

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号
特許第7610041号
(P7610041)

(45)発行日 令和7年1月7日(2025.1.7)

(24)登録日 令和6年12月23日(2024.12.23)

(51)国際特許分類		F I	
H 0 1 L	21/304 (2006.01)	H 0 1 L	21/304 6 2 2 D
C 0 9 K	3/14 (2006.01)	H 0 1 L	21/304 6 2 2 W
C 0 9 G	1/02 (2006.01)	C 0 9 K	3/14 5 5 0 D
		C 0 9 K	3/14 5 5 0 Z
		C 0 9 G	1/02
請求項の数 10 (全16頁)			
(21)出願番号	特願2023-571423(P2023-571423)	(73)特許権者	000006183
(86)(22)出願日	令和5年6月20日(2023.6.20)		三井金属鉱業株式会社
(86)国際出願番号	PCT/JP2023/022708		東京都品川区大崎1丁目11番1号
(87)国際公開番号	WO2024/004751	(74)代理人	100094536
(87)国際公開日	令和6年1月4日(2024.1.4)		弁理士 高橋 隆二
審査請求日	令和5年11月16日(2023.11.16)	(74)代理人	100129805
(31)優先権主張番号	特願2022-102367(P2022-102367)		弁理士 上野 晋
(32)優先日	令和4年6月27日(2022.6.27)	(74)代理人	100189315
(33)優先権主張国・地域又は機関	日本国(JP)		弁理士 杉原 誉胤
早期審査対象出願		(72)発明者	中邨 拓馬
			福岡県大牟田市大字唐船2081 三井
			金属鉱業株式会社内
		(72)発明者	猿渡 康允
			福岡県大牟田市大字唐船2081 三井
			金属鉱業株式会社内
最終頁に続く			

(54)【発明の名称】 研磨材スラリー及びその研磨方法

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】

酸化マンガン粒子を含む酸化マンガン砥粒と、
過マンガン酸イオンと、
メタリン酸化合物、ヘキサメタリン酸化合物、ピロリン酸化合物、ポリリン酸化合物、
トリポリリン酸化合物、又はこれらの塩や水和物の1種以上であるリン酸類と、
ポリカルボン酸、ポリカルボン酸塩、ナフタレンスルホン酸ホルマリン縮合物の塩、ポリ
ビニルアルコール、ポリエチレングリコール、ポリビニルピロリドン、及びそれらの共
重合体を含む群から選択される1種以上の水溶性有機高分子を含む高分子添加剤と、
を有することを特徴とする研磨材スラリー。

10

【請求項2】

前記リン酸類の含有量が、前記研磨材スラリー中の酸化マンガン砥粒含有量に対して0.5質量%以上5.0質量%以下であることを特徴とする請求項1に記載の研磨材スラリー。

【請求項3】

前記酸化マンガン砥粒の含有量が0.5質量%以上2.0質量%以下であり、
前記過マンガン酸イオンの含有量が0.5質量%以上3.2質量%以下であり、
前記リン酸類の含有量が0.001質量%以上0.1質量%以下であり、
前記高分子添加剤の含有量が0.006質量%以上0.05質量%以下であることを特徴
とする請求項1に記載の研磨材スラリー。

【請求項4】

20

酸化マンガ粒子を含む酸化マンガ砥粒と、
過マンガ酸イオンと、
リン酸類（ただし、リン酸、及びリン酸塩を除く。）と、
ポリカルボン酸、ポリカルボン酸塩、ナフタレンスルホン酸ホルマリン縮合物の塩、ポリビニルアルコール、ポリエチレングリコール、ポリビニルピロリドン、及びそれらの共重合体を含む群から選択される１種以上の水溶性有機高分子を含む高分子添加剤と、
を有する研磨材スラリーであって、
前記リン酸類の含有量が、前記研磨材スラリー中の酸化マンガ砥粒含有量に対して 0 . 5 質量% 以上 5 . 0 質量% 以下であることを特徴とする研磨材スラリー。

【請求項 5】

酸化マンガ粒子を含む酸化マンガ砥粒と、
過マンガ酸イオンと、
リン酸類（ただし、リン酸、及びリン酸塩を除く。）と、
ポリカルボン酸、ポリカルボン酸塩、ナフタレンスルホン酸ホルマリン縮合物の塩、ポリビニルアルコール、ポリエチレングリコール、ポリビニルピロリドン、及びそれらの共重合体を含む群から選択される１種以上の水溶性有機高分子を含む高分子添加剤と、
を有し、
前記酸化マンガ砥粒の含有量が 0 . 5 質量% 以上 2 . 0 質量% 以下であり、
前記過マンガ酸イオンの含有量が 0 . 5 質量% 以上 3 . 2 質量% 以下であり、
前記リン酸類の含有量が 0 . 0 0 1 質量% 以上 0 . 1 質量% 以下であり、
前記高分子添加剤の含有量が 0 . 0 0 6 質量% 以上 0 . 0 5 質量% 以下であることを特徴とする研磨材スラリー。

【請求項 6】

前記高分子添加剤が、ポリカルボン酸、ポリカルボン酸塩、及びそれらの共重合体から選択される１種以上の水溶性有機高分子であることを特徴とする請求項 1 ~ 5 の何れか 1 つに記載の研磨材スラリー。

【請求項 7】

前記高分子添加剤が、ポリアクリル酸、ポリアクリル酸塩、及びそれらの共重合体から選択される１種以上の水溶性有機高分子であることを特徴とする請求項 1 ~ 5 の何れか 1 つに記載の研磨材スラリー。

【請求項 8】

前記高分子添加剤が、ポリアクリル酸アンモニウム塩であることを特徴とする請求項 1 ~ 5 の何れか 1 つに記載の研磨材スラリー。

【請求項 9】

前記リン酸類が、ピロリン酸化合物であることを特徴とする請求項 1 ~ 5 の何れか 1 つに記載の研磨材スラリー。

【請求項 10】

請求項 1 ~ 5 の何れか 1 つに記載の研磨材スラリーを用いて被研磨物を研磨することを特徴とする研磨方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、研磨材スラリー及びその研磨方法に関する。

【背景技術】

【0002】

半導体デバイスのうち、いわゆるパワーデバイスと呼ばれる電力用半導体素子においては、基板として従来用いられてきたシリコンに代えて、炭化ケイ素（SiC）、窒化ガリウム、ダイヤモンド等を用いることにより、高耐圧化や大電流化が求められている。これらの材料からなる基板は、従来のシリコン基板と比較して大きなバンドギャップを持つことから、より高い電圧に耐えることが可能となる。

10

20

30

40

50

【0003】

その中でも、炭化ケイ素からなる基板（以下、SiC基板という。）は、硬度、耐熱性、科学的安定性に優れるだけでなく、コストの面からも優れている。一方、SiC基板は、従来のシリコン基板と比較して硬度が高いことから、SiC基板の製造工程の内、SiC基板の表面を鏡面に仕上げる工程、いわゆるCMP（Chemical Mechanical Polishing：化学的機械研磨）法等による研磨工程で用いられる研磨材スラリーとして、例えば特許文献1に開示された砥粒として酸化マンガン粒子を含有する研磨材スラリーが開発されてきた。

