

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号
特許第7645241号
(P7645241)

(45)発行日 令和7年3月13日(2025.3.13)

(24)登録日 令和7年3月5日(2025.3.5)

(51)国際特許分類	F I			
C 0 9 K 3/14 (2006.01)	C 0 9 K 3/14	5 5 0 Z		
H 0 1 L 21/304 (2006.01)	C 0 9 K 3/14	5 5 0 D		
B 2 4 B 37/00 (2012.01)	H 0 1 L 21/304	6 2 2 A		
C 0 9 G 1/02 (2006.01)	B 2 4 B 37/00	H		
	C 0 9 G 1/02			

請求項の数 6 (全16頁)

(21)出願番号	特願2022-511840(P2022-511840)	(73)特許権者	000236702 株式会社フジインコーポレーテッド 愛知県清須市西枇杷島町地領二丁目1番地1
(86)(22)出願日	令和3年3月17日(2021.3.17)	(74)代理人	100117606 弁理士 安部 誠
(86)国際出願番号	PCT/JP2021/010795	(74)代理人	100136423 弁理士 大井 道子
(87)国際公開番号	WO2021/200148	(74)代理人	100154449 弁理士 谷 征史
(87)国際公開日	令和3年10月7日(2021.10.7)	(72)発明者	高見 信一郎 日本国愛知県清須市西枇杷島町地領二丁目1番地1 株式会社フジインコーポレーテッド内
審査請求日	令和6年1月19日(2024.1.19)	審査官	中野 孝一
(31)優先権主張番号	特願2020-60778(P2020-60778)		
(32)優先日	令和2年3月30日(2020.3.30)		
(33)優先権主張国・地域又は機関	日本国(JP)		

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 研磨用組成物

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】

1500Hv以上のビッカース硬度を有する材料を研磨する研磨用組成物であって、
粒子と、酸化剤と、を含み、
前記粒子の含有量が400ppm未満であり、
前記1500Hv以上のビッカース硬度を有する材料は炭化ケイ素である、研磨用組成物。

【請求項2】

1500Hv以上のビッカース硬度を有する材料を研磨する研磨用組成物であって、
粒子と、酸化剤と、を含み、
前記粒子の含有量が400ppm未満であり、
前記酸化剤は過マンガン酸塩である、研磨用組成物。

【請求項3】

1500Hv以上のビッカース硬度を有する材料を研磨する研磨用組成物であって、
粒子と、酸化剤と、を含み、
前記粒子の含有量が400ppm未満であり、
さらに金属塩Aを含み、前記金属塩Aは硝酸カルシウムである、研磨用組成物。

【請求項4】

前記粒子の平均アスペクト比は1.5以下である、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】

前記粒子はシリカ粒子である、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】

請求項 1 から 5 のいずれか一項に記載の研磨用組成物を用いて、1500 Hv 以上のピッカース硬度を有する材料を研磨する工程を含む、研磨方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、研磨用組成物に関する。詳しくは、ピッカース硬度が1500 Hv 以上である高硬度材料の研磨に好適な研磨用組成物に関する。本出願は、2020年3月30日に
出願された日本国特許出願2020-060778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。 10

【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は、研磨用組成物を用いて研磨されている。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）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。特許文献1には、砥粒を0.1~30重量%含む研磨用組成物を用いて、炭化ケイ素基板を研磨することが記載されている。一方、特許文献2には、砥粒を含まない研磨用組成物を用いて炭化ケイ素基板を研磨することが開示されている。 20

【先行技術文献】

【特許文献】

【0003】

【文献】日本国特許出願公表第2011-513991号公報

【文献】国際公開第2012/147605号

【発明の概要】 30

【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。この種の面に対する研磨除去速度は、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ことで向上され得る。しかし、特許文献1のように砥粒を含む研磨用組成物を使用する場合、加工圧力を増大させると、研磨面にスクラッチ等の研磨傷が生じやすく、平滑で平坦な面を実現しにくい。また、研磨用組成物が所定量以上の砥粒を含むと、研磨時の研磨面と研磨パッドとの摩擦係数が上昇する傾向がある。 40

【0005】

上記のような砥粒を含む研磨用組成物の問題に対して、特許文献2では、砥粒を含まない研磨用組成物が提案されている。しかし、研磨用組成物が砥粒を含まない場合、研磨除去速度上昇等のために加工圧力を高めると、研磨面と研磨パッドとの摩擦係数が上昇し、ウェーハや基板が破損するおそれがある。

