

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4339034号  
(P4339034)

(45) 発行日 平成21年10月7日(2009.10.7)

(24) 登録日 平成21年7月10日(2009.7.10)

(51) Int.Cl.

F 1

**C 0 9 K 3 / 1 4 (2006.01)**

C 0 9 K 3 / 1 4 5 5 O D

**B 2 4 B 3 7 / 0 0 (2006.01)**

C 0 9 K 3 / 1 4 5 5 O Z

**G 1 1 B 5 / 8 4 (2006.01)**

B 2 4 B 3 7 / 0 0 H

G 1 1 B 5 / 8 4 A

請求項の数 9 (全 15 頁)

(21) 出願番号 特願2003-270150 (P2003-270150)  
 (22) 出願日 平成15年7月1日(2003.7.1)  
 (65) 公開番号 特開2005-23266 (P2005-23266A)  
 (43) 公開日 平成17年1月27日(2005.1.27)  
 審査請求日 平成17年12月8日(2005.12.8)

前置審査

(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 100095832  
 弁理士 細田 芳徳  
 (72) 発明者 北山 博昭  
 和歌山市湊1334番地 花王株式会社研  
 究所内  
 (72) 発明者 藤井 滋夫  
 和歌山市湊1334番地 花王株式会社研  
 究所内  
 審査官 藤原 浩子

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 研磨液組成物

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

二次粒子の平均粒径が0.1～0.5 μmの - アルミナ、中間アルミナ、過酸化水素、酸0.01～5重量%、及び水を含有するpHが1～4の研磨液組成物であって、前記酸が、硫酸、リン酸、ポリリン酸、及びヒドロキシエチレンジホスホン酸からなる群より選ばれるpK<sub>1</sub>が2.5未満の酸と、クエン酸、酒石酸及び酢酸からなる群より選ばれるpK<sub>1</sub>が2.5以上の酸とを、重量比{(pK<sub>1</sub>が2.5未満の酸)/(pK<sub>1</sub>が2.5以上の酸)}が、9/1～1/9で含有してなる磁気ディスク基板用研磨液組成物。

【請求項2】

- アルミナと中間アルミナの重量比率( - アルミナ/中間アルミナ)が99/1～30/70である請求項1記載の研磨液組成物。

【請求項3】

- アルミナの含有量が、0.05～40重量%である、請求項1又は2記載の研磨液組成物。

【請求項4】

中間アルミナの二次粒子の平均粒径が、0.1～0.5 μmである、請求項1～3いずれか記載の研磨液組成物。

【請求項5】

中間アルミナの含有量が、0.05～40重量%である、請求項1～4いずれか記載の研磨液組成物。

## 【請求項 6】

過酸化水素の含有量が、0.002 ~ 20 重量%である、請求項 1 ~ 5 いずれか記載の研磨液組成物。

## 【請求項 7】

p K 1 が 2.5 未満の酸が硫酸である、請求項 1 ~ 6 いずれか記載の研磨液組成物。

## 【請求項 8】

請求項 1 ~ 7 いずれか記載の研磨液組成物を用いて、被研磨基板のうねりを低減する方法。

## 【請求項 9】

請求項 1 ~ 7 いずれか記載の研磨液組成物を用いて、被研磨基板を研磨する工程を有する基板の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、高い研磨速度を持ち、被研磨基板のうねりの低減が可能な研磨液組成物に関する。さらに、該研磨液組成物を用いたうねり低減方法及び基板の製造方法に関する。

## 【背景技術】

## 【0002】

ハードディスクは、最小記録面積を小さくし高容量化を推進するために、磁気ヘッドの浮上量を小さくすることが求められている。このヘッドの浮上量を小さくするためにはハードディスク基板の研磨工程での短波長うねり（波長 50 ~ 500 μm のうねり）、ならびに長波長うねり（波長 0.5 mm 以上のうねり）の低減が必要である。ここで言う「うねり」とは表面粗さよりも波長の長い表面凹凸のことである。このようなうねりを低減した基板を製造するために、研磨パッドの孔径制御、硬さ制御や研磨時の研磨荷重や回転数を制御するといった機械的条件が検討されている。しかし、このような機械的条件は効果があるものの充分とは言えない。一方、研磨液組成物によるうねりの低減も検討されている。特許文献 1 では、アルミナ、水溶性過酸化物及びペーマイトが、また、特許文献 2 では一次研磨粒子、分散コロイド粒子及び酸化剤を含有した研磨液組成物が検討されている。また、特許文献 3 ではコロイダルシリカと酸化剤と有機ホスホン酸を含有した研磨液組成物が、さらに特許文献 4 では中間アルミナを用いた研磨液組成物の開示がある。しかし、これらの研磨液組成物では、実用化に必要な研磨速度を有した上でのうねり低減という観点で十分とは言えない。

