(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2016 年 4 月 7 日(07.04.2016)

WIPO | PCT

(10) 国際公開番号
WO 2016/052161 A1

(51) 国際特許分類:
*C09K 3/14* (2006.01) *B24B 37/14* (2012.01)
*B24B 37/00* (2012.01)

(21) 国際出願番号: PCT/JP2015/076036

(22) 国際出願日: 2015 年 9 月 14 日(14.09.2015)

(25) 国際出願の言語: 日本語

(26) 国際公開の言語: 日本語

(30) 優先権データ:
特願 2014-198273 2014 年 9 月 29 日(29.09.2014) JP

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

(72) 発明者: 三輪　直也 **(MIWA, Naoya)**; 〒4528502 愛知県清須市西枇杷島町地領二丁目１番地１　株式会社フジミインコーポレーテッド内 Aichi (JP). 芦高　圭史 **(ASHITAKA, Keiji)**; 〒4528502 愛知県清須市西枇杷島町地領二丁目１番地１　株式会社フジミインコーポレーテッド内 Aichi (JP). 小島　隆司 **(KOJIMA, Ryuji)**; 〒4528502 愛知県清須市西枇杷島町地領二丁目１番地１　株式会社フジミインコーポレーテッド内 Aichi (JP).

(74) 代理人: 安部　誠 **(ABE Makoto)**; 〒4600002 愛知県名古屋市中区丸の内三丁目２０番３号４７ＫＴビル１０階　特許業務法人協働特許事務所 Aichi (JP).

(81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

— 国際調査報告（条約第 21 条(3)）

WO 2016/052161 A1

**(54) Title**: ABRASIVE GRAINS FOR POLISHING HARD METAL MATERIAL, POLISHING COMPOSITION AND METHOD FOR MANUFACTURING HARD METAL PRODUCT

**(54) 発明の名称** : 硬質金属材料研磨用砥粒、研磨用組成物および硬質金属製品製造方法

**(57) Abstract**: Provided are abrasive grains that are to be supplied to a polishing table for polishing a hard metal material at a higher efficiency. The abrasive grains have an average grain size of 2-10 μm and show a holding rate to the polishing table of 5-60%. Also provided are a polishing composition comprising the abrasive grains and a method for manufacturing a hard metal material using the composition.

**(57) 要約**:　本発明によると、研磨定盤に供給されて硬質金属材料を効率よく研磨する砥粒が提供される。上記砥粒は、平均粒子径が２～１０μｍであり、上記研磨定盤に対する保持率が５～６０％である。また、本発明によると、上記砥粒を含む研磨用組成物および該組成物を用いる硬質金属材料製造方法が提供される。

# 明　細　書

## 発明の名称 ：

## 硬質金属材料研磨用砥粒、研磨用組成物および硬質金属製品製造方法

## 技術分野

[0001] 本発明は、硬質金属材料を研磨するための砥粒およびその利用に関する。詳しくは、上記砥粒、該砥粒を含む研磨用組成物、および該砥粒を含む研磨用組成物を用いた硬質金属製品製造方法に関する。本出願は、２０１４年９月２９日に出願された日本国特許出願２０１４－１９８２７３号に基づく優先権を主張しており、その出願の全内容は本明細書中に参照として組み入れられている。

## 背景技術

[0002] ステンレス鋼やチタン合金等のような硬質金属材料は、一般に研磨加工が困難である。そのため、通常このような硬質金属材料のラッピングには、ダイヤモンドやＣＢＮ（立方晶窒化ホウ素）、炭化ホウ素などのような高硬度の砥粒が用いられている。例えば特許文献１には、ダイヤモンド砥粒を用いてステンレス鋼を研磨することが記載されている。特許文献２は、硬質金属材料ではなく炭化ケイ素単結晶の研磨に関する技術文献である。

## 先行技術文献

## 特許文献

[0003] 特許文献1：日本国特許出願公開２００６－２４９５３６号公報

特許文献2：日本国特許出願公開平７－８０７７０号公報

## 発明の概要

## 発明が解決しようとする課題

[0004] しかし、ダイヤモンドを始めとする高硬度の砥粒は概して高価である。このため、硬質金属材料の研磨加工において、実用的な研磨能率（研磨レート）を確保しつつ原料コストを低減することは容易ではない。

[0005] 本発明は、かかる状況に鑑みてなされたものであって、硬質金属材料を効

率よく研磨することのできる砥粒を提供することを目的とする。本発明の他の目的は、上記砥粒を含む研磨用組成物を提供することである。関連する他の目的は、上記砥粒を利用して硬質金属製品を製造する方法を提供することである。

## 課題を解決するための手段

[0006] 本発明によると、研磨定盤に供給されて硬質金属材料を研磨するための砥粒が提供される。上記砥粒は、平均粒子径が２～１０μｍである。上記砥粒は、上記研磨定盤に対する保持率が５～６０％である。

かかる砥粒は、上記保持率が適正な範囲にあり、かつ硬質金属の研磨（特にラッピング）に適した平均粒子径を有することにより、該砥粒による加工力を研磨対象物たる硬質金属材料に対して効率よく作用させることができる。したがって、上記砥粒によると、原料コストを抑えつつ実用的な研磨能率を達成することができる。

[0007] 本発明によると、また、ここに開示されるいずれかの砥粒を含む研磨用組成物が提供される。上記研磨用組成物によると、硬質金属材料の研磨において、原料コストを抑えつつ実用的な研磨能率を達成することができる。上記研磨用組成物は、典型的には、上記砥粒を分散させる溶媒をさらに含む。

[0008] ここに開示される研磨用組成物の好ましい一態様では、該組成物における上記砥粒の濃度が０．３～１０重量％である。砥粒濃度が上記範囲にある研磨用組成物において、原料コストの抑制と良好な研磨能率とがより好適に両立され得る。

[0009] 本発明によると、また、硬質金属製品を製造する方法が提供される。その方法は、典型的には、研磨定盤を備えた研磨装置に研磨対象物としての硬質金属材料をセットすることを含む。また、上記研磨定盤に研磨用組成物を供給することを含む。上記研磨用組成物としては、ここに開示されるいずれかの砥粒を含む研磨用組成物を用いることができる。上記方法は、さらに、上記研磨対象物に対して上記研磨定盤を相対的に移動させることにより上記研磨対象物を研磨することを含む。かかる方法によると、原料コストを抑えつ

つ、研磨された表面を有する硬質金属製品を効率よく製造することができる。

[0010] また、本発明の他の側面として、硬質金属材料の研磨方法が提供される。その方法は、典型的には、研磨定盤を備えた研磨装置に研磨対象物としての硬質金属材料をセットすることを含む。また、上記研磨定盤に研磨用組成物を供給することを含む。上記研磨用組成物としては、ここに開示されるいずれかの砥粒を含む研磨用組成物を用いることができる。上記方法は、さらに、上記研磨対象物に対して上記研磨定盤を相対的に移動させることにより上記研磨対象物を研磨することを含む。かかる方法によると、原料コストを抑えつつ、硬質金属材料を効率よく研磨することができる。

[0011] ここに開示されるいずれかの技術における研磨定盤は、平均粒子径が２５～１２０μｍの緑色炭化ケイ素砥粒（以下「ＧＣ砥粒」ともいう。）により表面調整されたものであり得る。かかる研磨定盤によると、ここに開示される砥粒による加工力を研磨対象物たる硬質金属材料に対して効率よく作用させることができる。

[0012] ここに開示されるいずれかの技術における研磨定盤としては、鋳鉄製の表面を備えるものを好ましく採用し得る。このような研磨定盤（鋳鉄定盤）を用いる研磨において、本発明の効果が好適に発揮され得る。

[0013] ここに開示されるいずれかの技術における砥粒の好適例として、実質的に二ホウ化チタンからなる砥粒が挙げられる。このような砥粒によると、原料コストの抑制と良好な研磨能率とが特に好適に両立され得る。

[0014] ここに開示されるいずれかの技術における硬質金属材料の好適例として、ステンレス鋼が挙げられる。すなわち、ここに開示される技術は、ステンレス鋼の研磨に好ましく適用され得る。なかでも、ステンレス鋼のラッピングへの適用が特に有意義である。

