明　細　書

発明の名称 ：

研磨用組成物、それを用いた研磨方法及び基板の製造方法

技術分野

[0001] 本発明は基板の研磨に使用される研磨用組成物、その研磨用組成物を用いた基板の研磨方法及び基板の製造方法に関するものである。

背景技術

[0002] コンピュータに使用されるＵＬＳＩ（Ｕｌｔｒａ　Ｌａｒｇｅ　Ｓｃａｌｅ　Ｉｎｔｅｇｒａｔｉｏｎ）等の半導体デバイスにおいて、高度集積化及び高速化を実現するためにデザインルールの微細化が年々進んでいる。それに伴い、半導体デバイスに用いられる基板の表面の微小な表面欠陥が半導体デバイスの性能に悪影響を与える事例が増加している。そのため、従来問題とされなかったナノスケールの表面欠陥に対処することの重要性が高まっている。

[0003] 基板の表面欠陥は、Ｌｉｇｈｔ　Ｐｏｉｎｔ　Ｄｅｆｅｃｔ（ＬＰＤ）として検出される。ＬＰＤには、Ｃｒｙｓｔａｌ　Ｏｒｉｇｉｎａｔｅｄ　Ｐａｒｔｉｃｌｅ（ＣＯＰ）に起因するものと、基板表面に付着した異物に起因するものとがある。

[0004] ＣＯＰは、シリコンインゴット引き上げ時に発生する結晶構造上の欠陥であるため、研磨により除去することは困難である。一方、基板表面に付着した異物に起因するＬＰＤには、洗浄工程において除去しきれなかった、研磨材、水溶性高分子化合物等の添加剤、パッド屑、基板の切り屑、空気中の塵及びその他の異物に起因するものが挙げられる。

[0005] 基板表面のＬＰＤの存在は、半導体デバイスの形成工程において、パターン欠陥、絶縁耐圧不良等のデバイス特性の劣化を招き、歩留まりを低下させる。従って、基板表面のＬＰＤを低減する必要がある。また、従来問題とされなかったナノスケールのＬＰＤを低減するためには、ＬＰＤをより高感度

で検出する必要がある。しかしながら、基板表面が非常に微細な荒れを有する場合、表面欠陥検査装置のプローブ光が基板表面で乱反射し、このことがＬＰＤ検出時にノイズを生じさせ得る。この乱反射による基板の曇りをヘイズと呼ぶ。ＬＰＤをより高感度で検出するためには基板表面のヘイズレベルを改善することが必要である。

[0006] 特許文献１には、基板表面に付着した異物に起因するＬＰＤを低減することができる研磨用組成物が記載されている。特許文献１に記載の研磨用組成物には、研磨後の基板表面の撥水及び乾燥により異物が基板表面に固着するのを防ぐ目的で、水溶性高分子が使用されている。

[0007] しかしながら、特許文献１に記載の研磨用組成物によって基板表面に付与される親水性は、基板表面に異物が付着するのを抑制するのに十分でない。従って、従来では問題とならなかったナノスケールのＬＰＤを低減するためには、基板表面の親水性を更に向上させる技術が必要である。

先行技術文献

特許文献

[0008] 特許文献1：特開平１１－１１６９４２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、上述したような課題を解決するものである。本発明の目的は、基板の研磨工程において使用される研磨用組成物であって、研磨後の基板表面のＬＰＤを低減するために研磨後の基板表面に高い親水性を付与する研磨用組成物、それを用いた研磨方法及び基板の製造方法を提供することにある。

課題を解決するための手段

[0010] 本発明者らは上述した課題を解決するために鋭意検討した結果、ヒドロキシエチルセルロース、砥粒、アンモニア及び水を含む組成物（Ａ）と、有機酸及び有機酸塩から選ばれる少なくとも一種とを含む研磨用組成物であって

、電気伝導度を最適領域に調整した研磨用組成物を使用することにより、研磨後の基板表面の親水性が向上し、かつヘイズレベルが悪化しないことを見出し、本発明に到達した。

[0011] すなわち、本発明の研磨用組成物は、ヒドロキシエチルセルロース、砥粒、アンモニア及び水を含む組成物（Ａ）と、有機酸及び有機酸塩から選ばれる一種とを含む研磨用組成物であって、研磨用組成物の電気伝導度が組成物（Ａ）の電気伝導度の１．２倍以上８倍以下であることを特徴とするものである。

