

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5098483号  
(P5098483)

(45) 発行日 平成24年12月12日(2012.12.12)

(24) 登録日 平成24年10月5日(2012.10.5)

(51) Int.Cl.		F I	
<b>B 2 4 B</b>	<b>1/00</b>	<b>(2006.01)</b>	B 2 4 B 1/00 B
<b>B 2 4 B</b>	<b>37/00</b>	<b>(2012.01)</b>	B 2 4 B 37/00 H
<b>H O 1 L</b>	<b>21/304</b>	<b>(2006.01)</b>	H O 1 L 21/304 6 2 2 D
			H O 1 L 21/304 6 2 2 W

請求項の数 1 (全 6 頁)

(21) 出願番号	特願2007-193056 (P2007-193056)	(73) 特許権者	000183303
(22) 出願日	平成19年7月25日 (2007.7.25)		住友金属鉱山株式会社
(65) 公開番号	特開2009-28814 (P2009-28814A)		東京都港区新橋5丁目11番3号
(43) 公開日	平成21年2月12日 (2009.2.12)	(74) 代理人	100095223
審査請求日	平成22年1月25日 (2010.1.25)		弁理士 上田 章三
		(72) 発明者	松本 博
			東京都青梅市末広町1丁目6番1号 住友 金属鉱山株式会社 青梅研究所内
		審査官	橋本 卓行

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 サファイア基板の研磨方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

研磨布が装着された研磨定盤にサファイア基板を押し付け、かつ、研磨布とサファイア基板の間に、酸化珪素粒子、分散剤、pH調整剤、水を含むCMP研磨剤を供給しながら、上記サファイア基板と研磨定盤を動かしてサファイア基板を研磨する方法において、  
pHが10.5から11.5の範囲で、電位(ゼータ電位)が-20mVから-35mVであるCMP研磨剤を適用し、かつ、研磨表面の平坦度がRaで0.2nm以下で、  
研磨速度が5μm/hour以上の研磨条件によりサファイア基板を研磨することを特徴とするサファイア基板の研磨方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、半導体素子等の製造に使用されるエピタキシャル膜の形成用サファイア基板に係り、特に、研磨面の平坦度と研磨速度が改善されたサファイア基板の研磨方法に関するものである。

【背景技術】

【0002】

半導体結晶や水晶等の酸化物結晶の鏡面研磨には、研磨表面の平坦化のためにCMP(ケミカルメカニカルポリッシュ)技術が広く用いられている。上記CMP技術とは、化学的に表面層を変質させながら研磨剤と研磨布によって被研磨面を機械的に磨く技術のこと

である。そして、集積回路のようなシリコンや金属配線材等均一ではない材質の被研磨面を平坦に研磨する場合、化合物半導体のように比較的柔らかい材質の被研磨面を研磨する場合、炭化珪素やサファイアのように非常に硬い材質の被研磨面を研磨する場合、それぞれの場合に適合した研磨剤と研磨布を選定しなければならない。尚、比較的柔らかい材質の被研磨面の最終仕上げには酸化セリウム系の研磨剤が、また、表面平坦度の高い表面仕上げには粒子の大きさが均一な酸化珪素（コロイダルシリカ）の研磨剤が用いられる傾向がある。

#### 【0003】

ところで、キズや表面の凹凸が極めて小さい平坦な面を得る方法としては上述のCMP技術が適しているが、研磨レートが遅いため、研磨効率は悪かった。そこで、キズが無いレベルの平坦度を維持しながら研磨速度を速めるため、CMP研磨剤に新たな粒子（キャリア粒子）を加えて研磨レートを上げる方法が特開2003-282498号公報において提案され、また、凹凸を有する表面の研磨法に関し、その平坦性を向上させるため、特定分散剤（ポリビニルアミン）を用いる方法が特開2005-48122号公報において提案されている。但し、これ等公報に記載された方法は、そのいずれもが酸化セリウム系のCMP研磨剤を対象とするものであった。

