其次，於波長 200 nm~600 nm 的範圍內進行吸光度測定，根據所獲得的圖表（chart）判斷吸光度。

【0060】 本實施形態的研漿中所含的第 2 粒子較佳為在將該第 2 粒子的含量調整為 1.0 質量%的水分散液中提供對於波長 500 nm

的光而言為 50%/cm 以上的光透過率。藉此，可進一步抑制因添加添加劑而引起的研磨速度的降低，因此容易維持研磨速度並獲得其他特性。就該觀點而言，所述光透過率的下限更佳為 60%/cm 以上，進而佳為 70%/cm 以上，特佳為 80%/cm 以上，極佳為 90%/cm 以上，非常佳為 92%/cm 以上。光透過率的上限為 100%/cm。

【0061】 如所述般藉由調整第 2 粒子的光透過率而可抑制研磨速度的降低的理由並未詳細地得知，但本發明者認為如以下所述。於包含鉛氫氧化物的粒子中，與機械作用相比，化學作用成為支配性。因此，與粒子的大小相比，粒子的數量更有助於研磨速度。

【0062】 於在粒子的含量為 1.0 質量%的水分散液中光透過率低的情況下，認為該水分散液中存在的粒子中，相對較多地存在粒子大的粒子（以下，稱為「粗大粒子」）。若於包含此種粒子的研漿中添加添加劑（例如，聚乙烯基醇（Polyvinyl Alcohol，PVA）），則如圖 1 所示般，其他粒子以粗大粒子為核而凝聚。結果認為，對每單位面積的被研磨面發揮作用的粒子數（有效粒子數）減少，與被研磨面相接的粒子的比表面積減少，因此引起研磨速度的降低。

【0063】 另一方面，認為於在粒子的含量為 1.0 質量%的水分散液中光透過率高的情況下，該水分散液中存在的粒子為「粗大粒子」少的狀態。如此，於粗大粒子的存在量少的情況下，如圖 2 所示，即使於研漿中添加添加劑（例如，聚乙烯基醇），成為凝聚核般的粗大粒子亦少，因此可抑制粒子彼此的凝聚，或者使凝聚

粒子的大小與圖 1 所示的凝聚粒子相比變小。結果認為，對每單位面積的被研磨面發揮作用的粒子數（有效粒子數）得以維持，且與被研磨面相接的粒子的比表面積得以維持，因此變得難以產生研磨速度的降低。

【0064】 於本發明者的研究中，得知：即使為於通常的粒徑測定裝置中所測定的粒徑相同的研漿，亦可存在於目視下透明（光透過率高）的研漿、及於目視下渾濁（光透過率低）的研漿。根據該情況，認為可發揮如所述般的作用的粗大粒子即使為無法利用通常的粒徑測定裝置檢測出的程度的極少量，亦有助於研磨速度的降低。

【0065】 另外，得知存在如下情況：即使為了減少粗大粒子而重覆進行多次過濾，因添加劑造成的研磨速度降低的現象未得到充分改善，無法充分發揮吸光度引起的研磨速度的所述提高效果。因此，本發明者對粒子的製造方法下工夫研究等，發現藉由在水分散液中使用光透過率高的粒子，可解決所述問題。

【0066】 所述光透過率可利用分光光度計進行測定。具體而言，例如可利用日立製作所股份有限公司製造的分光光度計 U3310 進行測定。

【0067】 作為更具體的測定方法，製備將第 2 粒子的含量調整為 1.0 質量 % 的水分散液作為測定樣品。將約 4 mL 該測定樣品放入至 1 cm 見方的槽中，將槽設置於裝置內後進行測定。

【0068】 研漿中所含的第 2 粒子於水分散液中所提供的吸光度及

光透過率可在去除第 2 粒子以外的固體成分、及水以外的液體成分之後，製備規定含量的水分散液，並使用該水分散液進行測定。雖因研漿中所含的成分而異，但固體成分或液體成分的去除例如可使用：使用施加數千 G 以下的重力加速度的離心機的離心分離、使用施加數萬 G 以上的重力加速度的超離心機的超離心分離等離心分離法；分配層析法、吸附層析法、凝膠滲透層析法、離子交換層析法等層析法；自然過濾、減壓過濾、加壓過濾、超濾等過濾法；減壓蒸餾、常壓蒸餾等蒸餾法，亦可將該些適宜組合。