[0012] また、本発明の研磨方法は前記の研磨用組成物を用いて基板を研磨する方法である。本発明の基板の製造方法は前記の研磨方法を用いて基板の表面を研磨する工程を含む。

発明の効果

[0013] 本発明の研磨用組成物を用いて基板を研磨することにより、研磨後の基板表面に良好な親水性を付与することができる。この結果、ナノスケールのＬＰＤを低減することが可能になる。

発明を実施するための形態

[0014] 以下、本発明の実施形態を説明する。

[0015] ［１］本発明の研磨用組成物

本発明の研磨用組成物は、ヒドロキシエチルセルロース、砥粒、アンモニア及び水を含む組成物（Ａ）と、有機酸及び有機酸塩から選ばれる一種とを含み、研磨用組成物の電気伝導度が組成物（Ａ）の電気伝導度の１．２倍以上８倍以下であることを特徴とする。

[0016] ヒドロキシエチルセルロースと有機酸又は有機酸塩とを含有する研磨用組成物は、研磨後の基板表面に向上した親水性を付与し、この向上した親水性は有機酸及び有機酸塩に起因する研磨用組成物の電気伝導度の上昇率に依存することを、本発明者らは経験的に見出した。

[0017] 電気伝導度は、物質の電気の通しやすさを表す値であり、ＳＩ単位ではＳ／ｃｍで表される。一般に、液体中の荷電したイオンの濃度が高くなるほど

電気がその液体を通りやすくなるため、その液体の電気伝導度は高くなる。つまり、本発明の研磨用組成物の電気伝導度の上昇は、組成物中のイオン濃度の上昇を表している。本発明の研磨用組成物の有機酸及び有機酸塩に起因する電気伝導度の上昇率は、本発明の研磨用組成物の電気伝導度の値を組成物（Ａ）の電気伝導度の値で除することにより算出される。電気伝導度は、例えば株式会社堀場製作所製の導電率計ＤＳ－１４を用いて、液温が２５℃の組成物（Ａ）及び研磨用組成物について測定することで得られるが、これに限定されない。

[0018] 研磨後の基板表面の親水性向上の観点から、研磨用組成物の電気伝導度は、組成物（Ａ）の電気伝導度に対し、１．２倍以上であることが必要であり、１．４倍以上であることが好ましい。研磨用組成物の電気伝導度が組成物（Ａ）の電気伝導度に対し、小さすぎると、研磨後の基板表面の親水性が不十分となる。

[0019] 一方、本発明者らの検討によれば、研磨用組成物の電気伝導度、つまり研磨用組成物のイオン濃度が過度に大きいと、研磨後の基板表面のヘイズレベルに悪影響を及ぼすことがわかった。そのため、研磨後の基板表面のヘイズレベルを悪化させないためには、研磨用組成物の電気伝導度が組成物（Ａ）の電気伝導度に対し、８倍以下であることが必要であり、５倍以下であることが好ましい。研磨用組成物の電気伝導度が組成物（Ａ）の電気伝導度に対し、大きすぎると、研磨後の基板表面のヘイズレベルが悪化するため好ましくない。この観点から、有機酸又は有機酸塩がモノカルボン酸又はその塩である場合は、研磨用組成物の電気伝導度が組成物（Ａ）の電気伝導度に対し、３．５倍以下であることがより好ましい。また、有機酸又は有機酸塩の濃度が高すぎると、研磨用組成物中の砥粒がゲル化しやすくなる。従って、研磨用組成物の安定性の観点から、研磨用組成物の電気伝導度は組成物（Ａ）の電気伝導度に対し、３倍以下であることがより好ましい。