## 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] ＜研磨対象物＞

ここに開示される技術は、各種の硬質金属材料の研磨に好ましく適用され得る。ここで硬質金属材料とは、金属材料のなかでも比較的硬度の高い材料を意味し、具体的にはビッカース硬度が１００ＨＶを超える金属材料を指す。ビッカース硬度は、押込み圧力に対する堅牢さを示すものであり、具体的には、ＪＩＳ　Ｚ２２４４：２００９に記載の方法により測定される硬度である。

上記硬質金属材料は、単体であってもよく合金であってもよい。硬質金属材料の代表例としては、チタン合金、ニッケル合金、ステンレス鋼のような合金材料が挙げられる。

[0017] チタン合金は、チタンを主成分とする合金であって、主成分以外の金属種として例えばアルミニウム、鉄およびバナジウム等からなる群から選択される少なくとも１種を含み得る。主成分以外の金属種の含有量は、チタン合金全体の例えば３．５～３０重量％であり得る。チタン合金としては、例えば、ＪＩＳ　Ｈ４６００：２０１２に記載される種類において、１１～２３種、５０種、６０種、６１種、および８０種のものが挙げられる。

[0018] ニッケル合金は、ニッケルを主成分とする合金であって、主成分以外の金属種として例えば鉄、クロム、モリブデンおよびコバルトからなる群から選択される少なくとも１種を含み得る。主成分以外の金属種の含有量は、ニッケル合金全体の例えば２０～７５重量％であり得る。ニッケル合金としては、例えば、ＪＩＳ　Ｈ４５５１：２０００に記載される合金番号において、ＮＣＦ６００、６０１、６２５、７５０、８００、８００Ｈ、８２５、ＮＷ０２７６、４４００、６００２、６０２２等が挙げられる。

[0019] ここに開示される技術は、ステンレス鋼の研磨に特に好ましく適用され得る。ステンレス鋼は、鉄を主成分とする合金であって、主成分以外の金属種

として例えばクロム、ニッケル、モリブデンおよびマンガンからなる群から選択される少なくとも１種を含み得る。主成分以外の金属種の含有量は、ステンレス鋼全体の例えば１０～５０重量％であり得る。ステンレス鋼としては、例えば、ＪＩＳ　Ｇ４３０３：２００５に記載される種類の記号において、ＳＵＳ２０１、３０３、３０３Ｓｅ、３０４、３０４Ｌ、３０４ＮＩ、３０５、３０５ＪＩ、３０９Ｓ、３１０Ｓ、３１６、３１６Ｌ、３２１、３４７、３８４、ＸＭ７、３０３Ｆ、３０３Ｃ、４３０、４３０Ｆ、４３４、４１０、４１６、４２０Ｊ１、４２０Ｊ２、４２０Ｆ、４２０Ｃ、６３１Ｊ１等が挙げられる。

[0020] ＜砥粒＞

ここに開示される技術において、砥粒の材質は特に限定されない。例えば、ダイヤモンド；二ホウ化チタン、ホウ化ジルコニウム、ホウ化タンタル、ホウ化クロム、ホウ化モリブデン、ホウ化タングステン、ホウ化ランタンなどのホウ化物；炭化ホウ素、炭化ケイ素などの炭化物；酸化アルミニウム、酸化ケイ素、酸化ジルコニウム、酸化チタン、酸化セリウムなどの酸化物；窒化ホウ素（典型的には、立方晶窒化ホウ素）などの窒化物；などのいずれかから実質的に構成される砥粒が挙げられる。研磨能率の観点から、硬度の高い砥粒の使用が好ましい。かかる観点から特に好ましい砥粒として、二ホウ化チタンおよびダイヤモンドのいずれかから実質的に構成される砥粒が例示される。

[0021] なお、本明細書において、砥粒の組成について「実質的にＸからなる」または「実質的にＸから構成される」とは、当該砥粒に占めるＸの割合（Ｘの純度）が、重量基準で９０％以上、好ましくは９５％以上、より好ましくは９７％以上、さらに好ましくは９８％以上、例えば９９％以上であることをいう。

[0022] ここに開示される技術における砥粒の好適例として、実質的に二ホウ化チタンからなる砥粒（以下「二ホウ化チタン砥粒」ともいう。）が挙げられる。砥粒として用いられる二ホウ化チタンは、典型的には２０００以上のビッ

カース硬度（Ｈｖ）を有する高硬度な材料である。二ホウ化チタン砥粒は、このように高硬度であることに加えて、ダイヤモンド砥粒に比べて耐熱性が高い（熱による表面変質が生じにくい）点でも好ましい。

二ホウ化チタン砥粒を得る方法としては、チタンとホウ素とを直接反応させる方法のほか、酸化チタンと酸化ホウ素を還元する方法や、チタンとホウ素のハロゲン化物を気相反応させる方法などが知られている（例えば、日本国特許出願公開平５－１３９７２５号公報を参照）。ここに開示される技術において、二ホウ化チタン砥粒としては、製造方法や形態にとらわれず、一般に入手または製造可能な二ホウ化チタン粉末を特に制限なく使用することができる。

[0023] 二ホウ化チタンは、典型的には六方晶の結晶構造を持つ結晶性成分である。ここに開示される二ホウ化チタン砥粒において、結晶のサイズに制限はなく、また非晶質成分が含まれていてもよい。また、砥粒の性能を顕著に損なわない限度において、チタンおよびホウ素以外の元素、例えば炭素、鉄、酸素、窒素、ケイ素、アルミニウム、ジルコニウム等の不純物が含まれていてもよい。

通常、二ホウ化チタン砥粒における二ホウ化チタンの純度は高いほうが有利である。二ホウ化チタンの純度は、具体的には９０重量％以上であることが好ましく、９５重量％以上であることが好ましく、９９重量％以上であることがより好ましい。

二ホウ化チタンの純度は、例えば蛍光Ｘ線装置による二ホウ化チタンの測定値により測定可能であるほか、粉末Ｘ線回折法による回折ピークの強度によっても測定することが可能である。なお、蛍光Ｘ線装置により測定される純度と粉末Ｘ線回折法に基づいて測定される純度とが相違する場合には、より高純度となる測定結果を当該二ホウ化チタンの純度として採用するものとする。

[0024] 砥粒の平均粒子径は、典型的には１μｍ以上であり、通常は２μｍ以上であることが適当である。砥粒の平均粒子径が大きくなるにつれて、研磨能率

は向上する傾向にある。かかる観点から、砥粒の平均粒子径としては、２．２μｍ以上が好ましく、２．５μｍ以上がより好ましく、３μｍ以上がさらに好ましい。

なお、本明細書中において砥粒の平均粒子径とは、特記しない限り、レーザ回折／散乱式粒子径分布測定装置によって求められる体積基準の粒度分布における積算値５０％での粒径（５０％体積平均粒子径）を指すものとする。レーザ回折／散乱式粒子径分布測定装置としては、例えば、株式会社堀場製作所製「ＬＡ－９５０」を用いることができる。

[0025] また、砥粒の平均粒子径は、典型的には２０μｍ以下であり、ここに開示される好ましい保持率が得られやすいことから、通常は１０μｍ以下であることが好ましい。砥粒の平均粒子径が小さくなるにつれて、研磨用組成物中における砥粒の分散安定性が向上する傾向にある。また、研磨後の硬質金属材料の表面精度も向上する傾向にある。例えば、研磨による硬質金属材料へのスクラッチ発生が抑制され、研磨後の硬質材料表面の粗さ（算術平均粗さ（Ｒａ））も低下する傾向にある。これらの事情から、砥粒の平均粒子径としては、８μｍ以下が好ましく、５μｍ以下がより好ましい。

[0026] ここに開示される技術は、上記砥粒の研磨定盤に対する保持率が５％以上である態様で好ましく実施され得る。より高い研磨能率を得る観点から、上記保持率は、１０％以上であることがより好ましく、１５％以上であることがさらに好ましい。なお、保持率の求めかたについては後述する。

