

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5909088号
(P5909088)

(45) 発行日 平成28年4月26日 (2016. 4. 26)

(24) 登録日 平成28年4月1日 (2016. 4. 1)

(51) Int. Cl.		F I			
G 1 1 B	5/84	(2006. 01)	G 1 1 B	5/84	A
B 2 4 B	37/00	(2012. 01)	B 2 4 B	37/00	H
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

請求項の数 9 (全 37 頁)

(21) 出願番号 特願2011-289838 (P2011-289838)
 (22) 出願日 平成23年12月28日 (2011. 12. 28)
 (65) 公開番号 特開2013-140644 (P2013-140644A)
 (43) 公開日 平成25年7月18日 (2013. 7. 18)
 審査請求日 平成26年9月26日 (2014. 9. 26)

(73) 特許権者 000000918
 花王株式会社
 東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番1
 〇号
 (74) 代理人 110000040
 特許業務法人池内・佐藤アンドパートナーズ
 (72) 発明者 浜口 剛吏
 和歌山市湊1334番地 花王株式会社研
 究所内
 審査官 中野 和彦

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 磁気ディスク基板の製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

下記(1)~(5)の工程を有し、下記工程(1)~(3)を同一の研磨機で行い、下記工程(5)を前記研磨機とは別の研磨機で行う、磁気ディスク基板の製造方法。

(1) アルミナ粒子及び水を含有する研磨液組成物Aを被研磨基板の研磨対象面に供給し、前記研磨対象面に研磨パッドを接触させ、前記研磨パッド及び/又は前記被研磨基板を動かして前記研磨対象面を研磨する工程、

(2) 工程(1)で得られた基板をリンス処理する工程、

(3) シリカ粒子、アニオン性重合体、及び水を含有する研磨液組成物Bを工程(2)で得られた基板の研磨対象面に供給し、前記研磨対象面に研磨パッドを接触させ、前記研磨パッド及び/又は前記被研磨基板を動かして前記研磨対象面を研磨する工程、

(4) 工程(3)で得られた基板を洗浄する工程、

(5) シリカ粒子及び水を含有する研磨液組成物Cを工程(4)で得られた基板の研磨対象面に供給し、前記研磨対象面に研磨パッドを接触させ、前記研磨パッド及び/又は前記被研磨基板を動かして前記研磨対象面を研磨する工程。

ここで、前記アニオン性重合体は、マレイン酸/スチレンスルホン酸共重合体、ナフタレンスルホン酸ホルムアルデヒド縮合物、(メタ)アクリル酸/マレイン酸共重合体及びポリスチレンスルホン酸から選ばれる1種以上である。

【請求項2】

前記アニオン性重合体の重量平均分子量が、500~100000である、請求項1に

記載の磁気ディスク基板の製造方法。

【請求項 3】

前記研磨液組成物 A が、さらにシリカ粒子を含有する、請求項 1 又は 2 に記載の磁気ディスク基板の製造方法。

【請求項 4】

前記研磨液組成物 A が、さらにジアリルアミン重合体を含有する、請求項 1 から 3 のいずれかに記載の磁気ディスク基板の製造方法。

【請求項 5】

前記被研磨基板が、Ni - Pメッキされたアルミニウム合金基板である、請求項 1 から 4 のいずれかに記載の磁気ディスク基板の製造方法。

【請求項 6】

下記(1)～(5)の工程を有し、下記工程(1)～(3)を同一の研磨機で行い、下記工程(5)を前記研磨機とは別の研磨機で行う、磁気ディスク基板の研磨方法。

(1) アルミナ粒子及び水を含有する研磨液組成物 A を被研磨基板の研磨対象面に供給し、前記研磨対象面に研磨パッドを接触させ、前記研磨パッド及び/又は前記被研磨基板を動かして前記研磨対象面を研磨する工程、

(2) 工程(1)で得られた基板をリンス処理する工程、

(3) シリカ粒子、アニオン性重合体、及び水を含有する研磨液組成物 B を工程(2)で得られた基板の研磨対象面に供給し、前記研磨対象面に研磨パッドを接触させ、前記研磨パッド及び/又は前記被研磨基板を動かして前記研磨対象面を研磨する工程、

(4) 工程(3)で得られた基板を洗浄する工程、

(5) シリカ粒子及び水を含有する研磨液組成物 C を工程(4)で得られた基板の研磨対象面に供給し、前記研磨対象面に研磨パッドを接触させ、前記研磨パッド及び/又は前記被研磨基板を動かして前記研磨対象面を研磨する工程。

ここで、前記アニオン性重合体は、マレイン酸/スチレンスルホン酸共重合体、ナフタレンスルホン酸ホルムアルデヒド縮合物、(メタ)アクリル酸/マレイン酸共重合体及びポリスチレンスルホン酸から選ばれる 1 種以上である。

【請求項 7】

前記被研磨基板が、Ni - Pメッキされたアルミニウム合金基板である、請求項 6 に記載の磁気ディスク基板の研磨方法。

【請求項 8】

下記(1)～(5)の工程を有し、下記工程(1)～(3)を同一の研磨機で行い、下記工程(5)を前記研磨機とは別の研磨機で行う、磁気ディスク基板の製造方法。

(1) アルミナ粒子、ジアリルアミン重合体及び水を含有する研磨液組成物 A を被研磨基板の研磨対象面に供給し、前記研磨対象面に研磨パッドを接触させ、前記研磨パッド及び/又は前記被研磨基板を動かして前記研磨対象面を研磨する工程、

(2) 工程(1)で得られた基板をリンス処理する工程、

(3) シリカ粒子、アニオン性重合体、及び水を含有する研磨液組成物 B を工程(2)で得られた基板の研磨対象面に供給し、前記研磨対象面に研磨パッドを接触させ、前記研磨パッド及び/又は前記被研磨基板を動かして前記研磨対象面を研磨する工程、

(4) 工程(3)で得られた基板を洗浄する工程、

(5) シリカ粒子及び水を含有する研磨液組成物 C を工程(4)で得られた基板の研磨対象面に供給し、前記研磨対象面に研磨パッドを接触させ、前記研磨パッド及び/又は前記被研磨基板を動かして前記研磨対象面を研磨する工程。

【請求項 9】

下記(1)～(5)の工程を有し、下記工程(1)～(3)を同一の研磨機で行い、下記工程(5)を前記研磨機とは別の研磨機で行う、磁気ディスク基板の研磨方法。

(1) アルミナ粒子、ジアリルアミン重合体及び水を含有する研磨液組成物 A を被研磨基板の研磨対象面に供給し、前記研磨対象面に研磨パッドを接触させ、前記研磨パッド及び/又は前記被研磨基板を動かして前記研磨対象面を研磨する工程、

(2) 工程(1)で得られた基板をリンス処理する工程、
(3) シリカ粒子、アニオン性重合体、及び水を含有する研磨液組成物Bを工程(2)で得られた基板の研磨対象面に供給し、前記研磨対象面に研磨パッドを接触させ、前記研磨パッド及び/又は前記被研磨基板を動かして前記研磨対象面を研磨する工程、
(4) 工程(3)で得られた基板を洗浄する工程、
(5) シリカ粒子及び水を含有する研磨液組成物Cを工程(4)で得られた基板の研磨対象面に供給し、前記研磨対象面に研磨パッドを接触させ、前記研磨パッド及び/又は前記被研磨基板を動かして前記研磨対象面を研磨する工程。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

10

【0001】

本発明は、磁気ディスク基板の製造方法及び磁気ディスク基板の研磨方法に関する。

【背景技術】

【0002】

近年、磁気ディスクドライブは小型化・大容量化が進み、高記録密度化が求められている。高記録密度化するためには、単位記録面積を縮小し、弱くなった磁気信号の検出感度を向上させる必要があり、そのため、磁気ヘッドの浮上高さをより低くするための技術開発が進められている。磁気ディスク基板は、磁気ヘッドの低浮上化と記録面積の確保に対応するため、平滑性及び平坦性の向上(表面粗さ、うねり、端面ダレの低減)や表面欠陥低減(残留砥粒、スクラッチ、突起、ピット等の低減)が厳しく要求されている。

20

【0003】

このような要求に対して、より平滑で、傷が少ないといった表面品質向上と生産性の向上を両立させる観点から、ハードディスク基板の製造方法においては、2段階以上の研磨工程を有する多段研磨方式が採用されることが多い。一般に、多段研磨方式の最終研磨工程、即ち、仕上げ研磨工程では、表面粗さの低減、スクラッチ、突起、ピット等の傷の低減という要求を満たすために、コロイダルシリカ粒子を含む仕上げ用研磨液組成物が使用され、仕上げ研磨工程より前の研磨工程(粗研磨工程ともいう)では、生産性向上の観点から、アルミナ粒子を含む研磨液組成物が使用される(例えば、特許文献1)。

【0004】

アルミナ粒子を砥粒として使用した場合、アルミナ粒子の基板への突き刺さり起因するテキスチャースクラッチによって、メディアの欠陥を引き起こすことがある。このような問題を解決するために、平均二次粒子径が $0.1 \sim 0.7 \mu\text{m}$ の酸化アルミニウム粒子及び酸を含有する研磨液組成物を用いて、所定の研磨荷重で基板を研磨する粗研磨工程、並びにコロイダル粒子を含有する研磨液組成物を用いて、粗研磨工程で得られた基板を所定の研磨量で研磨する仕上げ研磨工程を有してなる磁気ディスク基板の製造方法が提案されている(例えば、特許文献2)。

30

【0005】

最近では、アルミナ粒子の基板への突き刺しをさらに低減する技術として、特定粒径のアルミナ粒子と、特定粒度分布を有するシリカ粒子を含む研磨液組成物が提案されている(例えば、特許文献3)。

40

【0006】

また、表面粗さを低減する技術としてアルミナ粒子を用いた研磨を2段階行う技術が提案されており(例えば、特許文献4)、さらに、研磨工程を簡略化するために、具体的にはセリアを用いた研磨を2段階行う技術が提案されている(例えば、特許文献5)。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0007】

【特許文献1】特開2005-63530号公報

【特許文献2】特開2007-168057号公報

【特許文献3】特開2009-176397号公報

50

【特許文献4】特開昭63-260762号公報

【特許文献5】特開2006-95677号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0008】

磁気ディスクドライブの大容量化に伴い、基板の表面品質に対する要求特性はさらに厳しくなっており、磁気ディスク基板の製造工程において、生産性を維持したまま、アルミナ突き刺さり等のアルミナ粒子の基板への残留をさらに低減することが求められている。

【0009】

そこで、本発明は、生産性を損なうことなく、粗研磨工程後の基板表面のアルミナ粒子の突き刺さりが少なく、且つ、仕上げ研磨工程後の基板表面の突起欠陥を低減することができる、磁気ディスク基板の製造方法を提供する。

【課題を解決するための手段】

【0010】

本発明は、一態様において、下記(1)~(5)の工程を有し、下記工程(1)~(3)を同一の研磨機で行い、下記工程(5)を前記研磨機とは別の研磨機で行う磁気ディスク基板の製造方法(以下「本発明の基板製造方法」とも言う。)に関する。

(1)アルミナ粒子及び水を含有する研磨液組成物Aを被研磨基板の研磨対象面に供給し、前記研磨対象面に研磨パッドを接触させ、前記研磨パッド及び/又は前記被研磨基板を動かして前記研磨対象面を研磨する工程(以下「工程(1)」とも言う)、

(2)工程(1)で得られた基板をリンス処理する工程(以下「工程(2)」とも言う)

、
(3)シリカ粒子、アニオン性重合体、及び水を含有する研磨液組成物Bを工程(2)で得られた基板の研磨対象面に供給し、前記研磨対象面に研磨パッドを接触させ、前記研磨パッド及び/又は前記被研磨基板を動かして前記研磨対象面を研磨する工程(以下「工程(3)」とも言う)、

(4)工程(3)で得られた基板を洗浄する工程(以下「工程(4)」とも言う)、

(5)シリカ粒子及び水を含有する研磨液組成物Cを工程(4)で得られた基板の研磨対象面に供給し、前記研磨対象面に研磨パッドを接触させ、前記研磨パッド及び/又は前記被研磨基板を動かして前記研磨対象面を研磨する工程(以下「工程(5)」とも言う)。

【0011】

本発明は、その他の態様において、下記(1)~(5)の工程を有し、下記工程(1)~(3)を同一の研磨機で行い、下記工程(5)を前記研磨機とは別の研磨機で行う磁気ディスク基板の研磨方法(以下「本発明の研磨方法」とも言う。)に関する。

(1)アルミナ粒子及び水を含有する研磨液組成物Aを被研磨基板の研磨対象面に供給し、前記研磨対象面に研磨パッドを接触させ、前記研磨パッド及び/又は前記被研磨基板を動かして前記研磨対象面を研磨する工程、

(2)工程(1)で得られた基板をリンス処理する工程、

(3)シリカ粒子、アニオン性重合体、及び水を含有する研磨液組成物Bを工程(2)で得られた基板の研磨対象面に供給し、前記研磨対象面に研磨パッドを接触させ、前記研磨パッド及び/又は前記被研磨基板を動かして前記研磨対象面を研磨する工程、

(4)工程(3)で得られた基板を洗浄する工程、

(5)シリカ粒子及び水を含有する研磨液組成物Cを工程(4)で得られた基板の研磨対象面に供給し、前記研磨対象面に研磨パッドを接触させ、前記研磨パッド及び/又は前記被研磨基板を動かして前記研磨対象面を研磨する工程。

【発明の効果】

【0012】

本発明によれば、粗研磨工程(工程(1)~工程(3))後の基板上のアルミナ突き刺さり及び仕上げ研磨工程(工程(5))後の基板上の突起欠陥が低減され基板品質が向上した基板を、ロールオフ等による製品歩留まりの低下を少なくして生産性よく製造できる

10

20

30

40

50

という効果が奏されうる。

【図面の簡単な説明】

【0013】

【図1】図1は、本発明の実施例における(0.5mmロールオフ)の測定を行った箇所を示す断面図である。

【発明を実施するための形態】

【0014】

本発明は、粗研磨工程と仕上げ研磨工程とを含む磁気ディスク基板の製造方法において、前記粗研磨工程を、同一の研磨機において、アルミナ粒子及び水を含有する研磨液組成物Aを用いる第1の粗研磨と、第1の粗研磨後のリンス処理と、前記リンス処理後のシリカ粒子、アニオン性重合体及び水を含有する研磨液組成物Bを用いる第2の粗研磨とをこの順で含む構成とすることにより、粗研磨後の基板上のアルミナ突き刺しを低減できるとともにロールオフの悪化を抑制できるという知見に基づく。さらに、本発明は、前記粗研磨後の基板を洗浄した後に、シリカ粒子及び水を含有する研磨液組成物Cを用いる仕上げ研磨をすることにより、仕上げ研磨後の基板上の突起欠陥を低減できるとともに仕上げ研磨工程の時間短縮(生産性の向上)が可能となるという知見に基づく。

10

【0015】

本明細書において「アルミナ突き刺し」とは、アルミナ粒子を研磨材として使用した研磨後の前記アルミナ粒子の基板への突き刺しをいう。また、本明細書において「突起欠陥」とは、アルミナなどの研磨粒子や、研磨中に発生する研磨屑をいう。アルミナ突き刺し数及び/又は突起欠陥数は、例えば、研磨後に得られる基板表面の顕微鏡観察、走査型電子顕微鏡観察、表面欠陥検査装置により評価することができる。

20

【0016】

本発明の基板製造方法を用いることにより粗研磨工程後の基板上のアルミナ突き刺しを低減できるとともにロールオフの悪化を抑制し、仕上げ研磨工程後の基板上の突起欠陥を効果的に低減でき、生産性が向上する理由は、必ずしも明らかではないが、以下のように推定している。シリカ粒子を含有する研磨液組成物を用いた第2の粗研磨工程(3)において、研磨切削時の摩擦力が上昇する。このとき、基板に突き刺さったアルミナ粒子の効率的な引き抜きが起こる一方で、研磨パッドの凹部等に浮遊する残留アルミナが、シリカ粒子使用による摩擦力の上昇により新たなアルミナの突き刺しを起すと考えられる。さらに、シリカ粒子使用による摩擦力の上昇は、摩擦振動によって摩擦力の不均一をもたらし、その結果、基板外縁部等で研磨パッドの圧力の微妙な変化を引き起こし、その結果、ロールオフを引き起こすと考えられる。しかし、本発明の基板製造方法では、第2の粗研磨工程(3)においてシリカ粒子とアニオン性重合体が併用されるから、アニオン性重合体の基板や研磨パッド界面への吸着が起こり、摩擦振動が低減して適度な摩擦力がより均一に基板表面にかかるようになり、ロールオフの発生が低減すると考えられる。また、摩擦振動が低減することで局所的に高い摩擦力がかかることがなくなるため、基板への新たなアルミナ突き刺し頻度も下がり、結果的に基板と付着している残留アルミナ量も低減すると推定される。さらに、工程(4)にて粗研磨した基板を洗浄した後に工程(5)を行うことで、仕上げ研磨工程へのアルミナ粒子の持ち込み量が少なくなり、アルミナ突き刺しが低減されると共に、仕上げ研磨が効率的に進行するため、研磨時間が短縮でき生産性が向上するものと推定される。但し、本発明はこれらのメカニズムに限定されない。

