

明 細 書

発明の名称

サファイア研磨用スラリー、及びサファイアの研磨方法

5

技術分野

本発明は主に電子部品材料、光学部品、時計、電気絶縁性材料、窓材等に使用されるサファイア表面の研磨工程において使用されるサファイア研磨用スラリー、及びサファイアの研磨方法に関する。

10

背景技術

近年、次世代照明と期待されるＬＥＤの普及に伴い、その基板材料として使用されるサファイアの需要は益々増大している。現在のＬＥＤのほとんどはサファイア基板上に成長させたＧａＮ膜をベースとして製造されており、サファイアをＬＥＤの基板として使用するためには、その表面の研磨加工が必要不可欠な工程である。ところがサファイアは化学的に非常に安定であり、またモース硬度９で極めて硬い素材であることから研磨加工が難しく、加工時間が長くかかり、また、その供給量を増やすには新たな研磨加工設備を導入しなければならないところからコスト高となっている。さらに、現在サファイアの研磨加工においても使用されているダイヤモンド砥粒が高価であることも、研磨のコストを高めている一因である。ＬＥＤ用のサファイア基板についてもその生産コストを下げることは急務であり、サファイア基板の供給量を増やし、なおかつ製造コストを下げるためには研磨工数の削減、研磨時間の短縮といった

25

改善が望まれている。

ところで、サファイアの研磨は研磨前の状態（例えば S i C での
ラップ加工等の一次研磨工程を終えた後の状態）から、更に少なく
とも 2 工程以上の研磨工程が必要である。すなわち、一次研磨を終
5 えたサファイアは仕上げ前の研磨加工として、例えば、ダイヤモンド
砥粒と銅や錫等のハード定盤を用いて研磨し、これをコロイダル
シリカを含む研磨用スラリーを用いて、さらに化学的作用と機械的
作用により表面を平坦化する、化学的機械研磨加工（Chemical
Mechanical Polishing : C M P）によって最終仕上げ加工するの
10 が一般的である。

サファイアの最終仕上げ研磨加工である前記のコロイダルシリ
カを含む研磨用スラリーを用いた研磨方法については、例えば、特
開 2 0 0 9 - 2 8 8 1 4 号公報に開示のスラリーの p H 及び電
位が調整された、酸化珪素を含む C M P 用研磨液を用いてサファイ
15 ア基板を研磨する方法等、従来いくつか提案されている。

しかしながら、特開 2 0 0 9 - 2 8 8 1 4 号公報に
記載の方法をはじめとするコロイダルシリカや酸化珪素を用いた
従来の研磨方法では研磨速度が未だ不十分であって、仕上げ工程前
の研磨工程を省略し、加工時間の短縮や工程数の削減を可能とする
20 までの十分な研磨速度は得られない。

発明の概要

発明が解決しようとする課題

本発明は上記のような状況に鑑みてなされたもので、サファイア
25 の研磨に際し、研磨工数及び研磨時間を短縮しても従来のものと同

等以上の研磨速度と平滑面を得ることができるサファイア研磨用の研磨スラリー、及びサファイアの研磨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

5 本発明者等は、サファイア基板をCMPによって研磨する際の研磨用スラリーの組成と、該スラリーを用いて研磨した場合の研磨速度、並びに研磨面の特性との関係について鋭意検討した結果、研磨用スラリー中に含有させる砥粒としてコロイダルシリカに代えてアルミナを使用し、該スラリーを特定のpHの強アルカリ領域にコントロールし、該スラリーを用いてCMPによる研磨を行った場合、
10 特に研磨速度が著しく向上し、研磨工程の工数が削減できることを見出し、本発明に到った。

（１）本発明のサファイア研磨用スラリーはアルミナ砥粒を含有し、pH 10.0～14.0の範囲にあり、より好ましくは11.5～
15 13.5の範囲にあることを特徴とする。

（２）また、本発明の前記（１）のサファイア研磨用スラリーは、アルミナ砥粒の含有量が0.01～50重量％であり、より好ましくは1～15重量％であることを特徴とする。

