

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2014 年 5 月 1 日(01.05.2014)



(10) 国際公開番号
WO 2014/065029 A1

- (51) 国際特許分類:
C09K 3/14 (2006.01) *C09G 1/02* (2006.01)
B24B 37/00 (2012.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2013/074132
- (22) 国際出願日: 2013 年 9 月 6 日(06.09.2013)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願 2012-232759 2012 年 10 月 22 日(22.10.2012) JP
特願 2013-094104 2013 年 4 月 26 日(26.04.2013) JP
- (71) 出願人: 日立化成株式会社(HITACHI CHEMICAL COMPANY, LTD.) [JP/JP]; 〒1006606 東京都千代田区丸の内一丁目 9 番 2 号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者: 井上 恵介(INOUE Keisuke); 〒3178555 茨城県日立市東町四丁目 1 3 番 1 号 日立化成株式会社内 Ibaraki (JP). 小野 裕(ONO Hiroshi); 〒3178555 茨城県日立市東町四丁目 1 3 番 1 号 日立化成株式会社内 Ibaraki (JP). 保坂 大祐(HO-SAKA Daisuke); 〒3178555 茨城県日立市東町四丁目 1 3 番 1 号 日立化成株式会社内 Ibaraki (JP).
- (74) 代理人: 長谷川 芳樹, 外(HASEGAWA Yoshiki et al.); 〒1000005 東京都千代田区丸の内二丁目 1 番 1 号丸の内 MY PLAZA (明治安田生命

ビル) 9 階 創英国際特許法律事務所 Tokyo (JP).

- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

- (84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

— 国際調査報告 (条約第 21 条(3))

(54) Title: POLISHING SOLUTION FOR CHEMICAL MECHANICAL POLISHING (CMP), STOCK SOLUTION, AND POLISHING METHOD

(54) 発明の名称: CMP 用研磨液、貯蔵液及び研磨方法

(57) Abstract: This CMP polishing solution for polishing a substrate including an aluminium-based material includes abrasive grains, an oxidant, and a liquid medium. The circularity of the abrasive grains is not more than 0.90. The pH of the CMP polishing solution is not more than 11.5.

(57) 要約: アルミニウム系材料を含む基体を研磨するための CMP 用研磨液であって、砥粒、酸化剤及び液状媒体を含み、砥粒の円形度が 0.90 以下であり、CMP 用研磨液の pH が 11.5 以下である、CMP 用研磨液。



WO 2014/065029 A1

明 細 書

発明の名称：CMP用研磨液、貯蔵液及び研磨方法

技術分野

[0001] 本発明は、化学機械研磨（CMP：Chemical Mechanical Polishing）に使用するためのCMP用研磨液、当該研磨液を得るための貯蔵液、及び、これらを使用した研磨方法に関する。

背景技術

[0002] 鉄道車両、航空機部品、自動車部品、電子機器の筐体等の材質としては、耐食性又は強度等に優れるという理由から、鉄と他の金属（クロム、ニッケル等）との合金であるステンレス鋼が用いられることが多い。しかしながら、ステンレス鋼の密度は $7.64 \sim 8.06 \text{ g/cm}^3$ 程度であり、ステンレス鋼では、近年の材料の軽量化への要求に対応するには限界がある。

[0003] そのため、密度が $2.64 \sim 2.82 \text{ g/cm}^3$ 程度（ステンレス鋼の約 $1/3$ ）であるアルミニウム系材料が注目されている。アルミニウム系材料としては、純アルミニウム（1000系）、Al-Cu（2000系）、Al-Mn（3000系）、Al-Si（4000系）、Al-Mg（5000系）、Al-Mg-Si（6000系）、Al-Zn-Mg（7000系）等が知られている。

[0004] 前記アルミニウム系材料のうち、純アルミニウム（1000系）の強度はやや低めであるが、アルミニウム合金は、ステンレス鋼と同様に耐食性、強度に優れることに加え、加工性等にも優れる。また、ステンレス鋼を用いた材料のほとんどが、クロムに由来するやや黒味がかった銀色を呈しているのに対し、アルミニウム合金を用いた材料は、白銀色とすることが可能であり、見た目にも明るく美しくできる。

[0005] 美しい白銀色を得るために、アルミニウム系材料の表面を十分に平滑化することが求められる場合がある。アルミニウム系材料の研磨方法としては、機械的研磨と化学的研磨が挙げられる。

[0006] 機械的研磨によって仕上げたアルミニウム系材料の表面は、金属光沢が消失しているもの（例えば、方向性のない模様があるもの、方向性のある筋模様があるもの）が多い。また、比較的平滑化が可能なバフ研磨を用いた場合であっても、十分に平滑な表面が得られるとはいえない。機械的研磨の中には、ある程度の金属光沢が得られる方法があるが、機械的研磨で得られる光沢には限界がある。このように、アルミニウム系材料の研磨において十分に平滑な表面が求められる場合、従来の機械的研磨ではその要求を満たすことが難しい。

[0007] 一方、平滑なアルミニウム系材料の表面を得る場合には、化学的研磨が利用されることがある。化学的研磨のみによる平滑化処理は工程に時間がかかるため、前記機械的研磨による処理を施した表面に、化学的研磨による処理を施すことがある。

[0008] 化学的研磨方法としては、リン酸と硝酸を主成分とした研磨液又は溶剤を 110℃以下に加熱し、そこへアルミニウムを浸漬する方法が知られている（例えば、下記特許文献 1 参照）。また、高価なリン酸を節約するため、リン酸の一部の代替として硫酸を用いることが知られている（例えば、下記特許文献 2 参照）。これらの研磨は、単に、アルミニウム系材料の表面を溶解させ、化学的な作用のみで表面の凸部を除去して平滑化するものであり、CMPとは異なる。

[0009] ここで、CMPとは、機械的な作用と化学的な作用の両方を利用した研磨のことである。具体的には、化学的な作用でアルミニウム系材料を軟化又は溶解させながら、同時に、アルミニウム系材料と砥粒との摩擦による機械的な作用でアルミニウム系材料の表面の凸部を除去して平滑化する場合がある。

[0010] 被研磨面の光沢を向上させるために酢酸を添加する方法も知られており、例えばリン酸 50～80 質量%、硝酸 5～20 質量%、酢酸 3～20 質量%を含有する液体を用いる手法が知られている（例えば、下記特許文献 1 参照）。被研磨面の光沢を向上させるために添加する物質としては、酢酸の他に

、シュウ酸、クエン酸等の有機物質も知られている（例えば、下記非特許文献 1 参照）。

[0011] このように、従来、十分に平滑なアルミニウム系材料の表面を得るためには、機械的研磨と化学的研磨の 2 ステップで研磨することが必要とされることからコストの増大が避けられず、また、高濃度の酸を高温で用いることが必要であるためプロセス管理が難しいという問題がある。

[0012] 一方、アルミニウム系材料を CMP により研磨することも検討されている。アルミニウム系材料を研磨するための CMP 用研磨液はいくつか知られているが（例えば、下記特許文献 3 参照）、その種類は豊富とはいえない。

[0013] 特許文献 3 では、砥粒としてアルミナ粒子を含む CMP 用研磨液が記載されている。しかしながら、アルミニウム系材料は軟質であるために、アルミナ粒子を含有する CMP 用研磨液を用いて CMP を行くと、表面粗さが増大しやすい。この表面粗さの増大は、歩留まりを著しく低下させる。これに対し、砥粒として、より軟質なコロイダルシリカは、表面粗さに有効であることが知られている（例えば、下記特許文献 4、5 参照）。

先行技術文献

特許文献

[0014] 特許文献 1：特開昭 59-113199 号公報

特許文献 2：特開 2002-285360 号公報

特許文献 3：特表 2011-517507 号公報

特許文献 4：特開昭 52-81692 号公報

特許文献 5：特表 2008-544868 公報

非特許文献

[0015] 非特許文献 1：小久保定次郎著「アルミニウムの表面処理」（第 8 版）、内田老鶴園新社、昭和 55 年 7 月 20 日、p 35～39

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0016] しかしながら、表面粗さの低減は、未だ充分であるとはいえない。

