

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局



(43) 国際公開日
2007年6月7日 (07.06.2007)

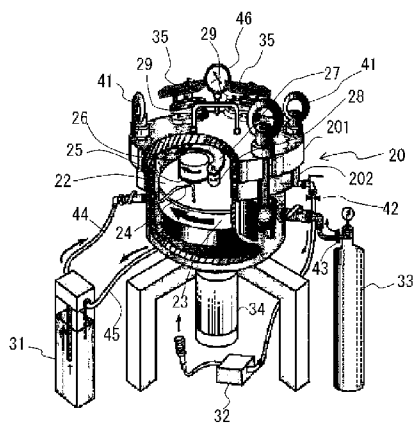
PCT

(10) 国際公開番号
WO 2007/063873 A1

- (51) 国際特許分類:
B24B 1/00 (2006.01) H01L 21/304 (2006.01)
B24B 37/00 (2006.01)
 - (21) 国際出願番号: PCT/JP2006/323774
 - (22) 国際出願日: 2006年11月29日 (29.11.2006)
 - (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 2005-345688
2005年11月30日 (30.11.2005) JP
 - (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 国立大学法人 埼玉大学 (NATIONAL UNIVERSITY CORPORATION SAITAMA UNIVERSITY) [JP/JP]; 〒3388570 埼玉県さいたま市桜区下大久保 2 5 5 Saitama (JP).
 - (72) 発明者; および
 - (75) 発明者/出願人 (米国についてののみ): 土肥 俊郎 (DOI, Toshiro) [JP/JP]; 〒3388570 埼玉県さいたま市桜区下大久保 2 5 5 国立大学法人 埼玉大学内 Saitama (JP). 渡辺 茂 (WATANABE, Shigeru) [JP/JP]; 〒3388570 埼玉県さいたま市桜区下大久保 2 5 5 国立大学法人 埼玉大学内 Saitama (JP).
 - (74) 代理人: 大橋 公治 (OHASHI, Koji); 〒1400013 東京都品川区南大井六丁目 1 6 番 1 2 号 大森コーポビアネーズ 5 0 4 号 大橋特許事務所 Tokyo (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, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, LY, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SV, SY, 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, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).
- 規則4.17に規定する申立て:
 — 出願し及び特許を与えられる出願人の資格に関する申立て (規則4.17(ii))
 — 発明者である旨の申立て (規則 4.17(iv))
- 添付公開書類:
 — 国際調査報告書
- 2文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

(54) Title: POLISHING METHOD AND POLISHING APPARATUS

(54) 発明の名称: 研磨方法及び研磨装置



(57) Abstract: Provided is a polishing apparatus which can polish hard-to-process material, such as SiC, at a high efficiency, into a high quality plane. The polishing apparatus is provided with a bell jar (20) filled with a gas including oxygen at a pressure higher than the atmospheric pressure; a pad (22) which relatively moves in contact with a processing object (25) in the bell jar (20) and polishes the processing object; slurry supplying means (31, 24) for supplying a pad surface in contact with the processing object with a slurry including a photocatalyst; and an ultraviolet light source (35) for irradiating inside the bell jar with ultraviolet. The photocatalyst included in the slurry generates active oxygen by receiving ultraviolet irradiation in the bell jar filled with the high pressure gas including oxygen. Since the active oxygen weakens (or cuts) the strong atomic bond of the processing object, polishing efficiency of pad is improved. Even when the hard-to-process material, such as SiC, is to be processed, highly efficient and high quality polishing is performed.

