

(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2009-297818

(P2009-297818A)

(43) 公開日 平成21年12月24日(2009.12.24)

(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	3C049
B 2 4 B 9/16 (2006.01)	B 2 4 B 9/16	3C058
C 0 9 K 3/14 (2006.01)	C 0 9 K 3/14 550D	
	C 0 9 K 3/14 550Z	

審査請求 未請求 請求項の数 11 O L (全 13 頁)

(21) 出願番号	特願2008-153253 (P2008-153253)	(71) 出願人	000178310
(22) 出願日	平成20年6月11日 (2008.6.11)		山口精研工業株式会社
			愛知県名古屋市緑区鳴海町字母呂後153番地
		(74) 代理人	100088616
			弁理士 渡邊 一平
		(74) 代理人	100089347
			弁理士 木川 幸治
		(74) 代理人	100135987
			弁理士 菅野 重慶
		(72) 発明者	加藤 宣勝
			愛知県名古屋市緑区鳴海町字母呂後153番地 山口精研工業株式会社内
		Fターム(参考)	3C049 AA07 AA09 CA01 CB01 CB03 3C058 AA07 AA09 CA01 CB01 CB03

(54) 【発明の名称】 サファイア基板用研磨液組成物、及びサファイア基板の研磨方法

(57) 【要約】

【課題】高い研磨速度で、被研磨面の表面粗度に優れたサファイア基板を作製することのできるサファイア基板用研磨液組成物、それを用いたサファイア基板の研磨方法を提供する。

【解決手段】サファイア基板用研磨液組成物は、サファイア基板を研磨するときに使用され、アルカノールアミン化合物とパーフルオロアルキル基を有するフッ素系化合物の少なくとも一方と、シリカ粒子、及び水を含む。本発明のサファイア基板用研磨液組成物を用いてサファイア基板を研磨することにより、研磨速度を向上させ、被研磨面の表面粗度を低減することができる。

【選択図】なし

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

サファイア基板を研磨するときに使用され、アルカノールアミン化合物とパーフルオロアルキル基を有するフッ素系化合物の少なくとも一方と、シリカ粒子、及び水を含有してなるサファイア基板用研磨液組成物。

【請求項 2】

前記シリカ粒子がコロイダルシリカである請求項 1 に記載のサファイア基板用研磨液組成物。

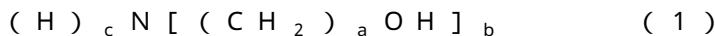
【請求項 3】

前記コロイダルシリカの含有量が 5 ~ 50 重量%である請求項 2 に記載のサファイア基板用研磨液組成物。

10

【請求項 4】

前記アルカノールアミン化合物は、一般式 (1) である請求項 1 ~ 3 のいずれか 1 項に記載のサファイア基板用研磨液組成物。



〔式中、a は 2 ~ 5 のアルキレン基、b は 1 ~ 3、c は、0 ~ 2、ただし、b + c = 3〕

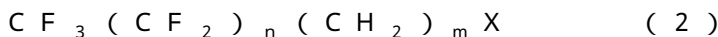
【請求項 5】

前記アルカノールアミン化合物が、2 - ヒドロキシエチルアミン、2, 2' - ジヒドロキシジエチルアミン、2, 2', 2'' - トリヒドロキシトリエチルアミンから成る少なくとも 1 種の化合物を含有する請求項 1 ~ 4 のいずれか 1 項に記載のサファイア基板用研磨液組成物。

20

【請求項 6】

前記パーフルオロアルキル基を有するフッ素系化合物は、一般式 (2) である請求項 1 ~ 5 のいずれか 1 項に記載のサファイア基板用研磨液組成物。



〔式中、n は 3 ~ 10、m は 1 ~ 3、X はアミノ基、カルボン酸塩、アンモニウム塩、アミノオキサイド、ベタイン〕

【請求項 7】

前記パーフルオロアルキル基を有するフッ素系化合物が、パーフルオロアルキルアミノ酸塩、パーフルオロアルキルカルボン酸塩、パーフルオロアルキルトリアルキルアンモニウム塩、パーフルオロアルキルアミノオキサイド、パーフルオロアルキルベタインからなる群より選ばれる少なくとも 1 種の化合物を含有する請求項 1 ~ 6 のいずれか 1 項に記載のサファイア基板用研磨液組成物。

