明　細　書

発明の名称 ：

研磨済研磨対象物の製造方法および研磨用組成物キット

技術分野

[0001] 本発明は、研磨済研磨対象物の製造方法および研磨用組成物キットに関する。

背景技術

[0002] 例えば、シリコン、アルミニウム、ニッケル、タングステン、銅、タンタル、チタン、ステンレス鋼等の金属もしくは半導体、またはこれらの合金；石英ガラス、アルミノシリケートガラス、ガラス状カーボン等のガラス状物質；アルミナ、シリカ、サファイア、窒化ケイ素、窒化タンタル、炭化チタン等のセラミック材料；炭化ケイ素、窒化ガリウム、ヒ化ガリウム等の化合物半導体ウエハ材料；ポリイミド樹脂等の樹脂材料；等は、平坦化などの各種要求により研磨がなされ、各種分野で応用されている。

[0003] 中でも、集積回路等の半導体素子を作るために、平坦でキズや不純物の無い高品質な鏡面を持つミラーウエハを作るため、シリコンウエハを研磨する技術については様々な研究がなされている。

[0004] シリコンウエハ等の半導体ウエハの研磨工程は、予備研磨と仕上げ研磨との少なくとも二段階に分けて行われることがある。予備研磨では、平坦化および面粗さの改善を目的として粗研磨が行われ、ヘイズ（曇り）の改善や研磨欠陥の除去を目的として仕上げ研磨が行われる。

[0005] このような複数段研磨において、特許文献１では、前段の研磨工程で使用された研磨用組成物中の砥粒が研磨の終了後にウエハ表面に残存している状態で次の研磨工程を行うと、次の研磨工程で、残存している砥粒に起因してウエハ表面にスクラッチ等の研磨起因欠陥が生成するといった問題が発生する点に着目し、（１）含有される砥粒（仕上げ前研磨砥粒）の粒径が、前記仕上げ２段前研磨工程に使用される研磨用組成物中の砥粒（仕上げ２段前研

磨砥粒）の粒径以上で、（２）前記仕上げ前研磨砥粒の濃度が、前記仕上げ２段前研磨工程に使用される研磨用組成物の仕上げ２段前研磨砥粒の濃度以下である、という研磨用組成物を開示し、デバイスの高集積化に適応し得る高い表面品質を有する半導体ウエハを得ようとする技術が開示されている。

[0006] ところで、ウエハ加工の過程で半導体ウエハの表面に生じるヘイズは、半導体デバイスの電気特性および歩留まりに影響するだけでなく、ウエハ表面に付着したパーティクルをパーティクルカウンタで計測する際にその検出限界を低下させる要因にもなる。従来の研磨用組成物を用いて精密研磨して製造する方法によって得られる、半導体ウエハの表面のヘイズレベルは、半導体デバイスの高性能化および高集積密度化に伴い半導体ウエハに要求される品質がますます厳しくなっている現在にあっては不十分なものとなりつつある。また、半導体デバイスのデザインルールが細線化するに従って、研磨用組成物を用いて研磨した後のウエハ表面で観察される欠陥の一種であるＬＬＳ（Ｌｏｃａｌｉｚｅｄ Ｌｉｇｈｔ Ｓｃａｔｔｅｒｓ）について、半導体デバイスの性能に影響するとして、これも同様により高い品質のものが要求されるようになっている。

[0007] この点、特許文献１に開示される研磨方法を用いて研磨を行った場合であっても、ヘイズを低減することはできず、また欠陥も十分に除去できているというものではない。

先行技術文献

特許文献

[0008] 特許文献1：特開２０１１－１６５９０９号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0009] 本発明はこのような実情に鑑みてなされたものであり、その目的とするところは、研磨対象物表面のヘイズレベルを顕著に低減することができ、また、欠陥を有意に低減させた研磨済研磨対象物の製造方法およびそれに用いら

れうる研磨用組成物キットを提供することにある。

課題を解決するための手段

[0010] 本発明者らは鋭意検討を行った。その結果、両面研磨に用いられる両面研磨用組成物と、片面研磨に用いられる片面研磨用組成物との組成に着目し、両面研磨で用いられる砥粒の粒子径を相対的に大きくし、それだけでなく、両面研磨で用いられる砥粒の粒子径の最小値と、片面研磨で用いられる砥粒の粒子径の最大値を設定し、加えて、両面研磨で用いられる砥粒の粒子径を、片面研磨で用いられる砥粒の粒子径よりも徒に大きくせず、特定の範囲にするという工夫を施し、さらには特に、両面研磨で用いられる高分子を特定のものにすることによって上記課題を解決することができることを見出し、本発明を完成するに至った。

[0011] すなわち、本発明は、平均一次粒子径が４０ｎｍ以上である第１の砥粒と含窒素水溶性高分子とを含む両面研磨用組成物を用いて研磨対象物を両面研磨し、両面研磨済研磨対象物を得る両面研磨工程と；平均一次粒子径が４０ｎｍ以下である第２の砥粒と水溶性高分子とを含む片面研磨用組成物を用いて前記両面研磨済研磨対象物を片面研磨する片面研磨工程と；を含み、前記第１の砥粒の平均一次粒子径（Ａ）に対する、前記第２の砥粒の平均一次粒子径（Ｂ）の比（Ａ）／（Ｂ）が、１を超えて２．５以下である、研磨済研磨対象物の製造方法を提供することによって、上記課題を解決する。

[0012] また、本発明は、両面研磨に用いられる、平均一次粒子径が４０ｎｍ以上である第１の砥粒と、両面研磨に用いられる、含窒素水溶性高分子と、片面研磨に用いられる、平均一次粒子径が４０ｎｍ以下である第２の砥粒と、片面研磨に用いられる、水溶性高分子と、を含み、前記第１の砥粒の平均一次粒子径（Ａ）に対する、前記第２の砥粒の平均一次粒子径（Ｂ）の比（Ａ）／（Ｂ）が、１を超えて２．５以下である、研磨用組成物キットを提供することによって、上記課題を解決する。

発明の効果

[0013] 本発明によれば、特に、研磨対象物表面のヘイズレベルを顕著に低減する

ことができ、また、欠陥を有意に低減させた研磨済研磨対象物の製造方法およびそれに用いられうる研磨用組成物キットを提供することができる。また本発明の別の効果としては、レーザーマーク高さを低くし、ウエハエッジ部の局所的な平坦度を示すＥＳＦＱＲの数値を改善させることができる、研磨済研磨対象物の製造方法と、それに用いられうる研磨用組成物キットを提供することができる。

図面の簡単な説明

[0014] [図1]片面研磨用組成物を用いた研磨の際に使用される片面研磨装置の一実施形態を示す斜視図である。

[図2]両面研磨用組成物を用いた研磨の際に使用される両面研磨装置の一実施形態を示す斜視図である。

発明を実施するための形態

[0015] 以下、本発明の実施の形態を説明する。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、図面の寸法比率は、説明の都合上誇張されており、実際の比率とは異なる場合がある。また、本明細書において、範囲を示す「Ｘ～Ｙ」は「Ｘ以上Ｙ以下」を意味し、「重量」と「質量」、「重量％」と「質量％」および「重量部」と「質量部」は同義語として扱う。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％の条件で測定する。

[0016] 本発明の第１は、平均一次粒子径が４０ｎｍ以上である第１の砥粒と含窒素水溶性高分子とを含む両面研磨用組成物を用いて研磨対象物を両面研磨し、両面研磨済研磨対象物を得る両面研磨工程と；平均一次粒子径が４０ｎｍ以下である第２の砥粒と水溶性高分子とを含む片面研磨用組成物を用いて前記両面研磨済研磨対象物を片面研磨する片面研磨工程と；を含み、前記第１の砥粒の平均一次粒子径（Ａ）に対する、前記第２の砥粒の平均一次粒子径（Ｂ）の比（Ａ）／（Ｂ）が、１を超えて２．５以下である、研磨済研磨対象物の製造方法である。

[0017] 上記のように、本発明者らは、両面研磨に用いられる両面研磨用組成物と

、片面研磨に用いられる片面研磨用組成物との組成に着目し、両面研磨で用いられる砥粒の粒子径を相対的に大きくし、また、両面研磨で用いられる砥粒の粒子径の最小値と、片面研磨で用いられる砥粒の粒子径の最大値を設定し、加えて、両面研磨で用いられる砥粒の粒子径を、片面研磨で用いられる砥粒の粒子径よりも徒に大きくせず、さらには特に、両面研磨で用いられる高分子を特定のものにするという特有の構成にすることによって、研磨対象物表面のヘイズレベルを顕著に低減することができ、また、欠陥を有意に低減させることができることを見出した。

[0018] 本発明の第１の製造方法に用いられる、研磨対象物は、特に制限はないが、シリコン、アルミニウム、ニッケル、タングステン、銅、タンタル、チタン、ステンレス鋼等の金属もしくは半導体ウエハ、またはこれらの合金；石英ガラス、アルミノシリケートガラス、ガラス状カーボン等のガラス状物質；アルミナ、シリカ、サファイア、窒化ケイ素、窒化タンタル、炭化チタン等のセラミック材料；炭化ケイ素、窒化ガリウム、ヒ化ガリウム等の化合物半導体ウエハ材料；ポリイミド樹脂等の樹脂材料；などである。また、研磨対象物の形状も特に制限されない。例えば、板状や多面体状などの、平面を有する研磨対象物の研磨に好ましく適用され得る。このような研磨対象物を研磨することによって、ヘイズレベルを顕著に低減することができ、また、欠陥を有意に低減させた研磨済研磨対象物を製造することができる。これらのうち複数の材質により構成された研磨対象物であってもよい。なかでも、研磨対象物が、半導体ウエハであることが好ましく、特に好ましくは単結晶または多結晶のシリコンからなる表面を備えた研磨対象物の研磨に本発明の第１の製造方法は好適である。

[0019] そこで、以下では、本発明の第１の一実施形態として、研磨対象物がシリコンウエハである形態を中心に説明を行う。無論、研磨対象物はシリコンウエハに限定されず、上記で列挙したものを用いることができる。

[0020] 本発明の第１の製造方法に用いられるシリコンウエハは、ｐ型であってもｎ型であってもよい。また、シリコンウエハの結晶方位としても特に制限は

なく、＜１００＞、＜１１０＞、＜１１１＞のいずれでもよい。また、シリコンウエハの抵抗率にも特に制限はない。また、シリコンウエハの厚さは、例えば６００～１０００μｍであるが、特に限定されるものではない。本発明の第１の製造方法では、２００ｍｍ、３００ｍｍ、４５０ｍｍなどどのような口径のウエハにも適応可能である。特に、本発明の第１の製造方法では、両面研磨工程を必須に含むので、例えば、３００ｍｍ、４５０ｍｍのような大口径のものにも適用可能である。無論、これら以外の口径のものを使用してもよい。

