

(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
2022年8月11日(11.08.2022)



(10) 国際公開番号

WO 2022/168858 A1

(51) 国際特許分類:
C09G 1/02 (2006.01) B24B 37/00 (2012.01)
C09K 3/14 (2006.01) H01L 21/304 (2006.01)

(21) 国際出願番号: PCT/JP2022/004018

(22) 国際出願日: 2022年2月2日(02.02.2022)

(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 2021-016868 2021年2月4日(04.02.2021) JP

(71) 出願人: 株式会社フジミインコーポレーテッド(FUJIMI INCORPORATED) [JP/JP]; 〒4528502 愛知県清須市西枇杷島町地領二丁目1番地1 Aichi (JP).

(72) 発明者: 伊藤 康昭(ITO, Yasuaki); 〒4528502 愛知県清須市西枇杷島町地領二丁目1番地1 株式会社フジミインコーポレーテッド内 Aichi (JP). 織田 博之(ODA, Hiroyuki); 〒4528502 愛知県清須市西枇杷島町地領二丁目1番地1 株式会社フジミインコーポレーテッド内 Aichi (JP). 中貝 雄一郎(NAKAGAI, Yuichiro); 〒4528502 愛知県清須市西枇杷島町地領二丁目1番地1 株式会社フジミインコーポレーテッド内 Aichi (JP). 井出 匠学(IDE, Shogaku); 〒4528502 愛知県清須市西枇杷島町地領二丁目1番地1 株式会社フジミインコーポレーテッド内 Aichi (JP). 野口直人(NOGUCHI, Naoto); 〒4528502 愛知県清須市西枇杷島町地領二丁目1番地1 株式会社フジミインコーポレーテッド内 Aichi (JP). 高見 信一郎(TAKAMI, Shinichiro); 〒4528502 愛知県清須市西枇杷島町地領二丁目1番地1 株式会社フジミインコーポレーテッド内 Aichi (JP).

(74) 代理人: 安部 誠(ABE, Makoto); 〒4600002 愛知県名古屋市中区丸の内三丁目20番3

号 B P R プレイス久屋大通 特許業務法人協働特許事務所 Aichi (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, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, IT, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, 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, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, WS, 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, ST, 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 COMPOSITION

(54) 発明の名称: 研磨用組成物

(57) Abstract: The present invention provides a polishing composition which is capable of suppressing an increase in the temperature of a polishing pad during polishing. A polishing composition according to the present invention contains: water; an oxidant A that is selected from among compounds other than peroxides; a first metal salt that is selected from among alkaline earth metal salts; and a second metal salt that is selected from among salts of an anion and a cation of a metal in groups 3 to 16 of the periodic table.

(57) 要約: 研磨中における研磨パッドの温度上昇を抑制することのできる研磨用組成物を提供する。本発明により提供される研磨用組成物は、水と、過酸化物以外の化合物から選択される酸化剤 A と、アルカリ土類金属塩から選択される第1金属塩と、周期表の第3~16族に属する金属のカチオンとアニオンとの塩から選択される第2金属塩と、を含む。



WO 2022/168858 A1

明 細 書

発明の名称：研磨用組成物

技術分野

[0001] 本発明は、研磨用組成物に関する。

本出願は、2021年2月4日に出願された日本国特許出願2021-016868号に基づく優先権を主張しており、その出願の全内容は本明細書中に参照として組み入れられている。

背景技術

[0002] 金属や半金属、非金属、その酸化物等の材料の表面に対して、研磨用組成物を用いた研磨が行われている。例えば、炭化ケイ素、炭化ホウ素、炭化タングステン、窒化ケイ素、窒化チタン、窒化ガリウム等の化合物半導体材料により構成された表面は、その表面と研磨定盤との間にダイヤモンド砥粒を供給して行う研磨（ラッピング）によって加工される。しかし、ダイヤモンド砥粒を用いるラッピングでは、スクラッチや打痕の発生、残存等による欠陥や歪みが生じやすい。そこで、ダイヤモンド砥粒を用いたラッピングの後に、あるいは当該ラッピングに代えて、研磨パッドと研磨用組成物を用いる研磨（ポリシング）を行うことが検討されている。この種の従来技術を開示する文献として、特許文献1、2が挙げられる。

先行技術文献

特許文献

[0003] 特許文献1：国際公開第2018/174008号

特許文献2：国際公開第2019/138846号

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0004] 一般に、製造効率や費用効果の観点から、研磨除去速度は実用上十分に大きいことが望まれる。例えば、炭化ケイ素等のように高硬度材料から構成された面の研磨においては、研磨除去速度の向上が強く望まれている。特許文

献1、2では、水と酸化剤とを含み、砥粒を含まないか（特許文献1）または砥粒を含む（特許文献2）研磨用組成物に、研磨促進剤としてアルカリ金属塩および／またはアルカリ土類金属塩を含有させることで研磨レートを向上させることが提案されている。

[0005] 研磨除去速度は、研磨時に研磨面に掛かる荷重を増やして加工圧力を増大させる、研磨装置の定盤回転を高速化する、などの研磨条件の設定によっても向上され得る。しかし、特許文献1、2に記載の技術を適用した研磨用組成物によると、該研磨用組成物を用いた研磨（ポリシング）中における研磨パッドの温度上昇が大きくなりがちである。研磨パッドの温度上昇を抑制することができれば、より過酷な加工条件を採用することが可能となり、研磨除去速度のさらなる向上のために有益である。

[0006] 本発明は、かかる事情に鑑みてなされたものであって、研磨中における研磨パッドの温度上昇を抑制することのできる研磨用組成物を提供することを目的とする。関連する他の目的は、かかる研磨用組成物を用いた研磨対象物の研磨方法を提供することである。

課題を解決するための手段

[0007] 本明細書により提供される研磨用組成物は、水と、過酸化物以外の化合物から選択される酸化剤Aと、アルカリ土類金属塩から選択される第1金属塩と、周期表の第3～16族に属する金属のカチオンと、アニオンとの塩から選択される第2金属塩と、を含む。このように第1金属塩と第2金属塩とを組み合わせることで含有させることにより、水および酸化剤Aを含む研磨用組成物の研磨除去速度を向上させ、かつ研磨パッドの温度（以下、パッド温度ともいう。）の上昇を抑制することができる。

[0008] ここに開示される技術（研磨用組成物、研磨方法、研磨物の製造方法等を包含する。以下同じ。）のいくつかの好ましい態様において、上記酸化剤Aは過マンガン酸塩である。酸化剤Aとして過マンガン酸塩を含む研磨用組成物において、第1金属塩と第2金属塩とを組み合わせることで用いることにより、研磨除去速度を向上させつつパッド温度の上昇を効果的に抑制することがで

きる。

- [0009] いくつかの態様において、上記第1金属塩は硝酸塩であることが好ましい。第1金属塩としてのアルカリ土類金属硝酸塩と、第2金属塩との組合せにおいて、研磨除去速度を向上させつつパッド温度の上昇を抑制する効果が好適に発揮され得る。
- [0010] いくつかの態様において、上記第2金属塩はアルミニウム塩であることが好ましい。第1金属塩と、第2金属塩としてのアルミニウム塩との組合せにおいて、研磨除去速度を向上させつつパッド温度の上昇を抑制する効果が好適に発揮され得る。
- [0011] いくつかの好ましい態様では、上記第1金属塩と上記第2金属塩とはアニオン種が同じである。アニオン種が同じとなるように選択された第1金属塩と第2金属塩との組合せにおいて、パッド温度の上昇を抑制する効果がよりよく発揮される傾向にある。
- [0012] いくつかの態様において、上記研磨用組成物における上記第1金属塩の濃度C1 [mM] に対する上記第2金属塩の濃度C2 [mM] の比（すなわち、 $C2/C1$ ）は、例えば0.1～10であり得る。このような組成において、第1金属塩と第2金属塩とを組み合わせる使用することによる効果が好適に発揮され得る。
- [0013] いくつかの態様において、上記研磨組成物は、さらに砥粒を含む。砥粒の使用により研磨除去速度を向上させ得る。また、砥粒を含む研磨用組成物を用いる研磨では、砥粒を含まない研磨用組成物を用いる場合に比べてパッド温度が高くなる傾向にあるため、ここに開示される技術を適用してパッド温度の上昇を抑制することがより効果的である。
- [0014] ここに開示される研磨用組成物は、例えば、ビッカース硬度1500HV以上の材料の研磨に用いられる。このような高硬度材料の研磨において、ここに開示される技術による効果は好ましく発揮され得る。いくつかの態様において、上記ビッカース硬度1500HV以上の材料は非酸化物（すなわち、酸化物ではない化合物）である。非酸化物の研磨対象材料の研磨では、こ

ここに開示される研磨用組成物による研磨除去速度向上効果が好適に発揮されやすい。

[0015] ここに開示される研磨用組成物は、例えば、炭化ケイ素の研磨に用いられる。炭化ケイ素の研磨において、ここに開示される技術による効果は好ましく発揮され得る。

[0016] この明細書によると、さらに、研磨対象物の研磨方法が提供される。その研磨方法は、ここに開示されるいずれかの研磨用組成物を用いて研磨対象物を研磨する工程を含む。かかる研磨方法によると、たとえ高硬度材料から構成された研磨対象物を研磨する場合であっても、パッド温度の上昇を抑制しつつ研磨除去速度を高めることができる。このことによって、上記研磨方法による研磨を経て得られる目的物（研磨物、例えば炭化ケイ素基板等の化合物半導体基板）の生産性を高めることができる。

発明を実施するための形態

[0017] 以下、本発明の好適な実施形態を説明する。なお、本明細書において特に言及している事項以外の事柄であって本発明の実施に必要な事柄は、当該分野における従来技術に基づく当業者の設計事項として把握され得る。本発明は、本明細書に開示されている内容と当該分野における技術常識とに基づいて実施することができる。

[0018] <研磨用組成物>

(酸化剤A)

ここに開示される研磨用組成物は、過酸化物以外の化合物から選択される酸化剤Aを含む。酸化剤Aは、研磨対象材料（例えば、炭化ケイ素等のような高硬度の非酸化物材料）のポリシングにおいて、研磨除去速度を向上させる効果を発揮し得る。酸化剤Aの選択肢となり得る化合物の具体例としては、過マンガン酸、その塩である過マンガン酸ナトリウム、過マンガン酸カリウム等の過マンガン酸類；過ヨウ素酸、その塩である過ヨウ素酸ナトリウム、過ヨウ素酸カリウム等の過ヨウ素酸類；ヨウ素酸、その塩であるヨウ素酸アンモニウム等のヨウ素酸類；臭素酸、その塩である臭素酸カリウム等の臭