[0020] 本発明の研磨用組成物に含まれる有機酸及び有機酸塩は、研磨用組成物中の電気伝導度、つまりイオン濃度をコントロールする働きをする。有機酸は

、種類、構造及びイオン価数で限定されるものではない。また、有機酸塩は、任意の有機酸の塩でよく、有機酸の種類、構造及びイオン価数並びに塩基の種類によって限定されるものではない。本発明の研磨用組成物に用いることのできる有機酸及び有機酸塩を形成する有機酸の例としては、ギ酸、酢酸、プロピオン酸などの脂肪酸、安息香酸、フタル酸など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、有機ホスホン酸などが挙げられるがこの限りではない。また、有機酸塩を形成する塩基の例としては、アンモニウムイオンや各種金属イオンが挙げられるがこの限りではない。基板に対する金属汚染を防ぐ観点より、有機酸塩を形成する塩基はアンモニウムイオンであることが好ましい。有機酸及び有機酸塩は、１種を単独で用いても、２種以上を組み合わせて用いてもよい。

[0021] 本発明の研磨用組成物に含まれるヒドロキシエチルセルロースは、研磨後の基板表面に親水性を与える働きをする。更に、本発明の研磨用組成物によってもたらされる研磨後基板表面の親水性の向上は、水溶性高分子の中でもとりわけヒドロキシエチルセルロースを使用することで特異的に起こることを、本発明者らは経験的に見出した。

[0022] ヒドロキシエチルセルロースのポリエチレンオキサイド換算の重量平均分子量は、研磨後の基板表面に十分な親水性を付与する観点より、１０，０００以上であることが好ましく、更に好ましくは５０，０００以上である。また、ヒドロキシエチルセルロースのポリエチレンオキサイド換算の重量平均分子量は、研磨用組成物の分散安定性を向上させる観点より、２，０００，０００以下であることが好ましく、更に好ましくは５００，０００以下である。

[0023] 研磨用組成物中のヒドロキシエチルセルロースの含有量は、研磨後の基板表面に十分な親水性を付与する観点より、０．０００１質量％以上であることが好ましく、更に好ましくは０．００１質量％以上である。また、研磨用組成物中のヒドロキシエチルセルロースの含有量は、研磨用組成物の分散安

定性を向上させる観点より、０．５質量％以下であることが好ましく、更に好ましくは０．１質量％以下である。

[0024] 本発明の研磨用組成物に含まれる砥粒は、基板表面を物理的に研磨する働きをする。

[0025] 研磨用組成物中の砥粒の含有量は、０．０１質量％以上であることが好ましい。砥粒の含有量が高くなるほど、研磨用組成物による基板の研磨速度が向上する。また、研磨用組成物中の砥粒の含有量は５質量％以下であることが好ましく、より好ましくは１質量％以下、更に好ましくは０．５質量％以下である。砥粒の含有量が低くなるほど、研磨用組成物の分散安定性が向上する。加えて、研磨後の基板表面に砥粒が残渣として付着することに起因するＬＰＤが低減する。

[0026] 本発明の研磨用組成物に用いることのできる砥粒の例としては、炭化ケイ素、二酸化ケイ素、アルミナ、セリア、ジルコニア、ダイヤモンドなどが挙げられるがこの限りではない。中でも二酸化ケイ素を用いた場合には、研磨後の基板表面のヘイズレベルが低減するため好ましい。二酸化ケイ素の例としては、コロイダルシリカ、フュームドシリカ、ゾルゲル法シリカ等が挙げられる。砥粒は１種を単独で用いても、２種以上を組み合わせて用いてもよい。

[0027] 研磨用組成物を半導体基板、特にシリコンウェーハの研磨に用いる場合、砥粒は二酸化ケイ素であることが好ましく、より好ましくはコロイダルシリカ又はフュームドシリカであり、更に好ましくはコロイダルシリカである。コロイダルシリカ又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、研磨工程において基板の表面に発生するスクラッチが減少する。

[0028] 研磨用組成物を半導体基板、特にシリコンウェーハの研磨に用いる場合、研磨用組成物中に含まれる砥粒の粒径は、５ｎｍ以上であることが好ましく、更に好ましくは１０ｎｍ以上である。また、研磨用組成物中に含まれる砥粒の粒径は、１００ｎｍ以下であることが好ましく、更に好ましくは４０ｎ