【先行技術文献】

【特許文献】

10

【0004】

【文献】特開2017-071787号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

しかしながら、特許文献1に開示されたような、砥粒として酸化マンガン粒子を含有する研磨材スラリーは、分散性が不十分なものが多く、研磨材スラリーがドロドロした液状であることから、研磨材スラリーを供給する供給チューブ内に詰まりやすいという不具合が生じていた。また、研磨処理の際には、研磨材スラリーが被研磨物であるSiC基板の表面や、研磨に用いられる研磨パッド等の装置に付着することにより、研磨処理後の研磨パッドや、SiC基板を洗浄する際にも、研磨材スラリーが落としにくく、洗浄処理に時間がかかっていた。このような研磨材スラリーは、ポットライフが短い傾向が見られた。

20

【0006】

本発明は、上記課題に鑑みて、分散性に優れ、高い研磨レートを示し、ポットライフが長い研磨材スラリー及び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】

上記課題を解決するためになされた本発明の研磨材スラリーは、酸化マンガン粒子を含む酸化マンガン砥粒と、過マンガン酸イオンと、リン酸類と、ポリカルボン酸、ポリカルボン酸塩、ナフタレンスルホン酸ホルマリン縮合物の塩、ポリビニルアルコール、ポリエチレングリコース、ポリビニルピロリドン、及びそれらの共重合体を含む群から選択される1種以上の水溶性有機高分子を含む高分子添加剤と、を有することを特徴とする。

30

本発明の研磨材スラリーは、酸化マンガン粒子を含む酸化マンガン砥粒と、過マンガン酸イオンと、リン酸類と、ポリカルボン酸、ポリカルボン酸塩、ナフタレンスルホン酸ホルマリン縮合物の塩、ポリビニルアルコール、ポリエチレングリコース、ポリビニルピロリドン、及びそれらの共重合体を含む群から選択される1種以上の水溶性有機高分子を含む高分子添加剤と、を有することにより、分散性に優れ、高い研磨レートを示し、ポットライフが長い。

また、本発明に係る研磨材スラリーは、分散性に優れていることから、被研磨物である、SiC基板や、研磨パッドを洗浄しやすく、洗浄水の使用量を抑えることができる観点、洗浄時間を短縮することができる観点、及び排水処理量を減らすことができる観点から、環境負荷低減につながる。さらに、本発明に係る研磨材スラリーは、高い研磨レートを示すことから、研磨処理時間を短縮することができる。

40

【0008】

酸化マンガン砥粒に含まれる酸化マンガン粒子は、酸化マンガン(II)(MnO)、三酸化二マンガン(III)(Mn₂O₃)、二酸化マンガン(IV)(MnO₂)、四酸化三マンガン(III、III)(Mn₃O₄)等が挙げられる。なお、酸化マンガン砥粒は、1種、又は2種以上の酸化マンガン粒子を混同したものでよい。

【0009】

また、酸化マンガン砥粒は、本発明の研磨材スラリーの被研磨物である、例えばSiC

50

基板に対する、トワイマン効果による反り及び割れを防止できるという効果を損ねない範囲において、上述した酸化マンガ粒子以外の砥粒を含有したものでよい。酸化マンガ粒子以外の砥粒として、Mg、B、Si、Ce、Al、Zr、Fe、Ti、Crのうちから選ばれる少なくとも一種の元素の酸化物、水酸化物、炭化物などの化合物、その他炭素材料等が挙げられる。具体的には、アルミナ、シリカ、酸化セリウム、酸化ジルコニウム、酸化チタン、酸化クロム、酸化鉄、水酸化マグネシウム、水酸化セリウム、炭化ケイ素、炭化ホウ素、ダイヤモンドが挙げられる。これらは1種、又は2種以上を混合して用いてもよい。また、酸化マンガ粒子が、酸化マンガ粒子以外の砥粒と複合化、例えば酸化マンガ粒子が酸化マンガ粒子以外の砥粒により表面被覆されたものや、酸化マンガ粒子が酸化マンガ粒子以外の砥粒の表面を被覆したものであってもよい。

10

【0010】

また、酸化マンガ砥粒は、レーザ回折・散乱式粒度分布測定法による積算体積50%の粒径(D50)が0.1μm以上であると、高い研磨力を有する観点から好ましく、5.0μm以下であると、被研磨物である、例えばSiC基板の表面の荒れを抑制する観点で好ましい。よって、酸化マンガ砥粒は、レーザ回折・散乱式粒度分布測定法による積算体積50%の粒径(D50)が0.15μm以上4.5μm以下であるとより好ましく、0.2μm以上4.0μm以下であるとさらに好ましい。

【0011】

ここで、酸化マンガ砥粒のレーザ回折・散乱式粒度分布測定法による積算体積50%の粒径(D50)は、後述する本発明の研磨材スラリーの製造方法における、酸化マンガ砥粒をビーズにより粉砕した混合物に対し、この混合物の濃度が0.01%濃度程度になるように水で希釈することにより計測用試料を調製する。そして、レーザ回折・散乱法粒度分布測定装置(マイクロトラックベル株式会社製:MT3300EXII)を用いて、測定を実施する。

20

【0012】

さらに、本発明の研磨材スラリーに含まれる酸化マンガ砥粒の含有量は、炭化ケイ素等の高硬度材料の研磨レートを十分高める観点、研磨スラリー中の砥粒の好適な流動性を確保する観点、及び凝集防止の観点等から、研磨スラリー全量に対して、0.5質量%以上20質量%以下であると好ましく、0.5質量%以上10質量%以下であるとより好ましい。また、酸化マンガ砥粒に含まれる酸化マンガ粒子の含有量は、1質量%以上で5質量%以下であると、研磨レートを十分高める観点から、さらに好ましい。なお、本明細書中、本発明の研磨材スラリー中の含有量は、特段の説明がない限り、研磨開始前の研磨スラリー中における含有量である。

30

【0013】

さらに、本発明の研磨材スラリーは、上述した酸化マンガ砥粒に加え、過マンガ酸イオン(MnO_4^-)を有する。過マンガ酸イオンは、酸化剤として、酸化マンガ砥粒と併用することにより、炭化ケイ素等の高硬度材料に対して、高い研磨力を有することができる。ここで、過マンガ酸イオンの供給源は、過マンガ酸塩が好ましい。過マンガ酸塩は、過マンガ酸のアルカリ金属塩や、過マンガ酸のアルカリ土類金属塩等が挙げられる。さらに、入手が容易である点や、本発明の研磨材スラリーの研磨効率の向上の観点から、過マンガ酸イオンの供給源である過マンガ酸塩の内、過マンガ酸のアルカリ金属塩が好ましく、過マンガ酸ナトリウム、又は過マンガ酸カリウムがより好ましい。なお、これらの過マンガ酸塩は、1種又は2種以上を混同して用いてもよい。