また、上記砥粒の研磨定盤に対する保持率が高すぎても研磨能率は低下する傾向にある。そのため、上記保持率としては、６０％以下が適当であり、５５％以下が好ましく、４０％以下がより好ましく、３５％以下がさらに好ましい。

[0027] ここに開示される砥粒の一好適例として、上記保持率が５～６０％の範囲にある砥粒が挙げられる。このような砥粒を上記研磨定盤に供給して行われる研磨によると、該砥粒による加工力を硬質金属材料に対して効率よく作用させることができる。このため、ダイヤモンド砥粒を用いる研磨態様のほか

、他の砥粒、例えば二ホウ化チタン砥粒を用いる研磨態様においても、実用的な研磨能率が達成され得る。したがって、原料コストの抑制と実用的な研磨能率とを好適に両立することができる。上記保持率が１５～３５％の範囲にある砥粒によると、より良好な結果が実現され得る。

[0028] ＜研磨用組成物＞

ここに開示される研磨用組成物は、少なくとも砥粒を含み、典型的には砥粒と該砥粒を分散させる溶媒とを含む。上記砥粒としては、上述した砥粒のうち１種を単独でまたは２種以上を組み合わせて用いることができる。例えば、砥粒として少なくとも二ホウ化チタン砥粒を含む研磨用組成物が好ましい。かかる研磨用組成物において、原料コストの抑制と良好な研磨能率とが好適に両立され得る。

[0029] ここに開示される研磨用組成物は、二ホウ化チタンと他の砥粒とを組み合わせて含有していてもよい。上記他の砥粒の例としては、ダイヤモンド；ホウ化ジルコニウム、ホウ化タンタル、ホウ化クロム、ホウ化モリブデン、ホウ化タングステン、ホウ化ランタンなどのホウ化物；炭化ホウ素、炭化ケイ素などの炭化物；酸化アルミニウム、酸化ケイ素、酸化ジルコニウム、酸化チタン、酸化セリウムなどの酸化物；窒化ホウ素（典型的には、立方晶窒化ホウ素）などの窒化物；などのいずれかから実質的に構成される砥粒が挙げられる。実質的に酸化ケイ素からなる砥粒の例としては石英などが挙げられる。

研磨能率の観点から、研磨用組成物に含まれる砥粒全体に占める二ホウ化チタン砥粒の割合は、概して高いほうが有利である。例えば、研磨用組成物に含まれる砥粒全体に占める二ホウ化チタン砥粒の割合は、７０重量％以上であることが好ましく、９０重量％以上であることがより好ましい。

[0030] 研磨用組成物に用いられる溶媒は、砥粒を分散させることができるものであればよく、特に制限されない。溶媒としては、水のほか、アルコール類、エーテル類、グリコール類、各種油類などの有機溶媒を用いることができる。上記油類の例には、鉱油、合成油、植物油などが含まれる。このような溶

媒は、１種を単独でまたは２種以上を組み合わせて用いることができる。揮発性や洗浄性、さらには研磨廃液の処理容易性などの観点から、水または水を主成分とする混合溶媒を好ましく採用し得る。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好ましく、９５体積％以上（典型的には９９～１００体積％）が水であることがより好ましい。水としては、イオン交換水（脱イオン水）、蒸留水、純水等を用いることができる。

[0031] 研磨用組成物における砥粒濃度は特に限定されない。例えば、砥粒濃度を０．０５重量％以上とすることができ、通常は０．１重量％以上とすることが適当である。砥粒濃度が高くなるにつれて、より高い研磨能率が得られやすくなる傾向にある。かかる観点から、砥粒濃度としては、０．３重量％以上が好ましく、０．５重量％以上がより好ましい。

また、原料コストの観点から、研磨用組成物における砥粒濃度は、通常、２０重量％以下とすることが適当であり、１０重量％以下とすることが好ましい。好ましい一態様において、砥粒濃度を５重量％以下とすることができ、３重量％以下としてもよい。例えば、研磨用組成物の砥粒濃度を０．５～５重量％とすることが好適であり、０．５～３重量％とすることがより好ましい。

ここに開示される技術によると、上述のように、砥粒による加工力を硬質金属材料に対して効率よく作用させることができる。好ましい一態様において、砥粒濃度を２重量％以下（例えば０．５～２重量％）、さらには１重量％以下（例えば０．５～１重量％）とすることができ、このような態様においても実用的な研磨能率が達成され得る。かかる態様によると、原料コストの抑制と研磨能率とを高レベルで両立させることができる。

[0032] 研磨用組成物には、分散安定性向上等の目的から、必要に応じて分散剤が添加されていてもよい。分散剤の例としては、例えばヘキサメタリン酸ナトリウムや、ピロリン酸ナトリウムなどのポリリン酸塩が挙げられる。分散剤の他の例として、水溶性高分子やその塩が挙げられる。

[0033] 分散剤として使用し得る水溶性高分子の例としては、ポリカルボン酸、ポ

リカルボン酸塩、ポリスルホン酸、ポリスルホン酸塩、ポリアミン、ポリアミド、ポリオール、多糖類などのほか、それらの誘導体や共重合体などが挙げられる。より具体的には、ポリスチレンスルホン酸およびその塩、ポリイソプレンスルホン酸およびその塩、ポリアクリル酸およびその塩、ポリマレイン酸、ポリイタコン酸、ポリ酢酸ビニル、ポリビニルアルコール、ポリグリセリン、ポリビニルピロリドン、イソプレンスルホン酸とアクリル酸の共重合体、ポリビニルピロリドン－ポリアクリル酸共重合体、ポリビニルピロリドン－酢酸ビニル共重合体、ナフタレンスルホン酸ホルマリン縮合物の塩、ジアリルアミン塩酸塩と二酸化硫黄との共重合体、カルボキシメチルセルロース、カルボキシメチルセルロースの塩、ヒドロキシエチルセルロース、ヒドロキシプロピルセルロース、プルラン、キトサン、キトサン塩類などが挙げられる。

[0034] 上記水溶性高分子の重量平均分子量（Ｍｗ）は特に限定されない。分散安定性向上効果を十分に発揮する観点から、通常、Ｍｗは、凡そ１万以上（例えば５万超）であることが適当である。Ｍｗの上限は特に限定されないが、濾過性や洗浄性などの観点から、通常は凡そ８０万以下（例えば６０万以下、典型的には３０万以下）程度であることが適当である。なお、水溶性高分子のＭｗとしては、ゲルパーミエーションクロマトグラフィ（ＧＰＣ）に基づく値（水系、ポリエチレンオキサイド換算）を採用することができる。

[0035] 特に限定するものではないが、分散剤を含む態様の研磨用組成物では、該分散剤の含有量を、例えば０．００１重量％以上とすることが適当であり、好ましくは０．００５重量％以上、より好ましくは０．０１重量％以上、さらに好ましくは０．０２重量％以上である。上記含有量は、通常、１０重量％以下とすることが適当であり、好ましくは５重量％以下、例えば１重量％以下である。

[0036] 研磨用組成物には、必要に応じて、各種の界面活性剤が添加されていてもよい。ここでいう界面活性剤は、典型的には分散剤と比べて低分子量の化合物であり、好ましくは分子量が１万より小さい化合物である。研磨用組成物

中の界面活性剤は、砥粒や硬質金属材料の表面に吸着してそれらの表面状態を変え、砥粒の分散性を変化させたり、硬質金属材料の表面に保護膜を形成させたりすることができる。このことによって、硬質金属材料の表面における欠陥の発生を抑制したり、欠陥の拡大を防いだりする効果が発揮され得る。

[0037] 界面活性剤としては、アニオン性、ノニオン性、カチオン性のいずれの界面活性剤も使用可能である。通常は、アニオン系界面活性剤およびノニオン系界面活性剤のいずれか一方または両方が好ましく使用され得る。