【0069】 例如，於包含重量平均分子量為數萬以上（例如，5 萬以上）的化合物的情況下，作為第 2 粒子的分離方法，可列舉層析法、過濾法等，其中，較佳為選自由凝膠滲透層析法及超濾所組成的群組中的至少一種。於使用過濾法的情況下，研漿中所含的粒子可藉由設定適當的條件而使其通過過濾器。於包含重量平均分子量為數萬以下（例如，小於 5 萬）的化合物的情況下，作為第 2 粒子的分離方法，可列舉層析法、過濾法、蒸餾法等，較佳為選自由凝膠滲透層析法、超濾及減壓蒸餾所組成的群組中的至少一種。於包含多種粒子的情況下，作為第 2 粒子的分離方法，可列舉過濾法、離心分離法等，於過濾的情況下，在濾液中更多地含有包含鉑氫氧化物的粒子，於離心分離的情況下，在液相中更多地含有包含鉑氫氧化物的粒子。

【0070】 作為對第 2 粒子以外的固體成分進行分離的方法，例如可藉由下述離心分離條件進行分離。

離心分離機：奧普馬（Optima）MAX-TL（貝克曼庫爾特
(Beckman Coulter) 股份有限公司製造）

離心加速度： 5.8×10^4 G

處理時間：5 分鐘

處理溫度： 25°C

【0071】 作為利用層析法對第 2 粒子進行分離的方法，例如可藉由下述條件而分取第 2 粒子、及/或分取其他成分。

試樣溶液：研漿 $100 \mu\text{L}$

檢測器：日立製作所股份有限公司製造、UV-VIS 檢測器、商品名「L-4200」

波長： 400 nm

積分器：日立製作所股份有限公司製造、GPC 積分器、商品名「D-2500」

泵：日立製作所股份有限公司製造、商品名「L-7100」

管柱：日立化成股份有限公司製造、水系高效液相層析 (High Performance Liquid Chromatography, HPLC) 用填充管柱、商品名「GL-W550S」

溶離液：去離子水

測定溫度： 23°C

流速： 1 mL/min (壓力為 $40 \text{ kg/cm}^2 \sim 50 \text{ kg/cm}^2$ 左右)

測定時間： 60 min

【0072】 藉由研漿中所含的成分，即使於所述條件下亦存在無法

分取第 2 粒子的可能性，該情況下，可藉由使試樣溶液量、管柱種類、溶離液種類、測定溫度、流速等最佳化而進行分離。另外，藉由調整研漿的 pH，而調整研漿中所含的成分的餾出時間，且存在可與第 2 粒子分離的可能性。於研漿中存在不溶成分的情況下，較佳為視需要利用過濾、離心分離等將不溶成分去除。

【0073】（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的剩餘部分，並無特別限定。

【0074】（任意成分）

出於調整研磨特性等目的，本實施形態的研漿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。

【0075】任意的添加劑（水溶性高分子等）具有如下效果：可提高研漿中的研磨粒的分散穩定性，可更高速地對絕緣材料（例如，氧化矽）進行研磨。另外，可高速地對絕緣材料（例如，氧化矽）進行研磨，藉此階差消除性提高，亦可獲得高的平坦性。認為其原因在於：與凹部相比較，凸部的研磨速度大幅提高。

【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、烷基氨基、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）、聚氧伸乙基苯基苯基醚（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】 水溶性高分子具有調整研磨粒的分散穩定性、平坦性、面內均一性、氧化矽相對於氮化矽的研磨選擇性（氧化矽的研磨速度/氮化矽的研磨速度）、氧化矽相對於多晶矽的研磨選擇性（氧化矽的研磨速度/多晶矽的研磨速度）等研磨特性的效果。此處，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。再者，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。

【0081】 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；聚乙稀基醇、聚乙稀基吡咯啶酮、聚丙烯醛（polyacrolein）等乙稀基系聚合物；聚甘油、聚甘油衍生物等甘油系聚合物；聚乙二醇等。

【0082】 於使用水溶性高分子的情況下，就抑制研磨粒的沈降且獲得水溶性高分子的添加效果的觀點而言，水溶性高分子的含量的下限以研漿的總質量為基準而較佳為 0.001 質量%以上，更佳為 0.01 質量%以上，進而佳為 0.1 質量%以上，特佳為 0.3 質量%以上，極佳為 0.5 質量%以上。就抑制研磨粒的沈降且獲得水溶性高