40

【0014】

また、本発明の研磨材スラリー中の過マンガ酸イオンの含有量は、研磨レートを十分高める観点から本発明の研磨材スラリーの全量に対して、0.5質量%以上であると好ましい。また、本発明の研磨材スラリー中の過マンガ酸イオンの含有量は、添加量を多くすることによる結晶析出を防止する観点や、研磨材スラリーの取扱いの安全性を確保する観点や、添加量を多くしても研磨レートは飽和する傾向が見られる点等から、本発明の研磨材スラリーの全量に対して3.2質量%以下であると好ましい。すなわち、過マンガ

50

酸イオンの含有量は、本発明の研磨材スラリーの全量に対して、0.5質量%以上3.2質量%以下であると好ましく、1.0質量%以上2.1質量%以下であるとより好ましい。なお、過マンガン酸イオンの含有量は、イオンクロマトグラフ法や吸光光度分析法により測定される。

【0015】

さらに、本発明の研磨材スラリーは、上述した酸化マンガン砥粒及び過マンガン酸イオンに加え、リン酸類を有する。リン酸類は、酸化マンガン砥粒及び過マンガン酸イオンと併用することにより、本発明の研磨材スラリーの分散性を向上させることができる。

【0016】

本発明の研磨材スラリーに含まれるリン酸類は、例えば無機リン化合物であると好ましい。具体的には、リン酸化合物として、リン酸ナトリウム（リン酸三ナトリウム（無水）（ Na_3PO_4 ）、CAS番号：7601-54-9；リン酸三ナトリウム・12水和物（ $\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ ）、CAS番号：10101-89-0；リン酸ナトリウム一塩基性（ NaH_2PO_4 ）、CAS番号：7558-80-7；リン酸ナトリウム二塩基性（ Na_2HPO_4 ）、CAS番号：7558-79-4）や、リン酸カリウム（リン酸三カリウム（無水）（ K_3PO_4 ）、CAS番号：7778-53-2；リン酸三カリウム・一水和物（ $\text{K}_3\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ）、CAS番号：27176-10-9；リン酸カリウム二塩基性・三水和物（ $\text{K}_2\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ）、CAS番号：16788-57-1；一塩基性リン酸カリウム（ KH_2PO_4 ）、CAS番号：7778-77-0；第二リン酸カリウム（ K_2HPO_4 ）、CAS番号：7758-11-4）が挙げられる。

【0017】

また、メタリン酸化合物として、メタリン酸ナトリウム（ NaPO_3 ）_n、CAS番号：35270-09-8）や、メタリン酸カリウム（ KPO_3 ）_n、CAS番号：7790-53-6が挙げられる。

【0018】

ヘキサメタリン酸化合物として、ヘキサメタリン酸ナトリウム（ $\text{NaH}_7\text{P}_6\text{O}_{18}$ ）、CAS番号：10124-56-8が挙げられる。

【0019】

ピロリン酸化合物として、ピロリン酸ナトリウム（ピロリン酸ナトリウム（無水）（ $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ ）、CAS番号：7722-88-5；ピロリン酸ナトリウム・十水和物（ $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ）、CAS番号：13472-36-1；酸性ピロリン酸ナトリウム（ $\text{Na}_2\text{H}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ）、CAS番号：7758-16-9）や、ピロリン酸カリウム（ $\text{K}_4\text{P}_2\text{O}_7$ ）、CAS番号：7320-34-5が挙げられる。

【0020】

ポリリン酸化合物として、ポリリン酸ナトリウム（ $\text{Na}_3\text{P}_3\text{O}_{10}\text{X}_2$ ）、CAS番号：68915-31-1；ポリリン酸カリウム（ $\text{K}_3\text{P}_3\text{O}_{10}\text{X}_2$ ）、CAS番号：68956-75-2が挙げられる。

【0021】

トリポリリン酸化合物として、トリポリリン酸ナトリウム（ $\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$ ）、CAS番号：7758-29-4や、トリポリリン酸カリウム（ $\text{K}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$ ）、CAS番号：13845-36-8が挙げられる。

【0022】

さらに、これらの塩や水和物が挙げられる。これらの塩の場合、アルカリ金属塩や、アルカリ土類金属塩であると好ましく、特にナトリウム塩や、カリウム塩であるとより好ましい。また特に、本発明の研磨材スラリーにおいて、少量での効果的な高い分散性の観点及び研磨レートを十分高める観点から、メタリン酸化合物、ヘキサメタリン酸化合物、ピロリン酸化合物（ピロリン酸ナトリウムや、ピロリン酸カリウム）、ポリリン酸化合物（ポリリン酸ナトリウムや、ポリリン酸カリウム）や、トリポリリン酸化合物であるとより好ましい。なお、これらのリン酸類は、1種又は2種以上を混同して用いてもよい。

【0023】

10

20

30

40

50

さらに、上述した無機リン化合物中、ピロリン酸化合物であると、高い分散性の観点及び研磨レートを十分高める観点から好ましい。ピロリン酸化合物中、ピロリン酸のアルカリ金属塩や、ピロリン酸のアルカリ土類金属塩であるとより好ましく、特にピロリン酸ナトリウムや、ピロリン酸カリウムであると好ましい。

【0024】

また、本発明の研磨材スラリー中のリン酸類の含有量は、分散性の観点から本発明の研磨材スラリーの全量に対して、0.001質量%以上であると好ましい。また、本発明の研磨材スラリー中のリン酸類の含有量は、添加量を多くしても研磨レートは飽和する傾向が見られる点等から、本発明の研磨材スラリーの全量に対して0.1質量%以下であると好ましい。すなわち、リン酸類の含有量は、本発明の研磨材スラリーの全量に対して、0.001質量%以上0.1質量%以下であると好ましく、分散性が向上する観点から0.002質量%以上であるとより好ましく、また研磨レートを十分高める観点から0.05質量%以下であるとより好ましい。なお、本明細書中、リン酸類の含有量は、特段の説明がない限り、リン酸類に分類されるものの合計量である。

10

【0025】

さらに、本発明の研磨材スラリー中のリン酸類の含有量を、本発明の研磨材スラリー中の酸化マンガン砥粒含有量に対する質量比率として表すと、0.05%以上5.0%以下であると好ましく、0.07%以上3.0%以下であるとより好ましく、0.1%以上2.0%以下であるとさらに好ましい。

【0026】

20

また、本発明の研磨材スラリーは、上述した酸化マンガン砥粒及び過マンガン酸イオン、リン酸類に加え、ポリカルボン酸、ポリカルボン酸塩、ナフタレンスルホン酸ホルマリン縮合物の塩、ポリビニルアルコール、ポリエチレングリコース、ポリビニルピロリドン、及びそれらの共重合体を含む群から選択される1種以上の水溶性有機高分子を含む高分子添加剤を有する。上述した高分子添加剤を含有することにより、本発明の研磨材スラリーはポットライフを長くすることができる。