【特許文献 1】特開平 3 - 115383 号公報

【特許文献 2】特開 2001 - 260005 号公報

【特許文献 3】特開 2002 - 327170 号公報

【特許文献 4】特開 2003 - 41239 号公報

## 【発明の開示】

## 【発明が解決しようとする課題】

## 【0003】

本発明は、高い研磨速度を持ち、被研磨基板のうねり低減可能な研磨液組成物、また、該研磨液組成物を用いた被研磨基板のうねり低減方法、及び該研磨液組成物を用い、うねりを低減させた高品質の基板の製造方法を提供することを目的とする。

## 【課題を解決するための手段】

## 【0004】

即ち、本発明の要旨は、

〔1〕 - アルミナ、中間アルミナ、酸化剤及び水を含有する研磨液組成物、

〔2〕 前記〔1〕記載の研磨液組成物を用いて、被研磨基板のうねりを低減する方法、並びに

〔3〕 前記〔1〕記載の研磨液組成物を用いて、被研磨基板を研磨する工程を有する基板の製造方法

10

20

30

40

50

に関する。

【発明の効果】

【0005】

本発明の研磨液組成物を精密部品用基板等の研磨に用いることにより、高い研磨速度で被研磨物のうねりを低減させるという効果が奏される。また、得られる被研磨物は、研磨くず等の汚れの付着が少ないものであるため、研磨後の洗浄を簡便に行なうことができることから、うねりを低減した高品質の基板を経済的に製造することができるという効果が奏される。

【発明を実施するための最良の形態】

【0006】

本発明の研磨液組成物は、研磨材に - アルミナと中間アルミナとを併用し、研磨促進剤として酸化剤を用いることに大きな特徴があり、かかる特徴を有する研磨液組成物を用いることで、高い研磨速度を達成し、かつ被研磨基板のうねりを有意に低減することができるという顕著な効果が発現される。

- アルミナと中間アルミナとの併用による研磨速度向上とうねり低減効果の作用機構については、互いに異なる粒径粒子で、かつ硬度が異なることにより充填性が向上し、被研磨物表面への研磨物理力が効果的に作用していると推測している。

【0007】

本発明の研磨液組成物は研磨材として - アルミナを含有する。 - アルミナとしては、ギブサイト、バイヤライト、ノルドストランダイト、ジアスポア、ペーマイト、擬ペーマイト、アルミノゲル、 - アルミナ、及び - アルミナ等を常法に従い、1100 以上の温度で焼成したアルミナが好ましい。 - アルミナはうねり低減、表面粗さ低減、研磨速度向上及び表面欠陥防止の観点からアルミナとしての純度が95%以上の酸化アルミニウムが好ましく、より好ましくは97%であり、さらに好ましくは99%以上である。

【0008】

- アルミナの一次粒子の平均粒径は、うねり低減の観点から、0.005 ~ 0.8  $\mu\text{m}$  が好ましく、より好ましくは0.01 ~ 0.4  $\mu\text{m}$  であり、二次粒子の平均粒径は0.01 ~ 2  $\mu\text{m}$  が好ましく、より好ましくは0.05 ~ 1.0  $\mu\text{m}$  であり、さらに好ましくは0.1 ~ 0.5  $\mu\text{m}$  である。研磨材の一次粒子の平均粒径は、走査型電子顕微鏡で観察（好適には3000 ~ 30000 倍）又は透過型電子顕微鏡で観察（好適には10000 ~ 300000倍）して画像解析を行い、長径と短径の平均値から数平均粒径として求めることができる。また、二次粒子の平均粒径はレーザー光回折法を用いて体積平均粒径として測定することができる。

- アルミナのBET法にて測定された比表面積は、研磨速度の向上及びうねり低減の観点から、0.1 ~ 50  $\text{m}^2 / \text{g}$  が好ましく、より好ましくは1 ~ 40  $\text{m}^2 / \text{g}$ 、最も好ましくは2 ~ 20  $\text{m}^2 / \text{g}$  である。

【0009】

- アルミナの含有量は、研磨速度の向上及びうねり低減の観点から研磨液組成物中において好ましくは0.05重量%以上、より好ましくは0.1 重量%以上、さらに好ましくは0.5 重量%以上、特に好ましくは1 重量%以上である。また、表面品質及び経済性の観点から、好ましくは40重量%以下、より好ましくは30重量%以下、さらに好ましくは25重量%以下、特に好ましくは20重量%以下である。即ち、研磨液組成物中の - アルミナの含有量は好ましくは0.05 ~ 40重量%、より好ましくは0.1 ~ 30重量%、さらに好ましくは0.5 ~ 25重量%、特に好ましくは1 ~ 20重量%である。