（３）また、本発明の前記（１）又は（２）のサファイア研磨用スラリーは、アルミナ砥粒の平均粒径が0.05～10 μ mであることを特徴とする。
20

（４）さらにまた、本発明の前記（１）～（３）のいずれかのサファイア研磨用スラリーは、前記砥粒のアルミナ結晶相の α 化率が1～100％であることを特徴とする。

25 （５）本発明のサファイアの研磨方法は、前記（１）～（４）のい

ずれかに記載のサファイア研磨用スラリーにより化学的機械研磨することを特徴とする。

発明の効果

アルミナ砥粒をベースとし、そのpHを10.0～14.0の強
5 アルカリ域に調整してなる本発明の研磨用スラリー、及びこれを用いたサファイア研磨方法によれば、コロイダルシリカをベースする研磨用スラリーによる従来の仕上げ研磨方法に比べて、より優れた研磨速度でもって従来の方法による研磨の場合と同等の仕上げ研磨面を得ることができるため、仕上げ研磨時間を短縮することが出
10 来る。

また、所望とする表面粗さのサファイアを得るに際し、コロイダルシリカ等を用いる仕上げ工程の前工程を省くことが可能であり、少なくとも2工程以上で行っていた従来のサファイアの研磨工程を1工程で仕上げることができることから、研磨時間が大幅に短
15 縮され、研磨のためのコストの大幅な削減が達成される。

図面の簡単な説明

図1は、アルミナを砥粒として用いた研磨スラリー、及びコロイダルシリカを砥粒として用いた研磨スラリーについて、各スラリーのpHと、該スラリーを用いてサファイアを研磨した時の研磨速度
20 との相関を示すグラフである。

図2は、アルミナを砥粒として用いた研磨スラリー中のアルミナ結晶相の α 化率と、該スラリーを用いてサファイアを研磨した時の研磨速度との関係を示すグラフである。

25 発明を実施するための形態

以下、本発明を詳細に説明する。

本発明のサファイア研磨用スラリー（以下、単に本発明の研磨用スラリーともいう）は、アルミナ砥粒を含有し、pHが10.0～14.0の範囲にあることを特徴とするもので、水性溶媒中に砥粒としてアルミナ粒子（アルミナ砥粒）を懸濁させてスラリー化し、そのpHを10.0～14.0に調整することによって得ることができる。

アルミナ砥粒を含有するスラリーのpHは、水酸化ナトリウム（NaOH）、水酸化カリウム（KOH）等のpH調整剤を添加することによって調整される。本発明において用いられるpH調整剤としては、KOH、又はNaOH以外にも、アルミナ砥粒含有スラリー中に添加することによって該スラリーのpHを10.0～14.0の強アルカリ域に調整することが可能なアルカリ性の化合物であればKOH、やNaOH以外のものであってもよいことはいうまでもない。また、本発明の研磨用スラリー中にはアルミナ砥粒の分散性を良くするためにアニオン界面活性剤等の分散剤を添加しておいてもよい。

図1はアルミナ砥粒を含有する研磨用スラリーを、下記の本発明のサファイアの研磨方法（以下、単に本発明の研磨方法ともいう）で研磨した時の、研磨用スラリーのpHと研磨速度（単位時間当たり研磨、除去された厚み： $\mu\text{m}/\text{hr}$ ）との関係を調べた結果を示したものである。図1の縦軸は研磨速度（ $\mu\text{m}/\text{hr}$ ）を表わし、横軸は用いた研磨用スラリーのpHを表わす。図1において曲線aは平均粒子径が $0.25\mu\text{m}$ の α -アルミナ（アルミナ相の α 化率100%）を2重量%含有する研磨用スラリーを用いた場合につ

いて示し、曲線 b は 20 重量%の二酸化珪素を含有するコロイダルシリカを含む研磨用スラリーを用いた場合について示したものである。なお、研磨はいずれも CMP による研磨装置を用いて、下記実施例 1 と同様の条件で研磨した。