素酸類；鉄酸、その塩である鉄酸カリウム等の鉄酸類；クロム酸、その塩であるクロム酸カリウム、ニクロム酸、その塩であるニクロム酸カリウム等の、クロム酸類やニクロム酸類；バナジン酸、その塩であるバナジン酸アンモニウム、バナジン酸ナトリウム、バナジン酸カリウム等のバナジン酸類；過ルテニウム酸またはその塩等のルテニウム酸類；モリブデン酸、その塩であるモリブデン酸アンモニウム、モリブデン酸二ナトリウム等のモリブデン酸類；過レニウム酸またはその塩等のレニウム酸類；タングステン酸、その塩であるタングステン酸二ナトリウム等のタングステン酸類；塩素酸やその塩、過塩素酸、その塩である過塩素酸カリウム等の、塩素酸類や過塩素酸類；が挙げられる。酸化剤Aとしては、このような化合物の1種を単独でまたは2種以上を組み合わせて用いることができる。いくつかの態様では、研磨用組成物の性能安定性（例えば、長期保存による劣化防止）等の観点から、酸化剤Aは無機化合物であることが好ましい。

[0019] いくつかの好ましい態様では、上記研磨用組成物は、酸化剤Aとして、アルカリ金属イオンから選択されるカチオンと、遷移金属オキソ酸イオンから選択されるアニオンと、の塩である複合金属酸化物を含む。上記複合金属酸化物は、例えば炭化ケイ素等の高硬度材料の硬度を低下させ、該材料を脆弱にすることに有効である。酸化剤Aとして上記複合金属酸化物を含む研磨用組成物において、第1金属塩と第2金属塩の組合せ使用による研磨除去速度向上およびパッド温度上昇抑制の効果が好適に発揮され得る。上記複合金属酸化物は、1種を単独でまたは2種以上を組み合わせて用いることができる。上記複合遷移金属酸化物における遷移金属オキソ酸イオンの具体例としては、過マンガン酸イオン、鉄酸イオン、クロム酸イオン、ニクロム酸イオン、バナジン酸イオン、ルテニウム酸イオン、モリブデン酸イオン、レニウム酸イオン、タングステン酸イオン等が挙げられる。これらのうち、周期表の第4周期遷移金属元素のオキソ酸がより好ましい。周期表の第4周期遷移金属元素の好適例としては、Fe、Mn、Cr、V、Tiが挙げられる。なかでも、Fe、Mn、Crがより好ましく、Mnがさらに好ましい。上記複合

遷移金属酸化物におけるアルカリ金属イオンは、 Na^+ または K^+ であることが好ましい。いくつかの態様において、酸化剤Aとして過マンガン酸カリウムを好ましく採用し得る。

[0020] なお、酸化剤Aとして用いられる化合物が塩（例えば、過マンガン酸塩）である場合、該化合物は、研磨用組成物中においてイオンの状態で存在していてもよい。

[0021] ここに開示される研磨用組成物は、酸化剤A以外の酸化剤をさらに含んでもよく、含まなくてもよい。ここに開示される技術は、酸化剤A以外の酸化剤（例えば過酸化水素）を実質的に含まない態様で好ましく実施され得る。

[0022] 研磨用組成物における酸化剤Aの濃度（含有量）は、特に限定されず、該研磨用組成物の使用目的や使用態様に応じて適切に設定し得る。いくつかの態様において、研磨除去速度向上の観点から、酸化剤Aの濃度は、凡そ5 mM以上（すなわち、0.005モル/L以上）とすることが適当である。研磨除去速度を向上する観点から、酸化剤Aの濃度は、好ましくは10 mM以上、より好ましくは30 mM以上であり、50 mM以上でもよく、70 mM以上でもよく、90 mM以上でもよい。より高い研磨除去速度を実現しやすくする観点から、いくつかの態様において、酸化剤Aの濃度は、120 mM以上でもよく、140 mM以上でもよく、160 mM以上でもよい。また、いくつかの態様において、研磨用組成物における酸化剤Aの濃度は、凡そ2500 mM以下とすることが適当であり、2000 mM以下とすることが好ましく、1700 mM以下とすることがより好ましく、1500 mM以下でもよく、1000 mM以下でもよく、750 mM以下でもよく、500 mM以下でもよく、400 mM以下でもよく、300 mM以下でもよい。酸化物Aの濃度を低くすることは、パッド温度の上昇抑制の観点から有利となり得る。かかる観点から、いくつかの態様において、酸化剤Aの濃度は、250 mM以下でもよく、200 mM以下でもよく、150 mM以下でもよく、120 mM以下でもよい。

[0023] （第1金属塩）

ここに開示される研磨用組成物は、酸化剤Aに加えて、アルカリ土類金属塩から選択される第1金属塩を含む。第1金属塩としては、1種のアルカリ土類金属塩を単独で用いてもよく、2種以上のアルカリ土類金属塩を組み合わせ用いてもよい。第1金属塩と後述の第2金属塩とを組み合わせ用いることにより、研磨除去速度の向上とパッド温度の上昇抑制とを効果的に両立することができる。第1金属塩は、アルカリ土類金属に属する元素として、Mg、Ca、Sr、Baのうちのいずれか1種または2種以上を含むことが好ましい。なかでもCa、Srのうちのいずれかが好ましく、Caがより好ましい。

[0024] 第1金属塩における塩の種類は特に限定されず、無機酸塩であっても有機酸塩であってもよい。無機酸塩の例としては、塩酸、臭化水素酸、フッ化水素酸等のハロゲン化水素酸や、硝酸、硫酸、炭酸、ケイ酸、ホウ酸、リン酸等の塩が挙げられる。有機酸塩の例としては、ギ酸、酢酸、プロピオン酸、安息香酸、グリシン酸、酪酸、クエン酸、酒石酸、トリフルオロ酢酸等のカルボン酸；メタンスルホン酸、トリフルオロメタンスルホン酸、ベンゼンスルホン酸、トルエンスルホン酸等の有機スルホン酸；メチルホスホン酸、ベンゼンホスホン酸、トルエンホスホン酸等の有機ホスホン酸；エチルリン酸等の有機リン酸；等の塩が挙げられる。なかでも、塩酸、硝酸、硫酸、リン酸の塩が好ましく、塩酸、硝酸の塩がより好ましい。ここに開示される技術は、例えば、第1金属塩としてアルカリ土類金属の硝酸塩または塩化物を用いる態様で好ましく実施され得る。

[0025] 第1金属塩の選択肢となり得るアルカリ土類金属塩の具体例としては、塩化マグネシウム、塩化カルシウム、塩化ストロンチウム、塩化バリウム等の塩化物；臭化マグネシウム、臭化カルシウム、臭化ストロンチウム、臭化バリウム等の臭化物；フッ化マグネシウム、フッ化カルシウム、フッ化ストロンチウム、フッ化バリウム等のフッ化物；硝酸マグネシウム、硝酸カルシウム、硝酸ストロンチウム、硝酸バリウム等の硝酸塩；硫酸マグネシウム、硫酸カルシウム、硫酸ストロンチウム、硫酸バリウム等の硫酸塩；炭酸マグネ

シウム、炭酸カルシウム、炭酸ストロンチウム、炭酸バリウム等の炭酸塩；酢酸マグネシウム、酢酸カルシウム、酢酸ストロンチウム、酢酸バリウム、安息香酸マグネシウム、安息香酸カルシウム、安息香酸バリウム、クエン酸マグネシウム、クエン酸カルシウム、クエン酸ストロンチウム、クエン酸バリウム等のカルボン酸塩；等が挙げられる。

[0026] 第1金属塩は、好ましくは水溶性の塩である。水溶性の第1金属塩を用いることにより、スクラッチ等の欠陥の少ない良好な表面を効率よく形成し得る。

また、第1金属塩は、酸化剤Aとは異なる化合物であって、かつ、酸化剤Aによって酸化されない化合物であることが好ましい。かかる観点から酸化剤Aおよび第1金属塩を適切に選択することにより、第1金属塩が酸化剤Aで酸化されることによる該酸化剤Aの失活を防ぎ、経時による研磨用組成物の性能劣化（例えば、研磨除去速度の低下等）を抑制することができる。酸化剤Aと第1金属塩との好ましい組合せの一例として、過マンガン酸アルカリ金属塩と硝酸カルシウムとの組合せが挙げられる。

[0027] 研磨用組成物における第1金属塩の濃度（含有量）は、特に限定されず、該研磨用組成物の使用目的や使用態様に応じて、所望の効果が達成されるように適切に設定し得る。第1金属塩の濃度は、例えば凡そ1000mM以下であってよく、500mM以下でもよく、300mM以下でもよい。第2金属塩との組合せ使用において研磨除去速度の向上とパッド温度の上昇抑制とを効果的に両立しやすくする観点から、いくつかの態様において、第1金属塩の濃度は、200mM以下とすることが適当であり、100mM以下とすることが好ましく、50mM以下とすることがより好ましく、30mM以下でもよく、20mM以下でもよく、10mM以下でもよい。第1金属塩の濃度の下限は、例えば0.1mM以上であってよく、第1金属塩の使用効果を適切に発揮する観点から0.5mM以上とすることが好ましく、1mM以上とすることがより好ましく、2.5mM以上でもよく、5mM以上でもよい。ここに開示される技術は、例えば、研磨用組成物における第1金属塩の濃

度が0.5 mM~100 mMである態様や、1 mM~50 mMである態様で好ましく実施され得る。

[0028] 特に限定されるものではないが、酸化剤Aを含む研磨用組成物に第1金属塩を含有させることによる効果をより良く発揮させる観点から、研磨用組成物における第1金属塩の濃度（複数の第1金属塩を含む場合には、それらの合計濃度） C_1 [mM] と、酸化剤Aの濃度（複数の酸化剤Aを含む場合には、それらの合計濃度） C_x [mM] との比（ C_1/C_x ）は、凡そ0.0002以上とすることが適切であり、好ましくは0.001以上、より好ましくは0.005以上であり、0.01以上でもよく、0.02以上でもよい。いくつかの態様において、 C_1/C_x は、例えば0.03以上であってよく、0.05以上でもよく、0.07以上でもよい。 C_1/C_x の上限は特に限定されないが、概ね200以下であることが適当であり、100以下でもよく、75以下でもよく、50以下でもよい。いくつかの好ましい態様において、 C_1/C_x は、20以下でもよく、10以下でもよく、5以下でもよく、1以下でもよく、0.5以下でもよく、0.3以下でもよく、0.1以下でもよい。このような第1金属塩と酸化剤Aの濃度比（ C_1/C_x ）において、第1金属塩と後述の第2金属塩の組合せ使用による研磨除去速度の向上およびパッド温度の上昇抑制は好ましく実現され得る。

[0029] （第2金属塩）

ここに開示される研磨用組成物は、酸化剤Aおよび第1金属塩に加えて、さらに第2金属塩を含有する。第2金属塩は、周期表の第3~16族に属する金属のカチオンと、アニオンとの塩から選択され、1種を単独でまたは2種以上を組み合わせ用いることができる。酸化剤Aを含む組成において、上述した第1金属塩と第2金属塩とを組み合わせ用いることにより、研磨除去速度の向上とパッド温度の上昇抑制とを効果的に両立することができる。

[0030] 第2金属塩のカチオンは、遷移金属、すなわち周期表の第3~12族に属する金属のカチオンでもよく、貧金属、すなわち第13~16族に属する金

属のカチオンでもよい。上記遷移金属としては、周期表の第4～10族に属するものが好ましく、また、周期表の第4～6周期に属するものが適当であり、第4～5周期に属するものが好ましく、第4周期に属するものがより好ましい。上記貧金属としては、周期表の第13～15族に属するものが好ましく、第13～14族に属するものがより好ましく、また、周期表の第3～5周期に属するものが好ましく、第3～4周期に属するものがより好ましく、第3周期に属する貧金属、すなわちアルミニウムが特に好ましい。

