

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2010-17841

(P2010-17841A)

(43) 公開日 平成22年1月28日(2010.1.28)

(51) Int. Cl.	F I	テーマコード (参考)
B 2 4 B 37/00 (2006.01)	B 2 4 B 37/00 H	3 C 0 5 8
C 0 9 K 3/14 (2006.01)	C 0 9 K 3/14 5 5 0 D	
	C 0 9 K 3/14 5 5 0 Z	

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 11 頁)

(21) 出願番号	特願2009-127437 (P2009-127437)	(71) 出願人	000002060
(22) 出願日	平成21年5月27日 (2009. 5. 27)		信越化学工業株式会社
(31) 優先権主張番号	特願2008-152899 (P2008-152899)		東京都千代田区大手町二丁目6番1号
(32) 優先日	平成20年6月11日 (2008. 6. 11)	(74) 代理人	100079304
(33) 優先権主張国	日本国 (JP)		弁理士 小島 隆司
		(74) 代理人	100114513
			弁理士 重松 沙織
		(74) 代理人	100120721
			弁理士 小林 克成
		(74) 代理人	100124590
			弁理士 石川 武史
		(72) 発明者	原田 大実
			新潟県上越市頸城区西福島28番地1 信
			越化学工業株式会社合成技術研究所内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 合成石英ガラス基板用研磨剤

(57) 【要約】

【解決手段】コロイド溶液及びポリカルボン酸系ポリマーを含み、当該コロイド濃度が20～50質量%であることを特徴とする合成石英ガラス基板用研磨剤。

【効果】本発明によれば、IC等の製造に重要な光リソグラフィ法において使用されるフォトリソマスク用合成石英ガラス基板等の合成石英ガラスの製造において、合成石英ガラス基板表面の高感度欠陥検査装置で検出される欠陥の生成が抑制され、半導体デバイス製造等において歩留まりの向上が期待され、かつ半導体工業の更なる高精細化につながる。

また、ディスプレイ関連材料に用いられる厚みのある端面を有するフォトリソマスク用合成石英ガラス基板について、研磨における欠陥の発生を抑制し、歩留まりを向上させることができる。

【選択図】なし

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

コロイド溶液及びポリカルボン酸系ポリマーを含み、当該コロイド濃度が 20 ~ 50 質量%であることを特徴とする合成石英ガラス基板用研磨剤。

【請求項 2】

前記コロイド溶液がコロイダルシリカ分散液であることを特徴とする請求項 1 記載の合成石英ガラス基板用研磨剤。

【請求項 3】

前記ポリカルボン酸系ポリマーが、ポリアクリル酸ポリマーであることを特徴とする請求項 1 又は 2 記載の合成石英ガラス基板用研磨剤。

10

【請求項 4】

pH 9 ~ 10.5 である請求項 1、2 又は 3 記載の合成石英ガラス基板用研磨剤。

【請求項 5】

アルカリ金属水酸化物、アルカリ土類金属水酸化物、塩基性塩類、アミン類、アンモニアから選ばれる 1 種又は 2 種以上により pH を調整した請求項 4 記載の合成石英ガラス基板用研磨剤。

【請求項 6】

合成石英ガラス基板が、フォトリソ用合成石英基板であることを特徴とする請求項 1 乃至 5 のいずれか 1 項記載の合成石英ガラス基板用研磨剤。

【発明の詳細な説明】

20

【技術分野】

【0001】

本発明は、主に半導体関連電子材料、ナノインプリント関連材料又はディスプレイ関連材料に用いられる合成石英ガラス基板、特に最先端の半導体関連電子材料用途や、液晶関連材料用途の合成石英ガラス基板に用いられる合成石英ガラス基板用研磨剤に関する。

【背景技術】

【0002】

合成石英ガラス基板の品質としては、基板上的欠陥サイズ及び欠陥密度、平坦度、面粗度、材質の光化学的安定性、表面の化学的安定性等が挙げられる。このうち、基板上的欠陥に関する品質は IC の高精細化のトレンドやディスプレイパネルの大型化に伴ってますます厳しくなっている。

30

【0003】

合成石英ガラス基板の欠陥品質も年々改良されてきたが、例えば半導体用基板としては、実質約 0.3 μm 以下のサイズの凹欠陥が存在している基板が使用されてきた。これは集光ランプによる衛生上問題にならない照度での目視検査や、特開昭 63 - 200043 号公報（特許文献 1）や特開昭 63 - 208746 号公報（特許文献 2）に記載の自動欠陥検査装置による欠陥検査においては、特に 0.5 μm 以下のサイズの欠陥検出確率が低いため、基板の品質向上対策の遅れにつながっていた。