【0006】

本発明は、かかる事情に鑑みてなされたものであって、その目的は、1500 Hv 以上のピッカース硬度を有する高硬度材料の研磨において、砥粒を含まない研磨用組成物で得られる面と同等以上の平滑な面を実現でき、低圧力、高圧力のいずれの条件においても好ましく用いることができる研磨用組成物を提供することである。 50

【課題を解決するための手段】**【0007】**

本明細書によると、1500Hv以上のビッカース硬度を有する材料を研磨する研磨用組成物が提供される。この研磨用組成物は、粒子と、酸化剤とを含み、該粒子の含有量は400ppm未満である。研磨用組成物に含まれる粒子の含有量を400ppm未満と少量にすることで、高硬度材料を低圧力にて研磨する場合は、砥粒を含まない研磨用組成物と比べて遜色ない平滑な研磨面が実現される。また、高圧力にて研磨する場合は、研磨摩擦の上昇が抑制され、当該摩擦を原因とする研磨面への負荷が減少し、ウェーハや基板の破損が防止される。さらに、400ppm未満の粒子の使用により、高圧力にて研磨する場合、より高い平滑性を有する研磨面が実現される。

10

【0008】

なお、本明細書において、「低（加工）圧力」とは、30kPa未満の圧力のことをいい、「高（加工）圧力」とは、30kPa以上（上限は150kPa程度）の圧力のことをいう。また、ここでいう加工圧力は研磨圧力と同義である。

【0009】

ここに開示される技術（研磨用組成物、研磨方法、基板の製造方法を含む。以下同じ。）のいくつかの好ましい態様において、上記粒子の平均アスペクト比は1.5以下である。粒子の平均アスペクト比を1.5以下とすることで、高圧力の条件において当該粒子により研磨面と研磨パッドとの間の摩擦が好ましく低減され、高圧力の条件下であっても、研磨面への負荷が少なく、高い研磨除去速度と高い面品質とを好ましく両立することができる。

20

【0010】

いくつかの好ましい態様において、上記粒子としてシリカ粒子が用いられる。ここに開示される技術による効果は、粒子としてシリカ粒子を含む組成で好適に実現される。また、シリカ粒子としては、例えばコロイダルシリカが好ましく用いられる。

【0011】

いくつかの好ましい態様において、上記酸化剤は過マンガン酸塩である。かかる構成によると、高硬度材料の研磨において、研磨除去速度が向上されやすく、また、高い研磨除去速度と平滑な研磨面とを好ましく両立することができる。

【0012】

いくつかの好ましい態様において、上記研磨用組成物はさらに金属塩Aを含む。かかる構成によると、高硬度材料の研磨において、研磨除去速度が向上されやすい。

30

【0013】

いくつかの好ましい態様において、上記ビッカース硬度が1500Hv以上の材料は炭化ケイ素である。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る。

【0014】

この明細書によると、さらに、1500Hv以上のビッカース硬度を有する材料を研磨する方法が提供される。その方法は、ここに開示されるいずれかの研磨用組成物を用いて、上記材料を研磨する工程を含む。この方法によると、高硬度材料の研磨において、砥粒を含まない研磨用組成物で得られる面と同等以上の平滑な面を実現可能であり、高圧力の条件下においては、研磨面への負荷が少なく高い研磨除去速度が実現され得る。また、より高い平滑性を有する面が実現され得る。

40

【発明を実施するための形態】**【0015】**

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。

【0016】

50

< 研磨用組成物 >

(粒子)

ここに開示される研磨用組成物は、当該研磨用組成物に含まれる粒子の含有量（複数種類の粒子を含む場合には、それらの合計含有量）が400ppm未満であることによって特徴づけられる。ここで、本明細書において「ppm」とは、研磨用組成物1リットル（L）中の粒子の重量（mg）をいう。上記粒子が400ppm未満の割合で含まれる研磨用組成物によると、高硬度材料を低圧力にて研磨する場合は、研磨傷の原因となり得る粒子の含有量が制限されていることにより、砥粒を含まない研磨用組成物と比べて遜色ない平滑な研磨面が実現される。また、高圧力の条件下においては、研磨用組成物中に少量含まれる粒子が、研磨面に対する研磨摩擦の上昇を抑制するよう機能すると考えられる。その結果、研磨面への負荷が減少し、ウェーハや基板の破損が防止される。さらに、研磨用組成物が400ppm未満の粒子を含むことで、高硬度材料を低圧力、高圧力のいずれの条件下において研磨した場合にも、高い平滑性を有する面が実現される。なお、ここに開示される技術による効果は、上述の粒子の作用のみに限定解釈されるものではない。