30

40

【0017】

以下に、本発明の基板製造方法を説明する。一般に、磁気ディスクは、精研削工程を経たガラス基板やNi-Pメッキ工程を経たアルミニウム合金基板を、粗研磨工程及び仕上げ研磨工程にて研磨した後、記録部形成工程にて磁気ディスク化することにより製造される。

【0018】

[被研磨基板]

50

本発明の基板製造方法における被研磨基板は磁気ディスク基板又は磁気ディスク基板に用いられる基板であり、例えば、Ni-Pメッキされたアルミニウム合金基板や、珪酸ガラス、アルミノ珪酸ガラス、結晶化ガラス、強化ガラス等のガラス基板が挙げられる。中でも、本発明で使用される被研磨基板としては、Ni-Pメッキされたアルミニウム合金基板が好ましい。

【0019】

上記被研磨基板の形状には特に制限はなく、例えば、ディスク状、プレート状、スラブ状、プリズム状等の平面部を有する形状や、レンズ等の曲面部を有する形状であればよい。中でも、ディスク状の被研磨基板が適している。ディスク状の被研磨基板の場合、その外径は例えば2～95mm程度であり、その厚みは例えば0.5～2mm程度である。

10

【0020】

[工程(1):第1の粗研磨]

本発明の基板製造方法は、アルミナ粒子及び水を含有する研磨液組成物Aを被研磨基板の研磨対象面に供給し、前記研磨対象面に研磨パッドを接触させ、前記研磨パッド及び/又は前記被研磨基板を動かして前記研磨対象面を研磨する工程(工程(1))を有する。工程(1)で使用される研磨機としては、特に限定されず、磁気ディスク基板研磨用の公知の研磨機が使用できる。

【0021】

[工程(2):中間リンス]

粗研磨工程後の基板上のアルミナ突き刺しを効果的に低減する観点及び仕上げ研磨工程へのアルミナの持ち込みを防止する観点から、本発明の基板製造方法は、前記工程(1)の後に、同一の研磨機において、前記工程(1)で得られた基板をリンス処理する中間リンス処理工程(工程(2))を有する。リンス処理に用いるリンス液としては、特に制限されないが、製造コストの点からは蒸留水、イオン交換水、純水及び超純水等の水が使用され得る。また、工程(2)は、生産性の観点から、前記工程(1)で使用した研磨機から被研磨基板を取り出すことなく、同じ研磨機内で行うことが好ましい。工程(2)は、具体的には、リンス液を被研磨基板の研磨対象面に供給し、前記被研磨基板を動かして前記研磨対象面をリンス処理することを含みうる。なお、工程(1)と工程(3)の間には後述する工程(4)のような洗浄工程は有さないことが好ましい。また、本明細書において「リンス処理」とは、基板表面に残留した砥粒、研磨屑を排出することを目的とした処理をいい、基板表面を平坦化するために、基板表面を溶解しながら砥粒で削る(化学機械研磨)研磨処理とは異なる処理をいう。

20

30

【0022】

[工程(3):第2の粗研磨]

本発明の基板製造方法は、シリカ粒子、アニオン性重合体及び水を含有する研磨液組成物Bを中間リンス処理工程(2)で得られた基板の研磨対象面に供給し、前記研磨対象面に研磨パッドを接触させ、前記研磨パッド及び/又は前記被研磨基板を動かして前記研磨対象面を研磨する工程(工程(3))を有する。

【0023】

生産性向上の観点、粗研磨工程後の基板上のアルミナ突き刺しの低減及びロールオフ悪化の抑制の観点、並びに仕上げ研磨工程後の基板上の突起欠陥を低減する観点から、工程(1)～(3)は、同一の研磨機で行う。

40

【0024】

[工程(4):洗浄]

本発明の基板製造方法は、工程(3)で得られた基板を洗浄する工程(工程(4))を有する。工程(4)の洗浄は、前記粗研磨工程(工程(1)～(3))が施された基板を、洗浄剤組成物を用いて洗浄することが好ましい。工程(4)における洗浄方法としては、例えば、(a)工程(3)で得られた基板を後述する洗浄剤組成物に浸漬する方法、及び/又は、(b)洗浄剤組成物を射出して前記基板の表面上に洗浄剤組成物を供給する方法が挙げられる。

50

【 0 0 2 5 】

前記方法 (a) において、基板の洗浄剤組成物への浸漬条件としては、特に制限はないが、例えば、洗浄剤組成物の温度は、安全性及び操作性の観点から 2 0 ~ 1 0 0 である
と好ましく、2 0 ~ 6 0 であるとより好ましく、浸漬時間は、洗浄剤組成物による洗
浄性と生産効率の観点から 1 0 秒 ~ 3 0 分間であると好ましく、2 ~ 2 0 分間であるとよ
り好ましい。また、残留物の除去性及び残留物の分散性を高める観点から、洗浄剤組成物
には超音波振動が付与されていると好ましい。超音波の周波数としては、好ましくは 2 0
~ 2 0 0 0 k H z であり、より好ましくは 4 0 ~ 2 0 0 0 k H z であり、さらに好ましく
は 4 0 ~ 1 5 0 0 k H z である。

【 0 0 2 6 】

前記方法 (b) では、残留物の洗浄性や油分の溶解性を促進させる観点から、超音波振
動が与えられている洗浄剤組成物を射出して、基板の表面に洗浄剤組成物を接触させて当
該表面を洗浄するか、又は、洗浄剤組成物を被洗浄基板の表面上に射出により供給し、洗
浄剤組成物が供給された当該表面を洗浄用ブラシでこすることにより洗浄することが好ま
しい。さらには、超音波振動が与えられている洗浄剤組成物を射出により洗浄対象の表面
に供給し、かつ、洗浄剤組成物が供給された当該表面を洗浄用ブラシでこすることにより
洗浄することが好ましい。

【 0 0 2 7 】

洗浄剤組成物を被洗浄基板の表面上に供給する手段としては、スプレーノズル等の公知
の手段を用いることができる。また、洗浄用ブラシとしては、特に制限はなく、例えばナイ
ロンブラシや P V A (ポリビニルアルコール) スポンジブラシ等の公知のものを使用す
ることができる。超音波の周波数としては、前記方法 (a) で好ましく採用される値と同
様であればよい。

【 0 0 2 8 】

工程 (4) では、前記方法 (a) 及び / 又は前記方法 (b) に加えて、揺動洗浄、スピ
ンナー等の回転を利用した洗浄、パドル洗浄等の公知の洗浄を用いる工程を 1 つ以上含ん
でもよい。

【 0 0 2 9 】

[工程 (5) : 仕上げ研磨]

本発明の基板製造方法は、シリカ粒子及び水を含有する研磨液組成物 C を工程 (4) で
得られた基板の研磨対象面に供給し、前記研磨対象面に研磨パッドを接触させ、前記研磨
パッド及び / 又は前記被研磨基板を動かして前記研磨対象面を研磨する工程 (工程 (5)
) を有する。

【 0 0 3 0 】

工程 (5) で使用される研磨機は、仕上げ研磨工程へのアルミナの持ち込みを防止する
観点、仕上げ研磨工程後の基板上の突起欠陥を低減する観点から、工程 (1) ~ (3) で
用いた研磨機とは別個の研磨機である。工程 (5) で使用される研磨液組成物 C の供給速
度、研磨液組成物 C を研磨機へ供給する方法は、後述する研磨液組成物 A の場合と同様と
することができる。

【 0 0 3 1 】

本発明の基板製造方法は、前述の、第 1 の粗研磨工程 (1)、中間リンス処理工程 (2)、
第 2 の粗研磨工程 (3)、洗浄工程 (4)、及び、仕上げ研磨工程 (5) を含むこと
により、粗研磨工程後の基板上のアルミナ突き刺さり及び仕上げ研磨工程後の基板上の突
起欠陥が効果的に低減され、ロールオフの悪化が抑制された基板を効率的に製造するこ
とができる。

【 0 0 3 2 】

[工程 (1) ~ (3) の研磨パッド]

工程 (1) ~ (3) の粗研磨工程で使用される研磨パッドとしては、特に制限はなく、
スエードタイプ、不織布タイプ、ポリウレタン独立発泡タイプ、又はこれらを積層した二
層タイプ等の研磨パッドを使用することができるが、研磨速度向上の観点から、スエード

10

20

30

40

50

タイプの研磨パッドが好ましい。スエードタイプの研磨パッドは、ベース層とベース層に垂直な紡錘状気孔を有する発泡層から構成される。ベース層の材質としては、綿等の天然繊維や合成繊維からなる不織布、スチレンブタジエンゴム等のゴム状物質を充填して得られるベース層等があげられるが、粗研磨工程後の基板上的アルミナ突き刺さり及び仕上げ研磨工程後の基板上的突起欠陥を効果的に低減する観点から、高硬度な樹脂フィルムが得られるポリエチレンテレフタレート（PET）フィルムやポリエステルフィルムが好ましく、ポリエチレンテレフタレート（PET）フィルムがより好ましい。また、発泡層の材質としては、ポリウレタン、ポリスチレン、ポリエステル、ポリ塩化ビニルや、天然ゴム、合成ゴム等があげられるが、圧縮率等の物性のコントロール性や、研磨時の耐摩耗性向上の観点から、ポリウレタンエラストマーが好ましい。

10

【0033】

また、工程（1）～（3）で使用される研磨パッドの平均気孔径は、研磨速度向上の観点から、10～100 μm が好ましく、20～80 μm がより好ましく、30～60 μm がさらに好ましく、35～55 μm がさらにより好ましい。

【0034】

〔工程（1）における研磨荷重〕

本明細書において、研磨荷重とは、研磨時に被研磨基板の研磨面に加えられる定盤の圧力を意味する。工程（1）における研磨荷重は、粗研磨工程後の基板上的アルミナ突き刺さを低減する観点から、25kPa以下が好ましく、より好ましくは20kPa以下、さらに好ましくは15kPa以下、さらにより好ましくは11kPa以下である。また、前記研磨荷重は、基板表面のうねり低減の観点、研磨速度の向上の観点から、3kPa以上が好ましく、より好ましくは5kPa以上、さらに好ましくは7kPa以上、さらにより好ましくは9kPa以上である。したがって、前記研磨荷重は、研磨速度を向上する観点及び粗研磨工程後の基板上的アルミナ突き刺さを低減する観点から、好ましくは3～25kPa、より好ましくは5～20kPa、さらに好ましくは7～15kPa、さらにより好ましくは9～11kPaである。前記研磨荷重の調整は、定盤や基板等への空気圧や重りの負荷によって行うことができる。

20

【0035】

〔工程（1）における研磨量〕

工程（1）における、被研磨基板の単位面積（1 cm^2 ）あたりの研磨量は、メッキ欠陥を除去する観点、基板表面のうねり低減の観点、粗研磨工程後の基板上的アルミナ突き刺さりの低減及びロールオフ悪化の抑制の観点から、0.4mg以上が好ましく、より好ましくは0.6mg以上、さらに好ましくは0.8mg以上である。一方、生産性向上の観点、ロールオフ低減の観点からは、2.6mg以下が好ましく、より好ましくは2.1mg以下、さらに好ましくは1.7mg以下である。したがって、前記研磨量は、前述の観点から、好ましくは0.4～2.6mg、より好ましくは0.6～2.1mg、さらにより好ましくは0.8～1.7mgである。

30

【0036】

〔研磨液組成物Aの供給速度〕

工程（1）における研磨液組成物Aの供給速度は、コスト低減の観点から、被研磨基板1 cm^2 あたり0.25mL/分以下が好ましく、0.2mL/分以下がより好ましく、0.15mL/分以下がさらに好ましい。また、前記供給速度は、研磨速度の向上の観点から、被研磨基板1 cm^2 あたり0.01mL/分以上が好ましく、0.025mL/分以上がより好ましく、0.05mL/分以上がさらに好ましい。したがって、前記供給速度は、被研磨基板1 cm^2 あたり0.01～0.25mL/分が好ましく、0.025～0.2mL/分がより好ましく、0.05～0.15mL/分がさらに好ましい。

40

【0037】

〔研磨液組成物Aを研磨機へ供給する方法〕

研磨液組成物Aを研磨機へ供給する方法としては、例えばポンプ等を用いて連続的に供給を行う方法が挙げられる。研磨液組成物Aを研磨機へ供給する際は、全ての成分を含ん

50

だ1液で供給する方法の他、研磨液組成物Aの保存安定性等を考慮して、複数の配合用成分液に分け、2液以上で供給することもできる。後者の場合、例えば供給配管中又は被研磨基板上で、上記複数の配合用成分液が混合され、研磨液組成物Aとなる。

【0038】

[工程(2)における研磨荷重]

工程(2)における研磨荷重は、粗研磨工程後の基板上のアルミナ突き刺さりの低減及びロールオフ悪化の抑制の観点、並びに仕上げ研磨工程後の基板上の突起欠陥を低減する観点から、25kPa以下が好ましく、より好ましくは20kPa以下、さらに好ましくは15kPa以下、さらにより好ましくは11kPa以下である。また、前記研磨荷重は、研磨速度の向上の観点から、3kPa以上が好ましく、より好ましくは5kPa以上、さらにより好ましくは7kPa以上、さらにより好ましくは9kPa以上である。したがって、前記研磨荷重は、研磨速度を向上する観点、粗研磨工程後の基板上のアルミナ突き刺さりの低減及びロールオフ悪化の抑制の観点、並びに仕上げ研磨工程後の基板上の突起欠陥を低減する観点から、好ましくは3~25kPa、より好ましくは5~20kPa、さらにより好ましくは7~15kPa、さらにより好ましくは9~11kPaである。研磨荷重を上記範囲内に設定することでアルミナ粒子の基板への押し込みが抑制され、効果的にアルミナ突き刺さり低減されると考えられる。

10

【0039】

[工程(2)におけるリンス液の供給速度]

工程(2)におけるリンス液の供給速度は、粗研磨工程後の基板上のアルミナ突き刺さりの低減及びロールオフ悪化の抑制の観点、仕上げ研磨工程後の基板上の突起欠陥を効果的に低減する観点、並びに仕上げ研磨工程へのアルミナの持ち込みを防止する観点から、被研磨基板1cm²あたり0.25~4mL/分が好ましく、より好ましくは0.8~2.5mL/分、さらに好ましくは1~2mL/分である。また、工程(2)におけるリンス液の供給時間は、同様の観点から、5~60秒が好ましく、7~30秒がより好ましく、10~20秒がさらに好ましい。なお、工程(2)におけるリンス液を研磨機へ供給する方法は、前述の研磨液組成物Aを研磨機へ供給する方法と同様に行うことができる。

20

【0040】

[工程(3)における研磨荷重]

工程(3)における研磨荷重は、粗研磨工程後の基板上のアルミナ突き刺さりの低減及びロールオフ悪化の抑制の観点、並びに仕上げ研磨工程後の基板上の突起欠陥を効果的に低減する観点から、25kPa以下が好ましく、より好ましくは20kPa以下、さらに好ましくは15kPa以下、さらにより好ましくは11kPa以下である。また、前記研磨荷重は、研磨速度の向上の観点から、3kPa以上が好ましく、より好ましくは5kPa以上、さらにより好ましくは7kPa以上、さらにより好ましくは9kPa以上である。したがって、前記研磨荷重は、研磨速度を向上する観点、粗研磨工程後の基板上のアルミナ突き刺さりの低減及びロールオフ悪化の抑制の観点、並びに仕上げ研磨工程後の基板上の突起欠陥を効果的に低減する観点から、好ましくは3~25kPa、より好ましくは5~20kPa、さらにより好ましくは7~15kPa、さらにより好ましくは9~11kPaである。研磨荷重を上記範囲内に設定することでアルミナ粒子の基板への押し込みが抑制され、効果的にアルミナ突き刺さり低減されると考えられる。

30

40

【0041】

[工程(3)における研磨量]

工程(3)における、被研磨基板の単位面積(1cm²)あたりの研磨量は、粗研磨工程後の基板上のアルミナ突き刺さりの低減及びロールオフ悪化の抑制の観点、仕上げ研磨へのアルミナ粒子の持ち込み低減の観点、基板表面のうねり低減の観点、並びに仕上げ研磨工程後の突起欠陥低減の観点から、0.0004mg以上が好ましく、より好ましくは0.004mg以上、さらに好ましくは0.01mg以上である。一方、生産性向上の観点から、好ましくは0.85mg以下、より好ましくは0.43mg以下、さらに好ましくは0.26mg以下、さらにより好ましくは0.1mg以下である。したがって、前記

50

研磨量は、前述の観点から、好ましくは0.0004～0.85mg、より好ましくは0.004～0.43mg、さらに好ましくは0.01～0.26mg、さらにより好ましくは0.01～0.1mgである。

【0042】

[研磨液組成物Bの供給速度]