【0004】

このような背景の中、近年高感度の欠陥検査装置が開発され、同装置を用いた表面微細欠陥抑制のための研究が進んだ。特開昭 64 - 40267 号公報（特許文献 3）によれば、ガラス基板上をコロイダルシリカで研磨することによって精密に鏡面化する方法が記載されているが、上記の高感度欠陥検査装置で表面欠陥を分析すると、微細な凹凸欠陥の存在が確認され、微小欠陥抑制方法としては不十分なことが分かった。特開 2002 - 30274 号公報（特許文献 4）によれば、アルミニウムディスク及びガラス製ハードディスク用の研磨剤としてコロイダルシリカを挙げている。より好ましい SiO_2 の濃度範囲として 1 ~ 30 質量%と記載されており、実施例では SiO_2 濃度が 10 質量%や 14 質量%の研磨剤での研磨を行っている。

40

【0005】

しかし、これらの濃度範囲で合成石英ガラス基板を研磨した場合、0.5 μm 以下のサ

50

イズの欠陥が大量に発生してしまう。同様に、シリコンウェーハ用研磨剤としてコロイダルシリカ研磨剤を記載した特許第2987171号公報(特許文献5)や特開2001-3036号公報(特許文献6)でも、実質的にコロイダルシリカ研磨剤を希釈し、SiO₂濃度が10質量%以下で使用しているため、フォトマスク用ガラス基板の研磨剤としては好ましくなかった。

【0006】

また、特開2004-98278号公報(特許文献7)によれば、高純度のコロイダルシリカを中性付近で用いることで凸状の微小欠陥を無くすることができる」と記載されているが、こうした中性域のコロイダルシリカは、金属等の不純物が充分低い高純度品であっても、研磨を重ねるに従ってゲル化したり、増粘したり、又は研磨砥粒の粒度分布が変位したりして、安定的に使用することは事実上不可能である。

10

【0007】

従って、こうした方法の場合には、研磨剤を循環、繰り返し使用することが困難であり、必然的に掛け流し利用となつて、経済的、環境的に好ましくないという重大な問題点があった。

一方、例えば液晶用基板の場合、液晶パネルが大型化するに伴い、使用されるフォトマスク用合成石英ガラス基板も大型化してきており、更なる欠陥抑制が望まれている。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0008】

20

【特許文献1】特開昭63-200043号公報

【特許文献2】特開昭63-208746号公報

【特許文献3】特開昭64-40267号公報

【特許文献4】特開2002-30274号公報

【特許文献5】特許第2987171号公報

【特許文献6】特開2001-3036号公報

【特許文献7】特開2004-98278号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0009】

30

本発明は上記事情に鑑みなされたものであり、欠陥の生成を抑制し、半導体デバイス又はディスプレイパネルの製造等における歩留まりを向上させることができる合成石英ガラス基板用研磨剤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】

【0010】

本発明者らは上記目的を達成するために鋭意検討した結果、コロイダルシリカ等のコロイド溶液とポリカルボン酸系ポリマーを含む研磨剤が、前記課題の解決に有効であることを見出し、本発明をなすに至ったものである。

【0011】

40

即ち、本発明は、以下の合成石英ガラス基板用研磨剤を提供するものである。

(1) コロイド溶液及びポリカルボン酸系ポリマーを含み、当該コロイド濃度が20~50質量%であることを特徴とする合成石英ガラス基板用研磨剤。

(2) 前記コロイド溶液がコロイダルシリカ分散液であることを特徴とする(1)記載の合成石英ガラス基板用研磨剤。

(3) 前記ポリカルボン酸系ポリマーが、ポリアクリル酸ポリマーであることを特徴とする(1)又は(2)記載の合成石英ガラス基板用研磨剤。

(4) pH9~10.5である(1)、(2)又は(3)記載の合成石英ガラス基板用研磨剤。

(5) アルカリ金属水酸化物、アルカリ土類金属水酸化物、塩基性塩類、アミン類、アンモニアから選ばれる1種又は2種以上によりpHを調整した(4)記載の合成石英ガラス