[0017] 本発明は、前記問題点に鑑みなされたものであり、アルミニウム系材料を含む基体を平滑に研磨できるCMP用研磨液、当該研磨液を得るための貯蔵液、及び、これらを使用した研磨方法を提供することを目的とする。

課題を解決するための手段

[0018] 本発明者は、走査型電子顕微鏡（SEM）観察により得られる砥粒の粒子形状を解析して求められる円形度の値が特定値以下の場合に、表面粗さが小さくなることを見いだした。

[0019] すなわち、本発明に係るCMP用研磨液は、アルミニウム系材料を含む基体を研磨するためのCMP用研磨液であって、砥粒、酸化剤及び液状媒体を含み、砥粒の円形度が0.90以下であり、CMP用研磨液のpHが11.5以下である。

[0020] 本発明に係るCMP用研磨液によれば、アルミニウム系材料を含む基体を平滑に研磨できる。また、本発明に係るCMP用研磨液によれば、アルミニウム合金の表面のうち、アルミニウムからなる部分と、アルミニウムに加えて異種元素を含む部分とを同等に平坦に研磨できるため、アルミニウム合金を含む基体を平滑に研磨できる。

[0021] また、本発明者らは、できるだけ短時間に表面粗さを低減するためには、研磨速度が高い方がよいことを見いだした。研磨速度が高いことにより、全体の作業時間が短くなる（スループットが向上する）という効果もある。しかしながら、本発明者らは、従来のような砥粒を用いたとしても、良好な表面粗さを有しながら研磨速度を高くすること、すなわち、表面粗さと研磨速度とを両立することが難しいというトレードオフの問題があることを見いだした。本発明者らは、例えば、表面粗さと研磨速度とを両立する観点から、研磨速度を大きくするために砥粒の粒径を大きくすると、表面粗さが悪化してしまう傾向があり、逆に、砥粒の粒径を小さくすると、表面粗さが向上するものの研磨速度が低下してしまう傾向があることを見いだした。

[0022] これに対し、本発明者らは、走査型電子顕微鏡（SEM）観察により得ら

れる砥粒の粒子形状を解析して求められる円形度の値が特定値以下（0.90以下）の場合に、表面粗さが小さくなると共に、研磨速度が著しく大きくなることを見いだした。本発明に係るCMP用研磨液によれば、アルミニウム系材料を含む基体を高速且つ平滑に研磨できる。また、本発明に係るCMP用研磨液によれば、アルミニウム合金を含む基体を高速且つ平滑に研磨できる。さらに、本発明によれば、アルミニウム合金等のアルミニウム系材料を含む基体を高速に研磨でき、平滑な表面を有する基体を簡便且つ効率的に得ることができる。

[0023] 砥粒の真球度は、0.30以上0.80以下が好ましい。これにより、アルミニウム系材料を含む基体を高速且つ平滑に研磨しやすくなる。

[0024] CMP用研磨液のpHは、7.0以上であることが好ましい。これにより、アルミニウム系材料を含む基体を高速且つ平滑に研磨しやすくなる。

[0025] 本発明に係る貯蔵液は、前記CMP用研磨液を得るための貯蔵液であって、液状媒体で希釈することにより前記CMP用研磨液が得られる。このような貯蔵液によれば、CMP用研磨液の貯蔵、運搬、保管等に係るコストを低減できる。

[0026] 本発明に係る研磨方法の一態様は、前記CMP用研磨液を用いて、アルミニウム系材料を含む基体を研磨する工程を備える。このような研磨方法によれば、アルミニウム系材料を含む基体を高速且つ平滑に研磨できると共に、アルミニウム系材料を含む基体を簡便且つ効率的に研磨できる。

[0027] 本発明に係る研磨方法の他の一態様は、前記貯蔵液を液状媒体で希釈することにより得られるCMP用研磨液を用いて、アルミニウム系材料を含む基体を研磨する工程を備える。このような研磨方法によれば、CMP用研磨液の貯蔵、運搬、保管等に係るコストを抑制できるため総合的な製造コストを低減できると共に、アルミニウム系材料を含む基体を高速且つ平滑に研磨できる。

発明の効果

[0028] 本発明によれば、アルミニウム系材料を含む基体を平滑に研磨できるCM

P用研磨液、当該研磨液を得るための貯蔵液、及び、これらを使用した研磨方法を提供できる。また、本発明によれば、アルミニウム系材料を含む基体を平滑且つ高速に研磨できるCMP用研磨液、当該研磨液を得るための貯蔵液、及び、これらを使用した研磨方法を提供できる。さらに、本発明によれば、アルミニウム系材料を含む基体の研磨を平滑且つ効率的に行うことのできる砥粒の選定方法を提供することもできる。

[0029] 従来のアルミニウム用研磨液は、純アルミニウムのみを研磨対象としたものであり、アルミニウム合金を研磨するためのものではなく、アルミニウム合金の研磨に適したCMP用研磨液は知られていない。これに対し、本発明によれば、アルミニウム合金を含む基体を高速且つ平滑に研磨できる。また、本発明によれば、アルミニウム合金等のアルミニウム系材料を含む基体を高速に研磨でき、平滑な表面を有する基体を簡便且つ効率的に得ることができる。

[0030] 本発明によれば、アルミニウム系材料を含む基体の研磨へのCMP用研磨液及び貯蔵液の応用が提供される。本発明によれば、アルミニウム合金を含む基体の研磨へのCMP用研磨液及び貯蔵液の応用が提供される。本発明によれば、研磨前における表面粗さ（ R_a ）が5.0nm以上である基体を、研磨後における表面粗さ（ R_a ）が4.0nm以下となるように研磨する研磨工程へのCMP用研磨液及び貯蔵液の応用が提供される。

図面の簡単な説明

[0031] [図1]円形度の測定方法を説明するための図面である。

[図2]一次粒径及び真球度の測定方法を説明するための図面である。

発明を実施するための形態

[0032] 以下、本発明の実施形態について説明する。但し、本発明は下記実施形態に何ら限定されるものではない。

[0033] [CMP用研磨液]

本実施形態に係るCMP用研磨液（アルミニウム用研磨液）は、アルミニウム系材料を含む基体を研磨するための研磨液である。本実施形態に係るC

MP用研磨液は、砥粒、酸化剤及び液状媒体（例えば水）を含み、前記砥粒の円形度が0.90以下であり、CMP用研磨液のpHが11.5以下であることを特徴とする。

[0034] （砥粒）

本実施形態に係るCMP用研磨液は、砥粒を含む。砥粒としては、フェュームドシリカ、コロイダルシリカ等のシリカ（酸化珪素）、フェュームドアルミナ、コロイダルアルミナ等のアルミナ（酸化アルミニウム）、焼成セリア、コロイダルセリア等のセリア（酸化セリウム）、ジルコニア（酸化ジルコニウム）などが挙げられる。中でも、アルミニウム系材料に対する高い研磨速度と、表面の平滑化の両立を図りやすい観点から、シリカが好ましく、コロイダルシリカがより好ましい。また、CMP用研磨液は、一種又は二種以上の砥粒を含むことができる。二種以上の砥粒を用いる場合は、シリカを必須成分とすることが好ましく、コロイダルシリカを必須成分とすることがより好ましい。

[0035] {円形度}

砥粒の円形度は、0.90以下である。円形度が0.90以下であることにより、アルミニウム系材料を含む基体を高速且つ平滑に研磨することが可能であり、十分に平滑な被研磨面を短時間で効率よく得ることができる。同様の観点で、前記円形度は0.90未満が好ましく、0.87以下がより好ましく、0.85以下が更に好ましい。また、研磨速度に更に優れる観点から、前記円形度は、0.83以下が好ましく、0.80以下がより好ましい。

[0036] 本実施形態に係るCMP用研磨液では、少なくとも一種の砥粒の円形度が0.90以下であればよい。本実施形態に係るCMP用研磨液では、円形度が0.90以下である砥粒のみが用いられてもよく、円形度が0.90以下である砥粒と、円形度が0.90を超える砥粒とが併用されていてもよい。円形度が0.90以下である砥粒の含有量は、砥粒の全質量を基準として、30質量%以上が好ましく、50質量%以上がより好ましく、75質量%以