5 図 1 の曲線 a と b との比較からわかるように、アルミナ砥粒を用いた場合（曲線 a）、研磨用スラリーの pH が 10 を超えると研磨速度は上昇し、11 より大になると研磨速度の上昇が著しくなっており、pH がおよそ 12.5 を超える強アルカリ領域では研磨速度は飽和する。

10 これに対して、コロイダルシリカを砥粒とする従来の研磨用スラリーで研磨した場合（曲線 b）、アルミナ砥粒を含有する研磨用スラリーを用いて研磨した場合に比べておよそ 1/3 ~ 1/5 程度の研磨速度しか得られない。さらに、研磨スラリーの pH が 10 であっても 12.5 に変化させても研磨速度に差はなく、アルカリ領
15 域でスラリーの pH を高めても研磨速度の向上は認められない。

すなわちサファイア研磨を行うに際し、アルミナ砥粒をベースとする研磨用スラリーを使用することによって、コロイダルシリカを使用した従来のスラリーを用いた場合よりも研磨速度はおよそ 5 倍速く、仕上げ研磨の時間を 1/5 に短縮することが可能となる。

20 なお、pH が 13.5 より大であっても研磨速度の低下はほとんどないが、pH を調整するためにアルカリ成分を大量に添加する必要があり、コスト高の要因になるとともにアルミナ砥粒が凝集し研磨傷発生の原因になるので好ましくない。

従って、本願発明の研磨用スラリーの pH は、10.0 ~ 14.0 の領域に調整しておくことが好ましく、11.5 ~ 13.5 とす
25

るのがより好ましい。

アルミナ砥粒を含有し、pHが10.0～14.0の範囲に調整された本発明の研磨用スラリーでは、該スラリーに対してアルミナ砥粒をわずか0.01重量%程度含有させることによって、コロイダルシリカからなる従来の研磨用スラリーで研磨するよりも研磨速度が速くなり、アルミナ砥粒の含有量の増加とともに研磨速度はさらに向上するが、50重量%以上含有させてもその効果はほとんど変わらない。

したがって、本発明の研磨用スラリーに含有させるアルミナ砥粒の量は研磨速度の点で0.01重量%以上とし、研磨コストの観点から50重量%以下とするのが好ましく、特に1～15重量%とするのがより好ましい。

また、本発明の研磨用スラリーに含有させるアルミナ砥粒としては、粒子径が0.05 μm 未満のものだと十分な研磨速度が得られず、10 μm 以上のものであれば研磨傷の原因となって、仕上げ研磨としては満足な研磨表面が得られない。そのため、本発明の研磨用スラリーに使用されるアルミナ砥粒は、平均粒子径が0.05～10 μm の範囲にあるものが好ましい。

使用されるアルミナ砥粒は、研磨速度をより向上させ得る点から、アルミナの中でも特にアルミナ結晶相の α 化率が1%以上であるものが好ましい。スラリーのpHを11以上に調整しても、砥粒として γ -アルミナ、 β -アルミナ等、結晶相が α 相以外のアルミナを使用した場合や、アルミナ結晶相の α 化率が1%未満であるアルミナを使用した場合にはコロイダルシリカと同等程度の研磨速度しか得られない。

本発明においてアルミナ結晶相の α 化率とは、アルミナ砥粒の結晶相の中の α 相が占める割合であり、用いたアルミナ砥粒の結晶相の α 化率は、粉末 X 線回折装置を用いてアルミナ砥粒の回折スペクトルを測定し、以下のようにして下記式(1)から算出した。

5 S : サンプルの回折スペクトルの $2\theta = 55.8^\circ \sim 58.9^\circ$ 間におけるピーク積算カウント数、

T S : S の測定に要した時間、

B N 1 : $2\theta = 55.8^\circ$ におけるカウント数、

B N 2 : $2\theta = 58.9^\circ$ におけるカウント数、及び

10 T B N : B N 1、B N 2 の測定に要した時間として、

バックグラウンドノイズ (B N) = (B N 1 + B N 2) / 2 × (T S / T B N) からピークエリア (S P) = S - B N を算出し、これと同様の測定を α 化率 100% のサンプルについて測定し、得られたピークエリアを S 100 とすると、