50

基板用研磨剤。

(6) 合成石英ガラス基板が、フォトマスク用合成石英基板であることを特徴とする(1)乃至(5)のいずれかに記載の合成石英ガラス基板用研磨剤。

【発明の効果】

【0012】

本発明によれば、IC等の製造に重要な光リソグラフィ法において使用されるフォトマスク用合成石英ガラス基板等の合成石英ガラスの製造において、合成石英ガラス基板表面の高感度欠陥検査装置で検出される欠陥の生成が抑制され、半導体デバイス製造等において歩留まりの向上が期待され、かつ半導体工業の更なる高精細化につながる。

また、ディスプレイ関連材料に用いられる厚みのある端面を有するフォトマスク用合成石英ガラス基板について、研磨における欠陥の発生を抑制し、歩留まりを向上させることができる。

【発明を実施するための形態】

【0013】

本発明の合成石英ガラス基板用研磨剤はコロイド溶液及びポリカルボン酸系ポリマーを含むものである。

【0014】

ここで、本発明で使用されるコロイド溶液は粒径の細かいコロイド粒子を含むことが好ましく、一次粒子径で5~500nmが好ましく、より好ましくは10~200nm、特に20~150nmが好ましい。粒径が小さすぎると、基板表面にコロイド粒子が付着し易いため洗浄性が悪くなる場合があり、大きすぎると研磨した基板の表面粗さが悪くなり、最終精密研磨用の研磨剤として好ましくない場合がある。なお、この粒子径は、動的光散乱法により測定した値である。

【0015】

また、コロイド溶液の濃度としては、20~50質量%であり、好ましくは35~45質量%である。濃度が20質量%未満ではガラス表面に微小キズが発生し、50質量%を超えると研磨剤が不安定となり、増粘して研磨不能となる。

【0016】

更に、粒径分布は単分散から多分散のもの、又は複数の粒径ピークを持つもの等が挙げられる。

コロイド粒子の種類としては、コロイダルシリカ、コロイダルセリア、コロイダルジルコニア等が挙げられるが、コロイダルシリカが特に好ましい。

【0017】

粒子の形状として球形、繭型、連結型等さまざまな形のコロイド状に分散したコロイダルシリカが挙げられるが、この中では特に球形のコロイダルシリカが好ましい。

【0018】

コロイダルシリカは様々な製法のものがあり、例えば水ガラスから造粒したものや、アルコキシシラン等の有機シリケート化合物等を加水分解したもの等があり、分散媒のpHは保存安定性の観点から通常アルカリ性のものが多いが、中性又は酸性でも可能である。中でもpHが3~5の範囲か、もしくはpHが8~11の範囲が好ましい。更に好ましくはpHが9~10.5の範囲である。pHが中性付近では研磨剤が不安定化し易く、アルカリが強すぎると研磨したガラスに面粗れが発生する場合がある。

【0019】

更に、研磨砥粒シリカは通常は水に分散して使われるが、メタノール、イソプロパノール、エチレングリコール、メチルエチルケトン、トルエン、キシレン等の有機溶媒又はそれらの混合物に分散してあるものであっても構わない。更に、それらの有機溶媒又はその混合物のうち水溶性のものは、水と任意の割合で混合しても構わない。

【0020】

なお、コロイダルシリカの分散液としては、市販品を用いることができ、例えば(株)フジインコーポレーテッド製COMPOL-50, COMPOL-80, COMPOL

10

20

30

40

50

- 120, COMPOL-EXIII、日産化学工業(株)製ST-XL, ST-YL, ST-ZL, Dupon製SYTON、ニッタ・ハース(株)製NALCOシリーズ、扶桑化学工業(株)製GPシリーズ等を用いることができる。

【0021】

以上のスラリー(研磨剤)を用いてガラス基板を研磨するに際して、研磨剤中にポリカルボン酸系ポリマーを添加することで、高感度欠陥検査装置で検出される欠陥数を抑制することができる。

【0022】

本発明者らは欠陥生成機構に関して、以下のように仮定して研究を進めた。

即ち、研磨剤中の研磨砥粒が研磨作用による仕事で砥粒表面間縮合を起こしたり、被研磨表面から除去されたガラス分と砥粒の間で縮合を起こしたりして、欠陥の原因となる活性な粒子を生成し、これが研磨作用によって表面又は端面や面取り面上に縮合付着したり、表面上にキズを生成させていると考え、研磨剤中の研磨砥粒の安定性が重要であるとの認識を持った。

また、ディスプレイ用に用いられる大型のフォトマスク用合成石英ガラス基板の端面又は面取り面は、基板表裏面に比べて鏡面化処理がなされておらず、基板の厚みが増すにつれ、研磨中に研磨スラリーが固着乾固する傾向が強い。