【0027】

さらに、上述した水溶性有機高分子は、ゲル浸透クロマトグラフィー（GPC）によって測定されたポリエチレングリコール（PEG）換算による数平均分子量（ M_n ）が1000以上10000以下、重量平均分子量（ M_w ）が1000以上100000以下、 z 平均分子量（ M_z ）が5000以上100000以下、 M_w と M_n の比である分散度（ M_w/M_n ）が0.1以上150以下、 M_w に対する M_z の比（ M_z/M_w ）が0.1以上20以下であると好ましい。ここで、数平均分子量（ M_n ）が2000以上8000以下であるとより好ましい。典型的には、数平均分子量（ M_n ）は3000以上6000以下であってもよい。重量平均分子量（ M_w ）が3500以上100000以下であるとより好ましく、4000以上50000以下であるとさらに好ましい。典型的には、重量平均分子量（ M_w ）は5000以上20000以下であってもよい。 z 平均分子量（ M_z ）が6000以上100000以下であるとより好ましい。典型的には、 z 平均分子量（ M_z ）は6500以上75000以下であってもよく、7000以上50000以下であってもよい。分散度（ M_w/M_n ）が0.5以上75以下であるとより好ましく、0.8以上10以下であるとさらに好ましい。典型的には、分散度（ M_w/M_n ）は0.9以上5であってもよい。 M_w に対する M_z の比（ M_z/M_w ）が0.5以上15以下であるとより好ましく、0.8以上10以下であるとさらに好ましい。典型的には、 M_w に対する M_z の比（ M_z/M_w ）は0.9以上5以下であってもよい。一方、CMC（カルボキシメチルセルロース）を高分子添加剤として含有すると、後述するように研磨材スラリーのポットライフが短かった。

30

40

【0028】

ここで、GPCによって測定されたポリエチレングリコール（PEG）換算による数平均分子量（ M_n ）、重量平均分子量（ M_w ）、及び z 平均分子量（ M_z ）は、下記の条件で測定、解析することができる。また、得られた数平均分子量（ M_n ）、及び重量平均分

50

子量 (M_w)、及び z 平均分子量 (M_z) から、分散度 (M_w / M_n)、及び M_w に対する M_z の比 (M_z / M_w) を算出する。

= 分子量の測定条件 =

測定装置：HPLC Prominence シリーズ (株式会社島津製作所製)

装置構成：CBM20A、DGU-20A3R、LC-20AD、SIL-20AHT、CTO-20AC、RID-10A

カラム：Shodex OHPak SB-803 HQ (株式会社レゾナック製)

温度：40

流速：1.0 ml/min

検出器：示唆屈折率検出器

溶離液：0.1 M 塩化ナトリウム水溶液

= 解析ソフト =

ソフトウェア：Lab Solutions / LC solution GPC (株式会社島津製作所製)

バージョン：1.25 SP2

【0029】

さらに、上述した水溶性有機高分子を水に溶解させた水溶液が高粘度である場合、上記 GPC によって各分子量を測定することは難しい。その場合、水溶性有機高分子を 1 質量 % とする水溶液の液温 25 における粘度が 10000 mPa・s 以上 30000 mPa・s 以下であると好ましい。典型的には、当該粘度は、11000 mPa・s 以上 27000 mPa・s 以下であってよく、12000 mPa・s 以上 24000 mPa・s 以下であってよく、13000 mPa・s 以上 21000 mPa・s 以下であってよい。なお、水溶性有機高分子の粘度測定は、デジタル回転粘度計 DV3T (英弘精機株式会社製) により実施するものとし、回転数 0.01 rpm の条件にて測定された値とする。

【0030】

また、本発明の研磨材スラリーは、前記高分子添加剤が、ポリカルボン酸、ポリカルボン酸塩、及びそれらの共重合体から選択される 1 種以上の水溶性有機高分子であるとより好ましく、前記高分子添加剤が、ポリアクリル酸、ポリマレイン酸、ポリアクリル酸塩、ポリマレイン酸塩、及びそれらの共重合体から選択される 1 種以上の水溶性有機高分子であるとさらに好ましく、前記高分子添加剤がポリアクリル酸塩であると特に好ましく、前記高分子添加剤がポリアクリル酸アンモニウム塩であるとより特に好ましい。

【0031】

また、本発明の研磨材スラリー中の高分子添加剤の含有量は、分散性の観点から本発明の研磨材スラリーの全量に対して、0.006 質量 % 以上であると好ましい。また、本発明の研磨材スラリー中の高分子添加剤の含有量は、研磨レートを十分高める観点から、本発明の研磨材スラリーの全量に対して、0.05 質量 % 以下であると好ましい。すなわち、高分子添加剤の含有量は、本発明の研磨材スラリーの全量に対して、0.006 質量 % 以上 0.05 質量 % 以下であると好ましく、0.01 質量 % 以上 0.03 質量 % 以下であるとより好ましい。なお、本明細書中、高分子添加剤の含有量は、特段の説明がない限り、上述した高分子添加剤に分類されるものの合計量である。

【0032】

さらに、本発明の研磨材スラリー中の高分子添加剤の含有量を、本発明の研磨材スラリー中の酸化マンガン砥粒含有量に対する質量比率として表すと、0.3 % 以上 2.5 % 以下であると好ましく、0.4 % 以上 2.0 % 以下であるとより好ましく、0.5 % 以上 1.0 % 以下であるとさらに好ましい。

【0033】

また、本発明の研磨材スラリーは、前記酸化マンガン砥粒の含有量が 0.5 質量 % 以上 20 質量 % 以下であり、前記過マンガン酸イオンの含有量が 0.5 質量 % 以上 3.2 質量 % 以下であり、前記リン酸類の含有量が 0.001 質量 % 以上 0.1 質量 % 以下であり、前記高分子添加剤の含有量が 0.006 質量 % 以上 0.05 質量 % 以下であることを特徴

10

20

30

40

50

とする。

上述した通り、本発明の研磨材スラリーは、前記酸化マンガン砥粒の含有量が0.5質量%以上20質量%以下であり、前記過マンガン酸イオンの含有量が0.5質量%以上3.2質量%以下であり、前記リン酸類の含有量が0.001質量%以上0.1質量%以下であり、前記高分子添加剤の含有量が0.006質量%以上0.05質量%以下であると、分散性に優れ、高い研磨レートを示し、ポットライフが長い点で、好ましい。

【0034】

ここで、本発明の研磨材スラリーは、上述した酸化マンガン砥粒、過マンガン酸イオン、リン酸類、及び高分子添加剤を溶解ないし、分散させるための分散媒を含有する。分散媒は、水や、アルコールや、ケトンなどの水溶性有機溶媒、又はこれらの混合物であると、研磨レートを十分高める点で好ましく、水であるとより好ましい。分散媒の含有量は、研磨材スラリーの全量に対して、60質量%以上99.9質量%以下であると好ましく、80質量%以上90質量%以下であるとより好ましい。