15 α 化率 (%) = (S P / S 100) × 100 …… (1)

図 2 は研磨用スラリーに使用した各アルミナ砥粒の α 化率と、そのスラリーを用いてサファイアを研磨したときの研磨速度との関係を示したグラフである。用いた各研磨用スラリーには α 化率の異なるアルミナ砥粒をそれぞれ 2 重量% 含有させ、K O H によって p H を 12.5 に調整して、図 1 に示した例の場合と同様にしてサファイアの研磨を行い、その時の研磨速度を測定した。図 2 における横軸は用いた各研磨用スラリー中のアルミナ砥粒の α 化率 (%) であり、縦軸は研磨速度である。

図 2 からわかるように、 α 化率が 1% のアルミナ砥粒を用いた
25 場合、コロイダルシリカを含むスラリーを用いた以外は同様にして

研磨した時（図 2 における左端の棒グラフで示した、コンポール 80 の場合）とほぼ同程度の研磨速度であったが、アルミナ砥粒の中のアルミナ結晶相の α 化率が増加するとともに研磨速度は向上し、 α -アルミナのみからなる場合（図 2 における右端の棒グラフで示した、 α 化率が 100%である場合）、研磨速度は最大となった。

これらの結果から、本発明の研磨用スラリーに使用されるアルミナ砥粒としては、従来のコロイダルシリカを用いた研磨用スラリーに比べて研磨速度をより向上させ得る点で、アルミナ結晶相の α 化率が 1 ~ 100 重量%である（すなわち、少なくとも α 化率が 1 重量%であるアルミナ結晶相を含有する）アルミナ砥粒であるのが好ましく、特に α -アルミナのみからなるアルミナ砥粒を用いるのがより好ましい。

なお、予め α -アルミナと、 α 相以外の結晶相のアルミナとを所定量混合してなるアルミナ砥粒を用いても、前記の算出方法で算出した該砥粒の α 化率が 1%以上であると、研磨用スラリー中のアルミナ砥粒の α 化率と研磨速度との間には図 2 と類似の相関があることが確認されたところから、本発明において砥粒として使用するアルミナは、それぞれ結晶相の異なるアルミナを予め所定量混合したものを使用することもできる。

本発明のサファイア研磨方法は前記の本発明の研磨用スラリーによってサファイアの表面を化学的機械研磨（CMP）することによって特徴とするものであり、研磨用スラリーとして前記本発明の研磨用スラリーを用いる以外は従来のサファイア研磨方法と同様である。

すなわち、例えば片面研磨装置に設けられたテンプレートで被研磨物であるサファイアを保持し、該装置に設けられた定盤の上に貼

った研磨布、又は研磨パッドに本発明の研磨用スラリーを滴下しながら一緒に相対運動させることで被研磨物であるサファイアの表面の研磨を行う。

5 研磨装置は両面研磨装置を用いても良く、その場合には該装置に設けられたキャリアで被研磨物であるサファイアを保持し、該装置に設けられた上定盤、及び下定盤に貼った研磨布、又は研磨パッドの間に本発明の研磨スラリーを挿入しながら一緒に相対運動させることで被研磨物であるサファイアの表面の研磨を行う。

実施例

10 次に、本発明を実施例により具体的に説明するが、本発明の技術的範囲がこれらに限定されるものではない。

実施例 1

予め分散処理をした平均粒子径 $0.25\ \mu\text{m}$ の α -アルミナ砥粒 2 重量部を 98 重量部の水中に分散させ、液を攪拌しながらこれ
15 に水酸化カリウムを添加して分散液の pH を 12.55 に調整して、 α 化率 100% のアルミナ砥粒の含有量が 2 重量% である実施例 1 の研磨用スラリーを調製した。

次に、15 インチ ϕ の研磨定盤に研磨パッド SUBA 600 (ニッタ・ハース社製) を貼った片面研磨装置を用いて、テンプレート
20 に被研磨物であるサファイアを装填し、研磨定盤との間に、10 ml/min の割合で実施例 1 の研磨用スラリーを供給しながら研磨定盤の回転数 60 rpm、300 g/cm² の研磨圧力で 60 分間研磨した。