通常、基板の研磨は、両面同時に又は片面ずつ研磨する方法が採用されるが、大型合成石英ガラス基板の研磨時間は少なくとも数十分以上、場合によっては十数時間を要する場合がある。研磨される面は、常に研磨剤と接触して濡れた状態となるが、例えば両面研磨の場合では端面と面取り面、片面研磨の場合では端面と面取り面と裏面が研磨されていない面となり、研磨剤の付着と乾燥が長時間断続的に継続する。そして、研磨されている表裏面は長時間の研磨剤の付着により、また研磨されていない面は研磨剤の付着と乾燥が断続的に起こり、落ちにくい固着物となる。この固着物が研磨後の洗浄工程において完全に除去されず、脱落し表面欠陥の原因となったり又は洗浄中に端面から表面に流れこみ、乾き汚れ(流れ汚れ)となる。このようなことは、通常数十分、長くても1時間程度と研磨時間が短く、研磨工程中において常時研磨剤と接触して濡れている状態である従来の半導体用基板では問題にならなかったことで、大型合成石英ガラス基板の研磨の特殊性に起因するものである。そして、研磨されていない面について、縮合又は乾燥固着後の除去性の向上も重要であると認識した。

【0023】

例えば前述の特開2004-98278号公報に記載されているように、中性領域の高純度コロイダルシリカを用いて研磨する方法は、安定領域のpH10程度のアルカリ性コロイダルシリカに比べて、粒子表面のゼータ電位が低いため、粒子間の電気的反発力が弱くなっており、化学反応的な粒子のガラス表面上付着は抑制できるかもしれないが、研磨砥粒同士が研磨の機械作用で縮合してしまい、すぐにゲル化したり増粘したりすることが確認され、実際には使えない。研磨圧力を抑制して、極力不安定度を抑えたとしても、研磨定盤による剪断力の仕事で粒度分布が高い方にシフトして表面上のキズの原因になる。

【0024】

そこで、本発明者らは研磨剤中にポリカルボン酸系ポリマーを添加して、保護コロイド作用を誘起したり、高分子ゾルゲルのネットワーク構造の中に砥粒を包括したりすることを考えた。このことによって、研磨剤中の研磨砥粒相互の接近、縮合を阻止でき、また研磨砥粒同士が縮合して生成した粒子が被研磨ガラス基板表面上に縮合付着したり、衝突してキズを発生させたりすることを阻止できる。

【0025】

ポリカルボン酸系ポリマーの種類としては、ポリアクリル酸ポリマー、ポリマレイン酸ポリマー、ポリフタル酸ポリマーが好ましい。ポリカルボン酸系ポリマーの濃度は、コロイド溶液の固形分、特にシリカの質量に対し、0.001~1.0質量%、特に0.01~0.5質量%が好ましい。濃度が低すぎるとキズを抑制するのに十分な効果が得られない場合があり、高すぎると高分子ポリマーの粘度の高さにより、研磨剤の研磨機への安定

10

20

30

40

50

供給が困難となる場合がある。また、ポリカルボン酸系ポリマーの重量平均分子量としては、1,000～1億、特に1万～1,000万が好ましい。分子量が小さすぎるとキズを抑制するのに十分な効果が得られない場合があり、大きすぎると粘度が高くなるため、研磨剤の研磨機への安定供給が困難となる場合がある。

なお、重量平均分子量はゲルパーミエーションクロマトグラフィー（GPC）を用いたポリスチレン換算による測定値である。

【0026】

なお、ポリカルボン酸系ポリマー以外の水溶性高分子として、セルロース誘導体、ポリビニルアルコール、ポリビニルピロドリン、ポリアクリルアミド等が例示できるが、これらの水溶性高分子でも粒子の縮合付着やキズの発生に対して一定の効果を期待できるもの、ポリカルボン酸系ポリマーでは、負電荷のカルボキシルイオン同士がお互いに反発し合いネットワークの広がりを助長するため、研磨砥粒を包括し易く、また、負電荷を帯びた被研磨体であるガラス基板表面とも反発するため、特に効果が高い。

10

【0027】

ネットワークに包括され易い研磨砥粒としては、電氣的に電荷を帯びているコロイド粒子が好ましい。ネットワークに包括され易い研磨砥粒のサイズとしては5～500nm、更に好ましくは10～200nmであり、特に20～150nmが好ましい。

【0028】

なお、以上例示した添加物に加えて、pH調整剤、緩衝剤、防錆剤等のその他の添加物を加えてもよい。特に、微小欠陥を抑制するには研磨剤のpH調整が重要であり、pHを9～10.5の範囲にするためにpH調整剤を添加するのが望ましい。