10

【0017】

研磨用組成物における粒子の含有量は、高圧力の条件下における研磨面と研磨パッドとの間の摩擦を低減し、研磨除去速度を向上する観点から、0.01ppm以上とすることができ、例えば0.1ppm以上であってもよく、1ppm以上とすることが適当であり、5ppm以上であってもよく、10ppm以上でもよく、好ましくは20ppm以上、より好ましくは40ppm以上、さらに好ましくは60ppm以上、特に好ましくは70ppm以上（例えば80ppm以上）であり、90ppm以上でもよい。ここに開示される研磨用組成物は、研磨除去速度をより向上する観点から、上記粒子の含有量が120ppm以上、170ppm以上、220ppm以上または270ppm以上である態様でも好ましく実施することができる。また、平滑な研磨面を得る観点から、上記粒子の含有量は、350ppm以下であってもよく、300ppm以下でもよく、250ppm以下でもよく、200ppm以下でもよく、150ppm以下でもよく、100ppm以下でもよく、95ppm以下であってもよく、85ppm以下でもよく、65ppm以下でもよく、30ppm以下でもよい。

20

【0018】

粒子の材質や性状は、本発明の効果が発揮される限りにおいて特に制限はない。例えば、粒子は無機粒子、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。例えば無機粒子としては、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粒子が挙げられる。例えば有機粒子としては、架橋または非架橋型ポリメタクリル酸メチル、ポリアクリロニトリル、ポリスチレン、ナイロン、シリコーン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。粒子は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、酸化マグネシウム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く、シリカ粒子、アルミナ粒子、酸化セリウム粒子、二酸化マンガン粒子がさらに好ましく、研磨面と研磨パッドとの間の摩擦を低減し、研磨面の平滑性を向上する観点から、シリカ粒子が特に好ましい。また、研磨用組成物が有機粒子を含む場合、その粒子はポリスチレン、ナイロン等のいずれかから実質的に構成される粒子であることが好ましい。

30

40

【0019】

シリカ粒子としては、コロイダルシリカ、フュームドシリカ、沈降シリカ等が挙げられる。平滑性向上の観点から、好ましいシリカ粒子としてコロイダルシリカおよびフュームドシリカが挙げられる。研磨面と研磨パッドとの間の摩擦を低減する観点から、コロイダ

50

ルシリカが特に好ましい。

【0020】

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。

【0021】

粒子（好適にはシリカ粒子）の平均一次粒子径は特に限定されない。研磨面と研磨パッドとの間の摩擦を低減し、研磨除去速度を向上する観点から、粒子の平均一次粒子径は、5nm以上とすることができ、10nm以上が適当であり、好ましくは20nm以上、より好ましくは30nm以上であり、例えば40nm以上であってもよく、50nm以上であってもよい。また、粒子の平均一次粒子径は、凡そ1000nm以下とすることができ、500nm以下が適当である。平滑な研磨面を得る観点から、粒子の平均一次粒子径は、好ましくは300nm以下、より好ましくは200nm以下、さらに好ましくは100nm以下である。いくつかの態様において、粒子の平均一次粒子径は、80nm以下でもよく、70nm未満でもよく、50nm未満でもよい。

10

【0022】

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 / （真密度（g/cm³）× BET値（m²/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 I 2300」を用いて測定することができる。

20

【0023】

粒子（好適にはシリカ粒子）の平均二次粒子径は特に限定されない。研磨摩擦低減、研磨除去速度向上の観点から、粒子の平均二次粒子径は、20nm以上とすることができ、40nm以上が適当であり、好ましくは50nm以上である。いくつかの態様において、粒子の平均二次粒子径は、例えば70nm以上であってもよく、90nm以上であってもよく、100nm以上であってもよい。また、粒子の平均二次粒子径は、凡そ1000nm以下とすることができ、500nm以下が適当である。平滑な研磨面を得る観点から、粒子の平均二次粒子径は、好ましくは300nm以下、より好ましくは200nm以下、さらに好ましくは150nm以下である。いくつかの態様において、粒子の平均二次粒子径は、110nm以下でもよく、80nm以下でもよく、65nm以下でもよい。

30

【0024】

粒子の平均二次粒子径は、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、体積平均粒子径として測定することができる。

【0025】

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。研磨面と研磨パッドとの間の摩擦を低減する観点から、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。上記平均アスペクト比を有する粒子は、研磨面の平滑性を向上する観点やスクラッチを低減する観点からも有利である。