工程(3)における研磨液組成物Bの供給速度は、前述の研磨液組成物Aの供給速度と同様に行うことができる。

【0043】

[研磨液組成物Bを研磨機へ供給する方法]

研磨液組成物Bを研磨機へ供給する方法は、前述の研磨液組成物Aを研磨機へ供給する方法と同様に行うことができる。研磨液組成物Bは、粗研磨工程後の基板上的アルミナ突き刺しを低減する観点から、研磨液組成物Aを供給する供給手段とは異なる供給手段から供給することが好ましい。

10

【0044】

[工程(5)の研磨パッド]

工程(5)で使用される研磨パッドは、工程(1)～(3)で使用される研磨パッドと同種の研磨パッドが使用される。工程(5)で使用される研磨パッドの平均気孔径は、仕上げ研磨工程後の表面粗さの低減、基板表面のスクラッチ低減及び突起欠陥の低減の観点から、1～50μmが好ましく、2～40μmがより好ましく、3～30μmがさらに好ましく、3～10μmがさらにより好ましい。

20

【0045】

[工程(5)における研磨荷重]

工程(5)における研磨荷重は、仕上げ研磨工程後の基板上的突起欠陥を効果的に低減する観点から、25kPa以下が好ましく、より好ましくは20kPa以下、さらに好ましくは15kPa以下、さらにより好ましくは11kPa以下である。また、前記研磨荷重は、基板表面のうねり低減の観点、研磨速度の向上の観点から、3kPa以上が好ましく、より好ましくは5kPa以上、さらに好ましくは7kPa以上、さらにより好ましくは9kPa以上である。したがって、前記研磨荷重は、3～25kPaが好ましく、5～20kPaがより好ましく、7～15kPaがさらに好ましく、9～11kPaがさらにより好ましい。

30

【0046】

[工程(5)における研磨量]

工程(5)における、被研磨基板の単位面積(1cm²)あたりの研磨量は、仕上げ研磨工程後の基板上的突起欠陥を低減する観点及びロールオフ悪化の抑制の観点から、0.085mg以上が好ましく、より好ましくは0.13mg以上、さらに好ましくは0.17mg以上である。また、生産性向上の観点からは、0.85mg以下が好ましく、0.6mg以下がより好ましく、0.43mg以下がさらに好ましい。したがって、前記研磨量は、前記と同様の観点から、0.085～0.85mgが好ましく、0.13～0.6mgがより好ましく、0.17～0.43mgがさらに好ましい。

【0047】

[研磨液組成物Cの供給速度]

工程(5)における研磨液組成物Cの供給速度は、前述の研磨液組成物Aの供給速度と同様に行うことができる。

40

【0048】

[研磨液組成物Cを研磨機へ供給する方法]

研磨液組成物Cを研磨機へ供給する方法は、前述の研磨液組成物Aを研磨機へ供給する方法と同様に行うことができる。

【0049】

[研磨液組成物A]

工程(1)で使用される研磨液組成物Aは、研磨速度の向上の観点から、アルミナ粒子

50

を含有する。

【0050】

[アルミナ粒子]

前記アルミナ粒子としては、アルミナ、中間アルミナ、アモルファスアルミナ、ヒュームドアルミナ等が挙げられるが、研磨速度向上の観点からは、アルミナが好ましく、粗研磨工程後の基板上のアルミナ突き刺さり及び仕上げ研磨工程後の基板上の突起欠陥の低減の観点、表面粗さ及び表面うねり低減の観点からは、中間アルミナが好ましい。

【0051】

アルミナ粒子の平均二次粒子径は、基板表面のうねり低減の観点、ロールオフ悪化の抑制の観点、粗研磨工程後の基板上のアルミナ突き刺さり及び仕上げ研磨工程後の基板上の突起欠陥の低減の観点、研磨速度の向上の観点から、 $0.1 \sim 0.8 \mu\text{m}$ が好ましく、より好ましくは $0.1 \sim 0.75 \mu\text{m}$ 、さらに好ましくは $0.1 \sim 0.7 \mu\text{m}$ 、さらにより好ましくは $0.15 \sim 0.7 \mu\text{m}$ 、さらにより好ましくは $0.2 \sim 0.68 \mu\text{m}$ 、さらにより好ましくは $0.25 \sim 0.65 \mu\text{m}$ 、さらにより好ましくは $0.3 \sim 0.55 \mu\text{m}$ である。該平均二次粒子径は、実施例に記載の方法により求めることができる。

10

【0052】

研磨液組成物Aにおけるアルミナ粒子の含有量は、基板表面のうねり低減の観点、ロールオフ悪化の抑制の観点、研磨速度向上の観点及び粗研磨工程後の基板上のアルミナ突き刺さり低減の観点から、 $0.01 \sim 30$ 重量%が好ましく、 $0.05 \sim 20$ 重量%がより好ましく、 $0.1 \sim 15$ 重量%がさらに好ましく、 $1 \sim 10$ 重量%がさらにより好ましく、 $3 \sim 6$ 重量%がさらにより好ましい。また、研磨液組成物Aに含まれる研磨材全体に占めるアルミナ粒子の含有量は、基板表面のうねり低減、研磨速度向上の観点、粗研磨工程後の基板上のアルミナ突き刺さり及び仕上げ研磨工程後の基板上の突起欠陥の低減の観点から、 30 重量%以上が好ましく、 50 重量%以上がより好ましく、 70 重量%以上がさらに好ましい。

20

【0053】

[アルミナ]

本明細書において、アルミナとは、X線回折により結晶中にアルミナ特有の構造が認められる結晶性アルミナ粒子の総称である。アルミナ特有の構造は、例えば、X線回折スペクトルにおける 2θ 領域 $35.1 \sim 35.3^\circ$ (104面)、 $43.2 \sim 43.4^\circ$ (113面)、 $57.4 \sim 57.6^\circ$ (116面)などに頂点があるピークの有無により確認できる。なお、本明細書では特に指示しない限り、アルミナ特有ピークというときは104面のピークを意味する。

30

【0054】

前記アルミナの化率は、研磨速度の向上、粗研磨工程後の基板上のアルミナ突き刺さり及び仕上げ研磨工程後の基板上の突起欠陥の低減の観点から、 $50 \sim 99\%$ であることが好ましく、より好ましくは $60 \sim 97\%$ 、さらに好ましくは $80 \sim 97\%$ である。ここで、化率とは、WA-1000 (化率 99.9% のアルミナ、昭和電工社製)を用いたX線回折法における $2\theta = 35.1 \sim 35.3^\circ$ 由来の104面のピーク面積を 99.9% とした場合におけるアルミナ特有ピークの相対面積の数値をいい、具体的には、実施例に記載の方法により求めることができる。なお、化率が前記範囲内のアルミナを複数種混合して使用してもよい。

40

【0055】

アルミナの平均二次粒子径は、基板表面のうねり低減の観点、ロールオフ悪化の抑制の観点、粗研磨工程後の基板上のアルミナ突き刺さり及び仕上げ研磨工程後の基板上の突起欠陥を低減する観点、並びに、研磨速度の向上の観点から、 $0.1 \sim 0.8 \mu\text{m}$ が好ましく、より好ましくは $0.1 \sim 0.75 \mu\text{m}$ 、さらに好ましくは $0.1 \sim 0.7 \mu\text{m}$ 、さらにより好ましくは $0.15 \sim 0.7 \mu\text{m}$ 、さらにより好ましくは $0.2 \sim 0.68 \mu\text{m}$ 、さらにより好ましくは $0.2 \sim 0.65 \mu\text{m}$ 、さらにより好ましくは $0.3 \sim 0.55 \mu\text{m}$ である。該平均二次粒子径は、実施例に記載の方法により求めることができる。

50

【 0 0 5 6 】

研磨液組成物 A における アルミナの含有量は、ロールオフ悪化の抑制の観点、基板表面のうねり低減の観点、研磨速度向上の観点及び粗研磨工程後の基板上的アルミナ突き刺さり低減の観点から、0.01～30重量%が好ましく、より好ましくは0.05～20重量%、さらに好ましくは0.1～15重量%、さらにより好ましくは1～10重量%、さらにより好ましくは2～5重量%である。

【 0 0 5 7 】

〔 中間アルミナ 〕

研磨液組成物 A は、研磨速度の向上、ロールオフ悪化の抑制、粗研磨工程後の基板上的アルミナ突き刺さり及び仕上げ研磨工程後の基板上的突起欠陥の低減の観点、うねり及び表面粗さ低減の観点から、中間アルミナを含有することが好ましい。中間アルミナとは、

アルミナ以外の結晶性アルミナ粒子の総称であり、具体的には - アルミナ、 アルミナ、 アルミナ、 アルミナ、 アルミナ、及びこれらの混合物等が挙げられる。中間アルミナの中でも、基板表面のうねり及び表面粗さ低減の観点、研磨速度の向上の観点、粗研磨工程後の基板上的アルミナ突き刺さり及び仕上げ研磨工程後の基板上的突起欠陥の低減の観点から、 アルミナ、 アルミナ、 アルミナ及びこれらの混合物が好ましく、より好ましくは アルミナ及び アルミナ、さらに好ましくは アルミナである。

【 0 0 5 8 】

中間アルミナの平均二次粒子径は、粗研磨工程後の基板上的アルミナ突き刺さり及び仕上げ研磨工程後の基板上的突起欠陥を低減する観点、基板表面のうねり低減の観点、及び研磨速度向上の観点から、0.01～0.6 μmが好ましく、より好ましくは0.05～0.5 μm、さらに好ましくは0.1～0.4 μm、さらにより好ましくは0.15～0.35 μm、さらにより好ましくは0.15～0.25 μmである。なお、該平均二次粒子径は、前述の アルミナの場合と同様の方法により求めることができる。

【 0 0 5 9 】

また、研磨液組成物 A における中間アルミナの含有量は、粗研磨工程後の基板上的アルミナ突き刺さり及び仕上げ研磨工程後の基板上的突起欠陥を低減する観点、基板表面のうねり低減の観点、及び、研磨速度向上の観点から0.001～27重量%が好ましく、より好ましくは0.01～15重量%、さらに好ましくは0.1～10重量%、さらにより好ましくは0.5～5重量%、さらにより好ましくは0.8～2重量%である。

【 0 0 6 0 】

研磨液組成物 A は、研磨速度向上の観点、基板表面のうねり及び表面粗さ低減の観点、ロールオフ悪化の抑制の観点、粗研磨工程後の基板上的アルミナ突き刺さり及び仕上げ研磨工程後の基板上的突起欠陥を低減する観点から、アルミナ粒子として、 アルミナと中間アルミナとを含有することが好ましく、 アルミナと アルミナとを含有することがより好ましい。

【 0 0 6 1 】

アルミナと中間アルミナとを使用する場合、 アルミナと中間アルミナの重量比（アルミナの重量% / 中間アルミナの重量%）は、研磨速度の向上、ロールオフ悪化の抑制、基板表面のうねり低減の観点、粗研磨工程後の基板上的アルミナ突き刺さり及び仕上げ研磨工程後の基板上的突起欠陥の低減の観点から、90 / 10～10 / 90が好ましく、より好ましくは85 / 15～40 / 60、さらに好ましくは85 / 15～50 / 50、さらにより好ましくは85 / 15～60 / 40、さらにより好ましくは85 / 15～70 / 30、さらにより好ましくは85 / 15～75 / 25である。

【 0 0 6 2 】

〔 シリカ粒子 〕

研磨液組成物 A は、粗研磨工程後の基板上的アルミナ突き刺さりの低減の観点、仕上げ研磨工程後の基板上的突起欠陥を低減する観点から、さらにシリカ粒子を含有することが好ましい。シリカ粒子としては、コロイダルシリカ、ヒュームドシリカ、表面修飾したシリカ等が挙げられる。中でも、粗研磨工程後の基板上的アルミナ突き刺さり及び仕上げ研

10

20

30

40

50

磨工程後の基板上的突起欠陥の低減の観点から、コロイダルシリカが好ましい。

【 0 0 6 3 】

シリカ粒子の平均一次粒子径 (D 5 0) は、粗研磨工程後の基板上的アルミナ突き刺さり及び仕上げ研磨工程後の基板上的突起欠陥の低減、ロールオフ悪化の抑制及び研磨速度の向上の観点から、好ましくは 5 ~ 1 5 0 nm、より好ましくは 1 5 ~ 1 3 0 nm、さらに好ましくは 3 0 ~ 1 2 0 nm、さらにより好ましくは 4 0 ~ 1 0 0 nm、さらにより好ましくは 5 0 ~ 8 0 nm である。なお、該平均一次粒子径は、実施例に記載の方法により求めることができる。

【 0 0 6 4 】

また、シリカ粒子の一次粒子径の標準偏差は、粗研磨工程後の基板上的アルミナ突き刺さり及び仕上げ研磨工程後の基板上的突起欠陥の低減、ロールオフ悪化の抑制及び研磨速度の向上の観点から、好ましくは 8 ~ 8 0 nm、より好ましくは 1 5 ~ 7 0 nm、さらにより好ましくは 3 0 ~ 6 0 nm、さらにより好ましくは 4 0 ~ 5 5 nm である。なお、該標準偏差は、実施例に記載の方法により求めることができる。

10

【 0 0 6 5 】

シリカ粒子の一次粒子径 (D 1 0) は、粗研磨工程後の基板上的アルミナ突き刺さり及び仕上げ研磨工程後の基板上的突起欠陥の低減、ロールオフ悪化の抑制及び研磨速度の向上の観点から、好ましくは 1 ~ 1 3 0 nm、より好ましくは 1 5 ~ 1 0 0 nm、さらに好ましくは 3 0 ~ 9 0 nm、さらにより好ましくは 4 0 ~ 8 0 nm、さらにより好ましくは 5 0 ~ 7 0 nm である。なお、該一次粒子径 (D 1 0) は、実施例に記載の方法により求めることができる。

20

【 0 0 6 6 】

シリカ粒子の一次粒子径 (D 9 0) は、粗研磨工程後の基板上的アルミナ突き刺さり及び仕上げ研磨工程後の基板上的突起欠陥の低減、ロールオフ悪化の抑制及び研磨速度の向上の観点から、好ましくは 3 0 ~ 1 6 0 nm、より好ましくは 4 0 ~ 1 4 0 nm、さらに好ましくは 5 0 ~ 1 2 0 nm、さらにより好ましくは 6 0 ~ 1 0 0 nm、さらにより好ましくは 7 0 ~ 9 0 nm である。なお、該一次粒子径 (D 9 0) は、実施例に記載の方法により求めることができる。

【 0 0 6 7 】

アルミナ粒子とシリカ粒子とを併用する場合、アルミナ粒子とシリカ粒子の重量比 (アルミナ粒子重量 / シリカ粒子重量) は、粗研磨工程後の基板上的アルミナ突き刺さり及び仕上げ研磨工程後の基板上的突起欠陥の低減、研磨速度の向上、ロールオフ悪化の抑制及び基板表面のうねり低減の観点から、好ましくは 1 0 / 9 0 ~ 9 0 / 1 0、より好ましくは 4 0 / 6 0 ~ 8 5 / 1 5、さらにより好ましくは 6 0 / 4 0 ~ 8 5 / 1 5、さらにより好ましくは 7 5 / 2 5 ~ 8 5 / 1 5 である。

30

【 0 0 6 8 】

アルミナ粒子とシリカ粒子を併用する場合、アルミナ粒子の平均二次粒子径とシリカ粒子の平均一次粒子径 (D 5 0) との比 (アルミナ粒子径 / シリカ粒子径) は、粗研磨工程後の基板上的アルミナ突き刺さり及び仕上げ研磨工程後の基板上的突起欠陥の低減、研磨速度の向上、ロールオフ悪化の抑制及び基板表面のうねり低減の観点から、好ましくは 1 ~ 1 0 0、より好ましくは 2 ~ 5 0、さらにより好ましくは 5 ~ 2 0、さらにより好ましくは 5 ~ 1 0 である。

40

【 0 0 6 9 】

研磨液組成物 A に含まれるシリカ粒子の含有量としては、粗研磨工程後の基板上的アルミナ突き刺さり及び仕上げ研磨工程後の基板上的突起欠陥の低減、基板表面のうねり低減、ロールオフ悪化の抑制及び研磨速度の向上の観点から、0 . 1 重量 % 以上が好ましく、0 . 5 重量 % 以上がより好ましく、0 . 8 重量 % 以上がさらに好ましい。また、該含有量は、経済性の観点から、2 0 重量 % 以下が好ましく、1 5 重量 % 以下がより好ましく、1 0 重量 % 以下がさらに好ましく、5 重量 % 以下がさらにより好ましく、2 重量 % 以下がさらにより好ましい。したがって、シリカ粒子の含有量は、粗研磨工程後の基板上的アルミ

50

ナ突き刺さり及び仕上げ研磨工程後の基板上の突起欠陥の低減、基板表面のうねり低減及び研磨速度の向上、並びに経済性の観点から、0.1～20重量%が好ましく、0.5～15重量%がより好ましく、0.5～10重量%がさらに好ましく、0.8～5重量%がさらにより好ましく、0.8～2重量%がさらにより好ましい。