20

【0029】

pH調整剤としては、アルカリ金属の水酸化物、アルカリ土類金属の水酸化物、塩基性塩類、アミン類、アンモニアを使用することができる。例として、水酸化カリウム、水酸化ナトリウム、水酸化カルシウム、ホウ酸ナトリウム、モノエタノールアミン、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン、エチレンジアミン等が挙げられる。例示した添加物は単独で用いても、複数を組み合わせて使用してもよい。中でもジエタノールアミンかトリエタノールアミンが好ましい。

【0030】

pH調整剤は、研磨剤のpHが9～10.5の範囲となる量を添加するのが好ましい。研磨中の研磨剤のpHがこの範囲から逸脱しないことが大切であるため、pH調整剤はそれ以外の添加物を先に添加した上で、最後に加えるのが好ましい。研磨中に研磨剤のpHが変動する場合は適時にpH調整剤を添加してpH9～10.5になるように調整してもよい。アルカリ金属の水酸化物のような解離定数の大きい強塩基の場合、当該pH域では少量の添加量の差でもpHが大きく変動するため、調整するのが難しい。この点で、pH調整剤としては、中程度の塩基であるジエタノールアミンかトリエタノールアミンが好ましい。pHが中性付近ではコロイダルシリカが不安定化し易く、連続的な研磨に不都合が生じる。pHが高すぎると研磨した石英ガラスに面粗れが発生する場合がある。

30

【0031】

pH調整剤以外の添加物としては、カルボン酸とその塩類を使用することもできる。具体的には、鎖状構造のカルボン酸のうち分子量100以上のものや芳香族カルボン酸が好ましい。例えばメタクリル酸、コハク酸、マレイン酸、フマル酸、酒石酸、リンゴ酸、アジピン酸、クエン酸、安息香酸、メチル安息香酸、t-ブチル安息香酸、サリチル酸、フタル酸、イソフタル酸、テレフタル酸、フェニル酢酸とそれらの塩類が挙げられる。例示した添加物は単独で用いても、複数を組み合わせて使用してもよい。これらの分子は水溶性でかさ高いため、研磨剤に添加することで、分子がコロイド粒子に配位して、コロイド状態を安定化させる効果がある。

40

【0032】

本発明の研磨対象である合成石英ガラス基板は、合成石英ガラスインゴットを成型、アニール、スライス加工、ラッピング、粗研磨加工をして得られる。そして、最終的な表面

50

品質を決定する精密研磨工程において、本発明の合成石英ガラス基板用研磨剤を用いて研磨を行う。

【0033】

なお、本発明に係る研磨剤を用いた研磨方法としては、バッチ式の両面研磨が一般的であるが、片面研磨、枚葉式研磨でも構わない。

【0034】

本発明の研磨剤を用いて研磨される合成石英ガラス基板は、半導体関連電子材料や液晶に用いることができ、特にフォトマスク用として好適に使用することができる。

例えば半導体用基板の場合、152mm×152mmで厚さは6.35mm程度である。また、ナノインプリント用基板の場合、ナノインプリント技術が少量多品種生産に向いている性格上、基板サイズも様々な大きさが想定されるが、例えば半導体用基板と同じく、152mm×152mmで厚さは6.35mm程度のものや、65mm×65mmで厚さは6.35mm程度のもの他、直径150mmで厚さ0.5~1.0mmのウェーハ基板が挙げられる。

一方、液晶関連材料の場合、330mm×450mmの場合の厚みは5mm、800mm×920mmの場合の厚みは8mm又は10mm、1220mm×1400mmの場合の厚みは13mm、1600~1800mm×1700~1900mmの場合の厚みは16~20mmである。

【実施例】

【0035】

以下、実施例と比較例を示して本発明を具体的に説明するが、本発明は下記の実施例に制限されるものではない。なお、下記例において、粒子径は動的光散乱法により測定した値である。

【0036】

[実施例1]

スライスされたシリカ合成石英ガラス基板原料(6インチ)をラッピングした後、両面ポリッシュ装置により粗研磨及び最終精密研磨を行った。軟質のスエード製研磨布を用い、研磨剤としてSiO₂濃度が40質量%のコロイダルシリカ水分散液((株)フジマインコーポレーテッド製、一次粒子径78nm)にポリアクリル酸ナトリウム(重量平均分子量25万~70万:和光純薬工業(株)製)を0.5質量%加え、更にジエタノールアミンを添加することでpHを10.0に調整したものをを用いた。研磨荷重は100gfで、取り代は粗研磨工程で入ったキズを除去するのに十分な量(約1μm以上)を研磨した。