上が更に好ましく、90質量%以上が特に好ましく、95質量%以上が極めて好ましく、98質量%以上が非常に好ましい。

[0037] 砥粒の円形度は、粒子形状（すなわち、粒子表面の凹凸状態）を反映する指標である。円形度が1.00に近いほど、粒子投影図が、凹凸のない真円に近いことを意味する。円形度が0.90を超える場合は、砥粒が真球に近い状態を有している。

[0038] 砥粒の円形度は、例えば、下記の手順により求めることができる。

- ・複数の粒子が含まれる写真投影図（粒子投影図）を走査型電子顕微鏡により写真撮影して得る。

- ・写真投影図における任意の80個の粒子を選択する。

- ・写真投影図における粒子の周囲長 L に対する、写真投影図における粒子の面積に等しい面積を有する真円の周囲長（外周） L' の比（ L'/L ）を各粒子について求める（例えば、図1（a）に示す測定粒子1の周囲長 L に対する、測定粒子1の面積 S に等しい面積を有する真円1a（図1（b））の周囲長 L' の比（ L'/L ）を求める）。

- ・80個の粒子の比 L'/L の平均を「円形度」として算出する。

[0039] 砥粒の円形度が0.90以下であることにより、アルミニウム系材料に対する研磨速度が著しく向上し且つ平滑な被研磨面が得られる理由は定かではないが、本発明者は以下のように考えている。すなわち、砥粒の円形度が0.90以下であると、粒子表面に凹凸が存在するようになり、表面が滑らかな真球状の砥粒と比較して、表面積が大きくなって、砥粒とアルミニウム系材料との接触面積が大きくなると推察される。これにより、大きな摩擦が生じやすくなるため研磨速度が大きくなると推察される。一方で、アルミニウム系材料と砥粒との接触面積が大きくなると、真球状の砥粒と比較して、被研磨面の深さ方向ではなく、水平方向の研磨の進行が速くなると推察される。これにより、被研磨面の凹凸のうち、上部に位置する凸部の研磨速度が選択的に速くなるため、平滑性が向上すると推察される。

[0040] {真球度}

砥粒の真球度は、アルミニウム系材料に対する研磨速度を高め且つ平滑なアルミニウム系材料の表面を得ることが容易である観点から、0.30以上が好ましく、0.35以上がより好ましく、0.40以上が更に好ましく、0.45以上が特に好ましく、0.50以上が極めて好ましい。砥粒の真球度は、アルミニウム系材料に対する研磨速度を高め且つ平滑なアルミニウム系材料の表面を得ることが容易である観点から、0.80以下が好ましく、0.77以下がより好ましい。前記真球度は、研磨速度に更に優れる観点から、0.75以下が好ましく、0.70以下がより好ましい。真球度が0.30未満である場合は、砥粒が細長い形状を有している。真球度が0.80を超える場合は、砥粒が真球に近い状態を有している。なお、本実施形態に係るCMP用研磨液では、円形度が0.90以下である少なくとも一種の砥粒が、前記真球度を有することが好ましい。

[0041] 砥粒の真球度は、走査型電子顕微鏡により写真撮影して得られる写真投影図における粒子について、粒子の最大径を有する長径の当該最大径に対する、当該長径に直交する短径の長さの比（短径の長さ／最大径）の平均値を意味する。砥粒の真球度は、例えば、下記の手順により求めることができる。

- ・複数の粒子が含まれる写真投影図（粒子投影図）を走査型電子顕微鏡により写真撮影して得る。

- ・写真投影図における任意の80個の粒子を選択する。

- ・選択した粒子が例えば図2に示すような形状であった場合、測定粒子1に外接する長方形（外接長方形）2を、当該長方形2の長径の長さDLが最も長くなるように導く。

- ・長方形2の長径の長さDL、及び、長径に直交する短径の長さDSに基づき、長さDLに対する長さDSの比（DS／DL）を各粒子について求める。

- ・80個の粒子の比DS／DLの平均を「真球度」として算出する。

[0042] 砥粒の真球度が0.30以上0.80以下であることにより、アルミニウム系材料に対する研磨速度を高め且つ平滑なアルミニウム系材料の表面を得

ることが容易である理由は定かではないが、本発明者は以下のように考えている。すなわち、砥粒の真球度が0.30以上0.80以下であると、被研磨面と砥粒との接触面積が大きくなり、摩擦が生じやすくなって研磨速度が向上すると考えられる。一方、真球度が0.80を超えると、被研磨面と砥粒との接触面積が低下するため、研磨速度が低くなると推察される。また、真球度が0.30未満であると、粒子形状が棒状に近くなり、真球度が0.30以上である場合と比較して、砥粒の運動方向が大きく制限されるため研磨速度が低下すると推察される。

[0043] {一次粒径}

砥粒の一次粒径は、アルミニウム系材料に対する研磨速度を高め且つ平滑なアルミニウム系材料の表面を得ることが容易である観点から、5.0nm以上が好ましく、10.0nm以上がより好ましく、15.0nm以上が更に好ましい。砥粒の一次粒径は、表面平滑性が更に効率よく向上する観点から、150.0nm以下が好ましく、120.0nm以下がより好ましく、100.0nm以下が更に好ましく、70.0nm以下が特に好ましく、50.0nm以下が極めて好ましい。

[0044] 砥粒の一次粒径は、走査型電子顕微鏡により写真撮影して得られる写真投影図における粒子について、粒子の最大径を有する長径の当該最大径と、当該長径に直交する短径の長さとの積の平方根（二軸平均粒径）の平均値を意味する。砥粒の一次粒径は、例えば、下記の手順により求めることができる。

- ・複数の粒子が含まれる写真投影図（粒子投影図）を走査型電子顕微鏡により写真撮影して得る。

- ・写真投影図における任意の80個の粒子を選択する。

- ・選択した粒子が例えば図2に示すような形状であった場合、測定粒子1に外接する長方形（外接長方形）2を、当該長方形2の長径の長さDLが最も長くなるように導く。

- ・長方形2の長径の長さDL、及び、長径に直交する短径の長さDSに基

づき、二軸平均粒径 ($\sqrt{(D_L \times D_S)}$) を各粒子について求める。

・ 80 個の粒子の二軸平均粒径の平均を「一次粒径」として算出する。

[0045] CMP 用研磨液における砥粒の含有量は、研磨液が砥粒を含まない場合の研磨速度に対して十分に有意差がある研磨速度を達成しやすい観点から、CMP 用研磨液の全質量を基準として、1 質量%以上が好ましく、2 質量%以上がより好ましく、3 質量%以上が更に好ましく、4 質量%以上が特に好ましく、5 質量%以上が極めて好ましい。CMP 用研磨液における砥粒の含有量は、含有量に応じた研磨速度の向上効果が得られやすい観点から、CMP 用研磨液の全質量を基準として、30 質量%以下が好ましく、25 質量%以下がより好ましく、20 質量%以下が更に好ましく、17.5 質量%以下が特に好ましく、15 質量%以下が極めて好ましい。前記の観点から、砥粒の含有量は、1～30 質量%が好ましい。

[0046] (酸化剤)

本実施形態に係る CMP 用研磨液は酸化剤を含む。酸化剤を含有しない研磨液を用いると、例えば Al-Mg-Si 系合金 (6000 系合金) の一種である A6063 合金を研磨した際、比較的大きな凹凸が生じる。この凹凸は、合金表面において、Mg、Si、Fe 等の元素が周辺のアリミニウム部分 (固溶相) に比べて多く含まれた部分 (不純物析出相) の研磨速度が、固溶相の研磨速度に比べ遅いことによって生じると考えられる。一方、酸化剤を用いた研磨液では、凹凸の小さな研磨後表面が得られ、合金の研磨速度が向上する。この原因は明確ではないが、合金表面における固溶相と不純物析出相の両方に酸化剤が同程度に作用するためと考えられる。