分子的添加效果的觀點而言，水溶性高分子的含量的上限以研漿的總質量為基準而較佳為 10 質量%以下，更佳為 8 質量%以下，進而佳為 6 質量%以下，特佳為 5 質量%以下，極佳為 3 質量%以下，非常佳為 1 質量%以下。

【0083】（研漿的特性）

就進一步提高絕緣材料的研磨速度的觀點而言，以離心加速度 5.8×10^4 G 對本實施形態的研漿進行離心分離 5 分鐘時，所獲得的液相中的對於波長 500 nm 的光的光透過率較佳為 50%/cm 以上，更佳為 60%/cm 以上，進而佳為 70%/cm 以上，特佳為 80%/cm 以上，極佳為 90%/cm 以上，非常佳為 92%/cm 以上。光透過率的上限為 100%/cm。

【0084】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。將研漿的 pH 定義為液溫 25°C 下的 pH。

【0085】研漿的 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。另外，為了使 pH 穩定化，亦可添加緩衝劑。另外，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。

【0086】 本實施形態的研漿的 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 計的電極放入研漿中，測定經過 2 分鐘以上而穩定後的值。標準緩衝液及研漿的液溫均設為 25°C。

【0087】 於使用本實施形態的研漿作為 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研漿（第 1 液體）與包含添加劑及液狀介質的添加液（第 2 液體）混合而成為所述研磨液的方式，將所述研磨液的構成成分分為研漿與添加液的多液式（例如，二液式）的研磨液套組而保存。添加液例如亦可包含氧化劑。所述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。

【0088】 於所述研磨液套組中，於即將研磨之前或研磨時將研漿及添加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研漿用儲存液及添加液用儲存液而保存，並且

於研磨時利用液狀介質進行稀釋而使用。

【0089】 <研磨方法>

本實施形態的研磨方法（基體的研磨方法等）包括使用所述研漿對被研磨面（基體的被研磨面等）進行研磨的研磨步驟。研磨步驟中的研漿亦可為將所述研磨液套組中的研漿與添加液混合而獲得的研磨液。

【0090】 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，將所述研漿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。

【0091】 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絕緣材料等。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），亦可為氧化矽膜等絕緣膜等。

【0092】 利用所述研漿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。

【0093】 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）。

【0094】 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般的溝加工。

【0095】 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覆蓋。

【0096】 本實施形態的研漿及研磨方法較佳為用於對包含氧化矽的被研磨面進行研磨。本實施形態的研漿及研磨方法可於 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 350 nm/min 以上，更佳為 400 nm/min 以上，進而佳為 450 nm/min 以上，特佳為 500 nm/min 以上。

【0097】 本實施形態的研漿及研磨方法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、氟化矽、氟化非晶形碳等。

【0098】 本實施形態的研漿及研磨方法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。

【0099】 本實施形態的研漿及研磨方法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。

【0100】 本實施形態的研漿及研磨方法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。

【0101】 根據本實施形態，可提供一種研磨粒的製造方法，包括使含有鈮氧化物的第 1 粒子、與含有鈮化合物的第 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。

[實施例]

【0102】 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。

【0103】 <鈮氧化物研漿的準備>

將包含鈮氧化物的粒子（第 1 粒子。以下，稱為「鈮氧化物粒子」）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（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%。

【0104】 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 內投入適量的鈮氧化物研漿，測定鈮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）。鈮氧化物研漿中的鈮氧化物粒子的平均粒徑為 145 nm。

【0105】 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。鈰氧化物研漿中的鈰氧化物粒子的 ζ 電位為 -55 mV。

【0106】 <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。

【0107】 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%）。

【0108】 (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)。

【0109】 (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。

【0110】 (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 (NO_3^-) 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 NH_4^+ 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：鈮的氫氧化物包含與鈮元素鍵結的氫氧根離子。

【0111】（吸光度及光透過率的測定）

採取適量的鈮氫氧化物研漿，以粒子含量成為 0.0065 質量% (65 ppm) 的方式利用水加以稀釋而獲得測定樣品（水分散液）。將約 4 mL 該測定樣品放入 1 cm 見方的槽中，將槽設置於日立製作所股份有限公司製造的分光光度計（裝置名：U3310）內。於波長 200 nm~600 nm 的範圍內進行吸光度測定，測定對於波長 290 nm 的光的吸光度、與對於波長 450 nm~600 nm 的光的吸光度。對於波長 290 nm 的光的吸光度為 1.192，對於波長 450 nm~600 nm 的光的吸光度小於 0.010。