【0037】

研磨終了後、洗浄・乾燥してからレーザーコンフォーカル光学系高感度欠陥検査装置(レーザーテック社製)を用いて欠陥検査を行ったところ、サイズが0.15μm以上の欠陥数は平均4.0個であった。

【0038】

[実施例2]

実施例1のポリアクリル酸ナトリウムをポリマレイン酸ナトリウム(重量平均分子量1,000:東亜合成(株)製)に代えた以外は、実施例1と同様にして欠陥検査を行ったところ、欠陥数は平均7.1個であった。

【0039】

[実施例3]

実施例1のポリアクリル酸ナトリウムをアクリル酸/マレイン酸共重合体(重量平均分子量6万:(株)日本触媒製)に代えた以外は、実施例1と同様にして欠陥検査を行ったところ、欠陥数は平均4.4個であった。

【0040】

[実施例4]

実施例1のポリアクリル酸ナトリウムをポリアクリル酸ナトリウム(重量平均分子量2

10

20

30

40

50

万～70万：和光純薬工業（株）製）0.5質量%と安息香酸0.5質量%に代えた以外は、実施例1と同様にして欠陥検査を行ったところ、欠陥数は平均3.2個であった。

【0041】

[実施例5]

スライスされたシリカ合成石英ガラス基板原料（6インチ）をラッピング、粗研磨を行った後、最終精密研磨に導入した。軟質のスエード製研磨布を用い、研磨剤としてアルコキシシランを加水分解して製造された元々pH7、SiO₂濃度40質量%の高純度コロイダルシリカ水分散液（扶桑化学工業（株）製、一次粒子径104nm）にポリアクリル酸ナトリウム（重量平均分子量25万～70万：和光純薬工業（株）製）を0.5質量%添加したものをを用いた（ポリアクリル酸ナトリウムを加えることで研磨剤のpHは7.6となった）。研磨荷重は100gfで、取り代は粗研磨工程に入ったキズを除去するのに十分な量（約1μm以上）を研磨した。

10

実施例1と同様にして欠陥検査を行ったところ、欠陥数は平均4.3個であった。

【0042】

[実施例6]

スライスされたシリカ合成石英ガラス基板原料（6インチ）をラッピング、粗研磨を行った後、最終精密研磨に導入した。軟質のスエード製研磨布を用い、研磨剤としてアルコキシシランを加水分解して製造された元々pH7、SiO₂濃度40質量%の高純度コロイダルシリカ水分散液（扶桑化学工業（株）製、一次粒子径104nm）にポリアクリル酸ナトリウム（重量平均分子量25万～70万：和光純薬工業（株）製）を0.5質量%添加し、更にジエタノールアミンを添加することでpHを10.0に調整したものをを用いた。研磨荷重は100gfで、取り代は粗研磨工程に入ったキズを除去するのに十分な量（約1μm以上）を研磨した。

20

実施例1と同様にして欠陥検査を行ったところ、欠陥数は平均2.3個であった。

【0043】

[実施例7]

スライスされたシリカ合成石英ガラス基板原料（6インチ）をラッピング、粗研磨を行った後、最終精密研磨に導入した。軟質のスエード製研磨布を用い、研磨剤としてアルコキシシランを加水分解して製造された元々pH7、SiO₂濃度40質量%の高純度コロイダルシリカ水分散液（扶桑化学工業（株）製、一次粒子径104nm）にポリアクリル酸ナトリウム（重量平均分子量25万～70万：和光純薬工業（株）製）0.5質量%添加し、更にジエタノールアミンを添加することでpHを10.0に調整したものをを用いた。研磨荷重は100gfで、取り代は粗研磨工程に入ったキズを除去するのに十分な量（約1μm以上）を研磨した。研磨は研磨布表面が粗れて使えなくなる直前まで連続して行った。

30

実施例1と同様にして欠陥検査を行ったところ、欠陥数は研磨初期に研磨された基板は平均3.3個、研磨末期に研磨された基板は平均3.5個であった。

【0044】

[実施例8]

スライスされたシリカ合成石英ガラス基板原料（1220mm×1400mm×1.3mm）をラッピング、片面研磨機により粗研磨を行った後、両面ポリッシュ装置により最終精密研磨を行った。この時の基板端面の面粗さ（Ra）は、0.2μmであった。