ｍ以下である。ここに記載される粒径は、気体吸着による粉体の比表面積測定法（ＢＥＴ法）により測定される比表面積から算出される平均一次粒子径である。

[0029] 研磨用組成物中の砥粒は、体積基準の９０％累積平均径（Ｄ９０）を体積基準の１０％累積平均径（Ｄ１０）で除した値（Ｄ９０／Ｄ１０）が、１以上４以下となる粒度分布を有することが好ましい。体積基準の１０％累積平均径（Ｄ１０）とは、体積基準で示された粒度分布において、粒子径の小さい側からの積算値が１０％の時の平均粒子径である。また、体積基準の９０％累積平均径（Ｄ９０）とは、体積基準で示された粒度分布において、粒子径の小さい側からの積算値が９０％の時の平均粒子径である。体積基準で示された粒度分布は、例えば動的光散乱法による粒度分布測定装置を使用して測定することができるが、これに限定されない。

[0030] 本発明の研磨用組成物に含まれるアンモニアは、基板表面に対するケミカルエッチング作用を有しており、基板表面を化学的に研磨する働きをする。また研磨用組成物の分散安定性を向上させる働きもする。

[0031] 研磨用組成物中のアンモニアの含有量は０．０００１質量％以上であることが好ましく、更に好ましくは０．００１質量％以上である。アンモニアの含有量が高くなるほど、基板表面に対するケミカルエッチング作用が十分に得られ、研磨用組成物による基板の研磨速度が向上する。加えて、研磨用組成物の分散安定性も向上する。また、研磨用組成物中のアンモニアの含有量は０．５質量％以下であることが好ましく、更に好ましくは０．２５質量％以下である。アンモニアの含有量が低くなるほど、ケミカルエッチング作用が過剰とならないために、研磨後の基板表面のヘイズレベルが向上する。

[0032] 本発明の研磨用組成物に含まれる水は、研磨用組成物中の他の成分を溶解又は分散させる働きをする。水は、他の成分の作用を阻害する不純物をできるだけ含有しないことが好ましい。具体的には、イオン交換樹脂を使って不純物イオンを除去した後にフィルタを通して異物を除去した、イオン交換水、純水、超純水、又は蒸留水等が好ましい。

[0033] 本発明の研磨用組成物のｐＨは８以上であることが好ましく、更に好ましくは９以上である。また、研磨用組成物のｐＨは１２以下であることが好ましく、更に好ましくは１１以下である。研磨用組成物のｐＨが上記の範囲内にある場合、実用上特に好ましい研磨速度を得ることが容易である。

[0034] 本発明の研磨用組成物は、上述した成分に加え、更に界面活性剤を含んでもよい。界面活性剤は、アンモニアのケミカルエッチングに起因する基板表面の荒れを抑制することにより、ヘイズレベルを低減する働きをする。

[0035] 界面活性剤は、イオン性でもノニオン性でもよい。研磨用組成物にノニオン性界面活性剤を用いた場合、カチオン性界面活性剤又はアニオン性界面活性剤を用いた場合と比べ、研磨用組成物の起泡がより抑制されるため、研磨用組成物の製造又は使用が容易になる。また、ノニオン性界面活性剤は研磨用組成物のｐＨを変化させないため、研磨用組成物の製造時又は使用時のｐＨの制御が容易になる。さらに、ノニオン性界面活性剤は生分解性に優れ、生体に対する毒性が弱いため、環境への影響及び取扱い時の危険性を軽減することができる。

[0036] 使用可能な界面活性剤は、構造によって限定されるものではない。使用可能な界面活性剤の例としては、ポリエチレングリコール及びポリプロピレングリコールなどのオキシアルキレン単独重合体、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンのジブロック共重合体、トリブロック共重合体、ランダム共重合体、及び交互共重合体などの複数種のオキシアルキレンの共重合体、並びに、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、及びポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステルなどのポリオキシアルキレン付加物が挙げられる。具体的には、使用可能な界面活性剤の例としては、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、モノパルミチ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が挙げられるが、この限りではない。界面活性剤は１種を単独で用いても、２種以上を組み合わせて用いてもよい。

[0037] 本発明において、界面活性剤の重量平均分子量は、２００以上であることが好ましく、更に好ましくは３００以上である。また、界面活性剤の重量平均分子量は、１５，０００以下であることが好ましく、更に好ましくは１０，０００以下である。界面活性剤の重量平均分子量が上記の範囲内にある場合、基板表面の荒れが十分に抑制される。