【0070】

〔ジアリルアミン重合体〕

研磨液組成物Aは、粗研磨工程後の基板上のアルミナ突き刺さり及び仕上げ研磨工程後の基板上の突起欠陥の低減の観点、並びに、ロールオフ悪化の抑制の観点から、ジアリルアミン重合体を含有することが好ましい。ジアリルアミン重合体は、研磨液中で正帯電となり、基板表面に吸着して保護膜を形成し、アルミナ突き刺さり及びアルミナ付着を抑制していると考えられる。ここで、「ジアリルアミン重合体」とは、ジアリルアミン類のようなアリル基を2つ有するアミン化合物がモノマーとして導入された構成単位を有する重合体をいう。また、本発明で用いられるジアリルアミン重合体は水溶性である。ここで「水溶性」とは、20の水100gに対する溶解度が2g以上であることをいう。

10

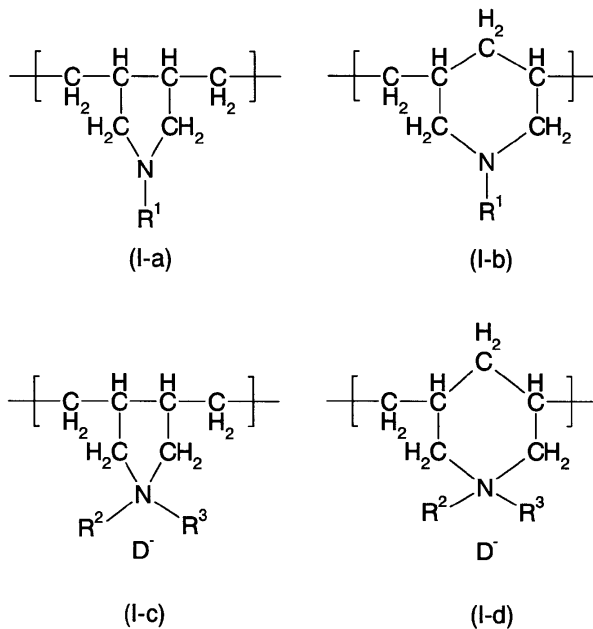
【0071】

前記ジアリルアミン重合体物は、粗研磨工程後の基板上のアルミナ突き刺さりの低減及びロールオフ悪化の抑制の観点、並びに仕上げ研磨工程後の基板上の突起欠陥を低減する観点から、下記一般式(I-a)、(I-b)、(I-c)及び(I-d)で表される構成単位から選択される1種以上の構成単位を有することが好ましい。

【0072】

【化1】

20



30

【0073】

前記一般式(I-a)及び(I-b)において、R¹は水素原子、水酸基を有していてもよい炭素数1～10のアルキル基又は炭素数7～10のアラルキル基を示し、粗研磨工程後の基板上のアルミナ突き刺さり及び仕上げ研磨工程後の基板上の突起欠陥を低減する観点から、水素原子又は水酸基を有していてもよい炭素数1～10のアルキル基が好ましい。ここで、水酸基を有していてもよい炭素数1～10のアルキル基は、直鎖状、分岐状、環状のいずれであってもよく、粗研磨工程後の基板上のアルミナ突き刺さり及び仕上げ研磨工程後の基板上の突起欠陥を低減する観点から、水酸基を有していてもよい炭素数1～4のアルキル基が好ましく、より好ましくは水酸基を有していてもよいメチル基、エチル基、n-プロピル基、イソプロピル基、各種ブチル基、2-ヒドロキシエチル基、2-ヒドロキシプロピル基、3-ヒドロキシプロピル基、さらにより好ましくは水酸基を有してい

50

てもよいメチル基、エチル基であり、さらにより好ましくは水酸基を有していてもよいメチル基である。また、炭素数7～10のアラルキル基としては、粗研磨工程後の基板上的アルミナ突き刺さり及び仕上げ研磨工程後の基板上的突起欠陥を低減する観点から、ベンジル基、フェネチル基などが好ましく挙げられる。これらの中でも、同様の観点から、 R^1 は水素原子、メチル基、エチル基、ベンジル基が好ましく、メチル基、エチル基がより好ましい。ジアリルアミン重合体が、上記一般式(I-a)及び(I-b)の構成単位を有する場合、 R^1 は同一であってもよく異なってもよい。

【0074】

前記一般式(I-a)及び(I-b)で表される構成単位は、酸付加塩の形態であってもよい。酸付加塩としては、例えば塩酸塩、臭化水素酸塩、酢酸塩、硫酸塩、硝酸塩、亜硫酸塩、リン酸塩、アミド硫酸塩、メタンスルホン酸塩などが挙げられる。これらの中でも、塩酸塩、臭化水素酸塩、酢酸塩が好ましい。

10

【0075】

前記一般式(I-c)及び(I-d)において、 R^2 は、水酸基を有していてもよい炭素数1～10のアルキル基又は炭素数7～10のアラルキル基を示す。水酸基を有していてもよい炭素数1～10のアルキル基又は炭素数7～10のアラルキル基の好ましい形態は、前記 R^1 で説明したとおりである。

【0076】

また、前記一般式(I-c)及び(I-d)において、 R^3 は、炭素数1～4のアルキル基又は炭素数7～10のアラルキル基を示し、 D^- は、 $-$ 価の陰イオンを示す。

20

【0077】

前記炭素数1～4のアルキル基は直鎖状、分岐状のいずれであってもよく、例えばメチル基、エチル基、プロピル基、イソプロピル基、各種ブチル基が挙げられ、中でも粗研磨工程後の基板上的アルミナ突き刺さり及び仕上げ研磨工程後の基板上的突起欠陥を低減する観点から、メチル基、エチル基が好ましい。前記炭素数7～10のアラルキル基としては、粗研磨工程後の基板上的アルミナ突き刺さり低減の観点から、ベンジル基、フェネチル基などが好ましく挙げられる。これらの中でも R^3 は、メチル基が好ましい。 D^- で表される $-$ 価の陰イオンとしては、例えば八口ゲンイオン、メチルサルフェートイオン、エチルサルフェートイオンを挙げることができる。

【0078】

一般式(I-c)及び(I-d)において、 $>N^+R^2R^3 \cdot D^-$ で表される部分構造(第四級アンモニウム塩構造単位の部分構造)の具体例としては、 N 、 N -ジメチルアンモニウムクロリド、 N 、 N -ジエチルアンモニウムクロリド、 N 、 N -ジプロピルアンモニウムクロリド、 N 、 N -ジブチルアンモニウムクロリド、 N -メチル- N -ベンジルアンモニウムクロリド、 N -エチル- N -ベンジルアンモニウムクロリド、 N -メチル- N -エチルアンモニウムクロリド及びこれらのクロリド類に対応するブロミド類、ヨージド類、メチルサルフェート類、エチルサルフェート類などを挙げることができる。中でも、粗研磨工程後の基板上的アルミナ突き刺さり及び仕上げ研磨工程後の基板上的突起欠陥を低減する観点から、 N 、 N -ジメチルアンモニウムクロリド、 N 、 N -ジエチルアンモニウムクロリド、 N 、 N -ジエチルアンモニウムエチルサルフェート、 N -メチル- N -エチルアンモニウムエチルサルフェートが好ましく、 N 、 N -ジメチルアンモニウムクロリドがより好ましい。

30

40

【0079】

前記一般式(I-a)、(I-b)、(I-c)及び(I-d)で表される構成単位のうち、粗研磨工程後の基板上的アルミナ突き刺さり及び仕上げ研磨工程後の基板上的突起欠陥を低減する観点から、前記一般式(I-c)及び(I-d)で表される構成単位から選ばれる一種以上を有することが好ましく、前記一般式(I-c)で表される構成単位を有することがより好ましい。

【0080】

前記ジアリルアミン重合体の全構成単位中における前記一般式(I-a)、(I-b)

50

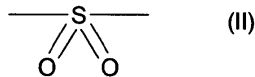
、(I - c)及び(I - d)で表される構成単位の合計含有量は、粗研磨工程後の基板上的アルミナ突き刺さり及び仕上げ研磨工程後の基板上的突起欠陥を低減する観点、研磨速度の向上の観点から、30～100モル%が好ましく、より好ましくは35～90モル%、さらに好ましくは40～80モル%、さらにより好ましくは40～60モル%である。

【0081】

前記ジアリルアミン重合体は、粗研磨工程後の基板上的アルミナ突き刺さり及び仕上げ研磨工程後の基板上的突起欠陥を低減する観点から、さらに下記一般式(II)で表される構成単位を有することが好ましい。

【0082】

【化2】



10

【0083】

前記ジアリルアミン重合体の全構成単位中における前記一般式(II)で表される構成単位の含有量は、粗研磨工程後の基板上的アルミナ突き刺さり及び仕上げ研磨工程後の基板上的突起欠陥を低減する観点、並びに、研磨速度の向上の観点から、10～60モル%が好ましく、より好ましくは20～60モル%、さらに好ましくは30～60モル%、さらにより好ましくは40～60モル%である。

【0084】

前記ジアリルアミン重合体の全構成単位中における、一般式(I - a)～(I - d)の構成単位と、一般式(II)の構成単位とのモル比(一般式(I - a)～(I - d)/一般式(II))は、粗研磨工程後の基板上的アルミナ突き刺さり及び仕上げ研磨工程後の基板上的突起欠陥を低減する観点、研磨速度の向上の観点から、100/0～30/70が好ましく、より好ましくは90/10～30/70、さらに好ましくは80/20～40/60、さらにより好ましくは70/30～40/60、さらにより好ましくは60/40～40/60である。

20

【0085】

前記ジアリルアミン重合体の全構成単位中における、前記一般式(I - a)～(I - d)及び一般式(II)の構成単位の合計含有量は、粗研磨工程後の基板上的アルミナ突き刺さり及び仕上げ研磨工程後の基板上的突起欠陥を低減する観点から、好ましくは50モル%以上、より好ましくは60モル%以上、さらに好ましくは70モル%以上、さらにより好ましくは80モル%以上、さらにより好ましくは90モル%以上、さらにより好ましくは95モル%以上、さらにより好ましくは97モル%以上、さらにより好ましくは100モル%である。

30

【0086】

前記ジアリルアミン重合体は、前記一般式(I - a)～(I - d)及び一般式(II)以外の構成単位を有していてもよい。その他の構成単位としては、エチレン性不飽和スルホン酸化合物由来の構成単位や、エチレン性不飽和カルボン酸化合物由来の構成単位、アクリルアミド化合物由来の構成単位が挙げられる。

40

【0087】

前記エチレン性不飽和スルホン酸化合物としては、粗研磨工程後の基板上的アルミナ突き刺さり及び仕上げ研磨工程後の基板上的突起欠陥を低減する観点及び研磨速度の向上の観点から、スチレンスルホン酸、2 - アクリルアミド - 2 - メチルプロパンスルホン酸、及びそれらのナトリウム塩が好ましい。

【0088】

前記エチレン性不飽和カルボン酸化合物としては、粗研磨工程後の基板上的アルミナ突き刺さり及び仕上げ研磨工程後の基板上的突起欠陥を低減する観点及び研磨速度の向上の観点から、2 - プロペン酸、3 - ブテン酸、3 - ブテン2酸、4 - ペンテン酸、5 - ヘキセン酸及びその塩が好ましい。

50

【 0 0 8 9 】

前記アクリルアミド化合物の構成としては、粗研磨工程後の基板上的アルミナ突き刺さり及び仕上げ研磨工程後の基板上的突起欠陥を低減する観点及び研磨速度の向上の観点から、アクリルアミド、N - メチルアクリルアミドが好ましい。

【 0 0 9 0 】

前記ジアリルアミン重合体の具体例としては、粗研磨工程後の基板上的アルミナ突き刺さり及び仕上げ研磨工程後の基板上的突起欠陥の低減、並びに研磨速度の向上の観点から、ジアリルジメチルアンモニウム塩 - 二酸化硫黄、ジアリルジエチルアンモニウム塩 - 二酸化硫黄の共重合体が好ましい。

【 0 0 9 1 】

前記ジアリルアミン重合体の全構成単位中における、一般式 (I - a) ~ (I - d) の構成単位及び一般式 (II) の構成単位以外の構成単位の含有量は、粗研磨工程後の基板上的アルミナ突き刺さり及び仕上げ研磨工程後の基板上的突起欠陥を低減する観点、研磨速度の向上の観点から、0 ~ 30 モル% が好ましく、0 ~ 20 モル% がより好ましく、0 ~ 10 モル% がさらに好ましく、0 ~ 5 モル% がさらにより好ましく、実質的に含有しないことがさらにより好ましい。

【 0 0 9 2 】

〔前記ジアリルアミン重合体の製造方法〕

前記水溶性ジアリルアミン重合体は、極性溶媒中において、ラジカル開始剤の存在下、ジアリルアミン類の酸付加塩及び/又は第四級アンモニウム塩と、必要に応じて二酸化硫黄及びその他の構成単位を導入するための前記化合物とを重合させることにより製造することができる。

【 0 0 9 3 】

前記極性溶媒としては、例えば水、無機酸 (塩酸、硫酸、リン酸、ポリリン酸など) 又はその水溶液、無機酸の金属塩 (塩化亜鉛、塩化カルシウム、塩化マグネシウムなど) の水溶液、有機酸 (ギ酸、酢酸、プロピオン酸、乳酸など) 又はその水溶液、あるいは極性有機溶媒 (アルコール、ジメチルスルホキシド、ジメチルホルムアミドなど) 等を挙げることができるが、これらの混合物でもよい。また、これらの中で水系溶媒が好ましい。

【 0 0 9 4 】

前記ラジカル開始剤としては、例えば分子中にアゾ基を有する水溶性ラジカル開始剤や過硫酸塩系ラジカル開始剤を好ましく用いることができ、過硫酸塩系ラジカル開始剤がより好ましい。

【 0 0 9 5 】

前記ジアリルアミン類の酸付加塩としては、ジアリルアミン、N - メチルジアリルアミン、N - エチルジアリルアミン、N - プロピルジアリルアミン、N - ブチルジアリルアミン、N - 2 - ヒドロキシエチルジアリルアミン、N - 2 - ヒドロキシプロピルジアリルアミン、N - 3 - ヒドロキシプロピルジアリルアミンなどの塩酸塩、臭化水素酸塩、硫酸塩、硝酸塩、亜硫酸塩、リン酸塩、アミド硫酸塩、メタンスルホン酸塩が挙げられる。前記ジアリルアミン類の第四級アンモニウム塩としては、塩化ジアリルジメチルアンモニウム、臭化ジアリルジメチルアンモニウム、沃化ジアリルジメチルアンモニウム、メチル硫酸ジアリルジメチルアンモニウム、エチル硫酸ジアリルジメチルアンモニウム、塩化ジアリルジエチルアンモニウム、臭化ジアリルジエチルアンモニウム、沃化ジアリルジエチルアンモニウム、メチル硫酸ジアリルジエチルアンモニウム、エチル硫酸ジアリルジエチルアンモニウム、塩化ジアリルメチルベンジルアンモニウム、臭化ジアリルメチルベンジルアンモニウム、沃化ジアリルメチルベンジルアンモニウム、メチル硫酸ジアリルメチルベンジルアンモニウム、エチル硫酸ジアリルメチルベンジルアンモニウム、塩化ジアリルエチルベンジルアンモニウム、臭化ジアリルエチルベンジルアンモニウム、沃化ジアリルエチルベンジルアンモニウム、メチル硫酸ジアリルエチルベンジルアンモニウム、エチル硫酸ジアリルエチルベンジルアンモニウムなどが挙げられる。これらの中でも、粗研磨工程後の基板上的アルミナ突き刺さり及び仕上げ研磨工程後の基板上的突起欠陥を低減する観点

10

20

30

40

50

及び研磨速度向上の観点から、ジアリルアミン、塩化ジアリルジメチルアンモニウム、メチル硫酸ジアリルジメチルアンモニウム、塩化ジアリルジエチルアンモニウム、塩化ジアリルメチルベンジルアンモニウムが好ましく、塩化ジアリルジメチルアンモニウムがより好ましい。

【0096】

ジアリルアミン重合体の重量平均分子量は、研磨速度の向上の観点、粗研磨工程後の基板上のアルミナ突き刺さりの低減及びロールオフ悪化の抑制の観点、並びに仕上げ研磨工程後の基板上の突起欠陥を低減する観点から、500～150000が好ましく、より好ましくは1000～50000、さらに好ましくは2000～15000、さらにより好ましくは3000～8000である。なお、該重量平均分子量は、実施例に記載の条件により求めることができる。

10

【0097】

研磨液組成物Aに含まれるジアリルアミン重合体の含有量は、研磨速度の向上、及び、粗研磨工程後の基板上のアルミナ突き刺さり及び仕上げ研磨工程後の基板上の突起欠陥を低減する観点から、0.001～1.0重量%が好ましく、より好ましくは0.005～0.5重量%、さらに好ましくは0.008～0.3重量%、さらにより好ましくは0.01～0.05重量%である。