10

#### 【0004】

他方、サファイア基板を研磨する場合、上記酸化セリウム系のCMP研磨剤よりも酸化珪素（コロイダルシリカ）系を用いた方が、表面の平坦度も良く研磨速度も比較的速いことが知られている。従って、酸化セリウム系のCMP研磨剤を対象とした上述の改善方法をサファイア基板の研磨法に直接利用することはできないため、酸化珪素（コロイダルシリカ）系のCMP研磨剤を用いた別異の方法が試みられている。

20

#### 【0005】

また、サファイア基板は非常に硬い材質であるため、サファイア基板の研磨速度を安定させるには、研磨パッド（研磨布）の表面状態の管理、研磨時の圧力や研磨定盤の回転数、CMP研磨剤の流量等を管理しなければならなかった。例えば、連続で5時間研磨した場合、次第に研磨速度が落ちてくるため、定期的に研磨パッドの目立てを行わなければならない。そして、研磨速度を上げるためには、初期の速度を上げることと、速度の低下を防止することのどちらの対策も有効であった。

【特許文献1】特開2003-282498号公報

【特許文献2】特開2005-48122号公報

30

#### 【発明の開示】

#### 【発明が解決しようとする課題】

#### 【0006】

ところで、サファイア基板の研磨方法では、研磨表面の平坦度（粗さ）としてはRaで0.2nm程度を維持し、研磨速度は5 $\mu$ m/hour以上の研磨条件が求められている。

#### 【0007】

しかし、特開2003-282498号公報や特開2005-48122号公報に記載の方法は、酸化セリウム系のCMP研磨剤を対象とし、酸化珪素（コロイダルシリカ）系のCMP研磨剤を用いるサファイア基板の研磨法に利用できないため、上述したようにこれ等公報に記載された方法とは別異の改善方法が試みられていた。

40

#### 【0008】

例えば、サファイア基板の研磨速度を速めるため、研磨粒子を大きくして研磨加重を上げる方法や、研磨粒子の粒度分布を大きくする方法等が有効であるとされていた。しかし、仕上がりの表面粗さが粗くなり、キズが増えるという問題があった。

#### 【0009】

また、研磨圧力を上げる方法でも研磨速度は速くなる。しかし、研磨定盤の温度上昇に伴う研磨定盤の変形、サファイア基板をポリッシングヘッド等に固定させるワックスの軟化、摩擦力の増加に起因して研磨定盤を回転させるための電力負荷の増加等、解決すべき新たな課題が発生する問題を有していた。

50

## 【 0 0 1 0 】

本発明はこのような問題点に着目してなされたもので、その課題とするところは、従来の研磨機がそのまま利用でき、しかも、研磨速度を速められると共に、表面にキズや突起等の表面欠陥が無く、研磨表面の平坦度が高いサファイア基板の研磨方法を提供することにある。

## 【課題を解決するための手段】

## 【 0 0 1 1 】

そこで、上記課題を解決するため本発明者が鋭意研究を行ったところ、pHが10.5から11.5の範囲で、電位（ゼータ電位）が-20mVから-35mVである酸化珪素（コロイダルシリカ）系のCMP研磨剤を用いた場合、サファイア基板表面に酸化珪素の微粒子が凝集され難くなって、順次供給される新たなCMP研磨剤（スラリー）がサファイア基板の表面に到達され易くなり、これにより研磨面の平坦度と研磨速度が改善されることを見出すに至った。本発明はこのような技術的発見により完成されている。

10

## 【 0 0 1 2 】

すなわち、請求項1に係る発明は、

研磨布が装着された研磨定盤にサファイア基板を押し付け、かつ、研磨布とサファイア基板の間に、酸化珪素粒子、分散剤、pH調整剤、水を含むCMP研磨剤を供給しながら、上記サファイア基板と研磨定盤を動かしてサファイア基板を研磨する方法を前提とし、

pHが10.5から11.5の範囲で、電位（ゼータ電位）が-20mVから-35mVであるCMP研磨剤を適用し、かつ、研磨表面の平坦度がRaで0.2nm以下で、研磨速度が5μm/hour以上の研磨条件によりサファイア基板を研磨することを特徴とするものである。