ノニオン系界面活性剤の例としては、同一または異なる種類のオキシアルキレン単位を複数個有する重合体、その重合体にアルコール、炭化水素または芳香環を結合させた化合物が挙げられる。より具体的には、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンポリオキシブチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンポリオキシブチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンカルボン酸エステル、ポリオキシエチレンカルボン酸ジエステル、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンカルボン酸エステル、ポリオキシエチレンポリオキシブチレンカルボン酸エステル、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンポリオキシブチレンカルボン酸エステル、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンコポリマー、ポリオキシエチレンポリオキシブチレンコポリマー、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンポリオキシブチレンコポリマー、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステルおよびポリオキシエチレンソルビット脂肪酸エステル、モノラウリン酸ポリオキシエチレンソルビタン、モノパルミチン酸ポリオキシエチレンソルビタン、モノステアリン酸ポリオキシエチレンソルビタン、モノオレイン酸ポリオキシエチレンソルビタン、トリオレイン酸ポリオキシエチレンソルビタン、モノカプリル酸ポリオキシエチレンソルビタン、テトラオレイン酸ポリオキシエチレンソルビット等が挙げられる。

[0038] アニオン系界面活性剤の例としてはスルホン酸系活性剤が挙げられ、より

具体的にはアルキルスルホン酸、アルキルエーテルスルホン酸、ポリオキシエチレンアルキルエーテルスルホン酸、アルキル芳香族スルホン酸、アルキルエーテル芳香族スルホン酸、ポリオキシエチレンアルキルエーテル芳香族スルホン酸などが挙げられる。

[0039] 特に限定するものではないが、界面活性剤を含む態様の研磨用組成物では、該界面活性剤の含有量を、例えば０．００１重量％以上とすることが適当であり、好ましくは０．００５重量％以上、より好ましくは０．０１重量％以上、さらに好ましくは０．０２重量％以上である。また、上記含有量は通常、１０重量％以下とすることが適当であり、好ましくは５重量％以下、例えば１重量％以下である。

[0040] 研磨用組成物のｐＨは特に限定されない。通常は、研磨用組成物のｐＨを１以上１４以下とすることが適当である。研磨用組成物のｐＨが上記範囲内であると、実用的な研磨能率が達成されやすい。研磨対象物のｐＨに対する脆弱性等を考慮して、適切なｐＨの研磨用組成物を用いることが好ましい。例えば、ステンレス鋼の場合には、研磨用組成物のｐＨを１以上８以下とすることができ、１以上５以下（例えば２以上４以下）とすることがより好ましい。

[0041] 研磨用組成物のｐＨ調整には、種々の酸、塩基またはそれらの塩を用いることができる。具体的には、例えばクエン酸その他の有機カルボン酸、有機ホスホン酸、有機スルホン酸などの有機酸や、燐酸、亜燐酸、硫酸、硝酸、塩酸、ホウ酸、炭酸などの無機酸、テトラメトキシアンモニウムオキサイド、トリメタノールアミン、モノエタノールアミンなどの有機塩基、水酸化カリウム、水酸化ナトリウム、アンモニアなどの無機塩基およびそれらの塩等から選択される１種または２種以上を用いることができる。

[0042] 上記の酸および塩基のうち、特に、弱酸と強塩基、強酸と弱塩基、または弱酸と弱塩基の組み合わせとした場合には、ｐＨの緩衝作用を期待することができる。また、上記の酸および塩基のうち、強酸と強塩基との組み合わせとした場合には、少量で、ｐＨだけでなく電導度の調整が可能である。

[0043] 研磨用組成物には、必要に応じて、上述した以外の成分を含有させることができる。かかる成分の例としては、防蝕剤、キレート剤、防腐剤、防黴剤等が挙げられる。

防蝕剤の例としては、アミン類、ピリジン類、テトラフェニルホスホニウム塩、ベンゾトリアゾール類、トリアゾール類、テトラゾール類、安息香酸等が挙げられる。

キレート剤の例としては、グルコン酸等のカルボン酸系キレート剤、エチレンジアミン、ジエチレントリアミン、トリメチルテトラアミンなどのアミン系キレート剤、エチレンジアミン四酢酸、ニトリロ三酢酸、ヒドロキシエチルエチレンジアミン三酢酸、トリエチレンテトラミン六酢酸、ジエチレントリアミン五酢酸などのポリアミノポリカルボン系キレート剤、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キス（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－ジホスホン酸、エタン－１，１，２－トリホスホン酸、メタンヒドロキシホスホン酸、１－ホスホノブタン－２，３，４－トリカルボン酸などの有機ホスホン酸系キレート剤、フェノール誘導体、１，３－ジケトン等が挙げられる。

防腐剤の例としては、次亜塩素酸ナトリウム等が挙げられる。防黴剤の例としてはオキサゾリジン－２，５－ジオンなどのオキサゾリン等が挙げられる。

[0044] ここに開示される研磨用組成物の製造方法は特に限定されず、公知の方法を適宜採用することができる。例えば、砥粒と溶媒および必要に応じて用いられる他の成分とを混合することにより研磨用組成物を製造することができる。

[0045] 上述のような研磨用組成物は、典型的には該研磨用組成物を含む研磨液の形態で、研磨対象物たる硬質金属材料の研磨に用いられる。上記研磨液は、例えば、研磨用組成物を希釈して調製されたものであり得る。あるいは、研

磨用組成物をそのまま研磨液として使用してもよい。すなわち、ここに開示される技術における研磨用組成物の概念には、研磨対象物に供給される研磨液（ワーキングスラリー）と、希釈して研磨液として用いられる濃縮液との双方が包含される。

[0046] ここに開示される研磨用組成物は、研磨対象物に供給される前には濃縮された形態（濃縮液の形態）であってもよい。かかる濃縮液の形態の研磨用組成物は、製造、流通、保存等の際における利便性やコスト低減等の観点から有利である。濃縮倍率は、例えば１．５倍～５０倍程度とすることができる。濃縮液の貯蔵安定性等の観点から、通常は、２倍～２０倍（典型的には２倍～１０倍）程度の濃縮倍率が適当である。

このように濃縮液の形態にある研磨用組成物は、所望のタイミングで希釈して研磨液を調製し、その研磨液を研磨対象物に供給する態様で好適に使用することができる。

[0047] ここに開示される砥粒または該砥粒を含む研磨用組成物は、一般的な研磨装置を用いた研磨対象物（ここでは硬質金属材料）の研磨に用いることができる。片面研磨装置による研磨、両面研磨装置による研磨のいずれにも適用可能である。片面研磨装置では、キャリアと呼ばれる保持具を用いて研磨対象物を保持し、研磨用組成物を供給しながら研磨対象物の片面に定盤を押しつけて定盤を回転させることにより研磨対象物の片面を研磨する。両面研磨装置では、キャリアと呼ばれる保持具を用いて研磨対象物を保持し、上方より研磨用組成物を供給しながら、研磨対象物の対向面に定盤を押しつけ、それらを相対方向に回転させることにより研磨対象物の両面を同時に研磨する。このとき、定盤表面を用いて直接研磨対象物を研磨する方法をラッピングといい、定盤表面に研磨パッドを貼り付け、貼り付けられた研磨パッド表面と研磨対象物との間で研磨が行われる方法をポリシングという。

[0048] ＜研磨定盤＞

ここに開示される砥粒または該砥粒を含む研磨用組成物は、典型的には、金属製の研磨定盤に供給されて硬質金属材料を研磨する用途、すなわち硬質

金属材料のラッピングに用いられる。ラッピングに使用される研磨定盤には、定盤面（研磨対象物に対向する表面）の精度維持のため、加工がされやすい性質が求められる。このため、少なくとも上記定盤面が例えば鋳鉄、錫、銅または銅合金などの金属からなる研磨定盤が好適に使用される。研磨定盤としては、研磨用組成物の安定供給や加工圧の調整を目的に、定盤面に溝が付けられたものが用いられることがある。溝の形状や深さは任意であり、例えば格子状や放射状に溝が刻まれたものを使用し得る。