[続葉有]

WO 2007/063873 A1



(57) 要約:

SiCのような難加工材を高能率で、かつ、高品位の面に研磨できる研磨装置を提供する。

酸素を含む気体が大気圧よりも高い圧力で封入されたベルジャー(20)と、ベルジャー(20)中で被加工物(25)と接しながら相対運動を行い、被加工物を研磨するパッド(22)と、パッドの被加工物に接する面に、光触媒を含むスラリーを供給するスラリー供給手段(31)、(24)と、ベルジャー内に紫外線を照射する紫外線光源(35)とを設ける。スラリーに含まれる光触媒は、酸素を含む高圧気体が封入されたベルジャー内で紫外線の照射を受けて活性酸素を生成する。この活性酸素が被加工物の強固な原子結合を弱める(あるいは切断する)ため、パッドによる研磨の処理効率が向上する。SiCのような難加工材を対象とする場合でも、高能率、かつ、高品位での研磨が可能である。

明 細 書

研磨方法及び研磨装置

技術分野

- [0001] 本発明は、被加工物表面を鏡面研磨する研磨方法と、その方法を実施する研磨装置に関し、特に、炭化珪素(SiC)やサファイア等の超硬質の物質に対しても、高能率に、かつ、高品位に研磨することを可能にしたものである。

背景技術

- [0002] 半導体の製造分野では、従来から、Siウエハを鏡面研磨するために、工作物と研磨液との固液反応を利用した化学的機械研磨技術(Chemical Mechanical Polishing: CMP)が用いられている。

本発明者は、先に、研磨加工における環境の制御が可能なベルジャー型のCMP装置を開発し、加工雰囲気や加圧力等の加工条件が研磨結果に及ぼす影響について考察している(下記特許文献1)。

- [0003] 図15は、このベルジャー内に空気、酸素ガス、窒素ガスまたはアルゴンガスを封入し、それらのガス圧力を変えてベルジャー内でSi基板の研磨を行ったときの加工レートの変化を示している。図15の縦軸にはSiの加工レート(nm/min)を示し、横軸にはベルジャー内の封入ガスの圧力(kPa)を大気圧との差分(0を大気圧とし、+側は大気圧からの増加分、-側は大気圧からの減加分)で示している。また、封入ガスが空気の場合を菱形、酸素ガスの場合を三角形、窒素ガスの場合を四角形、アルゴンガスの場合を丸で表示している。なお、ここでは、研磨布(パッド)として、商品名IC1000/SUBA400(φ200mm)を使用し、スラリー(研磨液)として、Si用のコロイダルシリカ(商品名Compol-80)を使用している。

図15から明らかなように、研磨雰囲気として空気または酸素ガスを選定し、それらの高圧下でSi基板を研磨すると、大気圧下で研磨する場合の2倍から2.5倍の速さで研磨することが可能になる。

特許文献1:特開2003-225859号公報

発明の開示

発明が解決しようとする課題

[0004] 近年、次世代のデバイス用基板として炭化珪素(SiC)やサファイアが注目を集めている。SiCは、C原子が4個のSi原子に取り囲まれ、また、Si原子が4個のC原子に取り囲まれ、Si原子とC原子とが堅い共有結合で結ばれている。このSiCは、ダイヤモンドに次ぐ硬度をもち、耐薬品性にも優れている。そのため、通常のシリコン基板デバイスでは使用できない高温での環境や放射線などの過酷な状況下においても動作可能な半導体用基板として用いることができる。

しかし、SiCは、その物性故に研磨加工が極めて難しい。従来のCMPで鏡面研磨を実施した場合は、Siを研磨するときの加工レートの数%以下の速度でしか研磨することができない。また、研磨速度を速めるために、ダイヤモンド砥粒を用いて研磨すると、表面にスクラッチや加工変質層が残り、高い品位の研磨面が得られない。

[0005] また、単結晶サファイア(Al_2O_3)は、光透過性に優れており、光学機器用レンズやLED用基板等の材料として欠かせないものであるが、このサファイアも、ダイヤモンド、炭化珪素に次ぐ修正モース硬度を有しており、薬品に対する耐性が高く、加工が極めて難しい。

[0006] 本発明は、こうした状況を改善するために創案したものであり、SiCやサファイアのような難加工材を高能率で、かつ、高品位の面に研磨することができる研磨方法を提供し、また、その方法を実施する研磨装置を提供することを目的としている。