[0021] 続いて、シリコンウエハの加工プロセスについて説明すると、シリコン単結晶インゴットがスライスされ、シリコンウエハが作製される（スライス工程）。その後、シリコンウエハの縁部の面取りがなされる（ベベル工程）。そして、ラッピングによりウエハ表面が粗研磨され所定の外形に整えられる（ラッピング工程）。さらにラッピングによって変質したシリコンウエハの表層を除去し（ウエハの加工変質層を除去し）、シリコンウエハはエッチングされる（エッチング工程）。エッチングの後、シリコンウエハのエッジおよび表面（両面または片面）は研磨され（研磨工程）、その後シリコンウエハは洗浄される（洗浄工程）。研磨工程と研磨工程の間、あるいは研磨工程と洗浄工程の間に、シリコンウエハのリンスを行う（リンス工程）場合もある。

[0022] 本発明の第１の製造方法は、この一連のプロセスのうち、研磨工程で作製される研磨済研磨対象物を製造するところに特徴がある。本実施形態の研磨工程では、シリコンウエハの表面（両面または片面）と、研磨パッドとを接触させて、その接触部分に研磨用組成物（両面研磨用組成物・片面研磨用組成物）を供給しながらウエハの表面と研磨パッドとを相対摺動させることにより、ウエハの表面を研磨する。なお、本発明の第１の好ましい実施形態においては、両面研磨工程を粗研磨工程（予備研磨工程）とし、片面研磨工程を仕上げ研磨工程とする。また、本発明の第１の好ましい実施形態においては、両面研磨工程と、片面研磨工程とをそれぞれ１回ずつ行う（以下で詳説

する、本発明の第１の実施形態１）。また、本発明の第１の好ましい実施形態においては、両面研磨工程を１回行い、片面研磨工程を２回行う（以下で詳説する、本発明の第１の実施形態２）。また、本発明の第１の実施形態２の変形例としては、両面研磨工程も複数回行い、片面研磨工程を３回以上行う。また、本発明の第１の好ましい実施形態においては、シリコンウエハは各段階の終了のたびに、（つまり、両面研磨工程後、片面研磨工程後、片面研磨工程が複数回行われる場合は各工程後、あるいは、両面研磨工程が複数回行われる場合は各工程後）研磨用組成物の切り替えや研磨屑の除去、ウエハ表面保護を目的として、リンス工程を行う。

[0023] 続いて、研磨装置についての説明を行う。図１は、片面研磨用組成物を用いた研磨の際に使用される片面研磨装置を示す斜視図である。この片面研磨装置はリンス用組成物を用いたリンス工程の際に用いてもよい。図１に示すように、片面研磨装置１１は、上面に研磨パッド１４が貼り付けられた円板状の回転定盤１２を備えている。回転定盤１２は、図１の矢印１３ａ方向に回転する第１シャフト１３に対して一体回転可能に設けられている。回転定盤１２の上方には少なくとも一つのウエハホルダ１５が設けられている。ウエハホルダ１５は、図１の矢印１６ａ方向に回転する第２シャフト１６に対して一体回転可能に設けられている。ウエハホルダ１５の底面には、セラミックプレート１７および図示しないウレタンシートを介して、ウエハ保持孔１８を有するウエハ保持プレート１９が取り外し可能に取り付けられている。片面研磨装置１１は、研磨用組成物供給機２１および図示しないリンス用組成物供給機をさらに備えていてもよい。研磨用組成物供給機２１は、ノズル２１ａを通じて片面研磨用組成物を吐出し、図示しないリンス用組成物供給機からは図示しないノズルを通じてリンス用組成物が吐出されてもよい。図示しないリンス用組成物供給機およびノズルを備えていない片面研磨装置１１の研磨用組成物供給機２１は、ノズル２１ａを通じてリンス用組成物が吐出されてもよい。

[0024] シリコンウエハを研磨するときには、図１に示すように研磨用組成物供給

機２１が回転定盤１２の上方に配置される。研磨すべきシリコンウエハはウエハ保持孔１８内に吸引されてウエハホルダ１５に保持される。まず、ウエハホルダ１５および回転定盤１２の回転が開始され、研磨用組成物供給機２１からは片面研磨用組成物が吐出されて研磨パッド１４上に片面研磨用組成物が供給される。そして、シリコンウエハを研磨パッド１４に押し付けるべく、ウエハホルダ１５が回転定盤１２（下記で説明する両面研磨装置２２では下定盤２３とも称される）に向かって移動させられる。これにより、研磨パッド１４と接するシリコンウエハの片面が研磨される。研磨パッドは、特に限定されないが、ポリウレタンタイプ、不織布タイプ、スウェードタイプなどを用いることができる。

[0025] また、研磨パッドが貼り付けられた円板状の回転定盤をもう一つ備えることで、図１に示す片面研磨装置を、シリコンウエハの両面を研磨する両面研磨装置として利用することができる。図２は、両面研磨用組成物を用いた研磨の際に使用される両面研磨装置の一実施形態を示す斜視図である。

[0026] 本発明の第１の両面研磨装置の一実施形態としては、研磨パッドが貼り付けられた円板状の回転定盤をさらに上部に設けて、研磨パッド１４が貼り付けられた上部回転定盤（上定盤２４）とし、下定盤２３に貼り付けられた研磨パッド１４と、上定盤２４に貼り付けられた研磨パッド１４とで、ウエハ保持孔１８に保持されたシリコンウエハを挟持する。上部回転定盤は、研磨用組成物供給機２１から吐出された両面研磨用組成物が下部に流れ出るようにする両面研磨用組成物用の通流孔（研磨用組成物供給樋２６）を有している。上部回転定盤（上定盤２４）と、下部回転定盤（下定盤２３）とは、矢印１３ａ、矢印１６ａで示されるように、互いに逆方向に回転し、両面研磨用組成物供給機２１からは両面研磨用組成物が吐出されて、両方の研磨パッド１４がシリコンウエハの両面を押し付けながら回転することで、シリコンウエハの両面が研磨される。図２に示されるように、両面研磨装置２２では、図１に図示されたウエハホルダ１５は不要であるが、代わりに一つのウエハ保持孔１８を有するウエハ保持プレートが必要になり、それら全体をウエ

ハホルダあるいは加工キャリア２５と呼ぶ。図２で示される形態によれば、１つの保持プレートあたり１枚のウエハが入っており、それを３つ備えているが、別の形態によれば、１つの保持プレートにウエハが３枚入る場合もある。本発明は、いかような装置を用いることも可能であり、保持プレートの数にも、一つの保持プレートが保持するウエハの数にも特に制限されず、従来公知の装置を、そのまま、あるいは適宜改良して使用することができる。

[0027] 回転速度は、適宜選択することができるが、両面研磨の場合、通常１０～５０ｒｐｍ程度であり、好適には１５～３０ｒｐｍ程度である。この際、上部回転定盤と下部回転定盤との回転速度は別であってもよいが、通常はウエハに対して同じ相対速度に設定される。また、片面研磨の場合、通常１０～１００ｒｐｍ程度であり、好適には２０～５０ｒｐｍ程度である。このような回転速度であると、シリコンウエハ表面（両面・片面）のヘイズレベルを顕著に低減することができ、また、欠陥を有意に低減させることができ、レーザーマーク高さを低くし、ＥＳＦＱＲの数値を改善させることができる。また、上記のように、シリコンウエハは、通常、定盤により加圧されている。この際の圧力は、適宜選択することができるが、両面研磨の場合、通常５～２５ｋＰａ程度が好ましく、１０～１５ｋＰａ程度であることがより好ましい。また、片面研磨の場合、通常５～２５ｋＰａ程度が好ましく、１０～１５ｋＰａ程度であることがより好ましい。このような圧力であると、シリコンウエハ表面のヘイズレベルを顕著に低減することができ、また、欠陥を有意に低減させることができ、レーザーマーク高さを低くし、ＥＳＦＱＲの数値を改善させることができる。

[0028] また、研磨用組成物（両面研磨用組成物・片面研磨用組成物）の供給速度も定盤のサイズに応じて適宜選択することができるが、経済性を考慮すると、両面研磨の場合、両面研磨用組成物の供給速度は、通常１～１０Ｌ／分程度が好ましく、好適には２～５Ｌ／分程度である。片面研磨の場合、片面研磨用組成物の供給速度は、通常０．１～５Ｌ／分程度が好ましく、好適には０．５～２Ｌ／分程度である。かような供給速度により、シリコンウエハ表

面を効率よく研磨し、シリコンウエハ表面のヘイズレベルを顕著に低減することができ、また、欠陥を有意に低減させることができ、レーザーマーク高さを低くし、ＥＳＦＱＲの数値を改善させることができる。また、研磨用組成物（両面研磨用組成物・片面研磨用組成物）の研磨装置における保持温度としても特に制限はないが、研磨速度の安定性、ヘイズレベルの低減といった観点から、通常１５～４０℃程度が好ましく、１８～２５℃程度がより好ましい。なお、上記の研磨条件に関しては単に一例を述べただけであり、上記の範囲を外れてもよいし、適宜設定を変更することもできる。

[0029] なお、研磨されたシリコンウエハをリンスするときには、研磨用組成物供給機２１に代わってリンス用組成物供給機が回転定盤１２の上方に配置される。研磨用組成物供給機２１に入っている研磨用組成物を排出し、代わりにリンス用組成物を入れて用いても良い。片面研磨装置１１の運転条件を研磨用の設定からリンス用の設定に切り替えた後、リンス用組成物供給機からリンス用組成物が吐出されて研磨パッド１４上にリンス用組成物が供給される。これにより、研磨パッド１４と接するシリコンウエハの面がリンスされる。リンス工程では、次工程で用いる研磨用組成物をそのままリンス用組成物として使用してもよいし、次工程の研磨用組成物から砥粒を除いた組成をリンス用組成物として用いてもよい。研磨用組成物をリンス用組成物として使用する場合、研磨用組成物の各構成成分を追加または削減してもよいし、必要に応じて水で希釈してもよい。

[0030] 以下では、本発明の第１をいくつかの実施形態に分けて説明を行う。

[0031] （本発明の第１の実施形態１）

本発明の第１の実施形態１は、両面研磨用組成物を用いてシリコンウエハを両面研磨し、両面研磨済シリコンウエハを得る研磨工程と；片面研磨用組成物を用いて前記両面研磨済シリコンウエハを片面研磨する片面研磨工程と；をそれぞれ１回ずつ行う。それぞれ１回ずつ行うと、効率的に研磨をできる点から好ましいし、また、コストを低減させることができる点も好ましいし、廃液処理の観点からも好ましい。