その際、精密天秤 (モデル AG 204 メトラートレド社製) を
25 用いて研磨前と研磨後の重量差を測定しその重量差から研磨され

た厚みを算出することによって、この研磨された厚みから研磨速度を求めたところ、研磨速度は $3.4 \mu\text{m}/\text{hr}$ であった。

実施例 2

5 α -アルミナ砥粒を分散させたスラリーに水酸化カリウムに代えて水酸化ナトリウムを添加してスラリーの pH を 13.21 に調整した以外は実施例 1 の研磨用スラリーと同様にして実施例 2 の研磨用スラリーを調製した。

次に、研磨用スラリーとして実施例 1 の研磨用スラリーに代えて実施例 2 の研磨用スラリーを用いた以外は実施例 1 と同様の条件
10 でサファイアの研磨を行い、実施例 1 と同様にして研磨速度を測定したところ、その時の研磨速度は $2.8 \mu\text{m}/\text{hr}$ であった。

また、AFM（キーエンス社製、モデル VN-8000）を用いて、研磨を終えたサファイアの研磨表面の中心線平均表面粗さ（Ra）を測定したところ、Ra は 0.496 nm であった。

15 比較例 1

アルミナ砥粒に代えて粒子径が $62 \sim 82 \text{ nm}$ のコロイダルシリカスラリー（コンポール 80、フジミインコーポレーテッド社製）を純水で 1 : 1 に希釈調合し、比較例 1 の研磨用スラリーを調製した。調製されたスラリーの pH は 10.2 であった。

20 次に、実施例 1 の研磨用スラリーに代えて、比較例 1 の研磨用スラリーを用いた以外は実施例 1 と同様の条件で研磨速度を求めたところ、その時の研磨速度は $0.6 \mu\text{m}/\text{hr}$ であった。

比較例 2

比較例 1 の研磨用スラリーに水酸化ナトリウムを用いて pH を
25 12.55 に調整し比較例 2 の研磨用スラリーを調製した。

次に実施例 1 の研磨用スラリーに代えて、比較例 2 の研磨用スラリーを用いた以外は実施例 1 と同様の条件で研磨速度を求めたところ、その時の研磨速度は $0.6 \mu\text{m/hr}$ であった。

また実施例 2 と同様にして、このとき研磨されたサファイアの研磨表面の中心線平均表面粗さ (R_a) を測定したところ、 R_a は 0.503 nm であって、その表面粗さは実施例 2 の方法、及び条件で研磨されたものとほぼ同レベルであった。

実施例 1、2 と比較例 1、2 との比較からわかるように、サファイア研磨に際し、アルミナを砥粒として含む研磨用スラリーを用いた場合（実施例 1、2）、研磨面の中心線平均表面粗さ (R_a) にはほとんど差がなかったのに対して、研磨速度はコロイダルシリカを砥粒とする研磨用スラリーを用いた場合（比較例 1、2）に比べて大であり、特に pH が 12 以上の強アルカリ域に調整された研磨用スラリーを用いた場合（実施例 1、2 と比較例 2 との比較）では、アルミナ砥粒を用いた場合とコロイダルシリカを用いた場合との研磨速度の差が著しかった。

実施例 3

#220 の SiC を使用してラップ加工処理しただけのサファイアを、実施例 1 の研磨用スラリーを用いて実施例 1 と同じ研磨条件で仕上げ研磨面に到達するまで研磨した。

その間、15 分間隔で研磨により除去されたサファイアの除去量を測定した。その結果を表 1 に示す。なお、仕上げ研磨面に到達したかどうかの判断は光学式顕微鏡（モデル BX60M オリンパス社製）による目視観察で行った。

[表 1]