[0038] 研磨用組成物中の界面活性剤の含有量は、０．００００１質量％以上であ

ることが好ましく、更に好ましくは０．００００５質量％以上である。また、界面活性剤の含有量は、０．１質量％以下であることが好ましく、更に好ましくは０．０５質量％以下である。界面活性剤の含有量が上記の範囲内にある場合、基板表面の荒れが十分に抑制される。

[0039] 本発明において、基板の例としては、半導体基板及び磁性体基板等が挙げられるが、これらに限定されない。研磨用組成物は、例えばシリコン基板、SiO_2基板、ＳＯＩ基板、プラスチック基板、ガラス基板、及び石英基板等を研磨する用途で、特に、基板表面に高い平滑性及び清浄性が必要とされるシリコンウェーハを研磨する用途で好ましく用いられる。

[0040] 本発明の研磨用組成物が、研磨後の基板表面に極めて良好な親水性を付与する理由については、いまだ明らかではない。しかしながら、有機酸又は有機酸塩に起因する研磨用組成物の電気伝導度、つまりイオン濃度の上昇が、基板表面へのヒドロキシエチルセルロースの吸着性を効果的に高めるためであると推察される。一方、研磨用組成物のイオン濃度が過度に大きくなると、基板表面への砥粒の吸着性及び砥粒同士の吸着性が過剰となり、このことが砥粒による基板表面の過剰な物理的研磨をもたらし、その結果、研磨後の基板表面のヘイズレベルが悪化すると推察される。

[0041] 本発明の研磨用組成物は、以下の利点を有する。

[0042] 本発明の研磨用組成物は、ヒドロキシエチルセルロース、砥粒、アンモニア及び水を含む組成物（Ａ）と、有機酸及び有機酸塩から選ばれる少なくとも一種とを含み、研磨用組成物の電気伝導度が組成物（Ａ）の電気伝導度の１．２倍以上８倍以下であることを特徴としている。研磨用組成物の電気伝導度が組成物（Ａ）の電気伝導度の１．２倍以上８倍以下であると、研磨後の基板表面の親水性を改善することができる。従って、本実施形態の研磨用組成物は、基板の表面を研磨する用途、特に高い表面精度が求められるシリコンウェーハの表面を最終研磨する用途で好適に使用することができる。

[0043] 本発明の研磨用組成物の実施形態は、以下のものであってもよい。

[0044] 本発明の研磨用組成物は、防腐剤のような公知の添加剤を必要に応じてさ

らに含有してもよい。

[0045] 本発明の研磨用組成物は、上述した水以外の各成分を常法により水に溶解又は分散させることにより製造されてもよい。水に溶解又は分散させる各成分の順序は特に限定されない。溶解又は分散の方法も特に限定されない。例えば、プロペラ攪拌機を使用した攪拌、又はホモジナイザーを使用した分散などの一般的な方法を使用することができる。

[0046] 本発明の研磨用組成物は、一剤型であってもよいし、二剤型以上の多剤型であってもよい。二剤型以上の多剤型の場合、各剤型は、ヒドロキシエチルセルロース、砥粒、アンモニア並びに有機酸及び有機酸塩の各成分をそれぞれ別々に含んでもよいし、一部の成分を混合物として含んでもよい。

[0047] 本発明の研磨用組成物は、製造時及び販売時には濃縮された状態であってもよい。すなわち、本発明の研磨用組成物は研磨用組成物の原液の形で製造及び販売されてもよい。濃縮された状態の研磨用組成物は、製造時及び販売時の容積が小さくなるため、運搬又は貯蔵にかかるコストを減らすことができる点で有利である。研磨用組成物の原液の濃縮倍率は、５倍以上であることが好ましく、１０倍以上であることがより好ましく、２０倍以上であることがさらに好ましいが、これらに限定されない。ここで、濃縮倍率とは、研磨用組成物の原液の容積に対する、希釈後の研磨用組成物の容積の割合をいう。

[0048] 本発明の研磨用組成物は、研磨用組成物の原液を水で希釈することにより調製されてもよい。通常、研磨工程では本発明の研磨用組成物に含まれる水と同じレベルの不純物量の水が使用される。よって、研磨用組成物の原液を水で希釈することにより調製する場合、容積の小さい研磨用組成物の原液を運搬し、研磨の直前に研磨用組成物を調製することができるため、取り扱いやすさの面で有利である。また、研磨用組成物の原液は高い安定性を有するため、保存安定性の面でも有利である。