[0032] ［砥粒］

砥粒は、研磨対象物の表面を機械的に研磨する働きを有する。砥粒の具体例としては、シリカ、アルミナ、セリア、ジルコニア、チタニアなどの金属酸化物からなる粒子、炭化ケイ素、炭酸カルシウム、ダイヤモンドなどからなる粒子が挙げられる。砥粒は、一種を単独で用いてもよく、二種以上を組み合わせて用いてもよい。砥粒の中でも、シリカ粒子が好ましく、シリカ粒子としてはコロイダルシリカ、フュームドシリカなどが挙げられる。なお、第１の砥粒の種類と、第２の砥粒の種類とは同じものでも異なるものであってもよいが、クロスコンタミネーション（前工程が次工程に影響を与えること）の観点から同じものであることが好ましい。第１の砥粒の種類と、第２の砥粒の種類とが異なる場合、適宜組み合わせて使用される。シリカ粒子の中でも、コロイダルシリカが好ましい。コロイダルシリカまたはフュームドシリカを使用した場合、特にコロイダルシリカを使用した場合には、研磨工程において研磨対象物の表面に発生するスクラッチが減少する。

[0033] 両面研磨用組成物中における第１の砥粒の含有量は、０．１質量％以上であることが好ましく、０．２質量％以上であることがより好ましい。また、片面研磨用組成物中における第２の砥粒の含有量は、０．０５質量％以上であることが好ましく、０．１質量％以上であることがより好ましい。砥粒の含有量の増加によって、研磨対象となる面に対する研磨速度などの表面加工性能が向上する。

[0034] また、両面研磨用組成物中における第１の砥粒の含有量は、５０質量％以下であることが好ましく、より好ましくは４５質量％以下である。また、片面研磨用組成物中における第２の砥粒の含有量は、２０質量％以下であることが好ましく、より好ましくは１５質量％以下である。砥粒の含有量の減少によって、研磨用組成物の分散安定性が向上し、かつ、研磨された面の砥粒の残渣が低減する傾向となる。なお、含有量の下限は、特には後述する希釈の形態における濃度を想定しており、上限は特には後述する濃縮液における濃度を想定している。

[0035] 両面研磨用組成物に用いられる、第１の砥粒の平均一次粒子径（Ａ）は４０ｎｍ以上であれば特に制限されないが、４０ｎｍ超であってもよいし、４５ｎｍ以上であっても以下であっても、５０ｎｍ以上であっても以下であっても、５３ｎｍ以上であっても以下であっても、５５ｎｍ以上であっても以下であっても、６０ｎｍ以上であっても以下であっても、６５ｎｍ以上であっても以下であっても、７０ｎｍ以上であっても以下であっても、８０ｎｍ以上であっても以下であっても、８５ｎｍ以上であっても以下であっても、９０ｎｍ以上であっても以下であっても、９２ｎｍ以上であっても以下であってもよい。ただし、より本発明の効果を得たい場合は、９０ｎｍ未満であることが好ましく、より好ましくは７０ｎｍ未満である。

[0036] なお、レーザーマーク高さについては、使用する砥粒が大きいほどよりゼロに近くなる傾向がある。また、含窒素水溶性高分子の含有量を多く設定する方が、レーザーマーク高さは、ゼロに近くなる傾向がある。

[0037] また、ＥＳＦＱＲは、使用する砥粒が有意に大きく、かつ砥粒のメカニカル作用が発揮される程度に分散状態が良いほど、精度が高くなる傾向がある。両面研磨用組成物でこのように有意に大きな砥粒を用いることによって特にレーザーマーク高さとＥＳＦＱＲを向上させることができる。本発明においては、両面研磨用組成物に用いられる、第１の砥粒の平均一次粒子径（Ａ）は４０ｎｍ以上であり、かかる砥粒の分散については含窒素水溶性高分子を含むことで（水溶性高分子を含まない場合や窒素を含有していない水溶性高分子を含んだ場合よりも）向上する。

[0038] 第２の砥粒の平均一次粒子径（Ｂ）は４０ｎｍ以下であれば特に制限されないが、３８ｎｍ以下であっても以上であっても、３５ｎｍ以下であっても以上であっても、３２ｎｍ以下であっても以上であっても、３０ｎｍ以下であっても以上であっても、２８ｎｍ以下であっても以上であっても、２５ｎｍ以下であっても以上であっても、２３ｎｍ以下であっても以上であってもよい。ただし、より本発明の効果を得たい場合は、４０ｎｍ未満であることが好ましい。片面研磨用組成物でこのように有意に小さな砥粒を用いること

によってＬＬＳとヘイズを特に減少させることができる。

[0039] また、第１の砥粒の含有量（濃度）に対する、第２の砥粒の含有量（濃度）の比にも特に制限はないが、研磨効率および面精度の観点から、例えば０．３～８や、１～８が好ましい。

[0040] また、両面研磨用組成物に用いられる、第１の砥粒の平均二次粒子径は、レーザーマーク高さの解消、ＥＳＦＱＲの向上の観点から、５０ｎｍ以上であることが好ましく、８０ｎｍ以上であることがより好ましく、２５０ｎｍ以下であることが好ましく、１８０ｎｍ以下であることがより好ましい。また、片面研磨用組成物に用いられる、第２の砥粒の平均二次粒子径はＬＬＳの低減の観点から、１０ｎｍ以上であることがより好ましく、１００ｎｍ以下であることが好ましく、７０ｎｍ以下であることがより好ましい。

[0041] 砥粒の平均一次粒子径や平均二次粒子径の値は、例えば、ＢＥＴ法により測定される比表面積から算出される。砥粒の比表面積の測定は、例えば、マイクロメリテックス社製の“Ｆｌｏｗ　Ｓｏｒｂ ＩＩ　２３００”を用いて行うことができる。

[0042] なお、本発明の第１の好ましい実施形態において、両面研磨と片面研磨した後のシリコンウエハの３７ｎｍ以上のＬＬＳ個数は、好ましくは５０個以下であり、より好ましくは２０個以下であり、少なければ少ないほど好ましい。なお、本発明のＬＬＳ個数は実施例に記載の測定方法によって算出された値を言うものとする。

[0043] また、本発明の第１の好ましい実施形態において、両面研磨と片面研磨した後のシリコンウエハのヘイズ（相対値）は、小さければ小さいほどよく、具体的には、２６以下、２５以下、２４以下、２３以下、２２以下、２１以下、２０以下、１９以下である。ただし、実質的な下限は１０程度である。なお、ヘイズ（相対値）は、実施例に記載の測定方法によって算出された値を言うものとする。

[0044] また、本発明の第１の好ましい実施形態において、両面研磨と片面研磨した後のシリコンウエハのレーザーマーク高さは、５０ｎｍ以下であることが

好ましく、より好ましくは３０ｎｍ以下である。ただし、実質的な下限は１０ｎｍ程度である。なお、レーザーマークとは、シリコンウエハにＩＤなどをマーキングするためのもので、シリコンウエハの外周部にレーザーを照射して窪み（ドット）を形成し、ドットを配列して表したものである。レーザーマークは、主にシリコンウエハの裏面外周部に当たる部分に付けられており、両面研磨機で研磨する場合には、レーザーマークの無い部分に比べて、シリコンが変質しているためレーザーマーク周辺の部分だけ、研磨量が少なくなるために、凸になりやすいという問題がある。この凸部の高さのことを本明細書中では、レーザーマーク高さと呼んでいる。なお、レーザーマーク高さは実施例に記載の測定方法によって算出された値を言うものとする。

[0045] また、本発明の第１の好ましい実施形態において、両面研磨と片面研磨した後のシリコンウエハのＥＳＦＱＲは、７０ｎｍ以下であることが好ましく、より好ましくは５０ｎｍ以下である。ただし、実質的な下限は１０ｎｍ程度である。ＥＳＦＱＲ（Ｅｄｇｅ ｆｌａｔｎｅｓｓ ｍｅｔｒｉｃ，Ｓｅｃｔｏｒ ｂａｓｅｄ，Ｆｒｏｎｔ ｓｕｒｆａｃｅ ｒｅｆｅｒｅｎｃｅｄ，ｌｅａｓｔ ｓｑｕａｒｅｓ ｆｉｔ ｒｅｆｅｒｅｎｃｅ ｐｌａｎｅ，Ｒａｎｇｅ ｏｆ ｔｈｅ ｄａｔａ ｗｉｔｈｉｎ ｓｅｃｔｏｒ）とは、ウエハ全周の外周部域に形成した扇型の領域（セクター）内のＳＦＱＲを測定したものであり、ＥＳＦＱＲｍａｘとは、ウエハ上の全セクターのＥＳＦＱＲの中の最大値を示し、ＥＳＦＱＲｍｅａｎは、全セクターのＥＳＦＱＲの平均値を示すものである。本発明でＥＳＦＱＲとは、ＥＳＦＱＲｍｅａｎの値をいう。本発明で規定する、ＥＳＦＱＲは、平坦度測定器（ＫＬＡ－Ｔｅｎｃｏｒ社製：ＷａｆｅｒＳｉｇｈｔ２）を用い、エッジ除外領域（Ｅｄｇｅ Ｅｘｃｌｕｓｉｏｎ、ウエハ上で、デバイスが形成されない外周部分の幅）が１ｍｍで、ウエハ全周を５°間隔で７２分割し、サイトを構成する径方向の一辺の長さが３５ｍｍとしたサイト内のＳＦＱＲを測定した値である。ＳＦＱＲ（Ｓｉｔｅ Ｆｒｏｎｔ Ｌｅａｓｔ Ｓｑｕａｒｅｓ Ｒａｎｇｅ）とは、設定されたサイト内でデータを最小二乗法に

て算出したサイト内平面を基準平面とし、この平面からの＋側（すなわち、ウエハの表面を上に向け水平に置いた場合の上側）、－側（同下側）の最大偏差のことである。なお、ＥＳＦＱＲも実施例に記載の測定方法によって算出された値を言うものとする。

[0046] また、本発明の第１の好ましい実施形態において、両面研磨と片面研磨した後のシリコンウエハのＬＬＳ個数が２０個以下になる片面研磨における最少研磨量は、小さければ小さいほど好ましく、具体的には、５５０ｎｍ以下、５５０ｎｍ未満、４００ｎｍ以下、３５０ｎｍ以下、３５０ｎｍ未満、３００ｎｍ以下、３００ｎｍ未満、２９０ｎｍ以下、２７０ｎｍ以下、２５０ｎｍ以下、２３０ｎｍ以下、２１０ｎｍ以下である。ただし、実質的な下限は２００ｎｍ程度である。

[0047] 上記で説明したように、本発明においては、第１の砥粒の平均一次粒子径（Ａ）に対する、第２の砥粒の平均一次粒子径（Ｂ）の比（Ａ）／（Ｂ）が、１を超えて２．５以下である。このような範囲であることによって、シリコンウエハ表面を効率よく研磨し、シリコンウエハ表面のヘイズレベルを顕著に低減することができ、また、欠陥を有意に低減させることができ、また、欠陥を有意に低減させることができ、レーザーマーク高さを低くし、ＥＳＦＱＲの数値を改善させることができる。