研磨開始後各 1 5 分間 毎の研磨量 (μm)	累積研磨時間 (分)	累積研磨量 (μm)
1 . 6 1	1 5	1 . 6 1
2 . 3 2	3 0	3 . 9 2
2 . 4 8	4 5	6 . 4 1
2 . 4 1	6 0	8 . 8 1
2 . 3 6	7 5	1 1 . 1 7
2 . 3 8	9 0	1 3 . 5 5
2 . 3 5	1 0 5	1 5 . 9 0
2 . 4 3	1 2 0	1 8 . 3 3
2 . 4 1	1 3 5	2 0 . 7 4
2 . 3 9	1 5 0	2 3 . 1 3

表 1 に示すように、研磨工程前の状態 (S i C # 2 2 0 によるラップ加工後) を終えたサファイアを、仕上げ研磨を開始してから仕上げ研磨終了までの総研磨除去量はおおよそ $23\mu\text{m}$ で、各研磨時間
5 毎の研磨除去量は最初の 1 5 分間を除いて略一定であった。また、研磨所要時間は 2 . 5 時間であり、その間の研磨速度は $9.25\mu\text{m}/\text{hr}$ であった。

この結果により、研磨工程前の状態 (S i C # 2 2 0 によるラップ加工後) と仕上げ研磨との間で従来行っていた、ダイヤモンド砥
10 粒を使用した研磨工程を省略し、1 工程で仕上げ研磨できることがわかった。

実施例 4

実施例 1 の研磨用スラリー、及び実施例 1 で使用した研磨装置を用い、研磨圧力をそれぞれ 300 g/cm^2 、 400 g/cm^2 、 500 g/cm^2 とした場合、及び研磨定盤の回転数を 60 rpm 、 80 rpm 、 100 rpm と変化させた時の研磨速度を求めた結果を表 2 に示す。

[表 2]

研磨圧力 定盤回転数	300 (g/cm^2)	400 (g/cm^2)	500 (g/cm^2)
60 (rpm)	3.3 ($\mu\text{m/hr}$)	4.9 ($\mu\text{m/hr}$)	6 ($\mu\text{m/hr}$)
80 (rpm)	5 ($\mu\text{m/hr}$)	5.9 ($\mu\text{m/hr}$)	
100 (rpm)	6.2 ($\mu\text{m/hr}$)		9 ($\mu\text{m/hr}$)

なお表 2 中、空欄の箇所は本実施例においては確認しなかった研磨条件である。

- 10 表 2 に示すように、研磨速度は定盤回転数、研磨圧力のいずれとの間にも相関関係が認められ、定盤回転数 60 rpm 、研磨圧力 300 g/cm^2 において $3.3 \mu\text{m/hr}$ であった研磨速度が、定盤回転数 100 rpm 、研磨圧力 500 g/cm^2 で研磨すると $9 \mu\text{m/hr}$ となり、2.7 倍の研磨速度が得られた。
- 15 この結果により、定盤回転数、及び研磨圧力を調整することにより、さらなる研磨速度の向上が可能であることがわかった。

産業上の利用可能性

本発明の研磨スラリー、及びこれを用いたサファイアの研磨方法は、LED素子用基板をはじめとする電子部品材料、光学部品、時計、電気絶縁性材料、窓材等に使用されるサファイアの研磨工程に
5 適用することにより、従来のサファイア研磨方法に比べて研磨工数が削減され、研磨時間の短縮が可能になるため、研磨工程の改善による大幅なコストダウンが可能となる。

請求の範囲

[請求項 1]

アルミナ砥粒を含有し、pHが10.0～14.0の範囲にある
5 ことを特徴とするサファイア研磨用スラリー。

[請求項 2]

前記アルミナ砥粒の含有量が0.01～50重量%であることを
特徴とする請求項1に記載のサファイア研磨用スラリー。

[請求項 3]

10 前記アルミナ砥粒の平均粒径が0.05～10 μ mであることを
特徴とする請求項1又は2に記載のサファイア研磨用スラリー。

[請求項 4]

前記アルミナ結晶相の α 化率が1～100%であることを特徴
とする請求項1～3のいずれか1項に記載のサファイア研磨用ス
15 ラリー。

[請求項 5]

サファイアの表面を、請求項1～4のいずれか1項に記載のサフ
アイア研磨用スラリーにより化学的機械研磨することを特徴とす
るサファイアの研磨方法。