

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5599547号  
(P5599547)

(45) 発行日 平成26年10月1日(2014.10.1)

(24) 登録日 平成26年8月22日(2014.8.22)

(51) Int.Cl.

F I

**C09K 3/14 (2006.01)**  
**B24B 37/00 (2012.01)**  
**B24B 37/12 (2012.01)**  
**H01L 21/304 (2006.01)**

C O 9 K 3/14 5 5 O F  
 B 2 4 B 37/00 H  
 B 2 4 B 37/04 A  
 H O 1 L 21/304 6 2 2 D  
 H O 1 L 21/304 6 2 1 D

請求項の数 7 (全 34 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2006-326334 (P2006-326334)	(73) 特許権者	390037165
(22) 出願日	平成18年12月1日(2006.12.1)		M i p o x 株式会社
(65) 公開番号	特開2008-138097 (P2008-138097A)		東京都立川市曙町二丁目34番7号 ファーレイーストビル6階
(43) 公開日	平成20年6月19日(2008.6.19)	(74) 代理人	100096725
審査請求日	平成21年10月29日(2009.10.29)		弁理士 堀 明▲ひこ▼
前置審査		(72) 発明者	青木 賢二
			東京都昭島市武蔵野三丁目4番1号日本ミクロコーティング株式会社内
		(72) 発明者	山▲ざき▼ 亨
			東京都昭島市武蔵野三丁目4番1号日本ミクロコーティング株式会社内
		(72) 発明者	渡邊 武洋
			東京都昭島市武蔵野三丁目4番1号日本ミクロコーティング株式会社内
			最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 硬質結晶基板研磨方法及び油性研磨スラリー

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

硬質結晶基板を研磨するための方法であって、

前記硬質結晶基板の表面の平均表面粗さが0.5nm以上、1nm以下の範囲となるように、前記硬質結晶基板の表面を研磨する粗研磨工程、及び

前記硬質結晶基板の表面の平均表面粗さが0.2nm以下の範囲となるように、前記粗研磨工程後の硬質結晶基板の表面を研磨する仕上げ研磨工程、  
から成り、

前記仕上げ研磨工程が、

定盤を回転させる工程、

前記定盤の表面に油性研磨スラリーを供給する工程、及び

前記定盤の表面に前記硬質結晶基板の表面を押し付け、この硬質結晶基板を回転させる工程、

から成り、

前記油性研磨スラリーが、

砥粒、及び

前記砥粒を分散させる合成イソパラフィン系炭化水素を含む油性分散媒、

から成り、

前記砥粒として、人工ダイヤモンドクラスターが含まれ、

前記人工ダイヤモンドクラスターが、粒径2nm以上、10nm以下の一次粒子からな

る平均粒度 $D50$ が $20\text{ nm}$ 以上の略球状の凝集粒子から成り、

前記人工ダイヤモンドクラスターの粒径が $50\text{ nm}$ を超えない、ところの方法。

【請求項2】

請求項1の方法であって、

前記粗研磨工程が、

前記硬質結晶基板の表面の平均表面粗さが $1\text{ nm}$ 以上、 $3\text{ nm}$ 以下の範囲となるように、前記硬質結晶基板の表面を研磨する第一の粗研磨工程、及び

前記硬質結晶基板の表面の平均表面粗さが $0.5\text{ nm}$ 以上、 $1\text{ nm}$ 以下の範囲となるように、前記第一の粗研磨工程後の硬質結晶基板の表面を研磨する第二の粗研磨工程、から成る、ところの方法。

10

【請求項3】

請求項1の方法であって、

前記定盤が、軟質金属からなり、

前記定盤が、表面に溝を有する、ところの方法。

【請求項4】

請求項3の方法であって、

前記軟質金属が錫又は錫合金である、ところの方法。

【請求項5】

請求項3の方法であって、

前記溝が、前記定盤の回転軸に一致する中心を有する螺旋溝である、ところの方法。

20

【請求項6】

請求項3の方法であって、

前記溝の断面形状がV字形である、ところの方法。

【請求項7】

請求項1の方法であって、

前記硬質結晶基板が、窒化ガリウム基板又は炭化珪素基板である、ところの方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、 $\text{GaN}$ （窒化ガリウム）、 $\text{SiC}$ （炭化珪素）などの硬質結晶基板を研磨するための方法及びこの方法に用いる油性研磨スラリーに関する。

30

【背景技術】

【0002】

$\text{GaN}$ （III族窒化物半導体）や $\text{SiC}$ 結晶材料はワイドバンドギャップ半導体であり、 $\text{GaN}$ 基板は、一般に、サファイア基板上に、ハライド気相成長（HVPE）法により $\text{GaN}$ 膜を形成させることにより製造され（例えば、特許文献1参照）、この $\text{GaN}$ 膜上にデバイスを形成して、緑・青色の短波長発光素子や紫色半導体レーザーを作製している。また、 $\text{SiC}$ は、高出力、高周波及び高温動作が可能であり、高い絶縁破壊電界を有するので、高性能パワーデバイスの基板として応用されるようになってきた。

【0003】

40

これら $\text{GaN}$ 基板及び $\text{SiC}$ 基板は硬質の結晶基板であり、この硬質結晶基板の表面に所定のデバイスを形成するため、基板の表面に高い平坦性と平滑性が要求されている。

【0004】

従来、このような硬質結晶基板の表面は、遊離砥粒により研磨され、最初に大きめの砥粒で粗研磨した後、段階的に砥粒のサイズを小さくして研磨して、基板の表面を平坦且つ平滑にしていた（例えば、特許文献2参照）。

【0005】

遊離砥粒研磨は、金属製の定盤を回転させ、この定盤の表面に研磨スラリーを供給し、ワークホルダーに保持した基板の表面を定盤の表面に押し付け、ワークホルダーを回転させるものであり、従来の遊離砥粒研磨では、研磨スラリーとして、水性分散媒中に砥粒を

50

分散させた水性の研磨スラリーが使用されていた。

【0006】

また、従来の遊離砥粒研磨は、研磨時間の短縮を技術的な課題としているものであり、平均表面粗さ ( $R_a$ ) を  $0.4\text{ nm}$  程度の表面に基板を研磨するのが限界であり、また従来の遊離砥粒研磨では、不要なスクラッチライン (図16A参照) が形成され、硬質結晶基板を十分な鏡面に研磨できないのが現状である。

【特許文献1】特開平9-335580号公報

【特許文献2】特開2001-322899号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

10

【0007】

したがって、本発明の目的は、スクラッチを形成させずに、硬質結晶基板の表面を平均表面粗さ  $0.2\text{ nm}$  以下の鏡面に研磨できる方法及びこの方法に用いる油性研磨スラリーを提供することである。

【課題を解決するための手段】

【0008】

本発明は、硬質結晶基板を研磨するための方法及び油性研磨スラリーであり、上記目的を達成する本発明の油性研磨スラリーは、砥粒、及びこの砥粒を分散させる油性分散媒から成り、砥粒として、人工ダイヤモンドクラスターが含まれる。

【0009】

20

硬質結晶基板は、好適に、 $\text{GaN}$  基板又は  $\text{SiC}$  基板である。

【0010】

人工ダイヤモンドクラスターは、粒径  $2\text{ nm}$  以上、 $10\text{ nm}$  以下の一次粒子からなる平均粒度  $D_{50}$  が  $20\text{ nm}$  以上、 $50\text{ nm}$  以下の略球状の凝集粒子から成る。

【0011】

油性分散媒は、合成イソパラフィン系炭化水素を含む。

【0012】

本発明の硬質結晶基板を研磨するための方法は、硬質結晶基板の表面の平均表面粗さ ( $R_a$ ) が  $0.5\text{ nm}$  以上、 $1\text{ nm}$  以下の範囲となるように、硬質結晶基板の表面を研磨する粗研磨工程、及び硬質結晶基板の表面の平均表面粗さ ( $R_a$ ) が  $0.2\text{ nm}$  以下の範囲となるように、粗研磨工程後の硬質結晶基板の表面を研磨する仕上げ研磨工程から成る。

30

【0013】

仕上げ研磨工程は、定盤を回転させる工程、定盤の表面に上記本発明の油性研磨スラリーを供給する工程、及び定盤の表面に硬質結晶基板の表面を押し付け、この硬質結晶基板を回転させる工程から成る。

【0014】

定盤は、軟質金属からなる。ここで、軟質金属は、錫又は錫合金である。

【0015】

定盤は、表面に溝を有する。好適に、溝は、定盤の回転軸に一致する中心を有する螺旋溝であり、溝の断面形状は、V字形である。

40

【0016】

粗研磨工程は、好適に、硬質結晶基板の表面の平均表面粗さ ( $R_a$ ) が  $1\text{ nm}$  以上、 $3\text{ nm}$  以下の範囲となるように、硬質結晶基板の表面を研磨する第一の粗研磨工程、及び硬質結晶基板の表面の平均表面粗さ ( $R_a$ ) が  $0.5\text{ nm}$  以上、 $1\text{ nm}$  以下の範囲となるように、第一の粗研磨工程後の硬質結晶基板の表面を研磨する第二の研磨工程から成る。

【発明の効果】

【0017】

本発明が以上のように構成されるので、スクラッチを形成させずに、硬質結晶基板の表面を平均表面粗さ ( $R_a$ )  $0.2\text{ nm}$  以下の鏡面に研磨できるという効果を奏する。

【発明を実施するための最良の形態】

50

## 【 0 0 1 8 】

本発明は、硬質結晶基板を研磨するための油性研磨スラリー及び方法であり、硬質結晶基板は、好適に、GaN（窒化ガリウム）基板又はSiC（炭化珪素）基板である。

## 【 0 0 1 9 】

<油性研磨スラリー> 本発明の油性研磨スラリーは、砥粒、及びこの砥粒を分散させる油性分散媒から成り、砥粒として、人工ダイヤモンドクラスターが含まれる。

## 【 0 0 2 0 】

油性分散媒は、オイルを含む。オイルは、砥粒の表面に油膜を形成し、被研磨面上での砥粒潤滑性を向上させる機能を有するものである。オイルとして、パラフィン系炭化水素が含まれ、好適に、合成イソパラフィン系炭化水素が含まれる。

10

## 【 0 0 2 1 】

油性分散媒には、砥粒分散性を向上させるため、分散剤として、非イオン界面活性剤が含まれ、好適に、高級脂肪酸モノグリセライド又は高級脂肪酸ジグリセライドが含まれる。

## 【 0 0 2 2 】

人工ダイヤモンドクラスターは、粒径2nm以上、10nm以下の一次粒子からなる平均粒度D50が20nm以上、50nm以下の略球状の凝集粒子から成る。（ここで、油性分散媒中に分散させた砥粒の粒度分布の測定ができないため、人工ダイヤモンドクラスターの平均粒度D50は、純水中に分散させたときの測定値で示す。）

## 【 0 0 2 3 】

20

人工ダイヤモンドクラスターは、既知の爆発合成法（衝撃法とも呼称される）により生成される人工ダイヤモンドからなるものである。爆発合成法には、二つの方法が含まれる。一つの方法は、黒鉛の粉末をダイヤモンド原料として、この黒鉛の粉末に火薬の爆発エネルギーによる衝撃を与えて黒鉛の粉末を高温で圧縮させて人工的にダイヤモンドを生成するものである。他の方法は、TNTやRDXの火薬を爆発させ、その爆発エネルギーによる衝撃で火薬に含まれる炭素（ダイヤモンド原料）を人工的にダイヤモンドに変換させるものである。

## 【 0 0 2 4 】

この爆発合成法による生成物には、未反応の炭素や金属不純物が含まれているため、この生成物は、硝酸、硫酸、塩酸又はその混酸を用いて化学処理され、不純物が溶解されて除去される。不純物の除去後、水で洗浄する。

30

## 【 0 0 2 5 】

このようにして得られた人工ダイヤモンドは、一次粒子と、この一次粒子からなる凝集粒子の形態にある。一次粒子の粒径は、2nm～20nmの範囲にあり、単結晶及び多結晶ダイヤモンド粒子と比較して丸みのある形状にある。また一次粒子の表層には、未反応のダイヤモンド膜やダイヤモンドライクカーボン膜が形成されている。凝集粒子は、爆発合成時に一次粒子が略球状に凝集したものであり、この凝集粒子を人工ダイヤモンドクラスターと呼称している。