【0035】

さらに、本発明の研磨材スラリーは、上述した酸化マンガン砥粒、過マンガン酸イオン、リン酸類、高分子添加剤、及び分散媒以外の任意の添加剤を含有してもよい。ここで、任意の添加剤は、分散剤、pH調整剤、粘度調整剤、キレート剤、及び防錆剤などである。任意の添加剤の含有量は、本発明の研磨材スラリーの全量に対して、40質量%以下であると好ましく、20質量%以下であるとより好ましく、10質量%以下であるとさらに好ましい。

【0036】

なお、本発明の研磨材スラリーは、上述した酸化マンガン砥粒、過マンガン酸イオン、リン酸類、高分子添加剤、分散媒、及び任意の添加剤を適宜混合する形態とすることができ、例えばこれらの構成成分を2以上の剤に分けたキットとしてもよい。当該キットの構成は、研磨材スラリーを調整した際にその研磨能力が十分に発揮されるような形態であればよい。

【0037】

上述した本発明の研磨材スラリーを用いて被研磨物を研磨する研磨方法について、以下説明する。

【0038】

本発明の研磨材スラリーを、研磨パッドに供給し、被研磨物の被研磨面と当該研磨パッドを接触させ、両者間の相対運動により研磨する研磨方法が挙げられる。ここで、本発明の研磨材スラリーをかけ流しする方法や、当該研磨パッドに供給され研磨に使用された本発明の研磨材スラリーを回収し、回収した本発明の研磨材スラリーを再度当該研磨パッドに供給する操作を繰り返し行うといった本発明の研磨材スラリーを循環させる方法であってもよい。本発明の研磨材スラリーは、循環して繰り返し被研磨物を研磨することができるため、使用量を抑えることができる。ここで、研磨パッドは、例えば従来から用いられている不織布やこれにポリウレタンやエポキシ等の樹脂を含浸させてなるパッド、並びにスエード材などを用いることができる。研磨圧力は、 $0.5 \times 10^4 \text{ Pa}$ 以上 $1.0 \times 10^5 \text{ Pa}$ 以下、特に $1.0 \times 10^4 \text{ Pa}$ 以上 $5.0 \times 10^4 \text{ Pa}$ 以下であると、研磨力及び研磨治具の取り扱い易さ等の点から好ましい。研磨材スラリーの供給量は、 10 mL/min 以上 500 mL/min 以下であると好ましく、 50 mL/min 以上 250 mL/min 以下であるとより好ましい。

【0039】

本発明の研磨材スラリーにより研磨される被研磨物は、例えばモース硬度が8以上の高硬度材料である。ここで、モース硬度とは、標準物質に対しての傷の付き方を元に硬度を数値化するものであって、モース硬度計を用いて常法により測定できる。モース硬度は、柔らかいものから順に1から10までの標準物質が指定されており、具体的な標準物質は、モース硬度1がタルク、2が石膏、3が方解石、4が蛍石、5が燐灰石、6が正長石、7が石英、8がトパーズ、9がコランダム、および10がダイヤモンドである。モース

硬度は、モース硬度で硬度 8 以上の高硬度材料は、例えば、炭化ケイ素（モース硬度約 9）、窒化ガリウム（モース硬度約 9）、ダイヤモンド等が挙げられる。

【0040】

そして、本発明の研磨材スラリーは、高硬度材料からなる基板のラッピング後の仕上げ用 CMP（Chemical Mechanical Polishing）工程等に用いることができる。特に、本発明の研磨材スラリーは、炭化ケイ素（SiC）からなる基板、すなわち SiC 基板の研磨に用いることができ、研磨レートを十分高め、且つトワイマン効果による反り及び割れの発生を効果的に防止することができる。SiC 基板は、通常単結晶炭化ケイ素基板が用いられるところ、その結晶系としては、通常六方晶や菱面体晶のものが挙げられ、トワイマン効果による反り及び割れの発生を防止できる研磨材スラリーによる効果を発揮させる点から六方晶が好ましい。六方晶の多形は、2H、4H、6H、8H、10H がある。菱面体晶の多形は、15R がある。

10

【0041】

次に、上述した本発明の研磨材スラリーの製造方法について、以下説明する。

【0042】

まず、容器に、純水、二酸化マンガ（砥粒、 MnO_2 ）、リン酸類（例えば、ピロリン酸のナトリウム塩）、ポリカルボン酸、ポリカルボン酸塩、ナフタレンスルホン酸ホルマリン縮合物の塩、ポリビニルアルコール、ポリエチレングリコース、ポリビニルピロリドン、及びそれらの共重合体を含む群から選択される 1 種以上の水溶性有機高分子を含む高分子添加剤、ビーズ（ジルコニア製 $\phi 0.4\text{ mm}$ ）を入れ、当該容器をペイントシェーカー（60Hz）にセットし、当該容器を高速度回転させ、二酸化マンガ（砥粒、 MnO_2 ）を混合粉碎する。

20

【0043】

当該容器内の混合粉碎された二酸化マンガ（砥粒、 MnO_2 ）を含む混合物を、遠心分離器（日立工機社製 himac CT 6E）等を用いて、ビーズと分離し、その上澄み液を採取する。

【0044】

採取した上澄み液を加熱式水分計で当該上澄み液中の固形分濃度、すなわち酸化マンガ砥粒濃度を測定し、所定濃度になるように純水を投入し、研磨材スラリー中間体を得る。

【0045】

30

そして、研磨材スラリー中間体と、過マンガ酸カリウム（ $KMnO_4$ ）とを混合することにより、本発明の研磨材スラリーが得られる。

【0046】

なお、本明細書において「X～Y」（X，Y は任意の数字）と表現する場合、特に断らない限り、「X 以上 Y 以下」の意と共に、「好ましくは X より大きい」或いは「好ましくは Y より小さい」旨の意も包含する。また、「X 以上」（X は任意の数字）或いは「Y 以下」（Y は任意の数字）と表現する場合、「X より大きいことが好ましい」或いは「Y 未満であることが好ましい」旨の意図も包含する。

【発明の効果】

【0047】

40

本発明の研磨材スラリーは、分散性に優れ、研磨レートを十分高めることができ、ポットライフが長い。

【図面の簡単な説明】

【0048】

【図 1】実施例 1～9、及び比較例 1～5 に係る研磨材スラリーの物性値及び測定結果の一覧表である。

【発明を実施するための最良の形態】

【0049】

以下、本発明に係る実施形態の研磨材スラリーについて、以下の実施例によりさらに説明する。但し、以下の実施例は、本発明を限定するものではない。

50

【 0 0 5 0 】

(実施例 1)