40

【0026】

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

50

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。

【0027】

研磨用組成物が粒子としてシリカ粒子を含む態様において、該研磨用組成物は、上記シリカ以外の材質からなる粒子（以下、非シリカ粒子ともいう。）をさらに含有してもよい。そのような非シリカ粒子の例として、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。

10

【0028】

また、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ってもよい。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。

20

【0029】

（酸化剤）

ここに開示される研磨用組成物は酸化剤を含む。酸化剤は、高硬度材料（例えば炭化ケイ素）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。ここに開示される技術によると、シリカ粒子等の粒子の含有量が制限された組成において、適当な量の酸化剤を用いることで、より高い研磨除去速度を実現することができる。酸化剤の具体例としては、過酸化水素等の過酸化物；硝酸、その塩である硝酸鉄、硝酸銀、硝酸アルミニウム、その錯体である硝酸セリウムアンモニウム等の硝酸化合物；ペルオキソ硫酸、ペルオキソ二硫酸等の過硫酸、その塩である過硫酸アンモニウム、過硫酸カリウム等の過硫酸化合物；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化合物；臭素酸、その塩である臭素酸カリウム等の臭素化合物；ヨウ素酸、その塩であるヨウ素酸アンモニウム、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ヨウ素化合物；鉄酸、その塩である鉄酸カリウム等の鉄酸類；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；クロム酸、その塩であるクロム酸カリウム、二クロム酸カリウム等のクロム酸類；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；が挙げられる。酸化剤は、1種を単独でまたは2種以上を組み合わせる用いることができる。

30

40

【0030】

いくつかの好ましい態様では、研磨用組成物は、酸化剤として複合金属酸化物を含む。複合金属酸化物の具体例としては、硝酸鉄、硝酸銀等の硝酸金属塩類；鉄酸カリウム等の鉄酸塩類；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塩類；クロム酸カリウム、二クロム酸カリウム等のクロム酸塩類；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塩類；過ルテニウム酸の塩等のルテニウム酸塩類；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塩類；過レニウム酸の塩等

50

のレニウム酸塩類；タングステン酸二ナトリウム等のタングステン酸塩類；が挙げられる。なかでも、過マンガン酸塩が特に好ましく用いられる。研磨用組成物に過マンガン酸塩が含有されることで、研磨除去速度が好適に向上する。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る用いることができる。

【0031】

特に好ましい態様では、上記複合金属酸化物として、1価もしくは2価の金属元素（ただし、遷移金属元素を除く。）と、周期表の第4周期遷移金属元素と、を有する複合金属酸化物が用いられる。上記1価または2価の金属元素の好適例としては、Na、K、Mg、Caが挙げられる。なかでも、Na、K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。上記複合金属酸化物は、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。これにより研磨除去速度がより好適に向上される。

10

【0032】

なお、上記複合金属酸化物が塩（例えば、過マンガン酸塩）である場合、該複合金属酸化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。

【0033】

ここに開示される研磨用組成物は、上記複合金属酸化物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、酸化剤として上記複合金属酸化物以外の酸化剤（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。

20

【0034】

研磨用組成物における酸化剤の含有量は、通常は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、酸化剤の含有量は、0.008モル/L以上が好ましく、0.01モル/L以上がより好ましく、0.03モル/L以上でもよく、0.05モル/L以上でもよく、0.06モル/L以上でもよく、0.07モル/L以上でもよい。研磨後の面品質を向上する観点から、研磨用組成物における酸化剤の含有量は、通常は0.5モル/L以下とすることが適当であり、0.3モル/L以下とすることが好ましく、0.2モル/L以下とすることがより好ましく、0.1モル/L以下でもよく、0.09モル/L以下でもよい。

【0035】

（水）

ここに開示される研磨用組成物は、一般に分散媒、溶媒と称される液体（23で液状の媒体）を含有する。その種類は、粒子の種類や、研磨される材料や使用態様に応じて適切に設定され、特定の種類に限定されない。典型的な態様では、研磨用組成物は水を含むものであり得る。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。

30

40

【0036】

（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る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

50

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。

【0037】

(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る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。

10

【0038】

(金属塩A)