[0048] （Ａ）／（Ｂ）は、１を超えて２．５以下であればよいが、１．６以上２．３未満であることが好ましく、１．８を超えて２．２以下であることがより好ましく、１．９以上２．２以下であることがさらに好ましく、その際、（Ｂ）の粒径は４０ｎｍ未満であることが好ましく、３５ｎｍ未満がより好ましい。このような値であることによって、ＬＬＳ個数を特に減らし、ヘイズ（相対値）も特に低減させ、レーザーマーク高さを特に低くすることができ、ＥＳＦＱＲを特に改善し、上記の最少研磨量も特に少なくて済み、研磨速度が速い。

[0049] 予備研磨工程を経て、仕上げ研磨工程で研磨作業を行う場合、それぞれの工程を単独で最適化しても、両工程の一連の研磨プロセス全体での最適化が

行われていないため、一部の工程で適切ではない研磨スラリーが選択されてしまう虞がある。具体的には、予備研磨工程ではＥＳＦＱＲに代表される研磨後表面の平坦性や、研磨速度が重視され、仕上げ研磨工程ではＬＬＳ個数などの欠陥発生などが重視される。しかし、各工程の研磨スラリーの間でミスマッチが発生し、ＬＬＳ個数などの欠陥発生の更なる低減に低減できない。そのため、単に（Ａ）＞（Ｂ）だけではなく、予備研磨工程と仕上げ研磨工程の研磨効果のバランスとして（Ａ）／（Ｂ）が一定の条件範囲であることが好ましい。

[0050] 本発明の第１の製造方法においては、両面研磨を行う際の両面研磨用組成物には、含窒素水溶性高分子を含み、片面研磨を行う際の両面研磨用組成物には、水溶性高分子を含むことも特徴の一つである。特に、両面研磨を行う際の両面研磨用組成物に含窒素水溶性高分子が含まれることによって、ＬＬＳの個数を低減できる。また、レーザーマーク高さを低くすることができ、ＥＳＦＱＲを改善する。

[0051] ［含窒素水溶性高分子］

両面研磨用組成物中の含窒素水溶性高分子は、研磨対象物の中央から端部の平坦性を維持する作用を有する。含窒素水溶性高分子としては、単量体単位中に窒素原子を１個以上有するもの、または、側鎖の一部に窒素原子を１個以上有するものであれば特に限定されず、例えばアミン、イミン、アミド、イミド、カルボジイミド、ヒドラジド、ウレタン化合物などが用いれられ、鎖状、環状、１級、２級、３級のいずれでもよい。また、窒素原子をカチオンとして形成される塩の構造を有する含窒素水溶性高分子であってもよい。また、主鎖に窒素原子を含有するポリマーおよび側鎖官能基（ペンダント基）に窒素原子を有するポリマーのいずれも使用可能である。両面研磨用組成物中の含窒素水溶性高分子は、１種であっても、２種以上を組み合わせて使用してもよいが、製造コストの観点で、１種であることが好ましい。

[0052] 塩の構造を有する含窒素水溶性高分子としては、例えば、第四級アンモニウム塩が挙げられる。含窒素水溶性高分子としては、例えば、水溶性ナイロ

ンなどの重縮合系ポリアミド、水溶性ポリエステルなどの重縮合系ポリエステル、重付加系ポリアミン、重付加系ポリイミン、重付加系（メタ）アクリルアミド、アルキル主鎖の少なくとも一部に窒素原子を有する水溶性高分子、側鎖の少なくとも一部に窒素原子を有する水溶性高分子などが挙げられる。なお、側鎖に窒素原子を有する水溶性高分子は、側鎖に第四級窒素を有する水溶性高分子も含む。重付加系の含窒素水溶性高分子の具体例としては、ポリビニルイミダゾール、ポリビニルカルバゾール、ポリビニルピロリドン、ポリＮ－ビニルホルムアミド、ポリビニルカプロラクタムおよびポリビニルピペリジンからなる群から選択される。また、含窒素水溶性高分子は、ビニルアルコール構造、メタクリル酸構造、ビニルスルホン酸構造、ビニルアルコールカルボン酸エステル構造、オキシアルキレン構造などの親水性を有する構造を部分的に有するものであってもよい。また、これらのジブロック型やトリブロック型、ランダム型、交互型といった複数種の構造を有する重合体であってもよい。含窒素水溶性高分子は、分子中の一部または全部にカチオンを持つもの、アニオンを持つもの、アニオンとカチオンとの両方を持つもの、ノニオンを持つのものいずれであってもよい。これらの含窒素水溶性高分子は、一種を単独で用いてもよいし、二種以上を組み合わせて用いてもよい。

[0053] 主鎖に窒素原子を含有するポリマーの例としては、Ｎ－アシルアルキレンイミン型モノマーの単独重合体および共重合体が挙げられる。Ｎ－アシルアルキレンイミン型モノマーの具体例としては、Ｎ－アセチルエチレンイミン、Ｎ－プロピオニルエチレンイミン等が挙げられる。

[0054] ペンダント基に窒素原子を有するポリマーとしては、例えばＮ－（メタ）アクリロイル型のモノマー単位を含むポリマー、Ｎ－ビニル型のモノマー単位を含むポリマー等が挙げられる。ここで「（メタ）アクリロイル」とは、アクリルおよびメタクリルを包括的に指す意味である。例えば、Ｎ－（メタ）アクリロイルモルホリンの単独重合体および共重合体、Ｎ－ビニルピロリドンの単独重合体および共重合体等を採用し得る。なお、本明細書中におい

て共重合体とは、特記しない場合、ランダム共重合体、交互共重合体、ブロック共重合体、グラフト共重合体等の各種の共重合体を包括的に指す意味である。

[0055] 含窒素水溶性高分子の中でも、ＬＬＳの個数を低減して、レーザーマーク高さを低くし、ＥＳＦＱＲを改善するという観点から見て、ポリビニルピペリドン、ポリビニルイミダゾール、ポリビニルカルバゾール、ポリビニルピロリドンを構造の一部に含む共重合体、ポリビニルピロリドン、ポリＮ－ビニルホルムアミド、ポリビニルカプロラクタムを構造の一部に含む共重合体、ポリビニルカプロラクタムおよびポリビニルピペリジンからなる群から選択されることが好ましく、ウエハ表面保護膜の形成能力の観点から、ポリビニルピロリドン、ポリＮ－ビニルホルムアミドからなる群から選択されることが好ましい。

[0056] 両面研磨用組成物中の含窒素水溶性高分子の重量平均分子量は、ポリエチレンオキサイド換算で、２０００～２５００００程度であることが好ましく、３０００～２００００００程度であることがより好ましく、４０００～１５００００程度であることがさらに好ましい。このような範囲であることによって、本発明の所期の効果を奏しやすくなる。

[0057] 両面研磨用組成物中の含窒素水溶性高分子化合物の含有量は、０．００１～０．０３質量％であることが好ましく、０．００２～０．０２質量％であることがより好ましく、０．００５～０．０２質量％であることがさらに好ましく、０．００５～０．０１質量％であることが特に好ましい。かような範囲であることによって、本発明の所期の効果を奏しやすくなる。

[0058] なお、かかる範囲は、特に後述する濃縮液における濃度を想定しているものである。

[0059] ［水溶性高分子］

水溶性高分子は、研磨される面の濡れ性を高める働きを有する。片面研磨用組成物に含まれる水溶性高分子は、１種であっても、２種以上を組み合わせて使用してもよいが、製造コストの観点で、１種または２種であることが

好ましい。

[0060] 水溶性高分子としては、分子中に、カチオン基、アニオン基およびノニオン基から選ばれる少なくとも一種の官能基を有するものを使用することができる。具体的な水溶性高分子としては、分子中に水酸基、カルボキシル基、アシルオキシ基、スルホ基、第四級アンモニウム構造、複素環構造、ビニル構造、ポリオキシアルキレン構造などを含むものが挙げられる。凝集物の低減や洗浄性向上などの観点から、ノニオン性の水溶性高分子を好ましく採用し得る。好適例として、オキシアルキレン単位を含むポリマー、窒素原子を含有するポリマー（上記で説明した含窒素水溶性高分子）、ポリビニルアルコール（けん化度７０モル％以上のポリビニルアルコール）、セルロース誘導体などが例示される。

[0061] オキシアルキレン単位を含むポリマーの例としては、ポリエチレンオキサイド（ＰＥＯ）、エチレンオキサイド（ＥＯ）とプロピレンオキサイド（ＰＯ）とのブロック共重合体、ＥＯとＰＯとのランダム共重合体などが挙げられる。ＥＯとＰＯとのブロック共重合体は、ポリエチレンオキサイド（ＰＥＯ）ブロックとポリプロピレンオキサイド（ＰＰＯ）ブロックとを含むジブロック体、トリブロック体などであり得る。上記トリブロック体には、ＰＥＯ－ＰＰＯ－ＰＥＯ型トリブロック体およびＰＰＯ－ＰＥＯ－ＰＰＯ型トリブロック体が含まれる。通常は、ＰＥＯ－ＰＰＯ－ＰＥＯ型トリブロック体がより好ましい。ＥＯとＰＯとのブロック共重合体またはランダム共重合体において、該共重合体を構成するＥＯとＰＯとのモル比（ＥＯ／ＰＯ）は、水への溶解性や洗浄性などの観点から、１より大きいことが好ましく、２以上であることがより好ましく、３以上（例えば５以上）であることがさらに好ましい。

[0062] より具体的には、セルロース誘導体、ポリ（Ｎ－アシルアルキレンイミン）などのイミン誘導体、ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン、ポリビニルピロリドンを構造の一部に含む共重合体、ポリビニルカプロラクタム、ポリビニルカプロラクタムを構造の一部に含む共重合体、ポリオキシエ

チレン、オキシアルキレン単位を含むポリマー、これらのジブロック型やトリブロック型、ランダム型、交互型といった複数種の構造を有する重合体、ポリエーテル変性シリコーンなどが挙げられる。

[0063] 中でも、親水性を与える働きが良好であるという観点から、セルロース誘導体、ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン、またはオキシアルキレン単位を含むポリマーが好適である。セルロース誘導体の具体例としては、ヒドロキシエチルセルロース、ヒドロキシプロピルセルロース、ヒドロキシエチルメチルセルロース、メチルセルロース、ヒドロキシプロピルメチルセルロース、メチルセルロース、エチルセルロース、エチルヒドロキシエチルセルロース、カルボキシメチルセルロースなどなどのセルロース誘導体およびプルランが挙げられる。セルロース誘導体の中でも、研磨された面に濡れ性を与える能力が高く、良好な洗浄性を有する点から、ヒドロキシエチルセルロースが好ましい。また、片面研磨用組成物に含まれる水溶性高分子として、ポリビニルピロリドンとセルロース誘導体とを組み合わせることによって、研磨用組成物中の凝集物を抑制できるため、ＬＬＳの個数を低減して、ヘイズを低くし、レーザーマーク高さを低くし、ＥＳＦＱＲを改善するという効果を有する。