【0098】

研磨液組成物A中におけるジアリルアミン重合体とアルミナ粒子の含有量比(ジアリルアミン重合体の含有量/アルミナ含有量)は研磨速度の向上の観点、粗研磨工程後の基板上のアルミナ突き刺さりの低減及びロールオフ悪化の抑制の観点、並びに仕上げ研磨工程後の基板上の突起欠陥を低減する観点から、0.0005～0.1が好ましく、より好ましくは0.001～0.05、さらに好ましくは0.001～0.02、さらにより好ましくは0.002～0.01である。

20

【0099】

[酸]

研磨液組成物Aは、研磨速度の向上の観点、粗研磨工程後の基板上のアルミナ突き刺さりの低減及びロールオフ悪化の抑制の観点から、酸を含有することが好ましい。研磨液組成物Aにおける酸の使用は、酸及び又はその塩の使用を含む。使用される酸としては、硝酸、硫酸、亜硫酸、過硫酸、塩酸、過塩素酸、リン酸、ホスホン酸、ホスフィン酸、ピロリン酸、トリポリリン酸、アミド硫酸等の無機酸、2-アミノエチルホスホン酸、1-ヒドロキシエチリデン-1,1-ジホスホン酸、アミノトリ(メチレンホスホン酸)、エチレンジアミンテトラ(メチレンホスホン酸)、ジエチレントリアミンペンタ(メチレンホスホン酸)、エタン-1,1,2-ジホスホン酸、エタン-1,1,2-トリホスホン酸、エタン-1-ヒドロキシ-1,1-ジホスホン酸、エタン-1-ヒドロキシ-1,1,2-トリホスホン酸、エタン-1,2-ジカルボキシ-1,2-ジホスホン酸、メタンヒドロキシホスホン酸、2-ホスホノブタン-1,2-ジカルボン酸、1-ホスホノブタン-2,3,4-トリカルボン酸、-メチルホスホノコハク酸等の有機ホスホン酸、グルタミン酸、ピコリン酸、アスパラギン酸等のアミノカルボン酸、クエン酸、酒石酸、シュウ酸、ニトロ酢酸、マレイン酸、オキサロ酢酸等のカルボン酸等が挙げられる。中でも、研磨速度の向上の観点、粗研磨工程後の基板上のアルミナ突き刺さりの低減及びロールオフ悪化の抑制の観点から、リン酸、硫酸、クエン酸、酒石酸、マレイン酸、1-ヒドロキシエチリデン-1,1-ジホスホン酸、アミノトリ(メチレンホスホン酸)、エチレンジアミンテトラ(メチレンホスホン酸)、ジエチレントリアミンペンタ(メチレンホスホン酸)及びそれらの塩がより好ましい。

30

40

【0100】

これらの酸及びその塩は単独で又は2種以上を混合して用いてもよいが、研磨速度の向上の観点、粗研磨工程後の基板上のアルミナ突き刺さりの低減及びロールオフ悪化の抑制の観点、並びに仕上げ研磨工程後の基板上の突起欠陥を低減する観点から、2種以上を混合して用いることが好ましく、リン酸、硫酸、クエン酸、酒石酸及び1-ヒドロキシエチ

50

リデン - 1, 1 - ジホスホン酸からなる群から選択される 2 種以上の酸を混合して用いることがさらに好ましい。

【0101】

これらの酸の塩を用いる場合は、特に限定はなく、具体的には、金属、アンモニウム、アルキルアンモニウム等が挙げられる。上記金属の具体例としては、周期律表（長周期型）1 A、1 B、2 A、2 B、3 A、3 B、4 A、6 A、7 A 又は 8 族に属する金属が挙げられる。これらの中でも、研磨速度及びロールオフ特性の向上の観点から 1 A 族に属する金属又はアンモニウムとの塩が好ましい。

【0102】

研磨液組成物 A 中における前記酸の含有量は、研磨速度の向上、粗研磨工程後の基板上のアルミナ突き刺さりの低減及びロールオフ悪化の抑制の観点から、0.001 ~ 5 重量% が好ましく、より好ましくは 0.01 ~ 4 重量%、さらに好ましくは 0.05 ~ 3 重量%、さらにより好ましくは 0.1 ~ 2 重量%、さらにより好ましくは 0.1 ~ 1 重量% である。

10

【0103】

[酸化剤]

前記研磨液組成物 A は、研磨速度の向上の観点、粗研磨工程後の基板上のアルミナ突き刺さりの低減及びロールオフ悪化の抑制の観点、並びに仕上げ研磨工程後の基板上の突起欠陥を低減する観点から、酸化剤を含有することが好ましい。酸化剤としては、研磨速度及び粗研磨工程後の基板上のアルミナ突き刺さり低減の観点から、過氧化物、過マンガン酸又はその塩、クロム酸又はその塩、ペルオキソ酸又はその塩、酸素酸又はその塩、金属塩類等が挙げられる。これらの中でも、過酸化水素、硝酸鉄(III)、過酢酸、ペルオキソ二硫酸アンモニウム、硫酸鉄(III)及び硫酸アンモニウム鉄(III)等が好ましく、研磨速度向上の観点、表面に金属イオンが付着せず汎用で使用され安価であるという観点から、過酸化水素がより好ましい。これらの酸化剤は、単独で又は 2 種以上を混合して使用してもよい。

20

【0104】

研磨液組成物 A 中における前記酸化剤の含有量は、研磨速度向上の観点及び粗研磨工程後の基板上のアルミナ突き刺さりの低減の観点から、好ましくは 0.01 重量% 以上、より好ましくは 0.05 重量% 以上、さらに好ましくは 0.1 重量% 以上であり、研磨速度の向上の観点、粗研磨工程後の基板上のアルミナ突き刺さりの低減及びロールオフ悪化の抑制の観点、並びに仕上げ研磨工程後の基板上の突起欠陥を低減する観点から、好ましくは 4 重量% 以下、より好ましくは 2 重量% 以下、さらに好ましくは 1.5 重量% 以下、さらにより好ましくは 1 重量% 以下である。従って、表面品質を保ちつつ研磨速度を向上させるためには、上記含有量は、好ましくは 0.01 ~ 4 重量%、より好ましくは 0.05 ~ 2 重量%、さらに好ましくは 0.1 ~ 1.5 重量%、さらにより好ましくは 0.1 ~ 1 重量% である。

30

【0105】

[水]

研磨液組成物 A は、媒体として水を含有する。水としては、蒸留水、イオン交換水、純水及び超純水等が使用され得る。研磨液組成物 A 中の水の含有量は、研磨液組成物の取扱いが容易になるため、55 ~ 99 重量% が好ましく、より好ましくは 70 ~ 98 重量%、さらに好ましくは 80 ~ 97 重量%、さらにより好ましくは 85 ~ 97 重量% である。

40

【0106】

[その他の成分]

研磨液組成物 A には、必要に応じて他の成分を配合することができる。他の成分としては、増粘剤、分散剤、防錆剤、塩基性物質、界面活性剤、高分子化合物等が挙げられる。研磨液組成物 A 中のこれら他の任意成分の含有量は、本発明の効果を損なわない範囲で配合されることが好ましく、0 ~ 10 重量% が好ましく、0 ~ 5 重量% がより好ましい。

【0107】

50

〔研磨液組成物 A の pH〕

前記研磨液組成物 A の pH は、研磨速度を向上する観点並びに粗研磨工程後の基板上的アルミナ突き刺さり及び仕上げ研磨工程後の基板上的突起欠陥を低減する観点から、前述の酸や公知の pH 調整剤を用いて、pH 1.0 ~ 6.0 に調整することが好ましく、より好ましくは pH 1.0 ~ 4.0、さらに好ましくは pH 1.0 ~ 3.0、さらにより好ましくは pH 1.0 ~ 2.0 である。なお、上記の pH は、25 における研磨液組成物の pH であり、pH メータを用いて測定でき、電極の浸漬後 40 分後の数値である。

【0108】

〔研磨液組成物 A の調製方法〕

研磨液組成物 A は、例えば、アルミナ粒子及び水と、さらに所望により、シリカ粒子、ジアルルアミン重合体、酸化剤、酸及び他の成分とを公知の方法で混合することにより調製できる。シリカ粒子を混合する場合、濃縮されたスラリーの状態でもよいし、水等で希釈してから混合されてもよい。その他の態様として、研磨液組成物 A を濃縮物として調製してもよい。前記混合は、特に制限されず、ホモミキサー、ホモジナイザー、超音波分散機及び湿式ボールミル等の攪拌機等を用いて行うことができる。

【0109】

〔研磨液組成物 B〕

工程(3)で使用される研磨液組成物 B は、粗研磨工程後の基板上的アルミナ突き刺さりの低減及びロールオフ悪化の抑制の観点、並びに仕上げ研磨工程後の基板上的突起欠陥を低減する観点から、シリカ粒子及びアニオン性重合体を含有する。使用されるシリカ粒子は、研磨液組成物 A で使用されるシリカ粒子と同様であり、好ましくはコロイダルシリカである。

【0110】

〔アニオン性重合体〕

研磨液組成物 B に用いられるアニオン性重合体は、本明細書においては、アニオン性基を有する重合体のことをいう。アニオン性重合体は、研磨時に研磨パッドに吸着して、研磨パッド表面に水和層を形成し、研磨パッドの振動を抑制するとともに、さらにアルミナ粒子の分散性を向上させて、アルミナの突き刺さりとロールオフの発生を抑制すると考えられる。なお、該アニオン性重合体は水溶性である。ここで「水溶性」とは、20 の水 100 g に対する溶解度が 2 g 以上であることをいう。

【0111】

アニオン性重合体のアニオン性基としては、カルボン酸基、スルホン酸基、硫酸エステル基、リン酸エステル基、ホスホン酸基等が挙げられる。これらのアニオン性基は塩の形態であってもよい。アニオン性重合体は、粗研磨工程後の基板上的アルミナ突き刺さり及び仕上げ研磨工程後の基板上的突起欠陥を低減する観点から、スルホン酸基及びカルボン酸基の少なくとも一方を有するアニオン性重合体が好ましく、スルホン酸基を有するアニオン性重合体がより好ましい。

【0112】

アニオン性基が塩を形成する場合、特に限定はなく、具体的には、金属、アンモニウム、アルキルアンモニウム等との塩が挙げられる。金属の具体例としては、周期律表(長周期型)1A、1B、2A、2B、3A、3B、4A、6A、7A又は8族に属する金属が挙げられる。アルキルアンモニウムの具体例としては、テトラメチルアンモニウム、テトラエチルアンモニウム、テトラブチルアンモニウム等が挙げられる。これらの中でも、粗研磨工程後の基板上的アルミナ突き刺さり及び仕上げ研磨工程後の基板上的突起欠陥を低減する観点から、1A、3B、又は8族に属する金属やアンモニウムが好ましく、1A族に属する金属、アンモニウムがより好ましく、アンモニウム、ナトリウム及びカリウムがさらに好ましい。

【0113】

アニオン性重合体は、例えば、スルホン酸基を有する単量体、カルボン酸基を有する単量体等のアニオン性基を有する単量体を重合することにより得られうる。これら単量体の

10

20

30

40

50

重合は、ランダム、ブロック、又はグラフトのいずれでもよいが、ランダムが好ましい。

【0114】

スルホン酸基を有する単量体の具体例としては、イソプレンスルホン酸、2-(メタ)アクリルアミド-2-メチルプロパンスルホン酸、スチレンスルホン酸、メタリルスルホン酸、ビニルスルホン酸、アリルスルホン酸、イソアミレンスルホン酸、ナフタレンスルホン酸等が挙げられる。カルボン酸基を有する単量体としては、例えば、イタコン酸、(メタ)アクリル酸、マレイン酸等が挙げられる。リン酸エステル基又はホスホン酸基を有する単量体としては、例えば、ビニルホスホン酸、メタクロイルオキシメチルリン酸、メタクロリルオキシエチルリン酸、メタクロイルオキシブチルリン酸、メタクロリルオキシヘキシルリン酸、メタクロリルオキシオクチルリン酸、メタクロリルオキシデシルリン酸、メタクロリルオキシラウリルリン酸、メタロイルオキシステアリルリン酸、メタクロイルオキシ1,4-ジメチルシクロヘキシルリン酸が挙げられる。

10

【0115】

また、アニオン性重合体には、上記以外の単量体を用いることもできる。他の単量体としては、例えば、スチレン、*p*-メチルスチレン、ビニルトルエン、*p*-メチルスチレン等の芳香族ビニル化合物、(メタ)アクリル酸メチル、(メタ)アクリル酸エチル、(メタ)アクリル酸オクチル等の(メタ)アクリル酸アルキルエステル類、ブタジエン、イソプレン、2-クロル-1,3-ブタジエン、1-クロル-1,3-ブタジエン等の脂肪族共役ジエン、(メタ)アクリロニトリル等のシアン化ビニル化合物が挙げられる。

【0116】

アニオン性重合体の好ましい具体例としては、粗研磨工程後の基板上のアルミナ突き刺さりの低減及びロールオフ悪化の抑制の観点、並びに仕上げ研磨工程後の基板上の突起欠陥を低減する観点から、ポリアクリル酸、(メタ)アクリル酸/イソプレンスルホン酸共重合体、(メタ)アクリル酸/2-(メタ)アクリルアミド-2-メチルプロパンスルホン酸共重合体、(メタ)アクリル酸/イソプレンスルホン酸/2-(メタ)アクリルアミド-2-メチルプロパンスルホン酸共重合体、(メタ)アクリル酸/マレイン酸共重合体、ナフタレンスルホン酸ホルムアルデヒド縮合物、メチルナフタレンスルホン酸ホルムアルデヒド縮合物、アントラセンスルホン酸ホルムアルデヒド縮合物、メラミンスルホン酸ホルムアルデヒド縮合物、リグニンスルホン酸、変成リグニンスルホン酸、アミノアリールスルホン酸-フェノール-ホルムアルデヒド縮合物、スチレン/イソプレンスルホン酸共重合体、ポリスチレンスルホン酸、スチレン/スチレンスルホン酸共重合体、マレイン酸/スチレンスルホン酸共重合体、(メタ)アクリル酸アルキルエステル/スチレンスルホン酸共重合体が挙げられるが、同様の観点から、ポリアクリル酸、(メタ)アクリル酸/2-(メタ)アクリルアミド-2-メチルプロパンスルホン酸共重合体、(メタ)アクリル酸/マレイン酸共重合体、ナフタレンスルホン酸ホルムアルデヒド縮合物、スチレン/イソプレンスルホン酸共重合体、ポリスチレンスルホン酸、マレイン酸/スチレンスルホン酸共重合体、及びスチレン/スチレンスルホン酸共重合体から選ばれる1種以上が好ましく、(メタ)アクリル酸/2-(メタ)アクリルアミド-2-メチルプロパンスルホン酸共重合体、及びスチレン/スチレンスルホン酸共重合体から選ばれる1種以上がより好ましい。また、粗研磨工程後の基板上のアルミナ突き刺さりの低減の観点からは、(メタ)アクリル酸/2-(メタ)アクリルアミド-2-メチルプロパンスルホン酸共重合体、スチレン/スチレンスルホン酸共重合体及び(メタ)アクリル酸/マレイン酸共重合体から選ばれる1種以上が好ましく、仕上げ研磨工程後の基板上の突起欠陥を低減する観点からは、スチレン/スチレンスルホン酸共重合体、マレイン酸/スチレンスルホン酸共重合体、ナフタレンスルホン酸ホルムアルデヒド縮合物、(メタ)アクリル酸/マレイン酸共重合体及びポリスチレンスルホン酸、から選ばれる1種以上が好ましい。

20

30

40

【0117】

アニオン性重合体が(メタ)アクリル酸/2-(メタ)アクリルアミド-2-メチルプロパンスルホン酸共重合体である場合、共重合体を構成する全構成単位中に占める2-(メタ)アクリルアミド-2-メチルプロパンスルホン酸由来の構成単位の含有率は、粗研

50

磨工程後の基板上的アルミナ突き刺さりの低減及びロールオフ悪化の抑制の観点、並びに仕上げ研磨工程後の基板上的突起欠陥を低減する観点から、5～98モル%が好ましく、より好ましくは20～95モル%、さらに好ましくは40～95モル%、さらにより好ましくは50～95モル%である。また、(メタ)アクリル酸と2-(メタ)アクリルアミド-2-メチルプロパンスルホン酸との重合モル比((メタ)アクリル酸/2-(メタ)アクリルアミド-2-メチルプロパンスルホン酸)は、同様の観点から、95/5～2/98が好ましく、より好ましくは90/10～5/95、さらに好ましくは80/20～5/95、さらにより好ましくは60/40～5/95、さらにより好ましくは50/50～5/95である。