[0047] 酸化剤としては、過酸化水素、過硫酸塩 (例えば、過硫酸アンモニウム、過硫酸ナトリウム、過硫酸カリウム)、硝酸、過ヨウ素酸塩 (例えば、過ヨウ素酸アンモニウム、過ヨウ素酸ナトリウム、過ヨウ素酸カリウム)、次亜塩素酸、オゾン水等が挙げられ、中でも、過酸化水素が好ましい。酸化剤としては、一種を単独で用いてもよく、二種以上を混合して用いてもよい。過酸化水素は、通常、過酸化水素水として入手できるため、CMP 用研磨液の

希釈液として使用できる。

[0048] 酸化剤の含有量は、アルミニウム系材料（例えばアルミニウム合金）の表面の凹凸を更に効果的に解消する観点、及び、アルミニウム系材料（例えばアルミニウム合金）の酸化が不十分となって研磨速度が低下することを防ぐ観点から、CMP用研磨液の全質量を基準として、0.01質量%以上が好ましく、0.02質量%以上がより好ましく、0.05質量%以上が更に好ましい。酸化剤の含有量は、研磨速度に更に優れる観点から、CMP用研磨液の全質量を基準として、0.10質量%以上が好ましく、0.20質量%以上がより好ましく、0.30質量%以上が更に好ましい。酸化剤の含有量は、被研磨面に荒れ又は研磨傷が生じることを防ぐ観点から、50質量%以下が好ましく、30質量%以下がより好ましく、10質量%以下が更に好ましく、5質量%以下が特に好ましく、3質量%以下が極めて好ましい。なお、酸化剤として過酸化水素水を使用してもよい。この場合、過酸化水素が最終的に前記範囲になるように換算して過酸化水素水を配合する。

[0049] （液状媒体）

本実施形態に係るCMP用研磨液は、砥粒を分散させるための液状媒体を含む。液状媒体としては、公知の液状媒体である水及び有機溶媒を広く使用できる。砥粒を分散できる液体であれば、液状媒体は特に制限されない。但し、pH調整の容易性、安全性、被研磨面との反応性等の観点から、液状媒体は水を主成分とすることが好ましい。液状媒体としては、脱イオン水、イオン交換水、超純水等が好ましい。液状媒体として用いることができる有機溶媒としては、特に制限はないが、水と任意に混合できる溶媒が好ましい。具体的な有機溶媒としては、酢酸、グリコール類、グリコールモノエーテル類、グリコールジエーテル類、アルコール類、炭酸エステル類、ラクトン類、エーテル類、ケトン類、フェノール、ジメチルホルムアミド、n-メチルピロリドン、酢酸エチル、乳酸エチル、スルホラン等が挙げられる。液状媒体は、一種を単独で用いてもよく、二種以上を混合して用いてもよい。

[0050] （pH）

本実施形態に係るCMP用研磨液のpHは、11.5以下である。なお、pHは液温25℃におけるpHと定義する。pHが11.5以下であると、アルミニウム系材料の基体の腐食と、それに起因する表面粗さの増大を抑制できる。pHは、表面粗さが増大することが抑制されやすい観点から、11.0以下が好ましく、10.5以下がより好ましく、10.3以下が更に好ましい。

[0051] 本実施形態に係るCMP用研磨液のpHは、アルミニウム系材料の研磨速度が向上しやすい観点から、7.0以上が好ましく、7.5以上がより好ましく、8.0以上が更に好ましく、8.5以上が特に好ましく、9.0以上が極めて好ましい。

[0052] CMP用研磨液のpHは、硫酸、塩酸、リン酸等の酸成分；アンモニア、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、TMAH（水酸化テトラメチルアンモニウム）、イミダゾール等のアルカリ成分などによって調整可能である。また、pHを安定化させるため、CMP用研磨液に緩衝液を添加してもよい。このような緩衝液としては、例えば、酢酸塩緩衝液及びフタル酸塩緩衝液が挙げられる。

[0053] CMP用研磨液のpHは、pHメーター（例えば、電気化学計器株式会社製、型番：PHL-40）で測定できる。pHの測定値としては、標準緩衝液（フタル酸塩pH緩衝液 pH：4.01（25℃）、中性リン酸塩pH緩衝液 pH：6.86（25℃）、ホウ酸塩pH緩衝液 pH：9.18（25℃））を用いて3点校正した後、電極をCMP用研磨液に入れて、2分以上経過して安定した後の値を採用できる。

[0054] 本実施形態に係るCMP用研磨液は、界面活性剤等を含有できる。

[0055] [貯蔵液]

本実施形態に係るCMP用研磨液は、貯蔵、運搬、保管等に係るコストを抑制する観点から、使用時に水等の液状媒体で希釈されて使用される貯蔵液として保管できる。本実施形態に係る貯蔵液は、CMP用研磨液を得るための貯蔵液であり、液状媒体で希釈する（例えば、質量基準で2倍以上に希釈

する) ことによりCMP用研磨液が得られる。本実施形態では、研磨の直前に液状媒体で貯蔵液を希釈してCMP用研磨液を調製してもよい。また、プラテン(研磨定盤)上に貯蔵液と液状媒体を供給し、プラテン上でCMP用研磨液を調製してもよい。また、酸化剤を貯蔵液に配合せず、使用時にこれらを添加してもよい。

[0056] 貯蔵液の希釈倍率(質量基準)の下限としては、倍率が高いほど貯蔵、運搬、保管等に係るコストの抑制効果が高い観点から、2倍以上が好ましく、3倍以上がより好ましい。希釈倍率の上限としては、特に制限はないが、10倍以下が好ましく、7倍以下がより好ましく、5倍以下が更に好ましい。このような希釈倍率の上限値である場合、貯蔵液に含まれる成分(酸及び酸化剤等の化学成分、砥粒など)の含有量が高くなり過ぎることが抑制され、保管中の貯蔵液の安定性を維持しやすい傾向がある。なお、希釈倍率がd倍であるとき、貯蔵液中に含まれる成分の含有量は、CMP用研磨液中に含まれる成分の含有量のd倍である。

[0057] [アルミニウム系材料を含む基体]

本実施形態に係るCMP用研磨液は、アルミニウム系材料を少なくとも含む基体のCMPに適している。アルミニウム系材料としては、純アルミニウム(1000系); Al-Cu(2000系)、Al-Mn(3000系)、Al-Si(4000系)、Al-Mg(5000系)、Al-Mg-Si(6000系)、Al-Zn-Mg(7000系)等のアルミニウム合金などが挙げられる。なお、純アルミニウムとは、意図的に異種元素を添加していないアルミニウムをいう。これらのアルミニウム系材料の名称は、日本工業規格(JIS)又は国際アルミニウム合金名に準じるものである。

[0058] また、本実施形態に係るCMP用研磨液は、純アルミニウムよりも硬い部分を有するアルミニウム合金の研磨に適している。純アルミニウムよりも硬い部分を有するアルミニウム合金の具体例としては、Al-Cu(2000系)、Al-Mn(3000系)、Al-Si(4000系)、Al-Mg(5000系)、Al-Mg-Si(6000系)、Al-Zn-Mg(7

000系)等が挙げられる。これらの中でも、本実施形態に係るCMP用研磨液の特性を活かしやすい観点から、Al-Mg-Si (A6063系)又はAl-Mg (A5052)等が好ましい。

[0059] アルミニウム系材料を含む基体としては、特に制限はないが、半導体基板等の基板、航空機部品、自動車部品等の部品、鉄道車両等の車両、電子機器(携帯型電子機器等)の筐体などが挙げられる。本実施形態に係るCMP用研磨液を用いた研磨によれば、前記アルミニウム系材料(例えばアルミニウム合金)を含む基体の表面を十分に平滑に研磨できる。このような研磨によって、美しい白銀色を呈する基体の表面が得られる。また、このような表面に塗装等の着色処理を行った場合においても、美しい外観が得られる。したがって、本実施形態に係るCMP用研磨液は、美しい外観が要求される基体(例えば筐体)の研磨に特に好適である。