[0049] 研磨用組成物中の組成物（Ａ）の重量／有機酸及び有機酸塩から選ばれる少なくとも一種の重量は、９９．９９９／０．００１～９０／１０であるこ

とが好ましい。また、組成物（Ａ）中のヒドロキシエチルセルロースの重量／砥粒の重量／アンモニアの重量／水の重量は、０．０１／１／０．０１／９８．９８～０．２／１／０．４／９８．４であることが好ましい。

[0050] ［２］本発明の研磨方法及び基板の製造方法

本発明の研磨方法は、上述した本発明の研磨用組成物を用いて基板表面を研磨する方法である。本発明の研磨用組成物は、通常の基板の研磨工程で用いられるのと同じ装置及び条件で使用することができる。

[0051] 本発明の研磨方法で用いられる研磨パッドは、例えば、不織布タイプ、スウェードタイプ、研磨パッドの内部に砥粒を含むもの、砥粒を含まないものなど、いずれのタイプのものであってもよい。

[0052] 本発明による研磨方法において、研磨時の温度は特に限定されないが、好ましくは５～６０℃である。

[0053] 本発明の研磨方法は、いわゆる多段階研磨のいずれの段階にも用いることができる。半導体基板、特にシリコンウェーハを製造する場合、シリコンウェーハのダメージ層を改善するための研磨や、最終研磨のようなシリコンウェーハの表層を仕上げる研磨のいずれにも、本発明の研磨方法を用いることができる。特に、本発明の研磨方法は、研磨後の基板表面に高い平滑性及び清浄性が必要とされる最終研磨のような、基板の表層を仕上げる研磨に用いられることが好ましい。基板の表層を仕上げる研磨に要する時間は、通常３０秒以上３０分以下である。

[0054] 次に、本発明の実施例及び比較例を説明する。

[0055] ヒドロキシエチルセルロース、砥粒、アンモニア並びに有機酸及び有機酸塩から選ばれる少なくとも一種のうちの全部又は一部をイオン交換水に混合して、実施例１～１８及び比較例１～１８の研磨用組成物を調製した。実施例１～１８及び比較例１～１８の各研磨用組成物の組成及び電気伝導度の上昇率を表１に示す。なお、表１には示していないが、実施例１～１２、比較例１～７及び比較例１１～１８の各研磨用組成物は、砥粒として平均一次粒子径が３５ｎｍのコロイダルシリカを含有し、また実施例１３～１８及び比

較例８～１０の各研磨用組成物は、砥粒として平均一次粒子径が２５ｎｍのコロイダルシリカを含有する。また、実施例５～１２、比較例４～７及び比較例１１～１８の各研磨用組成物は、界面活性剤としてポリオキシエチレンポリオキシプロピレン共重合体を０．００２５質量％含有し、実施例１３及び比較例８の各研磨用組成物は、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレン共重合体を０．００１３質量％含有し、実施例１４～１８及び比較例９、１０の各研磨用組成物は、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレン共重合体を０．００３０質量％含有する。

[0056] 使用したコロイダルシリカの平均一次粒子径は、Ｍｉｃｒｏｍｅｒｉｔｉｃｓ社製のＦｌｏｗＳｏｒｂ　II　２３００により測定される比表面積の値から算出した。また研磨用組成物及び組成物（Ａ）の液温２５℃における電気伝導度は、株式会社堀場製作所製の導電率計ＤＳ－１４を用いて測定され、電気伝導度の上昇率は、研磨用組成物の電気伝導度を、ヒドロキシエチルセルロース、砥粒及びアンモニアを含む組成物（Ａ）の電気伝導度で除することにより得た。

[0057] 実施例１～１８及び比較例１～１８の各研磨用組成物を用いて、シリコンウェーハの表面を表２に記載の条件で研磨した。研磨後のシリコンウェーハの表面を流量７Ｌ／ｍｉｎ．の流水で１０秒間リンスし、そのシリコンウェーハを３０秒間垂直に立てて静置した後に、シリコンウェーハのエッジ部から水がはじかれた距離（撥水距離）を測定した。撥水距離の測定に使用したシリコンウェーハは、直径が２００ｍｍ、伝導型がＰ型、結晶方位が＜１００＞、抵抗率が０．１Ω・ｃｍ以上１００Ω・ｃｍ未満のシリコンウェーハを、株式会社フジミインコーポレーテッド製の研磨スラリー（商品名ＧＬＡＮＺＯＸ　２１００）を使って予備研磨した後、６０ｍｍ角のチップ型に切断することにより作製した。