【0112】將約 4 mL 的鈮氫氧化物研漿（粒子的含量：1.0 質量%）放入 1 cm 見方的槽中，將槽設置於日立製作所股份有限公司製造的分光光度計（裝置名：U3310）內。於波長 200 nm~600 nm 的範圍內進行吸光度測定，測定對於波長 400 nm 的光的吸光度、與對於波長 500 nm 的光的光透過率。對於波長 400 nm 的光的吸光度為 2.25，對於波長 500 nm 的光的光透過率為 92%/cm。

【0113】<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 20 g、與離子交換水 1940 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 40 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，製備除了含有包含鈰氧化物粒子、及與該鈰氧化物粒子接觸的鈰氫氧化物粒子的複合粒子以外、亦含有與鈰氧化物粒子不接觸的鈰氫氧化物粒子（游離粒子）的 CMP 研漿（鈰氧化物粒子的含量：0.1 質量%、鈰氫氧化物粒子的含量：0.01 質量%）。

【0114】（實施例 2）

使用兩葉片的攪拌葉片，一面以 300 rpm 的轉數進行攪拌，一面將所述鈰氫氧化物研漿 25 g、與離子交換水 1935 g 混合而獲得混合液。繼而，一面攪拌所述混合液，一面將所述鈰氧化物研漿 40 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，製備除了含有包含鈰氧化物粒子、及與該鈰氧化物粒子接觸的鈰氫氧化物粒子的複合粒子以外、亦含有與鈰氧化物粒子不接觸的鈰氫氧化物粒子（游離粒子）的 CMP 研漿（鈰氧化物粒子的含量：0.1 質量%、鈰氫氧化物粒子的含量：0.0125 質量%）。

【0115】（實施例 3）

使用兩葉片的攪拌葉片，一面以 300 rpm 的轉數進行攪拌，一面將所述鈰氫氧化物研漿 30 g、與離子交換水 1930 g 混合而獲得混合液。繼而，一面攪拌所述混合液，一面將所述鈰氧化物研漿 40 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，製備除了含有包含鈰氧化物粒子、及與該鈰氧化物粒

子接觸的鈮氫氧化物粒子的複合粒子以外、亦含有與鈮氧化物粒子不接觸的鈮氫氧化物粒子（游離粒子）的 CMP 研漿（鈮氧化物粒子的含量：0.1 質量%、鈮氫氧化物粒子的含量：0.015 質量%）。

【0116】（實施例 4）

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 35 g、與離子交換水 1925 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 40 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，製備除了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以外、亦含有與鈮氧化物粒子不接觸的鈮氫氧化物粒子（游離粒子）的 CMP 研漿（鈮氧化物粒子的含量：0.1 質量%、鈮氫氧化物粒子的含量：0.0175 質量%）。

【0117】（實施例 5）

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 40 g、與離子交換水 1920 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 40 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，製備除了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以外、亦含有與鈮氧化物粒子不接觸的鈮氫氧化物粒子（游離粒子）的 CMP 研漿（鈮氧化物

粒子的含量：0.1 質量%、鈰氫氧化物粒子的含量：0.02 質量%）。

【0118】（實施例 6）

使用兩葉片的攪拌葉片，一面以 300 rpm 的轉數進行攪拌，一面將所述鈰氫氧化物研漿 50 g、與離子交換水 1910 g 混合而獲得混合液。繼而，一面攪拌所述混合液，一面將所述鈰氧化物研漿 40 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，製備除了含有包含鈰氧化物粒子、及與該鈰氧化物粒子接觸的鈰氫氧化物粒子的複合粒子以外、亦含有與鈰氧化物粒子不接觸的鈰氫氧化物粒子（游離粒子）的 CMP 研漿（鈰氧化物粒子的含量：0.1 質量%、鈰氫氧化物粒子的含量：0.025 質量%）。

【0119】（實施例 7）

使用兩葉片的攪拌葉片，一面以 300 rpm 的轉數進行攪拌，一面將所述鈰氫氧化物研漿 70 g、與離子交換水 1890 g 混合而獲得混合液。繼而，一面攪拌所述混合液，一面將所述鈰氧化物研漿 40 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，製備除了含有包含鈰氧化物粒子、及與該鈰氧化物粒子接觸的鈰氫氧化物粒子的複合粒子以外、亦含有與鈰氧化物粒子不接觸的鈰氫氧化物粒子（游離粒子）的 CMP 研漿（鈰氧化物粒子的含量：0.1 質量%、鈰氫氧化物粒子的含量：0.035 質量%）。