[0031] いくつかの態様において、第2金属塩は、水和金属イオンの pK_a が凡そ10以下である金属のカチオンと、アニオンとの塩であることが好ましい。このようなカチオンとアニオンとの塩である第2金属塩は、酸化に対する安定性が高い傾向にあるため、経時による研磨用組成物の性能劣化を抑制しやすい。かかる観点から、第2金属塩としては、水和金属イオンの pK_a が、例えば8.0以下、または7.0以下、または6.0以下である金属カチオンと、アニオンとの塩を好ましく採用し得る。水和金属イオンの pK_a が6.0以下である金属カチオンとしては、例えば Al^{3+} （水和金属イオンの pK_a が5.0）、 Cr^{3+} （同4.0）、 Fe^{3+} （同2.2）が挙げられるが、これらに限定されない。

[0032] 第2金属塩における塩の種類は特に限定されず、無機酸塩であっても有機酸塩であってもよい。無機酸塩の例としては、塩酸、臭化水素酸、フッ化水素酸等のハロゲン化水素酸や、硝酸、硫酸、炭酸、ケイ酸、ホウ酸、リン酸等の塩が挙げられる。有機酸塩の例としては、ギ酸、酢酸、プロピオン酸、安息香酸、グリシン酸、酪酸、クエン酸、酒石酸、トリフルオロ酢酸等のカルボン酸；メタンサルホン酸、トリフルオロメタンサルホン酸、ベンゼンサルホン酸、トルエンサルホン酸等の有機サルホン酸；メチルホスホン酸、ベンゼンホスホン酸、トルエンホスホン酸等の有機ホスホン酸；エチルリン酸等の有機リン酸；等の塩が挙げられる。なかでも、塩酸、硝酸、硫酸、リン酸の塩が好ましく、塩酸、硝酸、硫酸の塩がより好ましい。ここに開示される技術は、例えば、第2金属塩として、 Al^{3+} 、 Cr^{3+} 、 Fe^{3+} のいずれか

のカチオンと、硝酸イオン (NO_3^-) または塩化物イオン (Cl^-) との塩を用いる態様で好ましく実施され得る。

[0033] 第2金属塩は、好ましくは水溶性の塩である。水溶性の第2金属塩を用いることにより、スクラッチ等の欠陥の少ない良好な表面を効率よく形成し得る。

また、第2金属塩は、酸化剤Aとは異なる化合物であって、かつ、酸化剤Aによって酸化されない化合物であることが好ましい。かかる観点から酸化剤Aおよび第2金属塩を適切に選択することにより、第2金属塩が酸化剤Aで酸化されることによる該酸化剤Aの失活を防ぎ、経時による研磨用組成物の性能劣化（例えば、研磨除去速度の低下等）を抑制することができる。酸化剤Aと第2金属塩との好ましい組合せとして、過マンガン酸アルカリ金属塩と硝酸アルミニウムとの組合せ、過マンガン酸アルカリ金属塩と塩化アルミニウムとの組合せ、等が例示される。

[0034] いくつかの好ましい態様において、第1金属塩および第2金属塩は、それらのアニオン種が同一である。このような第1金属塩および第2金属塩の組合せにおいて、パッド温度の上昇がより効果的に抑制され得る。第1金属塩および第2金属塩に共通するアニオン種は、例えば硝酸、塩酸、リン酸等であり得る。より高い効果を得る観点から、第1金属塩および第2金属塩がいずれも硝酸塩である研磨用組成物が特に好ましい。

[0035] 研磨用組成物における第2金属塩の濃度（含有量）は、特に限定されず、該研磨用組成物の使用目的や使用態様に応じて、所望の効果が達成されるように適切に設定し得る。第2金属塩の濃度は、例えば凡そ1000mM以下であってよく、500mM以下でもよく、300mM以下でもよい。第1金属塩との組合せ使用において研磨除去速度の向上とパッド温度の上昇抑制とを効果的に両立しやすくする観点から、いくつかの態様において、第2金属塩の濃度は、250mM以下とすることが適当であり、200mM以下とすることが好ましく、100mM以下とすることがより好ましく、50mM以下でもよく、30mM以下でもよく、20mM以下でもよく、10mM以下

でもよい。第2金属塩の濃度の下限は、例えば0.1 mM以上であってよく、第2金属塩の使用効果を適切に発揮する観点から1 mM以上とすることが有利であり、5 mM以上とすることが好ましく、7 mM以上（例えば8 mM以上）とすることがより好ましい。ここに開示される技術は、例えば、研磨用組成物における第2金属塩の濃度が10 mM以上、20 mM以上または30 mM以上である態様でも好ましく実施され得る。

[0036] 研磨用組成物における第1金属塩の濃度 C_1 [mM] と第2金属塩の濃度 C_2 [mM] との関係は、特に限定されず、これらを併用することによる効果が適切に発揮されるように設定することができる。例えば、 C_1/C_2 は、0.001～1000の範囲であり得る。研磨除去速度の向上とパッド温度の上昇抑制とを好適に両立しやすくする観点から、いくつかの態様において、 C_1/C_2 は、凡そ0.005以上であることが適当であり、0.01以上（例えば0.025以上）であることが好ましい。また、 C_1/C_2 は、凡そ100以下であることが適当であり、50以下であることが好ましく、25以下（例えば10以下）であることがより好ましい。

[0037] 特に限定されるものではないが、酸化剤Aを含む研磨用組成物において第1金属塩と第2金属塩とを組み合わせる使用することによる効果をより良く発揮させる観点から、研磨用組成物における第2金属塩の濃度（複数の第2金属塩を含む場合には、それらの合計濃度） C_2 [mM] と、酸化剤Aの濃度（複数の酸化剤Aを含む場合には、それらの合計濃度） C_x [mM] との比（ C_2/C_x ）は、凡そ0.0002以上とすることが適切であり、好ましくは0.001以上、より好ましくは0.005以上であり、0.01以上でもよく、0.02以上でもよい。パッド温度の上昇抑制効果を高める観点から、いくつかの態様において、 C_2/C_x は、例えば0.03以上であってよく、0.04以上であることが好ましく、0.05以上でもよく、0.07以上でもよい。 C_2/C_x の上限は特に限定されないが、概ね200以下であることが適当であり、100以下でもよく、75以下でもよく、50以下でもよい。いくつかの好ましい態様において、 C_2/C_x は、20以

下でもよく、10以下でもよく、5以下でもよく、1以下でもよく、0.6以下でもよく、0.3以下でもよく、0.2以下でもよい。このような第2金属塩と酸化剤Aの濃度比 (C_2/C_x) において、第1金属塩と後述の第2金属塩の組合せ使用による研磨除去速度の向上およびパッド温度の上昇抑制は好ましく実現され得る。

[0038] (砥粒)

ここに開示される技術のいくつかの態様では、上記研磨用組成物は砥粒を含む。砥粒を含む研磨用組成物によると、酸化剤A、第1金属塩および第2金属塩による主に化学的な研磨作用に加えて、砥粒による主に機械的な研磨作用が発揮されることにより、より高い研磨除去速度が実現され得る。また、研磨用組成物に砥粒を含有させることによりパッド温度は上昇する傾向にあることから、ここに開示される技術を適用してパッド温度の上昇を抑制することがより効果的である。

[0039] 砥粒の材質や性状は特に制限されない。例えば、砥粒は無機粒子、有機粒子および有機無機複合粒子のいずれかであり得る。例えば、シリカ粒子、アルミナ粒子、酸化セリウム粒子、酸化クロム粒子、二酸化チタン粒子、酸化ジルコニウム粒子、酸化マグネシウム粒子、二酸化マンガン粒子、酸化亜鉛粒子、酸化鉄粒子等の酸化物粒子；窒化ケイ素粒子、窒化ホウ素粒子等の窒化物粒子；炭化ケイ素粒子、炭化ホウ素粒子等の炭化物粒子；ダイヤモンド粒子；炭酸カルシウムや炭酸バリウム等の炭酸塩；等のいずれかから実質的に構成される砥粒が挙げられる。砥粒は、1種を単独で用いてもよく、2種以上を組み合わせ用いてもよい。なかでも、シリカ粒子、アルミナ粒子、酸化セリウム粒子、酸化クロム粒子、酸化ジルコニウム粒子、二酸化マンガン粒子、酸化鉄粒子等の酸化物粒子は、良好な表面を形成し得るので好ましい。そのなかでも、シリカ粒子、アルミナ粒子、酸化ジルコニウム粒子、酸化クロム粒子、酸化鉄粒子がより好ましく、シリカ粒子、アルミナ粒子が特に好ましい。砥粒としてシリカ粒子またはアルミナ粒子を用いる態様において、ここに開示される技術を適用してパッド温度の上昇を抑制する効果が好

適に発揮され得る。

[0040] なお、本明細書において、砥粒の組成について「実質的にXからなる」または「実質的にXから構成される」とは、当該砥粒に占めるXの割合（Xの純度）が、重量基準で90%以上であることをいう。また、上記砥粒に占めるXの割合は、95%以上が好ましく、97%以上がより好ましく、98%以上がさらに好ましく、例えば99%以上である。

[0041] 砥粒の平均一次粒子径は、特に限定されない。パッド温度の上昇を抑制しつつ所望の研磨除去速度を得やすくする観点から、砥粒の平均一次粒子径は、例えば5 nm以上とすることができ、10 nm以上が適当であり、好ましくは20 nm以上であり、30 nm以上であってもよい。研磨除去速度向上の観点から、いくつかの態様において、砥粒の平均一次粒子径は、50 nm以上でもよく、80 nm以上でもよく、150 nm以上でもよく、250 nm以上でもよく、350 nm以上でもよい。また、パッド温度の上昇抑制の観点から、砥粒の平均一次粒子径は、例えば5 μ m以下とすることができ、3 μ m以下であることが好ましく、1 μ m以下であることがより好ましく、750 nm以下でもよく、500 nm以下でもよい。研磨後の面品質等の観点から、いくつかの態様において、砥粒の平均一次粒子径は、350 nm以下でもよく、180 nm以下でもよく、85 nm以下でもよく、50 nm以下でもよい。

[0042] なお、本明細書において平均一次粒子径とは、BET法により測定される比表面積（BET値）から、平均一次粒子径（nm） $= 6000 / (\text{真密度} (\text{g} / \text{cm}^3) \times \text{BET値} (\text{m}^2 / \text{g}))$ の式により算出される粒子径（BET粒子径）をいう。上記比表面積は、例えば、マイクロメリテックス社製の表面積測定装置、商品名「Flow Sorb II 2300」を用いて測定することができる。

[0043] 砥粒の平均二次粒子径は、例えば10 nm以上であってよく、研磨除去速度を高めやすくする観点から、好ましくは50 nm以上、より好ましくは100 nm以上であり、250 nm以上でもよく、400 nm以上でもよい。