## 【 0 0 2 6 】

人工ダイヤモンドクラスターは、天然ダイヤモンド粒子（単結晶及び多結晶のダイヤモンド粒子）が液中で凝集した凝集粒子と比較して、崩壊し易い。すなわち、被研磨物の表面に人工ダイヤモンドクラスターを押し付けると、大きいサイズの人工ダイヤモンドクラスターが適度に崩壊するので、人工ダイヤモンドクラスターにより形成されるスクラッチが低減される。

40

## 【 0 0 2 7 】

一方、人工ダイヤモンドクラスターのサイズが大きすぎると、クラスターの崩壊時に被研磨物の表面が深く研削され、これが不要のスクラッチとされることがあるので、本発明では、被研磨面の平均表面粗さを0.2nm以下とするため、50nmを超える人工ダイヤモンドクラスターを排除している。このため、爆発合成法により得られた上記の生成物をボールミルなどで粉碎してから、上記の化学的処理をして不純物を除去し、水で洗浄し

50



た後に、遠心分離機で分級して所望のサイズの人工ダイヤモンドクラスターを採取する。

【0028】

本発明の油性研磨スラリーは、オイルと分散剤を混合し、この混合液中に人工ダイヤモンドクラスターを分散させることによって製造される。

【0029】

分散剤の量は、オイルの全量を基準として、1重量%以上、10重量%以下の範囲にある。人工ダイヤモンドクラスターの量は、油性研磨スラリーの全量を基準として、0.1重量%以上、3重量%以下の範囲にある。

【0030】

<研磨方法> 本発明の硬質結晶基板を研磨するための方法は、硬質結晶基板の表面の平均表面粗さ(Ra)が0.5nm以上、1nm以下の範囲となるように、硬質結晶基板の表面を研磨する粗研磨工程、及び粗研磨工程後の硬質結晶基板の表面を平均表面粗さ(Ra)0.2nm以下の範囲に研磨する仕上げ研磨工程から成る。

【0031】

粗研磨工程において、表面うねり(Wa)が1nm以下となるように硬質結晶基板の表面が研磨される。これは、表面うねり(Wa)が1nmを超えると、粗研磨工程に続く仕上げ研磨工程において、研磨代(シロ)が少ないため、表面うねりの修正が困難となるからである。

【0032】

粗研磨工程は、既知のテープ研磨、パッド研磨又はパッドレス研磨を利用して硬質結晶基板の表面の平均表面粗さ(Ra)が0.5nm以上、1nm以下の範囲となるように、硬質結晶基板の表面を研磨する工程である。

【0033】

テープ研磨は、スピンドルに取り付けた基板を回転させ、この基板の表面に、研磨スラリーを供給し、織布、不織布又は発泡体テープを押し付け、走行させることにより行われ、パッド研磨は、表面に織布、不織布又は発泡体パッドを貼り付けた定盤を回転させ、このパッドの表面に、研磨スラリーを供給し、基板の表面を押し付け、回転させることにより行われる。

【0034】

また、パッドレス研磨は、図1に示すような装置10を使用して行われ、定盤11(表面にパッドを貼り付けていない)を矢印Rの方向に回転させ、ノズル13を通じて研磨スラリーを定盤11の表面に直接供給し、ワークホルダー12に保持した基板Wの表面を定盤11の表面に押し付け、ワークホルダー12を矢印rの方向に回転させることにより行われる。

【0035】

研磨スラリーとして、砥粒を水性又は油性の分散媒中に分散させた水性又は油性の研磨スラリーが使用される。

【0036】

砥粒として、多結晶ダイヤモンド、単結晶ダイヤモンド、酸化アルミニウム( $Al_2O_3$ )、酸化珪素( $SiO_2$ )、酸化クロム( $Cr_2O_3$ )又はキュービック窒化硼素(cBN)の粒子が使用される。好適に、多結晶ダイヤモンドの粒子が使用される。

【0037】

水性の分散媒は、水、又は水にグリコール類、アルコール類などの分散剤を添加した水溶液である。また、油性の分散媒は、オイル、又はオイルにパラフィン系炭化水素などの分散剤を添加したものである。

【0038】

粗研磨工程は、一段、二段又はそれ以上の粗研磨工程から成り得るが、一段の粗研磨工程だけでは、目標とする平均表面粗さ(Ra)(0.5nm以上、1nm以下)を得るために長時間を要し、また表面うねり(Wa)が大きくなる。一方、三段以上の粗研磨工程では、研磨に手間がかかる。

10

20

30

40

50

## 【0039】

本発明では、粗研磨工程は、好適に、硬質結晶基板の表面の平均表面粗さ（ $Ra$ ）が1 nm以上、3 nm以下の範囲となるように、硬質結晶基板の表面を研磨する第一の粗研磨工程、及び硬質結晶基板の表面の平均表面粗さ（ $Ra$ ）が0.5 nm以上、1 nm以下の範囲となるように、第一の粗研磨工程後の硬質結晶基板の表面を研磨する第二の研磨工程から成る。

## 【0040】

第一の粗研磨工程では、硬質結晶基板は、水性又は油性の研磨スラリーを用いてテープ研磨、パッド研磨又はパッドレス研磨（図1）される。この研磨スラリーには、平均粒度D50が3  $\mu$ m以上、5  $\mu$ m以下の砥粒が含まれ、好適に、砥粒として多結晶ダイヤモンド粒子が含まれる。

10

## 【0041】

第二の粗研磨工程では、硬質結晶基板は、水性又は油性の研磨スラリーを用いてテープ研磨、パッド研磨又はパッドレス研磨される。この研磨スラリーには、平均粒度D50が0.5  $\mu$ m以上、3  $\mu$ m以下の砥粒が含まれ、好適に、砥粒として多結晶ダイヤモンド粒子が含まれる。

## 【0042】

第一及び第二の粗研磨工程はそれぞれ、好適に、パッドレス研磨（図1）される。このパッドレス研磨に使用される定盤を図2に示す。この定盤11は、軟質金属（錫又は錫合金）からなり、図2に示すように、平均表面粗さ（ $Ra$ ）10 nm～50 nmの表面（符号s）に深さ（符号d）50  $\mu$ m～100  $\mu$ mの螺旋状の溝（符号g）を形成したものである。この螺旋溝（符号g）は、定盤11の回転軸（図1に符号14で示す）に一致する中心を有する。溝（符号g）の断面形状は、V字形であり、このV字形の角度（符号 $\theta$ ）は30°～90°の範囲にある。螺旋溝のピッチ（符号p）は、0.2 mm～0.5 mmである。

20

## 【0043】

仕上げ研磨工程は、硬質結晶基板の表面をパッドレス研磨する工程であり、図1を参照して、定盤11を矢印Rの方向に回転させる工程、ノズル13を通じて上記本発明の油性研磨スラリーを定盤11の表面に供給する工程、及びワークホルダー12に保持した硬質結晶基板Wの表面を定盤11の表面に押し付け、この硬質結晶基板Wを保持しているワークホルダー12を矢印rの方向に回転させる工程から成る。

30

## 【0044】

仕上げ研磨工程で使用される定盤を図3に示す。この定盤11は、軟質金属（錫又は錫合金）からなり、図3に示すように、平均表面粗さ（ $Ra$ ）10 nm～50 nmの表面（符号s）に深さ（符号d）15  $\mu$ m～30  $\mu$ mの螺旋状の溝（符号g）を形成したものである。この螺旋溝（符号g）は、定盤11の回転軸（図1に符号14で示す）に一致する中心を有する。溝（符号g）の断面形状は、V字形であり、このV字形の角度（符号 $\theta$ ）は30°～90°の範囲にある。螺旋溝のピッチ（符号p）は、0.05 mm～0.2 mmである。

40

## 【0045】

<実施例1> 実施例1は、下記の表1に示す組成の本発明の油性研磨スラリーである。この実施例1の油性研磨スラリーを用いて、窒化ガリウム（GaN）基板（直径2インチ）の仕上げ研磨をした。

## 【0046】

## 【表 1】

表 1

油性研磨スラリーの組成（実施例 1）

砥粒	人工ダイヤモンドクラスター 一次粒子の粒径：4 nm～10 nm 凝集粒子の平均粒度 D50：27 nm		0.5 重量%
油性分散媒	オイル	合成イソパラフィン系炭化水素	95.5 重量%
	分散剤	非イオン界面活性剤（高級脂肪酸モノグリセリド）	4.0 重量%

10

## 【0047】

人工ダイヤモンドクラスターは、爆発合成法により製造したものであり、粒子径 4 nm～10 nm の一次粒子が略球状に凝集した平均粒度 D50 が 27 nm の凝集粒子を含む。

## 【0048】

ここで、油性分散媒中に分散させた砥粒の粒度分布の測定ができないため、人工ダイヤモンドクラスターの平均粒度 D50 は、純水中に分散させたときの測定値で示す。測定装置は、市販の粒度分布測定装置（製品名：UPA-150、日機装株式会社）を使用した。図 6 に、実施例 1 の油性研磨スラリーに含まれる人工ダイヤモンドクラスターの粒度分布のグラフと顕微鏡（SEM、TEM）写真を示す。

20

## 【0049】

（第一の粗研磨工程） 第一の粗研磨は、パッドレス研磨であった。定盤を回転させ、定盤の表面に研磨スラリーを供給し、ワークホルダーに保持した GaN 基板の表面を定盤の表面に押し付け、ワークホルダーを回転させて、GaN 基板の表面の第一の粗研磨をした。研磨条件は下記の表 5 に示すとおりであった。第一の研磨工程後、パラフィン系炭化水素を使用して砥粒を洗い流した後に、アルコール類で GaN 基板を洗うことによって GaN 基板をリンスし、GaN 基板の表面の平均表面粗さ（Ra）と表面うねり（Wa）を市販の測定装置（製品名：New View 5000、Zygo 社）を使用して測定した。なお、平均表面粗さ（Ra）と表面うねり（Wa）の測定条件は、下記の表 2 に示すとおりであった。

30

## 【0050】

## 【表 2】

表 2

Ra、Wa 測定条件

	平均表面粗さ（Ra）	表面うねり（Wa）
対物レンズ倍率	×10 倍	×10 倍
中間レンズ倍率	×0.8 倍	×0.8 倍
High Pass Filter	0.05 mm	—
Band Pass Filter	—	0.05 mm～0.5 mm

40

## 【0051】

定盤として、錫製の定盤（直径 15 インチ）の表面を平均表面粗さ 20 nm に研磨し、この表面に溝を形成したものを使用した。溝は、定盤の回転軸に一致する中心を有する螺旋状の溝であり、この螺旋溝の断面形状は V 字形であった。断面 V 字形の螺旋溝の深さは

50

100  $\mu\text{m}$ であり、V字形の角度は60°であった。また、螺旋溝のピッチは0.3 mmであった。

【0052】

研磨スラリーとして、平均粒度D50が3  $\mu\text{m}$ の多結晶ダイヤモンド粒子を油性分散媒（上記実施例1のものと同じ）に分散させた油性の研磨スラリーを使用した。研磨スラリーの組成を下記の表3に示す。また、図4に、この多結晶ダイヤモンド粒子の粒度分布のグラフと顕微鏡（SEM）写真を示す。

【0053】

【表3】

10

表3

研磨スラリーの組成（第一の粗研磨工程）

砥粒	多結晶ダイヤモンド粒子 平均粒度D50：3 $\mu\text{m}$		0.5重量%
油性分散媒	オイル	合成イソパラフィン系炭化水素	95.5重量%
	分散剤	非イオン界面活性剤（高級脂肪酸モノグリセリド）	4.0重量%

20

【0054】

（第二の粗研磨工程） 第二の粗研磨は、パッドレス研磨であった。上記の第一の粗研磨と同様に、定盤を回転させ、定盤の表面に研磨スラリーを供給し、ワークホルダーに保持したGaN基板の表面を定盤の表面に押し付け、ワークホルダーを回転させて、GaN基板の表面の第二の粗研磨をした。研磨条件は下記の表5に示すとおりであった。第二の研磨工程後、上記の第一の粗研磨工程と同様に、パラフィン系炭化水素を使用して砥粒を洗い流した後に、アルコール類でGaN基板を洗うことによってGaN基板をリンスし、GaN基板の表面の平均表面粗さ（Ra）と表面うねり（Wa）を市販の測定装置（製品名：New View 5000、Zygo社）を使用して測定した。なお、平均表面粗さ（Ra）と表面うねり（Wa）の測定条件は、上記の表2に示すとおりであった。