[0060] 本実施形態に係るCMP用研磨液は、例えば、研磨前における表面粗さ(Ra)が5.0nm以上である基体を、研磨後における表面粗さ(Ra)が4.0nm以下となるように研磨するために用いられてもよい。基体の表面粗さ(Ra)は、平滑な表面が得られやすい観点から、研磨前において20.0nm未満が好ましく、15.0nm未満がより好ましく、10.0nm未満が更に好ましい。また、基体の表面粗さ(Ra)は、研磨前において5.0nm以上が好ましく、6.0nm以上がより好ましく、7.0nm以上が更に好ましい。

[0061] [研磨方法]

本実施形態に係る研磨方法は、CMP用研磨液を用いて、アルミニウム系材料を含む基体を研磨する研磨工程を備えていてもよく、貯蔵液を液状媒体で希釈する(例えば質量基準で2倍以上に希釈する)ことにより得られるCMP用研磨液を用いて、アルミニウム系材料を含む基体を研磨する研磨工程を備えていてもよい。

[0062] 研磨工程において、基体の研磨前における表面粗さ(Ra)は例えば5.0nm以上であり、基体の研磨後における表面粗さ(Ra)は例えば4.0

nm以下である。すなわち、研磨工程は、例えば、CMP用研磨液を用いて、5.0 nm以上の表面粗さ(Ra)を有する基体を研磨して、4.0 nm以下の表面粗さ(Ra)を有する基体を得る工程であってもよい。基体の表面粗さ(Ra)は、平滑な表面が得られやすい観点から、研磨前において20.0 nm未満が好ましく、15.0 nm未満がより好ましく、10.0 nm未満が更に好ましい。また、基体の表面粗さ(Ra)は、研磨前において5.0 nm以上が好ましく、6.0 nm以上がより好ましく、7.0 nm以上が更に好ましい。

[0063] 本実施形態に係る研磨方法では、公知の研磨装置を広く用いることができる。例えば、研磨装置としては、基体を保持するホルダーと、研磨パッド（研磨布）を貼り付けたプラテンとを有する一般的な研磨装置が挙げられる。プラテンには、例えば、プラテンの回転数を変更するためのモータ等が取り付けられていてもよい。

[0064] 研磨パッドとしては、特に限定されないが、一般的な不織布、発泡ポリウレタン、多孔質フッ素樹脂等が挙げられる。これらの研磨パッドの表面には、CMP用研磨液が溜まるような溝が形成されていることが好ましい。基体の研磨条件に制限はないが、基体の飛び出しを防止しやすい観点から、プラテンの回転数は200 min⁻¹以下であることが好ましい。研磨後の基体表面における傷の発生を抑制しやすい観点から、研磨荷重は34.5 kPa（5 psi）以下であることが好ましい。

[0065] 本実施形態に係る研磨方法では、例えば、プラテンに貼り付けられた研磨パッドに、アルミニウム系材料を含む基体を押圧した状態で、CMP用研磨液を基体と研磨パッドとの間にポンプ等により供給し、基体とプラテンとを相対的に動かす。これらの操作により、基体表面に対する化学機械研磨を行うことができる。CMP用研磨液を研磨装置に供給する方法は、研磨の間、CMP用研磨液を研磨パッドに連続的に供給できるものであれば、特に限定されない。CMP用研磨液の供給量に制限はないが、研磨パッドの表面が常にCMP用研磨液で覆われていることが好ましい。貯蔵液と、水等の液状媒

体とを基体と研磨パッドとの間に供給し、プラテン上で貯蔵液を希釈（例えば質量基準で2倍以上に希釈）しながら研磨を行ってもよい。

[0066] 研磨終了後の基体は、水、エタノール、イソプロピルアルコール等で洗浄後、基体上に付着した液滴（例えば水滴）をスピンドライヤ等により払い落としてから乾燥させることが好ましい。

実施例

[0067] 以下、実施例により本発明を更に詳しく説明するが、本発明の技術思想を逸脱しない限り、本発明はこれらの実施例に制限されるものではない。なお、pHの測定は、電気化学計器株式会社製、型番：PHL-40を用いて行った。

[0068] <砥粒の一次粒径、円形度、真球度の測定>

以下の手順で、市販のコロイダルシリカA～H（砥粒）を走査型電子顕微鏡で観察し、一次粒径、円形度及び真球度を測定した。

[0069] まず、測定対象の砥粒を含む液体を適量容器に測り取った。次に、パターン配線付きウエハを2cm角に切って得られたチップを、容器中の液体に約30秒浸した。そして、脱イオン水の入った容器にチップを移して、約30秒間すすぎをし、チップを窒素ブロー乾燥した。その後、走査型電子顕微鏡観察用の試料台にチップを載せ、加速電圧10kVで適切な倍率（例えば20万倍）にて粒子を観察すると共に、投影画像を撮影した。

[0070] 得られた投影画像から任意の80個の粒子を選択した。次に、選択した粒子が例えば図2に示すような形状であった場合、測定粒子1に外接する長方形（外接長方形）2を、長方形2の長径の長さDLが最も長くなるように導いた。そして、長方形2の長径の長さDL、及び、長径に直交する短径の長さDSに基づき、二軸平均粒径（ $\sqrt{DL \times DS}$ ）を各粒子について算出した。この作業を任意の80個の粒子に対して実施し、得られた値を平均して一次粒径を得た。

[0071] また、投影画像における粒子の面積S及び周囲長Lを求めた。次に、投影画像における測定粒子1の面積Sと同一の面積を有する真円1a（図1）の

周囲長（外周） L' を求めた後、周囲長 L に対する周囲長 L' の比（ L' / L ）を算出した。この作業を任意の 80 個の粒子に対して実施し、得られた値を平均して円形度を得た。

[0072] さらに、長径の長さ D_L に対する短径の長さ D_S の比（ D_S / D_L ）を任意の 80 個の粒子について取得し、その値を平均して真球度を得た。

[0073] 投影画像における粒子の前記面積 S 及び前記周囲長 L は、画像解析ソフト（アメリカ国立衛生研究所製、Image J）を用いて測定した。

[0074] 一次粒径、円形度及び真球度の測定結果を表 1 に示す。

[0075] [表1]

砥粒名	コロイダルシリカ A	コロイダルシリカ B	コロイダルシリカ C	コロイダルシリカ D	コロイダルシリカ E	コロイダルシリカ F	コロイダルシリカ G	コロイダルシリカ H
一次粒径(nm)	21.8	36.7	14.1	23.0	34.1	56.8	119.9	44.9
円形度	0.77	0.86	0.92	0.94	0.93	0.93	0.95	0.91
真球度	0.66	0.76	0.82	0.88	0.91	0.91	0.94	0.81

[0076] <実験 1：コロイダルシリカの円形度の影響>

（実施例 1）

脱イオン水にコロイダルシリカ A を添加した後、30 質量%過酸化水素水を添加し、実施例 1 のCMP 用研磨液 1 に対応する貯蔵液 1 を作製した。この貯蔵液 1 の調製工程では、コロイダルシリカ A の含有量が貯蔵液 1 の全質量を基準として 30 質量%であり、且つ、過酸化水素の含有量が貯蔵液 1 の全質量を基準として 0.60 質量%（30 質量%過酸化水素水換算で 2.00 質量%）であるように、コロイダルシリカ A 及び過酸化水素水を添加して貯蔵液 1 を調製した。

[0077] 貯蔵液 1 を水で 2 倍に希釈する（貯蔵液を、貯蔵液と同質量の脱イオン水と混合する）ことによって、研磨液 1 を調製した。すなわち、研磨液 1 において、コロイダルシリカ A の含有量は研磨液 1 の全質量を基準として 15 質量%であり、過酸化水素の含有量は研磨液 1 の全質量を基準として 0.30 質量%であった。研磨液 1 の pH は水酸化カリウムで 10.0 に調整した。

[0078] （実施例 2）

実施例 2 では、砥粒としてコロイダルシリカ B を添加した以外は実施例 1

と同様に実験を行い、貯蔵液 2 及び研磨液 2 を作製した。研磨液 2 の pH は水酸化カリウムで 10.0 に調整した。

[0079] (実施例 3)