20

## 【発明の効果】

## 【 0 0 1 3 】

本発明に係るサファイア基板の研磨方法によれば、

pHが10.5から11.5の範囲で、電位（ゼータ電位）が-20mVから-35mVである酸化珪素系のCMP研磨剤を用いているため、研磨速度が速く、表面にキズや突起等の表面欠陥が無く、表面の平坦度が高いサファイア基板を得ることが可能となる。

## 【発明を実施するための最良の形態】

## 【 0 0 1 4 】

以下、本発明の実施の形態について詳細に説明する。

30

## 【 0 0 1 5 】

まず、本発明に係るサファイア基板の研磨方法は、pHが10.5から11.5の範囲で、電位（ゼータ電位）が-20mVから-35mVである酸化珪素（コロイダルシリカ）系のCMP研磨剤を用いることを特徴とする。

## 【 0 0 1 6 】

上記CMP研磨剤においては、10重量%～50重量%の研磨剤（酸化珪素）を含有するものが一般に使用される。尚、CMP研磨剤に用いられる研磨剤（酸化珪素）の製造方法は任意であるが、粒子直径は40～150nm程度のものが望ましい。粒子径が大きければ、研磨速度は若干速くなるが、表面粗さは悪くなり、逆に粒子径が小さければ研磨速度が極端に遅くなるからである。

40

## 【 0 0 1 7 】

また、上記CMP研磨剤には、酸化珪素粒子の凝縮を防止するため分散剤が添加され、CMP研磨剤のpH調整のためpH調整剤が添加される。そして、分散剤の添加量は酸化珪素重量の0.01%から2%の範囲が望ましく、分散剤の種類については特に限定されず任意である。分散剤の添加量が2%を超えても分散効果が比例して上がることはなく、また、0.01%未満であると分散効果が不十分になるからである。

## 【 0 0 1 8 】

次に、被研磨材のサファイア基板と酸化珪素の電位（ゼータ電位）については、pH依存性があるためpHの調整が必要である。pH9付近で酸化アルミニウム粒子、サファ

50

イア基板表面のゼータ電位は等電位点になり、pHが10以上ではマイナスになることが知られている。他方、酸化珪素はpH2.5付近で等電位点を通り、pH9付近までゼータ電位は下がる。従って、CMP研磨剤のpHが10以上になれば、サファイア基板と酸化珪素の間でゼータ電位が同符号になるため、サファイア基板上に酸化珪素が凝集し難くなる。尚、CMP研磨剤のpHが11.5以上になると、酸化珪素(コロイダルシリカ)の凝集、研磨機の部材が劣化する等の新たな問題が発生する。

【0019】

そして、酸化珪素粒子、分散剤、pH調整剤、水を含むCMP研磨剤において、pHが10.5から11.5の範囲で、電位(ゼータ電位)が-20mVから-35mVであるCMP研磨剤を用いた場合、研磨布とサファイア基板の間に上記CMP研磨剤を供給しながらサファイア基板と研磨定盤を動かしてサファイア基板を研磨したとき、新鮮なCMP研磨剤(スラリー)がサファイア基板の表面に供給され易くなる。これは、上記CMP研磨剤を用いた場合、サファイア基板と酸化珪素の間でゼータ電位が同符号になっていることから、サファイア基板表面に酸化珪素の微粒子が凝集され難く、新たに供給されるCMP研磨剤(スラリー)がサファイア基板の表面に到達し易くなっているからである。

10

【0020】

以下、本発明を実施例により具体的に説明する。

【実施例1】

【0021】

酸化珪素粒子の濃度が40重量%に調整されたコロイダルシリカに、分散剤とpH調整剤をそれぞれ添加して、pHが11で、電位(ゼータ電位)が-24.55mVであるCMP研磨剤(スラリー)を調製した。尚、上記CMP研磨剤中における酸化珪素の電位(ゼータ電位)の測定には、大塚電子社製のゼータ電位計 ELSZ2を用いた。