40

軟質のスエード製研磨布を用い、研磨剤としてアルコキシシランを加水分解して製造された元々pH7、SiO₂濃度40質量%の高純度コロイダルシリカ水分散液（扶桑化学工業（株）製、一次粒子径104nm）にポリアクリル酸ナトリウム（重量平均分子量25万～70万：和光純薬工業（株）製）0.5質量%添加し、更にジエタノールアミンを添加することでpHを10.0に調整したものをを用いた。研磨荷重は70.0gfで、取り代は粗研磨工程に入ったキズを除去するのに十分な量（約3μm以上）を4時間研磨した。

研磨終了後、洗浄・乾燥してから光散乱式欠陥検査装置（レーザーテック社製）により

50

欠陥検査を行ったところ、端面からの流れ汚れは発生せず、サイズが $0.3\mu\text{m}$ 以上の欠陥数は平均 0.5 個/ 100cm^2 であった。

【0045】

[実施例9]

実施例8のポリアクリル酸ナトリウムをポリマレイン酸ナトリウム（重量平均分子量1,000：東亜合成（株）製）に代えた以外は、実施例8と同様にして欠陥検査を行ったところ、端面からの流れ汚れは発生せず、サイズが $0.3\mu\text{m}$ 以上の欠陥数は平均 0.8 個/ 100cm^2 であった。

【0046】

[実施例10]

実施例8のポリアクリル酸ナトリウムをアクリル酸/マレイン酸共重合体（重量平均分子量6万：（株）日本触媒製）に代えた以外は、実施例8と同様にして欠陥検査を行ったところ、端面からの流れ汚れは発生せず、サイズが $0.3\mu\text{m}$ 以上の欠陥数は平均 0.7 個/ 100cm^2 であった。

【0047】

[実施例11]

実施例8のポリアクリル酸ナトリウムをポリアクリル酸ナトリウム（重量平均分子量2万~70万：和光純薬工業（株）製） 0.5 質量%と安息香酸 0.5 質量%に代えた以外は、実施例8と同様にして欠陥検査を行ったところ、端面からの流れ汚れは発生せず、サイズが $0.3\mu\text{m}$ 以上の欠陥数は平均 0.4 個/ 100cm^2 であった。

【0048】

[実施例12]

スライスされたシリカ合成石英ガラス基板原料（ $1600\text{mm}\times 1700\text{mm}\times 18\text{mm}$ ）をラッピング、粗研磨を行った後、最終精密研磨に導入した。軟質のスエード製研磨布を用い、研磨剤としてアルコキシシランを加水分解して製造された元々 $\text{pH}7$ 、 SiO_2 濃度 40 質量%の高純度コロイダルシリカ水分散液（扶桑化学工業（株）製、一次粒子径 104nm ）にポリアクリル酸ナトリウム（重量平均分子量25万~70万：和光純薬工業（株）製）を 0.5 質量%添加したものをを用いた（ポリアクリル酸ナトリウムを加えることで研磨剤の pH は 7.6 となった）。研磨荷重は 70.0gf で、取り代は粗研磨工程で入ったキズを除去するのに十分な量（約 $3\mu\text{m}$ 以上）を研磨した。

実施例8と同様にして欠陥検査を行ったところ、端面からの流れ汚れは発生せず、サイズが $0.3\mu\text{m}$ 以上の欠陥数は平均 0.5 個/ 100cm^2 であった。

【0049】

[実施例13]

研磨剤としてアルコキシシランを加水分解して製造された元々 $\text{pH}7$ 、 SiO_2 濃度 40 質量%の高純度コロイダルシリカ水分散液（扶桑化学工業（株）製、一次粒子径 104nm ）にポリアクリル酸ナトリウム（重量平均分子量25万~70万：和光純薬工業（株）製）を 0.5 質量%添加し、更にジエタノールアミンを添加することで pH を 10.0 に調整したものをを用い、研磨荷重は 70.0gf で、取り代は粗研磨工程で入ったキズを除去するのに十分な量（約 $3\mu\text{m}$ 以上）を研磨した以外は、実施例12と同じとした。

実施例8と同様にして欠陥検査を行ったところ、端面からの流れ汚れは発生せず、サイズが $0.3\mu\text{m}$ 以上の欠陥数は平均 0.5 個/ 100cm^2 であった。

【0050】

[実施例14]