実施例 3 では、砥粒としてコロイダルシリカ A 及びコロイダルシリカ G を等量ずつ添加した以外は実施例 1 と同様に実験を行った。すなわち、脱イオン水にコロイダルシリカ A とコロイダルシリカ G を添加した後、30 質量% 過酸化水素水を添加し、CMP 用研磨液 3 に対応する貯蔵液 3 を作製した。この貯蔵液 3 の調製工程では、コロイダルシリカ A の含有量が貯蔵液 3 の全質量を基準として 15 質量% であり、且つ、コロイダルシリカ G の含有量が貯蔵液 3 の全質量を基準として 15 質量% であり、且つ、過酸化水素の含有量が貯蔵液 3 の全質量を基準として 0.60 質量% (30 質量% 過酸化水素水換算で 2.00 質量%) であるように、コロイダルシリカ A、コロイダルシリカ G 及び過酸化水素水を添加して貯蔵液 3 を調製した。その後は、実施例 1 と同様の手順で研磨液 3 を調製した。すなわち、研磨液 3 において、コロイダルシリカ A 及びコロイダルシリカ G の含有量は研磨液 3 の全質量を基準としてそれぞれ 7.5 質量% であり、過酸化水素の含有量は研磨液 3 の全質量を基準として 0.30 質量% であった。研磨液 3 の pH は水酸化カリウムで 10.0 に調整した。

[0080] (比較例 1)

比較例 1 では、砥粒としてコロイダルシリカ C を添加した以外は実施例 1 と同様に実験を行い、貯蔵液 1 X 及び研磨液 1 X を作製した。研磨液 1 X の pH は水酸化カリウムで 10.0 に調整した。

[0081] (比較例 2)

比較例 2 では、砥粒としてコロイダルシリカ D を添加した以外は実施例 1 と同様に実験を行い、貯蔵液 2 X 及び研磨液 2 X を作製した。研磨液 2 X の pH は水酸化カリウムで 10.0 に調整した。

[0082] (比較例 3)

比較例 3 では、砥粒としてコロイダルシリカ E を添加した以外は実施例 1

と同様に実験を行い、貯蔵液 3 X 及び研磨液 3 X を作製した。研磨液 3 X の pH は水酸化カリウムで 10.0 に調整した。

[0083] (比較例 4)

比較例 4 では、砥粒としてコロイダルシリカ F を添加した以外は実施例 1 と同様に実験を行い、貯蔵液 4 X 及び研磨液 4 X を作製した。研磨液 4 X の pH は水酸化カリウムで 10.0 に調整した。

[0084] (比較例 5)

比較例 5 では、砥粒としてコロイダルシリカ G を添加した以外は実施例 1 と同様に実験を行い、貯蔵液 5 X 及び研磨液 5 X を作製した。研磨液 5 X の pH は水酸化カリウムで 10.0 に調整した。

[0085] (比較例 6)

比較例 6 では、砥粒としてコロイダルシリカ H を添加した以外は実施例 1 と同様に実験を行い、貯蔵液 6 X 及び研磨液 6 X を作製した。研磨液 6 X の pH は水酸化カリウムで 10.0 に調整した。

[0086] 以上の手順で、研磨液の全質量を基準として、砥粒を 15 質量%、酸化剤を 0.30 質量% 含む研磨液 1 ~ 3 及び研磨液 1 X ~ 6 X を作製した。

[0087] [CMP 方法及び研磨特性の評価方法]

以下の手順で、研磨装置を用いて CMP 用研磨液による基体の化学機械研磨を行った。

[0088] プラテンに貼り付けられた研磨パッドに下記の基体を押圧した状態で、CMP 用研磨液を基体と研磨パッドとの間にポンプにより供給しながら、プラテンを回転させた。これらの操作により、基体表面の化学機械研磨を行った。

[0089] 研磨する基体としては、Al-Mg-Si 系合金の板である A6063 を使用した。基体のサイズは横 30 mm × 縦 30 mm × 厚さ 5 mm であった。CMP 前の板の表面には傷（初期凹凸）があった。この初期凹凸に起因して板の表面は完全に曇っており、十分に物体を映し出すことができない状態であった。

[0090] 研磨装置として、株式会社ナノファクター製の型式FACT-200を用いた。研磨パッドとして、独立気泡を有する発泡ポリウレタン樹脂を用いた。研磨条件は以下の通りであった。

[0091] (研磨条件)

研磨荷重：9.0 kPa (1.3 psi)

プラテンの回転数：150 min⁻¹ (rpm)

CMP用研磨液の流量（供給量）：3 mL/min

研磨時間：10 min

[0092] (研磨速度)

各研磨液を用いたCMP前後の基体の質量を測定することにより、研磨された質量を求めた。基体の被研磨面の面積と密度の値（基体を純アルミニウムと仮定し密度2.70 g/cm³の値を使用）を用いて、研磨された質量を膜厚に換算し、研磨速度を算出した。実施例1～3及び比較例1～6についての評価結果を表2に示す。

[0093] (CMP後基体表面の平均表面粗さ)

表面粗さをJIS B 0601：2001に準拠して評価した。各研磨液を用いたCMP後の各基体の平均表面粗さ（Ra）を、非接触表面形状測定機を用いて測定した。非接触表面形状測定機として、走査型白色干渉法を利用したZygo社のNewView7200を用い、対物レンズ×10（10倍）のモードで基体中央を3点測定し、得られた値の平均値をRaとした。なお、測定範囲は0.70 mm×0.53 mm、光源は白色LEDであった。CMP前の基体のRaは9.4 nmであった。実施例1～3及び比較例1～6についての評価結果を表2に示す。

[0094]

[表2]

項目	実施例 1	実施例 2	実施例 3		比較例 1	比較例 2	比較例 3	比較例 4	比較例 5	比較例 6
貯蔵液名	貯蔵液 1	貯蔵液 2	貯蔵液 3		貯蔵液 1 X	貯蔵液 2 X	貯蔵液 3 X	貯蔵液 4 X	貯蔵液 5 X	貯蔵液 6 X
研磨液名	研磨液 1	研磨液 2	研磨液 3		研磨液 1 X	研磨液 2 X	研磨液 3 X	研磨液 4 X	研磨液 5 X	研磨液 6 X
砥粒名	コロイダルシリカ A	コロイダルシリカ B	コロイダルシリカ A	コロイダルシリカ G	コロイダルシリカ C	コロイダルシリカ D	コロイダルシリカ E	コロイダルシリカ F	コロイダルシリカ G	コロイダルシリカ H
円形度	0.77	0.86	0.77	0.95	0.92	0.94	0.93	0.93	0.95	0.91
真球度	0.66	0.76	0.66	0.94	0.82	0.88	0.91	0.91	0.94	0.81
研磨速度 (nm/min)	84	63	60		17	39	43	50	41	54
平均表面粗さ [Ra] (nm)	3.7	3.9	3.6		8.9	6.0	4.8	7.3	14.0	5.0

[0095] [評価結果]

表 2 から明らかなように、円形度が 0.90 以下の砥粒を用いることで研磨後の基体の平均表面粗さ (Ra) が良好であり、また、研磨速度も優れていた。一方、円形度が 0.90 を超える砥粒のみを用いる場合には、平均表面粗さ (Ra) が不良である結果が得られた。

[0096] 以上の結果より、円形度が 0.90 以下の砥粒を用いることで、アルミニウム系材料の表面を高速且つ平滑に研磨できることが確認された。

[0097] <実験 2 : pH の影響>

(実施例 4)

実施例 4 では、実施例 1 と同様に作製した貯蔵液 1 を水で 2 倍に希釈し、硫酸で pH を 7.0 に調整することにより研磨液 4 を作製した。

[0098] (実施例 5)

実施例 5 では、実施例 1 と同様に作製した貯蔵液 1 を水で 2 倍に希釈し、硫酸で pH を 8.0 に調整することにより研磨液 5 を作製した。

[0099] (実施例 6)

実施例 6 では、実施例 1 と同様に作製した貯蔵液 1 を水で 2 倍に希釈し、硫酸で pH を 9.0 に調整することにより研磨液 6 を作製した。

[0100] (実施例 7)