容器に、純水、砥粒として二酸化マンガンを (MnO_2)、リン酸類としてピロリン酸ナトリウム (具体的には、ピロリン酸ナトリウム・10水和物 ($\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$))、CAS番号: 13472-36-1)、高分子添加剤としてポリアクリル酸アンモニウム塩 (数平均分子量 (M_n): 5500、重量平均分子量 (M_w): 7500、 z 平均分子量 (M_z): 9200、分散度 (M_w/M_n): 1.4、 M_w に対する M_z の比 (M_z/M_w): 1.2)、ビーズ (ジルコニア製 $\phi 0.4\text{mm}$) を入れ、当該容器をペイントシェーカー (60Hz) にセットし、当該容器を高速度回転させ、二酸化マンガンを混合粉碎した。これら成分の含有量は、実施例1に係る研磨材スラリー全量に対し、二酸化マンガンの含有量が30質量%と、ピロリン酸ナトリウムの含有量が0.03質量%と、ポリアクリル酸アンモニウム塩の含有量が0.01質量%となるように調製した。

10

【 0 0 5 1 】

当該容器内の混合粉碎された二酸化マンガンを含む混合物を、遠心分離器 ((日立工機社製 himac CT 6E) 等) を用いて、ビーズと分離し、その上澄み液を採取した。なお、本工程で得られた上澄み液が、後述する分散性試験における、過マンガン酸カリウムの添加前の計測試料となる。

【 0 0 5 2 】

採取した上澄み液を加熱式水分計で当該上澄み液中の固形分濃度、すなわち酸化マンガן砥粒濃度を測定し、所定濃度になるように純水を投入し、研磨材スラリー中間体を得た。

20

【 0 0 5 3 】

そして、研磨材スラリー中間体と、 KMnO_4 質量%濃度が3.2質量%である過マンガン酸カリウム (KMnO_4) 水溶液とを混合することにより、実施例1に係る研磨材スラリーを得た。過マンガン酸イオンの含有量は、実施例1に係る研磨材スラリー全量に対し、1.2質量%となるように調製した。また、実施例1に係る酸化マンガן砥粒含有量に対するリン酸類の合計含有量の質量比率は、0.10%であった。また、実施例1に係る酸化マンガן砥粒含有量に対する高分子添加剤の合計含有量の質量比率は、0.50%であった。なお、本工程で得られた実施例1に係る研磨材スラリーが、後述する分散性試験における、過マンガン酸カリウムの添加後の計測試料となる。また、図1にて示した研磨材スラリーの組成は、最終生成物における組成である。

30

【 0 0 5 4 】

(実施例 2)

実施例2は、実施例2に係る研磨材スラリー全量に対し、二酸化マンガンの含有量が0.5質量%となるように調製したこと以外は、実施例1と同様な製造方法を実施し、実施例2に係る研磨材スラリーを得た。なお、実施例2に係る酸化マンガן砥粒含有量に対するリン酸類の合計含有量の質量比率は、0.40%であった。また、実施例2に係る酸化マンガן砥粒含有量に対する高分子添加剤の合計含有量の質量比率は、2.00%であった。

【 0 0 5 5 】

(実施例 3)

実施例3は、研磨材スラリー中間体と、 KMnO_4 質量%濃度が5.6質量%である過マンガン酸カリウム (KMnO_4) 水溶液とを混合し、実施例3に係る研磨材スラリー全量に対し、過マンガン酸イオンの含有量が3.2質量%となるように調製したこと以外は、実施例1と同様な製造方法を実施し、実施例3に係る研磨材スラリーを得た。なお、実施例3に係る酸化マンガן砥粒含有量に対するリン酸類の合計含有量の質量比率は、0.10%であった。また、実施例3に係る酸化マンガן砥粒含有量に対する高分子添加剤の合計含有量の質量比率は、0.50%であった。

40

【 0 0 5 6 】

(実施例 4)

実施例4は、実施例4に係る研磨材スラリー全量に対し、ピロリン酸ナトリウムの含有

50

量が0.001質量%となるように調製したこと以外は、実施例1と同様な製造方法を実施し、実施例4に係る研磨材スラリーを得た。なお、実施例4に係る酸化マンガニ砥粒含有量に対するリン酸類の合計含有量の質量比率は、0.05%であった。また、実施例4に係る酸化マンガニ砥粒含有量に対する高分子添加剤の合計含有量の質量比率は、0.50%であった。

【0057】

(実施例5)

実施例5は、実施例5に係る研磨材スラリー全量に対し、ピロリン酸ナトリウムの含有量が0.1質量%となるように調製したこと以外は、実施例1と同様な製造方法を実施し、実施例5に係る研磨材スラリーを得た。なお、実施例5に係る酸化マンガニ砥粒含有量に対するリン酸類の合計含有量の質量比率は、5.00%であった。また、実施例5に係る酸化マンガニ砥粒含有量に対する高分子添加剤の合計含有量の質量比率は、0.50%であった。

10

【0058】

(実施例6)

実施例6は、実施例6に係る研磨材スラリー全量に対し、ピロリン酸ナトリウムの含有量が0.0018質量%、及びその他リン酸類(具体的には、リン酸三カリウム(無水)(K_3PO_4)、CAS番号:7778-53-2と、メタリン酸ナトリウム($NaPO_3$)_n、CAS番号:35270-09-8と、ピロリン酸カリウム($K_4P_2O_7$)、CAS番号:7320-34-5と、ポリリン酸ナトリウム($Na_3P_3O_{10}X_2$)、CAS番号:68915-31-1と、トリポリリン酸ナトリウム($Na_5P_3O_{10}$)、CAS番号:7758-29-4と、を各々等量ずつ混ぜた試料)の含有量が0.0002質量%となるように調製したこと以外は、実施例1と同様な製造方法を実施し、実施例6に係る研磨材スラリーを得た。なお、実施例6に係る酸化マンガニ砥粒含有量に対するリン酸類の合計含有量の質量比率は、0.10%であった。また、実施例6に係る酸化マンガニ砥粒含有量に対する高分子添加剤の合計含有量の質量比率は、0.50%であった。

20

【0059】

(実施例7)

実施例7は、実施例7に係る研磨材スラリー全量に対し、ポリアクリル酸アンモニウム塩の含有量が0.009質量%、及びポリビニルピロリドン(富士フィルム和光純薬株式会社製:ポリビニルピロリドンK25)(数平均分子量(M_n):4100、重量平均分子量(M_w):14000、z平均分子量(M_z):46000、分散度(M_w/M_n):3.4、 M_w に対する M_z の比(M_z/M_w):3.3)の含有量が0.001質量%となるように調製したこと以外は、実施例1と同様な製造方法を実施し、実施例7に係る研磨材スラリーを得た。なお、実施例7に係る酸化マンガニ砥粒含有量に対するリン酸類の合計含有量の質量比率は、0.10%であった。また、実施例7に係る酸化マンガニ砥粒含有量に対する高分子添加剤の合計含有量の質量比率は、0.50%であった。