[0058] 上述した撥水距離の値が大きくなるほど、シリコンウェーハ表面の親水性が悪いことを示している。表１中、「親水性」の欄には、実施例１～１８及び比較例１～１８の各研磨用組成物によってシリコンウェーハ表面に付与さ

れた親水性の評価が示されている。「優」、「良」、及び「不良」は、それぞれ、ヒドロキシエチルセルロース、砥粒及びアンモニアを含む組成物（Ａ）を用いて研磨した場合の撥水距離に対し、前記組成物（Ａ）並びに有機酸及び有機酸塩から選ばれる少なくとも一種を含む研磨用組成物を用いて研磨した場合の撥水距離が、１０ｍｍ以上、５ｍｍ以上、及び５ｍｍ未満減少したことを表す。

[0059] 本発明の研磨用組成物に起因するヘイズは、表３に記載の条件で研磨したシリコンウェーハのヘイズ値であって、ケーエルエー・テンコール社製のウェーハ検査装置Ｓｕｒｆｓｃａｎ　ＳＰ２のＤＮＯモードで測定されたヘイズ値によって評価した。シリコンウェーハは、直径が２００ｍｍ、伝導型がＰ型、結晶方位が＜１００＞、抵抗率が０．１Ω・ｃｍ以上１００Ω・ｃｍ未満であり、株式会社フジミインコーポレーテッド製の研磨スラリー（商品名ＧＬＡＮＺＯＸ　２１００）を使って予備研磨してから用いた。研磨後のシリコンウェーハ表面のヘイズの評価を表１の「ＤＮＯヘイズ」の欄に示す。表中、「優」、「良」、及び「不良」は、それぞれ、ヒドロキシエチルセルロース、砥粒及びアンモニアを含む組成物（Ａ）を用いて研磨した場合のヘイズに対し、前記組成物（Ａ）並びに有機酸及び有機酸塩から選ばれる少なくとも一種を含む研磨用組成物を用いて研磨した際のヘイズの増加率が、５％未満、５％以上１０％未満、及び１０％以上であったことを表す。

[0060]

[表1]