【0120】（實施例 8）

於放入有 1 mm 直徑的氧化鋯製珠粒的圓筒形狀的容器中，依次添加所述鈰氫氧化物研漿 20 g、離子交換水 60 g、及所述鈰氧化物研漿 20 g，從而獲得混合液。繼而，將所述混合液設置於亞速旺（ASONE）股份有限公司製造的混合轉子（mix rotor）（裝置名：MR-5）上並以 100 rpm 進行攪拌。其後，於添加離子交換水 900 g 後進行攪拌。藉此，製備除了含有包含鈰氧化物粒子、及與該鈰氧化物粒子接觸的鈰氫氧化物粒子的複合粒子以外、亦含有與鈰氧化物粒子不接觸的鈰氫氧化物粒子（游離粒子）的 CMP 研漿（鈰氧化物粒子的含量：0.1 質量%、鈰氫氧化物粒子的含量：0.02 質量%）。

【0121】（實施例 9）

於放入有 1 mm 直徑的氧化鋯製珠粒的圓筒形狀的容器中，依次添加所述鈰氫氧化物研漿 25 g、離子交換水 55 g、及所述鈰氧化物研漿 20 g，從而獲得混合液。繼而，將所述混合液設置於亞速旺（ASONE）股份有限公司製造的混合轉子（裝置名：MR-5）上並以 100 rpm 進行攪拌。其後，於添加離子交換水 900 g 後進行攪拌。藉此，製備除了含有包含鈰氧化物粒子、及與該鈰氧化物粒子接觸的鈰氫氧化物粒子的複合粒子以外、亦含有與鈰氧化物粒子不接觸的鈰氫氧化物粒子（游離粒子）的 CMP 研漿（鈰氧化物粒子的含量：0.1 質量%、鈰氫氧化物粒子的含量：0.025 質量%）。

【0122】（實施例 10）

於放入有 1 mm 直徑的氧化鋯製珠粒的圓筒形狀的容器中，

依次添加所述鈮氫氧化物研漿 30 g、離子交換水 50 g、及所述鈮氧化物研漿 20 g，從而獲得混合液。繼而，將所述混合液設置於亞速旺（ASONE）股份有限公司製造的混合轉子（裝置名：MR-5）上並以 100 rpm 進行攪拌。其後，於添加離子交換水 900 g 後進行攪拌。藉此，製備除了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以外、亦含有與鈮氧化物粒子不接觸的鈮氫氧化物粒子（游離粒子）的 CMP 研漿（鈮氧化物粒子的含量：0.1 質量%、鈮氫氧化物粒子的含量：0.03 質量%）。

【0123】（比較例 1）

使用兩葉片的攪拌葉片，一面以 300 rpm 的轉數進行攪拌，一面將所述鈮氧化物研漿 40 g 與離子交換水 1960 g 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，製備含有鈮氧化物粒子的 CMP 研漿（鈮氧化物粒子的含量：0.1 質量%）。

【0124】（比較例 2）

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 200 g 與離子交換水 1800 g 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，製備含有鈮氫氧化物粒子的 CMP 研漿（鈮氫氧化物粒子的含量：0.1 質量%）。

【0125】< CMP 研漿的 pH >

使用東亞 DKK 股份有限公司製造的型號 PHL-40 測定所述各

CMP 研漿的 pH。將測定結果示於表 1 中。

【0126】 <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 CMP 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。

【0127】 <上清液的吸光度測定>

將所述 CMP 研漿中的研磨粒的含量(粒子的合計量)調整(利用離子交換水進行稀釋等)為 0.1 質量%而製備試驗液。將試驗液 7.5 g 放入貝克曼庫爾特（Beckman Coulter）股份有限公司製造的離心分離機（商品名：奧普馬（Optima）MAX-TL）中，以離心加速度 5.8×10^4 G、設定溫度 25°C 進行 5 分鐘處理，從而獲得上清液。

【0128】 將約 4 mL 所述上清液放入 1 cm 見方的石英製槽中，將槽設置於日立製作所股份有限公司製造的分光光度計（裝置名：U3310）內。於波長 200 nm~600 nm 的範圍內進行吸光度測定，並自所獲得的圖表讀取波長 380 nm 下的吸光度的值。將測定結果示於表 1 中。另外，關於實施例 1~實施例 10，自所獲得的圖表讀取波長 500 nm 下的光透過率的值，結果為 92%/cm 以上。