30

【請求項 8】

pH が 9.5 以上 11.5 未満である請求項 1 ~ 7 のいずれか 1 項に記載のサファイア基板用研磨液組成物。

【請求項 9】

pH を 9.5 以上 11.5 未満に調節するアルカリ成分として、無機アルカリ化合物、有機アミンからなる群より選ばれる少なくとも 1 種の化合物を含有する請求項 8 に記載のサファイア基板用研磨液組成物。

40

【請求項 10】

請求項 1 ~ 9 のいずれか 1 項に記載のサファイア基板用研磨液組成物を、前記サファイア基板の研磨工程において研磨パッドに供給し、その研磨パッドを、単位荷重 150 ~ 500 g/cm² で前記サファイア基板に押し当てて研磨するサファイア基板の研磨方法。

【請求項 11】

前記サファイア基板の前記研磨工程で前記研磨パッドを前記サファイア基板に押し当て研磨加工する際に、前記研磨パッドに供給する前記サファイア基板用研磨液組成物の温度を、20 ~ 30 とする請求項 10 に記載のサファイア基板の研磨方法。

【発明の詳細な説明】

50

【技術分野】

【0001】

本発明は、サファイア基板用研磨液組成物、及びサファイア基板用研磨液組成物を用いたサファイア基板の研磨方法に関する。更に詳しくは、窒化物系半導体発光素子のエピタキシャル膜成長用の基板として用いられるサファイア基板の研磨に有用な研磨液組成物、及びこの研磨液組成物を用いた研磨方法に関するものである。

【背景技術】

【0002】

3族窒化物系半導体発光素子の製造に使用されるサファイア基板として、カイロポーラス法、EFG法、チョクラルスキー法で育成されたサファイア結晶を、ワイヤーソーでウェハー状に切断加工し、メカノケミカル研磨(CMP)で鏡面研磨加工したもの等が使用されている。発光デバイスとして使用される窒化物系半導体発光素子のエピタキシャル膜成長用の基板は、高品質なエピタキシャル膜(3族窒化物系半導体層)を成長させるために、加工歪の残留がなく、清浄で欠陥のない平滑な平面を有することが求められる。

10

【0003】

安価なチョクラルスキー法で育成されたサファイア基板を鏡面研磨する研磨方法として、コロイダルシリカにおけるシリカの含有量が35~50重量%に調製された研磨液を使用する方法が知られている(特許文献1)。

【0004】

また、3族窒化物系半導体層の良好な膜を成長させるために、サファイア基板の主面に還元作用を施すことが知られている(特許文献2)。

20

【0005】

さらに、サファイアウェハーの厚みを100 μ m以下にまで加工する場合、サファイアウェハーの側面をダミー材で覆うことで、チップングの発生を低減することができることが知られている(特許文献3)。

【0006】

【特許文献1】特開2008-44078号公報

【特許文献2】特開2004-111848号公報

【特許文献3】特開2003-245847号公報

【発明の開示】

30

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

しかしながら、従来のコロイダルシリカに因るメカノケミカル研磨による鏡面研磨加工では、基板にピットが発生し、優れた窒化物系半導体発光素子が得られず、また、研磨速度が遅く、生産性に問題があった。特許文献1では、コロイダルシリカの機械的研磨で、鏡面研磨加工が可能との記載があるが、被研磨面の表面粗度の記載なく、研磨速度の記載もない。

【0008】

特許文献2及び特許文献3は、被研磨面及び研磨速度に問題がある。研磨布パッド上でコロイダルシリカを用いる化学機械研磨は、研磨速度が低い。

40

【0009】

本発明は、このような課題に鑑みてなされたものであり、高い研磨速度で、被研磨面の表面粗度に優れたサファイア基板を作製することのできるサファイア基板用研磨液組成物を提供することを課題とする。また、該研磨液組成物を使用して、窒化物系半導体発光素子の製造に使用される、高性能で低コストのサファイア基板を製造するためのサファイア基板の研磨方法を提供する。

【課題を解決するための手段】

【0010】

本発明者は、アルカノールアミン化合物とパーフルオロアルキル基を有するフッ素系化合物の少なくとも一方と、シリカ粒子、及び水を含有してなるサファイア基板用研磨液組

50

成物を使用することにより、上記課題を解決しうることを見出した。すなわち、本発明によれば、サファイア基板を研磨する時に使用する以下のサファイア基板用研磨液組成物、及びサファイア基板の研磨方法が提供される。

【0011】

[1] サファイア基板を研磨するときに使用され、アルカノールアミン化合物とパーフルオロアルキル基を有するフッ素系化合物の少なくとも一方と、シリカ粒子、及び水を含有してなるサファイア基板用研磨液組成物。