実施例 7 では、実施例 1 と同様に作製した貯蔵液 1 を水で 2 倍に希釈し、水酸化カリウムで pH を 11.0 に調整することにより研磨液 7 を作製した。

[0101] (比較例 7)

比較例 7 では、実施例 1 と同様に作製した貯蔵液 1 を水で 2 倍に希釈し、水酸化カリウムで pH を 12.0 に調整することにより研磨液 7X を作製した。

[0102] 実施例 4 ～ 7 及び比較例 7 について、実施例 1 と同様に研磨速度及び平均表面粗さ (Ra) を評価した。実施例 1 の結果と合わせて、評価結果を表 3 に示す。

[0103] [表3]

項目	実施例4	実施例5	実施例6	実施例 1	実施例7	比較例 7
貯蔵液名	貯蔵液1	貯蔵液 1	貯蔵液 1	貯蔵液 1	貯蔵液1	貯蔵液1
研磨液名	研磨液4	研磨液5	研磨液6	研磨液 1	研磨液7	研磨液 7X
研磨液のpH	7.0	8.0	9.0	10.0	11.0	12.0
研磨速度 (nm/min)	55	65	74	84	79	88
平均表面粗さ [Ra] (nm)	3.3	3.2	3.4	3.7	4.0	5.3

[0104] [評価結果]

表 3 から明らかなように、pH が 11.5 以下の CMP 用研磨液を用いることで研磨後の基体の平均表面粗さ (Ra) が良好であり、また、研磨速度も優れていた。一方、pH が 11.5 を超える場合には、平均表面粗さ (Ra) が不良である結果が得られた。

[0105] 以上の結果より、pH が 11.5 以下の CMP 用研磨液を用いることで、アルミニウム系材料の表面を高速且つ平滑に研磨できることが確認された。

[0106] <実験 3 : 酸化剤の影響>

(実施例 8)

実施例 8 では、貯蔵液に含まれる過酸化水素の含有量を 0.10 質量% (30 質量%過酸化水素水換算で 0.33 質量%) に調整し、貯蔵液を水で 2 倍に希釈して得られる研磨液中の過酸化水素の含有量を 0.05 質量%に調整した以外は、実施例 1 と同様の手順により貯蔵液 8 及び研磨液 8 を作製した。得られた研磨液 8 の pH は 10.0 であった。

[0107] (実施例 9)

実施例 9 では、貯蔵液に含まれる過酸化水素の含有量を 1.50 質量% (30 質量%過酸化水素水換算で 5.00 質量%) に調整し、貯蔵液を水で 2 倍に希釈して得られる研磨液中の過酸化水素の含有量を 0.75 質量%に調整した以外は、実施例 1 と同様の手順により貯蔵液 9 及び研磨液 9 を作製した。得られた研磨液 9 の pH は 10.0 であった。

[0108] (比較例 8)

比較例 8 では、過酸化水素水を添加しなかったこと以外は、実施例 1 と同様の手順により貯蔵液 8 X 及び研磨液 8 X を作製した。得られた研磨液 8 X の pH は 10.0 であった。

[0109] 実施例 8～9 及び比較例 8 について、実施例 1 と同様に研磨速度及び平均表面粗さ (Ra) を評価した。実施例 1 の結果と合わせて、評価結果を表 4 に示す。

[0110] [表4]

項目	実施例 8	実施例 1	実施例 9	比較例 8
貯蔵液名	貯蔵液 8	貯蔵液 1	貯蔵液 9	貯蔵液 8 X
研磨液名	研磨液 8	研磨液 1	研磨液 9	研磨液 8 X
過酸化水素量 (質量%)	0.05	0.30	0.75	0
研磨速度 (nm/min)	70	84	80	53
平均表面粗さ [Ra] (nm)	3.5	3.7	3.5	5.6

[0111] [評価結果]

表 4 から明らかなように、CMP 用研磨液が酸化剤を含有することで研磨後の基体の平均表面粗さ (Ra) が良好であり、また、研磨速度も優れていた。一方、CMP 用研磨液が酸化剤を含有しない場合には、平均表面粗さ (Ra) が不良である結果が得られた。

[0112] 以上の結果より、酸化剤を含有する CMP 用研磨液を用いることで、アルミニウム系材料に異種元素が添加されている場合 (本実施例では Mg (0.45～0.9 質量%)、Si (0.2～0.6 質量%)) であっても、アル

ミニウム系材料の表面を高速且つ平滑に研磨できることが確認された。

産業上の利用可能性

[0113] 本発明に係るCMP用研磨液、貯蔵液及びこれらを用いた研磨方法は、半導体基板等の基板、航空機部品、自動車部品等の部品、鉄道車両等の車両、電子機器（携帯型電子機器等）の筐体などのCMPに好適である。

符号の説明

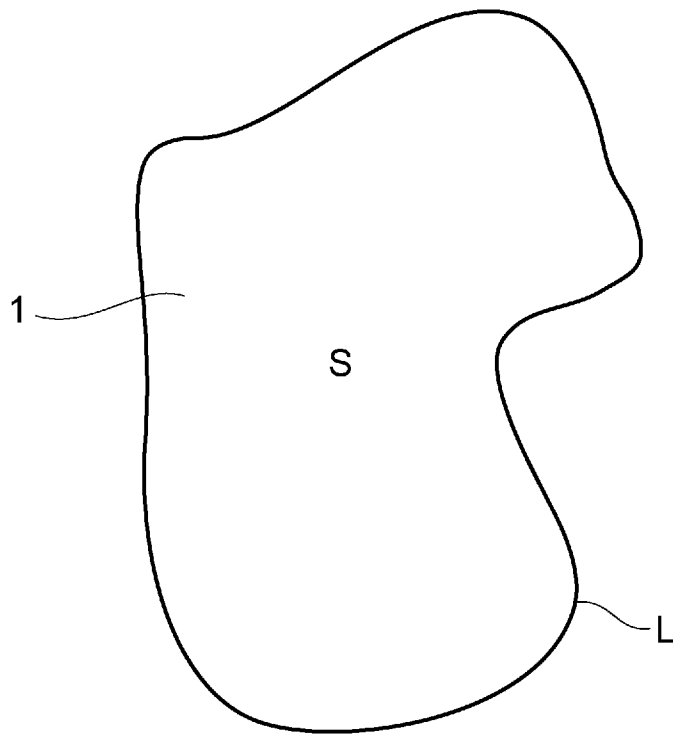
[0114] 1…測定粒子、1 a…測定粒子と同面積の真円、2…外接長方形。

請求の範囲

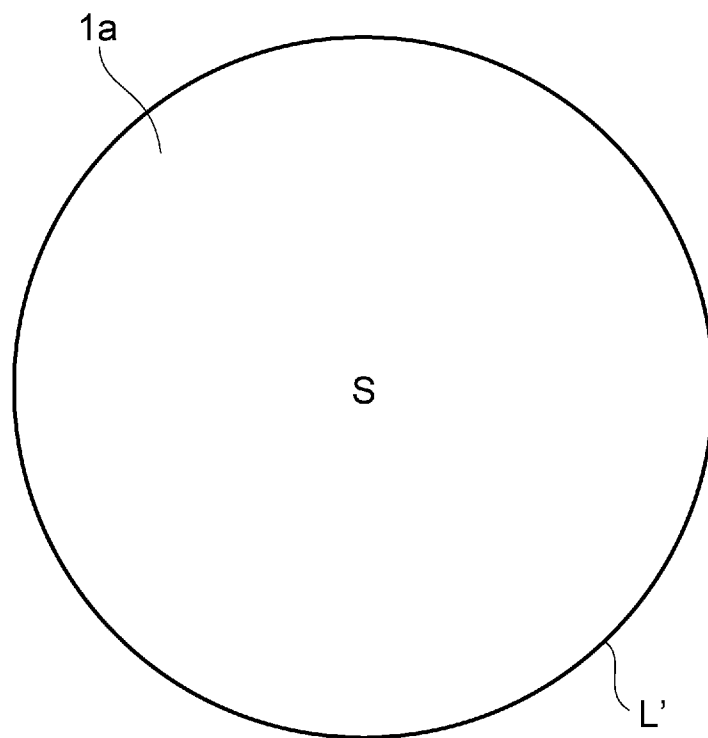
- [請求項1] アルミニウム系材料を含む基体を研磨するためのCMP用研磨液であって、
- 砥粒、酸化剤及び液状媒体を含み、
- 前記砥粒の円形度が0.90以下であり、
- 前記CMP用研磨液のpHが11.5以下である、CMP用研磨液。
- [請求項2] 前記砥粒の真球度が0.30以上0.80以下である、請求項1に記載のCMP用研磨液。
- [請求項3] 前記CMP用研磨液のpHが7.0以上である、請求項1又は2に記載のCMP用研磨液。
- [請求項4] 請求項1～3のいずれか一項に記載のCMP用研磨液を得るための貯蔵液であって、
- 液状媒体で希釈することにより前記CMP用研磨液が得られる、貯蔵液。
- [請求項5] 請求項1～3のいずれか一項に記載のCMP用研磨液を用いて、アルミニウム系材料を含む基体を研磨する工程を備える、研磨方法。
- [請求項6] 請求項4に記載の貯蔵液を液状媒体で希釈することにより得られるCMP用研磨液を用いて、アルミニウム系材料を含む基体を研磨する工程を備える、研磨方法。