[0049] 上記研磨定盤の表面（定盤面）は、該研磨定盤による硬質金属材料の研磨に適用される砥粒の保持率が上述した好ましい範囲となる表面状態を有することが好ましい。上記保持率は、定盤面にある微小溝のうち砥粒の保持に適した形状およびサイズの溝（以下「有効溝」ともいう。）が、上記定盤面にどの程度存在するかを把握する目安として有用な指標である。上記微小溝の形は特に限定されない。例えば、上記微小溝のアスペクト比に特に制限はない。ここでいう微小溝の概念には、一般に窪みまたは凹みと称される形状のものが含まれ得る。

ここに開示される技術では、砥粒の平均粒子径との関係で、幅が「平均粒子径＋０．１μｍ」以上の値であってかつ深さが平均粒子径の１／２以上の値である微小溝を、上記砥粒にとっての「有効溝」と認定する。微小溝の幅が「平均粒子径＋０．１μｍ」以上の値であれば、砥粒が嵌まるに十分な開口サイズを有すると考えられる。また、微小溝の深さが平均粒子径の１／２以上の値であれば、嵌まった砥粒をある程度安定して保持することができ、該砥粒の研磨力を研磨対象物に効果的に作用させ得ると考えられる。上記保持率は、具体的には、後述する実施例に記載の「保持率測定」に従って求められる。

[0050] なお、有効溝として認定する微小溝の幅は、「平均粒子径＋０．１μｍ」以上の値（すなわち、平均粒子径より０．１μｍ以上大きな値）であればよく、幅の上限は特に制限されない。砥粒保持の安定性の観点からは、幅が「平均粒子径＋０．１μｍ」の７倍以下（好ましくは５倍以下、例えば３倍以

下）の値である微小溝が好ましい。

また、有効溝として認定する微小溝の深さは、平均粒子径の１／２以上（すなわち、平均粒子径の０．５倍以上）の値であればよく、深さの上限は特に限定されない。砥粒保持の安定性および研磨能率の観点から、微小溝の深さの値は、平均粒子径の０．５倍以上１．５倍以下であることが好ましく、０．５倍以上１倍未満であることがより好ましく、０．５倍以上０．９倍未満であることがさらに好ましい。

ここに開示される技術は、幅が「平均粒子径＋０．１μｍ」の１倍以上５倍以下の値であり、かつ深さが平均粒子径の０．５倍以上１倍未満の値である微小溝を特に砥粒の保持に適した溝（以下「高有効溝」ともいう。）と認定し、該高有効溝について算出される保持率が上述した好ましい範囲にある態様で好ましく実施され得る。

[0051] 上記保持率は、例えば、使用する砥粒の平均粒子径および研磨定盤の表面状態の一方または両方を変更することにより、ここに開示される好ましい範囲となるように調節することができる。砥粒の平均粒子径を変更する方法としては、使用する砥粒を平均粒子径の異なるものに変更する方法や、２種以上の粒径の異なる砥粒を適切な割合でブレンドして用いる方法等を採用することができる。研磨定盤の表面状態は、該研磨定盤の表面状態を調整する（すなわち、表面調整を行う）ことにより変更することができる。

[0052] 研磨定盤の表面調整は、例えば、適切な平均粒子径の砥粒を含む表面調整用スラリーを用いて研磨定盤の表面を研磨し、該表面を一定の粗さに荒らすことにより行うことができる。したがって、上記砥粒としては、研磨定盤を荒らしやすい材質のものを使用することが望ましい。研磨定盤の表面調整に好ましく使用し得る砥粒として、例えば、ＧＣ砥粒、二ホウ化チタン砥粒、炭化ホウ素砥粒などの高硬度砥粒が例示される。なかでもＧＣ砥粒が好ましい。

[0053] 研磨定盤の表面調整に使用する砥粒のサイズは、硬質金属材料の研磨に使用する砥粒の平均粒子径や目標とする保持率の値に応じて選択し得る。特に

限定するものではないが、ここに開示される技術の一態様において、平均粒子径が２５～１２０μｍ、より好ましくは４５～７５μｍの砥粒（例えばＧＣ砥粒）を、上記表面調整用の砥粒として好ましく採用することができる。上記表面調整用の砥粒としては、サイズおよび材質の一方または両方が異なる２種以上の砥粒をブレンドして用いてもよい。

[0054] 上記表面調整用スラリーにおける砥粒濃度や該スラリーを用いた研磨定盤の表面調整における研磨条件は特に限定されず、所望の表面状態が得られるように適宜設定することができる。例えば、上記表面調整用スラリーにおける砥粒濃度を５～２０重量％（例えば１０～１５重量％）程度とすることができる。

[0055] 上記の説明および後述する実施例から理解されるように、本明細書により開示される事項には、ここに開示されるいずれかの技術における研磨定盤の表面調整に用いられる砥粒が含まれる。また、該砥粒を含む表面調整用スラリーが含まれる。上記表面調整用砥粒としては、平均粒子径が２５～１２０μｍ（より好ましくは４５～７５μｍ）の砥粒を好ましく採用し得る。上記砥粒は、ＧＣ砥粒、二ホウ化チタン砥粒および炭化ホウ素砥粒の少なくとも１種を含み得る。なかでもＧＣ砥粒が好ましい。ここに開示される硬質金属製品製造方法は、上記表面調整用スラリーを用いて研磨定盤の表面調整を行う工程をさらに含み得る。本明細書により開示される事項には、また、ここに開示されるいずれかの硬質金属材料研磨用組成物と、ここに開示されるいずれかの表面調整用スラリーとを含む、硬質金属材料研磨用組成物セットが含まれる。この研磨用組成物セットは、上記硬質金属材料研磨用組成物に代えて、該組成物を構成する砥粒を含む態様であってもよい。また、上記硬質金属材料研磨用組成物セットは、上記表面調整用スラリーに代えて、該スラリーを構成する砥粒を含む態様であってもよい。

[0056] ＜研磨方法＞

ここに開示される技術において、研磨対象物（硬質金属材料）の研磨条件は特に限定されない。例えば、研磨能率の観点から、研磨対象物の加工面積

１ｃｍ$^2$あたりの研磨圧力は、好ましくは５０ｇ以上であり、より好ましくは１００ｇ以上である。また、負荷増大に伴う過度な発熱による研磨対象物表面の変質や砥粒の劣化を防ぐ観点から、通常、加工面積１ｃｍ$^2$あたりの研磨圧力は、１０００ｇ以下であることが適当である。

[0057] 線速度は、一般に、定盤回転数、キャリアの回転数、研磨対象物の大きさ、研磨対象物の数等の影響により変化し得る。ここに開示される技術において、上記線速度は１０ｍ／分以上とすることが好ましく、３０ｍ／分以上とすることがより好ましい。線速度の増大によって、より高い研磨能率が得られる傾向にある。また、研磨対象物の破損や過度な発熱を防ぐ観点から、通常、線速度は３００ｍ／分以下とすることが好ましく、２００ｍ／分以下とすることがより好ましい。

[0058] 研磨時における研磨用組成物の供給量は特に限定されない。上記供給量は、研磨対象物と研磨定盤との間に研磨用組成物がムラなく全面に供給されるのに十分な量となるように設定することが望ましい。好適な供給量は、研磨対象物の材質や、研磨装置の構成その他の研磨条件等によっても異なり得る。当業者であれば、本願明細書の記載および技術常識に基づいて、過度な負担なく適切な供給量を見出すことができる。

[0059] ここに開示される研磨用組成物は、使用後回収して再利用（循環使用）してもよい。より具体的には、研磨装置から排出される使用済みの研磨用組成物をタンク内にいったん回収し、タンク内から再び研磨装置へと供給するようにしてもよい。この場合、使用済みの研磨用組成物を廃液として処理する量を減らすことができる。このことは、環境負荷低減およびコスト低減の観点から好ましい。

[0060] 研磨用組成物の循環使用にあたっては、該研磨用組成物に当初含まれていた成分のうち研磨に使用されることにより消費されたり損失したりした成分（例えば砥粒）のうち少なくともいずれかの成分について、その減少分の一部または全部を補充するようにしてもよい。補充する成分は、使用済みの研磨用組成物に個別に添加してもよいし、二以上の成分を任意の濃度で含んだ