[0064] 片面研磨用組成物中の水溶性高分子の重量平均分子量は、ポリエチレンオキサイド換算で、２００００～４０００００程度であることが好ましく、３００００～３５００００程度であることがより好ましく、４００００～３０００００程度であることがさらに好ましい。このような範囲であることによって、本発明の所期の効果を奏しやすくなる。

[0065] 片面研磨用組成物中の水溶性高分子化合物の含有量は、０．０５質量％以上であることが好ましく、より好ましくは０．０８質量％以上であり、さらに好ましくは０．１質量％以上であり、また、１．０質量％以下であることが好ましく、０．７質量％以下であることがより好ましく、０．５質量％以下であることがさらに好ましい。かような範囲であることによって、本発明の所期の効果を奏しやすくなる。

[0066] なお、かかる範囲は、特に後述する濃縮液における濃度を想定しているものである。

[0067] なお、研磨対象物の表面保護の観点から前記片面研磨用組成物中の水溶性高分子の濃度は、前記両面研磨用組成物中の含窒素水溶性高分子の濃度よりも高いことが好ましい。この際の比率にも特に制限はないが、好ましくは１０倍以上であり、より好ましくは２０倍以上であり、さらに好ましくは５０倍以上であり、また好ましくは１０００倍以下であり、より好ましくは２００倍以下であり、さらに好ましくは１００倍以下である。このような範囲であると、研磨対象物表面を効率よく研磨し、研磨対象物表面のヘイズレベルを顕著に低減することができ、また、欠陥を有意に低減させることができ、レーザーマーク高さを低くし、ＥＳＦＱＲの数値を改善させることができる。

[0068] 本発明の第１の製造方法で使用される、両面研磨用組成物・片面研磨用組成物は、上記で説明したもののほかに、水、塩基性化合物、界面活性剤またはキレート剤などの第三成分を含むことが好ましい。

[0069] ［水］

研磨用組成物（両面研磨用組成物・片面研磨用組成物）中の水は他の成分を溶解または分散させる働きを有する。水は、他の成分の働きを阻害されることを極力回避するため、遷移金属イオンの合計含有量が１００ｐｐｂ以下とされることが好ましい。例えば、イオン交換樹脂を用いる不純物イオンの除去、フィルターによる異物の除去、蒸留などの操作によって水の純度を高めることができる。具体的には、例えば、イオン交換水、純水、超純水、蒸留水などを用いることが好ましい。

[0070] 研磨用組成物のｐＨは８～１２の範囲が好ましく、より好ましくは９～１１の範囲である。

[0071] 上述した研磨用組成物の調製には、例えば翼式攪拌機、超音波分散機、ホモミキサーなどの周知の混合装置を用いることができる。研磨用組成物の各原料は、同時に混合されてもよいし、混合順序を適宜設定されてもよい。

[0072] ［塩基性化合物］

塩基性化合物は、研磨対象物の面を化学的に研磨する働き、および研磨用組成物（両面研磨用組成物・片面研磨用組成物）の分散安定性を向上させる働きを有する。

[0073] 塩基性化合物の具体例としては、アルカリ金属の水酸化物または塩、水酸化第四級アンモニウムまたはその塩、アンモニア、アミンなどが挙げられる。アルカリ金属としては、カリウム、ナトリウムなどが挙げられる。塩としては、炭酸塩、炭酸水素塩、硫酸塩、酢酸塩などが挙げられる。第四級アンモニウムとしては、テトラメチルアンモニウム、テトラエチルアンモニウム、テトラブチルアンモニウムなどが挙げられる。

[0074] 水酸化第四級アンモニウム化合物としては、水酸化第四級アンモニウムまたはその塩を含み、具体例としては、水酸化テトラメチルアンモニウム、水酸化テトラエチルアンモニウム、水酸化テトラブチルアンモニウムなどが挙げられる。

[0075] アミンの具体例としては、メチルアミン、ジメチルアミン、トリメチルアミン、エチルアミン、ジエチルアミン、トリエチルアミン、エチレンジアミン、モノエタノールアミン、Ｎ－（β－アミノエチル）エタノールアミン、ヘキサメチレンジアミン、ジエチレントリアミン、トリエチレンテトラミン、無水ピペラジン、ピペラジン六水和物、１－（２－アミノエチル）ピペラジン、Ｎ－メチルピペラジン、グアニジンなどが挙げられる。これらの塩基性化合物は、一種を単独で用いてもよいし、二種以上を組み合わせて用いてもよい。

[0076] 塩基性化合物の中でも、アンモニア、アンモニウム塩、アルカリ金属水酸化物、アルカリ金属塩、および水酸化第四級アンモニウム化合物から選ばれる少なくとも一種であることが好ましい。

[0077] 塩基性化合物の中でも、アンモニア、カリウム化合物、水酸化ナトリウム、水酸化第四級アンモニウム化合物、炭酸水素アンモニウム、炭酸アンモニウム、炭酸水素ナトリウム、および炭酸ナトリウムから選ばれる少なくとも

一種がより好ましい。

[0078] また、研磨用組成物（特に、両面研磨用組成物）には、塩基性化合物として、カリウム化合物および水酸化第四級アンモニウム化合物を含むことが好ましい。カリウム化合物としては、カリウムの水酸化物または塩が挙げられ、具体的には水酸化カリウム、炭酸カリウム、炭酸水素カリウム、硫酸カリウム、酢酸カリウム、塩化カリウムなどが挙げられる。よって、研磨用組成物には、塩基性化合物として、水酸化カリウム、炭酸カリウム、および水酸化テトラメチルアンモニウムや水酸化テトラエチルアンモニウム等の水酸化テトラアルキルアンモニウムを含むことが最も好ましい。

[0079] 両面研磨用組成物中の塩基性化合物の含有量は０．０１質量％以上であることが好ましく、より好ましくは０．０３質量％以上である。塩基性化合物の含有量を増加させることによって、高い研磨速度が得られ易くなる。また、研磨用組成物中の塩基性化合物の含有量は４質量％未満であることが好ましく、より好ましくは３質量％未満である。塩基性化合物の含有量を減少させることによって、研磨対象物の端部の形状悪化が抑制され易くなる。なお、含有量の下限は、特には後述する希釈の形態における濃度を想定しており、上限は特には後述する濃縮液における濃度を想定している。

[0080] 片面研磨用組成物中の塩基性化合物の含有量は０．００１質量％以上であることが好ましく、より好ましくは０．００３質量％以上である。塩基性化合物の含有量を増加させることによって、高い研磨速度が得られ易くなる。また、研磨用組成物中の塩基性化合物の含有量は２質量％未満であることが好ましく、より好ましくは１質量％未満である。塩基性化合物の含有量を減少させることによって、研磨対象物の端部の形状が維持され易くなる。なお、含有量の下限は、特には後述する希釈の形態における濃度を想定しており、上限は特には後述する濃縮液における濃度を想定している。

[0081] ［界面活性剤］

研磨用組成物（両面研磨用組成物・片面研磨用組成物）中には界面活性剤を含有させることができる。界面活性剤は、研磨対象物の研磨面の荒れを抑

制する。これにより、研磨面のヘイズレベルを低減することが容易となる。特に、研磨用組成物に塩基性化合物を含有させた場合には、塩基性化合物による化学的研磨（ケミカルエッチング）によって研磨対象物の研磨面に荒れが生じ易くなる傾向となる。このため、塩基性化合物と界面活性剤との併用は特に有効である。

[0082] 界面活性剤としては、重量平均分子量が１０００未満のものが好ましく、アニオン性またはノニオン性の界面活性剤が挙げられる。界面活性剤の中でも、ノニオン性界面活性剤が好適に用いられる。ノニオン性界面活性剤は、起泡性が低いため、研磨用組成物の調製時や使用時の取り扱いが容易となる。また、例えばイオン性の界面活性剤を用いた場合よりも、ｐＨ調整が容易となる。

[0083] ノニオン性界面活性剤としては、例えば、ポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコール等のオキシアルキレン重合体や、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルアミン、ポリオキシエチレン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレングリセルエーテル脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル等のポリオキシアルキレン付加物等や、複数種のオキシアルキレンの共重合体（ジブロック型、トリブロック型、ランダム型、交互型）が挙げられる。

[0084] 具体的には、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレン共重合体、ポリオキシエチレングリコール、ポリオキシエチレンプロピルエーテル、ポリオキシエチレンブチルエーテル、ポリオキシエチレンペンチルエーテル、ポリオキシエチレンヘキシルエーテル、ポリオキシエチレンオクチルエーテル、ポリオキシエチレン－２－エチルヘキシルエーテル、ポリオキシエチレンノニルエーテル、ポリオキシエチレンデシルエーテル、ポリオキシエチレンイソデシルエーテル、ポリオキシエチレントリデシルエーテル、ポリオキシエチレンラウリルエーテル、ポリオキシエチレンセチルエーテル、ポリオキシエチレンステアリルエーテル、ポリオキシエチレンイソステアリルエーテル、

ポリオキシエチレンオレイルエーテル、ポリオキシエチレンフェニルエーテル、ポリオキシエチレンオクチルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンドデシルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンスチレン化フェニルエーテル、ポリオキシエチレンラウリルアミン、ポリオキシエチレンステアリルアミン、ポリオキシエチレンオレイルアミン、ポリオキシエチレンステアリルアミド、ポリオキシエチレンオレイルアミド、ポリオキシエチレンモノラウリン酸エステル、ポリオキシエチレンモノステアリン酸エステル、ポリオキシエチレンジステアリン酸エステル、ポリオキシエチレンモノオレイン酸エステル、ポリオキシエチレンジオレイン酸エステル、モノラウリン酸ポリオキシエチレンソルビタン、モノパルチミン酸ポリオキシエチレンソルビタン、モノステアリン酸ポリオキシエチレンソルビタン、モノオレイン酸ポリオキシエチレンソルビタン、トリオレイン酸ポリオキシエチレンソルビタン、テトラオレイン酸ポリオキシエチレンソルビット、ポリオキシエチレンヒマシ油、ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油等が挙げられる。これらの界面活性剤の中でも、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、特にポリオキシエチレンデシルエーテルが好適に用いられる。

[0085] 界面活性剤は、一種を単独で用いてもよく、二種以上を組み合わせて用いてもよい。

[0086] ［キレート剤］

研磨用組成物（両面研磨用組成物・片面研磨用組成物）にはキレート剤を含有させることができる。研磨用組成物（両面研磨用組成物・片面研磨用組成物）のキレート剤は、研磨用組成物中に元々含まれている金属不純物や研磨中に研磨対象物や研磨装置から生じる、あるいは外部から混入する金属不純物を捕捉して錯体を作ることで、研磨対象物への金属不純物の残留を抑制する。特に、研磨対象物が半導体の場合、金属不純物の残留を抑制することで半導体の金属汚染を防止し、半導体の品質低下を抑制する。