ここに開示される研磨用組成物は、研磨除去速度を向上する等の目的で、アルカリ金属塩およびアルカリ土類金属塩からなる群より選択される少なくとも1種の金属塩Aを含有することができる。ポリシングにおいて、酸化剤は研磨面(特に炭化ケイ素等の高硬度材料表面)を変質させ、その変質した層が粒子および研磨パッド等との摩擦によって除去される。上記金属塩Aは、上記変質と除去を促進する触媒的作用を示し、研磨除去速度の向上に寄与していると考えられる。ここで、変質した層とは、例えば酸化膜を含む層であり、触媒的作用とは、例えば酸化膜を溶解させる作用である。ただし、上記理由のみに限定的に解釈されるものではない。金属塩Aは、アルカリ金属またはアルカリ土類金属に属する元素として、典型的には、リチウム(Li)、ナトリウム(Na)、カリウム(K)、ルビジウム(Rb)、セシウム(Cs)、マグネシウム(Mg)、カルシウム(Ca)、ストロンチウム(Sr)、バリウム(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。これらのうち、Na、K、Ca、Srのうちのいずれかが好ましい。いくつかの態様において、金属塩Aはアルカリ金属塩である。アルカリ金属塩は、該金属のイオンを起点とした粒子の凝集が起こりにくい。そのため、粒子を含む研磨用組成物において、より良好な研磨特性を得ることができる。また、いくつかの態様において、金属塩Aはアルカリ土類金属塩である。アルカリ土類金属塩は、該金属のイオンが拡散しにくいいため、研磨面の金属汚染を低減することができる。そのため、より良好な研磨物を得ることができる。

20

30

【0039】

上記金属塩A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。例えば、無機酸塩としては、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。また、有機酸塩としては、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、ケイ酸、ホウ酸、リン酸の塩が好ましく、塩酸、硝酸の塩がより好ましい。

40

【0040】

金属塩Aの具体例としては、塩化リチウム、塩化ナトリウム、塩化カリウム、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；臭化ナトリウム、臭化カリウム、臭化マグネシウム等の臭化物；フッ化リチウム、フッ化ナトリウム

50

、フッ化カリウム、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；硝酸リチウム、硝酸ナトリウム、硝酸カリウム、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；硫酸リチウム、硫酸ナトリウム、硫酸カリウム、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；炭酸カリウム、炭酸水素カリウム、炭酸ナトリウム、炭酸水素ナトリウム、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；ホウ酸ナトリウム等のホウ酸塩；酢酸カリウム、酢酸ナトリウム、酢酸カルシウム、酢酸ストロンチウム、安息香酸ナトリウム、安息香酸カルシウム、クエン酸ナトリウム、クエン酸カルシウム等のカルボン酸塩；のいずれかから実質的に構成される金属塩 A が挙げられる。上記金属塩 A は 1 種を単独で用いてもよく 2 種以上を組み合わせ

10

【0041】

金属塩 A は、好ましくは水溶性の塩である。水溶性の金属塩 A 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。好ましい一態様では、金属塩 A は、該金属塩 A を水に溶解した水溶液が中性域を示す塩、典型的には強酸と強塩基との中和により生成する正塩であり得る。水溶液が中性域を示す金属塩 A を用いることで、スクラッチ等の欠陥がさらに低減された高品質な表面を効率よく形成し得る。ここでいう中性域とは、例えば pH (5% 水溶液、25) が 4 以上 9 以下、好ましくは pH 4 以上 8 以下であることを意味する。水溶液が中性を示す金属塩 A としては、例えば、塩化ナトリウム、塩化カリウム、塩化カルシウム、塩化ストロンチウム等の塩化物、および、硝酸

20

【0042】

研磨用組成物における金属塩 A の濃度 (含有量) C 1 は特に制限されないが、通常は 10 モル/L 以下とすることが適当である。金属塩 A の濃度 C 1 を小さくすることで、高硬度材料の研磨において、研磨除去速度がより高いレベルで向上され得る。研磨除去速度等の観点から、上記濃度 C 1 は 10 モル/L 以下とすることが適当であり、8 モル/L 以下

30

【0043】

特に限定されるものではないが、酸化剤と金属塩 A とを併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金属塩 A の濃度 (複数の金属塩 A を含む場合には、それらの合計濃度) C 1 [モル/L] と、酸化剤の濃度 (複数の酸化剤を含む場合には、それらの合計濃度) C 2 [モル/L] との比 (C 1 / C 2) は、本発明による効果を発揮しやすくする観点から、好ましくは 0.001 以上、より好ましくは 0.005 以上、さらに好ましくは 0.01 以上、特に好ましくは 0.02 以上である。いくつかの態様において、C 1 / C 2 は、例えば 0.08 以上であってもよく、典型的には 0.12 以上であってもよい。C 1 / C 2 の上限は特に限定されないが、概ね 100 以下であることが好ましい。上記 C 1 / C 2 は、典型的には 70 以下、好ましくは 30 以下、より好ま