【0118】

また、アニオン性重合体が、スチレン/スチレンスルホン酸共重合体である場合、共重合体を構成する全構成単位中に占めるスチレンスルホン酸由来の構成単位の含有率は、粗研磨工程後の基板上的アルミナ突き刺さりの低減及びロールオフ悪化の抑制の観点、並びに仕上げ研磨工程後の基板上的突起欠陥を低減する観点から、20～95モル%が好ましく、より好ましくは30～85モル%、さらに好ましくは40～80モル%、さらにより好ましくは50～70モル%である。また、スチレンとスチレンスルホン酸との重合モル比(スチレン/スチレンスルホン酸)は、同様の観点から、80/20～5/95が好ましく、より好ましくは70/30～15/85、さらに好ましくは60/40～20/80、さらにより好ましくは50/50～40/60である。

【0119】

アニオン性重合体の重量平均分子量は、粗研磨工程後の基板上的アルミナ突き刺さりの低減及びロールオフ悪化の抑制の観点、並びに仕上げ研磨工程後の基板上的突起欠陥を低減する観点から、500～10万であることが好ましく、より好ましくは1000～5万、さらに好ましくは2000～3万、さらにより好ましくは5000～2万。該重量平均分子量は、ゲルパーミエーションクロマトグラフィー(GPC)を用いて実施例に記載の方法により求めることができる。

【0120】

研磨液組成物B中におけるアニオン性重合体の含有量は、粗研磨工程後の基板上的アルミナ突き刺さりの低減及びロールオフ悪化の抑制の観点、並びに仕上げ研磨工程後の基板上的突起欠陥を低減する観点から、0.001～1重量%が好ましく、より好ましくは0.003～0.5重量%、さらに好ましくは0.005～0.1重量%、さらにより好ましくは0.008～0.03重量%である。

【0121】

また、研磨液組成物Bにおける、シリカ粒子とアニオン性重合体との含有量比[シリカ粒子含有量(重量%)/アニオン性重合体含有量(重量%)]は粗研磨工程後の基板上的アルミナ突き刺さりの低減及びロールオフ悪化の抑制の観点、並びに仕上げ研磨工程後の基板上的突起欠陥を低減する観点から、0.1～30000が好ましく、より好ましくは0.5～10000、さらにより好ましくは5～5000、さらにより好ましくは50～5000である。

【0122】

研磨液組成物Bに用いられるシリカ粒子の平均一次粒子径(D50)は、基板表面のうねり悪化抑制の観点、粗研磨工程後の基板上的アルミナ突き刺さりの低減及びロールオフ悪化の抑制の観点、並びに仕上げ研磨工程後の基板上的突起欠陥を低減する観点から、好ましくは5～120nmであり、より好ましくは15～90nm、さらにより好ましくは20～70nm、さらにより好ましくは25～60nm、さらにより好ましくは30～50nmである。シリカ粒子の平均一次粒子径(D50)が前記範囲内であると、研磨切削時の摩擦力が上昇して、効果的にアルミナ突き刺さりが低減されると考えられる。なお、該平均一次粒子径は、実施例に記載の方法により求めることができる。

【0123】

また、研磨液組成物Bに用いられるシリカ粒子の一次粒子径の標準偏差は、粗研磨工程

10

20

30

40

50

後の基板上的アルミナ突き刺さりの低減及びロールオフ悪化の抑制の観点、並びに仕上げ研磨工程後の基板上的突起欠陥を低減する観点から、好ましくは8～80nm、より好ましくは10～65nm、さらに好ましくは15～55nm、さらに好ましくは20～40nmである。一次粒子径の標準偏差が前記範囲内であると、研磨切削時の摩擦力がさらに向上して、工程(1)で突き刺さったアルミナ粒子の効率的な引き抜きが起こり、アルミナ突き刺さりが低減されると考えられる。なお、該標準偏差は実施例に記載の方法により求めることができる。

【0124】

研磨液組成物Bに用いられるシリカ粒子の一次粒子径(D10)は、粗研磨工程後の基板上的アルミナ突き刺さりの低減及びロールオフ悪化の抑制の観点、並びに仕上げ研磨工程後の基板上的突起欠陥を低減する観点から、好ましくは1～50nm、より好ましくは5～30nm、さらに好ましくは8～25nm、さらにより好ましくは10～20nmである。なお、該一次粒子径(D10)は、実施例に記載の方法により求めることができる。

10

【0125】

研磨液組成物Bに用いられるシリカ粒子の一次粒子径(D90)は、粗研磨工程後の基板上的アルミナ突き刺さりの低減及びロールオフ悪化の抑制の観点、並びに仕上げ研磨工程後の基板上的突起欠陥を低減する観点から、好ましくは20～120nm、より好ましくは30～100nm、さらに好ましくは40～80nm、さらにより好ましくは45～65nmである。なお、該一次粒子径(D90)は、実施例に記載の方法により求めることができる。

20

【0126】

研磨液組成物Bに含まれるシリカ粒子の含有量は、基板表面のうねり低減の観点、粗研磨工程後の基板上的アルミナ突き刺さりの低減及びロールオフ悪化の抑制の観点、並びに仕上げ研磨工程後の基板上的突起欠陥を低減する観点から、0.3重量%以上が好ましく、より好ましくは0.5重量%以上、さらに好ましくは1重量%以上、さらにより好ましくは2重量%以上である。また、該含有量は、経済性の観点から、20重量%以下が好ましく、より好ましくは15重量%以下、さらに好ましくは10重量%以下、さらにより好ましくは6重量%以下である。したがって、シリカ粒子の含有量は、粗研磨工程後の基板上的アルミナ突き刺さりの低減及びロールオフ悪化の抑制の観点、仕上げ研磨工程後の基板上的突起欠陥を低減する観点、基板表面のうねり低減、並びに経済性の観点から、0.3～20重量%が好ましく、より好ましくは0.5～15重量%、さらにより好ましくは1～10重量%、さらにより好ましくは2～6重量%である。

30

【0127】

また、研磨液組成物Bに含まれる研磨材全体に占めるシリカ粒子の含有量は、粗研磨工程後の基板上的アルミナ突き刺さりの低減及びロールオフ悪化の抑制の観点、並びに仕上げ研磨工程後の基板上的突起欠陥を低減する観点から、60重量%以上が好ましく、より好ましくは80重量%以上、さらに好ましくは90重量%以上、さらにより好ましくは100重量%である。なお、研磨液組成物Bに含まれる研磨材全体に占めるアルミナ粒子の含有量は、同様の観点から、40重量%以下が好ましく、より好ましくは20重量%以下、さらにより好ましくは10重量%以下、さらにより好ましくは5重量%以下、さらにより好ましくは実質的にアルミナ粒子を含有しない。

40

【0128】

[複素環芳香族化合物]

研磨液組成物Bは、粗研磨工程後の基板上的アルミナ突き刺さり及び仕上げ研磨工程後の基板上的突起欠陥を低減する観点から、複素環芳香族化合物を含有することが好ましい。複素環芳香族化合物は、正電荷を有するため、基板表面に吸着して保護膜を形成し、アルミナの再付着を防止すると考えられる。好ましい複素環芳香族化合物としては、ピリミジン、ピラジン、ピリダジン、ピリジン、1,2,3-トリアジン、1,2,4-トリアジン、1,2,5-トリアジン、1,3,5-トリアジン、1,2,4-オキサジアゾー

50

ル、1, 2, 5 - オキサジアゾール、1, 3, 4 - オキサジアゾール、1, 2, 5 - チアジアゾール、1, 3, 4 - チアジアゾール、3 - アミノピラゾール、4 - アミノピラゾール、3, 5 - ジメチルピラゾール、ピラゾール、2 - アミノイミダゾール、4 - アミノイミダゾール、5 - アミノイミダゾール、2 - メチルイミダゾール、2 - エチルイミダゾール、イミダゾール、ベンゾイミダゾール、1, 2, 3 - トリアゾール、4 - アミノ - 1, 2, 3 - トリアゾール、5 - アミノ - 1, 2, 3 - トリアゾール、1, 2, 4 - トリアゾール、3 - アミノ - 1, 2, 4 - トリアゾール、5 - アミノ - 1, 2, 4 - トリアゾール、3 - メルカプト - 1, 2, 4 - トリアゾール、1H - テトラゾール、5 - アミノテトラゾール、1H - ベンゾトリアゾール、1H - トリルトリアゾール、2 - アミノベンゾトリアゾール、3 - アミノベンゾトリアゾール、又はこれらのアルキル置換体若しくはアミン置換体が挙げられる。前記アルキル置換体のアルキル基としては例えば、炭素数1~4の低級アルキル基が挙げられ、より具体的にはメチル基、エチル基が挙げられる。また、前記アミン置換体としては1 - [N, N - ビス(ヒドロキシエチレン)アミノメチル]ベンゾトリアゾール、1 - [N, N - ビス(ヒドロキシエチレン)アミノメチル]トリルトリアゾールが挙げられる。これらの中でも、粗研磨工程後の基板上のアルミナ突き刺さり及び仕上げ研磨工程後の基板上の突起欠陥を低減する観点、入手容易性の観点から、1H - テトラゾール、1H - ベンゾトリアゾール、1H - トリルトリアゾールが好ましく、1H - テトラゾール、1H - ベンゾトリアゾールがより好ましく、1H - ベンゾトリアゾールがさらに好ましい。なお、複素環芳香族化合物は、1種でも、2種以上を使用してもよい。

10

【0129】

20

研磨液組成物Bにおける複素環芳香族化合物の含有量は、粗研磨工程後の基板上のアルミナ突き刺さり及び仕上げ研磨工程後の基板上の突起欠陥を低減する観点から、0.001~5重量%が好ましく、より好ましくは0.005~3重量%、さらに好ましくは0.005~1重量%、さらにより好ましくは0.003~0.5重量%、さらにより好ましくは0.005~0.1重量%、さらにより好ましくは0.008~0.03重量%である。

【0130】

また、研磨液組成物Bにおける、シリカ粒子と複素環芳香族化合物との含有量比[シリカ粒子の含有量(重量%) / 複素環芳香族化合物の含有量(重量%)]は、粗研磨工程後の基板上のアルミナ突き刺さり及び仕上げ研磨工程後の基板上の突起欠陥を低減する観点から、0.01~30000が好ましく、より好ましくは0.5~10000、さらにより好ましくは5~5000、さらにより好ましくは50~500である。

30

【0131】

[多価アミン化合物]

研磨液組成物Bは、粗研磨工程後の基板上のアルミナ突き刺さり及び仕上げ研磨工程後の基板上の突起欠陥を低減する観点から、多価アミン化合物を含有することが好ましい。多価アミン化合物は、正電荷を有するため、基板表面に吸着して保護膜を形成し、アルミナの再付着を防止すると考えられる。好ましい多価アミン化合物としては、粗研磨工程後の基板上のアルミナ突き刺さり及び仕上げ研磨工程後の基板上の突起欠陥を低減する観点から、エチレンジアミン、N, N, N', N' - テトラメチルエチレンジアミン、1, 2 - ジアミノプロパン、1, 3 - ジアミノプロパン、1, 4 - ジアミノブタン、ヘキサメチレンジアミン、3 - (ジエチルアミノ)プロピルアミン、3 - (ジブチルアミノ)プロピルアミン、3 - (メチルアミノ)プロピルアミン、3 - (ジメチルアミノ)プロピルアミン、N - アミノエチルエタノールアミン、N - アミノエチルイソプロパノールアミン、N - アミノエチル - N - メチルエタノールアミン、ジエチレントリアミン、及びトリエチレントトラミン等の脂肪族アミン化合物、ピペラジン、2 - メチルピペラジン、2, 5 - ジメチルピペラジン、N - メチルピペラジン、N - (2 - アミノエチル)ピペラジン及びヒドロキシエチルピペラジン等の脂環式アミン化合物が挙げられる。これらの中でも、粗研磨工程後の基板上のアルミナ突き刺さり及び仕上げ研磨工程後の基板上の突起欠陥を低減する観点から、さらにアミン臭の低減、水への溶解性向上の観点から、N - アミノエチルエ

40

50

タノールアミン、N - アミノエチルイソプロパノールアミン、N - アミノエチル - N - メチルエタノールアミン、ピペラジン、N - (2 - アミノエチル) ピペラジン、ヒドロキシエチルピペラジンが好ましく、N - アミノエチルエタノールアミン、N - (2 - アミノエチル) ピペラジン、ヒドロキシエチルピペラジンがより好ましく、N - アミノエチルエタノールアミン、ヒドロキシエチルピペラジンがさらに好ましい。なお、多価アミン化合物は、1種でも、2種以上を使用してもよい。

【 0 1 3 2 】

研磨液組成物 B における多価アミン化合物の含有量は、粗研磨工程後の基板上のアルミナ突き刺さり及び仕上げ研磨工程後の基板上の突起欠陥を低減する観点から、0 . 0 0 1 ~ 5 重量%が好ましく、より好ましくは0 . 0 0 5 ~ 3 重量%、さらに好ましくは0 . 0 0 5 ~ 1 重量%、さらにより好ましくは0 . 0 0 3 ~ 0 . 5 重量%、さらにより好ましくは0 . 0 0 5 ~ 0 . 1 重量%、さらにより好ましくは0 . 0 0 8 ~ 0 . 0 3 重量%である。

10

【 0 1 3 3 】

また、研磨液組成物 B 中における、シリカ粒子と多価アミン化合物との含有量比 [シリカ粒子含有量 (重量%) / 多価アミン化合物含有量 (重量%)] は、アルミナ突き刺さり低減の観点、仕上げ研磨へのアルミナ持ち込み防止の観点から、0 . 0 1 ~ 3 0 0 0 0 が好ましく、より好ましくは0 . 5 ~ 1 0 0 0 0、さらに好ましくは5 ~ 5 0 0 0、さらにより好ましくは5 0 ~ 5 0 0 である。

20

【 0 1 3 4 】

さらに、研磨液組成物 B における、複素環芳香族化合物とアニオン性重合体との含有量比 [複素環芳香族化合物の含有量 (重量%) / アニオン性重合体の含有量 (重量%)] は、粗研磨工程後の基板上のアルミナ突き刺さり及び仕上げ研磨工程後の基板上の突起欠陥を低減する観点から、0 . 0 1 ~ 1 0 0 0 0 が好ましく、より好ましくは0 . 0 5 ~ 1 0 0 0 0、さらに好ましくは0 . 1 ~ 1 0 0、さらにより好ましくは0 . 5 ~ 1 0 0、さらにより好ましくは0 . 5 ~ 7 5、さらにより好ましくは0 . 5 ~ 5 0、さらにより好ましくは0 . 5 ~ 2 0 である。

【 0 1 3 5 】

さらに、研磨液組成物 B における、多価アミン化合物とアニオン性重合体との含有量比 [多価アミン化合物の含有量 (重量%) / アニオン性重合体の含有量 (重量%)] は、粗研磨工程後の基板上のアルミナ突き刺さり及び仕上げ研磨工程後の基板上の突起欠陥を低減する観点から、0 . 0 1 ~ 1 0 0 0 0 が好ましく、より好ましくは0 . 0 5 ~ 1 0 0 0 0、さらにより好ましくは0 . 1 ~ 5 0 0、さらにより好ましくは0 . 5 ~ 1 0 0、さらにより好ましくは0 . 5 ~ 5 0、さらにより好ましくは0 . 6 ~ 2 5、さらにより好ましくは0 . 6 ~ 1 0 である。

30

【 0 1 3 6 】

さらに、研磨液組成物 B における、複素環芳香族化合物と多価アミン化合物との含有量比 [複素環芳香族化合物の含有量 (重量%) / 多価アミン化合物の含有量 (重量%)] は、アルミナ突き刺さり低減の観点、仕上げ研磨へのアルミナ持ち込み防止の観点から、0 . 0 0 1 ~ 1 0 0 0 0 が好ましく、より好ましくは0 . 0 1 ~ 2 0 0 0、さらにより好ましくは0 . 1 ~ 2 0 0、さらにより好ましくは0 . 5 ~ 1 0 0、さらにより好ましくは0 . 5 ~ 5 0、さらにより好ましくは0 . 6 ~ 2 5、さらにより好ましくは0 . 6 ~ 1 0 である。

40

【 0 1 3 7 】

研磨液組成物 B は、研磨速度を向上する観点、粗研磨工程後の基板上のアルミナ突き刺さりの低減及びロールオフ悪化の抑制の観点から、酸、酸化剤を含有することが好ましい。好ましい酸、酸化剤については、前述の研磨液組成物 A の場合と同様である。また、研磨液組成物 B に用いられる水、研磨液組成物 B の pH、研磨液組成物 B の調製方法についても、前述の研磨液組成物 A の場合と同様である。

【 0 1 3 8 】

50

[研磨液組成物 C]

工程(5)で使用される研磨液組成物Cは、仕上げ研磨工程後の基板上の突起欠陥を低減する観点及び研磨速度を向上する観点から、シリカ粒子を含有する。使用されるシリカ粒子は、研磨液組成物Bで使用されるシリカ粒子と同様であり、好ましくはコロイダルシリカである。また、研磨液組成物Cは、仕上げ研磨工程後の基板上の突起欠陥を低減する観点から、アルミナ粒子を含有しないことが好ましい。