[0087] キレート剤としては、例えば、アミノカルボン酸系キレート剤および有機

ホスホン酸系キレート剤が挙げられる。アミノカルボン酸系キレート剤の具体例としては、エチレンジアミン四酢酸、エチレンジアミン四酢酸ナトリウム、ニトリロ三酢酸、ニトリロ三酢酸ナトリウム、ニトリロ三酢酸アンモニウム、ヒドロキシエチルエチレンジアミン三酢酸、ヒドロキシエチルエチレンジアミン三酢酸ナトリウム、ジエチレントリアミン五酢酸、ジエチレントリアミン五酢酸ナトリウム、トリエチレンテトラミン六酢酸、トリエチレンテトラミン六酢酸ナトリウムなどが挙げられる。

[0088] 有機ホスホン酸系キレート剤の具体例としては、２－アミノエチルホスホン酸、１－ヒドロキシエチリデン－１，１－ジホスホン酸、アミノトリ（メチレンホスホン酸）、エチレンジアミンテトラキス（メチレンホスホン酸）、ジエチレントリアミンペンタ（メチレンホスホン酸）、トリエチレンテトラミンヘキサ（メチレンホスホン酸）、エタン－１，１，－ジホスホン酸、エタン－１，１，２－トリホスホン酸、エタン－１－ヒドロキシ－１，１－ジホスホン酸、エタン－１－ヒドロキシ－１，１，２－トリホスホン酸、エタン－１，２－ジカルボキシ－１，２－ジホスホン酸、メタンヒドロキシホスホン酸、２－ホスホノブタン－１，２－ジカルボン酸、１－ホスホノブタン－２，３，４－トリカルボン酸、α－メチルホスホノコハク酸などが挙げられる。これらのキレート剤は、一種を単独で用いてもよいし、二種以上を組み合わせて用いてもよい。

[0089] キレート剤の中でも、有機ホスホン酸系キレートが好ましく、より好ましくはエチレンジアミンテトラキス（メチレンホスホン酸）である。

[0090] 研磨用組成物（両面研磨用組成物・片面研磨用組成物）中のキレート剤の含有量は０．０００１質量％以上であることが好ましく、より好ましくは０．０００５質量％以上である。キレート剤の含有量を増加させることによって、研磨対象物に残留する金属不純物を抑制する効果が高まる。また、研磨用組成物（両面研磨用組成物・片面研磨用組成物）中のキレート剤の含有量は０．５質量％以下であることが好ましく、より好ましくは０．１質量％以下である。キレート剤の含有量を減少させることによって、研磨用組成物の

保存安定性がより保たれる。なお、含有量の下限は、特には後述する希釈の形態における濃度を想定しており、上限は特には後述する濃縮液における濃度を想定している。

[0091] ［防腐剤・防カビ剤］

研磨用組成物（両面研磨用組成物・片面研磨用組成物）には防腐剤・防カビ剤を含ませることができる。防腐剤および防カビ剤の具体例としては、イソチアゾリン系化合物、パラオキシ安息香酸エステル類、フェノキシエタノール等が挙げられる。

[0092] ［上記成分以外の成分］

研磨用組成物は、必要に応じて研磨用組成物に一般に含有されている公知の添加剤、例えば有機酸、有機酸塩、無機酸、無機酸塩、等を更に含有してもよい。

[0093] 有機酸としては、例えば、ギ酸、酢酸、プロピオン酸、（メタ）アクリル酸等の脂肪酸、安息香酸、フタル酸等の芳香族カルボン酸、クエン酸、シュウ酸、酒石酸、リンゴ酸、マレイン酸、フマル酸、コハク酸、有機スルホン酸、および有機ホスホン酸が挙げられる。有機酸塩としては、例えば、有機酸のナトリウム塩およびカリウム塩等のアルカリ金属塩、またはアンモニウム塩が挙げられる。

[0094] 無機酸としては、例えば、硫酸、硝酸、塩酸、および炭酸が挙げられる。無機酸塩としては、無機酸のナトリウム塩およびカリウム塩等のアルカリ金属塩、またはアンモニウム塩が挙げられる。

[0095] 有機酸およびその塩、並びに無機酸およびその塩は、一種を単独で用いてもよく、二種以上を組み合わせて用いてもよい。

[0096] なお、上記で説明した研磨用組成物（両面研磨用組成物・片面研磨用組成物）は、一剤型であってもよいし、二剤以上から構成する多剤型であってもよい。また、上記で説明した研磨用組成物（両面研磨用組成物・片面研磨用組成物）は、そのまま研磨に使用されてもよいし、研磨用組成物の濃縮液を、水を加えて希釈する、あるいは多剤型の研磨用組成物の場合は水と構成成

分の一部を含有する水溶液で希釈することにより調製して研磨に使用されてもよい。例えば、研磨用組成物の濃縮液を保管または輸送した後に、使用時に希釈して研磨用組成物を調製することができる。すなわち、ここに開示される技術における研磨用組成物の概念には、研磨対象物に供給されて該研磨対象物の研磨に用いられる研磨液（ワーキングスラリー）と、希釈して研磨液として用いられる濃縮液（研磨液の原液）との双方が包含される。

[0097] 濃縮された形態の研磨用組成物は、製造、流通、保存等の際における利便性やコスト低減等の観点から有利である。濃縮倍率は、例えば、体積換算で２倍～１００倍程度とすることができ、通常は５倍～５０倍程度が適当である。好ましい一態様に係る研磨用組成物（特に、片面研磨用組成物）の濃縮倍率は１０倍～４０倍であり、例えば１５倍～２５倍であり、例えば１８倍～２２倍である。別の好ましい一態様に係る研磨用組成物（特に、両面研磨用組成物）の濃縮倍率は１０倍～４０倍であり、例えば２０倍～３５倍であり、例えば２８倍～３２倍である。

[0098] （本発明の第１の実施形態２）

本発明の第１の実施形態２は、両面研磨用組成物を用いてシリコンウエハを両面研磨し、両面研磨済シリコンウエハを得る研磨工程と；片面研磨用組成物を用いて前記両面研磨済シリコンウエハを片面研磨する片面研磨工程と；を有し、前記片面研磨工程が２回行われる。片面研磨工程が２回行われると、生産性の観点からも好ましい。なお、２回の片面研磨工程のうち、最初の研磨を「第１段目の片面研磨」とも称し、次に行われる研磨を「第２段目の片面研磨」とも称する。

[0099] 本発明の第１の実施形態１と、本発明の第１の実施形態２との相違点は、片面研磨工程の回数である。本発明の第１の実施形態２において、それ以外の部分については、本発明の第１の実施形態１の説明が基本的に適用される。なお、本発明の第１の実施形態２の変形例としては、両面研磨工程を２回以上行ってもよいし、あるいは、片面研磨工程を３回以上行ってもよい。なお、回数の上限としては、両面研磨工程であれば３回程度である。片面研磨

工程であれば６回程度である。

[0100] 本発明の第１の実施形態２において、第１段目の片面研磨工程も、第２段目の片面研磨工程も、片面研磨が行われるため、いずれとも第２の砥粒が使われる。これら第２の砥粒は、平均一次粒子径が４０ｎｍ以下であり、（Ａ）／（Ｂ）が、１を超えて２．５以下である関係を満たせば、異なる粒径であっても、同じ粒径であってもよい。ただし、作業性の観点や、同じ粒径のものを使うことが好ましい。異なる場合は、ヘイズレベルの低減の観点から、第２段目の片面研磨で用いられる第２の砥粒が、第１段目の片面研磨で用いられる第２の砥粒よりも、小さい方が好ましく、その比は、０．９～０．５程度、あるいは、０．８～０．７程度であることが好ましい。

[0101] また、本発明の第１の実施形態２では、片面研磨工程が２回行われるため、第２段目の片面研磨工程が、最終回の片面研磨工程となるが、この最終回の片面研磨工程で用いられる水溶性高分子は、オキシアルキレン単位を含むポリマー、含窒素水溶性高分子、ポリビニルアルコール、セルロース誘導体から選ばれる少なくとも一種類を含むことが好ましく、特に好ましくは、セルロース誘導体であることが好ましい。このように、最終回の片面研磨工程でセルロース誘導体を用いることにより、ＬＬＳ個数を特に減らし、ヘイズ（相対値）も特に低減させ、上記の最少研磨量も特に少なくて済み、研磨速度が速い。これは片面研磨工程を３回以上行う場合も同様に適用され、３回行う場合は第３段目の片面研磨の工程でセルロース誘導体を用いることにより同様の効果を得ることができる。

[0102] ＜本発明の第２＞

本発明の第２は、両面研磨に用いられる、平均一次粒子径が４０ｎｍ以上である第１の砥粒と、両面研磨に用いられる、含窒素水溶性高分子と、片面研磨に用いられる、平均一次粒子径が４０ｎｍ以下である第２の砥粒と、片面研磨に用いられる、水溶性高分子と、を含み、前記第１の砥粒の平均一次粒子径（Ａ）に対する、前記第２の砥粒の平均一次粒子径（Ｂ）の比（Ａ）／（Ｂ）が、１を超えて２．５以下である、研磨用組成物キットである。本

発明の第２の研磨用組成物キットで、両面研磨、片面研磨を行うことによって、本発明の第１と同様の効果を得ることができる。第１の砥粒、含窒素水溶性高分子、第２の砥粒、水溶性高分子、第１の砥粒の平均一次粒子径（Ａ）に対する、第２の砥粒の平均一次粒子径（Ｂ）の比（Ａ）／（Ｂ）については、本発明の第１の説明が同様に適用されるため、ここでは説明を省略する。

[0103] 研磨用組成物キットの形態については特に制限されない。第１の砥粒および含窒素水溶性高分子が予め混合されてなる両面研磨用組成物と、第２の砥粒および水溶性高分子が予め混合されてなる片面研磨用組成物と、をそれぞれ別の容器に収納し、それを一緒に梱包したものであってもよいし、別々に梱包したものであってもよい。また、両面研磨用組成物と、片面研磨用組成物とを梱包しなくてもよいし、また、両面研磨用組成物および片面研磨用組成物が、それぞれ両面研磨、片面研磨に用いられる目的で、棚等に設置されている状態であったとしても本発明の研磨用組成物キットとみなす。あるいは、予め混合することなく、両面研磨に用いられる第１の砥粒と、両面研磨に用いられる含窒素水溶性高分子と、片面研磨に用いられる第２の砥粒と、片面研磨に用いられる水溶性高分子とをそれぞれ別の容器に収納しているものも本発明の研磨用組成物キットとみなす。また、本発明の第１の実施形態２のように、片面研磨用組成物が２つあるような場合も同様に、第２の砥粒および水溶性高分子が予め混合されてなる片面研磨用組成物を２つ用意しておいても本発明の研磨用組成物キットとみなすし、第２の砥粒と水溶性高分子とをそれぞれ別の容器に収納しているものも本発明の研磨用組成物キットとみなす。

[0104] すなわち、両面研磨に用いられる目的で第１の砥粒および含窒素水溶性高分子が準備され、片面研磨に用いられる目的で第２の砥粒および水溶性高分子が準備されているものは本発明の第２の研磨用組成物キットの概念に含まれる。