【0012】

[2] 前記シリカ粒子がコロイダルシリカである前記[1]に記載のサファイア基板用研磨液組成物。

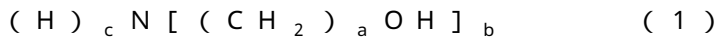
10

【0013】

[3] 前記コロイダルシリカの含有量が5～50重量%である前記[2]に記載のサファイア基板用研磨液組成物。

【0014】

[4] 前記アルカノールアミン化合物は、一般式(1)である前記[1]～[3]のいずれかに記載のサファイア基板用研磨液組成物。



〔式中、aは2～5のアルキレン基、bは1～3、cは、0～2、ただし、b+c=3〕

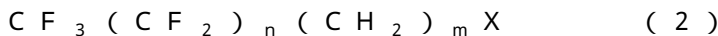
【0015】

[5] 前記アルカノールアミン化合物が、2-ヒドロキシエチルアミン、2,2'-ジヒドロキシジエチルアミン、2,2',2''-トリヒドロキシトリエチルアミンから成る少なくとも1種の化合物を含有する前記[1]～[4]のいずれかに記載のサファイア基板用研磨液組成物。

20

【0016】

[6] 前記パーフルオロアルキル基を有するフッ素系化合物は、一般式(2)である前記[1]～[5]のいずれかに記載のサファイア基板用研磨液組成物。



〔式中、nは3～10、mは1～3、Xはアミノ基、カルボン酸塩、アンモニウム塩、アミノオキサイド、ベタイン〕

30

【0017】

[7] 前記パーフルオロアルキル基を有するフッ素系化合物が、パーフルオロアルキルアミノ酸塩、パーフルオロアルキルカルボン酸塩、パーフルオロアルキルトリアルキルアンモニウム塩、パーフルオロアルキルアミノオキシド、パーフルオロアルキルベタインからなる群より選ばれる少なくとも1種の化合物を含有する前記[1]～[6]のいずれかに記載のサファイア基板用研磨液組成物。

【0018】

[8] pHが9.5以上11.5未満である前記[1]～[7]のいずれかに記載のサファイア基板用研磨液組成物。

【0019】

[9] pHを9.5以上11.5未満に調節するアルカリ成分として、無機アルカリ化合物、有機アミンからなる群より選ばれる少なくとも1種の化合物を含有する前記[8]に記載のサファイア基板用研磨液組成物。

40

【0020】

[10] 前記[1]～[9]のいずれか1項に記載のサファイア基板用研磨液組成物を、前記サファイア基板の研磨工程において研磨パッドに供給し、その研磨パッドを、単位荷重150～500g/cm²で前記サファイア基板に押し当てて研磨するサファイア基板の研磨方法。

【0021】

[11] 前記サファイア基板の前記研磨工程で前記研磨パッドを前記サファイア基板に

50

押し当て研磨加工する際に、前記研磨パッドに供給する前記サファイア基板用研磨液組成物の温度を、20～30とする前記[10]に記載のサファイア基板の研磨方法。

【発明の効果】

【0022】

本発明のサファイア基板用研磨液組成物を用いることにより、高い研磨速度にて、被研磨面の表面粗度を低減し被研磨面に欠陥がない状態に仕上げることができる。また、本発明のサファイア基板の研磨方法によれば、研磨速度を高くして良好に研磨することができるため、製造時間を短縮し、低コストで高性能のサファイア基板を製造することができる。

【発明を実施するための最良の形態】

10

【0023】

以下、図面を参照しつつ本発明の実施の形態について説明する。本発明は、以下の実施形態に限定されるものではなく、発明の範囲を逸脱しない限りにおいて、変更、修正、改良を加え得るものである。

【0024】

本発明のサファイア基板用研磨液組成物は、サファイア基板を研磨するときに使用され、アルカノールアミン化合物とパーフルオロアルキル基を有するフッ素系化合物の少なくとも一方と、シリカ粒子、及び水を含有してなる。

【0025】

ここで、シリカ粒子としては、特に限定されるものではないが、例えば、コロイダルシリカ、ヒュームドシリカ、湿式合成シリカからなる群より選ばれる1種又は2種以上が挙げられる。そのうちコロイダルシリカが好ましい。サファイア基板用研磨液組成物中のコロイダルシリカの含有量は、5重量%未満では研磨速度が低下することがあり、50重量%を超えると研磨速度は向上するが表面品質が低下することがあるから、5～50重量%の範囲が好ましい。より好ましくは10～40重量%である。さらに好ましくは12～25%である。