30

【0055】

定盤として、上記の第一の粗研磨工程で使用した定盤と同じものを使用した。

【0056】

研磨スラリーとして、平均粒度D50が1  $\mu\text{m}$ の多結晶ダイヤモンド粒子を油性分散媒（上記実施例1のものと同じ）に分散させた油性の研磨スラリーを使用した。研磨スラリーの組成を下記の表4に示す。また、図5に、この多結晶ダイヤモンド粒子の粒度分布のグラフと顕微鏡（SEM）写真を示す。

【0057】

【表 4】

表 4

研磨スラリーの組成（第二の粗研磨工程）

砥粒	多結晶ダイヤモンド粒子 平均粒度 D 5 0 : 1 $\mu$ m		0. 5 重量%
油性分散媒	オイル	合成イソパラフィン系炭化水素	9 5. 5 重量%
	分散剤	非イオン界面活性剤（高級脂肪酸モノグリセリド）	4. 0 重量%

10

## 【 0 0 5 8 】

（仕上げ研磨工程）仕上げ研磨は、パッドレス研磨であった。定盤を回転させ、定盤の表面に研磨スラリーを供給し、ワークホルダーに保持した G a N 基板の表面を定盤の表面に押し付け、ワークホルダーを回転させて、G a N 基板の表面の仕上げ研磨をした。研磨条件は下記の表 5 に示すとおりであった。

## 【 0 0 5 9 】

定盤として、錫製の定盤（直径 1 5 インチ）の表面を平均表面粗さ 2 0 n m に研磨し、この表面に溝を形成したものを使用した。溝は、定盤の回転軸に一致する中心を有する螺旋状の溝であり、この螺旋溝の断面形状は V 字形であった。断面 V 字形の螺旋溝の深さは 2 0  $\mu$  m であり、V 字形の角度は 6 0 ° であった。また、螺旋溝のピッチは 0 . 1 m m であった。

20

## 【 0 0 6 0 】

仕上げ研磨工程後、パラフィン系炭化水素を使用して砥粒を洗い流した後に、アルコール類で G a N 基板を洗うことによって G a N 基板をリンスし、G a N 基板の表面の平均表面粗さ（R a ）と表面うねり（W a ）を市販の測定装置（製品名：N e w V i e w 5 0 0 0、Z y g o 社）を使用して測定した。なお、平均表面粗さ（R a ）と表面うねり（W a ）の測定条件は、上記の表 2 に示すとおりであった。

30

## 【 0 0 6 1 】

【表 5】

表 5

研磨条件

定盤回転数	6 0 r p m	
ワークホルダー回転数	4 0 r p m	
研磨圧力	0. 5 k g / c m <sup>2</sup>	
スラリー供給量	3 m l / 分	
研磨時間	第一の粗研磨	4 0 分
	第二の粗研磨	4 0 分
	仕上げ研磨	6 0 分

40

## 【 0 0 6 2 】

< 比較例 1 > 比較例 1 は、実施例 1 の人工ダイヤモンドクラスターとほぼ同じ平均粒度

50

D 5 0 が 3 0 n m の多結晶ダイヤモンド粒子を砥粒として含む油性研磨スラリーである。比較例 1 の油性研磨スラリーの組成を下記の表 6 に示す。図 7 に、比較例 1 の油性研磨スラリーに含まれる多結晶ダイヤモンド粒子の粒度分布のグラフと顕微鏡 ( T E M ) 写真を示す。この比較例 1 の油性研磨スラリーを用いて、窒化ガリウム ( G a N ) 基板 ( 直径 2 インチ ) の仕上げ研磨をした。

【 0 0 6 3 】

【表 6】

表 6

油性研磨スラリーの組成 ( 比較例 1 )

砥粒	多結晶ダイヤモンド粒子 平均粒度 D 5 0 : 3 0 n m		0 . 5 重量%
油性分散媒	オイル	合成イソパラフィン系炭化水素	9 5 . 5 重量%
	分散剤	非イオン界面活性剤 ( 高級脂肪酸モノグリセリド )	4 . 0 重量%

10

【 0 0 6 4 】

ここで、上記実施例 1 と同様に、油性分散媒中に分散させた砥粒の粒度分布の測定ができないため、多結晶ダイヤモンド粒子の平均粒度 D 5 0 は、純水中に分散させたときの測定値で示す。測定装置は、市販の粒度分布測定装置 ( 製品名 : U P A - 1 5 0 、日機装株式会社 ) を使用した。

【 0 0 6 5 】

( 第一の粗研磨工程 ) 比較例 1 の第一の粗研磨では、上記の実施例 1 の第一の粗研磨と同じ定盤及び油性の研磨スラリー ( 表 3 ) を使用し、上記の実施例 1 の第一の粗研磨と同じ研磨条件 ( 表 5 ) で G a N 基板をパッドレス研磨した。第一の研磨工程後、パラフィン系炭化水素を使用して砥粒を洗い流した後に、アルコール類で G a N 基板を洗うことによって G a N 基板をリンスし、 G a N 基板の表面の平均表面粗さ ( R a ) と表面うねり ( W a ) を市販の測定装置 ( 製品名 : N e w V i e w 5 0 0 0 、 Z y g o 社 ) を使用して測定した。なお、平均表面粗さ ( R a ) と表面うねり ( W a ) の測定条件は、上記の表 2 に示すとおりであった。

20

30

【 0 0 6 6 】

( 第二の粗研磨工程 ) 比較例 1 の第二の粗研磨では、上記の実施例 1 の第二の粗研磨と同じ定盤及び油性の研磨スラリー ( 表 4 ) を使用し、上記の実施例 1 の第二の粗研磨と同じ研磨条件 ( 表 5 ) で G a N 基板をパッドレス研磨した。第二の研磨工程後、パラフィン系炭化水素を使用して砥粒を洗い流した後に、アルコール類で G a N 基板を洗うことによって G a N 基板をリンスし、 G a N 基板の表面の平均表面粗さ ( R a ) と表面うねり ( W a ) を市販の測定装置 ( 製品名 : N e w V i e w 5 0 0 0 、 Z y g o 社 ) を使用して測定した。なお、平均表面粗さ ( R a ) と表面うねり ( W a ) の測定条件は、上記の表 2 に示すとおりであった。

40

【 0 0 6 7 】

( 仕上げ研磨工程 ) 仕上げ研磨は、上記の実施例 1 の仕上げ研磨と同じくパッドレス研磨であった。定盤として、上記の実施例 1 の仕上げ研磨で使用した定盤と同じものを使用した。定盤を回転させ、定盤の表面に比較例 1 の油性研磨スラリーを供給し、ワークホルダーに保持した G a N 基板の表面を定盤の表面に押し付け、ワークホルダーを回転させて、 G a N 基板の表面の仕上げ研磨をした。研磨条件は上記の表 5 に示すとおりであった。仕上げ研磨工程後、パラフィン系炭化水素を使用して砥粒を洗い流した後に、アルコール

50

類でGaN基板を洗うことによってGaN基板をリンスし、GaN基板の表面の平均表面粗さ(Ra)と表面うねり(Wa)を市販の測定装置(製品名:New View 5000、Zygo社)を使用して測定した。なお、平均表面粗さ(Ra)と表面うねり(Wa)の測定条件は、上記の表2に示すとおりであった。

【0068】

<比較例2> 比較例2は、実施例1の人工ダイヤモンドクラスターを砥粒として含む水性の研磨スラリーである。比較例2の水性研磨スラリーの組成を下記の表7に示す。比較例2の水性研磨スラリーは、純水に分散剤を混合し、この混合液(水性分散媒)に砥粒を加え、ホモジナイザーで砥粒を水性分散媒中に分散させて製造したものであった。この比較例2の水性研磨スラリーを用いて、窒化ガリウム(GaN)基板(直径2インチ)の仕上げ研磨をした。(なお、上記の実施例1及び比較例1の第一及び第二の粗研磨では油性の研磨スラリーを使用した。)

【0069】

【表7】

表7

水性研磨スラリーの組成(比較例2)

砥 粒	実施例1の人工ダイヤモンドクラスター	0.5重量%
水性分散媒	純 水	55重量%
	分散剤	ポリエチレングリコール400
		ポリエチレングリコール2000
		エチレングリコール
		グリセリン

【0070】

(第一の粗研磨工程) 比較例2の第一の粗研磨では、上記の実施例1の第一の粗研磨と同じ定盤を使用し、上記の実施例1の第一の粗研磨と同じ研磨条件(表5)でGaN基板をパッドレス研磨した。第一の研磨工程後、GaN基板を純水でリンスし、GaN基板の表面の平均表面粗さ(Ra)と表面うねり(Wa)を市販の測定装置(製品名:New View 5000、Zygo社)を使用して測定した。なお、平均表面粗さ(Ra)と表面うねり(Wa)の測定条件は、上記の表2に示すとおりであった。

【0071】

研磨スラリーとして、平均粒度D50が3μmの多結晶ダイヤモンド粒子(0.5重量%)を純水(99.5重量%)に分散させた水性の研磨スラリーを使用した。図4に、この多結晶ダイヤモンド粒子の粒度分布のグラフと顕微鏡(SEM)写真を示す。

【0072】

(第二の粗研磨工程) 比較例2の第二の粗研磨では、上記の実施例1の第二の粗研磨と同じ定盤を使用し、上記の実施例1の第二の粗研磨と同じ研磨条件(表5)でGaN基板をパッドレス研磨した。第二の研磨工程後、GaN基板を純水でリンスし、GaN基板の表面の平均表面粗さ(Ra)と表面うねり(Wa)を市販の測定装置(製品名:New View 5000、Zygo社)を使用して測定した。なお、平均表面粗さ(Ra)と表面うねり(Wa)の測定条件は、上記の表2に示すとおりであった。

【0073】

研磨スラリーとして、平均粒度D50が1μmの多結晶ダイヤモンド粒子(0.5重量%)を純水(99.5重量%)に分散させた水性の研磨スラリーを使用した。図5に、こ

の多結晶ダイヤモンド粒子の粒度分布のグラフと顕微鏡（SEM）写真を示す。

【0074】

（仕上げ研磨工程） 仕上げ研磨は、上記の実施例1の仕上げ研磨と同じくパッドレス研磨であった。定盤として、上記の実施例1の仕上げ研磨で使用した定盤と同じものを使用した。定盤を回転させ、定盤の表面に比較例2の研磨スラリーを供給し、ワークホルダーに保持したGaN基板の表面を定盤の表面に押し付け、ワークホルダーを回転させて、GaN基板の表面の仕上げ研磨をした。研磨条件は上記の表5に示すとおりであった。仕上げ研磨工程後、GaN基板を純水でリンスし、GaN基板の表面の平均表面粗さ（Ra）と表面うねり（Wa）を市販の測定装置（製品名：New View 5000、Zygo社）を使用して測定した。なお、平均表面粗さ（Ra）と表面うねり（Wa）の測定条件は、上記の表2に示すとおりであった。

10

【0075】

＜比較結果＞ 実施例1及び比較例1、2の比較結果を下記の表8に示す。また、図8、図9及び図10に、それぞれ、表8における実施例1の第一の粗研磨工程後、第二の粗研磨工程後及び仕上げ研磨工程後のGaN基板表面の状態を示し、図11、図12及び図13に、それぞれ、表8における比較例1の第一の粗研磨工程後、第二の粗研磨工程後及び仕上げ研磨工程後のGaN基板表面の状態を示す。さらに、図14、図15及び図16に、それぞれ、表8における比較例2の第一の粗研磨工程後、第二の粗研磨工程後及び仕上げ研磨工程後のGaN基板表面の状態を示す。

20

【0076】

仕上げ研磨後の状態を比較すると、図10Aに示すように、実施例1によると、GaN基板の表面にスクラッチが形成されていない。しかし、図13A及び図16Aに示すように、比較例1、2によると、GaN基板の表面にスクラッチが形成されている。

【0077】

また、下記の表8に示すように、実施例1によると、0.2nm以下の平均表面粗さ（Ra）が達成され、しかも、比較例1、2と比較して、表面うねり（Wa）が著しく低くなっている。すなわち、実施例1によると、スクラッチを形成せずに、GaN基板の表面を平坦（低Wa）且つ平滑（低Ra）に仕上げることができたことがわかる。