実施例

[0105] 次に、実施例および比較例を挙げて前記実施形態をさらに具体的に説明する。

[0106] コロイダルシリカと、水溶性高分子化合物（含窒素水溶性高分子化合物）と、イオン交換水とを混合してなる、実施例１～２６および比較例１～１２で用いられる、両面研磨用組成物を、表１で示される組成となるように調製した。また、コロイダルシリカと、水溶性高分子化合物と、イオン交換水とを混合してなる、実施例１～２６および比較例１～１２で用いられる、片面研磨用組成物を、表１で示される組成となるように調製した。各例の両面研磨用組成物（両面研磨加工での予備研磨用組成物）、片面研磨用組成物（片面研磨加工での仕上げ研磨用組成物）の詳細を表１に示す。なお、調製は、各成分を、攪拌混合（混合温度：約２５℃、混合時間：約１０分）することにより行った。

[0107] 表１中の“ＢＥＴ粒子径”および“平均二次粒子径”は、それぞれ、マイクロメリテックス社製の“Ｆｌｏｗ　Ｓｏｒｂ ＩＩ　２３００”を用いて測定した比表面積（ＢＥＴ法）から算出した平均一次粒子径および平均二次粒子径を示す。

[0108] 表１中の“コロイダルシリカ含有量　質量％”は、両面研磨用組成物・片面研磨用組成物　１００質量％に含まれるコロイダルシリカの含有量を示す。

[0109] 表１中の“水溶性高分子種類”欄内の“ＨＥＣ”は、ヒドロキシエチルセルロースを示し、ＰＶＰ”はポリビニルピロリドンを示し、“ＰＮＶＦ”はポリＮ－ビニルホルムアミドを示し、“ＰＥＧ”はポリエチレングリコールを示し、“ＰＥＯ”はポリエチレンオキサイドを示す。

[0110] 表１中の“水溶性高分子　Ｍｗ”は、両面研磨用組成物に含まれる含窒素水溶性高分子化合物の重量平均分子量（ポリエチレンオキサイド換算）と、片面研磨用組成物に含まれる水溶性高分子の重量平均分子量（ポリエチレンオキサイド換算）を示す。

[0111] 表１中の“両面研磨加工での予備研磨用組成物”欄内の“水溶性高分子含

有量　質量%”は両面研磨用組成物１００質量%に含まれる含窒素水溶性高分子化合物の含有量を示す。

[0112] 表１中の“片面研磨加工での仕上げ研磨用組成物”欄内の“水溶性高分子含有量　質量%”は片面研磨用組成物１００質量%に含まれる水溶性高分子の含有量を示す。

[0113] なお、片面研磨加工での仕上げ研磨用組成物（片面研磨用組成物）中のコロイダルシリカ含有量は全て９質量%であった。

[0114] 次に、実施例１～２５および比較例１～１１で示される組成の両面研磨用組成物（両面研磨加工での予備研磨用組成物）を純水で３０倍に希釈した研磨液を用いて、シリコンウエハ（直径が３００ｍｍ、伝導型がＰ型、結晶方位が＜１００＞、抵抗率が１Ω・ｃｍ以上１００Ω・ｃｍ未満）を、表２に記載の研磨条件１で両面研磨を１回行い、両面研磨済シリコンウエハを得、引き続きリンスを１回行い、この両面研磨済シリコンウエハを、実施例１～２５および比較例１～１１で示される組成の片面研磨用組成物（片面研磨加工での仕上げ研磨用組成物）を純水で２０倍に希釈した研磨液を用いて表２に記載の研磨条件３で片面研磨を１回行った。

[0115] 実施例２６および比較例１２では、それぞれ、両面研磨用組成物（両面研磨加工での予備研磨用組成物）を純水で３０倍に希釈した研磨液を用いて、上記シリコンウエハを、表２に記載の研磨条件１で両面研磨を１回行い、両面研磨済シリコンウエハを得、引き続きリンスを１回行い、この両面研磨済シリコンウエハを、実施例２６および比較例１２で示される組成の片面研磨用組成物（片面研磨加工１での仕上げ研磨用組成物）を純水で２０倍に希釈した研磨液を用いて表２に記載の研磨条件３で片面研磨し、その後、片面研磨用組成物（片面研磨加工２での仕上げ研磨用組成物）を純水で２０倍に希釈した研磨液を用いて表２に記載の研磨条件３で片面研磨を行った。

[0116] なお、リンスで使用されたリンス用組成物の組成は、ヒドロキシエチルセルロース０．０１質量%とアンモニア０．０００５質量%とイオン交換水から構成されている。また、リンスは、研磨条件１の研磨用組成物をリンス用

組成物に置き換えた条件で行った。

[0117] なお、表１に記載のもの以外の構成成分を以下に記載する。

[0118] ＜両面研磨用組成物＞

塩基性化合物として、水酸化テトラメチルアンモニウム（ＴＭＡＨ）１．５質量％、炭酸カリウム（K_2CO_3）（研磨促進とｐＨ緩衝作用の目的）１．０質量％；キレート剤（金属不純物捕捉の目的）として、エチレンジアミンテトラメチレンホスホン酸（ＥＤＴＰＯ）０．１質量％；残量は水である。

[0119] ＜片面研磨用組成物＞

塩基性化合物として、アンモニア０．２質量％を使用した。

[0120] ＜ＬＬＳ個数＞

表１のＬＬＳ（Ｌｏｃａｌｉｚｅｄ Ｌｉｇｈｔ Ｓｃａｔｔｅｒｓ）の個数は、ケーエルエー・テンコール社製のウエハ検査装置“Ｓｕｒｆｓｃａｎ ＳＰ２”を用いて測定した。表１の“ＬＬＳ個数（３７ｎｍ以上）”に示される、“◎”は、ＬＬＳが２０個以下、“○”は、２１～５０個、“△”は、５１～１００個、“×”は、１０１個以上であることを表す。

[0121] ＜ヘイズ（相対値）＞

表１の“ヘイズ（相対値）”欄には、両面研磨と片面研磨した後のシリコンウエハ表面におけるヘイズレベルを測定した結果を示す。具体的には、ケーエルエー・テンコール社製のウエハ検査装置“Ｓｕｒｆｓｃａｎ ＳＰ２”を用いて測定しＤＮＯ（Ｄａｒｋ Ｎａｒｒｏｗ Ｏｂｌｉｑｕｅ）モードの数値（単位ｐｐｂ）とした。

[0122] ＜レーザーマーク高さ＞

レーザーマーク高さは、ケーエルエー・テンコール社製のＨＲＰ３４０を使って粗さ曲線の最大断面高さを示すパラメータであって、一定視野内（１ｍｍ×５ｍｍ）でのシリコンウエハ表面の高さの最も高い部分と最も低い部分の高さの差分を示す。

[0123] 表１の“レーザーマーク高さ”に示される、“◎”は、レーザーマーク高

さが３０ｎｍ以下、○は、レーザーマーク高さが３１～５０ｎｍ、△は、レーザーマーク高さが５１～７０ｎｍ、×は、レーザーマーク高さが７１ｎｍ以上であることを表す。

[0124] ＜ＥＳＦＱＲ＞

ケーエルエー・テンコール社製のウエハ平坦度測定装置“Ｗａｆｅｒ　Ｓｉｇｈｔ　２”を用いて、サイト長さ３５ｍｍ、エッジ除外領域１ｍｍ（合計７２サイト）の条件で測定した時のＥＳＦＱＲの平均値である。

[0125] 表１の“ＥＳＦＱＲ”に示される、◎は、５０ｎｍ以下、○は、５１～７０ｎｍ、△は、７１～１００ｎｍ、×は、１０１ｎｍ以上、であることを表す。

[0126] ＜ＬＬＳが◎となる片面研磨加工における最少研磨量＞

ＬＬＳが◎となる片面研磨加工における最少研磨量は、上記のＬＬＳ個数の測定で、ＬＬＳが２０個以下となるまでの最少研磨量を測定することで算出した。

[0127] 結果を表１に示す。なお、比較例３～５および１１についてはどんなに研磨してもＬＬＳを２０個以下とすることができなかった。

[0128]

[表1]

表 1

No.	両面研磨加工での予備研磨用組成物						片面研磨加工での仕上げ研磨用組成物									
	コロイダルシリカ BET粒子径 nm(A)	コロイダルシリカ 平均二次粒子径nm	コロイダルシリカ 含有量 質量%	水溶性高分子 種類	水溶性高分子 Mw	水溶性高分子 含有量 質量%	コロイダルシリカ BET粒子径 nm(B)	水溶性高分子 種類	水溶性高分子 Mw	水溶性高分子 含有量 質量%	(A)／(B)	LLS個数 (37nm以上)	ヘイズ(相対値)	レーザーマーク高さ	ESFQR	LLSが◎となる片面研磨加工における最少研磨量
実施例 1	40	100	35	PVP	45000	0.007	35	HEC	250,000	0.3	1.1	○	23	△	◎	250nm
実施例 2	50	100	35	PVP	45000	0.007	40	HEC	250,000	0.3	1.3	○	25	◎	◎	350nm
実施例 3	50	100	35	PVP	45000	0.007	35	HEC	250,000	0.3	1.4	○	23	◎	◎	250nm
実施例 4	55	110	35	PVP	45000	0.007	35	HEC	250,000	0.3	1.6	○	23	◎	◎	300nm
実施例 5	40	100	35	PVP	45000	0.007	25	HEC	250,000	0.3	1.6	◎	20	△	△	250nm
実施例 6	70	150	35	PVP	45000	0.007	40	HEC	250,000	0.3	1.8	△	25	◎	◎	350nm
実施例 7	70	150	35	PVP	45000	0.007	35	HEC	250,000	0.3	2.0	○	23	◎	◎	250nm
実施例 8	50	100	35	PVP	45000	0.007	25	HEC	250,000	0.3	2.0	◎	19	◎	◎	200nm
実施例 9	55	110	35	PVP	45000	0.007	25	HEC	250,000	0.3	2.2	◎	21	◎	◎	250nm
実施例 10	90	180	35	PVP	45000	0.007	40	HEC	250,000	0.3	2.3	○	26	◎	◎	350nm
実施例 11	50	80	35	PVP	45000	0.007	35	HEC	250,000	0.3	1.4	○	23	◎	◎	300nm
実施例 12	50	120	35	PVP	45000	0.007	35	HEC	250,000	0.3	1.4	○	23	◎	◎	300nm
実施例 13	50	100	9	PVP	45000	0.007	35	HEC	250,000	0.3	1.4	○	23	◎	◎	300nm
実施例 14	50	100	18	PVP	45000	0.007	35	HEC	250,000	0.3	1.4	○	23	◎	◎	300nm
実施例 15	50	100	45	PVP	45000	0.007	35	HEC	250,000	0.3	1.4	○	23	◎	◎	300nm
実施例 16	50	100	35	PVP	5000	0.007	35	HEC	250,000	0.3	1.4	○	23	◎	◎	250nm
実施例 17	50	100	35	PVP	10000	0.007	35	HEC	250,000	0.3	1.4	○	23	◎	◎	250nm
実施例 18	50	100	35	PVP	90000	0.007	35	HEC	250,000	0.3	1.4	○	23	◎	◎	300nm
実施例 19	50	100	35	PVP	140000	0.007	35	HEC	250,000	0.3	1.4	○	23	◎	◎	300nm
実施例 20	50	100	35	PVP	45000	0.003	35	HEC	250,000	0.3	1.4	○	23	○	○	300nm
実施例 21	50	100	35	PVP	45000	0.005	35	HEC	250,000	0.3	1.4	○	24	◎	○	300nm
実施例 22	50	100	35	PVP	45000	0.01	35	HEC	250,000	0.3	1.4	○	23	◎	◎	300nm
実施例 23	50	100	35	PVP	45000	0.015	35	HEC	250,000	0.3	1.4	△	23	◎	◎	350nm
実施例 24	50	100	35	PVP	45000	0.007	35	HEC PVP	250,000 45,000	0.15 0.15	1.4	◎	22	◎	◎	200nm
実施例 25	50	100	35	PNVF	100000	0.007	35	HEC	250,000	0.3	1.4	○	23	◎	◎	300nm
比較例 1	50	100	35	PEO	20000	0.007	35	HEC	250,000	0.3	1.4	×	23	◎	△	350nm
比較例 2	50	100	35	PEO	200000	0.007	35	HEC	250,000	0.3	1.4	×	23	◎	△	350nm
比較例 3	50	100	35	PVP	45000	0.007	90	HEC	250,000	0.3	1.0	×	52	◎	◎	◎にならない
比較例 4	70	150	35	PVP	45000	0.007	55	HEC	250,000	0.3	1.3	×	52	◎	◎	◎にならない
比較例 5	70	150	35	PVP	45000	0.007	50	HEC	250,000	0.3	1.4	×	52	◎	◎	◎にならない
比較例 6	50	100	35	HEC	1000000	0.007	35	HEC	250,000	0.3	1.4	△	24	△	△	300nm
比較例 7	90	180	35	PVP	45000	0.007	35	HEC	250,000	0.3	2.6	△	24	◎	△	550nm
比較例 8	70	150	35	PVP	45000	0.007	25	HEC	250,000	0.3	2.8	×	22	◎	◎	500nm
比較例 9	90	180	35	PVP	45000	0.007	25	HEC	250,000	0.3	3.6	△	21	◎	◎	550nm
比較例 10	40	100	35	PVP	45000	0.007	40	HEC	250,000	0.3	1.0	△	23	△	○	300nm
比較例 11	70	150	35	PVP	45000	0.007	120	HEC	250,000	0.3	0.8	×	78	◎	◎	◎にならない