	砥粒	水溶性高分子			アンモニア	有機酸及び有機酸塩	電気伝導度上昇率	親水性	DNOヘイズ
	含有量[質量%]	種類	重量平均分子量	含有量[質量%]	含有量[質量%]	種類			
実施例1	0.15	HEC	500,000	0.008	0.048	酒石酸アンモニウム	1.43	優	優
実施例2	0.15	HEC	500,000	0.008	0.048	酒石酸アンモニウム	1.72	優	優
実施例3	0.15	HEC	500,000	0.008	0.048	酒石酸アンモニウム	2.01	優	優
実施例4	0.15	HEC	500,000	0.008	0.048	酒石酸アンモニウム	7.48	優	良
実施例5	0.46	HEC	250,000	0.018	0.010	クエン酸水素二アンモニウム	1.37	良	優
実施例6	0.46	HEC	250,000	0.018	0.010	クエン酸水素二アンモニウム	4.27	優	優
実施例7	0.46	HEC	250,000	0.018	0.010	クエン酸水素二アンモニウム	7.41	優	良
実施例8	0.46	HEC	250,000	0.018	0.010	1-プロパンスルホン酸ナトリウム	2.38	優	優
実施例9	0.46	HEC	250,000	0.018	0.020	酢酸アンモニウム	1.26	良	優
実施例10	0.46	HEC	250,000	0.018	0.020	酢酸アンモニウム	1.62	優	優
実施例11	0.46	HEC	250,000	0.018	0.020	酢酸アンモニウム	2.41	優	優
実施例12	0.46	HEC	250,000	0.018	0.020	酢酸アンモニウム	3.86	優	優
実施例13	0.18	HEC	250,000	0.009	0.005	酢酸アンモニウム	1.98	優	優
実施例14	0.31	HEC	300,000	0.031	0.008	酢酸アンモニウム	2.62	優	優
実施例15	0.31	HEC	300,000	0.031	0.008	酢酸アンモニウム	3.12	優	優
実施例16	0.31	HEC	300,000	0.031	0.008	酢酸アンモニウム	3.98	優	良
実施例17	0.31	HEC	300,000	0.031	0.008	クエン酸三アンモニウム	1.34	良	優
実施例18	0.31	HEC	300,000	0.031	0.008	クエン酸三アンモニウム	2.01	優	優
比較例1	0.15	HEC	500,000	0.008	0.048	-	1.00	不良	優
比較例2	0.15	HEC	500,000	0.008	0.048	酒石酸アンモニウム	1.17	不良	優
比較例3	0.15	HEC	500,000	0.008	0.048	酒石酸アンモニウム	13.86	優	不良
比較例4	0.46	HEC	250,000	0.018	0.010	-	1.00	不良	優
比較例5	0.46	HEC	250,000	0.018	0.010	クエン酸水素二アンモニウム	13.45	優	不良
比較例6	0.46	HEC	250,000	0.018	0.020	-	1.00	不良	優
比較例7	0.46	HEC	250,000	0.018	0.020	酢酸アンモニウム	1.11	不良	優
比較例8	0.18	HEC	250,000	0.009	0.005	-	1.00	不良	優
比較例9	0.31	HEC	300,000	0.031	0.008	-	1.00	不良	優
比較例10	0.31	HEC	300,000	0.031	0.008	酢酸アンモニウム	1.08	不良	優
比較例11	0.46	-	-	-	0.010	-	1.00	不良	優
比較例12	0.46	-	-	-	0.010	酢酸アンモニウム	3.03	不良	優
比較例13	0.46	PA	150,000	0.018	0.010	-	1.00	不良	優
比較例14	0.46	PA	150,000	0.018	0.010	酒石酸アンモニウム	2.74	不良	優
比較例15	0.46	PVA	115,000	0.018	0.010	-	1.00	不良	優
比較例16	0.46	PVA	115,000	0.018	0.010	酒石酸アンモニウム	3.37	不良	優
比較例17	0.46	CMC	50,000	0.018	0.010	-	1.00	不良	優
比較例18	0.46	CMC	50,000	0.018	0.010	酒石酸アンモニウム	2.78	不良	優

ＨＥＣ：ヒドロキシエチルセルロース

ＰＡ：ポリアクリル酸

ＰＶＡ：ポリビニルアルコール

ＣＭＣ：カルボキシメチルセルロース

[0061]

[表2]

研磨機：卓上研磨機EJ－380IN（日本エンギス株式会社製）
研磨荷重：15kPa
定盤回転速度：30rpm
ヘッド回転速度：30rpm
研磨時間：1min.
研磨用組成物の温度：20℃
研磨用組成物の供給速度：0.25L／min.（掛け流し）

[0062] [表3]

研磨機：枚葉研磨機PNX－322（株式会社岡本工作機械製作所製）
研磨荷重：15kPa
定盤回転速度：30rpm
ヘッド回転速度：30rpm
研磨時間：4min.
研磨用組成物の温度：20℃
研磨用組成物の供給速度：0.5L／min.（掛け流し）

表１に示すように、実施例１～１８の研磨用組成物は比較例１～１８に比べて、研磨後シリコンウェーハ表面のヘイズレベルを悪化させることなく、親水性を向上させることがわかった。

請求の範囲

［請求項1］ ヒドロキシエチルセルロース、アンモニア、砥粒及び水を含む組成物（Ａ）と、有機酸及び有機酸塩から選ばれる少なくとも一種とを含むことを特徴とする研磨用組成物であって、研磨用組成物の電気伝導度が組成物（Ａ）の電気伝導度の１．２倍以上８倍以下であることを特徴とする研磨用組成物。

［請求項2］ 更に界面活性剤を含む、請求項１に記載の研磨用組成物。

［請求項3］ 請求項１又は２に記載の研磨用組成物を用いて基板表面を研磨する方法。

［請求項4］ 請求項３に記載の方法を用いて基板の表面を研磨する工程を含む基板の製造方法。