20

【0026】

シリカ粒子の平均粒子径は、10nm未満では研磨速度が低下し、200nmを超えると研磨される被研磨面の表面粗度が必ずしも良好でなくなることから、10～200nmの範囲であることが好ましく、30～100nmがより好ましい。さらに好ましくは、40～80nmの範囲である。

30

【0027】

本明細書で平均粒子径とは、コロイダルシリカの場合は、周知のシアーズ滴定法によって測定された値である。シアーズ滴定法とは、アナリティカル・ケミストリ(ANALYTICAL CHEMISTRY)第28巻第12号(1956年12月)第1981頁に説明されているように水酸化ナトリウムを用いた滴定による比表面積から換算される粒子径の測定方法である。また、ヒュームドシリカや湿式合成シリカの平均粒子径(Dp)は、下記の換算式を用いて、BET法比表面積の値(Sa)から算出する。

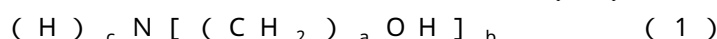
$$Dp = 6000 / \rho \cdot Sa$$

(但し、Dp：平均粒子径(nm)、Sa：BET法比表面積(m²/g)、ρ：比重(g/cm³))

40

【0028】

アルカノールアミン化合物としては、一般式(1)のものを使用することができる。



〔式中、aは2～5のアルキレン基、bは1～3、cは、0～2、ただし、b+c=3〕

【0029】

一般式(1)で表されるアルカノールアミン化合物(以下、化合物(1)という)において、aは、鎖状の炭素数2～5のアルキレン基を示す。アルキレン基の炭素数は、研磨速度、基板の被研磨面の表面粗度の向上の観点から、2以上であり、また、化合物(1)

50

の塩基度の観点から5以下が好ましい。具体的には、2-ヒドロキシエチルアミン、2, 2'-ジヒドロキシジエチルアミン、2, 2'-ジヒドロキシジプロピルアミン、2, 2'-ジヒドロキシジブチルアミン、2, 2'-ジヒドロキシジペンチルアミン、2, 2'-ジヒドロキシジヘキシルアミン、2, 2', 2''-トリヒドロキシトリエチルアミン、2, 2', 2''-トリヒドロキシトリプロピルアミン、2, 2', 2''-トリヒドロキシトリブチルアミン、2, 2', 2''-トリヒドロキシトリペンチルアミン、2, 2', 2''-トリヒドロキシトリヘキシルアミン等が挙げられる。これらの成分は単独で又は2種以上を混合して使用してもよい。

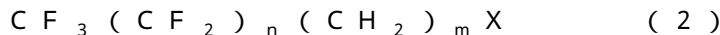
【0030】

また、アルカノールアミン化合物の含有量は、研磨速度の向上、被研磨面の表面粗度の向上、及び経済性の観点から、好ましくはサファイア基板用研磨液組成物中に0.1~20重量%、より好ましくは0.5~10重量%、さらに好ましくは1~5重量%の範囲である。

10

【0031】

パーフルオロアルキル基を有するフッ素系化合物としては、一般式(2)のものを利用することができる。



〔式中、nは3~10、mは1~3、Xはアミノ基、カルボン酸塩、アンモニウム塩、アミノオキサイド、ベタイン〕

【0032】

一般式(2)で表されるパーフルオロアルキル基を有するフッ素系化合物(以下、化合物(2)という)において、nは鎖上の炭素数3~10のフルオロエチル基を示す。フルオロエチル基の炭素数は、研磨速度の観点から、3以上であり、化合物(2)の水への溶解速度、気泡性の観点から10以下が好ましい。mは、アルキレン基の炭素数を示す。アルキレン基の炭素数はパーフルオロアルキル基を有するフッ素系化合物の合成の観点から1~3が好ましい。Xは、アミノ基、カルボン酸塩、アンモニウム塩、アミノオキサイド、ベタインである。

20

【0033】

パーフルオロアルキル基を有するフッ素系化合物の含有量は、研磨速度の向上、被研磨面の表面粗度の向上、及び経済性の観点から、サファイア基板用研磨液組成物中に0.0001~2重量%が好ましく、より好ましくは0.0005~1重量%、さらに好ましくは、0.001~0.1重量%、さらにより好ましくは0.005~0.01重量%である。