【0010】

本発明には研磨速度向上、うねり低減の観点から、中間アルミナを含有する。本発明の中間アルミナとは - アルミナ粒子以外の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、これらの混合物等が挙げられる。その中でも研磨速度向上及びうねり低減の観点から、以下の中間アルミナが好ましい。その結晶型は、好ましくは - アルミナ、 - アルミナ、 - アルミナ及びこれらの混合物、特に好ましくは - アルミナ、 - アルミナである。また、BET 法にて

10

20

30

40

50

測定された比表面積は好ましくは $30 \sim 300 \text{m}^2/\text{g}$ 、より好ましくは $50 \sim 200 \text{m}^2/\text{g}$ である。中間アルミナの二次粒子の平均粒径は、うねり低減の観点から $0.01 \sim 5 \mu\text{m}$ が好ましく、より好ましくは $0.01 \sim 2 \mu\text{m}$ 、さらに好ましくは $0.05 \sim 1 \mu\text{m}$ 、特に好ましくは $0.1 \sim 0.5 \mu\text{m}$ である。この平均粒径は例えば堀場製作所製「LA-920」のようなレーザー光回折法を用いて体積平均粒径として測定することができる。

#### 【0011】

中間アルミナにおけるアルカリ金属及びアルカリ土類金属の含有量は、 $0.1$ 重量%以下が好ましく、 $0.05$ 重量%以下がより好ましく、更には $0.01$ 重量%以下が特に好ましい。例えば、比表面積が比較的大きく、アルカリ金属及びアルカリ土類金属含有量の少ない水酸化アルミニウムを原料とした場合、製造された中間アルミナの融着が少なく粒子強度も小さいため、被研磨物の表面欠陥に有効となる。

10

#### 【0012】

中間アルミナの原料となる水酸化アルミニウムとしては、BET法による比表面積が好ましくは $10 \sim 500 \text{m}^2/\text{g}$ 、より好ましくは $30 \sim 400 \text{m}^2/\text{g}$ 、特に好ましくは $50 \sim 300 \text{m}^2/\text{g}$ である。また、アルカリ金属及びアルカリ土類金属の含有量は $0.1$ 重量%以下が好ましく、 $0.05$ 重量%以下がより好ましく、更には $0.01$ 重量%以下が特に好ましい。さらに、水酸化アルミニウムから加熱脱水にて中間アルミナを製造する場合に、加熱時に乾燥空気あるいは窒素ガスを導入することは、被研磨物の表面欠陥防止に有効である。なお、前記加熱脱水処理は常法で行うことができる。これらの中間アルミナは必要に応じてボールミル、ビーズミル高圧ホモジナイザー、ジェットミル等の粉碎機により湿式あるいは乾式粉碎し、所定の粒径に調整することができる。

20

#### 【0013】

なお、水酸化アルミニウムは化学式 $\text{Al}(\text{OH})_3$ 、 $\text{AlOOH}$ 、 $\text{AlOOH} \cdot n\text{H}_2\text{O}$ 又は、 $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$  ( $n$ は $1 \sim 3$ )で示されるもので、加熱脱水して中間アルミナを製造できるものであれば特に限定するものではない。具体例としてはギブサイト、バイヤライト、ノルドストランダイト、ジアスポア、ペーマイト、擬ペーマイト、アルミノゲル等が挙げられる。

#### 【0014】

この中間アルミナの研磨時の作用機構は不明であるが、  
- アルミナ単独や中間アルミナ単独に比較して、両者を混合することで研磨速度が向上することから被研磨物の表面に対する物理力の向上が発現しているものと考えられる。

30

#### 【0015】

中間アルミナの含有量は、研磨速度の向上及びうねり低減の観点から研磨液組成物中において好ましくは $0.05$ 重量%以上、より好ましくは $0.1$ 重量%以上、さらに好ましくは $0.5$ 重量%以上であり、特に好ましくは $1$ 重量%以上である。また、表面品質、経済性の観点から好ましくは $40$ 重量%以下、より好ましくは $30$ 重量%以下、さらに好ましくは $25$ 重量%以下であり、特に好ましくは $20$ 重量%以下である。即ち、研磨液組成物中の中間アルミナの含有量は好ましくは $0.05 \sim 40$ 重量%、より好ましくは $0.1 \sim 30$ 重量%、さらに好ましくは $0.5 \sim 25$ 重量%、特に好ましくは $1 \sim 20$ 重量%である。