30

【0060】

(実施例8)

実施例8は、実施例8に係る研磨材スラリー全量に対し、ポリアクリル酸アンモニウム塩の含有量が0.006質量%となるように調製したこと以外は、実施例1と同様な製造方法を実施し、実施例8に係る研磨材スラリーを得た。なお、実施例8に係る酸化マンガニ砥粒含有量に対するリン酸類の合計含有量の質量比率は、0.10%であった。また、実施例8に係る酸化マンガニ砥粒含有量に対する高分子添加剤の合計含有量の質量比率は、0.30%であった。

40

【0061】

(実施例9)

実施例9は、実施例9に係る研磨材スラリー全量に対し、ポリアクリル酸アンモニウム塩の含有量が0.05質量%となるように調製したこと以外は、実施例1と同様な製造方法を実施し、実施例9に係る研磨材スラリーを得た。なお、実施例9に係る酸化マンガニ

50

砥粒含有量に対するリン酸類の合計含有量の質量比率は、0.10%であった。また、実施例9に係る酸化マンガンの砥粒含有量に対する高分子添加剤の合計含有量の質量比率は、2.50%であった。

【0062】

(比較例1)

比較例1は、リン酸類及び高分子添加剤を添加しなかったこと以外は、実施例1と同様な製造方法を実施し、比較例1に係る研磨材スラリーを得た。

【0063】

(比較例2)

比較例2は、実施例1で用いたポリアクリル酸アンモニウム塩に代えて、CMC(カルボキシメチルセルロース)(数平均分子量(Mn):12400、重量平均分子量(Mw):240000、z平均分子量(Mz):650000、分散度(Mw/Mn):193.5、Mwに対するMzの比(Mz/Mw):27.1)を、比較例2に係る研磨材スラリー全量に対し、0.25質量%となるように調製したこと以外は、実施例1と同様な製造方法を実施し、比較例2に係る研磨材スラリーを得た。なお、比較例2に係る酸化マンガンの砥粒含有量に対するリン酸類の合計含有量の質量比率は、0.10%であった。また、比較例2に係る酸化マンガンの砥粒含有量に対する高分子添加剤の合計含有量の質量比率は、12.5%であった。

【0064】

(比較例3)

比較例3は、実施例1で用いた二酸化マンガンの(MnO₂)に代えて、二酸化ケイ素(SiO₂)を、比較例3に係る研磨材スラリー全量に対し、2質量%となるように調製したこと、及び研磨材スラリー中間体に過マンガン酸カリウム(KMnO₄)を添加しなかったこと以外は、実施例1と同様な製造方法を実施し、比較例3に係る研磨材スラリーを得た。なお、比較例3に係る酸化ケイ素の砥粒含有量に対するリン酸類の合計含有量の質量比率は、0.10%であった。また、比較例3に係る酸化ケイ素の砥粒含有量に対する高分子添加剤の合計含有量の質量比率は、0.50%であった。

【0065】

(比較例4)

比較例4は、比較例4に係る研磨材スラリー全量に対し、ピロリン酸ナトリウムの含有量が0.5質量%となるように調製したこと以外は、実施例1と同様な製造方法を実施し、比較例4に係る研磨材スラリーを得た。なお、比較例4に係る酸化マンガンの砥粒含有量に対するリン酸類の合計含有量の質量比率は、25.0%であった。また、比較例4に係る酸化マンガンの砥粒含有量に対する高分子添加剤の合計含有量の質量比率は、0.50%であった。

【0066】

そして、実施例1~9及び比較例1~4に係る研磨材スラリーについて、次のような物性値を測定した。以下、測定した物性値、及びその物性値の測定方法を示すとともに、測定結果を図1に示す。

【0067】

粒度評価

実施例1~9及び比較例1~4に係る研磨材スラリーにおけるペイントシェーカーで混合粉碎された砥粒を含有する混合物を、それらの混合物の濃度が0.01%濃度程度になるように水で希釈することにより、計測用試料を調製した。そして、レーザ回折・散乱法粒度分布測定装置(マイクロトラック株式会社製:MT3300EXII)を用いて、体積基準の積算分率50%の粒径(D50)を測定した。

【0068】

分散性評価

実施例1~9及び比較例1~2、4に係る研磨材スラリーの分散性を、過マンガン酸イオンの供給源である過マンガン酸カリウムの添加前と添加後について、それぞれ評価した。

10

20

30

40

50

【 0 0 6 9 】

まず、過マンガン酸カリウムの添加前の分散性は、次のように評価した。実施例 1 ~ 9 及び比較例 1 ~ 2、4 に係る研磨材スラリーにおけるペイントシェーカーで混合粉碎された砥粒を含有する混合物を、それらの混合物の濃度が 0 . 0 1 質量 % 程度になるように水で希釈することにより、計測用試料を調製した。そして、レーザ回折・散乱法粒度分布測定装置（マイクロトラックベル株式会社製：MT 3 3 0 0 E X I I）を用いて、体積基準の積算分率 5 0 % の粒径（D 5 0）を測定し、D 5 0 が 0 . 6 μ m 以下であれば「○（Good）」と評価し、D 5 0 が 0 . 6 μ m 超であれば「×（Bad）」と評価した。

【 0 0 7 0 】

次に、過マンガン酸カリウムの添加後の分散性は、次のように評価した。実施例 1 ~ 9 及び比較例 1 ~ 2、4 に係る研磨材スラリーの濃度が 0 . 0 1 質量 % 程度になるように水で希釈することにより、計測用試料を調製した。そして、レーザ回折・散乱法粒度分布測定装置（マイクロトラックベル株式会社製：MT 3 3 0 0 E X I I）を用いて、体積基準の積算分率 5 0 % の粒径（D 5 0）を測定し、D 5 0 が 0 . 6 μ m 以下であれば「○（Good）」と評価し、D 5 0 が 0 . 6 μ m 超であれば「×（Bad）」と評価した。なお、比較例 3 に係る研磨材スラリーは、その研磨材スラリー中間体に過マンガン酸カリウム（KMnO₄）を添加されていないため、上述した分散性評価を行わなかった。

【 0 0 7 1 】

付着性評価

実施例 1 ~ 9 及び比較例 1 ~ 4 に係る研磨材スラリーの付着性は、上述した過マンガン酸カリウムの添加後の分散性評価で用いた試料が入った容器（アズワン社製広口びん アイボーイ 2 5 0 m l）を反転させた際の当該容器への各研磨材スラリーの付着状態を、試験者が視認にて、下記の通り判断した。試料が入った容器を反転した際、当該試料が容器に付着しなければ「○○（Very Good）」と評価し、当該試料が容器の底のみに付着したものを「○（Good）」と評価し、当該試料が容器の底及び側面や、側面に付着したものを「×（Bad）」と評価した。なお、比較例 3 に係る研磨材スラリーは、その研磨材スラリー中間体に過マンガン酸カリウム（KMnO₄）を添加されていないものを試料とした。