30

【0034】

本発明のサファイア基板用研磨液組成物は、アルカノールアミン化合物と、パーフルオロアルキル基を有するフッ素系化合物との少なくとも一方を含有する。アルカノールアミン化合物は、サファイア基板上のサファイア研磨屑を捕捉しサファイア研磨屑のサファイア基板からの排出速度を向上させたり、コロイダルシリカの分散性を向上させたりし、これらの効果により研磨速度の向上、被研磨面の表面粗度の低減に寄与するものと推察される。パーフルオロアルキル基を有するフッ素系化合物は、サファイア基板の表面と研磨

40

【0035】

しかしながら、アルカノールアミン化合物のみでは、サファイア研磨基板と研磨パッドとの摩擦抵抗で、サファイア研磨液組成物の両者間隙への循環性が充分でなく、アルカノールアミン化合物の作用が効果的と言えない。そこでアルカノールアミン化合物とパーフルオロアルキル基を有するフッ素系化合物とを組み合わせた場合、パーフルオロアルキル基を有するフッ素系化合物のパーフルオロアルキル基がサファイア基板の表面と研磨パッドとの摩擦抵抗を低減し、サファイア研磨液組成物の両者間隙への循環性が改善されることにより研磨速度が向上し、サファイア基板の被研磨面の表面粗度も低減するものと考えられる。

50

【0036】

また、研磨液組成物には、アルカノールアミン化合物とパーフルオロアルキル基を有するフッ素系化合物の少なくとも一方を配合することにより、研磨速度を向上させ、表面粗度を低減させることが可能であるが、これらを組み合わせることが好ましく、好ましいアルカノールアミン化合物とパーフルオロアルキル基を有する含有比率（アルカノールアミン化合物／パーフルオロアルキル基を有するフッ素系化合物（重量比））は、コロイダル粒子の平均粒子径、研磨液組成中のコロイダルシリカ濃度に関係する。これらの効果を十分に発現させる観点から、アルカノールアミン化合物／パーフルオロアルキル基を有するフッ素系化合物（重量比）は、100～400が好ましい。

【0037】

さらに、コロイダル粒子の平均粒子径が8nm、15nmの研磨液組成物、及びコロイダル粒子の平均粒子径が80nmの研磨液組成物のアルカノール化合物／パーフルオロアルキル基を有するフッ素系化合物（重量比）は、100～200がより好ましい。コロイダル粒子の平均粒子径が40nmの研磨液組成物は、研磨液組成物中のコロイダルシリカ濃度が20%より低い場合は、200～400が好ましい。コロイダルシリカ濃度が25%より高い場合は、100～200が好ましい。

【0038】

本発明のサファイア基板用研磨液組成物に用いられる水としては、蒸留水、イオン交換水等が挙げられる。サファイア基板の表面洗浄性を考慮するとイオン交換水が好ましい。その含有量はサファイア基板を研磨するうえで各種の含有成分が適切な濃度になると共に適切な粘度となるように定めればよい。サファイア基板用研磨液組成物中の水の含有量としては、60～90重量%が好ましい。なお、本発明サファイア基板用研磨液組成物は、サファイア基板を研磨するのに適する濃度に調製したものを製造してもよいが、濃厚液として製造したものを使用時に適切な濃度に調整してもよい。

【0039】

本発明のサファイア基板用研磨液組成物のpHは、9.5以上11.5未満の範囲に調製することが好ましいが、このpHの数値範囲は研磨されるサファイア基板の研磨速度、被研磨面の特性のほか、サファイア基板用研磨液組成物の安定性の観点から決定したものである。該pHは、必要によりアンモニア、無機アルカリ化合物（水酸化ナトリウム、水酸化カリウム等）、有機アミン等の塩基性物質を、pHを調節するアルカリ成分として、適宜、所望量で配合することで調製することができる。

【0040】

本発明のサファイア基板用研磨液組成物は、必要に応じて、通常この種の基板用研磨液組成物に含まれる成分を含有していてもよい。そのような成分としては、界面活性剤、清浄剤、防錆剤、表面改質剤、粘度調製剤、抗菌剤、分散剤などが挙げられる。