砥粒の平均二次粒子径の上限は、単位重量当たりの個数を十分に確保する観点から、凡そ $10\ \mu\text{m}$ 以下とすることが適当である。また、パッド温度の上昇抑制の観点から、上記平均二次粒子径は、好ましくは $5\ \mu\text{m}$ 以下、より好ましくは $3\ \mu\text{m}$ 以下、例えば $1\ \mu\text{m}$ 以下である。研磨後の面品質等の観点から、いくつかの態様において、砥粒の平均二次粒子径は、 $600\ \text{nm}$ 以下でもよく、 $300\ \text{nm}$ 以下でもよく、 $170\ \text{nm}$ 以下でもよく、 $100\ \text{nm}$ 以下でもよい。

[0044] 砥粒の平均二次粒子径は、 $500\ \text{nm}$ 未満の粒子については、例えば、日機装社製の型式「UPA-UT151」を用いた動的光散乱法により、体積平均粒子径（体積基準の算術平均径； M_v ）として測定することができる。また、 $500\ \text{nm}$ 以上の粒子についてはBECKMAN COULTER社製の型式「Multisizer 3」を用いた細孔電気抵抗法等により、体積平均粒子径として測定することができる。

[0045] 砥粒としてアルミナ粒子（アルミナ砥粒）を用いる場合、公知の各種アルミナ粒子のなかから適宜選択して使用することができる。そのような公知のアルミナ粒子の例には、 α -アルミナおよび中間アルミナが含まれる。ここで中間アルミナとは、 α -アルミナ以外のアルミナ粒子の総称であり、具体的には、 γ -アルミナ、 δ -アルミナ、 θ -アルミナ、 η -アルミナ、 κ -アルミナ、 χ -アルミナ等が例示される。また、製法による分類に基づきフュームドアルミナと称されるアルミナ（典型的にはアルミナ塩を高温焼成する際に生産されるアルミナ微粒子）を使用してもよい。さらに、コロイダルアルミナまたはアルミナゾルと称されるアルミナ（例えばペーマイト等のアルミナ水和物）も、上記公知のアルミナ粒子の例に含まれる。加工性の観点から、 α -アルミナを含むことが好ましい。ここに開示される技術におけるアルミナ砥粒は、このようなアルミナ粒子の1種を単独でまたは2種以上を組み合わせることで含むものであり得る。

[0046] 砥粒としてアルミナ粒子を用いる場合、使用する砥粒全体に占めるアルミナ粒子の割合は、概して高い方が有利である。例えば、砥粒全体に占めるア

ルミナ粒子の割合は、好ましくは70重量%以上、より好ましくは90重量%以上、さらに好ましくは95重量%以上であり、実質的に100重量%でもよい。

[0047] アルミナ砥粒の粒子サイズは、特に限定されず、所望の研磨効果が発揮されるように選択し得る。研磨除去速度向上等の観点から、アルミナ砥粒の平均一次粒子径は、好ましくは50nm以上、より好ましくは80nm以上であり、150nm以上でもよく、250nm以上でもよく、300nm以上でもよい。アルミナ砥粒の平均一次粒子径の上限は特に限定されないが、パッド温度の上昇抑制の観点から、概ね5 μ m以下にすることが適当であり、研磨後の面品質等の観点から3 μ m以下であることが好ましく、1 μ m以下であることがより好ましく、750nm以下でもよく、500nm以下でもよく、400nm以下でもよく、350nm以下でもよい。

[0048] 砥粒としてアルミナ粒子を用いる場合、ここに開示される研磨用組成物は、本発明の効果を損なわない範囲で、上記アルミナ以外の材質からなる砥粒（以下、非アルミナ砥粒ともいう。）をさらに含有してもよい。そのような非アルミナ砥粒の例として、シリカ粒子、酸化セリウム粒子、酸化クロム粒子、二酸化チタン粒子、酸化ジルコニウム粒子、酸化マグネシウム粒子、酸化マンガン粒子、酸化亜鉛粒子、酸化鉄粒子等の酸化物粒子；窒化ケイ素粒子、窒化ホウ素粒子等の窒化物粒子；炭化ケイ素粒子、炭化ホウ素粒子等の炭化物粒子；ダイヤモンド粒子；炭酸カルシウムや炭酸バリウム等の炭酸塩等のいずれかから実質的に構成される砥粒が挙げられる。

[0049] 上記非アルミナ砥粒の含有量は、研磨用組成物に含まれる砥粒の全重量のうち、例えば30重量%以下とすることが適当であり、好ましくは20重量%以下、より好ましくは10重量%以下である。

[0050] ここに開示される技術の好ましい他の一態様において、研磨用組成物は、砥粒としてシリカ粒子（シリカ砥粒）を含む。シリカ砥粒は、公知の各種シリカ粒子のなかから適宜選択して使用することができる。そのような公知のシリカ粒子としては、コロイダルシリカ、乾式法シリカ等が挙げられる。な

かでも、コロイダルシリカの使用が好ましい。コロイダルシリカを含むシリカ砥粒によると、良好な面精度が好適に達成され得る。

[0051] シリカ砥粒の形状（外形）は、球形であってもよく、非球形であってもよい。例えば、非球形をなすシリカ砥粒の具体例としては、ピーナッツ形状（すなわち、落花生の殻の形状）、繭型形状、金平糖形状、ラグビーボール形状等が挙げられる。ここに開示される技術において、シリカ砥粒は、一次粒子の形態であってもよく、複数の一次粒子が会合した二次粒子の形態であってもよい。また、一次粒子の形態のシリカ砥粒と二次粒子の形態のシリカ砥粒とが混在していてもよい。好ましい一態様では、少なくとも一部のシリカ砥粒が二次粒子の形態で研磨用組成物中に含まれている。

[0052] シリカ砥粒としては、その平均一次粒子径が5 nmよりも大きいものを好ましく採用することができる。研磨効率等の観点から、シリカ砥粒の平均一次粒子径は、好ましくは15 nm以上、より好ましくは20 nm以上、さらに好ましくは25 nm以上、特に好ましくは30 nm以上である。シリカ砥粒の平均一次粒子径の上限は特に限定されないが、概ね120 nm以下にすることが適当であり、好ましくは100 nm以下、より好ましくは85 nm以下である。例えば、研磨効率および面品質をより高いレベルで両立させる観点から、BET径が12 nm以上80 nm以下のシリカ砥粒が好ましく、15 nm以上75 nm以下のシリカ砥粒が好ましい。

[0053] シリカ砥粒の平均二次粒子径は特に限定されないが、研磨効率等の観点から、好ましくは20 nm以上、より好ましくは50 nm以上、さらに好ましくは70 nm以上である。また、より高品位の表面を得るという観点から、シリカ砥粒の平均二次粒子径は、500 nm以下が適当であり、好ましくは300 nm以下、より好ましくは200 nm以下、さらに好ましくは130 nm以下、特に好ましくは110 nm以下（例えば100 nm以下）である。

[0054] シリカ粒子の真比重（真密度）は、1.5以上であることが好ましく、より好ましくは1.6以上、さらに好ましくは1.7以上である。シリカ粒子

の真比重の増大により、物理的な研磨能力は高くなる傾向にある。シリカ粒子の真比重の上限は特に限定されないが、典型的には2.3以下、例えば2.2以下、2.0以下、1.9以下である。シリカ粒子の真比重としては、置換液としてエタノールを用いた液体置換法による測定値を採用し得る。

[0055] シリカ粒子の形状（外形）は、球状であることが好ましい。特に限定するものではないが、粒子の長径／短径比の平均値（平均アスペクト比）は、原理的に1.00以上であり、研磨除去速度を向上する観点から、例えば1.05以上であってもよく、1.10以上でもよい。また、粒子の平均アスペクト比は、3.0以下であることが適当であり、2.0以下であってもよい。研磨面の平滑性向上やスクラッチ低減の観点から、粒子の平均アスペクト比は、好ましくは1.50以下であり、1.30以下であってもよく、1.20以下でもよい。

[0056] 粒子の形状（外形）や平均アスペクト比は、例えば、電子顕微鏡観察により把握することができる。平均アスペクト比を把握する具体的な手順としては、例えば、走査型電子顕微鏡（SEM）を用いて、所定個数（例えば200個）の粒子の形状を抽出する。抽出した各々の粒子の形状に外接する最小の長方形を描く。そして、各粒子の形状に対して描かれた長方形について、その長辺の長さ（長径の値）を短辺の長さ（短径の値）で除した値を長径／短径比（アスペクト比）として算出する。上記所定個数の粒子のアスペクト比を算術平均することにより、平均アスペクト比を求めることができる。

[0057] 研磨用組成物がシリカ砥粒を含む態様において、該研磨用組成物は、シリカ以外の材質からなる砥粒（以下、非シリカ砥粒ともいう。）をさらに含有してもよい。そのような非シリカ砥粒を構成する粒子の例として、アルミナ粒子、酸化セリウム粒子、酸化クロム粒子、二酸化チタン粒子、酸化ジルコニウム粒子、酸化マグネシウム粒子、酸化マンガン粒子、酸化亜鉛粒子、酸化鉄粒子等の酸化物粒子；窒化ケイ素粒子、窒化ホウ素粒子等の窒化物粒子；炭化ケイ素粒子、炭化ホウ素粒子等の炭化物粒子；ダイヤモンド粒子；炭酸カルシウムや炭酸バリウム等の炭酸塩；等のいずれかから実質的に構成さ

れる粒子が挙げられる。

[0058] 上記非シリカ砥粒の含有量は、研磨用組成物に含まれる砥粒の全重量のうち、例えば30重量%以下とすることが適当であり、好ましくは20重量%以下、より好ましくは10重量%以下である。

[0059] ここに開示される研磨用組成物における砥粒（例えば、シリカ砥粒、アルミナ砥粒等）の含有量は、パッド温度の上昇抑制の観点から、5重量%未満であることが適当であり、3重量%未満であることが有利であり、1重量%未満であることが好ましく、0.5重量%未満であることがより好ましく、0.3重量%以下でもよく、0.2重量%以下でもよい。いくつかの態様において、研磨用組成物における砥粒の含有量は、0.1重量%以下または0.1重量%未満でもよく、0.05重量%以下または0.05重量%未満でもよく、0.04重量%以下または0.04重量%未満でもよく、0.03重量%以下または0.03重量%未満でもよい。砥粒の含有量の下限は特に制限されず、例えば0.000001重量%以上（すなわち、0.01ppm以上）であり得る。砥粒の使用効果を高める観点から、いくつかの態様において、研磨用組成物における砥粒の含有量は、0.00001重量%以上でもよく、0.0001重量%以上でもよく、0.001重量%以上でもよく、0.002重量%以上でもよく、0.005重量%以上でもよい。ここに開示される研磨用組成物が複数種類の砥粒を含む場合、該研磨用組成物における砥粒の含有量とは、上記複数種類の砥粒の合計含有量のことをいう。

[0060] ここに開示される研磨用組成物は、粒子としてダイヤモンド粒子を実質的に含まないものであることが好ましい。ダイヤモンド粒子は硬度が高いため、平滑性向上の制限要因となり得る。また、ダイヤモンド粒子は概して高価であることから、費用効果の点で有利な材料とはいえず、実用面からは、ダイヤモンド粒子等の高価格材料への依存度は低くてもよい。ここで、粒子がダイヤモンド粒子を実質的に含まないとは、粒子全体のうちダイヤモンド粒子の割合が1重量%以下、より好ましくは0.5重量%以下、典型的には0.1重量%以下であることをいい、ダイヤモンド粒子の割合が0重量%であ