混合物のかたちで使用済みの研磨用組成物に添加してもよい。

[0061] 硬質金属材料のなかでも電子材料基板や結晶材料製造用基板などのように特に高い面精度が要求される材料を研磨対象物とする場合、ここに開示されるいずれかの砥粒または該砥粒を含む研磨用組成物を用いて研磨定盤による研磨（ラッピング）を行った後に、さらにポリシングを行うことが好ましい。上記ポリシングに用いられる研磨用組成物の砥粒としては、研磨対象物表面のうねり、粗さ、欠陥等を低減する観点から、０．３０μｍ以下の平均粒子径を有するものが好ましく、より好ましくは０．２５μｍ以下、さらに好ましくは０．２０μｍ以下である。また、研磨能率（研磨レート）向上の観点から、ポリシング用組成物に含まれる砥粒の平均粒子径は０．０１μｍ以上であることが好ましく、より好ましくは０．０２μｍ以上である。ポリシング用組成物に好適に用いられる砥粒は、コロイダルシリカなどのコロイド状酸化物粒子であり得る。ポリシング用組成物中の砥粒の平均粒子径は、例えば日機装株式会社製の「Ｎａｎｏｔｒａｃ　ＵＰＡ－ＵＴ１５１」を用いて、動的光散乱法により測定することができる。

[0062] ポリシング用組成物のｐＨは、特に限定されないが、１～４または８～１１であることが好ましい。ポリシング用組成物のｐＨの調整は、研磨定盤による研磨（ラッピング）に用いられる研磨用組成物の場合と同様、種々の酸、塩基またはそれらの塩を用いて行うことができる。ポリシング用組成物は、必要に応じて、キレート剤や水溶性高分子、界面活性剤、防腐剤、防黴剤、防錆剤などの添加剤を含んでいてもよい。ポリシング用組成物は、該組成物の原液を水で希釈することによって調製されてもよい。

[0063] 以下、本発明に関するいくつかの実施例を説明するが、本発明をかかる実施例に示すものに限定することを意図したものではない。

[0064] ＜研磨定盤の表面調整＞

以下の条件Ａ～Ｅにより、後述する研磨実験に使用する鋳鉄製の研磨定盤（溝なし）の表面調整を行った。上記研磨定盤の各部のサイズは、直径２０ｃｍ、中心部の直径２．８ｃｍ、半径（中心部を除く）８．６ｃｍであり、

有効面積は３０７．８４５６ｃｍ$^2$である。

[0065] （調整条件Ａ）

研磨定盤の表面調整用の研磨機として、宇田川鐵工株式会社製のレンズ研磨機「ＡＬ－２」を使用した。この研磨機の鋳鉄製定盤上に処理対象物としての上記研磨定盤をセットし、表面調整用スラリーを供給しながら上記定盤を回転させて表面調整を行った。表面調整用スラリーとしては、平均粒子径が４８μｍのＧＣ砥粒と平均粒子径が７４μｍのＧＣ砥粒とを、１：１の重量比で、合計１３重量％の濃度で含むものを使用した。上記スラリーの供給レートは１４ｍＬ/ｍｉｎとし、定盤回転数は１３０ｒｐｍとした。表面調整時間は、１．５時間～２時間の範囲で、上記研磨定盤の面内平坦性が±５μｍ以内になるように設定した。研磨定盤の面内平坦性は、日本エンギス株式会社製のマイクロゲージ「ＨＹＰＲＥＺ　ＤＩＶＩＳＩＯＮ」を用いて、上記処理対象物の中心を通って４５度の角度で交差する４本のラインに沿って測定を行うことにより評価した。

[0066] （調整条件Ｂ～Ｅ）

表面調整用スラリーに含まれる砥粒の平均粒子径をそれぞれ以下のように変更した他は調整条件Ａと同様にして、研磨定盤の表面調整を行った。使用した砥粒はいずれも株式会社フジミインコーポレーテッド社製のＧＣ砥粒であり、表面調整用スラリー中における該砥粒の濃度はいずれも１３重量％である。

調整条件Ｂ：平均粒子径　　７４μｍ

調整条件Ｃ：平均粒子径　１００μｍ

調整条件Ｄ：平均粒子径　　４８μｍ

調整条件Ｅ：平均粒子径　　１５μｍ

[0067] （保持率測定）

上記の条件で調整した研磨定盤の表面を、株式会社キーエンス製の形状測定レーザーマイクロスコープ「ＶＫ－Ｘ２００」で観察した。観察箇所は、研磨定盤の中心部を除く部分について、該研磨定盤の径方向に沿って５点、

中心からの距離がほぼ等間隔で大きくなるように選定した。これら５点の観察視野内において、研磨定盤の径方向に沿う１００μｍの長さの線分上の範囲について、該研磨定盤の表面に存在する微小溝の幅および深さを測定した。下記例１～２３に使用される各砥粒の平均粒子径に対して、上記微小溝のうち幅が「平均粒子径＋０．１μｍ」以上の値であってかつ深さが平均粒子径の１／２以上の値である微小溝を有効溝として検出し、それらの有効溝の合計幅が上記５点の観察視野における合計測定長さ（すなわち５００μｍ）に占める割合を算出することにより保持率を求めた。なお、各微小溝の幅は上記線分に沿って測定した。

[0068] ＜研磨実験＞

（研磨液の調製）

砥粒として、平均粒子径が２．１μｍ、２．６μｍ、３．７μｍおよび７．７μｍの４種類の二ホウ化チタン（$TiB_2$）粉末を用意した。これらの砥粒に添加剤として２０ｇ／Ｌのクエン酸および５ｇ／Ｌのポリアクリル酸を一定量添加した上で、上記砥粒を０．２～２０重量％の濃度（表１に示す各濃度）で含む研磨液になるように調製した。このようにして調製した研磨液のｐＨは約３．３～３．５であった。なお、上記二ホウ化チタン粉末の各平均粒子径は、株式会社堀場製作所製のレーザ回折／散乱式粒子径分布測定装置「ＬＡ－９５０」による測定値である。

[0069] （例１～２３）

表１に示す各条件で表面調整された研磨定盤をＮａｎｏ　ｆａｃｔｏｒ社製の研磨機「Ｆａｃｔ　２００」に取り付けた。この研磨機に、研磨対象物としてのステンレス鋼板（ＳＵＳ３０４からなる直径２５．４ｍｍの円盤）を３枚セットした。この研磨機に、上記で調製した研磨液のうちそれぞれ表１に示す組成の研磨液を供給して、以下の条件でラッピングを行った。

［ラッピング条件］

研磨荷重：１７０ｇ／ｃｍ$^2$

定盤回転数：７５ｒｐｍ（線速度４７ｍ／ｍｉｎ）

研磨液の供給レート：７ｍＬ／ｍｉｎ

[0070] （例２４～２６）

表面調整を行っていない研磨定盤に研磨パッドを取り付け、上記で調製した研磨液のうちそれぞれ表１に示す組成の研磨液を供給して、上記の条件でラッピングを行った。研磨パッドとしては、トーヨー・アドバンスト・テクノロジー株式会社製の硬質ウレタンパッド「ＮＰ－３１００Ｎ／パーフォレーション」を使用した。

[0071] （性能評価）

上記ラッピングの前後に研磨対象物の重量を測定し、それらの重量差から研磨能率を算出した。また、ラッピング後の表面について株式会社キーエンス社製の形状測定レーザーマイクロスコープ「ＶＫ－Ｘ２００」を用いて表面粗さ（算術平均粗さ（Ｒａ））を測定した。結果を表１に示す。

[0072] [表1]