No.	両面研磨加工での予備研磨用組成物						片面研磨加工での仕上げ研磨用組成物									
	コロイダルシリカ BET粒子径 nm(A)	コロイダルシリカ 平均二次粒子径nm	コロイダルシリカ 含有量 質量%	水溶性高分子 種類	水溶性高分子 Mw	水溶性高分子 含有量 質量%	コロイダルシリカ BET粒子径 nm(B)	水溶性高分子 種類	水溶性高分子 Mw	水溶性高分子 含有量 質量%	(A)／(B)	LLS個数 (37nm以上)	ヘイズ(相対値)	レーザーマーク高さ	ESFQR	LLSが◎となる片面研磨加工における最少研磨量
実施例 26	50	100	35	PVP	45900	0.007	35	PVP	45900	0.03	1.4	◎	21	◎	◎	250nm
比較例 12	90	100	35	PVP	45000	0.007	35	PVP	45000	0.03	2.6	△	23	◎	◎	500nm

片面研磨加工2での仕上げ研磨用組成物				
コロイダルシリカ BET粒子径 nm(B)	水溶性高分子 種類	水溶性高分子 Mw	水溶性高分子 含有量 質量%	(A)／(B)
35	PEG	250,000	0.3	1.3
35	HEC	250,000	0.3	2.6

[0129] [表2]

研磨条件1	
研磨装置	両面研磨機 (DSM20B-5P-4D;スピードファム社製)
荷重	15KPa
上定盤の相対回転数	20rpm
下定盤の相対回転数	20rpm
研磨パッド	MH-S15A(ニッタ・ハース社製)
研磨用組成物の供給速度	毎分4L
研磨時間	30~50分(研磨量による)
研磨量	15μm
研磨用組成物の保持温度	23℃

[0130] [表3]

研磨条件3	
研磨装置	片面研磨装置 (PNX-332B;岡本工作機械社製)
荷重	15KPa
定盤の回転数	30rpm
研磨対象物の回転数	30rpm
研磨パッド	POLYPAS 27NX(フジボウ愛媛社製)
研磨用組成物の供給速度	毎分1L
研磨時間	8分
研磨量	0.25μm以上
研磨用組成物の保持温度	20℃

[0131] ＜考察＞

実施例１～２６では、総じて、ヘイズレベルを顕著に低減し、かつ、欠陥を有意に低減させることができる。また、レーザーマーク高さを低くし、ウエハエッジ部の局所的な平坦度を示すＥＳＦＱＲの数値を改善させることができる。

[0132] これに対し、比較例１および比較例２では、両面研磨用組成物に、含窒素水溶性高分子が含まれていないため、ＬＬＳの個数が非常に多くなっている。つまり、ヘイズレベルを低減し、かつ、欠陥を有意に低減するという課題を解決できない。

[0133] また、比較例３～５、１１ではヘイズレベルもＬＬＳの個数も非常に悪い

結果となっている。これは、第２の砥粒の平均一次粒子径が４０ｎｍ以下であるとの要件を満たさないからである。

[0134] また、比較例６では、含窒素水溶性高分子が含まれていないが、研磨された面に濡れ性を与える能力が高く、良好な洗浄性を有するＨＥＣを使用しているので、比較的よい結果となっているが、それ以外同条件である実施例３と比較すると、ＬＬＳの個数が多くなってしまいっている。その観点で、ヘイズレベルを低減し、かつ、欠陥を有意に低減するという課題を解決できない、と言える。同様に、比較例７、比較例１２では、それぞれ、（Ａ）／（Ｂ）が２．６であるため、（Ｂ）の粒径以外同条件である、実施例１０、実施例２６と比較すると、ＬＬＳの個数が多くなってしまい、その観点で、ヘイズレベルを低減し、かつ、欠陥を有意に低減するという課題を解決できない、と言える。また、この点で、（Ａ）／（Ｂ）の上限の臨界点は、２．５以下であるということが示唆される。比較例９でも同様のことが考察される。

[0135] 比較例８でも規定の（Ａ）／（Ｂ）を満たさないため、それ以外同条件である実施例７と比較すると、ＬＬＳの個数がかなり多くなってしまい、その観点で、ヘイズレベルを低減し、かつ、欠陥を有意に低減するという課題を解決できない、と言える。

[0136] 他方、比較例１０でも規定の（Ａ）／（Ｂ）を満たさないため、それ以外同条件である実施例１と比較すると、と比較すると、ＬＬＳの個数が多くなってしまい、その観点で、ヘイズレベルを低減し、かつ、欠陥を有意に低減するという課題を解決できない、と言える。この点で、（Ａ）／（Ｂ）の下限の臨界点は、１超であるということが示唆される。

[0137] なお、本出願は、２０１３年８月９日に出願された日本国特許出願第２０１３－１６６１４２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。

符号の説明

[0138] １１ 片面研磨装置、

１４　研磨パッド、

１２　回転定盤、

１３ａ　矢印、

１３　第１シャフト、

１５　ウエハホルダ、

１６　第２シャフト、

１６ａ　矢印、

１７　セラミックプレート、

１８　ウエハ保持孔、

１９　ウエハ保持プレート、

２１　研磨用組成物供給機、

２１ａ　ノズル、

２２　両面研磨装置

２３　下定盤

２４　上定盤

２５　加工キャリア

２６　研磨用組成物供給樋。

請求の範囲

[請求項1] 平均一次粒子径が４０ｎｍ以上である第１の砥粒と含窒素水溶性高分子とを含む両面研磨用組成物を用いて研磨対象物を両面研磨し、両面研磨済研磨対象物を得る両面研磨工程と；

平均一次粒子径が４０ｎｍ以下である第２の砥粒と水溶性高分子とを含む片面研磨用組成物を用いて前記両面研磨済研磨対象物を片面研磨する片面研磨工程と；

を含み、

前記第１の砥粒の平均一次粒子径（Ａ）に対する、前記第２の砥粒の平均一次粒子径（Ｂ）の比（Ａ）／（Ｂ）が、１を超えて２．５以下である、研磨済研磨対象物の製造方法。

[請求項2] （Ａ）／（Ｂ）が、１．６以上２．３未満である、請求項１に記載の研磨済研磨対象物の製造方法。

[請求項3] 前記片面研磨用組成物中の水溶性高分子の濃度が、前記両面研磨用組成物中の含窒素水溶性高分子の濃度よりも高い、請求項１または２に記載の研磨済研磨対象物の製造方法。

[請求項4] 前記含窒素水溶性高分子が、単量体単位中に窒素原子を１個以上有するもの、または、側鎖の一部に窒素原子を１個以上有するものである、請求項１～３のいずれか１項に記載の研磨済研磨対象物の製造方法。

[請求項5] 前記含窒素水溶性高分子が、ポリビニルイミダゾール、ポリビニルカルバゾール、ポリビニルピロリドン、ポリＮ－ビニルホルムアミド、ポリビニルカプロラクタムおよびポリビニルピペリジンからなる群から選択される、請求項１～４のいずれか１項に記載の研磨済研磨対象物の製造方法。

[請求項6] 前記片面研磨工程が、複数回行われ、

最終回で用いられる水溶性高分子が、オキシアルキレン単位を含むポリマー、含窒素水溶性高分子、ポリビニルアルコール、セルロース

誘導体から選ばれる少なくとも一種類を含む、請求項１～５のいずれか１項に記載の研磨済研磨対象物の製造方法。

[請求項7] 前記研磨対象物が、半導体ウエハである、請求項１～６のいずれか１項に記載の研磨済研磨対象物の製造方法。

[請求項8] 前記半導体が、シリコンである、請求項７に記載の研磨済研磨対象物の製造方法。

[請求項9] 両面研磨に用いられる、平均一次粒子径が４０ｎｍ以上である第１の砥粒と、

両面研磨に用いられる、含窒素水溶性高分子と、

片面研磨に用いられる、平均一次粒子径が４０ｎｍ以下である第２の砥粒と、

片面研磨に用いられる、水溶性高分子と、

を含み、

前記第１の砥粒の平均一次粒子径（Ａ）に対する、前記第２の砥粒の平均一次粒子径（Ｂ）の比（Ａ）／（Ｂ）が、１を超えて２．５以下である、研磨用組成物キット。