【0078】

【表8】

30

表8  
比較結果

	第一の粗研磨工程後		第二の粗研磨工程後		仕上げ研磨工程後	
	Ra (nm)	Wa (nm)	Ra (nm)	Wa (nm)	Ra (nm)	Wa (nm)
実施例1	1.10	1.00	0.48	0.44	0.15	0.08
比較例1	1.10	1.20	0.46	0.40	0.28	0.17
比較例2	3.15	1.56	1.02	0.94	0.47	0.15

40

【0079】

＜実施例2＞ 上記の実施例1の油性研磨スラリーを用いて炭化珪素（SiC）基板（直径2インチ）を仕上げ研磨した。

【0080】

（第一の粗研磨工程） 第一の粗研磨は、上記の実施例1の第一の粗研磨と同じパッドレス研磨であった。研磨条件は上記の表5に示すとおりであった。第一の研磨工程後、パラフィン系炭化水素を使用して砥粒を洗い流した後に、アルコール類でGaN基板を洗うことによってSiC基板をリンスし、SiC基板の表面の平均表面粗さ（Ra）と表面うね

50



り (W a) を市販の測定装置 (製品名: New View 5000、Z y g o 社) を使用して測定した。なお、平均表面粗さ (R a) と表面うねり (W a) の測定条件は、上記の表 2 に示すとおりであった。

【 0 0 8 1 】

定盤として、上記の実施例 1 の第一の粗研磨工程で使用した定盤と同じものを使用した。

【 0 0 8 2 】

研磨スラリーとして、上記の実施例 1 の第一の粗研磨工程で使用した油性の研磨スラリー (表 3) と同じものを使用した。

【 0 0 8 3 】

(第二の粗研磨工程) 第二の粗研磨は、上記の実施例 1 の第二の粗研磨と同じパッドレス研磨であった。研磨条件は上記の表 5 に示すとおりであった。第二の研磨工程後、パラフィン系炭化水素を使用して砥粒を洗い流した後に、アルコール類で G a N 基板を洗うことによって S i C 基板をリンスし、S i C 基板の表面の平均表面粗さ (R a) と表面うねり (W a) を市販の測定装置 (製品名: New View 5000、Z y g o 社) を使用して測定した。なお、平均表面粗さ (R a) と表面うねり (W a) の測定条件は、上記の表 2 に示すとおりであった。

【 0 0 8 4 】

定盤として、上記の第一の粗研磨工程で使用した定盤と同じものを使用した。

【 0 0 8 5 】

研磨スラリーとして、上記の実施例 1 の第二の粗研磨工程で使用した油性の研磨スラリー (表 4) と同じものを使用した。

【 0 0 8 6 】

(仕上げ研磨工程) 仕上げ研磨は、上記の実施例 1 の仕上げ研磨と同じパッドレス研磨であった。研磨条件は上記の表 5 に示すとおりであった。仕上げ研磨工程後、パラフィン系炭化水素で S i C 基板から砥粒を洗い流した後に、S i C 基板をアルコール類でリンスし、S i C 基板の表面の平均表面粗さ (R a) と表面うねり (W a) を市販の測定装置 (製品名: New View 5000、Z y g o 社) を使用して測定した。なお、平均表面粗さ (R a) と表面うねり (W a) の測定条件は、上記の表 2 に示すとおりであった。

【 0 0 8 7 】

定盤として、上記の実施例 1 の仕上げ研磨で使用した定盤と同じものを使用した。

【 0 0 8 8 】

研磨スラリーとして、上記の実施例 1 の研磨スラリーを使用した。

【 0 0 8 9 】

< 研磨結果 > 研磨結果を下記の表 9 に示す。また、図 1 7、図 1 8 及び図 1 9 に、それぞれ、表 9 における実施例 2 の第一の粗研磨工程後、第二の粗研磨工程後及び仕上げ研磨工程後の S i C 基板表面の状態を示す。

【 0 0 9 0 】

仕上げ研磨後の状態は、図 1 9 A に示すように、実施例によると、S i C 基板の表面にスクラッチが形成されていない。また、下記の表 9 に示すように、実施例 2 によると、0 . 2 n m 以下の平均表面粗さ (R a) が達成され、しかも、低い表面うねり (W a) が達成されている。すなわち、実施例 2 によると、スクラッチを形成せずに、S i C 基板の表面を平坦 (低 W a) 且つ平滑 (低 R a) に仕上げることができたことがわかる。

【 0 0 9 1 】

10

20

30

40

【表 9】

表 9  
研磨結果 2

	第一の粗研磨工程後		第二の粗研磨工程後		仕上げ研磨工程後	
	R a (nm)	W a (nm)	R a (nm)	W a (nm)	R a (nm)	W a (nm)
実施例	1. 1 0	0. 6 3	0. 4 9	0. 2 8	0. 1 9	0. 1 1

10

【図面の簡単な説明】

【 0 0 9 2 】

【図 1】図 1 は、パッドレス研磨装置の側面図である。

【図 2】図 2 A は、粗研磨工程で使用する定盤の断面図であり、図 2 B は、この定盤の部分拡大平面写真である。【図 3】図 3 A は、仕上げ研磨工程で使用する定盤の断面図であり、図 3 B は、この定盤の部分拡大平面写真である。【図 4】図 4 は、実施例 1、2 の第一の粗研磨工程で使用した砥粒（多結晶ダイヤモンド粒子）の粒度分布のグラフと顕微鏡（SEM）写真である。

20

【図 5】図 5 は、実施例 1、2 の第二の粗研磨工程で使用した砥粒（多結晶ダイヤモンド粒子）の粒度分布のグラフと顕微鏡（SEM）写真である。【図 6】図 6 は、実施例 1 の油性研磨スラリーに含まれる砥粒（平均粒度 27 nm の人工ダイヤモンドクラスター）の粒度分布のグラフと顕微鏡（SEM、TEM）写真である。【図 7】図 7 は、比較例 1 の油性研磨スラリーに含まれる砥粒（平均粒度 30 nm の多結晶ダイヤモンド粒子）の粒度分布のグラフと顕微鏡（TEM）写真である。【図 8】図 8 A 及び図 8 B は、それぞれ、実施例 1 における第一の粗研磨工程後の GaN 基板表面の平面（図 8 A）及び斜視（図 8 B）部分拡大写真である。【図 9】図 9 A 及び図 9 B は、それぞれ、実施例 1 における第二の粗研磨工程後の GaN 基板表面の平面（図 9 A）及び斜視（図 9 B）部分拡大写真である。

30

【図 10】図 10 A 及び図 10 B は、それぞれ、実施例 1 における仕上げ研磨工程後の GaN 基板表面の平面（図 10 A）及び斜視（図 10 B）部分拡大写真である。【図 11】図 11 A 及び図 11 B は、それぞれ、比較例 1 における第一の粗研磨工程後の GaN 基板表面の平面（図 11 A）及び斜視（図 11 B）部分拡大写真である。【図 12】図 12 A 及び図 12 B は、それぞれ、比較例 1 における第二の粗研磨工程後の GaN 基板表面の平面（図 12 A）及び斜視（図 12 B）部分拡大写真である。【図 13】図 13 A 及び図 13 B は、それぞれ、比較例 1 における仕上げ研磨工程後の GaN 基板表面の平面（図 13 A）及び斜視（図 13 B）部分拡大写真である。【図 14】図 14 A 及び図 14 B は、それぞれ、比較例 2 における第一の粗研磨工程後の GaN 基板表面の平面（図 14 A）及び斜視（図 14 B）部分拡大写真である。

40

【図 15】図 15 A 及び図 15 B は、それぞれ、比較例 2 における第二の粗研磨工程後の GaN 基板表面の平面（図 15 A）及び斜視（図 15 B）部分拡大写真である。【図 16】図 16 A 及び図 16 B は、それぞれ、比較例 2 における仕上げ研磨工程後の GaN 基板表面の平面（図 16 A）及び斜視（図 16 B）部分拡大写真である。【図 17】図 17 A 及び図 17 B は、それぞれ、実施例 2 における第一の粗研磨工程後の SiC 基板表面の平面（図 17 A）及び斜視（図 17 B）部分拡大写真である。【図 18】図 18 A 及び図 18 B は、それぞれ、実施例 2 における第二の粗研磨工程後の SiC 基板表面の平面（図 18 A）及び斜視（図 18 B）部分拡大写真である。【図 19】図 19 A 及び図 19 B は、それぞれ、実施例 2 における仕上げ研磨工程後の SiC 基板表面の平面（図 19 A）及び斜視（図 19 B）部分拡大写真である。

50

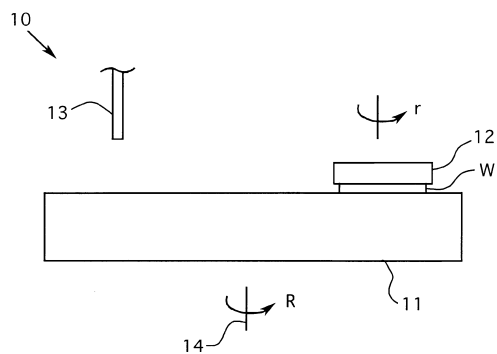
## 【符号の説明】

## 【 0 0 9 3 】

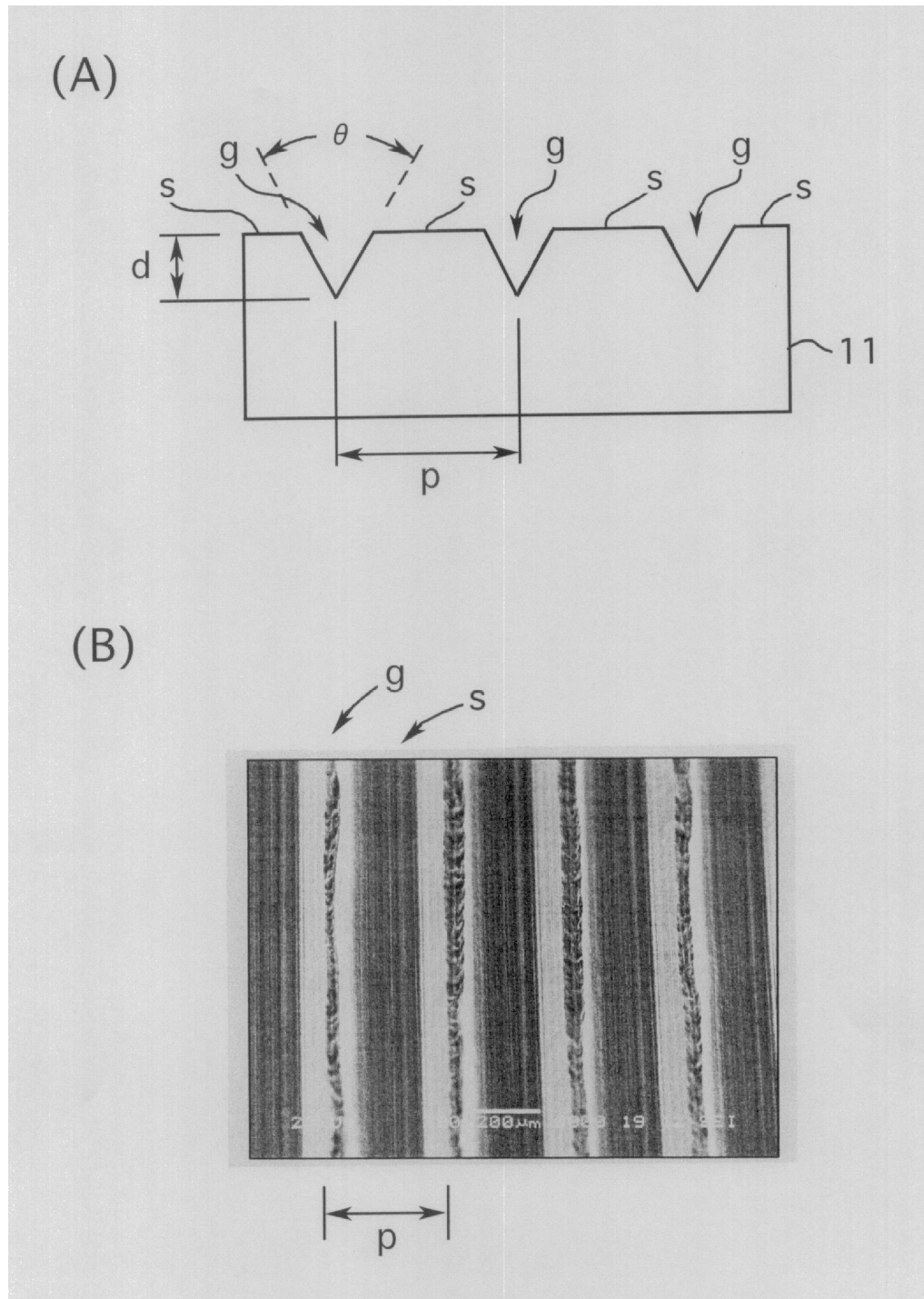
1 0 . . . パッドレス研磨装置  
1 1 . . . 定盤  
1 2 . . . ワークホルダー  
1 3 . . . ノズル  
1 4 . . . 定盤の回転軸  
R . . . 定盤回転方向  
r . . . ワークホルダー回転方向  
W . . . 基板  
s . . . 表面  
g . . . 溝  
d . . . 深さ  
p . . . ピッチ  
. . . 角度