40

しくは10以下、さらに好ましくは1以下、特に好ましくは0.5以下である。いくつかの態様において、 $C1/C2$ は、例えば0.3以下であってもよい。このような金属塩Aと酸化剤の濃度の比($C1/C2$)であると、研磨除去速度がより好適に向上され得る。

【0044】

(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。

10

【0045】

(pH)

研磨用組成物のpHは、通常は2~12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、2.0以上でもよく、2.5以上でもよく、3.0以上でもよく、4.0以上でもよく、5.0以上でもよく、5.5以上でもよい。pHの上限は特に限定されないが、いくつかの態様において、上記pHは、12.0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以下でもよく、6.0未満でもよい。いくつかの態様において、上記pHは、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。

20

【0046】

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、ホモミ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。

30

【0047】

<研磨対象物>

ここに開示される研磨用組成物は、1500HV以上のビッカース硬度を有する材料(高硬度材料ともいう。)の研磨に好適である。ここに開示される研磨用組成物によると、上記のような高硬度材料に対して、低圧力、高圧力のいずれの条件においても、高い平滑性を有した面を実現することができる。高硬度材料のビッカース硬度は、好ましくは1800HV以上(例えば2000HV以上、典型的には2200HV以上)である。ビッカース硬度の上限は特に限定されず、凡そ7000HV以下(例えば5000HV以下、典型的には3000HV以下)であってもよい。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。

40

【0048】

1500HV以上のビッカース硬度を有する材料としては、ダイヤモンド、サファイア(酸化アルミニウム)、炭化ケイ素、炭化ホウ素、炭化タンゲステン、窒化ケイ素、窒化チタン等が挙げられる。ここに開示される研磨用組成物は、上記材料の単結晶表面に対して好ましく適用することができる。なかでも、研磨面は、炭化ケイ素から構成されていることが好ましい。炭化ケイ素は、電力損失が少なく耐熱性等に優れた半導体材料として期

50

待されており、その表面性状を改善することの実用上の利点は特に大きい。ここに開示される研磨用組成物は、炭化ケイ素の単結晶表面に対して特に好ましく適用される。

【0049】

ここに開示される技術における上記高硬度材料は、典型的には基板の形態であり、ウェーハと称される形態であり得る。そのような基板の厚さは、サイズ（直径等）等に応じて適切に設定される。上記基板の厚さは、通常は凡そ1000 μ m以上であり、凡そ300 μ m以上（例えば凡そ350 μ m以上）とすることが適当であり、例えば凡そ500 μ m以上であってもよい。また、上記厚さは、通常は凡そ1500 μ m以下であり、凡そ1000 μ m以下とすることが適当であり、好ましくは凡そ800 μ m以下であり、例えば凡そ500 μ m以下（典型的には500 μ m未満）であってもよく、凡そ400 μ m以下であ

10

【0050】

< 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、高硬度材料の基板を研磨することができる。

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。

20

次いで、その研磨液を基板に供給し、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基板をセットし、該研磨装置の研磨パッドを通じて基板の研磨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、基板の研磨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基板の研磨が完了する。

【0051】

この明細書によると、高硬度材料を研磨する方法および該方法を用いた高硬度材料の基板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基板を研磨する工程を含むことによって特徴づけられる。いくつかの好ましい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。いくつかの態様では、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基板に対して仕上げポリシングを行う工程であって、砥粒等の粒子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の一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。

30

40

【0052】

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、両面研磨装置いずれによっても実施可能である。片面研磨装置では、セラミックプレートにワックスで基板を貼りつけ、キャリアと呼ばれる保持具を用いて基板を保持し、ポリシング用組成物を供給しながら基板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基板の片面を研磨する。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基板を保持し、上方よりポリシング用組成物を供給しながら、基板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基板の両面を同

50

時に研磨する。

【 0 0 5 3 】

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、研磨圧力については、ここに開示される研磨用組成物を用いた研磨は、低圧力、高圧力のいずれの条件においても、高い研磨除去速度と高い平滑面を有した面とを実現し得るので、特定の条件に限定されない。ここに開示される研磨用組成物は、例えば10 kPa以上150 kPa以下の広い圧力範囲で用いることができる。より具体的には、ここに開示される研磨用組成物は、例えば10 kPa以上30 kPa未満の低圧力条件の研磨に好ましく用いられ得るだけでなく、例えば30 kPa以上150 kPa以下の高圧力条件でも、研磨面への負荷を抑制して、基板の破損等を防止しつつ、より高い平滑性を有する高硬度材料の研磨面を効率よく実現することができる。いくつかの好ましい態様では、ここに開示される研磨用組成物は、上記高圧力条件の研磨において、より優れた効果を実現し得る。