課題を解決するための手段

[0007] 本発明の研磨方法では、酸素を含む加工雰囲気中の圧力が制御できる容器の中で、活性酸素を発生させながら、被加工物を研磨する。

活性酸素は、被加工物の強固な原子結合を弱める(あるいは切断する)ため、機械的な研磨処理で被加工物表面を擦り取ることが容易になる。また、高圧の酸素は、容器内での活性酸素の発生を助長する。これらの作用が相俟って、研磨の加工レートは、大幅に向上する。

[0008] また、本発明の研磨方法では、酸素を含む加工雰囲気中の圧力を大気圧よりも高く設定し、前記加工雰囲気の中で、光触媒を含むスラリーを用いて、紫外線を照射しながら被加工物を研磨する。

光触媒は、酸素を含む雰囲気中で紫外線の照射を受けて活性酸素を生成し、この活性酸素が被加工物の強固な原子結合を弱める(あるいは切断する)。そのために機械的な研磨処理で被加工物表面を擦り取ることが容易になる。

[0009] また、本発明の研磨方法では、炭化珪素、サファイア、窒化珪素、または、窒化ガリウムの結晶を被加工物とすることができる。

炭化珪素、サファイア、窒化珪素、あるいは窒化ガリウムのような難加工材に対しても高い加工レートでの研磨が可能である。

[0010] また、本発明の研磨方法では、光触媒としてチタニア(TiO₂)の粒子を用い、スラリー中のTiO₂の含有量を0.1wt%から10.0wt%の範囲内に設定している。

この範囲のTiO₂を含むスラリーを用いることで、平滑な加工研磨面を高能率で得ることができる。

[0011] また、本発明の研磨方法では、紫外線の強度を5mW/cm²以上に設定している。

この強度以上の紫外線を照射すれば、スラリー中のTiO₂は、高い加工レートの実現に十分な活性酸素を生成する。

[0012] また、本発明の研磨装置は、酸素を含む気体が大気圧よりも高い圧力で封入された処理空間と、この処理空間の中で被加工物と接しながら相対運動を行い、被加工物を研磨するパッドと、パッドの被加工物に接する面に、光触媒を含むスラリーを供給するスラリー供給手段と、処理空間に紫外線を照射する紫外線照射手段とを備えている。

スラリーに含まれる光触媒は、酸素を含む高压気体が封入された処理空間中で紫外線の照射を受けて活性酸素を生成する。この活性酸素が被加工物の強固な原子結合を弱める(あるいは切断する)ため、パッドによる研磨の処理効率が向上する。

発明の効果

[0013] 本発明の研磨方法及び研磨装置では、SiCやサファイアのような難加工材を対象とする場合でも、高能率、かつ、高品位での研磨が可能である。

図面の簡単な説明

[0014] [図1]本発明の実施形態における研磨装置を一部破断した状態で示す斜視図

[図2]本発明の実施形態における研磨装置の要部を示す模式図

[図3]本発明の実施形態における研磨方法でSiCを研磨したときの加工レートと比較例の加工レートとを示すグラフ

[図4]光触媒を用いない場合のSiCの加工レートを示すグラフ

[図5]本発明の実施形態における研磨方法でSiCを研磨したときの加工レートと、UV照射を行わずに研磨したときの加工レートとを対比した図

[図6]本発明の実施形態における研磨方法で研磨したSiCのラインプロファイルを示す図

[図7]図6に表示したラインプロファイルのライン位置を示す図

[図8]本発明の実施形態の研磨方法でSiCを研磨したときのスラリーへのTiO₂添加量と、加工レート及び表面粗さとの関係を示す表

[図9]本発明の実施形態における研磨方法で研磨したSiCのAFM像(その1)

[図10]本発明の実施形態における研磨方法で研磨したSiCのAFM像(その2)