20

【0022】

そして、調製されたCMP研磨剤(スラリー)を用いて直径3インチのサファイア基板の研磨を行ない、研磨速度と研磨面の平坦度を測定した。

【0023】

尚、研磨条件は、研磨布(研磨パッド)が装着された研磨定盤の回転数:60rpm、研磨荷重:120k・pas、研磨剤(スラリー)の供給量:5l/minで、上記研磨布(研磨パッド)には不織布を用い、2時間連続で研磨を行なった。

30

【0024】

そして、NIDEC社製のFT17を用いて研磨面の平坦度を測定した。

【0025】

測定の結果、研磨表面の平坦度はRaで0.1nm、研磨速度は5.5μm/hourであり、上述の研磨条件(平坦度はRaで0.2nm程度、研磨速度は5μm/hour以上)を満たしており、かつ、研磨表面に傷やピットの欠陥は無かった。

【比較例1】

実施例1と略同一の方法により、pHが10で、電位(ゼータ電位)が-46.2mVであるCMP研磨剤(スラリー)を調製した。

【0026】

そして、このCMP研磨剤(スラリー)を用いて直径3インチのサファイア基板の研磨を行ない、研磨速度と研磨面の平坦度を測定した。

40

【0027】

尚、研磨条件は、研磨定盤の回転数:60rpm、研磨荷重:120k・pas、研磨剤(スラリー)の供給量:5l/minで、研磨布(研磨パッド)に不織布を用い、2時間連続で研磨を行なった。

【0028】

測定の結果、研磨表面の平坦度はRaで0.2μm、研磨速度は3.5μm/hourであり、上記研磨条件(平坦度はRaで0.2nm程度、研磨速度は5μm/hour以上)を満たしていなかったが、研磨表面に傷やピットの欠陥は無かった。

50

## [ 比較例 2 ]

実施例 1 と略同一の方法により、pH が 12 で、電位（ゼータ電位）が  $-46.2$  mV である CMP 研磨剤（スラリー）を調製した。

## 【 0029 】

そして、この CMP 研磨剤（スラリー）を用いて直径 3 インチのサファイア基板の研磨を行ない、研磨速度と研磨面の平坦度を測定した。

## 【 0030 】

尚、研磨条件は、研磨定盤の回転数： $60$  rpm、研磨荷重： $120$  k・pas、研磨剤（スラリー）の供給量： $5$  l/min で、研磨布（研磨パッド）に不織布を用い、2 時間連続で研磨を行なった。

10

## 【 0031 】

測定の結果、研磨表面の平坦度は Ra で  $0.2$   $\mu$ m、研磨速度は  $3$   $\mu$ m/hour であり、上記研磨条件（平坦度は Ra で  $0.2$  nm 程度、研磨速度は  $5$   $\mu$ m/hour 以上）を満たしていなかったが、研磨表面に傷やピットの欠陥は無かった。

## 【 産業上の利用可能性 】

## 【 0032 】

本発明に係るサファイア基板の研磨方法によれば、研磨速度が速く、表面にキズや突起等の表面欠陥が無く、表面の平坦度が高いサファイア基板を得ることが可能となる。

## 【 0033 】

従って、エピタキシャル膜形成用のサファイア基板を研磨する方法として適用される産業上の利用可能性を有している。

20

---

フロントページの続き

- (56)参考文献 特開2007-138133(JP,A)  
国際公開第2006/115581(WO,A1)  
特開2004-168622(JP,A)  
特開2002-203818(JP,A)  
特開2002-352043(JP,A)  
特開2004-289170(JP,A)  
特開2007-134688(JP,A)  
特開2005-353681(JP,A)  
特開平10-106993(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

B24B 1/00  
B24B 37/00  
H01L 21/304