10

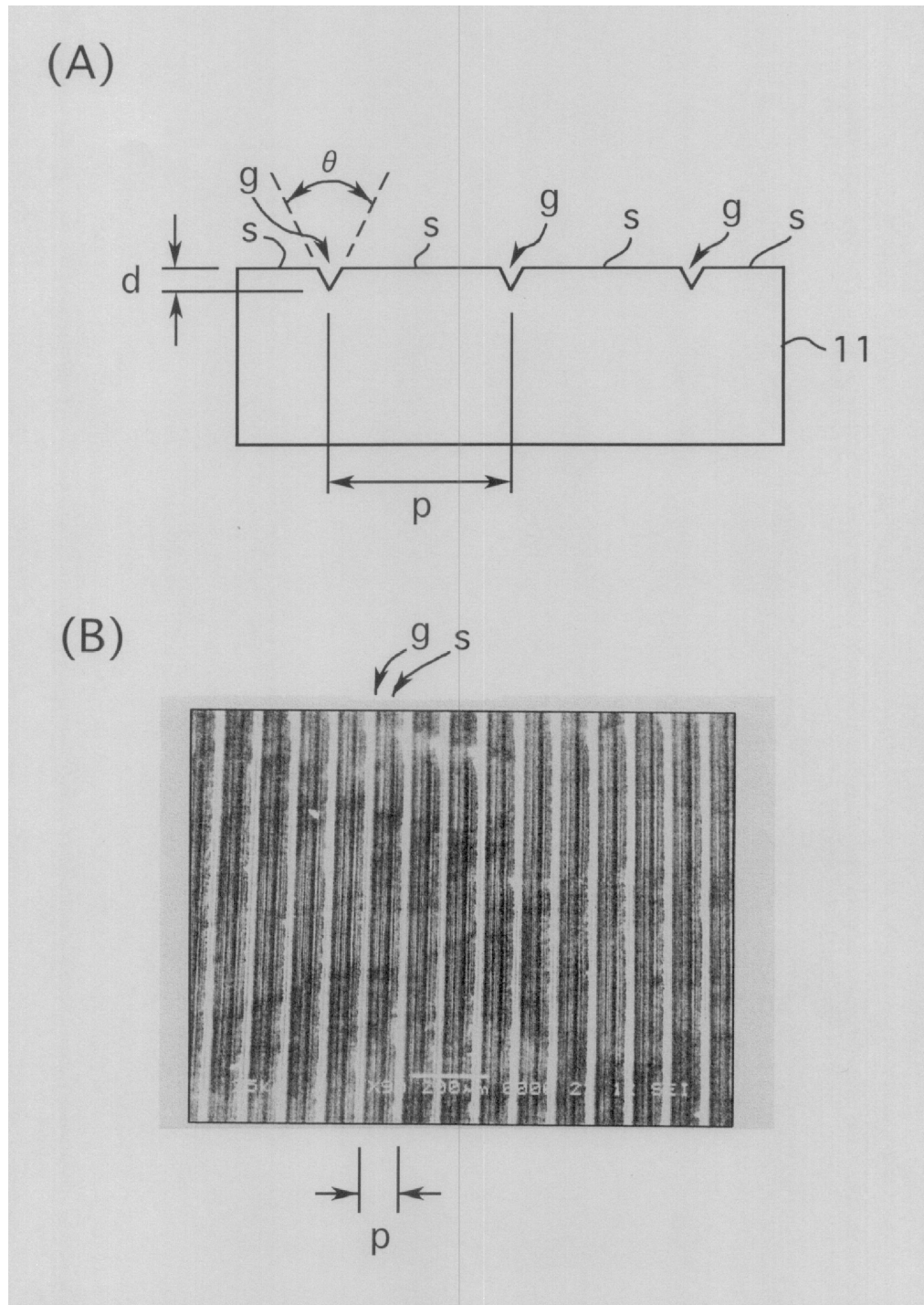
## 【図 1】



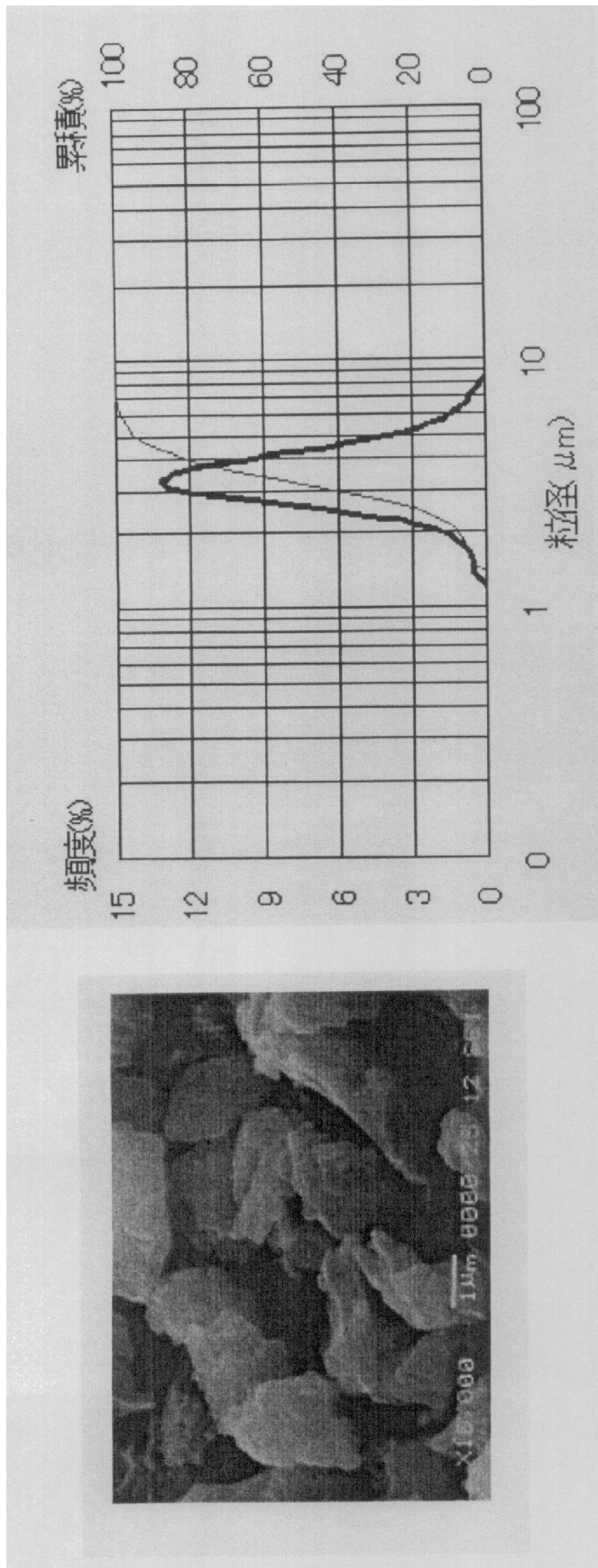
【図2】



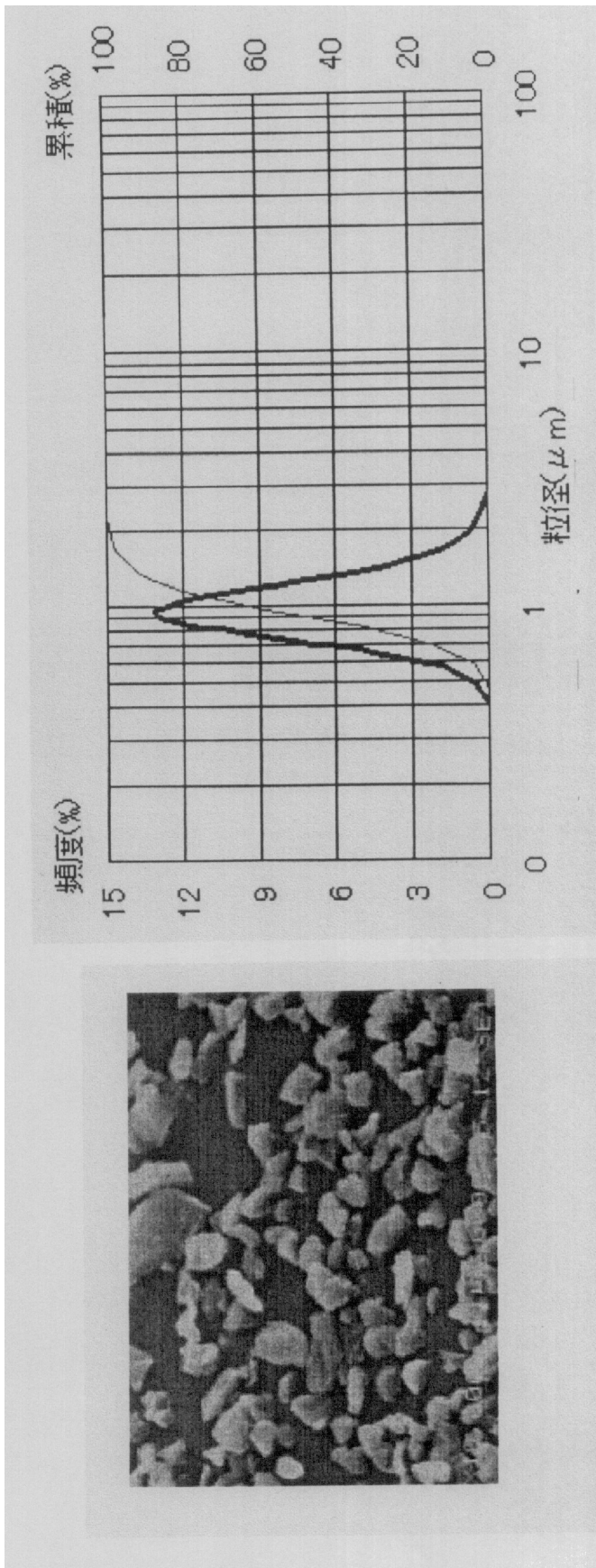
【図 3】



【図4】

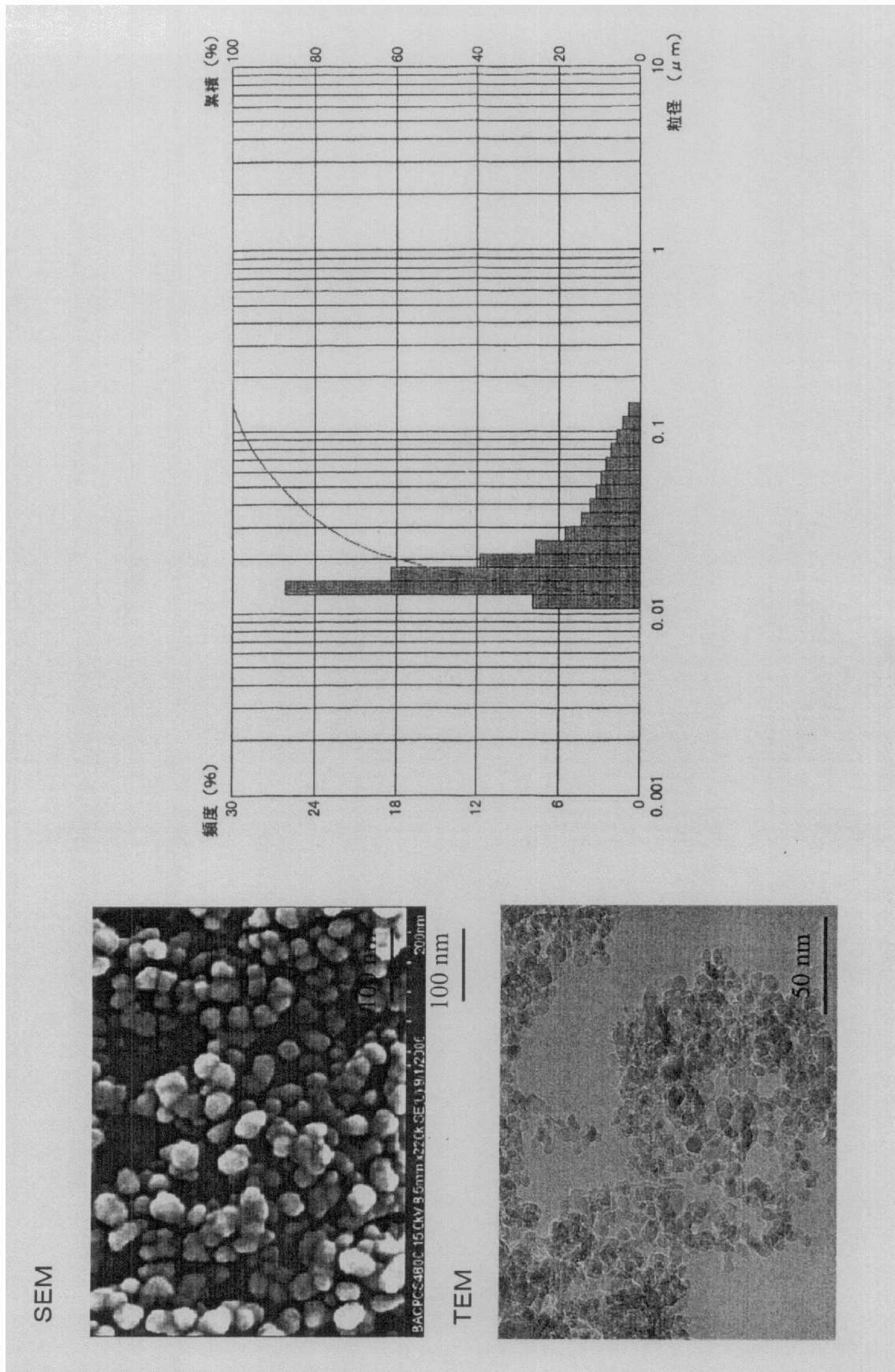


【図 5】



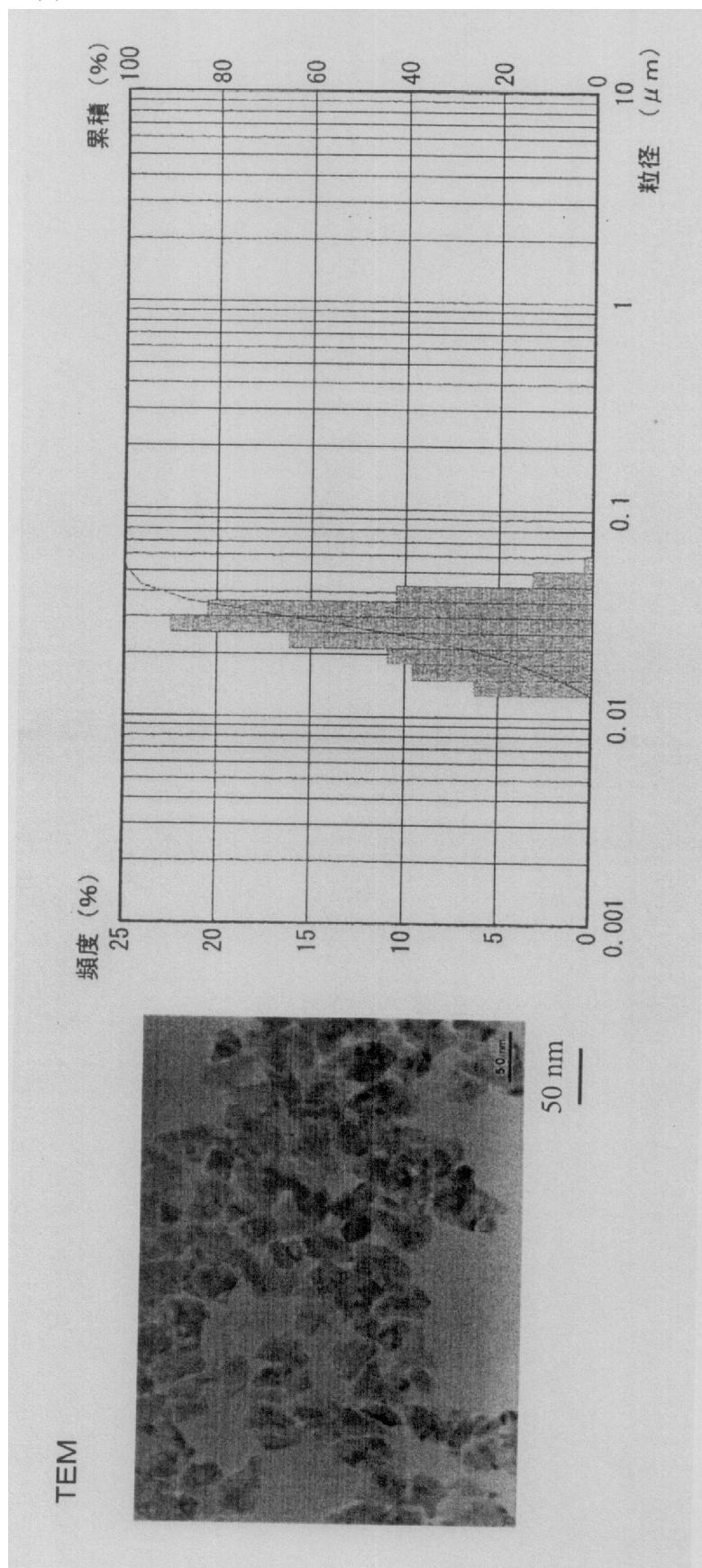