[図11]本発明の実施形態の研磨方法でSiCを研磨したときの紫外線強度と、加工レート及び表面粗さとの関係を示す表

[図12]本発明の実施形態における研磨方法でサファイアを研磨したときの加工レートと、UV照射を行わずに研磨したときの加工レートとを対比した図

[図13]本発明の実施形態における研磨方法で研磨したサファイアのAFM像(a)と、通常方法で研磨したサファイアのAFM像(b)とを示す図

[図14]ダイヤモンド砥粒で研磨した試料(SiC)表面のAFM像

[図15]従来の研磨方法での加工レートを示すグラフ

符号の説明

- [0015] 20 ベルジャー
201 蓋体
202 容器本体
22 研磨布(パッド)
23 定盤
24 スラリー供給部
25 試料

- 26 押圧プレート
- 27 アーム
- 28 ローラ
- 29 覗き窓
- 31 スラリー供給ポンプ
- 32 真空ポンプ
- 33 ガスボンベ
- 34 モータ
- 35 紫外線光源
- 41 締め付けボルト
- 42 バルブ
- 43 バルブ
- 44 パイプ
- 45 パイプ
- 46 ゲージ
- 47 パッキング材

発明を実施するための最良の形態

[0016] 図1は、本発明の実施形態における研磨装置の斜視図であり、ベルジャーの一部を切り欠いてその内部を示している。また、図2は、この研磨装置の要部を模式的に図示している。

この装置は、蓋体201と容器本体202とから成るベルジャー20と、ベルジャー20内を排気する真空ポンプ32と、ベルジャー20内に雰囲気ガスを供給するガスボンベ33と、ベルジャー20内にスラリーを供給するスラリー供給ポンプ31とを備え、ベルジャー20の中には、研磨布(パッド)22と、パッド22が貼設された定盤23と、供給されたスラリーをパッド22上に滴下するスラリー供給部24と、研磨すべき試料25を自重でパッド22に押圧する押圧プレート26と、円弧状のアーム27に支持されたローラ28とを備え、また、ベルジャー20の下方に、定盤23を回転駆動するモータ34を有し、また、ベルジャー20の覗き窓29から紫外線を照射する紫外線光源35を有している。

[0017] ベルジャー20は、加圧、減圧に耐える圧力容器構造を有し、蓋体201は、閉成時に締め付けボルト41によって容器本体202に気密に固定される。

真空ポンプ32によるベルジャー20の減圧、及び、ガスボンベ33によるベルジャー20の加圧は、バルブ42、43により調節が可能である。ベルジャー20内の圧力は、ゲージ46により測定できる。

スラリー供給ポンプ31は、スラリーをベルジャー20に送り込むパイプ44とベルジャー20からスラリーを回収するパイプ45とに接続している。スラリーは、スラリー供給ポンプ31とベルジャー20とを循環しており、スラリー供給ポンプ31から送り出されたスラリーが、スラリー供給部24を通じてパッド22上に供給され、ベルジャー20に溜まったスラリーが、スラリー供給ポンプ31によって吸引される。

[0018] 研磨する試料25は、パッド22上に置かれ、その上に押圧プレート26が載る。押圧プレート26の試料25に接する面には、加工する試料面を均一に加工するためにパッキング材47(図2)が設けられている。円弧状のアーム27は、定盤23の中心軸上に位置するローラ28と、定盤23の周縁部近傍に位置するローラ(不図示)とを保持しており、これらのローラは、アーム27に回転自在に支持されている。

パッド22を固定した定盤23がモータ34に駆動されて回転すると、押圧プレート26は、二つのローラ28に接して自転を始める。試料25は、押圧プレート26によりパッド22方向に押されながら、押圧プレート26とともにパッド22上を回転する。そのため、試料25のパッド22に接する面が研磨される。

[0019] ここでは、試料25として単結晶SiC基板を使用している。また、ガスボンベ33から酸素ガスまたは空気をベルジャー20内に供給している。また、スラリーにはコロイダルシリカを使用している。