表 1

| 例 | 表面調整条件 | 保持率 [%] | 平均粒子径 [μm] | 砥粒濃度 [重量%] | 研磨能率 [μm/min] | 表面粗さ Ra [nm] |
|---|---|---|---|---|---|---|
| 1 | A | 18 | 3.7 | 1.6 | 1.4 | 142 |
| 2 | A | 18 | 3.7 | 0.8 | 1.6 | 112 |
| 3 | A | 18 | 3.7 | 0.4 | 1.1 | 98 |
| 4 | B | 29 | 3.7 | 1.6 | 1.3 | 97 |
| 5 | B | 29 | 3.7 | 0.8 | 1.6 | 87 |
| 6 | C | 39 | 3.7 | 3.2 | 1.0 | 99 |
| 7 | C | 39 | 3.7 | 1.6 | 1.4 | 92 |
| 8 | D | 5 | 3.7 | 1.6 | 1.1 | 100 |
| 9 | D | 5 | 3.7 | 0.8 | 1.1 | 86 |
| 10 | A | 6 | 7.7 | 10 | 1.0 | 170 |
| 11 | A | 6 | 7.7 | 5 | 1.2 | 159 |
| 12 | A | 6 | 7.7 | 2.5 | 1.5 | 136 |
| 13 | A | 6 | 7.7 | 1.25 | 1.4 | 133 |
| 14 | A | 53 | 2.6 | 1.2 | 1.2 | 103 |
| 15 | A | 53 | 2.6 | 1 | 1.2 | 92 |
| 16 | A | 53 | 2.6 | 0.8 | 1.3 | 91 |
| 17 | A | 53 | 2.6 | 0.6 | 1.1 | 81 |
| 18 | E | 0 | 3.7 | 1.6 | 0.7 | 94 |
| 19 | E | 0 | 3.7 | 0.8 | 0.8 | 95 |
| 20 | E | 0 | 3.7 | 0.4 | 0.2 | 94 |
| 21 | A | 62 | 2.1 | 1.2 | 0.2 | 67 |
| 22 | A | 62 | 2.1 | 0.8 | 0.7 | 73 |
| 23 | A | 62 | 2.1 | 0.4 | 0.4 | 64 |
| 24 | 研磨パッド使用 | | 7.7 | 10 | 0.5 | 56 |
| 25 | 研磨パッド使用 | | 7.7 | 15 | 0.7 | 68 |
| 26 | 研磨パッド使用 | | 7.7 | 20 | 0.8 | 71 |

[0073] 表１に示されるように、保持率が５％より小さい例１８～２０および保持率が６０％より大きい例２１～２３に比べて、例１～１７では明らかに高い研磨能率が得られた。また、表１から、他の条件が同程度の場合、保持率が１５～３５％の範囲にあると、より良好な研磨能率が得られる傾向にあることがわかる。

一方、研磨パッドを用いた例２４～２６では、例１０と同組成の研磨液を用いた例２４において研磨能率が半減し、砥粒の濃度を２０重量％まで高くしてもなお例１～１７の研磨能率には及ばなかった。

[0074] 以上、本発明の具体例を詳細に説明したが、これらは例示にすぎず、請求の範囲を限定するものではない。請求の範囲に記載の技術には、以上に例示した具体例を様々に変形、変更したものが含まれる。

# 請求の範囲

[請求項1] 研磨定盤に供給されて硬質金属材料を研磨するための砥粒であって、

平均粒子径が２～１０μｍであり、

前記研磨定盤に対する保持率が５～６０％である、硬質金属材料研磨用砥粒。

[請求項2] 実質的に二ホウ化チタンからなる、請求項１に記載の砥粒。

[請求項3] 請求項１または２に記載の砥粒と、該砥粒を分散させる溶媒とを含む、研磨用組成物。

[請求項4] 前記砥粒の濃度が０．３～１０重量％である、請求項３に記載の研磨用組成物。

[請求項5] 硬質金属製品を製造する方法であって：

研磨定盤を備えた研磨装置に研磨対象物としての硬質金属材料をセットすること；

前記研磨定盤に研磨用組成物を供給すること；および

前記研磨対象物に対して前記研磨定盤を相対的に移動させることにより前記研磨対象物を研磨すること；

を包含し、

ここで、前記研磨用組成物として請求項３または４に記載の研磨用組成物を使用する、硬質金属製品製造方法。

[請求項6] 前記研磨定盤は、平均粒子径２５～１２０μｍの緑色炭化ケイ素砥粒により表面調整されたものである、請求項５に記載の方法。

[請求項7] 前記研磨定盤は鋳鉄製の表面を備える、請求項５または６に記載の方法。

[請求項8] 前記砥粒は実質的に二ホウ化チタンからなる、請求項５から７のいずれか一項に記載の方法。

[請求項9] 前記硬質金属材料はステンレス鋼である、請求項５から８のいずれか一項に記載の方法。

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2015/076036

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
*C09K3/14*(2006.01)i, *B24B37/00*(2012.01)i, *B24B37/14*(2012.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
C09K3/14, B24B37/00, B24B37/14

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

| | | | |
|---|---|---|---|
| Jitsuyo Shinan Koho | 1922-1996 | Jitsuyo Shinan Toroku Koho | 1996-2015 |
| Kokai Jitsuyo Shinan Koho | 1971-2015 | Toroku Jitsuyo Shinan Koho | 1994-2015 |

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

| Category* | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
|---|---|---|
| A | JP 2012-166326 A (Nihon Micro Coating Co., Ltd.), 06 September 2012 (06.09.2012), claims; paragraphs [0016] to [0020], [0025] to [0026] (Family: none) | 1-9 |
| A | JP 2014-117794 A (Fujibo Holdings, Inc.), 30 June 2014 (30.06.2014), claims; paragraphs [0003] to [0004], [0023] to [0024] (Family: none) | 1-9 |

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed
"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"&" document member of the same patent family

| Date of the actual completion of the international search | Date of mailing of the international search report |
|---|---|
| 30 November 2015 (30.11.15) | 08 December 2015 (08.12.15) |

| Name and mailing address of the ISA/ | Authorized officer |
|---|---|
| Japan Patent Office<br>3-4-3,Kasumigaseki,Chiyoda-ku,<br>Tokyo 100-8915,Japan | Telephone No. |

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**

International application No.
PCT/JP2015/076036

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

| Category* | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
|---|---|---|
| A | JP 2005-518091 A (Cabot Microelectronics Corp.),<br>16 June 2005 (16.06.2005),<br>claims 1, 6, 18 to 21; paragraphs [0001] to [0002], [0015], [0029]<br>& WO 2003/068883 A1<br>claims 1, 6, 18 to 21; paragraphs [0001] to [0002], [0015], [0029]<br>& US 6776810 B1 & DE 60318301 T<br>& TW 200302865 A & CN 1630697 A<br>& AT 382076 T & AU 2003216217 A<br>& KR 10-0972730 B1 | 1-9 |
| A | WO 2009/034924 A1 (Bando Chemical Industries, Ltd.),<br>19 March 2009 (19.03.2009),<br>claims; paragraphs [0002], [0036], [0043], [0064] to [0065]<br>(Family: none) | 1-9 |
| A | JP 2004-508947 A (3M Innovative Properties Co.),<br>25 March 2004 (25.03.2004),<br>claim 1; paragraphs [0032], [0046]<br>& WO 2002/020218 A2<br>claim 1; page 11, lines 20 to 28; page 15, line 30 to page 16, line 10<br>& US 2003/0134577 A1 & DE 60105177 T<br>& AU 8821201 A & CA 2418078 A<br>& TW 519505 B & AT 274401 T<br>& HK 1057187 A & KR 10-0793459 B1<br>& MX PA03001954 A | 1-9 |
| A | JP 2010-522093 A (3M Innovative Properties Co.),<br>01 July 2010 (01.07.2010),<br>claim 1; paragraphs [0037], [0114]<br>& WO 2008/116049 A2<br>claim 1; paragraphs [0045], [0126]<br>& US 2008/0233837 A1 & CA 2681316 A<br>& KR 10-2009-0122302 A & CN 101641184 A<br>& MX 2009010119 A & AU 2008228858 A<br>& RU 2009134876 A | 1-9 |
| A | JP 2002-283218 A (Noritake Super Abrasive Co., Ltd.),<br>03 October 2002 (03.10.2002),<br>paragraph [0015]<br>(Family: none) | 6 |
| A | JP 2002-060777 A (Ishii Hyoki Co., Ltd.),<br>26 February 2002 (26.02.2002),<br>paragraphs [0002] to [0005]; examples<br>(Family: none) | 6 |

Subject to be covered by this search:

Claim 1 includes any abrasive grains, which have an average grain size of 2-10 μm and are to be supplied to a polishing table for polishing a hard metal material, with the desired property of showing a holding rate to the polishing table of 5-60%.