【図 6】



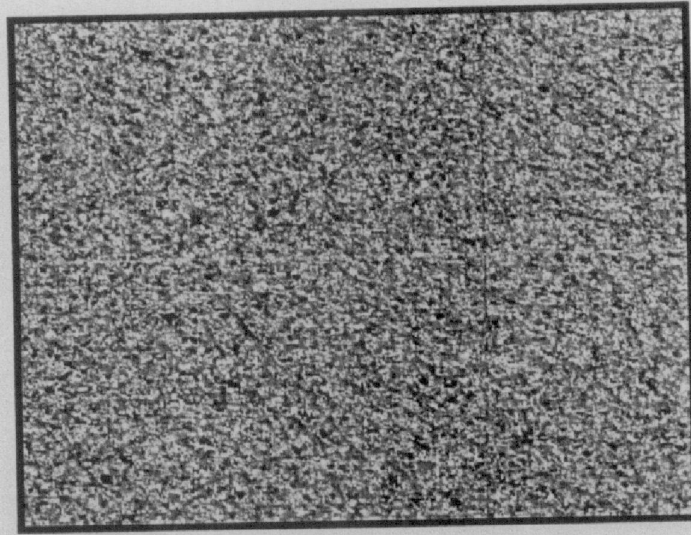


【図 7】

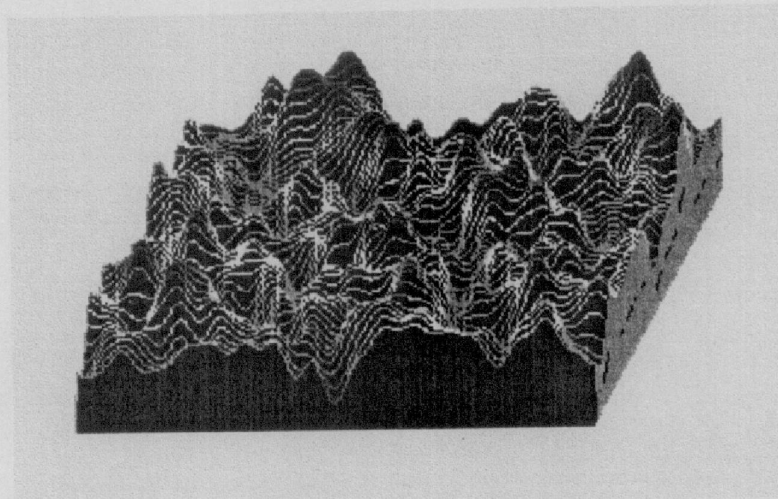


【図 8】

(A)

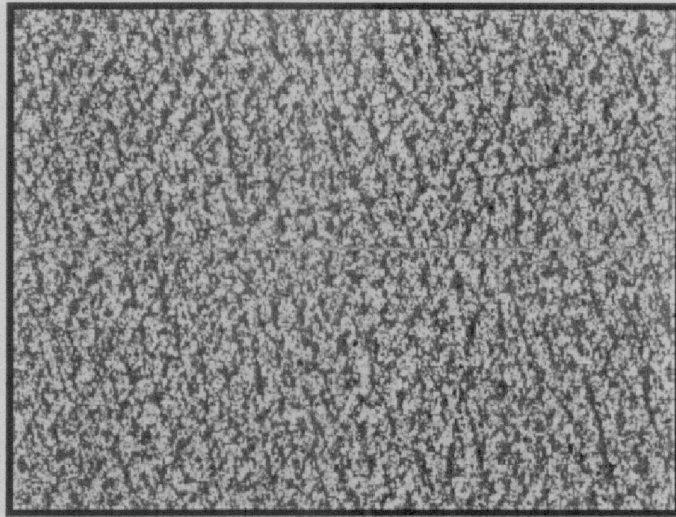


(B)

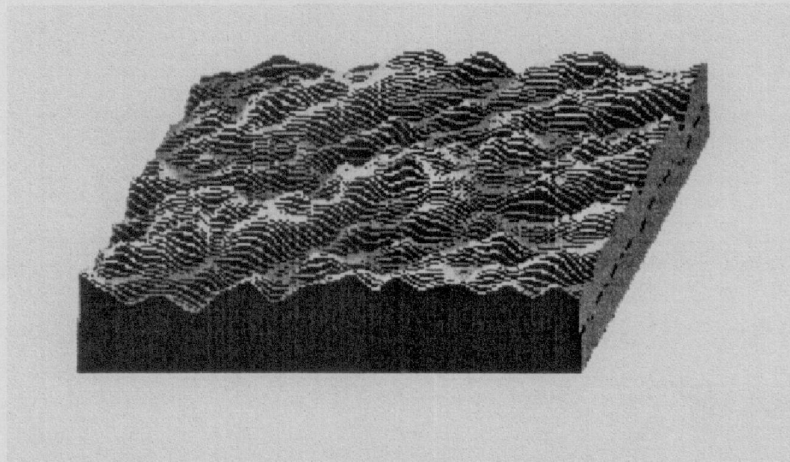


【図 9】

(A)

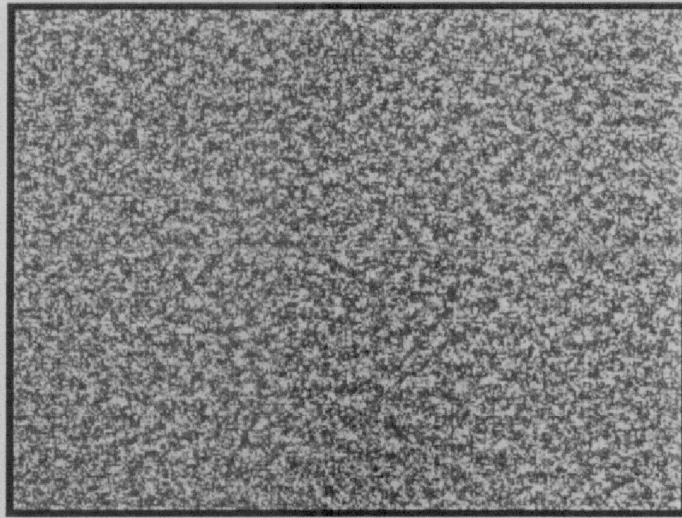


(B)