本発明の研磨方法では、このスラリー中に光触媒であるチタニア(TiO₂)粒子を混入する。

TiO₂粒子は、酸素中で紫外線光源35から紫外線が照射されると、光触媒反応により、酸化力が強い活性酸素を生成する。この活性酸素の作用でSiCの加工レートは飛躍的に向上する。このとき、活性酸素がSiC基板表面のSi原子及びC原子と結び付き、そのために、強固であったSiとCとの共有結合が弱まり(あるいは切断され)、

SiC基板に接触するパッド22の機械的な力によって、基板表面のSi及びCが容易に擦り取られるものと考えられる。

[0020] 次に、研磨方法の詳細とその結果について説明する。

試料25である単結晶SiC基板には、改良レーリー法等で生成された単結晶SiCをダイヤモンド外周刃等でスライシングし、さらに、ダイヤモンド砥粒で前加工のポリシングを施したものを使用している。試料25は、4H-SiC形であり、研磨面は(0001面)であり、試料直径は2インチである。図14には、ダイヤモンド砥粒でポリシングした状態の試料表面のAFM(原子間力顕微鏡)像を示している。

[0021] この試料25に対する平滑鏡面化及びダメージ層の除去のための仕上げポリシングを図1の装置で実施した。実施条件は次の通りである。

パッド22は、商品名IC1000(K-GRY)/SUBA400(ニッタ・ハース製)(ϕ 200 mm)を使用した。

スラリーは、粒子径数10nm前後の軟質な二酸化ケイ素(SiO₂)粒子(コロイダルシリカ)が水溶液に5wt%分散された商品名Horizonor-SiC(D-process製)を使用し、このスラリーに平均粒径が0.8 μ mのTiO₂粒子を添加した。

定盤23の回転数は90(rpm)に設定した(試料25とパッド22との相対速度は40m/min前後)。

押圧プレート26の押圧力は180g/cm²に設定した。

また、各試料についての加工時間は2時間とした。

[0022] 仕上げポリシングは、前記実施条件の下で、スラリーに0.5wt%のTiO₂を添加し、ベルジャー20の覗き窓29から紫外線強度を100mW/cm²に設定した紫外線を照射しながら実施した。

図3は、このときに、ガスボンベ33からベルジャー20内に封入する酸素ガスあるいは空気の圧力を種々に変えた場合のSiC基板の加工レートを示し、それとともに、比較のため、ベルジャー20内に窒素ガス及びアルゴンガスを封入し、その他の条件は全て同一にして研磨を実施した場合のSiC基板の加工レートを併せて示している。

[0023] 図3の縦軸にはSiCの加工レート(μ m/h)を示し、横軸にはベルジャー内の封入ガスの圧力(kPa)を大気圧との差分(0を大気圧)で示している。また、封入ガスが酸

素ガスの場合を四角形、空気の場合を菱形、アルゴンガスの場合を三角形、窒素ガスの場合を丸で表示している。

図4は、比較のため、スラリーへのTiO₂の添加、及び、紫外線照射は行わずに、その他の条件は図3の場合と全て同じに設定してSiCを研磨したときの加工レートを示している。

[0024] 図3及び図4から次のことが分かる。即ち、酸素ガス及び空気の雰囲気中(即ち、酸素を含む加工雰囲気中)でSiCを研磨する場合は、加工雰囲気の圧力を高めることで加工レートは上昇するが、それに加えて、スラリー中に光触媒を添加し、紫外線を照射しながら研磨することにより、加工レートは2倍程度向上する。また、このSiC加工面の表面粗さRa(算術平均粗さ)を測定した結果は0.3nm以下であり、平滑な鏡面が得られている。