10

【 0 0 5 4 】

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、スウェードタイプのポリウレタン製研磨パッドや硬質発泡ポリウレタンタイプの研磨パッドが用いられ、硬質発泡ポリウレタン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研磨面と研磨パッドとの間の摩擦が低減する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。

20

【 0 0 5 5 】

ここに開示される方法により研磨された基板は、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。

【 0 0 5 6 】

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基板を研磨する。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基板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、研磨定盤と基板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。

30

【 0 0 5 7 】

ここに開示される研磨用組成物を用いた研磨後の表面の算術平均表面粗さ R_a は、基板の用途や研磨される材料の種類、研磨段階等によって異なり得るため、特定の範囲に限定されない。研磨後の面の R_a は、例えば10 nm以下程度とすることが適当である。いくつかの好ましい態様において、研磨後の面の R_a は1 nm以下であり、より好ましくは0.1 nm未満であり、さらに好ましくは0.05 nm未満である。ここに開示される技術によると、上記のような高い平滑性を有する表面を備えた基板を実現することができる。なお、基板の研磨面の表面（研磨面）の R_a は、後述の実施例に記載の方法で測定される。

40

【 0 0 5 8 】

< 基板の製造方法 >

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シング工程を含む

50

基板の製造方法および該方法により製造された基板の提供が含まれ得る。上記基板の製造方法は、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基板を、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、基板の製造方法および該方法により製造された基板が提供される。上記製造方法によると、面質が改善された基板、例えば炭化ケイ素基板が効率的に提供され得る。

【実施例】

【0059】

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。

10

【0060】

< 研磨用組成物の作製 >

(実施例1～6および比較例1、2)

粒子、酸化剤および脱イオン水(DIW)を混合して、各例に係る研磨用組成物を調製した。粒子としては、平均一次粒子径が43nm(平均二次粒子径が57nm)のコロイダルシリカを使用し、酸化剤としては、過マンガン酸カリウム(KMnO₄)を使用した。研磨用組成物中の粒子濃度は表1に示す濃度であり、過マンガン酸カリウムの濃度は0.08mol/Lとした。また、研磨用組成物のpHは硝酸を使用して3.0とした。

【0061】

(実施例7～9)

粒子、酸化剤、金属塩および脱イオン水(DIW)を混合して、各例に係る研磨用組成物を調製した。粒子としては、平均一次粒子径が43nm(平均二次粒子径が57nm)のコロイダルシリカを使用し、酸化剤としては、過マンガン酸カリウム(KMnO₄)を使用し、金属塩としては、硝酸カルシウムを使用した。研磨用組成物中の粒子濃度は表2に示す濃度であり、過マンガン酸カリウムの濃度は0.08mol/L、硝酸カルシウムの濃度は0.0125mol/Lとした。また、研磨用組成物のpHは硝酸を使用して3.0とした。

20

【0062】

< 基板の研磨 >

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。予備研磨した面を、各例の研磨用組成物をそのまま研磨液として用いて、下記のポリシング条件で研磨した。なお、研磨は、以下に示す低圧力および高圧力の2通りの条件で研磨した。

30

[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」

研磨圧力：(低圧力)19.6kPa

(高圧力)39.2kPa

研磨液の供給レート：20mL/分

定盤回転数：100回転/分

ヘッド回転数：100回転/分

研磨時間：1時間

基板：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°)、2インチ、1枚/バッチ

研磨液の温度：23

40

【0063】

< 研磨除去速度の評価 >

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。なお、表1、2の該当欄には、低圧力時における比較例1の研磨除去速度を100としたときの比として記載し

50

ている。

(1) 研磨取り代 [c m] = 研磨前後の S i C ウェーハの重量の差 [g] / S i C の密度 [g / c m ³] (= 3 . 2 1 g / c m ³) / 研磨対象面積 [c m ²] (= 1 9 . 6 2 c m ²)

(2) 研磨除去速度 [n m / h] = 研磨取り代 [c m] × 1 0 ⁷ / 研磨時間 (= 1 時間)