However, paragraph [0067] of the description describes that the aforesaid "holding rate" is calculated by measuring the width and depth of microgrooves existing on the surface of the polishing table after surface control, and using the sum of the widths and the sum of the measured lengths of microgrooves the width and depth of which satisfy a specific relation with the average grain size of the abrasive grains to be used for polishing.

Since the above "holding rate" varies depending on a polishing table (material and conditions after surface control) and abrasive grains (either fixed abrasive grains or free abrasive grains) to be used, the specifying of the "holding rate" relating to "abrasive grains" the aforesaid factors of which are not specified has no technical meaning.

The same applies to the abrasive grains set forth in claim 2. Also, the same applies to claims 3-9 (excluding the parts depending on claims 6 and 7) wherein a polishing table to be used is not specified.

Namely, the invention relating to polishing of a hard metal material, wherein a polishing composition comprising abrasive grains and a solvent for dispersing the abrasive grains that are disclosed in the specification is used and the polishing is performed in such a manner that the polishing table to be used and the average grain size of the abrasive grains to be used for polishing satisfy a specific relationship, is exclusively disclosed under the provision of Article 5 of the PCT and, therefore, these claims are not supported under the provision of Article 6 of the PCT.

Such being the case, the search was made within a scope that is supported by the description and disclosed therein, i.e., the case of using a polishing composition comprising abrasive grains and a solvent for dispersing the abrasive grains that are described in the description in practice, and also using a polishing table being provided with a surface made of cast iron and having been surface-controlled with green silicon carbide abrasive grains having an average grain size of 25-120 μm as a table for polishing.

国際調査報告

国際出願番号　ＰＣＴ／ＪＰ２０１５／０７６０３６

Ａ．　発明の属する分野の分類（国際特許分類（ＩＰＣ））

Int.Cl.　C09K3/14(2006.01)i, B24B37/00(2012.01)i, B24B37/14(2012.01)i

Ｂ．　調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（ＩＰＣ））

Int.Cl.　C09K3/14, B24B37/00, B24B37/14

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

| | |
|---|---|
| 日本国実用新案公報 | １９２２－１９９６年 |
| 日本国公開実用新案公報 | １９７１－２０１５年 |
| 日本国実用新案登録公報 | １９９６－２０１５年 |
| 日本国登録実用新案公報 | １９９４－２０１５年 |

国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

Ｃ．　関連すると認められる文献

| 引用文献のカテゴリー＊ | 引用文献名　及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示 | 関連する請求項の番号 |
|---|---|---|
| A | JP 2012-166326 A（日本ミクロコーティング株式会社）2012.09.06, 特許請求の範囲、［００１６］－［００２０］、［００２５］－［００２６］（ファミリーなし） | １－９ |
| A | JP 2014-117794 A（富士紡ホールディングス株式会社）2014.06.30, 特許請求の範囲、［０００３］－［０００４］、［００２３］－［００２４］（ファミリーなし） | １－９ |

☑　Ｃ欄の続きにも文献が列挙されている。

☐　パテントファミリーに関する別紙を参照。

＊　引用文献のカテゴリー
「Ａ」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「Ｅ」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「Ｌ」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）
「Ｏ」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「Ｐ」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願の日の後に公表された文献
「Ｔ」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「Ｘ」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Ｙ」特に関連のある文献であって、当該文献と他の１以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「＆」同一パテントファミリー文献

| 国際調査を完了した日 | 国際調査報告の発送日 |
|---|---|
| ３０．１１．２０１５ | ０８．１２．２０１５ |


国際調査機関の名称及びあて先
日本国特許庁（ＩＳＡ／ＪＰ）
郵便番号１００－８９１５
東京都千代田区霞が関三丁目４番３号

特許庁審査官（権限のある職員）　４Ｖ　９６３５
富永　久子
電話番号　０３－３５８１－１１０１　内線　３４８３

Ｃ（続き）．　関連すると認められる文献

| 引用文献のカテゴリー＊ | 引用文献名　及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示 | 関連する請求項の番号 |
|---|---|---|
| Ａ | JP 2005-518091 A（キャボット　マイクロエレクトロニクス コーポレイション）2005.06.16, 請求項１、６、１８－２１、［０００１］－［０００２］、［００１５］、［００２９］<br>& WO 2003/068883 A1, 請求項 1, 6, 18-21, [0001]-[0002], [0015], [0029]<br>& US 6776810 B1　& DE 60318301 T<br>& TW 200302865 A　& CN 1630697 A<br>& AT 382076 T　& AU 2003216217 A<br>& KR 10-0972730 B1 | １－９ |
| Ａ | WO 2009/034924 A1（バンドー化学株式会社）2009.03.19, 特許請求の範囲、［０００２］、［００３６］、［００４３］、［００６４］－［００６５］<br>（ファミリーなし） | １－９ |
| Ａ | JP 2004-508947 A（スリーエム　イノベイティブ　プロパティズ カンパニー）2004.03.25, 請求項１、［００３２］、［００４６］<br>& WO 2002/020218 A2, 請求項 1, 11 頁 20-28 行, 15 頁 30 行-16 頁 10 行<br>& US 2003/0134577 A1　& DE 60105177 T<br>& AU 8821201 A　& CA 2418078 A<br>& TW 519505 B　& AT 274401 T<br>& HK 1057187 A　& KR 10-0793459 B1<br>& MX PA03001954 A | １－９ |
| Ａ | JP 2010-522093 A（スリーエム　イノベイティブ　プロパティズ カンパニー）2010.07.01, 請求項１、［００３７］、［０１１４］<br>& WO 2008/116049 A2, 請求項 1, [0045], [0126]<br>& US 2008/0233837 A1　& CA 2681316 A<br>& KR 10-2009-0122302 A　& CN 101641184 A<br>& MX 2009010119 A　& AU 2008228858 A<br>& RU 2009134876 A | １－９ |
| Ａ | JP 2002-283218 A（株式会社ノリタケスーパーアブレーシブ）2002.10.03, ［００１５］<br>（ファミリーなし） | ６ |
| Ａ | JP 2002-060777 A（株式会社石井表記）2002.02.26, ［０００２］－［０００５］、実施例<br>（ファミリーなし） | ６ |

＜調査の対象について＞

請求項１は、研磨定盤に対する保持率が５～６０％であるという所望の特性を有する、平均粒子径が２～１０μｍの研磨定盤に供給されて硬質金属材料を研磨するためのあらゆる砥粒を包含するものである。

しかし、明細書[００６７]には、上記「保持率」は、表面調整後の研磨定盤の表面に存在する微小溝の幅及び深さを測定し、研磨に使用する砥粒の平均粒子径と微小溝の幅及び深さとが特定の関係を満たす場合の微小溝について、その合計幅及び合計測定長さから計算されることが記載されている。上記「保持率」は、使用する研磨定盤（材質、表面調整後の状態）、遊離砥粒と固定砥粒のいずれであるかによって異なるものであるから、当該事項についてなんら特定のない「砥粒」に関しての「保持率」の特定は、技術的に意味のない特定である。請求項２の砥粒についても同様であり、請求項３－９（請求項６及び７を引用する部分を除く）についても、使用する研磨定盤の特定がないことから、同様である。

よって、ＰＣＴ第５条の意味において開示されているのは、明細書に記載された、砥粒と、砥粒を分散させる溶媒を含む研磨用組成物を用い、使用する研磨定盤と研磨に使用する砥粒の平均粒子径とが特定の関係を満たすように研磨を行う、硬質金属材料の研磨に関する発明のみであり、ＰＣＴ第６条の意味での裏付けを欠いている。

このため、調査は、明細書に裏付けられ、開示されている範囲、すなわち、明細書に具体的に記載されている、砥粒と、砥粒を分散させる溶媒を含む研磨用組成物を用い、研磨定盤として、鋳鉄製の表面を備え、かつ、平均粒子径２５～１２０μｍの緑色炭化ケイ素砥粒により表面調整された研磨定盤を用いるものについて行った。