一方、酸素を含まない窒素ガスやアルゴンガス雰囲気中では、スラリー中に光触媒を添加すると、むしろ加工レートは低下する。

[0025] 図5は、研磨加工レートに及ぼす光触媒反応の影響を加工雰囲気別に示している。ここでは、大気中と同一条件で研磨した結果を「封入ガス:なし」として表し、それ以外は、研磨時の各加工雰囲気の圧力を500KPaに設定している。また、スラリーへのTiO₂の添加、及び、紫外線照射を行わずに研磨したときの加工レートを「UV照射なし」として示し、一方、スラリーへのTiO₂の添加、及び、紫外線照射を行いながら研磨したときの加工レートを「UV照射あり」として示している。なお、光触媒には、平均粒径が0.5 μ mのアナターゼ型TiO₂を使用し、前述したコロイダルシリカを含むスラリー中に、このTiO₂を0.5wt%加えている。また、押圧プレート26の押圧力は500g/cm²に設定している。その他の研磨条件は図3の場合と同じである。

これらの測定結果は、酸素を含む加工雰囲気の圧力を高めた状態の下で、スラリーにTiO₂を添加し、紫外線照射を行いながら研磨すると加工レートが大幅に上昇すること、特に、加工雰囲気として酸素を選択した場合は、加工レートの上昇が顕著であることを示している。

これは、加工雰囲気中に存在する酸素が、TiO₂の光触媒反応による活性酸素の発生を助長し、その活性酸素の作用でSi-C結合が切れ易くなり、加工レートが飛躍

的に向上すると考えられる。

[0026] また、光触媒反応は、研磨面を平滑化する上でも効果を有している。図5に示す、酸素500KPaの加工雰囲気中で「UV照射なし」により研磨した加工面と、同一加工雰囲気中で「UV照射あり」により研磨した加工面とのRaを比較すると、「UV照射なし」のRaは0.304nmであるが、「UV照射あり」のRaは0.281nmであり、「UV照射あり」の方が、表面粗さが小さい。

また、図6は、酸素500KPaの加工雰囲気中で「UV照射あり」により研磨した加工面のラインプロファイルを示している。これは、AFMを用いて、図7に示す2.35 μ m四方の研磨面を横断する3本の平行な直線上の凹凸を測定し、その凹凸の平均値をグラフ化したものであり、横軸は直線の始端から終端までを μ m単位で表し、縦軸は高さ方向の凹凸をpm(ピコメートル)単位で表している。このラインプロファイルから研磨面が極めて平滑であることが分かる。

[0027] また、図8として示す表は、スラリーへのTiO₂添加量を変えてSiC基板を研磨したときの加工レートRR(μ m/h)とSiC加工面の表面粗さRaとの関係を示している。ここでは、加工雰囲気ガスとして酸素ガスを選定し、ベルジャー20内の圧力を500KPaに設定している。また、ベルジャー20の覗き窓29から照射する紫外線強度は100mW/cm²に設定している。その他の実施条件は図3の場合と同じである。

図8の表から明らかなように、TiO₂の添加量が増えると、活性酸素の発生量が増加し、それに伴って加工レートが上昇する。但し、TiO₂粒子の量が多くなり過ぎると、研磨品質の低下する可能性がある。図8の表から、スラリーへのTiO₂の添加量が少なくとも0.1wt%~10.0wt%の範囲内であれば、SiC基板を高い加工レートで、かつ、加工面を良好な状態に研磨できることが分かる。

図9は、図8の表のNo. 2の試料におけるSiC加工面のAFM像を示し、図10は、図8の表のNo. 4の試料におけるSiC加工面のAFM像を示している。

[0028] また、図11として示す表は、TiO₂を含むスラリーに照射する紫外線の強度を変えてSiC基板を研磨したときの加工レートRR(μ m/h)とSiC加工面の表面粗さRaとの関係を示している。ここでは、加工雰囲気ガスとして酸素ガスを選定し、ベルジャー20内の圧力を500KPaに設定している。また、スラリーへのTiO₂の添加量は0.5w

t%に設定している。その他の研磨条件は図3の場合と同じである。

図11の表から明らかなように、紫外線強度が増すと、TiO₂による活性酸素の発生量が増加し、それに伴って加工レートが上昇する。但し、活性酸素の発生量が飽和すると、それ以上紫外線強度を増やしても、加工レートの上昇は得られない。図11の表から、紫外線強度が5mW/cm²以上であれば、SiC基板を高い加工レートで、かつ、加工面を良好な状態に研磨できることが分かる。図9のAFM像は、図11の表のNo. 3の試料におけるSiC加工面の加工状態である。