研磨剤としてアルコキシシランを加水分解して製造された元々 $\text{pH}7$ 、 SiO_2 濃度 40 質量%の高純度コロイダルシリカ水分散液（扶桑化学工業（株）製、一次粒子径 104nm ）にポリアクリル酸ナトリウム（重量平均分子量25万~70万：和光純薬工業（株）製） 0.5 質量%添加し、更にジエタノールアミンを添加することで pH を 10.0 に調整したものをを用いた。研磨荷重は 70.0gf で、取り代は粗研磨工程で入ったキズを除去するのに十分な量（約 $3\mu\text{m}$ 以上）を研磨した。研磨は研磨布表面が粗れて使えなく

10

20

30

40

50

なる直前まで連続して行った以外は、実施例 1 2 と同じとした。

実施例 1 と同様にして欠陥検査を行ったところ、端面からの流れ汚れは発生せず、欠陥数は研磨初期に研磨された基板は平均 0.5 個 / 100 cm²、研磨末期に研磨された基板は平均 1.2 個 / 100 cm²であった。

【0051】

[比較例 1]

実施例 1 において、最終研磨に使用する研磨剤にポリアクリル酸ナトリウムを添加しないで研磨すること以外、全て実施例 1 と同じ条件で行った。その結果、同様にしてレーザーコンフォーカル光学系高感度欠陥検査装置を用いて欠陥検査を行ったところ、欠陥数は平均 5.2 個であった。

10

【0052】

[比較例 2]

スライスされたシリカ合成石英ガラス基板原料 (6 インチ) をラッピング、粗研磨を行った後、最終精密研磨に導入した。軟質のスエード製研磨布を用い、研磨剤としてアルコキシシランを加水分解して製造された pH 7、SiO₂ 濃度 40 質量% の高純度コロイダルシリカ水分散液 (扶桑化学工業 (株) 製、一次粒子径 104 nm) にポリアクリル酸ナトリウムを添加しないで用いた。研磨荷重は 100 gf で、取り代は粗研磨工程で入ったキズを除去するのに十分な量 (約 1 μm 以上) を研磨した。

その結果、研磨を始めて 4 バッチ目で研磨剤が若干増粘して研磨しにくくなり、6 バッチ目では事実上研磨不能となった。

20

実施例 1 と同様にして欠陥検査を行ったところ、欠陥数は研磨初期に研磨された基板は平均 10.9 個、研磨末期 (6 バッチ目) に研磨された基板は平均 26.5 個であった。

【0053】

[比較例 3]

実施例 8 において、最終研磨に使用する研磨剤にポリアクリル酸ナトリウムを添加しないで研磨すること以外、全て実施例 8 と同じ条件で行った。その結果、光散乱式欠陥検査装置 (レーザーテック社製) により欠陥検査を行ったところ、端面からの流れ汚れが発生し、サイズが 0.3 μm 以上の欠陥数は平均 5.0 個 / 100 cm²であった。

【0054】

[比較例 4]

スライスされたシリカ合成石英ガラス基板原料 (1220 mm × 1400 mm × 1.3 mm) をラッピング、粗研磨を行った後、最終精密研磨に導入した。軟質のスエード製研磨布を用い、研磨剤としてアルコキシシランを加水分解して製造された pH 7、SiO₂ 濃度 40 質量% の高純度コロイダルシリカ水分散液 (扶桑化学工業 (株) 製、一次粒子径 104 nm) にポリアクリル酸ナトリウムを添加しないで用いた。研磨荷重は 70.0 gf で、取り代は粗研磨工程で入ったキズを除去するのに十分な量 (約 3 μm 以上) を研磨した。

30

その結果、研磨を始めて 1 バッチ目で研磨剤が若干増粘して研磨しにくくなり、2 バッチ目では事実上研磨不能となった。

また、実施例 8 と同様にして欠陥検査を行ったところ、端面からの流れ汚れが発生し、サイズが 0.3 μm 以上の欠陥数は平均 8.4 個 / 100 cm²であった。

40

フロントページの続き

- (72)発明者 竹内 正樹
新潟県上越市頸城区西福島 2 8 番地 1 信越化学工業株式会社合成技術研究所内
- (72)発明者 柴野 由紀夫
新潟県上越市頸城区西福島 2 8 番地 1 信越化学工業株式会社合成技術研究所内
- (72)発明者 上田 修平
新潟県上越市頸城区西福島 2 8 番地 1 信越化学工業株式会社合成技術研究所内
- (72)発明者 渡部 厚
新潟県上越市頸城区西福島 2 8 番地 1 信越化学工業株式会社合成技術研究所内
- Fターム(参考) 3C058 AA07 CA06 CB02 CB10 DA02 DA12