#### 【0016】

40

- アルミナと中間アルミナの重量比率 ( - アルミナ / 中間アルミナ ) は、研磨速度の向上とうねり低減の両立の観点から、好ましくは $99 / 1 \sim 30 / 70$ 、より好ましくは $97 / 3 \sim 40 / 60$ 、さらに好ましくは $95 / 5 \sim 50 / 50$ 、最も好ましくは $93 / 7 \sim 55 / 45$ である。

#### 【0017】

また、  
- アルミナと中間アルミナの合計量は、研磨速度の向上とうねり低減を効率的に両立させるために、好ましくは $0.1 \sim 45$ 重量%、より好ましくは $0.2 \sim 35$ 重量%、さらに好ましくは $1 \sim 30$ 重量%、特に好ましくは $2 \sim 25$ 重量%である。

#### 【0018】

本発明の研磨液組成物は研磨速度の向上及びうねり低減の観点から、酸化剤を含有する

50

。研磨の機構については不明であるが、酸化剤を被研磨材に作用させることにより、アルミナの研磨効力を十分に発揮できる状態に変化していると推測される。本発明の酸化剤としては過酸化物、金属のペルオキソ酸又はその塩、酸素酸又はその塩、硝酸塩、硫酸塩、酸の金属塩等が挙げられる。酸化剤にはその構造から無機系酸化剤と有機系酸化剤に大別される。それら酸化剤の具体例を以下に示す。無機酸化剤としては、過酸化水素、更には過酸化ナトリウム、過酸化カリウム、過酸化カルシウム、過酸化バリウム、過酸化マグネシウムの様なアルカリ金属、又はアルカリ土類金属の過酸化物類、ペルオキソ炭酸ナトリウム、ペルオキソ炭酸カリウム等のペルオキソ炭酸塩類、ペルオキソ二硫酸アンモニウム、ペルオキソ二硫酸ナトリウム、ペルオキソ二硫酸カリウム、ペルオキソー硫酸等のペルオキソ硫酸又はその塩類、ペルオキソ硝酸、ペルオキソ硝酸ナトリウム、ペルオキソ硝酸カリウム等のペルオキソ硝酸又はその塩類、ペルオキシリン酸ナトリウム、ペルオキシリン酸カリウム、ペルオキシリン酸アンモニウム等のペルオキシリン酸又はその塩類、ペルオキシホウ酸ナトリウム、ペルオキシホウ酸カリウム等のペルオキシホウ酸塩類、ペルオキシクロム酸カリウム、ペルオキシクロム酸ナトリウム等のペルオキシクロム酸塩類、過マンガン酸カリウム、過マンガン酸ナトリウム等の過マンガン酸塩類、過塩素酸ナトリウム、過塩素酸カリウム、塩素酸、次亜塩素酸ナトリウム、過沃素酸ナトリウム、過沃素酸カリウム、沃素酸、沃素酸ナトリウム等のハロゲン酸又はその誘導体類、塩化鉄(III)、硫酸鉄(III)等の無機酸金属塩が用いることができる。有機酸化剤としては、過酢酸、過ギ酸、過安息香酸等の過カルボン酸類、*t*-ブチルパーオキサイド、クメンパーオキサイド等のパーオキサイド類、クエン酸鉄(III)を用いることができる。これらの内、研磨速度向上性や入手性、水溶性等の取り扱い性を比較した場合、無機系酸化剤の方が好ましい。さらに、環境問題の点を考慮すると重金属を含まない無機過酸化物が好ましい。また、被研磨基板の表面汚れ防止の観点からは、より好ましくは、過酸化水素、ペルオキソ硫酸塩類、ハロゲン酸又はその誘導体であり、特に好ましくは過酸化水素である。また、これらの過酸化物は1種でもよいが、2種以上を混合して用いても良い。

#### 【0019】

酸化剤の含有量は、研磨速度の向上及びうねり低減の観点から、研磨液組成物中において好ましくは0.002重量%以上、より好ましくは0.005重量%以上、さらに好ましくは0.007重量%以上、特に好ましくは0.01重量%以上である。また、表面品質、経済性の観点から好ましくは20重量%以下、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、特に好ましくは5重量%以下である。即ち、研磨液組成物中の酸化剤の含有量は好ましくは0.002～20重量%、より好ましくは0.005～15重量%、さらに好ましくは0.007～10重量%、特に好ましくは0.01～5重量%である。

#### 【0020】

本発明の研磨液組成物には研磨速度の向上、及びうねり低減の観点からさらに酸を含有することが好ましい。

#### 【0021】

本発明に用いられる酸は、研磨速度の向上、うねり低減の観点から、その $pK_1$ が好ましくは7以下、より好ましくは5以下、更に好ましくは3以下、特に好ましくは2以下である。ここで $pK_1$ とは酸解離定数(25)の逆数の対数値を $pK_a$ と表したとき、その内の第1酸解離定数の逆数の対数値である。各化合物の $pK_1$ は例えば化学便覧改訂4版(基礎編)II、pp316～325(日本化学会編)等に記載されている。