【0041】

本発明のサファイア基板用研磨液組成物は、片面及び両面研磨機でサファイア基板を研磨する際に用いることができる。例えば、片面研磨機として、回転テーブルに研磨パッドを貼り合わせた定盤と、下面にサファイア基板を吸着保持して定盤の研磨面にそのサファイア基板を押し付けるように定盤の上方に回転可能且つ上下動可能に設けられた保持装置と、を備えたものを使用することができる。この場合には、この研磨パッドに本発明のサファイア基板用研磨液組成物を供給しながら、保持装置に吸着保持されたサファイア基板を所定の単位荷重で研磨パッドに押し付けて研磨を行う。研磨パッドは、ウレタンタイプ、スウェードタイプ、不織布タイプ、その他いずれのタイプも使用することができる。本発明のサファイア基板用研磨液組成物は、第1研磨（ラッピング）、第2研磨（仕上げ研磨、ポリシング）のいずれも使用することが出来る。本発明のサファイア基板用研磨液組成物を使用すれば、研磨速度を高くして、被研磨面にスクラッチ、ピットが無く、被研磨面の表面粗度に優れた鏡面研磨をすることができる。

【0042】

本発明は、サファイア基板の研磨方法にも関する。上記に記載した本発明のサファイア

10

20

30

40

50

基板用研磨液組成物を用いてサファイア基板を研磨することにより、研磨速度を高くして、被研磨面にスクラッチ、ピットが無く、被研磨面の表面粗度に優れた基板を製造することができる。具体的には、研磨パッドを貼り付けた定盤の研磨パッド上から、保持装置にて保持したサファイア基板を押し付け、本発明のサファイア基板用研磨液組成物が供給される研磨パッドによる研磨圧力がサファイア基板 1 cm^2 当たり $150 \sim 500 \text{ g/cm}^2$ となるようにして、研磨定盤とサファイア基板を動かして研磨する。

【0043】

本発明の研磨方法で、研磨圧力とは、研磨時にサファイア被研磨基板の研磨面に加えらるる研磨定盤の圧力である。研磨圧力が 150 g/cm^2 未満であると、研磨速度が低く、 500 g/cm^2 を超えると被研磨面の表面粗度に影響する。好ましくは、 $200 \sim 400 \text{ g/cm}^2$ である。

10

【0044】

また、研磨工程で研磨パッドをサファイア基板に押し当て研磨加工する際に、研磨パッドに供給するサファイア基板用研磨液組成物の温度は、 $20 \sim 30$ とすることが好ましい。サファイア基板の表面の研磨は、サファイアの加水分解で進行すると考えられる。酸化アルミニウムから水酸化アルミニウムへの反応であるから、加水分解温度が高いほど、反応速度は、高くなる。このため、研磨液組成物の温度は、 20 以上が好ましく、 20 未満では、研磨速度が遅くなる。つまり、研磨液組成物の温度は、高いほど好ましい。但し、研磨液組成物の温度が 30 を超えると、コロイダルシリカの凝集、ゲル化の発生の恐れがあり、 35 を超えると著しく安定性が悪くなる。また、研磨液組成物の温度が 30 を超えると、研磨パッド上の研磨液組成物から水の蒸発が起こり、研磨液組成物の濃度が高くなり、不安定になる。また、サファイア基板の熱による歪みの問題がある。したがって、研磨液組成物は、 $20 \sim 30$ になるようにチラー等を使用して調整し、それを研磨パッドに供給して研磨工程を行うことが好ましい。

20

【0045】

以上のように、本発明のサファイア基板用研磨液組成物を用いることにより、従来よりも研磨速度を向上させることができる。そして、従来よりも表面粗度を低減させ、高品質のサファイア基板を製造することができる。

【実施例】**【0046】**

次に、本発明のサファイア基板用研磨液組成物を、実施例を用いて具体的に説明する。なお、本発明は、以下の実施例に何ら限定されるものでなく、本発明の技術的範囲に属する限り、種々の態様で実施できることはいうまでもない。

30

【0047】

(実施例 1 ~ 22、比較例 1 ~ 4)

表 3 に示すコロイダルシリカと、表 4 に示すアルカノールアミン化合物と、表 5 に示すパーフルオロアルキルフッ素化合物と、表 6 に示すアルカリ性化合物と、純水(残部)とを混合、攪拌し、表 1、2 に示す組成からなる研磨液組成物(実施例 1 ~ 22、比較例 1 ~ 4)を得た。