【0129】 < CMP 評價 >

將所述 CMP 研漿中的研磨粒的含量(粒子的合計量)調整(利用離子交換水進行稀釋)為 0.1 質量%而獲得 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

研磨液中的 pH 及研磨粒的平均粒徑的值與所述 CMP 研漿的值同等。

[CMP 研磨條件]

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

CMP 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 分鐘 (60 秒)

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。

【0130】 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])

【0131】 [表 1]

| | | 實施例 | | | | | | | | | | 比較例 | |
|------------------|---------|-------|--------|-------|--------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-----|------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 1 | 2 |
| 研磨粒的含量 [質量%] | 鈰氧化物粒子 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | - |
| | 鈰氫氧化物粒子 | 0.01 | 0.0125 | 0.015 | 0.0175 | 0.02 | 0.025 | 0.035 | 0.02 | 0.025 | 0.035 | - | 0.1 |
| CMP 研漿的 pH | | 4.1 | 3.9 | 3.9 | 4.0 | 4.1 | 4.3 | 4.5 | 4.1 | 4.3 | 4.4 | 7.0 | 4.0 |
| 研磨粒的平均粒徑[nm] | | 220 | 155 | 155 | 155 | 155 | 155 | 155 | 155 | 155 | 155 | 145 | 10 |
| 上清液的 380 nm 吸光度 | | 0.002 | 0.032 | 0.068 | 0.083 | 0.093 | 0.164 | 0.239 | 0.108 | 0.183 | 0.205 | 0 | 0.99 |
| 氧化矽的研磨速度[nm/min] | | 355 | 360 | 401 | 450 | 456 | 548 | 530 | 460 | 532 | 527 | 245 | 28 |

【符號說明】

【0132】

無

【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，且

所述第 2 粒子的粒徑小於第 1 粒子的粒徑，

所述第 1 粒子含有鉻氧化物，

所述第 2 粒子含有鉻化合物，

於所述研磨粒的含量為 0.1 質量%的情況下，以離心加速度 5.8×10^4 G 對所述研漿進行離心分離 5 分鐘時，所獲得的液相中的對於波長 380 nm 的光的吸光度超過 0。

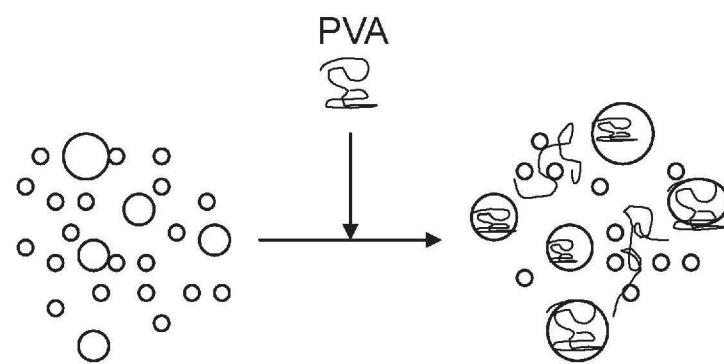
【第2項】 如申請專利範圍第 1 項所述的研漿，其中所述鉻化合物包含鉻氫氧化物。

【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%。

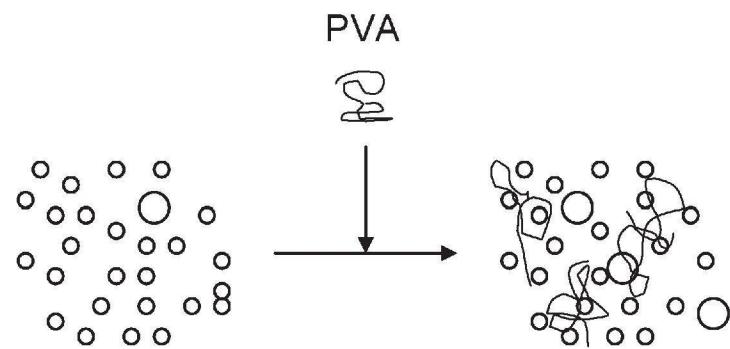
【第4項】 如申請專利範圍第 1 項至第 3 項中任一項所述的研漿，其用於對包含氧化矽的被研磨面進行研磨。

【第5項】 一種研磨方法，包括使用如申請專利範圍第 1 項至第 4 項中任一項所述的研漿對被研磨面進行研磨的步驟。

【發明圖式】



【圖1】



【圖2】