る場合を包含する。このような態様において、本発明の適用効果が好適に発揮され得る。

[0061] 砥粒を含む研磨用組成物において、酸化剤Aの濃度と砥粒の含有量との関係は、特に限定されず、使用目的や使用態様に応じて所望の効果が達成されるように適切に設定し得る。砥粒の含有量 $W1$ [重量%]に対する酸化剤Aの濃度 Cx [mM]の比、すなわち $Cx/W1$ は、例えば5以上とすることができ、50以上であることが適当であり、100以上であることが有利であり、200以上であることが好ましい。 $Cx/W1$ がより大きくなると、機械的研磨の寄与に対する化学的研磨の寄与がより大きくなる傾向にある。かかる組成において、第1金属塩と第2金属塩の組合せ使用によるパッド温度上昇抑制効果が好適に発揮され得る。いくつかの態様において、 $Cx/W1$ は、300以上でもよく、500以上でもよく、700以上でもよく、1000以上でもよく、さらには1500以上でもよく、3000以上でもよく、5500以上でもよく、7500以上でもよい。 $Cx/W1$ の上限は特に制限されないが、研磨用組成物の保存安定性等の観点から、例えば凡そ100000以下とすることができ、75000以下でもよく、50000以下でもよく、20000以下でもよく、10000以下でもよく、9000以下でもよい。いくつかの態様において、 $Cx/W1$ は、7000以下でもよく、5000以下でもよく、3000以下でもよい。

なお、上記「 $Cx/W1$ 」において、「 Cx 」とは研磨用組成物における酸化剤Aの濃度を「mM」の単位で表した場合の数値部分、「 $W1$ 」とは研磨用組成物における砥粒の含有量を「重量%」の単位で表した場合の数値部分を表しており、 Cx および $W1$ はいずれも無次元数である。

[0062] 砥粒を含む研磨用組成物において、第1金属塩の濃度と砥粒の含有量との関係は、特に限定されず、使用目的や使用態様に応じて所望の効果が達成されるように適切に設定し得る。砥粒の含有量 $W1$ [重量%]に対する第1金属塩の濃度 $C1$ [mM]の比、すなわち $C1/W1$ は、例えば5以上とすることができ、10以上であることが好ましく、30以上であることがより好

ましく、50以上でもよく、80以上でもよい。C1/W1がより大きくなると、機械的研磨の寄与に対する化学的研磨の寄与がより大きくなる傾向にある。かかる組成において、第1金属塩と第2金属塩の組合せ使用によるパッド温度上昇抑制効果が好適に発揮され得る。いくつかの態様において、C1/W1は、100以上でもよく、150以上でもよく、200以上でもよく、300以上でもよく、500以上でもよい。C1/W1の上限は特に制限されないが、研磨用組成物の保存安定性等の観点から、例えば凡そ5000以下とすることができ、2500以下でもよく、1000以下でもよい。いくつかの態様において、C1/W1は、900以下でもよく、700以下でもよく、500以下でもよい。

なお、上記「C1/W1」において、「C1」とは研磨用組成物における第1金属塩の濃度を「mM」の単位で表した場合の数値部分、「W1」とは研磨用組成物における砥粒の含有量を「重量%」の単位で表した場合の数値部分を表しており、C1およびW1はいずれも無次元数である。

[0063] 砥粒を含む研磨用組成物において、第2金属塩の濃度と砥粒の含有量との関係は、特に限定されず、使用目的や使用態様に応じて所望の効果が達成されるように適切に設定し得る。砥粒の含有量W1〔重量%〕に対する第2金属塩の濃度C2〔mM〕の比、すなわちC2/W1は、例えば5以上とすることができ、10以上であることが好ましく、30以上であることがより好ましく、50以上でもよく、80以上でもよい。C2/W1がより大きくなると、第1金属塩と第2金属塩の組合せ使用によるパッド温度上昇抑制効果が好適に発揮され得る。いくつかの態様において、C2/W1は、150以上でもよく、300以上でもよく、500以上でもよく、800以上でもよい。C2/W1の上限は特に制限されないが、研磨用組成物の保存安定性等の観点から、例えば凡そ10000以下とすることができ、5000以下でもよく、2500以下でもよい。いくつかの態様において、C2/W1は、1000以下でもよく、800以下でもよく、600以下でもよい。

なお、上記「C2/W1」において、「C2」とは研磨用組成物における

第2金属塩の濃度を「mM」の単位で表した場合の数値部分、「W1」とは研磨用組成物における砥粒の含有量を「重量%」の単位で表した場合の数値部分を表しており、C2およびW1はいずれも無次元数である。

[0064] ここに開示される研磨用組成物は、砥粒を含まない態様でも好ましく実施することができる。かかる態様において、第1金属塩と第2金属塩の組合せ使用による研磨除去速度向上およびパッド温度上昇抑制の効果がよりよく発揮される。

[0065] (水)

ここに開示される研磨用組成物は、水を含む。水としては、イオン交換水(脱イオン水)、純水、超純水、蒸留水等を好ましく用いることができる。ここに開示される研磨用組成物は、必要に応じて、水と均一に混合し得る有機溶剤(低級アルコール、低級ケトン等)をさらに含んでもよい。通常は、研磨用組成物に含まれる溶媒の90体積%以上が水であることが適当であり、95体積%以上が水であることが好ましく、99~100体積%が水であることがより好ましい。

[0066] (酸)

研磨用組成物は、pH調整や研磨除去速度を向上する等の目的で、必要に応じて酸を含有することができる。酸としては、無機酸および有機酸のいずれも使用可能である。無機酸の例としては、硫酸、硝酸、塩酸、炭酸等が挙げられる。有機酸の例としては、ギ酸、酢酸、プロピオン酸等の脂肪族カルボン酸、安息香酸、フタル酸等の芳香族カルボン酸、クエン酸、シュウ酸、酒石酸、リンゴ酸、マレイン酸、フマル酸、コハク酸、有機スルホン酸、有機ホスホン酸等が挙げられる。これらは、1種を単独でまたは2種以上を組み合わせて用いることができる。酸を使用する場合、その使用量は特に限定されず、使用目的(例えばpH調整)に応じた使用量とすることができる。あるいは、ここに開示される研磨用組成物のいくつかの態様では、酸を実質的に含有しない組成であってもよい。

[0067] (塩基性化合物)

研磨用組成物は、pH調整や研磨除去速度を向上する等の目的で、必要に応じて塩基性化合物を含有することができる。ここで塩基性化合物とは、研磨用組成物に添加されることによって該組成物のpHを上昇させる機能を有する化合物を指す。塩基性化合物の例としては、水酸化カリウム、水酸化ナトリウム等のアルカリ金属水酸化物；炭酸水素アンモニウム、炭酸アンモニウム、炭酸水素カリウム、炭酸カリウム、炭酸水素ナトリウム、炭酸ナトリウム等の炭酸塩や炭酸水素塩；アンモニア；第四級アンモニウム化合物、例えば水酸化テトラメチルアンモニウム、水酸化テトラエチルアンモニウム、水酸化テトラブチルアンモニウム等の水酸化第四級アンモニウム；その他、アミン類、リン酸塩やリン酸水素塩、有機酸塩等が挙げられる。塩基性化合物は、1種を単独でまたは2種以上を組み合わせて用いることができる。塩基性化合物を使用する場合、その使用量は特に限定されず、使用目的（例えばpH調整）に応じた使用量とすることができる。あるいは、ここに開示される研磨用組成物のいくつかの態様では、塩基性化合物を実質的に含有しない組成であってもよい。

[0068] （その他の成分）

ここに開示される研磨用組成物は、本発明の効果を損なわない範囲で、キレート剤、増粘剤、分散剤、表面保護剤、濡れ剤、界面活性剤、防錆剤、防腐剤、防カビ剤等の、研磨用組成物（例えば、炭化ケイ素等の高硬度材料の研磨に用いられる研磨用組成物）に用いられ得る公知の添加剤を、必要に応じてさらに含有してもよい。上記添加剤の含有量は、その添加目的に応じて適宜設定すればよく、本発明を特徴づけるものではないため、詳しい説明は省略する。

[0069] （pH）

研磨用組成物のpHは、1～12程度とすることが適当である。pHが上記範囲であると、実用的な研磨除去速度が達成されやすい。いくつかの態様において、上記pHは、12.0以下でもよく、11.0以下でもよく、10.0以下でもよく、9.0以下でもよく、9.0未満でもよく、8.0以

下でもよく、8.0未満でもよく、7.0以下でもよく、7.0未満でもよく、6.0以下でもよい。第1金属塩と第2金属塩の組合せ使用による研磨除去速度向上およびパッド温度上昇抑制の効果をより発揮しやすくする観点から、いくつかの態様において、研磨用組成物のpHは、好ましくは6.0未満であり、5.0以下でもよく、5.0未満でもよく、4.0以下でもよく、4.0未満でもよい。上記pHは、例えば1.0以上であってよく、1.5以上でもよく、2.0以上でもよく、2.5以上でもよい。

[0070] ここに開示される研磨用組成物の調製方法は特に限定されない。例えば、翼式攪拌機、超音波分散機、ホモキサー等の周知の混合装置を用いて、研磨用組成物に含まれる各成分を混合するとよい。これらの成分を混合する態様は特に限定されず、例えば全成分を一度に混合してもよく、適宜設定した順序で混合してもよい。

ここに開示される研磨用組成物は、一剤型であってもよいし、二剤型を始めとする多剤型であってもよい。例えば、該研磨用組成物の構成成分（例えば水以外の成分）のうち一部の成分を含むパートAと、残りの成分を含むパートBとが混合されて研磨対象物の研磨に用いられるように構成されていてもよい。これらは、例えば使用前は分けて保管されており、使用時に混合して一液の研磨用組成物が調製され得る。混合時には、希釈用の水等がさらに混合され得る。

[0071] <研磨対象物>

ここに開示される研磨用組成物の研磨対象物は特に限定されない。例えば、ここに開示される研磨用組成物は、化合物半導体材料により構成された表面を有する基板、すなわち化合物半導体基板の研磨に適用され得る。化合物半導体基板の構成材料は、特に限定されず、例えば、テルル化カドミウム、セレン化亜鉛、硫化カドミウム、テルル化カドミウム水銀、テルル化亜鉛カドミウム等のI-III-V族化合物半導体；窒化ガリウム、ヒ化ガリウム、リン化ガリウム、リン化インジウム、ヒ化アルミニウムガリウム、ヒ化ガリウムインジウム、ヒ化窒素インジウムガリウム、リン化アルミニウムガリウム