[図1]

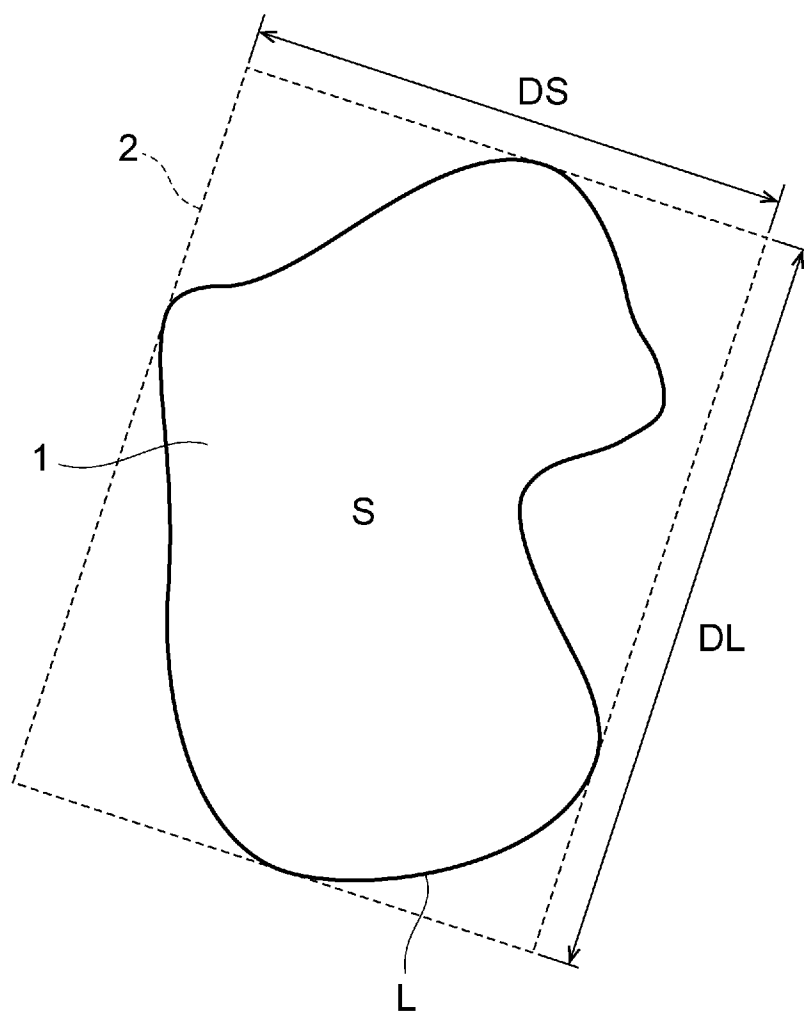
(a)



(b)



[図2]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2013/074132

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C09K3/14(2006.01)i, B24B37/00(2012.01)i, C09G1/02(2006.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C09K3/14, B24B37/00, C09G1/02

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2013
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2013	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2013

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X Y	JP 2009-91197 A (JGC Catalysts and Chemicals Ltd.), 30 April 2009 (30.04.2009), claims; paragraphs [0002], [0064], [0072]; table 2 (Family: none)	1-3, 5 4, 6
X Y	JP 2008-169102 A (Catalysts & Chemicals Industries Co., Ltd.), 24 July 2008 (24.07.2008), claims; paragraphs [0098], [0114]; table 2 & US 2008/0086951 A1	1-3, 5 4, 6
Y A	WO 2012/102187 A1 (Hitachi Chemical Co., Ltd.), 02 August 2012 (02.08.2012), paragraphs [0073] to [0075] & JP 2012-238831 A	4, 6 1-3, 5

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
03 December, 2013 (03.12.13)

Date of mailing of the international search report
10 December, 2013 (10.12.13)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2013/074132

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2009-144080 A (Kao Corp.), 02 July 2009 (02.07.2009), entire text (Family: none)	1-6
A	JP 2011-131346 A (Kao Corp.), 07 July 2011 (07.07.2011), entire text & US 2011/0155690 A1	1-6
A	JP 2010-170649 A (Kao Corp.), 05 August 2010 (05.08.2010), entire text (Family: none)	1-6
A	JP 2008-93819 A (Kao Corp.), 24 April 2008 (24.04.2008), entire text & US 2007/0254563 A1 & CN 101063031 A	1-6
A	JP 2012-104800 A (Fujimi Inc.), 31 May 2012 (31.05.2012), entire text & US 2013/0199106 A & EP 2628567 A1 & WO 2012/050044 A1	1-6

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（I P C））

Int.Cl. C09K3/14(2006.01)i, B24B37/00(2012.01)i, C09G1/02(2006.01)i

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（I P C））

Int.Cl. C09K3/14, B24B37/00, C09G1/02

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1 9 2 2 - 1 9 9 6 年
日本国公開実用新案公報	1 9 7 1 - 2 0 1 3 年
日本国実用新案登録公報	1 9 9 6 - 2 0 1 3 年
日本国登録実用新案公報	1 9 9 4 - 2 0 1 3 年

国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
X Y	JP 2009-91197 A（日揮触媒化成株式会社）2009.04.30, 【特許請求の範囲】、【0002】、【0064】、【0072】、【表2】 （ファミリーなし）	1-3, 5 4, 6
X Y	JP 2008-169102 A（触媒化成工業株式会社）2008.07.24, 【特許請求の範囲】、【0098】、【0114】、【表2】 & US 2008/0086951 A1	1-3, 5 4, 6
Y A	WO 2012/102187 A1（日立化成工業株式会社）2012.08.02, [0073] - [0075] & JP 2012-238831 A	4, 6 1-3, 5

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）

「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

0 3 . 1 2 . 2 0 1 3

国際調査報告の発送日

1 0 . 1 2 . 2 0 1 3

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁（I S A / J P）

郵便番号 1 0 0 - 8 9 1 5

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官（権限のある職員）

藤代 亮

4 V

3 8 5 0

電話番号 0 3 - 3 5 8 1 - 1 1 0 1 内線 3 4 8 3

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
A	JP 2009-144080 A (花王株式会社) 2009.07.02, 全文 (ファミリーなし)	1-6
A	JP 2011-131346 A (花王株式会社) 2011.07.07, 全文 & US 2011/0155690 A1	1-6
A	JP 2010-170649 A (花王株式会社) 2010.08.05, 全文 (ファミリーなし)	1-6
A	JP 2008-93819 A (花王株式会社) 2008.04.24, 全文 & US 2007/0254563 A1 & CN 101063031 A	1-6
A	JP 2012-104800 A (株式会社フジミインコーポレーテッド) 2012.05.31, 全文 & US 2013/0199106 A & EP 2628567 A1 & WO 2012/050044 A1	1-6