#### 【0022】

本発明に用いられる酸の具体例を以下に示す。無機化合物としては硝酸、塩酸、過塩素酸、アミド硫酸等の一価の鉱酸類と、硫酸、亜硫酸、リン酸、ピロリン酸、ポリリン酸、ホスホン酸、ホスフィン酸等の多価鉱酸類が挙げられる。また、有機化合物としてはギ酸、酢酸、グリコール酸、乳酸、プロパン酸、ヒドロキシプロパン酸、酪酸、安息香酸、グリシン等のモノカルボン酸類、シュウ酸、コハク酸、グルタル酸、アジピン酸、マレイン酸、フマル酸、イタコン酸、リンゴ酸、酒石酸、クエン酸、イソクエン酸、フタル酸、ニトロトリ酢酸、エチレンジアミン四酢酸等の多価カルボン酸類、メタンスルホン酸、パラ

トルエンスルホン酸等のアルキルスルホン酸類、エチルリン酸、ブチルリン酸等のアルキルリン酸類、ホスホノヒドロキシ酢酸、ヒドロキシエチリデンジホスホン酸、ホスホノブタントリカルボン酸、エチレンジアミンテトラメチレンホスホン酸等のホスホン酸類等が挙げられる。これらの内、研磨速度の向上、及びうねり低減の観点から多価酸が好ましく、より好ましくは多価鉱酸、多価有機カルボン酸及び多価有機ホスホン酸、最も好ましくは多価鉱酸及び多価有機カルボン酸である。ここで多価酸とは分子内に2つ以上の、水素イオンを発生させ得る水素を持つ酸をあらわす。また、被研磨物の表面汚れ防止の観点からは、硝酸、硫酸、スルホン酸及びカルボン酸が好ましい。

#### 【0023】

前記酸は単独で用いても良いが、2種以上を混合することが好ましい。特にNi-Pメッキ基板のような金属表面を研磨する場合で、研磨中に被研磨物の金属イオンが溶出して研磨液組成物のpHが上昇し高い研磨速度が得られないとき、pH変化を小さくするためにpK<sub>1</sub>が2.5未満の酸とpK<sub>1</sub>が2.5以上の酸の組み合わせが好ましく、pK<sub>1</sub>が1.5以下の酸とpK<sub>1</sub>が2.5以上の酸の組み合わせがさらに好ましい。このような2種以上の酸を含有する場合、研磨速度向上及びうねり低減、かつ入手性を考慮すると、pK<sub>1</sub>が2.5未満の酸の中では硝酸、硫酸、リン酸、ポリリン酸等の鉱酸や有機ホスホンを用いることが好ましい。一方、pK<sub>1</sub>が2.5以上の酸としては、同様な観点から、酢酸、コハク酸、リンゴ酸、酒石酸、クエン酸等の有機カルボン酸が好ましい。

#### 【0024】

前記酸の含有量は、研磨速度の向上、うねり低減の観点から研磨液組成物中において好ましくは0.002重量%以上、より好ましくは0.005重量%以上、さらに好ましくは0.007重量%以上、特に好ましくは0.01重量%以上である。また、表面品質、経済性の観点から好ましくは20重量%以下、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、特に好ましくは5重量%以下である。即ち、研磨液組成物中の酸の含有量は好ましくは0.002～20重量%、より好ましくは0.005～15重量%、さらに好ましくは0.007～10重量%、特に好ましくは0.01～5重量%である。研磨速度向上の観点から、pK<sub>1</sub>が2.5未満の酸とpK<sub>1</sub>が2.5以上の酸の重量比〔(pK<sub>1</sub>が2.5未満の酸)/(pK<sub>1</sub>が2.5以上の酸)〕は9/1～1/9が好ましく、7/1～1/7がより好ましく、5/1～1/5が更に好ましい。

#### 【0025】

本発明の研磨液組成物中の水は、媒体として使用されるものであり、その含有量は被研磨物を効率良く研磨する観点から、好ましくは50～99重量%、より好ましくは60～97重量%、さらに好ましくは70～95重量%である。

#### 【0026】

また、本発明の研磨液組成物には、さらに研磨速度向上やうねり低減、その他の目的に応じて他の成分を配合することができ、例えば、無機塩、増粘剤、防錆剤、塩基性物質等が挙げられる。無機塩の例としては硝酸アンモニウム、硫酸アンモニウム、硫酸カリウム、硫酸ニッケル、硝酸アルミニウム、硫酸アルミニウム、スルファミン酸アンモニウム等が挙げられる。これらの成分は単独で用いても良いし、2種類以上混合して用いても良い。また、その含有量は経済性の観点から、好ましくは研磨液組成物中0.05～20重量%、より好ましくは0.05～10重量%、さらに好ましくは0.05～5重量%である。