インジウム等のIII-V族化合物半導体；炭化ケイ素、ケイ化ゲルマニウム等のIV-IV族化合物半導体；等であり得る。これらのうち複数の材料により構成された研磨対象物であってもよい。好ましい一態様において、ここに開示される研磨用組成物は、酸化物ではない（即ち、非酸化物の）化学物半導体材料により構成された表面を有する基板の研磨に適用され得る。非酸化物の化学物半導体材料により構成された表面を有する基板の研磨において、ここに開示される研磨用組成物に含有される酸化剤による研磨促進効果が好適に発揮されやすい。

[0072] ここに開示される研磨用組成物は、例えば、500Hv以上のビッカース硬度を有する研磨対象物表面の研磨に好ましく用いられ得る。上記ビッカース硬度は、好ましくは700Hv以上であり、例えば1000Hv以上、あるいは1500Hv以上である。研磨対象材料のビッカース硬度は、1800Hv以上であってもよく、2000Hv以上でもよく、2200Hv以上でもよい。研磨対象物表面のビッカース硬度の上限は特に限定されず、例えば凡そ7000Hv以下であってもよく、5000Hv以下でもよく、3000Hv以下でもよい。なお、本明細書において、ビッカース硬度は、JIS R 1610：2003に基づいて測定することができる。上記JIS規格に対応する国際規格はISO 14705：2000である。

[0073] 1500Hv以上のビッカース硬度を有する材料としては、炭化ケイ素、窒化ケイ素、窒化チタン、窒化ガリウム等が挙げられる。ここに開示される技術における研磨対象物は、機械的かつ化学的に安定な上記材料の単結晶表面を有するものであり得る。なかでも、研磨対象物表面は、炭化ケイ素および窒化ガリウムのうちのいずれかから構成されていることが好ましく、炭化ケイ素から構成されていることがより好ましい。炭化ケイ素は、電力損失が少なく耐熱性等に優れる化合物半導体基板材料として期待されており、研磨除去速度の向上により生産性を改善することの実用上の利点は特に大きい。ここに開示される技術は、炭化ケイ素の単結晶表面の研磨に対して特に好ましく適用され得る。

[0074] <研磨方法>

ここに開示される研磨用組成物は、例えば以下の操作を含む態様で、研磨対象物の研磨に使用することができる。

すなわち、ここに開示されるいずれかの研磨用組成物を含む研磨液（スラリー）を用意する。上記研磨液を用意することには、研磨用組成物に、濃度調整（例えば希釈）、pH調整等の操作を加えて研磨液を調製することが含まれ得る。あるいは、上記研磨用組成物をそのまま研磨液として使用してもよい。また、多剤型の研磨用組成物の場合、上記研磨液を用意することには、それらの剤を混合すること、該混合の前に1または複数の剤を希釈すること、該混合の後にその混合物を希釈すること、等が含まれ得る。

次いで、その研磨液を研磨対象物に供給し、当業者によってなされる通常の方法で研磨する。例えば、一般的な研磨装置に研磨対象物をセットし、該研磨装置の研磨パッドを通じて該研磨対象物の研磨対象面に上記研磨液を供給する方法である。典型的には、上記研磨液を連続的に供給しつつ、研磨対象物の研磨対象面に研磨パッドを押しつけて両者を相対的に移動（例えば回転移動）させる。かかるポリシング工程を経て研磨対象物の研磨が完了する。

[0075] なお、ここに開示される技術における研磨用組成物に含まれ得る各成分について上述した含有量および含有量の比は、典型的には、実際に研磨対象物に供給される際の（すなわち、point of useの）研磨用組成物における含有量および含有量の比を意味し、したがって研磨液における含有量および含有量の比と読み替えることができる。

[0076] この明細書によると、研磨対象物（典型的には、研磨対象材料）を研磨する研磨方法および該研磨方法を用いた研磨物の製造方法が提供される。上記研磨方法は、ここに開示される研磨用組成物を用いて研磨対象物を研磨する工程を含むことによって特徴づけられる。好ましい一態様に係る研磨方法は、予備ポリシングを行う工程（予備ポリシング工程）と、仕上げポリシングを行う工程（仕上げポリシング工程）と、を含んでいる。典型的な一態様で

は、予備ポリシング工程は、仕上げポリシング工程の直前に配置されるポリシング工程である。予備ポリシング工程は、1段のポリシング工程であってもよく、2段以上の複数段のポリシング工程であってもよい。また、ここでいう仕上げポリシング工程は、予備ポリシングが行われた研磨対象物に対して仕上げポリシングを行う工程であって、砥粒を含むポリシング用スラリーを用いて行われるポリシング工程のうち最後に（すなわち、最も下流側に）配置される研磨工程のことをいう。このように予備ポリシング工程と仕上げポリシング工程とを含む研磨方法において、ここに開示される研磨用組成物は、予備ポリシング工程で用いられてもよく、仕上げポリシング工程で用いられてもよく、予備ポリシング工程および仕上げポリシング工程の両方で用いられてもよい。

[0077] 予備ポリシングおよび仕上げポリシングは、片面研磨装置による研磨、両面研磨装置による研磨のいずれにも適用可能である。片面研磨装置では、セラミックプレートにワックスで研磨対象物を貼りつけたり、キャリアと呼ばれる保持具を用いて研磨対象物を保持し、ポリシング用組成物を供給しながら研磨対象物の片面に研磨パッドを押しつけて両者を相対的に移動させることにより研磨対象物の片面を研磨する。上記移動は、例えば回転移動である。両面研磨装置では、キャリアと呼ばれる保持具を用いて研磨対象物を保持し、上方よりポリシング用組成物を供給しながら、研磨対象物の対向面に研磨パッドを押しつけ、それらを相対方向に回転させることにより研磨対象物の両面を同時に研磨する。

[0078] 上記ポリシングの条件は、研磨される材料の種類や、目標とする表面性状（具体的には平滑性）、研磨除去速度等に基づいて適切に設定されるので、特定の条件に限定されない。例えば、加工圧力については、ここに開示される研磨用組成物は、例えば10kPa以上150kPa以下の広い圧力範囲で用いることができる。高い研磨除去速度とパッド温度の上昇抑制とを好適に両立する観点から、いくつかの態様において、上記加工圧力は、例えば20kPa以上、30kPa以上または40kPa以上であってよく、また、

100kPa以下、80kPa以下または60kPa以下とすることができる。ここに開示される研磨用組成物は、例えば30kPa以上またはより高い加工条件での研磨にも好ましく用いることができ、かかる研磨を経て得られる目的物（研磨物）の生産性を高めることができる。なお、ここでいう加工圧力は研磨圧力と同義である。

[0079] ここに開示される各ポリシング工程で使用される研磨パッドは、特に限定されない。例えば、不織布タイプ、スウェードタイプ、硬質発泡ポリウレタンタイプのいずれを用いてもよい。いくつかの態様において、不織布タイプの研磨パッドを好ましく採用し得る。上記の研磨パッドを用いる態様において、ここに開示される技術による効果であるパッド温度上昇抑制の効果が好ましく発揮される。なお、ここに開示される技術において用いられる研磨パッドは、砥粒を含まない研磨パッドである。

[0080] ここに開示される方法により研磨された研磨対象物は、典型的にはポリシング後に洗浄される。この洗浄は、適当な洗浄液を用いて行うことができる。使用する洗浄液は特に限定されず、公知、慣用のものを適宜選択して用いることができる。

[0081] なお、ここに開示される研磨方法は、上記予備ポリシング工程および仕上げポリシング工程に加えて任意の他の工程を含み得る。そのような工程としては、予備ポリシング工程の前に行われる機械研磨工程やラッピング工程が挙げられる。上記機械研磨工程は、ダイヤモンド砥粒を溶媒に分散させた液を用いて研磨対象物を研磨する。いくつかの好ましい態様において、上記分散液は酸化剤を含まない。上記ラッピング工程は、研磨定盤、例えば鋳鉄定盤の表面を研磨対象物に押し当てて研磨する工程である。したがって、ラッピング工程では研磨パッドは使用しない。ラッピング工程は、典型的には、研磨定盤と研磨対象物との間に砥粒を供給して行われる。上記砥粒は、典型的にはダイヤモンド砥粒である。また、ここに開示される研磨方法は、予備ポリシング工程の前や、予備ポリシング工程と仕上げポリシング工程との間に追加の工程を含んでもよい。追加の工程は、例えば洗浄工程やポリシング

工程である。

[0082] <研磨物の製造方法>

ここに開示される技術には、上述したいずれかの研磨方法によるポリッシング工程を含む研磨物の製造方法および該方法により製造された研磨物の提供が含まれ得る。上記研磨物の製造方法は、例えば炭化ケイ素基板の製造方法である。すなわち、ここに開示される技術によると、高硬度材料から構成された表面を有する研磨対象物を、ここに開示されるいずれかの研磨方法を適用して研磨することを含む、研磨物の製造方法および該方法により製造された研磨物が提供される。上記製造方法によると、研磨を経て製造される基板、例えば炭化ケイ素基板が効率的に提供され得る。

実施例

[0083] 以下、本発明に関するいくつかの実施例を説明するが、本発明をかかると実施例に示すものに限定することを意図したものではない。なお、以下の説明において「%」は、特に断りがない限り重量基準である。

[0084] <<実験例 1 >>

<研磨用組成物の調製>

(実施例 A 1)

アルミナ砥粒と、酸化剤 A としての過マンガン酸カリウムと、第 1 金属塩としての硝酸カルシウムと、第 2 金属塩としての硝酸アルミニウムと、脱イオン水とを混合して、アルミナ砥粒を 0.1%、過マンガン酸カリウム (Mn 換算) を 181 mM、硝酸カルシウム (Ca 換算) を 9.52 mM、硝酸アルミニウム (Al 換算) を 9.52 mM の濃度で含む研磨用組成物を調製した。

[0085] (比較例 A 1)

アルミナ砥粒と、酸化剤 A としての過マンガン酸カリウムと、硝酸カルシウムと、脱イオン水とを混合して、アルミナ砥粒を 0.1%、過マンガン酸カリウム (Mn 換算) を 181 mM、硝酸カルシウム (Ca 換算) を 9.52 mM の濃度で含む研磨用組成物を調製した。

[0086] (比較例 A 2)

アルミナ砥粒と、酸化剤 A としての過マンガン酸カリウムと、硝酸アルミニウムと、脱イオン水とを混合して、アルミナ砥粒を 0.1%、過マンガン酸カリウム (Mn 換算) を 181 mM、硝酸アルミニウム (Al 換算) を 9.52 mM の濃度で含む研磨用組成物を調製した。

[0087] 実施例 A 1、比較例 A 1 および比較例 A 2 の研磨用組成物において、アルミナ砥粒としては、平均一次粒子径が 310 nm の α -アルミナ砥粒を使用した。各例に係る研磨用組成物の pH は、硝酸を使用して 2.5 とした。

[0088] <研磨対象物の研磨>

アルミナ砥粒を含む予備研磨用組成物を用いて SiC ウェーハを予備研磨した。この予備研磨された SiC ウェーハを研磨対象物とし、各例に係る研磨用組成物をそのまま研磨液として使用して、上記研磨対象物を下記のポリシング条件で研磨した。

[ポリシング条件]

研磨装置：不二越機械工業社、型式「RDP-500」

研磨パッド：ニッタ・ハース社製「SUBA800XY」(不織布タイプ)