【0048】

40

【表 1】

実施例	研磨液の組成物								
	コロイダルシリカ		アルカノールアミン化合物		パーフルオロアルキル基を有するフッ素系化合物		アルカリ性化合物の種類		pH
	種類	濃度 wt %	種類	濃度 wt %	種類	濃度 wt %	種類	濃度 wt %	
1	A	15	A	0.8	A	0.005	A	0.06	11.2
2	A	20	A	0.8	A	0.002	A	0.06	11.1
3	A	15	C	0.8	C	0.002	A	0.06	11.1
4	A	15	A	0.6	D	0.005	A	0.06	11.0
5	B	25	A	0.7	B	0.006	A	0.04	10.7
6	B	20	C	1.0	C	0.005	B	0.05	10.9
7	A	30	A	1.2	A	0.006	A	0.07	11.0
8	A	30	B	1.2	A	0.005	A	0.05	10.8
9	C	10	B	2.0	A	0.005	B	0.05	10.9
10	C	10	C	1.0	B	0.009	B	0.05	10.9
11	C	20	A	1.5	C	0.009	B	0.05	10.8
12	A	40	A	1.0	A	0.010	A	0.08	11.0
13	A	35	B	1.5	B	0.010	A	0.07	10.9
14	A	35	B	2.5	C	0.008	A	0.07	11.0
15	D	20	B	1.2	A	0.007	A C	0.06 0.03	11.4
16	D	10	A	2.0	A	0.010	B C	0.06 0.05	10.8
17	A	20	A	1.0	-	-	A	0.06	11.2
18	A	20	B	1.0	-	-	A	0.06	11.1
19	A B	12 3	C	1.5	-	-	A	0.06	11.1
20	A	20	-	-	A	0.010	B	0.07	11.0
21	A	20	-	-	B	0.010	B	0.07	11.0
22	A	10	-	-	C	0.010	B	0.07	11.2

10

20

30

40

【 0 0 4 9 】

【表 2】

比較例	研磨液の組成物								
	コロイダルシリカ		アルカノールアミン化合物		パーフルオロアルキル基を有するフッ素系化合物		アルカリ性化合物の種類		pH
	種類	濃度 wt %	種類	濃度 wt %	種類	濃度 wt %	種類	濃度 wt %	
1	A	40	-	-	-	-	A	0.08	10.1
2	A	25	-	-	-	-	B	0.07	9.4
3	C	10	-	-	-	-	A	0.07	10.5
4	D	35	-	-	-	-	B	0.08	9.2

10

【0050】

【表 3】

種類	コロイダルシリカ		
A	デュポン(株)製	サイトン	D ₅₀ =40 nm
B	触媒化成(株)製	SI-50	D ₅₀ =15 nm
C	触媒化成(株)製	SI-80P	D ₅₀ =80 nm
D	触媒化成(株)製	SI-550	D ₅₀ =8 nm

20

【0051】

なお、コロイダルシリカの粒径と累積%の関係において、累積50%におけるコロイダルシリカの粒子径をD₅₀（コロイダルシリカの平均粒子径）と表す。

【0052】

【表 4】

種類	アルカノールアミン化合物		
A	キシダ化学(株)	試薬特級	2, 2', 2''-トリヒドロキシトリエチルアミン
B	キシダ化学(株)	試薬特級	2, 2'-ジヒドロキシジエチルアミン
C	キシダ化学(株)	試薬特級	2-ヒドロキシエチルアミン

30

【0053】

【表 5】

種類	パーフルオロアルキルフッ素系化合物		
A	パーフルオロアルキルベタイン	(セイミケミカル(株)製	S-231)
B	パーフルオロアルキルアミノオキシド	(セイミケミカル(株)製	S-241)
C	パーフルオロアルキルカルボン酸ナトリウム	(セイミケミカル(株)製	S-211)
D	パーフルオロアルキルアミノ酸ナトリウム	(セイミケミカル(株)製	S-212)

40

【0054】

【表 6】

種類	アルカリ性化合物
A	キシダ化学(株) 試薬特級 苛性カリ
B	キシダ化学(株) 試薬特級 苛性ソーダ
C	キシダ化学(株) 試薬特級 エチレンジアミン

【0055】

得られた研磨液組成物を用い、以下の研磨条件で片面研磨加工機を用いて研磨した。

10

【0056】

(研磨条件)

研磨加工機：不二越機械(株)製 SLM-100 片面研磨加工機

研磨圧力：250 g/cm² , 350 g/cm²

研磨パッド：SUBA-800 (ロデルニッタ(株)社製)

定盤回転数：60 rpm

研磨液組成物の供給量：100 ml/min

研磨時間：60分間

【0057】

(被研磨面の特性評価)