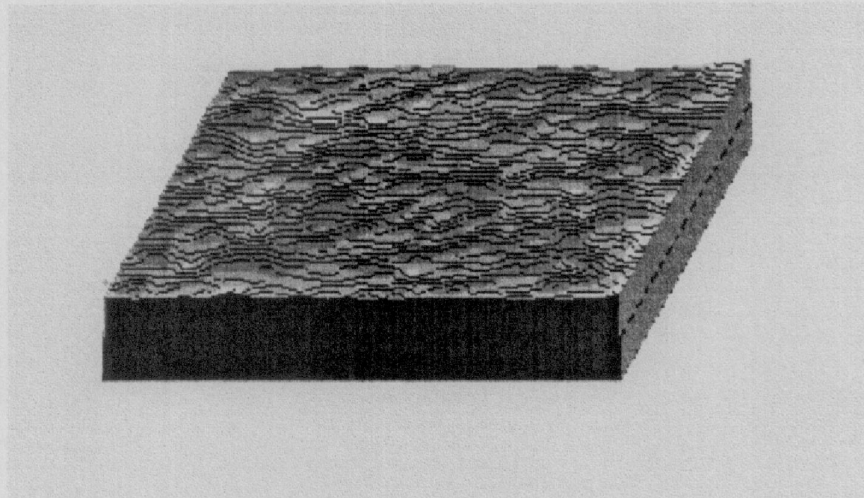


【図 10】

(A)



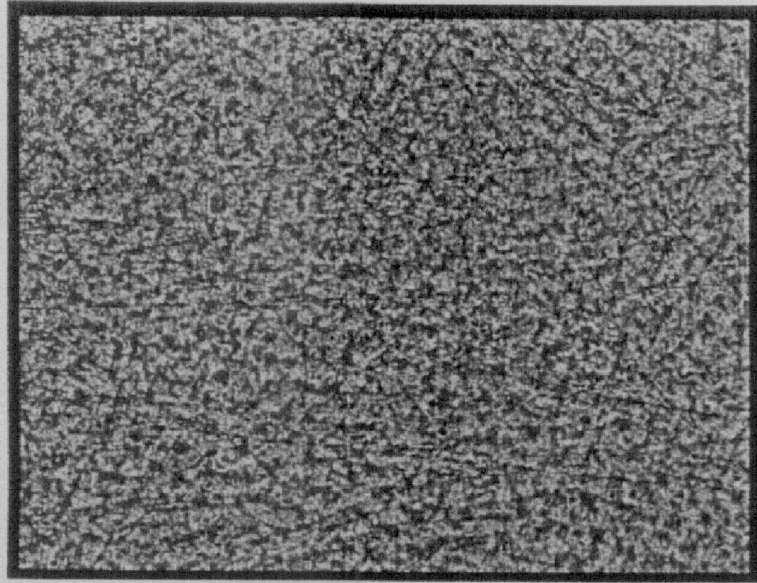
(B)



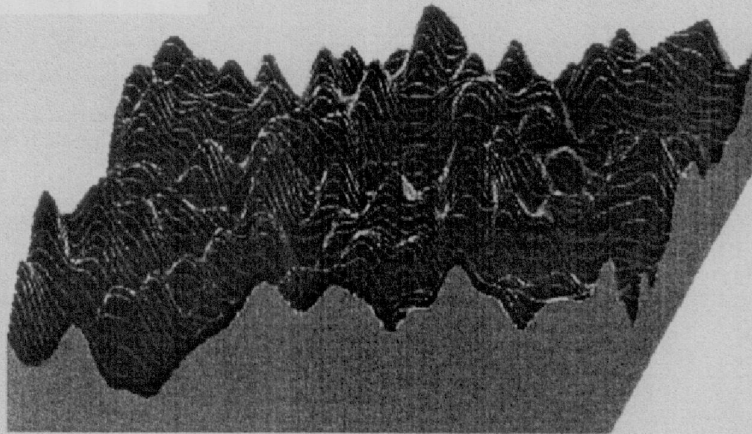


【図 11】

(A)

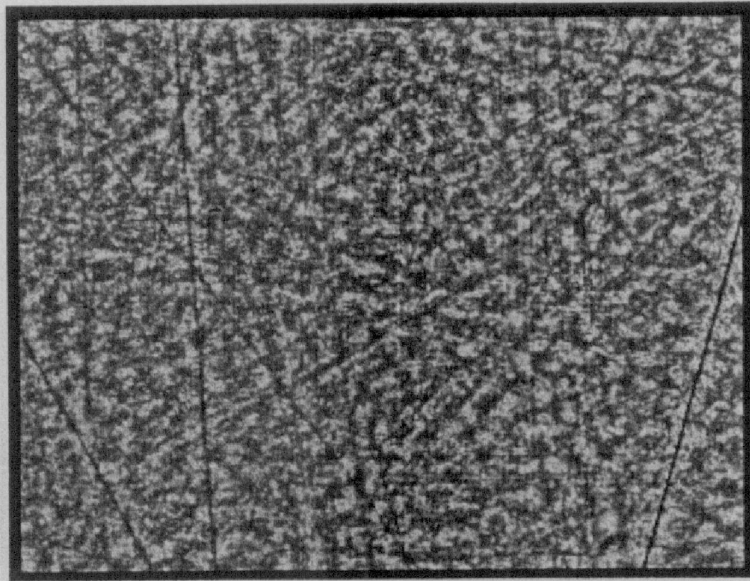


(B)

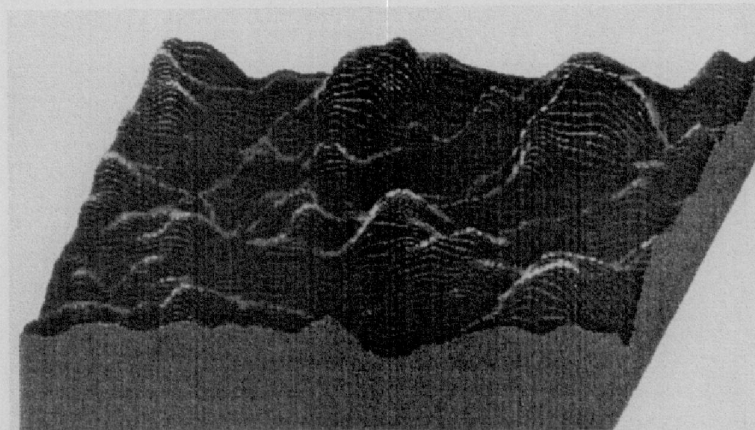


【図 12】

(A)

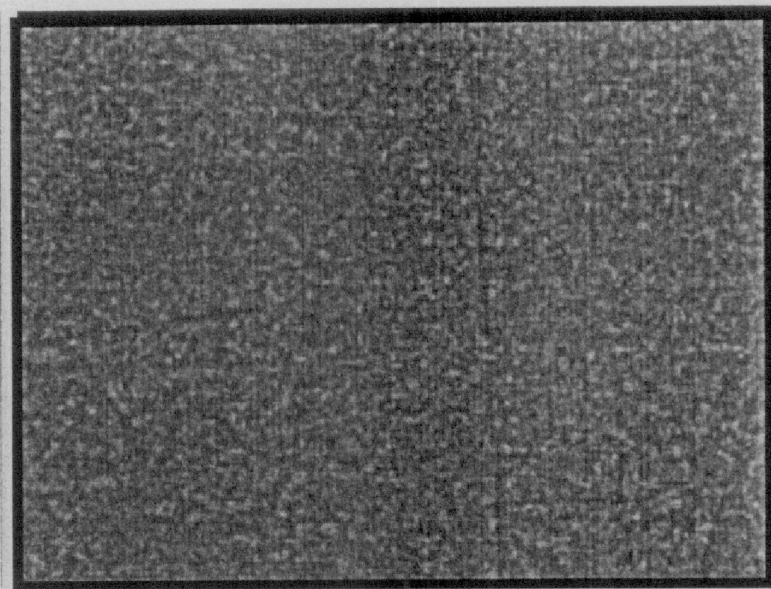


(B)

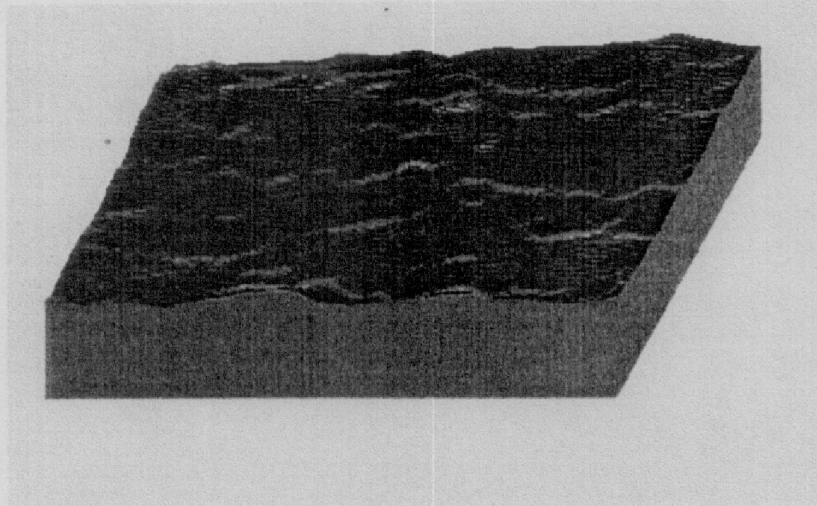


【図 13】

(A)

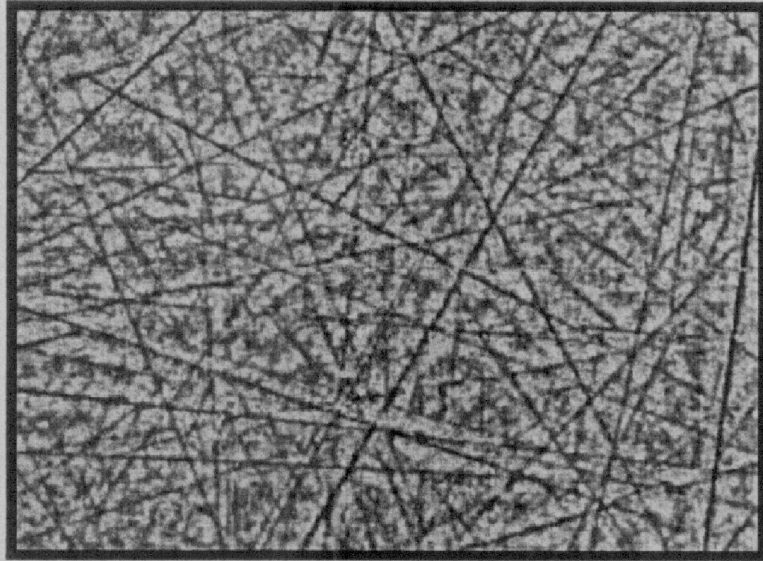


(B)

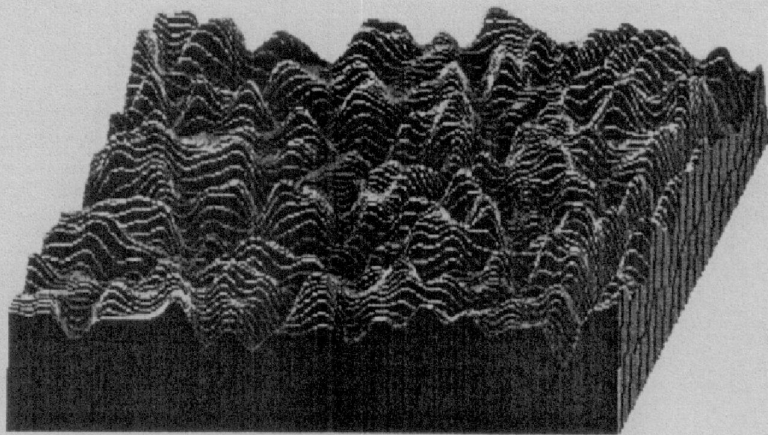


【図 14】

(A)



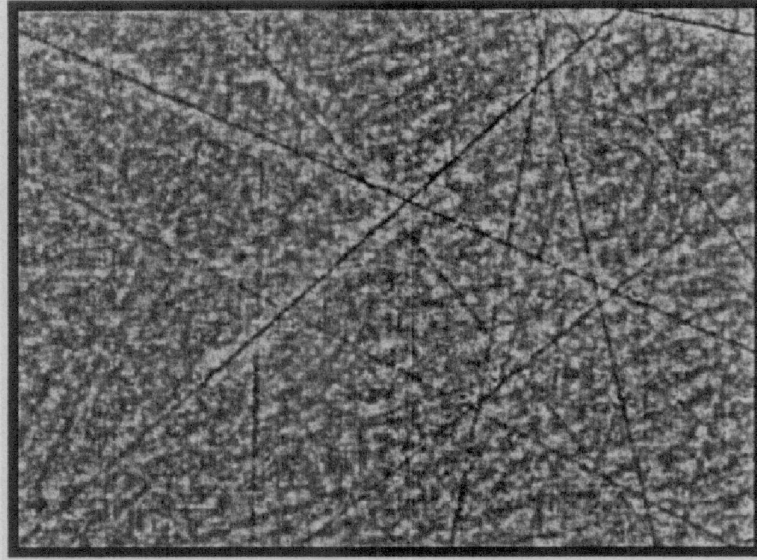
(B)