#### 【0027】

さらに、他の成分として必要に応じて殺菌剤や抗菌剤等を配合することができる。これらの殺菌剤、抗菌剤の含有量は機能を発揮する観点、研磨性能への影響、経済面の観点から研磨液組成物中0.0001～0.1重量%、より好ましくは0.001～0.05重量%、さらに好ましくは0.002～0.02重量%である。

#### 【0028】

尚、本発明の研磨液組成物の各成分濃度は、研磨する際の好ましい濃度であるが、該組成物の製造時の濃度であって良い。通常、組成物は濃縮液として組成物は製造され、これ

10

20

30

40

50

を使用するあるいは使用時に希釈して用いる場合が多い。

【0029】

また、研磨液組成物は目的成分を任意の方法で添加、混合して製造することができる。

【0030】

研磨液組成物のpHは、被研磨物の種類や要求品質等に応じて適宜決定することが好ましい。例えば、研磨液組成物のpHは、研磨速度、うねり低減の観点と、加工機械の腐食防止性、作業者の安全性の観点から7未満が好ましく、0.1～6がより好ましく、さらに好ましくは0.5～5であり、特に好ましく1～4、最も好ましくは1～3である。該pHは、必要により、硝酸、硫酸等の無機酸、オキシカルボン酸、多価カルボン酸やアミノポリカルボン酸、アミノ酸等の有機酸、及びその金属塩やアンモニウム塩、アンモニア、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、アミン等の塩基性物質を適宜、所望量で配合することで調整することができる。

10

【0031】

本発明の基板の製造方法は、前記研磨液組成物を用いて被研磨基板を研磨する工程を有している。

【0032】

本発明の対象である被研磨基板に代表される被研磨物の材質は、例えば、シリコン、アルミニウム、ニッケル、タンゲステン、銅、タンタル、チタン等の金属又は半金属、及びこれらの金属を主成分とした合金、ガラス、ガラス状カーボン、アモルファスカーボン等のガラス状物質、アルミナ、二酸化ケイ素、窒化ケイ素、窒化タンタル、窒化チタン等のセラミック材料、ポリイミド樹脂等の樹脂等が挙げられる。これらの中では、アルミニウム、ニッケル、タンゲステン、銅等の金属及びこれらの金属を主成分とする合金が被研磨物であるか、又はそれらの金属を含んだ半導体素子等の半導体基板が被研磨物に好適である。特に、Ni-Pメッキされたアルミニウム合金からなる基板に本発明の研磨液組成物を適用した場合、うねりが顕著に低減でき、好適である。被研磨物の形状には特に制限がなく、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が本発明の研磨液組成物を用いた研磨の対象となる。その中でも、ディスク状の被研磨物の研磨に特に優れている。

20

【0033】

本発明は前記被研磨基板のうねり低減方法にも関する。本発明の研磨液組成物を用いる被研磨基板のうねり低減方法において、上記に挙げた被研磨基板を、本発明の研磨液組成物を用いて研磨することにより、うねりを顕著に低減できる。例えば、多孔質の有機高分子系の研磨布等を貼り付けた研磨盤で基板を挟み込み、本発明の研磨液組成物を研磨面に供給し、圧力を加えながら研磨盤や基板を動かすことにより、うねりを低減した高品質な基板を製造することができる。

30

【0034】

本発明の研磨液組成物は、精密部品用基板の研磨に好適に用いられる。例えば、磁気ディスク、光ディスク、光磁気ディスク等の磁気記録媒体の基板、フォトマスク基板、光学レンズ、光学ミラー、光学プリズム、半導体基板等の研磨に適している。半導体基板の研磨は、シリコンウェハ（ベアウェハ）のポリッシング工程、埋め込み素子分離膜の形成工程、層間絶縁膜の平坦化工程、埋め込み金属配線の形成工程、埋め込みキャパシタ形成工程等において行われる研磨がある。ポリッシング工程において特に効果があるが、これ以外の研磨工程、例えば、ラッピング工程等にも同様に適用することができる。本発明の研磨液組成物は、特に磁気ディスク基板の研磨に適している。

40

【実施例】

【0035】

実施例1～17（但し、実施例1～14は参考例である）、比較例1～5

〔研磨液配合方法〕

表1～3に示す - アルミナ（一次粒子の平均粒径0.07 $\mu$ m、二次粒子の平均粒径0.3 $\mu$ m、比表面積15m<sup>2</sup>/g、純度99.9%）、 - アルミナ（二次粒子の平均粒径0.2 $\mu$ m、比