20

被研磨面の特性評価は、研磨速度、表面粗度(表面粗さ(Ra))、スクラッチ・傷の有無の3項目について行った。研磨速度は、下記(式1)式により求めた。また、表面粗さ(Ra)は、算術平均粗さであり、光干渉式非接触3次元表面形状計測装置であるZYGO NEW VIEW(ザイゴ社)を用いて測定した。この測定は、0.08mm以上の周波数をカットして行った。スクラッチ・傷の有無は、光学顕微鏡を用い、倍率200倍で調べた。各実施例、各比較例の評価結果を表7に示す。

【0058】

研磨速度(μm/min) = (サファイア基板の研磨前重量 - サファイア基板の研磨後重量)(g) ÷ サファイア基板の研磨面積(cm²) ÷ サファイア基板の比重(g/cm³) ÷ 研磨時間(min) . . . (式1)

30

【0059】

【表 7】

		サファイア基板の研磨試験			
		研磨圧力 [g/cm ²]	研磨速度 [μm/min]	表面粗度 [nm]	スクラッチ・傷
実施例	1	350	0.030	1.98	無し
	2	350	0.031	1.95	無し
	3	350	0.031	2.00	無し
	4	250	0.029	1.97	無し
	5	250	0.028	1.95	無し
	6	350	0.031	1.95	無し
	7	350	0.031	1.92	無し
	8	350	0.030	1.90	無し
	9	250	0.028	2.21	無し
	10	250	0.029	2.32	無し
	11	350	0.031	2.34	無し
	12	250	0.029	2.43	無し
	13	350	0.032	2.41	無し
	14	350	0.032	2.76	無し
	15	350	0.031	1.95	無し
	16	250	0.028	2.31	無し
	17	350	0.030	2.25	無し
	18	350	0.031	2.23	無し
	19	350	0.030	2.09	無し
	20	350	0.028	2.21	無し
	21	350	0.029	2.21	無し
	22	350	0.027	2.20	無し
比較例	1	350	0.023	3.18	微小傷有り
	2	350	0.021	3.10	微小傷有り
	3	350	0.018	3.90	微小スクラッチ有り
	4	350	0.013	3.11	無し

【0060】

アルコールアミン化合物と、パーフルオロアルキル基を有するフッ素系化合物との少なくとも一方を含有することにより、研磨速度が向上させ、サファイア基板の被研磨面の表面粗度を低減させることができた。また、アルコールアミン化合物とパーフルオロアルキル基を有するフッ素系化合物とを組み合わせた場合、さらに効果的である傾向を示した。

【 0 0 6 1 】

しかし、コロイダルシリカの平均粒子径、コロイダルシリカ濃度、アルカノールアミンの種類と濃度、パーフルオロアルキル基を有するフッ素化合物の種類と濃度、研磨液組成物のpHの要因が作用し、研磨機構は複雑である。例えば、実施例10～11では、アルカノールアミン化合物とパーフルオロアルキル基を有するフッ素系化合物とを組み合わせているが、一方のみの実施例よりも表面粗度の低減効果は、低かった。これは、一般にコロイダルシリカの平均粒子径が大きくなるほど、研磨粗度は、悪くなる傾向にあるためだと考えられる。実施例10～11のコロイダルシリカの平均粒子径は、80nmであり、実施例20～22のコロイダルシリカの平均粒子径は、40nmで、コロイダルシリカの濃度は、10～20重量%である。コロイダルシリカ的作用で、機械的研磨力が化学的研磨力よりも大きく、表面粗度がやや悪くなる傾向にあると考えられる。

10

【 0 0 6 2 】

しかしながら表7に示したように、実施例1～22は、従来例(比較例1)及び比較例2～4に比較し、研磨速度、表面粗度及びスクラッチ・傷の特性は、全て良好であり優れている。つまり、本発明のサファイア基板用研磨液組成物によれば、従来の研磨液組成物に比較し、アルカノールアミン化合物とパーフルオロアルキル基を有するフッ素化合物の相乗効果により、機械的研磨作用と化学的研磨作用の相互作用で、研磨速度が改善され、被研磨面の表面粗度を低減し、スクラッチ・傷の無い優れた品質の研磨面が得られる。なお、本発明は、実施例に用いたアルカノールアミン化合物、パーフルオロアルキル基を有するフッ素化合物に限定されるものでない。

20

【 産 業 上 の 利 用 可 能 性 】

【 0 0 6 3 】

本発明のサファイア基板用研磨液組成物、及びサファイア基板の研磨方法は、例えば、窒化物系半導体発光素子のエピタキシャル膜成長用の基板として用いられるサファイア基板の研磨に利用することができる。