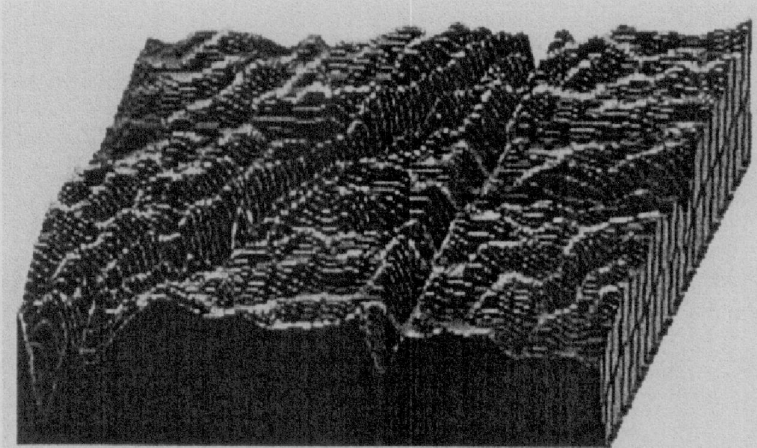


【図 15】

(A)

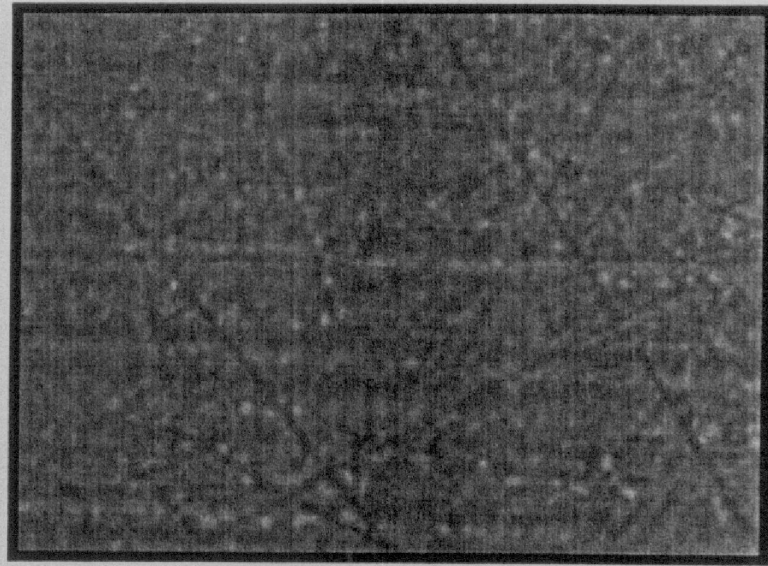


(B)

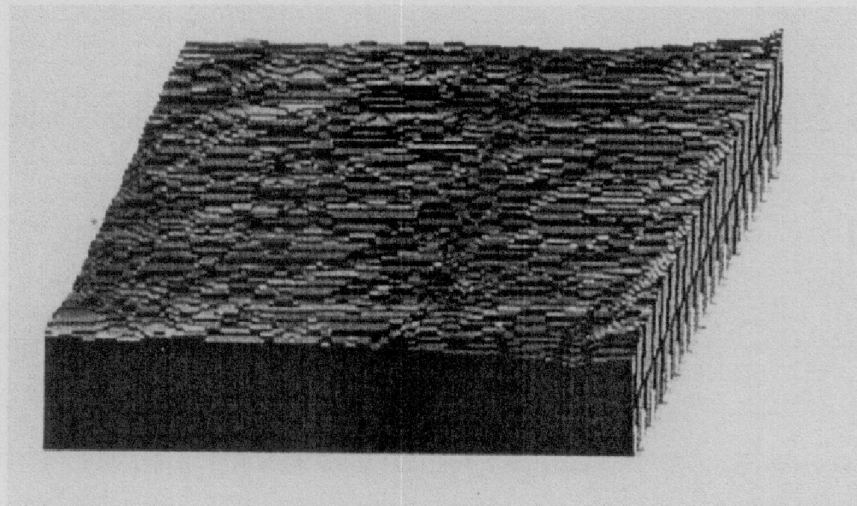


【図 16】

(A)

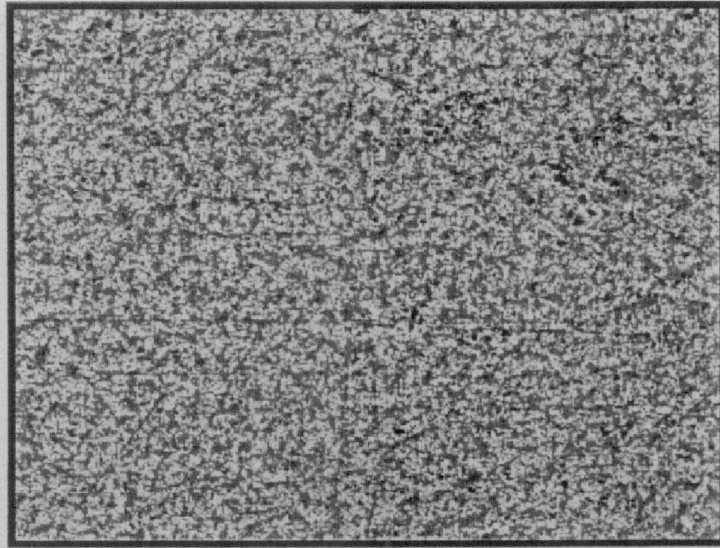


(B)

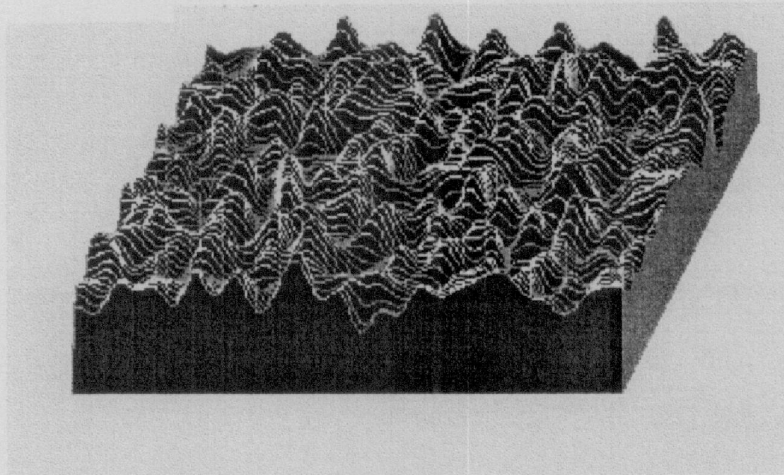


【図 17】

(A)

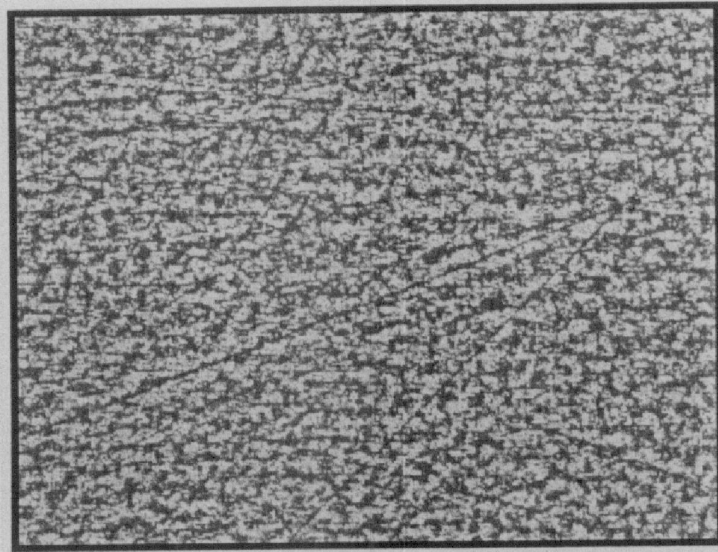


(B)

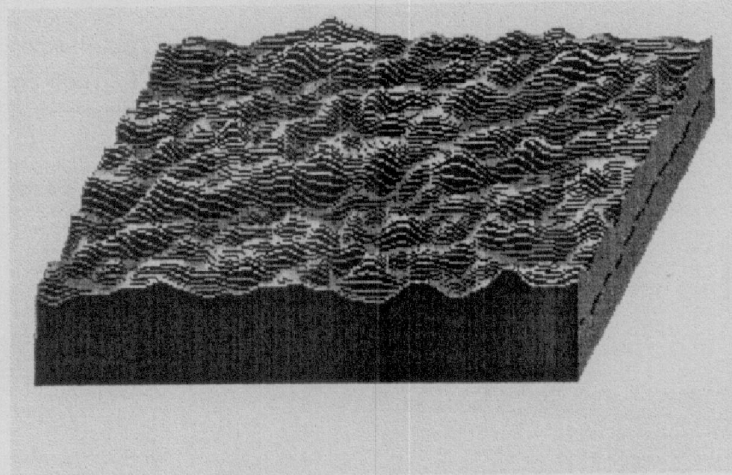


【図 18】

(A)



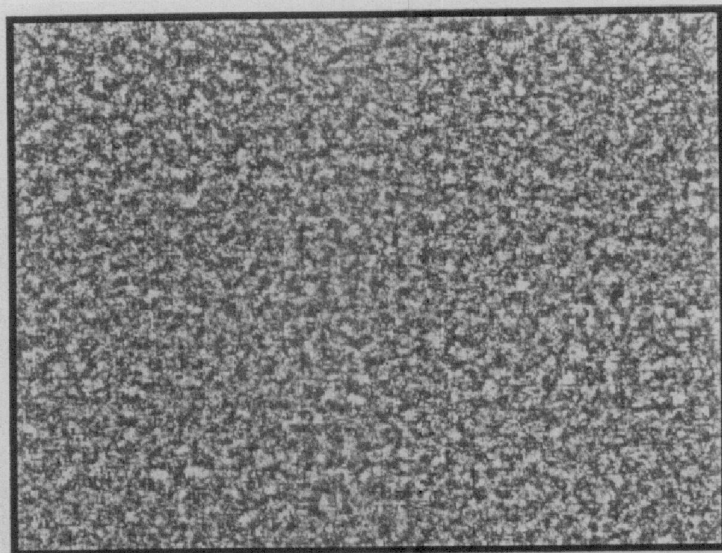
(B)



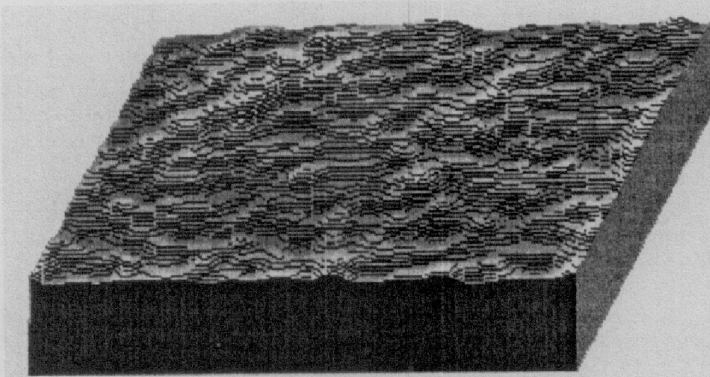


【図 19】

(A)



(B)



---

フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I  
H 0 1 L 21/304 6 2 2 F  
H 0 1 L 21/304 6 2 2 W

(72)発明者 濱田 直之  
東京都昭島市武蔵野三丁目4番1号日本マイクロコーティング株式会社内

審査官 吉 澤 英一

(56)参考文献 特開2005-186246(JP,A)  
特開2000-144113(JP,A)  
特開平05-156239(JP,A)  
特開2005-187616(JP,A)  
特開2005-097375(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)  
C 0 9 K 3 / 1 4  
B 2 4 B 3 7 / 0 0  
B 2 4 B 3 7 / 1 2  
H 0 1 L 2 1 / 3 0 4