50

表面積 $120\text{m}^2/\text{g}$ 、純度99.9% )、酸化剤及び酸やその他の添加物を所定量、残分をイオン交換水として攪拌混合してpH調整にアンモニアを用いて研磨液組成物を得た。

【0036】

[研磨方法]

ランク・テラーホブソン社製のタリーステップ(触針先端サイズ: $25\mu\text{m} \times 25\mu\text{m}$ 、ハイパスフィルター: $80\mu\text{m}$ 、測定長さ: $0.64\text{mm}$ )によって測定した中心線平均粗さRaが $0.2\mu\text{m}$ 、厚さ $1.27\text{mm}$ 、直径3.5インチのNi-Pメッキされたアルミニウム合金からなる基板の表面を両面加工機により、以下の両面加工機の設定条件でポリッシングし、磁気記録媒体用基板として用いられるNi-Pメッキされたアルミニウム合金基板の研磨物を得た。

【0037】

両面加工機の設定条件を下記に示す。

<両面加工機の設定条件>

両面加工機: スピードファーム(株)製、9B型両面加工機

加工圧力:  $9.8\text{kPa}$

研磨パッド: フジボウ(株)製「H9900S」(商品名)

定盤回転数:  $50\text{r/min}$

研磨液組成物供給流量:  $100\text{ml/min}$

研磨時間:  $5\text{min}$

投入した基板の枚数: 10枚

【0038】

[研磨速度]

研磨前後の各基板の重さを計り(Sartorius社製「BP-210S」)を用いて測定し、各基板の重量変化を求め、10枚の平均値を減少量とし、それを研磨時間で割った値を重量減少速度とした。重量の減少速度を下記の式に導入し、研磨速度( $\mu\text{m/min}$ )に変換した。比較例1の研磨速度を基準値1として各実験例の研磨速度の相対値(相対速度)を求めた。

$$\text{重量減少速度}(\text{g/min}) = \{ \text{研磨前の重量}(\text{g}) - \text{研磨後の重量}(\text{g}) \} / \text{研磨時間}(\text{min})$$

$$\text{研磨速度}(\mu\text{m/min}) = \text{重量減少速度}(\text{g/min}) / \text{基板片面面積}(\text{mm}^2) / \text{Ni-Pメッキ密度}(\text{g/cm}^3) \times 10^6$$

【0039】

[うねり]

研磨後の各基板を下記の条件で測定した。

機器: 「Zygo NewView200」

レンズ: 2.5倍 「Micheison」

ズーム比: 0.5

リムーブ: Cylinder

フィルター: FFT Fixed Band Pass

短波長うねり  $50 \sim 500\mu\text{m}$

長波長うねり  $0.5 \sim 5\text{mm}$

エリア:  $4.33\text{mm} \times 5.77\text{mm}$

【0040】

[表面汚れ]

研磨後の各基板を枚葉式洗浄機にてPVAパッドを用いた洗剤水洗浄及びイオン交換水洗浄した後、偏光顕微鏡にて300倍で観察し、表面汚れを4段階評価をした。

: 表面にアルミナ残留物や研磨くずが全く見られない。

: 表面にアルミナ残留物や研磨くずがほとんど見られない。

: 表面にアルミナ残留物や研磨くずがところどころ見られる。

×: 表面にアルミナ残留物や研磨くずが多く見られる。

【0041】

10

20

30

40

50



表 1、2 に結果を示す。研磨速度とうねりの値は比較例 1 の値を基準値 1 とした相対値とした。比較例と比べ、  
- アルミナ、中間アルミナ、酸化剤を有する実施例 1 ~ 12 で得られた研磨液組成物は研磨速度向上とうねり低減の両性能が共に極めて優れていることがわかる。特に、酸を添加した場合、その効果が顕著である。また、実施例 1 ~ 12 で得られた研磨液組成物は、被研磨基板の汚れ防止効果もあることがわかる。