【 0 1 3 9 】

研磨液組成物Cに用いられるシリカ粒子の平均一次粒子径(D50)は、基板の表面粗さ低減、基板表面のスクラッチ低減、及び仕上げ研磨工程後の基板上の突起欠陥を低減する観点から、5~60nmが好ましく、より好ましくは10~50nm、さらに好ましくは15~45nm、さらにより好ましくは20~40nmである。なお、該平均一次粒子径は、実施例に記載の方法により求めることができる。

10

【 0 1 4 0 】

また、シリカ粒子の一次粒子径の標準偏差は、基板の表面粗さ低減、基板表面のスクラッチ低減、及び仕上げ研磨工程後の基板上の突起欠陥を低減する観点から、5~40nmが好ましく、より好ましくは10~35nm、さらに好ましくは15~30nmである。なお、該標準偏差は実施例に記載の方法により求めることができる。

【 0 1 4 1 】

シリカ粒子の一次粒子径(D10)は、粗研磨工程後の基板上のアルミナ突き刺さり及び仕上げ研磨工程後の基板上の突起欠陥の低減、基板表面のうねり低減、ロールオフ悪化の抑制及び研磨速度の向上の観点から、好ましくは5~70nm、より好ましくは10~60nm、さらに好ましくは15~50nm、さらにより好ましくは20~40nmである。なお、該一次粒子径(D10)は、実施例に記載の方法により求めることができる。

20

【 0 1 4 2 】

シリカ粒子の一次粒子径(D90)は、粗研磨工程後の基板上のアルミナ突き刺さり及び仕上げ研磨工程後の基板上の突起欠陥の低減、基板表面のうねり低減、ロールオフ悪化の抑制及び研磨速度の向上の観点から、好ましくは10~100nm、より好ましくは20~80nm、さらに好ましくは25~60nm、さらにより好ましくは30~50nmである。なお、該一次粒子径(D90)は、実施例に記載の方法により求めることができる。

30

【 0 1 4 3 】

研磨液組成物Cに含まれるシリカ粒子の含有量は、基板の表面粗さ低減、基板表面のスクラッチ低減、及び仕上げ研磨工程後の基板上の突起欠陥を低減する観点から、0.3~20重量%が好ましく、より好ましくは0.5~15重量%、さらに好ましくは1~10重量%、さらにより好ましくは2~6重量%である。

【 0 1 4 4 】

研磨液組成物Cは、仕上げ研磨工程後の基板上の突起欠陥を低減する観点から、複素環芳香族化合物、多価アミン化合物、及びアニオン性基を有する高分子から選ばれる1種以上を含有することが好ましく、2種以上含有することがより好ましく、複素環芳香族化合物、多価アミン化合物、及びアニオン性基を有する高分子を含有することがさらに好ましい。複素環芳香族化合物、多価アミン化合物、又はアニオン性基を有する高分子の好ましい使用態様については、前述の研磨液組成物Bの場合と同様である。

40

【 0 1 4 5 】

研磨液組成物Cは、研磨速度を向上する観点、粗研磨工程後の基板上のアルミナ突き刺さり及び仕上げ研磨工程後の基板上の突起欠陥の低減の観点から、酸、酸化剤を含有することが好ましい。酸、酸化剤の好ましい使用態様については、前述の研磨液組成物Aの場合と同様である。また、研磨液組成物Cに用いられる水、研磨液組成物CのpH、研磨液組成物Cの調製方法については、前述の研磨液組成物Aの場合と同様である。

【 0 1 4 6 】

[洗浄剤組成物]

50

工程(4)の洗浄では、洗浄剤組成物を用いることが好ましい。前記洗浄剤組成物としては、アルカリ剤、水、及び必要に応じて各種添加剤を含有するものが使用できる。

【0147】

〔アルカリ剤〕

前記洗浄剤組成物で使用されるアルカリ剤は、無機アルカリ剤及び有機アルカリ剤のうちのいずれであってもよい。無機アルカリ剤としては、例えば、アンモニア、水酸化カリウム、及び水酸化ナトリウム等が挙げられる。有機アルカリ剤としては、例えば、ヒドロキシアルキルアミン、テトラメチルアンモニウムハイドロオキシド、及びコリンからなる群より選ばれる一種以上が挙げられる。これらのアルカリ剤は、単独で用いてもよく、二種以上を混合して用いてもよい。

10

【0148】

洗浄剤組成物の前記アルカリ剤としては、基板上の残留物の分散性の向上、保存安定性の向上の観点から、水酸化カリウム、水酸化ナトリウム、モノエタノールアミン、メチルジエタノールアミン、及びアミノエチルエタノールアミンからなる群から選ばれる少なくとも1種が好ましく、水酸化カリウム及び水酸化ナトリウムからなる群から選ばれる少なくとも1種がより好ましい。

【0149】

洗浄剤組成物におけるアルカリ剤の含有量は、洗浄剤組成物の基板上の残留物に対する高い洗浄性を発現させ、かつ、取扱時の安全性を高める観点から、0.05～10重量%であると好ましく、0.1～3重量%であるとより好ましい。

20

【0150】

洗浄剤組成物のpHは、基板上の残留物の分散性を向上させる観点から、8～13であることが好ましく、より好ましくは9～13、さらに好ましくは10～13、さらにより好ましくは11～13である。なお、上記のpHは、25における洗浄剤組成物のpHであり、pHメータ(東亜電波工業株式会社、HM-30G)を用いて測定でき、電極の洗浄剤組成物への浸漬後40分後の数値である。

【0151】

〔各種添加剤〕

前記洗浄剤組成物には、アルカリ剤以外に、非イオン界面活性剤、キレート剤、エーテルカルボキシレートもしくは脂肪酸、アニオン性界面活性剤、水溶性高分子、消泡剤(成分に該当する界面活性剤は除く。)、アルコール類、防腐剤、酸化防止剤等が含まれていても良い。

30

【0152】

前記洗浄剤組成物に含まれる水以外の成分の含有量は、基板上の残留物の分散性の向上及び、濃縮時・使用時の保存安定性の向上の観点から、水の含有量と水以外の成分の含有量の合計を100重量%とすると、好ましくは10～60重量%であり、より好ましくは15～50重量%であり、さらに好ましくは15～40重量%である。

【0153】

前記洗浄剤組成物は、希釈して用いられる。希釈倍率は、洗浄効率を考慮すると、好ましくは10～500倍、より好ましくは20～200倍、さらに好ましくは50～100倍である。希釈用の水は、前述の研磨液組成物と同様のものでよい。

40

【0154】

本発明の基板製造方法によれば、粗研磨工程後の基板上的アルミナ突き刺さり及び仕上げ研磨工程後の基板上の突起欠陥が効果的に低減され、ロールオフの悪化が抑制された基板を効率的に製造することができるため、高度の表面平滑性が要求される垂直磁気記録方式の磁気ディスク基板の研磨に好適に用いることができる。

【0155】

〔研磨方法〕

本発明は、その他の態様として、上述した工程(1)、工程(2)、工程(3)、工程(4)及び工程(5)を有する研磨方法に関する。本発明の研磨方法における被研磨基板

50

、研磨パッド、研磨液組成物 A ~ C の組成、リンスの方法、洗浄剤組成物、並びに、研磨の方法及び条件については、上述の本発明の基板製造方法と同様とすることができる。

【0156】

本発明の研磨方法によれば、粗研磨工程後の基板上的アルミナ突き刺さり及び仕上げ研磨工程後の基板上的突起欠陥が効果的に低減され、ロールオフの悪化が抑制された基板を効率的に製造することができ、また、ロールオフ等による製品歩留まりの低下を抑制して基板品質が向上した磁気ディスク基板を生産性よく製造できるという効果が奏されうる。本発明の研磨方法における前記被研磨基板としては、上述のとおり、磁気ディスク基板や磁気記録用媒体の基板の製造に使用されるものが挙げられ、なかでも、垂直磁気記録方式用磁気ディスク基板の製造に用いる基板が好ましい。

10

【実施例】

【0157】

下記のとおり研磨液組成物 A、B 及び C を調製し、下記の条件で工程 (1) ~ (5) を含む被研磨基板の研磨を行った。研磨液組成物の調製方法、使用した添加剤、各パラメータの測定方法、研磨条件 (研磨方法) 及び評価方法は以下のとおりである。

【0158】

[研磨液組成物 A の調製]

下記表 1 に示したアルミナ砥粒 A 又は B、クエン酸、硫酸、過酸化水素、水、並びに、場合によって下記表 2 に示したコロイダルシリカ砥粒 c、及び、下記表 3 - 1 の添加剤 I を用いて研磨液組成物 A を調製した (下記表 4)。研磨液組成物 A における各成分の含有量は、アルミナ粒子：5.0 又は 4.0 重量%、シリカ粒子：1.0 重量%、添加剤：0.01 重量%、クエン酸：0.2 重量%、硫酸：0.4 重量%、過酸化水素：0.4 重量%であり、研磨液組成物 A の pH は 1.4 であった。

20

【0159】

[研磨液組成物 B の調製]

下記表 2 に示したコロイダルシリカ砥粒 b、硫酸、過酸化水素、水、及び場合によって下記表 3 - 1 の添加剤 A ~ H、下記表 3 - 2 の添加剤 K ~ M を用い、研磨液組成物 B を調製した (下記表 4)。研磨液組成物 B における各成分の含有量は、シリカ粒子：3.0 重量%、添加剤：0.01 又は 0.02 重量%、硫酸：0.2 重量%、過酸化水素：0.2 重量%であり、研磨液組成物 B の pH は 1.6 であった。

30

【0160】

[研磨液組成物 C の調製]

下記表 2 に示したコロイダルシリカ砥粒 a、硫酸、過酸化水素、及び水を用い、研磨液組成物 C を調製した。研磨液組成物 C における各成分の含有量は、シリカ粒子：3.0 重量%、硫酸：0.3 重量%、過酸化水素：0.3 重量%であり、研磨液組成物 C の pH は 1.5 であった。

【0161】

【表 1】

(表1)

アルミナ 粒子	平均二次 粒子径 (μm)	α アルミナ			θ アルミナ	
		α 化率 (%)	平均二次 粒子径 (μm)	含有量 (重量%)	平均二次 粒子径 (μm)	含有量 (重量%)
砥粒A	0.62	96	0.65	80%	0.16	20%
砥粒B	0.49		0.50	80%		20%

40

【0162】

[アルミナ粒子の平均二次粒子径の測定]

0.5%ボイズ530 (花王社製; 特殊ポリカルボン酸型高分子界面活性剤) 水溶液を分散媒として、下記測定装置内に投入し、続いて透過率が75~95%になるようにサンプルを投入し、その後、5分間超音波を掛けた後、粒径を測定した。

測定機器 : 堀場製作所製 レーザー回折/散乱式粒度分布測定装置 LA920

50

循環強度 : 4

超音波強度 : 4

【 0 1 6 3 】

[アルミナの 化率の測定方法]

アルミナスラリー 20 g を 105 で 5 時間乾燥させ、得られた乾燥物を乳鉢で解砕して粉末 X 線回折用サンプルを得た。各サンプルを粉末 X 線回折法にて分析し、104 面におけるピーク面積を比較した。粉末 X 線回折法による測定条件は下記のとおりとした。

測定条件 ;

装置 : (株)リガク製、粉末 X 線解析装置 R I N T 2 5 0 0 V C

X 線発生電圧 : 40 k V

放射線 : C u - K 1 線 ($\lambda = 0.154050 \text{ nm}$)

電流 : 120 mA

S c a n S p e e d : 10 度 / 分

測定ステップ : 0.02 度 / 分

化率 (%) = アルミナ特有ピーク面積 ÷ WA - 1000 のピーク面積 × 100

また、各ピークの面積は、得られた粉末 X 線回折スペクトルから、粉末 X 線回折装置付属の粉末 X 線回折パターン総合解析ソフト J A D E (M D I 社) を用いて算出した。上記ソフトによる算出処理は、上記ソフトの取扱説明書 (J a d e (V e r . 5) ソフトウェア、取扱説明書 M a n u a l N o . M J 1 3 1 3 3 E 0 2、理学電機株式会社) に基づいて算出した。また、WA - 1000 は 化率 99.9% の - アルミナ (昭和電工社製) である。

【 0 1 6 4 】

【表 2】

(表2)

コロイダルシリカ	平均一次粒子径(nm)			一次粒子径の標準偏差(nm)
	D10	D50	D90	
砥粒a	29	32	37	22
砥粒b	14	37	53	29
砥粒c	60	68	78	47

【 0 1 6 5 】

[シリカ粒子の平均一次粒子径及び一次粒子径の標準偏差の測定]

シリカ粒子を日本電子製透過型電子顕微鏡 (T E M) (商品名 「 J E M - 2000 F X 」、80 k V、1 ~ 5 万倍) で観察した写真をパソコンにスキャナで画像データとして取込み、解析ソフト 「 WinR O O F (V e r . 3 . 6) 」 (販売元 : 三谷商事) を用いて 1000 個以上のシリカ粒子データについて 1 個 1 個のシリカ粒子の円相当径を求め、それを直径とし、表計算ソフト 「 EXCEL 」 (マイクロソフト社製) にて、体積基準の粒径の標準偏差 (標本標準偏差) を得た。また、前記表計算ソフト 「 EXCEL 」 にて、粒子直径から粒子体積に換算して得られるシリカ粒子の粒径分布データに基づき、全粒子中における、ある粒径の粒子の割合 (体積基準 %) を小粒径側からの累積頻度として表し、累積体積頻度 (%) を得た。得られたシリカ粒子の粒径及び累積体積頻度データに基づき、粒径に対して累積体積頻度をプロットすることにより、粒径対累積体積頻度グラフが得られる。前記グラフにおいて、小粒径側からの累積体積頻度が 50% となる粒径をシリカ粒子の平均一次粒子径 (D 50) とした。また、小粒径側からの累積体積頻度が 10% となる粒径をシリカ粒子の一次粒子径 (D 10) とし、小粒径側からの累積体積頻度が 90% となる粒径をシリカ粒子の一次粒子径 (D 90) とした。

【 0 1 6 6 】

【表 3】

(表3-1)	添加剤	重量平均 分子量	
添加剤A	アクリル酸/2-アクリルアミド-2-メチルプロパンスルホン酸共重合体ナトリウム塩 (モル比 57/43)	10000	東亜合成社製
添加剤B	アクリル酸/2-アクリルアミド-2-メチルプロパンスルホン酸共重合体ナトリウム塩 (モル比 5/95)	7000	東亜合成社製
添加剤C	アクリル酸/2-アクリルアミド-2-メチルプロパンスルホン酸共重合体ナトリウム塩 (モル比 50/50)	1700	東亜合成社製
添加剤D	スチレン/スチレンスルホン酸共重合体ナトリウム塩 (40/60モル比)	6000	製造例1
添加剤E	マレイン酸/スチレンスルホン酸共重合体(75/25 モル比)	17600	アルドリッチ社製
添加剤F	ナフタレンスルホン酸-ホルムアルデヒド縮合物	2800	花王製
添加剤G	アクリル酸/マレイン酸共重合体	6000	日本触媒製
添加剤H	ポリスチレンスルホン酸ナトリウム塩	26000	東ソー有機化学製
添加剤I	ジアリルジメチルアンモニウムクロライド/二酸化硫黄 共重合体 (モル比50/50)	5000	日東紡績株式会社製

10

(表3-2)

添加剤K	1H-ベンゾトリアゾール	和光純薬工業
添加剤L	ヒドロキシエチルピペラジン	和光純薬工業
添加剤M	N-アミノエチルエタノールアミン	和光純薬工業

20

【 0 1 6 7 】

[製造例 1、添加剤 D の製造]

前記表 3 - 1 の添加剤 D は以下のように製造した。1 L の四つ口フラスコに、イソプロピルアルコール 180 g (キシダ化学製)、イオン交換水 270 g、スチレン 12.5 g (キシダ化学製)、スチレンスルホン酸ナトリウム 37.5 g (和光純薬工業製) を仕込み、2, 2'-ゾピス (2-メチルプロピオンアミジン) 2 塩酸塩 8.9 g (V-50、和光純薬工業製) を反応開始剤として、 83 ± 2 で 2 時間重合し、さらに 2 時間熟成を行い、その後、減圧下で溶剤を除去することで、白色粉の添加剤 D を得た。

30

【 0 1 6 8 】

[重量平均分子量の測定]

添加剤 A ~ I の重量平均分子量 (Mw) は、以下の条件で、高速液体クロマトグラフを使用し、ゲル・パーミエーション・クロマトグラフィー (GPC) によって測定した。分子量標準サンプルを用いて較正曲線を求め、その較正曲線を基に重合体の重量平均分子量 (Mw) を求めた。

【 0 1 6 9 】

[重量平均分子量における GPC 条件]

< 添加剤 A ~ C、G の GPC 条件 >

40

- ・測定装置 : HLC-8220GPC (東ソー社製)
- ・カラム : TSKgel G4000PWL + TSKgel G2500PWL (東ソー製)
- ・溶離液 : 0.2 M リン酸バッファー / CH₃CN = 9 / 1 体積比
- ・温度 : 40
- ・流速 : 1.0 mL / min
- ・試料サイズ : 5 mg / mL
- ・注入量 : 100 μL
- ・検出器 : RI (東ソー社製)
- ・換算標準 : ポリアクリル酸 Na (分子量 125、4100、28000、11500