【 0 0 6 4 】

< 摩擦係数の評価 >

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 S i C ウェーハを研磨したときの研磨面と研磨パッドとの間の摩擦係数を測定した。上記摩擦係数としては上記研磨装置から出力される値をそのまま採用した。上記摩擦係数は、上記研磨において、ウェーハ保持部分としてスウェード素材のバック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 2 0 0 μ m 以上となるように張り付け、ウェーハが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て測定された値である。なお、表 1、2 の該当欄には、低圧力時における比較例 1 の摩擦係数を 1 0 0 としたときの比として記載している。

10

【 0 0 6 5 】

< 平滑性 >

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 S i C ウェーハを研磨した後、以下のとおり、研磨面の平滑性を評価した。平滑性の評価には原子間力顕微鏡 (A F M ; 型式「 X E - H D M 」、パークシステムズ社製) を用いた。具体的には、測定領域 1 0 μ m × 1 0 μ m の条件でウェーハ面内 2 2 点の表面粗さ R a (n m) を測定し、その平均値を算出した。なお、表 1、2 の該当欄には、算術平均表面粗さ R a (n m) が 0 . 0 5 n m 未満であったものを「合格」と評価し、 R a が 0 . 0 5 n m 以上であったものを「不合格」と評価した結果を記載している。

20

【 0 0 6 6 】

【表 1】

表 1

	粒子		酸化剤		摩擦係数 (相対値)		研磨除去速度 (相対値)		面粗さ	
	種類	濃度 [ppm]	種類	濃度 [mol/L]	低圧力時	高圧力時	低圧力時	高圧力時	低圧力時	高圧力時
実施例 1	シリカ	80	KMnO ₄	0.08	95	150	120	260	合格	合格
実施例 2	シリカ	50	KMnO ₄	0.08	95	180	120	240	合格	合格
実施例 3	シリカ	10	KMnO ₄	0.08	100	200	110	220	合格	合格
実施例 4	シリカ	1	KMnO ₄	0.08	100	200	110	220	合格	合格
実施例 5	シリカ	200	KMnO ₄	0.08	90	150	125	270	合格	合格
実施例 6	シリカ	300	KMnO ₄	0.08	90	150	125	270	合格	合格
比較例 1	シリカ	0	KMnO ₄	0.08	100	500	100	300	合格	不合格
比較例 2	シリカ	500	KMnO ₄	0.08	90	200	150	300	不合格	不合格

30

【 0 0 6 7 】

【表 2】

表 2

	粒子		酸化剤		金属塩		摩擦係数 (相対値)		研磨除去速度 (相対値)		面粗さ	
	種類	濃度 [ppm]	種類	濃度 [mol/L]	種類	濃度 [mol/L]	低圧力時	高圧力時	低圧力時	高圧力時	低圧力時	高圧力時
実施例 7	シリカ	50	KMnO ₄	0.08	Ca(NO ₃) ₂	0.0125	100	190	130	260	合格	合格
実施例 8	シリカ	200	KMnO ₄	0.08	Ca(NO ₃) ₂	0.0125	95	160	135	290	合格	合格
実施例 9	シリカ	300	KMnO ₄	0.08	Ca(NO ₃) ₂	0.0125	95	160	135	290	合格	合格

40

【 0 0 6 8 】

表 1 に示されるように、粒子と酸化剤とを含み、かつ、粒子の含有量が 4 0 0 p p m 未

50

満である実施例 1 ~ 6 の研磨用組成物によると、粒子を含まない比較例 1 の研磨用組成物と比較して、高圧力時の摩擦係数が低減し、研磨面の面品質にも優れていた。また、実施例 1 ~ 6 は、粒子の含有量が 500 ppm である比較例 2 と比較して、低圧力時および高圧力時の面品質に優れていた。

【0069】

表 2 に示されるように、例 2、5、6 の研磨用組成物にさらに金属塩を含有させた実施例 7、8、9 の研磨用組成物によると、それぞれ、金属塩を含まない例と比較してさらに研磨除去速度が向上した。

上記の結果から、ここに開示される研磨用組成物によると、SiC 等の高硬度材料の研磨において、砥粒を含まない研磨用組成物と同等以上の平滑な研磨面を実現することができ、低圧力条件、高圧力条件のいずれの場合にも好ましく用いられ得ることがわかる。

10

【0070】

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。

20

30

40

50

フロントページの続き

- (56)参考文献 特表2017-510977(JP,A)
国際公開第2015/045757(WO,A1)
特開2007-027663(JP,A)
国際公開第2017/212971(WO,A1)
特開2015-199838(JP,A)
特開2015-229750(JP,A)
国際公開第2012/147605(WO,A1)
国際公開第2019/138846(WO,A1)
- (58)調査した分野 (Int.Cl., DB名)
C09K3/14
H01L21/304