【 0 0 4 2 】

【表 1】

	$\alpha$ -アルミナ (%)	$\theta$ -アルミナ (%)	酸化剤 (%)		酸 (%)	pH	研磨速度 相対値	うねり (相対値)		基板 汚れ
								短波長	長波長	
実施例 1	3	1	過酸化水素	0.6	—	4.1	2.5	0.59	0.77	○
実施例 2	3.5	0.5	過酸化水素	0.6	クエ/ 酸	2.0	29	0.24	0.43	◎
実施例 3	2	2	過酸化水素	0.6	クエ/ 酸	2.0	28	0.23	0.38	◎
実施例 4	1	3	過酸化水素	0.6	クエ/ 酸	2.0	20	0.21	0.34	◎
実施例 5	3	1	過酸化水素	0.6	クエ/ 酸	2.0	42	0.26	0.25	◎
実施例 6	3	1	過酸化水素	0.6	硝酸	0.8	36	0.27	0.42	◎
実施例 7	3	1	過酸化水素	0.6	硫酸	0.8	53	0.26	0.21	◎
実施例 8	3	1	過酸化水素	1.8	硫酸	0.5	63	0.25	0.19	◎
実施例 9	3	1	過酸化水素	0.6	メタンスルホン 酸	0.8	41	0.26	0.30	◎
実施例 10	3	1	過酸化水素	0.6	リン酸	1.4	34	0.27	0.35	○
実施例 11	3	1	過酸化水素	0.6	ヒドロキシエチルデノ メタンスルホン 酸	1.2	44	0.26	0.22	○
実施例 12	3	1	過酸化水素	0.6	ホリン酸	1.4	37	0.25	0.27	○
比較例 1	3	1	—	—	—	4.1	1	1	1	×

表中、%は重量%を示す。

【表 2】

	$\alpha$ -アルミナ (%)	$\theta$ -アルミナ (%)	酸化剤 (%)		酸及びその他の添加 物 (%)	pH	研磨速度 相対値	うねり (相対値)		基板 汚れ
								短波長	長波長	
比較例 1	3	1	—	—	—	4.1	1	1	1	×
比較例 2	3	0	過酸化水素	0.6	ペーマイト	4.1	1.1	0.91	0.92	○
比較例 3	3	0	硝酸アルミニウム	0.6	コロイダルシリカ*)	4.1	2.0	0.59	0.77	△
比較例 4	3	1	—	—	クエン酸	3.0	2.3	0.72	0.85	△
比較例 5	0	0	過酸化水素	0.6	コロイダルシリカ*) ヒドロキシエチルデ ン ホスホン酸	1.2	1.5	0.27	0.92	◎

表中、%は重量%を示す。

\*) 平均粒径 0.05  $\mu$ m、純度 99.9%

## 【0044】

表 3 には、人体への安全性や機械への腐食性を考慮した、pH が表 1 より高い場合の結果を示す。実施例 13 ~ 17 で得られた研磨液組成物は、比較例 1 のものに比べて研磨速度向上及びうねり低減共に優れていることがわかる。また、単独の酸の場合（実施例 13

10

20

30

40

50

、 14 ) に比べ、実施例 15 ~ 17 のように 2 種類の酸、例えばカルボン酸類と鉍酸である硫酸とを併用すると研磨速度向上とうねり低減の効果はさらに高まることもわかる。また、実施例 13 ~ 17 で得られた研磨液組成物は、いずれも被研磨基板の汚れ防止効果もあることがわかる。

【 0 0 4 5 】

【表 3】

	$\alpha$ -アルミナ (%)	$\theta$ -アルミナ (%)	酸化剤 (%)		酸*) (%)			pH	研磨速度		うねり (相対値)		基板 汚れ
									相対値		短波長	長波長	
実施例13	3	1	過酸化水素	0.6	クエ/酸	1.0	—	2.2	35		0.29	0.37	◎
実施例14	3	1	過酸化水素	0.6	—	—	硫酸	2.1	20		0.29	0.40	○
実施例15	3	1	過酸化水素	0.6	クエ/酸	1.0	硫酸	2.1	49		0.25	0.19	◎
実施例16	3	1	過酸化水素	0.6	酒石酸	1.0	硫酸	2.1	40		0.27	0.22	◎
実施例17	3	1	過酸化水素	0.6	酢酸	1.0	硫酸	2.1	41		0.26	0.20	◎
比較例 1	3	1	—	—	—	—	—	4.1	1		1	1	×

表中、%は重量%を示す。

\*) クエン酸 pK1=2. 9、酒石酸 pK1=2. 8、酢酸 pK1=4. 6、硫酸 pK1<0。

## 【 0 0 4 6 】

本発明の研磨液組成物は、精密部品用基板、例えば、磁気ディスク、光ディスク、光磁気ディスク等の磁気記録媒体の基板、フォトマスク基板、光学レンズ、光学ミラー、光学プリズム、半導体基板等の研磨に適用することができる。

---

フロントページの続き

(56)参考文献 国際公開第01/079377(WO,A1)  
特開2001-089746(JP,A)  
特開2001-148117(JP,A)  
特開2002-327170(JP,A)  
特開2003-155471(JP,A)  
特表平11-511394(JP,A)  
特開2002-030273(JP,A)  
国際公開第01/057150(WO,A1)  
特開2001-131535(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C 0 9 K	3 / 1 4
B 2 4 B	3 7 / 0 0
G 1 1 B	5 / 8 4
H 0 1 L	2 1 / 3 0 4