50

0 創和科学社製及びAmerican Polymer Standards Service社製)

【0170】

<添加剤E、HのGPC条件>

- ・測定装置 : HLC-8220GPC (東ソー社製)
- ・カラム : G4000SWXL + G2500SWXL (東ソー社製)
- ・溶離液 : 0.2Mリン酸バッファー / CH₃CN = 7 / 3体積比
- ・温度 : 40
- ・流速 : 1.0 mL / min
- ・試料サイズ : 5 mg / mL
- ・注入量 : 100 μL
- ・検出器 : RI (東ソー社製)
- ・標準物質 : ポリエチレングリコール (2.4万、10.1万、18.5万、54万 : 東ソー製、25.8万、87.5万 創和科学製)

10

【0171】

<添加剤DのGPC条件>

- ・測定装置 : HLC-8120GPC (東ソー社製)
- ・カラム : TSKgel - M + TSKgel - M (東ソー製)
- ・ガードカラム : TSKguardcolumn (東ソー社製)
- ・溶離液 : 60 mmol / L リン酸, 50 mmol / L LiBr / DMF
- ・温度 : 40
- ・流速 : 1.0 mL / 分
- ・試料サイズ : 3 mg / mL
- ・注入量 : 100 μL
- ・検出器 : RI (東ソー社製)
- ・換算標準 : ポリスチレン (分子量3600、30000 : 西尾工業株式会社社製。9.64万、842万 : 東ソー製、92.9万 : chemco社製)

20

【0172】

<添加剤FのGPC条件>

- ・測定装置 : HLC-8220GPC (東ソー社製)
- ・カラム : G4000SWXL + G2500SWXL (東ソー社製)
- ・溶離液 : 30 mM 酢酸ナトリウム / CH₃CN = 6 / 4体積比 (pH 6.9)
- ・温度 : 40
- ・流速 : 1.0 mL / min
- ・試料サイズ : 5 mg / mL
- ・注入量 : 100 μL
- ・検出器 : UV280nm (東ソー社製)
- ・標準物質 : ポリスチレン (Mw 842万, 9.64万, A-500 (東ソー社製)、Mw 3万, 4000 (西尾工業社製)、Mw 90万 (ケムコ社製))

30

【0173】

<添加剤IのGPC条件>

- ・測定装置 : L-6000型高速液体クロマトグラム (日立製作所社製)
- ・カラム : GS-220HQ + GS-620HQ (アサヒパック)
- ・カラム温度 : 30
- ・溶離液 : 0.4 mol / L 塩化ナトリウム水溶液
- ・流速 : 1.0 ml / min
- ・試料サイズ : 5 mg / ml
- ・注入量 : 100 μL
- ・検出器 : RI (ショーデックスRISE-61)
- ・換算標準 : ポリエチレングリコール (分子量106、194、440、600、1470、4100、7100、10300、12600、23000 American Polymer S

40

50

tandards Service社製)

【0174】

[被研磨基板]

被研磨基板は、Ni-Pメッキされたアルミニウム合金基板を用いた。なお、この被研磨基板は、厚み1.27mm、直径95mm(中心部直径25mmの穴あきドーナツ型)であった。

【0175】

[被研磨基板の研磨]

工程(1)~(5)を含む被研磨基板の研磨を行った。各工程の条件を以下に示す。なお、工程(1)~(3)を同一の研磨機で行い、工程(5)を前記研磨機とは別個の研磨機で行った。

10

【0176】

[工程(1):第1の粗研磨]

研磨機:両面研磨機(9B型両面研磨機、スピードファム社製)

研磨パッド:スエードタイプ(発泡層:ポリウレタンエラストマー)、厚み1.04mm、平均気孔径43 μ m(FILWEL社製)

定盤回転数:45rpm

研磨荷重:9.8kPa(設定値)

研磨液供給量:100mL/分

研磨量:1.0~1.2mg/cm²

20

投入した基板の枚数:10枚(両面研磨)

【0177】

[工程(2):中間リンス]

リンス条件:

- ・研磨機及び研磨パッド:工程(1)と同じ
- ・定盤回転数:45rpm
- ・研磨荷重:9.8kPa(設定値)
- ・イオン交換水供給量:2L/分で10秒間

【0178】

[工程(3):第2の粗研磨]

研磨機及び研磨パッド:工程(1)と同じ

定盤回転数:45rpm

研磨荷重:9.8kPa(設定値)

研磨液供給量:100mL/分

研磨量:0.02~0.04mg/cm²

リンス条件:

- ・定盤回転数:20rpm
- ・研磨荷重:1.4kPa
- ・イオン交換水供給量:2L/分で15秒間

30

【0179】

[工程(4):洗浄]

工程(3)で得られた基板を、下記条件で洗浄した。

1. 0.1重量%のKOH水溶液からなるpH12のアルカリ性洗浄剤組成物の入った槽内に、工程(3)で得られた基板を5分間浸漬する。

2. 浸漬後の基板を、イオン交換水で20秒間すすぎを行う。

3.すすぎ後の基板を洗浄ブラシがセットされたスクラブ洗浄ユニットに移送し洗浄する。

。

40

【0180】

[工程(5):仕上げ研磨]

研磨機:両面研磨機(9B型両面研磨機、スピードファム社製)、工程(1)~(3)で

50

使用した研磨機とは別個の研磨機

研磨パッド：スエードタイプ（発泡層：ポリウレタンエラストマー）、厚み1.0mm、平均気孔径5 μ m（FILWEL社製）

定盤回転数：40rpm

研磨荷重：9.8kPa（設定値）

研磨液供給量：100mL/分

研磨量：0.2～0.3mg/cm²

投入した基板の枚数：10枚（両面研磨）

工程（5）後に、リンス及び洗浄を行った。リンスは、前記工程（3）と同条件で行い、洗浄は、前記工程（4）と同条件で行った。

10

【0181】

〔洗浄工程（4）後のアルミナ突き刺さりの評価方法〕

測定機器：OSA7100（KLA Tencor社製）

評価：洗浄工程（4）で得られた基板を、研磨量0.05mg/cm²とした以外は、工程（5）と同一の条件にて、研磨液組成物C（コロイダルシリカ砥粒a）を用いて研磨を行い、リンス及び洗浄を行った後、無作為に4枚を選択し、各々の基板を10000rpmにてレーザーを照射してアルミナ突き刺さり数を測定した。その4枚の基板の各々両面にあるアルミナ突き刺さり数（個）の合計を8で除して、基板面当たりのアルミナ突き刺さり数（個）を算出した。その結果を、下記表4に、参考例1を100とした相対値として示す。なお、リンス条件は、前記工程（3）における条件と同様であり、洗浄条件は、前記工程（4）と同条件で行った。

20

【0182】

〔仕上げ工程（5）後の突起欠陥数の評価方法〕

測定機器：OSA7100（KLA Tencor社製）

評価：仕上げ工程（5）の後に、前記工程（4）と同じ条件でスクラブ洗浄を行った基板のうち、無作為に4枚を選択し、各々の基板を8000rpmにてレーザーを照射して突起欠陥数を測定した。その4枚の基板の各々両面にある突起欠陥数（個）の合計を8で除して、基板面当たりの突起欠陥数を算出した。その結果を、下記表4に、参考例1を100とした相対値として示す。

【0183】

30

【表4】

(表4)	粗研磨工程(1)			中間リンス工程(2)	粗研磨工程(3)		洗浄工程(4)	仕上げ研磨工程(5)	洗浄工程(4)後	仕上げ研磨工程(5)後
	研磨液組成物A				研磨液組成物B			研磨液組成物C	アルミナ突き刺さり数	突起欠陥数
	アルミナ粒子	シリカ粒子	添加剤	2L/分 10sec	シリカ粒子	添加剤		シリカ粒子		
	(重量%)	(重量%)	(重量%)		(重量%)	(重量%)		(重量%)	(相対値)	(相対値)
参考例 1	砥粒A (5.0)	-	-	イオン交換水	砥粒b (3.0)	-	スクラブ洗浄	砥粒a (3.0)	100	100
参考例 6	砥粒A (5.0)	-	-	イオン交換水	砥粒b (3.0)	A (0.01)	スクラブ洗浄	砥粒a (3.0)	73	81
参考例 7	砥粒A (5.0)	-	-	イオン交換水	砥粒b (3.0)	B (0.01)	スクラブ洗浄	砥粒a (3.0)	77	88
参考例 8	砥粒A (5.0)	-	-	イオン交換水	砥粒b (3.0)	C (0.01)	スクラブ洗浄	砥粒a (3.0)	76	90
参考例 9	砥粒A (5.0)	-	-	イオン交換水	砥粒b (3.0)	D (0.01)	スクラブ洗浄	砥粒a (3.0)	74	38
実施例 5	砥粒A (5.0)	-	-	イオン交換水	砥粒b (3.0)	E (0.01)	スクラブ洗浄	砥粒a (3.0)	78	19
実施例 6	砥粒A (5.0)	-	-	イオン交換水	砥粒b (3.0)	F (0.01)	スクラブ洗浄	砥粒a (3.0)	77	15
実施例 7	砥粒A (5.0)	-	-	イオン交換水	砥粒b (3.0)	G (0.01)	スクラブ洗浄	砥粒a (3.0)	74	5
実施例 8	砥粒A (5.0)	-	-	イオン交換水	砥粒b (3.0)	H (0.01)	スクラブ洗浄	砥粒a (3.0)	80	11
参考例 2	砥粒A (4.0)	砥粒c (1.0)	-	イオン交換水	砥粒b (3.0)	-	スクラブ洗浄	砥粒a (3.0)	47	49
参考例 10	砥粒A (4.0)	砥粒c (1.0)	-	イオン交換水	砥粒b (3.0)	A (0.01)	スクラブ洗浄	砥粒a (3.0)	31	6
実施例 10	砥粒A (4.0)	砥粒c (1.0)	I (0.01)	イオン交換水	砥粒b (3.0)	A (0.01)	スクラブ洗浄	砥粒a (3.0)	18	7
実施例 11	砥粒B (4.0)	砥粒c (1.0)	I (0.01)	イオン交換水	砥粒b (3.0)	A (0.01)	スクラブ洗浄	砥粒a (3.0)	14	8
実施例 12	砥粒B (4.0)	砥粒c (1.0)	I (0.01)	イオン交換水	砥粒b (3.0)	A (0.01) K (0.01)	スクラブ洗浄	砥粒a (3.0)	11	5
実施例 13	砥粒B (4.0)	砥粒c (1.0)	I (0.01)	イオン交換水	砥粒b (3.0)	A (0.01) L (0.01)	スクラブ洗浄	砥粒a (3.0)	10	5
実施例 14	砥粒B (4.0)	砥粒c (1.0)	I (0.01)	イオン交換水	砥粒b (3.0)	A (0.01) M (0.01)	スクラブ洗浄	砥粒a (3.0)	9	4
参考例 3	砥粒A (5.0)	-	-	/	砥粒b (3.0)	-	スクラブ洗浄	砥粒a (3.0)	137	151
参考例 4	砥粒A (5.0)	-	-	/	砥粒b (3.0)	A (0.01)	スクラブ洗浄	砥粒a (3.0)	104	126
参考例 5	砥粒A (4.0)	砥粒c (1.0)	-	/	砥粒b (3.0)	-	スクラブ洗浄	砥粒a (3.0)	102	103
比較例 1	砥粒A (5.0)	-	-	イオン交換水	/	/	スクラブ洗浄	砥粒a (3.0)	532	239
比較例 2	砥粒A (5.0)	-	-	イオン交換水	砥粒b (3.0)	-	スクラブ洗浄	/	94	>10000

【0184】

表4に示すとおり、アニオン性重合体を含む実施例5～8及び参考例6～9では、参考例1と比べて工程(4)後(粗研磨終了後)のアルミナ突き刺さり数が少なく、工程(5)後(仕上げ研磨終了後)の突起欠陥数が低減されることが示された。同様に、アニオン性重合体を含む実施例10～14及び参考例10では、参考例2と比べて工程(4)後(粗研磨終了後)のアルミナ突き刺さり数が少なく、工程(5)後(仕上げ研磨終了後)の

10

20

30

40

50

突起欠陥数が低減されることが示された。また、参考例 3 ~ 5 及び比較例 1、2 が示すとおり、中間リンス工程 (2)、第 2 の粗研磨工程 (3)、仕上げ研磨工程 (5) のいずれか 1 つの工程が欠けると、工程 (4) 後 (粗研磨終了後) のアルミナ突き刺さり数及び / 又は工程 (5) 後 (仕上げ研磨終了後) の突起欠陥数が増加することが示された。

【 0 1 8 5 】

[粗研磨工程 (1) ~ (3) 後の基板のロールオフの評価]

比較例 1、参考例 1、及び参考例 6 について、粗研磨工程 (1) ~ (3) 後の基板の 0.5 mm ロールオフを下記条件で測定した。得られた結果を、下記表 5 に示す。なお、前記測定は、投入した基板 10 枚のうち 1 枚を選択し、その 1 枚の基板において 3 点 (任意) 行い、その 3 点の平均値を測定結果とした。0.5 mm ロールオフの値は、その値が大きければ大きいほど、基板の端部が盛り上がっていることを示し、ロールオフが抑制されたといえる。

10

【 0 1 8 6 】

[0.5 mm ロールオフの測定]

図 1 に示すように、基板最端部から 3.0 mm 及び 4.0 mm の基板表面をそれぞれ A 点及び B 点とし、A 点と B 点を結ぶ延長線を第 1 基準線とする。この第 1 基準線と、基板最端部から 0.5 mm の基板表面 C 点との距離を測定し、最も短いものを 0.5 mm ロールオフ (nm) とした。

< 測定条件 >

測定機器：商品名 Zygo New View 5032

20

レンズ：2.5 倍

ズーム：0.5 倍

解析ソフト：Zygo Metro Pro

【 0 1 8 7 】

【表 5】

(表5)	粗研磨工程			ロールオフ (nm)
	工程(1)	工程(3)		
	砥粒 (重量%)	砥粒 (重量%)	添加剤	
比較例 1	砥粒A (5.0)	—	—	24
参考例 1	砥粒A (5.0)	砥粒b (3.0)	—	-40
参考例 6	砥粒A (5.0)	砥粒b (3.0)	A (0.01)	-25

30

【 0 1 8 8 】

前記表 5 に示す通り、第 2 の粗研磨工程 (3) を含むことにより参考例 1 は、該工程 (3) が無い比較例 1 に比べてロールオフ (端部の過剰研磨) が生じてしまう。しかし、参考例 6 ではアニオン性重合体が添加されることにより、参考例 1 に比べてロールオフが抑制 (端部タレが抑制) されることが示された。

40

【 0 1 8 9 】

[仕上げ研磨工程 (5) における研磨時間とロールオフの評価]

比較例 1、参考例 1、及び参考例 6 について、仕上げ研磨工程 (5) の研磨時間と突起欠陥数との関係、及び、該工程 (5) 後の基板の 0.5 mm ロールオフを測定した。ロールオフの測定方法は上述と同様とした。その結果を下記表 6 に示す。

【 0 1 9 0 】

【表 6】

(表6)	仕上げ研磨工程(5)	仕上げ研磨工程(5)後の突起欠陥数			360sec後 ロールオフ (nm)
		研磨時間(sec)			
		50	300	360	
比較例 1	砥粒a (3.0)	100.0	30.1	25.1	-27
参考例 1	砥粒a (3.0)	5.1	1.5	1.0	-92
参考例 6	砥粒a (3.0)	2.3	1.0	0.7	-58

10

【0191】

前記表 6 に示す通り、参考例 6 ではアニオン性重合体（添加剤 A）が添加されることにより、参考例 1 に比べて突起欠陥数を低減できる研磨時間が短く、したがって、仕上げ研磨工程（5）を短縮可能であることが示された。さらに、参考例 6 は、同じ時間をかけた仕上げ研磨工程（5）の後においても、参考例 1 に比べてロールオフが抑制（端部タレが抑制）されることが示された。

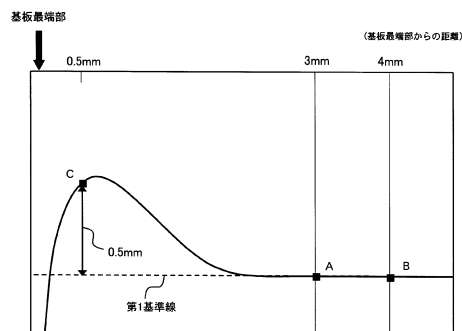
【産業上の利用可能性】

20

【0192】

本発明の基板製造方法は、例えば、高記録密度の磁気ディスク基板の製造に好適に用いることができる。

【図 1】



フロントページの続き

- (56)参考文献 特開2011-204327(JP,A)
特開2011-131346(JP,A)
特開2004-243445(JP,A)
特開2009-176397(JP,A)
米国特許出願公開第2011/0155690(US,A1)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

G11B	5/84
B24B	37/00
C09K	3/14