加工圧力：44.1 kPa

定盤回転数：120 回転/分

ヘッド回転数：120 回転/分

研磨液の供給レート：20 mL/分

研磨液の使用方法：掛け捨て

研磨時間：15 分

研磨対象物：4 インチ SiC ウェーハ (伝導型：n 型、結晶型 4H-SiC、主面 (0001) の C 軸に対するオフ角：4°)、1 枚/バッチ

研磨液の温度：23°C

[0089] <測定および評価>

(研磨除去速度)

上記ポリシング条件のもと、各例の研磨用組成物を用いてSiCウェーハを研磨した後、以下の計算式(1)、(2)に従って研磨除去速度を算出した。

(1) 研磨取り代 [cm] = 研磨前後のSiCウェーハの重量の差 [g] / SiCの密度 [g/cm³] (= 3.21 g/cm³) / 研磨対象面積 [cm²] (= 78.54 cm²)

(2) 研磨除去速度 [nm/h] = 研磨取り代 [cm] × 10⁷ / 研磨時間 (= 15 / 60時間)

[0090] 得られた研磨除去速度を、比較例A1を100%としたときの相対値に換算した。その相対値に基づいて研磨除去速度を以下の5水準で評価し、表1に示した。評価Aとは、比較例A1に対して研磨除去速度が1.15倍超～1.5倍に向上していることを意味する。

AA : 150%より大きく200%以下

A : 115%より大きく150%以下

B : 85%以上115%以下

C : 50%以上85%未満

D : 50%未満

[0091] (パッド温度)

上記ポリシング条件での研磨中における研磨パッドの温度を測定した。パッド温度の測定に際しては、ウェーハ保持部分としてスウェード素材のバックリング材を用いたテンプレートを使用し、ウェーハの飛び出し高さが100μm以上となるように貼り付けた。研磨時において、ウェーハはスウェード素材に対して水張りされた状態に保たれるようにした。パッド温度は、上記研磨装置に備え付けのパッド温度測定装置(赤外線熱放射温度計)から出力される値をそのまま採用した。測定は、研磨開始の10分後から15分後までの間について行い、その間の平均温度を各例による研磨用組成物による研磨中のパッド温度とした。

[0092] 得られた結果を、次式： ΔT [°C] = (比較例A1のパッド温度) - (各

例の패드温度) ; に代入し、この ΔT (すなわち、比較例 A 1 の패드温度に対する패드温度の低下幅) に基づいて패드上昇抑制効果を以下の5水準で評価し、表 1 に示した。 ΔT が 0°C 以下 (評価 D) とは、패드温度が比較例 A 1 と同じかまたは比較例 A 1 より高いことを意味する。

AA : ΔT が 2.5°C 以上

A : ΔT が 2.0°C 以上 2.5°C 未満

B : ΔT が 1.2°C 以上 2.0°C 未満

C : ΔT が 0°C より大きく 1.2°C 未満

D : ΔT が 0°C 以下

[0093] なお、比較例 A 0 として、比較例 A 1 から硝酸カルシウムを除いた組成の研磨用組成物を調製し、同様に研磨除去速度および패드温度の測定および評価を行ったところ、比較例 A 1 の研磨除去速度は比較例 A 0 の約 1.2 倍であり、比較例 A 1 の패드温度は比較例 A 0 よりも 1.1°C 高かった。すなわち、比較例 A 1 によると、比較例 A 0 に比べて研磨除去速度は向上したが、패드温度も上昇した。

[0094] [表 1]

表 1

	第1金属塩		第2金属塩		研磨除去速度	패드温度上昇抑制
	種類	濃度 [mM]	種類	濃度 [mM]		
比較例 A0	-	-	-	-	C	C
比較例 A1	硝酸カルシウム	9.52	-	-	B	D
比較例 A2	-	-	硝酸アルミニウム	9.52	A	B
実施例 A1	硝酸カルシウム	9.52	硝酸アルミニウム	9.52	A	AA

[0095] 表 1 に示されるように、第 1 金属塩としての硝酸カルシウムおよび第 2 金属塩としての硝酸アルミニウムを組み合わせる含む実施例 A 1 の研磨用組成物によると、比較例 A 1 の研磨用組成物に比べて研磨除去レートをさらに向上させつつ、패드温度を大幅に低下させることができた。

[0096] <<実験例 2>>

<研磨用組成物の調製>

(実施例 B 1)

酸化剤Aとしての過マンガン酸カリウムと、第1金属塩としての硝酸カルシウムと、第2金属塩としての硝酸アルミニウムと、脱イオン水とを混合して、過マンガン酸カリウム(Mn換算)を105mM、硝酸カルシウム(Ca換算)を7.6mM、硝酸アルミニウム(Al換算)を38mMの濃度で含み、砥粒を含まない研磨用組成物を調製した。

[0097] (比較例B1)

酸化剤Aとしての過マンガン酸カリウムと、硝酸カルシウム、脱イオン水とを混合して、過マンガン酸カリウム(Mn換算)を105mM、硝酸カルシウム(Ca換算)を3.8mMの濃度で含み、砥粒を含まない研磨用組成物を調製した。

[0098] 実施例B1および比較例B1の研磨用組成物のpHは3.4-3.5であった。

[0099] <研磨対象物の研磨>

アルミナ砥粒を含む予備研磨用組成物を用いてSiCウェーハを予備研磨した。この予備研磨されたSiCウェーハを研磨対象物とし、各例に係る研磨用組成物をそのまま研磨液として使用して、上記研磨対象物を下記のポリシング条件で研磨した。

[ポリシング条件]

研磨装置：不二越機械工業社、型式「RDP-500」

研磨パッド：ニッタ・ハース社製「SUBA800XY」(不織布タイプ)

加工圧力：29.4kPa

定盤回転数：100回転/分

ヘッド回転数：100回転/分

研磨液の供給レート：20mL/分

研磨液の使用方法：掛け捨て

研磨時間：1時間

研磨対象物：2インチSiCウェーハ(伝導型：n型、結晶型4H-Si)

C、主面（0001）のC軸に対するオフ角：4°）、1枚／バッチ
研磨液の温度：23℃

[0100] <測定および評価>

（研磨除去速度）

上記ポリシング条件のもと、各例の研磨用組成物を用いてSiCウェーハを研磨した後、以下の計算式（1）、（2）に従って研磨除去速度を算出した。

（1）研磨取り代 [cm] = 研磨前後のSiCウェーハの重量の差 [g] / SiCの密度 [g/cm³] (= 3.21 g/cm³) / 研磨対象面積 [cm²] (= 19.62 cm²)

（2）研磨除去速度 [nm/h] = 研磨取り代 [cm] × 10⁷ / 研磨時間 (= 1時間)

[0101] 得られた研磨除去速度を、比較例B1を100%としたときの相対値に換算した。その相対値に基づいて研磨除去速度を以下の5水準で評価し、表2に示した。評価AAとは、比較例B1に対して研磨除去速度が1.5倍超～2倍に向上していることを意味する。

AA：150%より大きく200%以下

A：115%より大きく150%以下

B：85%以上115%以下

C：50%以上85%未満

D：50%未満

[0102] 上記ポリシング条件での研磨中における研磨パッドの温度を、上記研磨装置に備え付けのパッド温度測定装置（赤外線熱放射温度計）を用いて測定した。測定は、ウェーハの飛び出し高さを200μm以上としたこと、および、研磨開始の5分後から55分後までの間の平均温度を各例による研磨用組成物による研磨中のパッド温度としたこと以外は、実験例1と同様にして行った。

[0103] 得られた結果を、次式：ΔT [°C] = (比較例B1のパッド温度) - (各

例の패드温度) ; に代入し、この ΔT (すなわち、比較例B1の패드温度に対する패드温度の低下幅) に基づいて패드上昇抑制効果を以下の5水準で評価し、表2に示した。 ΔT が 0°C 以下 (評価D) とは、패드温度が比較例B1と同じかまたは比較例B1より高いことを意味する。

AA : ΔT が 2.5°C 以上

A : ΔT が 2.0°C 以上 2.5°C 未満

B : ΔT が 1.2°C 以上 2.0°C 未満

C : ΔT が 0°C より大きく 1.2°C 未満

D : ΔT が 0°C 以下

[0104] なお、比較例B0として、比較例B1から硝酸カルシウムを除いた組成の研磨用組成物を調製し、同様に研磨除去速度および패드温度の測定および評価を行ったところ、比較例B1の研磨除去速度は比較例B0の約3倍であり、比較例B1の패드温度は比較例B0よりも 1°C 高かった。すなわち、比較例B1によると、比較例B0に比べて研磨除去速度は向上したが、패드温度も上昇した。

[表2]

表2

	第1金属塩		第2金属塩		研磨除去速度	패드温度上昇抑制
	種類	濃度 [mM]	種類	濃度 [mM]		
比較例B0	-	-	-	-	D	C
比較例B1	硝酸カルシウム	3.8	-	-	B	D
実施例B1	硝酸カルシウム	7.6	硝酸アルミニウム	38	AA	AA

[0105] 表2に示されるように、第1金属塩としての硝酸カルシウムおよび第2金属塩としての硝酸アルミニウムを組み合わせる含む実施例B1の研磨用組成物によると、比較例B1の研磨用組成物に比べて研磨除去レートをさらに向上させつつ、패드温度を大幅に低下させることができた。また、実施例B2として、実施例B1の研磨組成物における硝酸アルミニウムを同濃度 (A1換算) の塩化アルミニウムに置き換えた組成の研磨用組成物を調製し、同様に測定および評価を行ったところ、実施例B1と同様に比較例B1に比べ

てパッド温度を低下させる効果が認められ、かつ実施例B1と同等の研磨除去速度が得られた。実施例B1と実施例B2との対比では、第1金属塩と第2金属塩のアニオン種が同じである実施例B1のほうが、パッド温度の低下幅はより大きかった。

[0106] <<実験例3>>

<研磨用組成物の調製>

(実施例C1)

シリカ砥粒と、酸化剤Aとしての過マンガン酸カリウムと、第1金属塩としての硝酸カルシウムと、第2金属塩としての硝酸アルミニウムと、脱イオン水とを混合して、シリカ砥粒を0.1%、過マンガン酸カリウム(Mn換算)を189.8mM、硝酸カルシウム(Ca換算)を10mM、硝酸アルミニウム(Al換算)を30mMの濃度で含む研磨用組成物を調製した。

[0107] (比較例C1)

シリカ砥粒と、酸化剤Aとしての過マンガン酸カリウムと、硝酸カルシウムと、脱イオン水とを混合して、シリカ砥粒を0.1%、過マンガン酸カリウム(Mn換算)を189.8mM、硝酸カルシウム(Ca換算)を10mMの濃度で含む研磨用組成物を調製した。

[0108] (比較例C2)

シリカ砥粒と、酸化剤Aとしての過マンガン酸カリウムと、硝酸アルミニウムと、脱イオン水とを混合して、シリカ砥粒を0.1%、過マンガン酸カリウム(Mn換算)を189.8mM、硝酸アルミニウム(Al換算)を30mMの濃度で含む研磨用組成物を調製した。