【 0 0 7 2 】

研磨試験

実施例 1 ~ 9 及び比較例 1 ~ 4 に係る研磨材スラリーの研磨レートを、以下の手順により評価した。研磨対象は直径 4 インチ、オフ角が 4 ° のCMP 加工後の 4 H - S i C 基板を用いた。当該研磨試験は基板の S i 面に対して行った。研磨装置は、エム・イー・ティ社製片面研磨機 B C - 1 5 を用いた。定盤に取り付ける研磨パッドは、ニッタ・デュボン社製 I C 1 0 0 0 を用いた。定盤の回転数は 6 0 r p m、外周部速度は 7 , 1 3 6 c m / m i n に設定した。また、キャリア回転数は 6 0 r p m、外周部速度は 9 6 1 c m / m i n に設定した。さらに研磨時の荷重は 2 . 8 p s i（約 $1 . 9 6 \times 1 0^4$ Pa）とした。研磨材スラリーの供給量は 2 0 0 m L / m i n として、1 時間研磨して研磨前後の研磨対象である基板の質量差から研磨レートを求めた。そして、研磨レートが 0 . 1 0 μ m / h 以上であれば「○（Good）」と評価し、研磨レートが 0 . 1 0 μ m / h 未満であれば「×（Bad）」と評価した。

【 0 0 7 3 】

結晶析出試験

実施例 1 ~ 9 及び比較例 1 ~ 4 の各サンプルを調製した。調整した各サンプルを 1 0 に設定した冷蔵庫内に 2 4 時間保管した。その後、各サンプルを冷蔵庫から取り出し、加熱式水分計を用いて各サンプル中の固形分濃度、すなわち酸化マンガン砥粒濃度と過マンガン酸カリウム濃度との合計値を求めた。そして、保管後の固形分濃度が、保管前の固形分濃度の維持率 9 0 % 以上であれば「○（Good）」と評価し、保管後の固形分濃度が、保管前の固形分濃度の維持率 9 0 % 未満であれば「×（Bad）」と評価した。

【 0 0 7 4 】

ポットライフ評価

実施例 1 ~ 9 及び比較例 1 ~ 4 のポットライフを、以下のように評価した。実施例 1 ~ 9 及び比較例 1 ~ 4 に係る研磨材スラリーを、常温 (25) で 3 日間静置した。3 日間静置後の研磨材スラリー中の MnO_4^- 濃度を、3 日間静置前の研磨材スラリー中の MnO_4^- 濃度と比較し、 MnO_4^- 濃度の維持率を算出した。そして、3 日間静置前の MnO_4^- 濃度に対する、3 日間静置後の MnO_4^- 濃度の維持率が 80 % 以上であれば「○ (Good) 」と評価し、3 日間静置前の MnO_4^- 濃度に対する、3 日間静置後の MnO_4^- 濃度の維持率が 80 % 未満であれば「× (Bad) 」と評価した。ここで、研磨材スラリー中の MnO_4^- 濃度は、以下の通り、評価した。まず、研磨材スラリーを遠心分離 (4 , 000 rpm × 20 min) させ、当該研磨材スラリー中の酸化マンガン砥粒を沈降させる。次に、その上澄み液 1.0 g を分取し、純水 10 g を入れ、希釈し、希釈液を調製する。そして、分光光度計 (株式会社日立ハイテクサイエンス製 : UH - 4150) を用いて、希釈液中の MnO_4^- の吸光度を測定し、予め作成した検量線によって MnO_4^- 濃度を算出した。

10

【 0075 】

図 1 に示す通り、実施例 1 ~ 9 に係る研磨材スラリーは、過マンガン酸イオンの供給源である過マンガン酸カリウムの添加前と添加後におけるレーザ回折・散乱法による、粒子径分布における体積基準の積算分率 50 % の粒径 (D50) が共に 0.6 μm 以下であることから、分散性に優れるものであった。

【 0076 】

20

実施例 1 ~ 6、及び 9 に係る研磨材スラリーは、試料が入った容器を反転した際の当該容器への研磨材スラリーの付着状態を確認したところ、当該試料が当該容器に付着せず、付着性は非常に良好であった。また、実施例 7、8 に係る研磨材スラリーは、試料が入った容器を反転した際の当該容器への研磨材スラリーの付着状態を確認したところ、当該試料の付着が当該容器の底のみであり、付着性は良好であった。

【 0077 】

実施例 1 ~ 9 に係る研磨材スラリーは、研磨レートが 0.10 $\mu m/h$ 以上であることから、高い研磨レートを示した。

【 0078 】

実施例 1 ~ 9 に係る研磨材スラリーは、常温 (25) で 3 日間静置後の MnO_4^- 濃度の維持率が 80 % 以上であることから、ポットライフを長くすることができた。

30

【 0079 】

本明細書開示の発明は、各発明や実施形態の構成の他に、適用可能な範囲で、これらの部分的な構成を本明細書開示の他の構成に変更して特定したもの、或いはこれらの構成に本明細書開示の他の構成を付加して特定したもの、或いはこれらの部分的な構成を部分的な作用効果が得られる限度で削除して特定した上位概念化したものを含む。

【 産業上の利用可能性 】

【 0080 】

本発明に係る研磨材スラリーは、分散性に優れ、高い研磨レートを示し、ポットライフが長いことから、高硬度材料からなる被研磨物の研磨材として好適である。また、本発明に係る研磨材スラリーは、分散性に優れていることから、被研磨物である、SiC 基板や、研磨パッドを洗浄しやすく、洗浄水の使用量を抑えることができる観点、洗浄時間を短縮することができる観点、及び排水処理量を減らすことができる観点から、環境負荷低減につながる。さらに、本発明に係る研磨材スラリーは、高い研磨レートを示すことから、研磨処理時間を短縮することができる。

40

フロントページの続き

審査官 杵 哲次

- (56)参考文献 特開 2 0 2 0 - 4 5 4 5 5 (J P , A)
国際公開第 2 0 1 3 / 0 8 8 9 2 8 (W O , A 1)
特開 2 0 0 7 - 2 5 8 4 5 1 (J P , A)
国際公開第 2 0 1 3 / 0 5 4 8 8 3 (W O , A 1)
国際公開第 2 0 1 8 / 1 1 6 5 2 1 (W O , A 1)
国際公開第 2 0 2 0 / 2 5 5 9 2 1 (W O , A 1)
特開 2 0 1 6 - 1 9 4 0 0 4 (J P , A)
特開 2 0 2 0 - 5 5 9 1 5 (J P , A)
- (58)調査した分野 (Int.Cl., D B 名)
- | | |
|---------|-------------|
| H 0 1 L | 2 1 / 3 0 4 |
| C 0 9 K | 3 / 1 4 |
| C 0 9 G | 1 / 0 2 |