[0109] 実施例C1、比較例C1および比較例C2の研磨用組成物において、シリカ砥粒としては、平均一次粒子径が35nmのコロイダルシリカを使用した。各例に係る研磨用組成物のpHは、硝酸を使用して3.0とした。

[0110] <研磨対象物の研磨>

アルミナ砥粒を含む予備研磨用組成物を用いてSiCウェーハを予備研磨した。この予備研磨されたSiCウェーハを研磨対象物とし、各例に係る研

磨用組成物をそのまま研磨液として使用して、上記研磨対象物を下記のポリシング条件で研磨した。

[ポリシング条件]

研磨装置：不二越機械工業社、型式「RDP-500」

研磨パッド：ニッタ・ハース社製「SUBA800XY」（不織布タイプ）

加工圧力：44.1 kPa

定盤回転数：120回転/分

ヘッド回転数：120回転/分

研磨液の供給レート：20 mL/分

研磨液の使用方法：掛け捨て

研磨時間：15分

研磨対象物：4インチSiCウェーハ（伝導型：n型、結晶型4H-SiC、主面（0001）のC軸に対するオフ角：4°）、1枚/バッチ

研磨液の温度：23℃

[0111] <測定および評価>

（研磨除去速度）

上記ポリシング条件のもと、各例の研磨用組成物を用いてSiCウェーハを研磨した後、以下の計算式（1）、（2）に従って研磨除去速度を算出した。

（1）研磨取り代 [cm] = 研磨前後のSiCウェーハの重量の差 [g] / SiCの密度 [g/cm³] (= 3.21 g/cm³) / 研磨対象面積 [cm²] (= 78.54 cm²)

（2）研磨除去速度 [nm/h] = 研磨取り代 [cm] × 10⁷ / 研磨時間 (= 1時間)

[0112] 得られた研磨除去速度を、比較例C1を100%としたときの相対値に換算した。その相対値に基づいて研磨除去速度を以下の5水準で評価し、表3に示した。評価AAとは、比較例C1に対して研磨除去速度が1.5倍より

も大きく向上していることを意味する。

AA : 150%より大きい

A : 115%より大きく150%以下

B : 85%以上115%以下

C : 50%以上85%未満

D : 50%未満

[0113] (パッド温度)

上記ポリシング条件での研磨中における研磨パッドの温度を、上記研磨装置に備え付けのパッド温度測定装置（赤外線熱放射温度計）を用いて測定した。測定は、ウェーハの飛び出し高さを200 μ m以上としたこと、および、研磨開始の5分後から55分後までの間の平均温度を各例による研磨用組成物による研磨中のパッド温度としたこと以外は、実験例1と同様にして行った。

[0114] 得られた結果を、次式： ΔT [°C] = (比較例C1のパッド温度) - (各例のパッド温度) ; に代入し、この ΔT （すなわち、比較例C1のパッド温度に対するパッド温度の低下幅）に基づいてパッド上昇抑制効果を以下の5水準で評価し、表3に示した。 ΔT が0°C以下（評価D）とは、パッド温度が比較例C1と同じかまたは比較例C1より高いことを意味する。

AA : ΔT が2.5°C以上

A : ΔT が2.0°C以上2.5°C未満

B : ΔT が1.2°C以上2.0°C未満

C : ΔT が0°Cより大きく1.2°C未満

D : ΔT が0°C以下

[0115] なお、比較例C0として、比較例C1から硝酸カルシウムを除いた組成の研磨用組成物を調製し、同様に研磨除去速度およびパッド温度の測定および評価を行ったところ、比較例C1の研磨除去速度は比較例C0の約1.2倍であり、比較例C1のパッド温度は比較例C0よりも1°C高かった。すなわち、比較例C1によると、比較例C0に比べて研磨除去速度は向上したが、

パッド温度も上昇した。

[表3]

表 3

	第1金属塩		第2金属塩		研磨除去速度	パッド温度上昇抑制
	種類	濃度 [mM]	種類	濃度 [mM]		
比較例C0	—	—	—	—	C	C
比較例C1	硝酸カルシウム	10	—	—	B	D
比較例C2	—	—	硝酸アルミニウム	30	AA	B
実施例C1	硝酸カルシウム	10	硝酸アルミニウム	30	AA	AA

[0116] 表3に示されるように、第1金属塩としての硝酸カルシウムおよび第2金属塩としての硝酸アルミニウムを組み合わせる含む実施例C1の研磨用組成物によると、比較例C1の研磨用組成物に比べて研磨除去速度をさらに向上させつつ、パッド温度を大幅に低下させることができた。また、実施例C2として、実施例C1の研磨組成物における硝酸アルミニウムを同濃度（A1換算）の塩化アルミニウムに置き換えた組成の研磨用組成物を調製し、同様に測定および評価を行ったところ、実施例C1と同様に比較例C1に比べてパッド温度を低下させる効果が認められ、かつ実施例C1と同等の研磨除去速度が得られた。実施例C1と実施例C2との対比では、第1金属塩と第2金属塩のアニオン種が同じである実施例C1のほうが、パッド温度の低下幅はより大きかった。

[0117] 以上、本発明の具体例を詳細に説明したが、これらは例示にすぎず、請求の範囲を限定するものではない。請求の範囲に記載の技術には、以上に例示した具体例を様々に変形、変更したものが含まれる。

請求の範囲

- [請求項1] 水と、
過酸化物以外の化合物から選択される酸化剤Aと、
アルカリ土類金属塩から選択される第1金属塩と、
周期表の第3～16族に属する金属のカチオンと、アニオンとの塩
から選択される第2金属塩と、
を含む、研磨用組成物。
- [請求項2] 前記酸化剤Aは過マンガン酸塩である、請求項1に記載の研磨用組成物。
- [請求項3] 前記第1金属塩は硝酸塩である、請求項1または2に記載の研磨用組成物。
- [請求項4] 前記第2金属塩はアルミニウム塩である、請求項1～3のいずれか一項に記載の研磨用組成物。
- [請求項5] 前記第1金属塩と前記第2金属塩とはアニオン種が同じである、請求項1～4のいずれか一項に記載の研磨用組成物。
- [請求項6] 前記第1金属塩の濃度[mM]に対する前記第2金属塩の濃度[mM]の比が0.1～10である、請求項1～5のいずれか一項に記載の研磨用組成物。
- [請求項7] さらに砥粒を含む、請求項1～6のいずれか一項に記載の研磨用組成物。
- [請求項8] ビッカース硬度1500HV以上の材料の研磨に用いられる、請求項1～7のいずれか一項に記載の研磨用組成物。
- [請求項9] 炭化ケイ素の研磨に用いられる、請求項1～8のいずれか一項に記載の研磨用組成物。
- [請求項10] 請求項1～9のいずれか一項に記載の研磨用組成物を用いて研磨対象物を研磨する工程を含む、研磨方法。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2022/004018

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER		
<i>C09G 1/02</i> (2006.01)i; <i>C09K 3/14</i> (2006.01)i; <i>B24B 37/00</i> (2012.01)i; <i>H01L 21/304</i> (2006.01)i FI: C09K3/14 550Z; C09G1/02; B24B37/00 H; H01L21/304 622D; H01L21/304 622W		
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) C09G1/02; C09K3/14; B24B37/00; H01L21/304		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Published examined utility model applications of Japan 1922-1996 Published unexamined utility model applications of Japan 1971-2022 Registered utility model specifications of Japan 1996-2022 Published registered utility model applications of Japan 1994-2022		
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	WO 2018/174008 A1 (FUJIMI INC.) 27 September 2018 (2018-09-27) paragraphs [0005], [0021], examples 3-16	1-10
X	WO 2019/138846 A1 (FUJIMI INC.) 18 July 2019 (2019-07-18) paragraphs [0005], [0023], examples 1-14	1-10
A	JP 2020-527612 A (SAINT-GOBAIN CERAMICS & PLASTICS, INC.) 10 September 2020 (2020-09-10) examples	1-10
<input type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input checked="" type="checkbox"/> 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 13 April 2022		Date of mailing of the international search report 26 April 2022
Name and mailing address of the ISA/JP Japan Patent Office (ISA/JP) 3-4-3 Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915 Japan		Authorized officer Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.

PCT/JP2022/004018

Patent document cited in search report			Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)	Publication date (day/month/year)
WO	2018/174008	A1	27 September 2018	US 2020/0109313 A1 paragraphs [0007], [0027], examples 3-16 EP 3604475 A1 CN 110431210 A TW 201842146 A	
WO	2019/138846	A1	18 July 2019	US 2020/0399505 A1 paragraphs [0006], [0028], examples 1-14 EP 3739016 A1 CN 111587279 A KR 10-2020-0108022 A TW 201932555 A	
JP	2020-527612	A	10 September 2020	US 2018/0340095 A1 examples WO 2018/217978 A1 EP 3631046 A1 TW 201900837 A KR 10-2020-0020699 A CN 110892093 A	

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC）） C09G 1/02(2006.01)i; C09K 3/14(2006.01)i; B24B 37/00(2012.01)i; H01L 21/304(2006.01)i FI: C09K3/14 550Z; C09G1/02; B24B37/00 H; H01L21/304 622D; H01L21/304 622W		
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（IPC）） C09G1/02; C09K3/14; B24B37/00; H01L21/304 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 1922-1996年 日本国公開実用新案公報 1971-2022年 日本国実用新案登録公報 1996-2022年 日本国登録実用新案公報 1994-2022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	WO 2018/174008 A1 (株式会社フジミインコーポレーテッド) 27.09.2018 (2018-09-27) [0005]、[0021]、実施例3-16	1-10
X	WO 2019/138846 A1 (株式会社フジミインコーポレーテッド) 18.07.2019 (2019-07-18) [0005]、[0023]、実施例1-14	1-10
A	JP 2020-527612 A (サンゴバン セラミックス アンド プラスティクス, インコーポレイテッド) 10.09.2020 (2020-09-10) 実施例	1-10
<input type="checkbox"/> C欄の続きにも文献が列挙されている。 <input checked="" type="checkbox"/> 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	“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抵触するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの “A” 特に関連のある文献ではなく、一般的な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 “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	国際調査報告の発送日	
13.04.2022	26.04.2022	
名称及びあて先 日本国特許庁(ISA/JP) 〒100-8915 日本国 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号	権限のある職員（特許庁審査官） 柴田 啓二 4V 5810 電話番号 03-3581-1101 内線 3483	

国際調査報告
 パテントファミリーに関する情報

国際出願番号

PCT/JP2022/004018

引用文献			公表日	パテントファミリー文献			公表日
WO	2018/174008	A1	27.09.2018	US	2020/0109313	A1	
					[0007]、[0027]、実施例3-16		
				EP	3604475	A1	
				CN	110431210	A	
				TW	201842146	A	

WO	2019/138846	A1	18.07.2019	US	2020/0399505	A1	
					[0006]、[0028]、実施例1-14		
				EP	3739016	A1	
				CN	111587279	A	
				KR	10-2020-0108022	A	
				TW	201932555	A	

JP	2020-527612	A	10.09.2020	US	2018/0340095	A1	
					実施例		
				WO	2018/217978	A1	
				EP	3631046	A1	
				TW	201900837	A	
				KR	10-2020-0020699	A	
				CN	110892093	A	