[0029] このように、被加工物の研磨に際して、酸素を含む加工雰囲気圧力を大気圧よりも高く設定し、紫外線を照射しながら、光触媒を分散したスラリーを用いて研磨処理を行うことにより、SiCのような難加工材であっても、高能率、かつ、高品位に仕上げ加工することができる。

[0030] 次に、サファイアの研磨について説明する。

サファイアに対しても、SiCと同様に、酸素を含む加工雰囲気圧力を大気圧よりも高く設定し、紫外線を照射しながら、光触媒を分散したスラリーを用いて研磨することにより、高品位の研磨面を高能率で得ることができる。

[0031] 図12は、加工雰囲気や加工条件を変えて単結晶サファイア基板を研磨したときの加工レートを示している。図12では、大気中において、コロイダルシリカスラリーで研磨したときの加工レートを「大気下:SiO₂」として示し、純水にTiO₂粒子(0.5wt%)を混合したスラリーで研磨したときの加工レートを「大気下:TiO₂」として示し、また、コロイダルシリカスラリーに0.5wt%のTiO₂粒子を添加し、「UV照射あり」で研磨したときの加工レートを「大気下:TiO₂(0.5wt%)+UV」として示している。また、ベルジャー内を500KPaの酸素で満たし、コロイダルシリカスラリーで研磨したときの加工レートを「酸素500KPa:SiO₂」として示し、また、コロイダルシリカスラリーに0.5wt%のTiO₂粒子を添加し、「UV照射あり」で研磨したときの加工レートを「酸素500KPa:SiO₂+TiO₂+UV」として示している。

[0032] なお、ここでは、サファイア基板のC面を研磨面としている。また、パッドは、SiCの研磨と同じものを使用し、押圧プレートの押圧力は500g/cm²、回転数は90rpm、加工時間は1時間に設定している。また、コロイダルシリカスラリーには、砥粒濃度5w

t%、砥粒径70nm、p.H7. 5の「D-process社製、Horizonor-Al₂O₃」を使用し、光触媒には、平均粒径が140nmのアナターゼ型TiO₂を使用している。

図12から明らかなように、圧力を高めた酸素雰囲気の下で、スラリーにTiO₂を添加し、紫外線照射を行いながらサファイア単結晶を研磨する場合には、加工レートが大幅に上昇する。

[0033] また、図13(a)は「酸素500KPa:SiO₂+TiO₂+UV」による研磨面のAFM像を示しており、この研磨面のRaは0.374nmである。また、図13(b)は「大気下:SiO₂」による研磨面のAFM像を示しており、この研磨面のRaは0.324nmである。従って、「酸素500KPa:SiO₂+TiO₂+UV」では、「大気下:SiO₂」の場合の2倍の加工レートで、「大気下:SiO₂」での表面粗さと遜色が無い平滑鏡面化した研磨面が得られている。

[0034] なお、ここでは、SiC及びサファイアの研磨について説明したが、本発明は、SiNやGaNなどの難加工材を始め、その他の材料を研磨する場合にも適用できることを確認している。

また、研磨に使用するスラリーの砥粒がコロイダルシリカの場合、その粒子径は、10nm～数100nmであることが望ましい。また、スラリーの砥粒は、コロイダルシリカ以外のヒュームドシリカ、セリア、アルミナ等であっても良い。

[0035] また、ここでは平均粒径が0.8μmや0.5μmのTiO₂をスラリーに含めた例を説明したが、活性酸素の発生はTiO₂の表面積に依り、粒径に直接関係する訳ではないので、本発明では、平均粒径が数nm～数ミクロンのTiO₂であっても使用できる。

また、パッドは、柔らかくても硬くても良く、不織布や人工皮革などを使用しても問題ない。

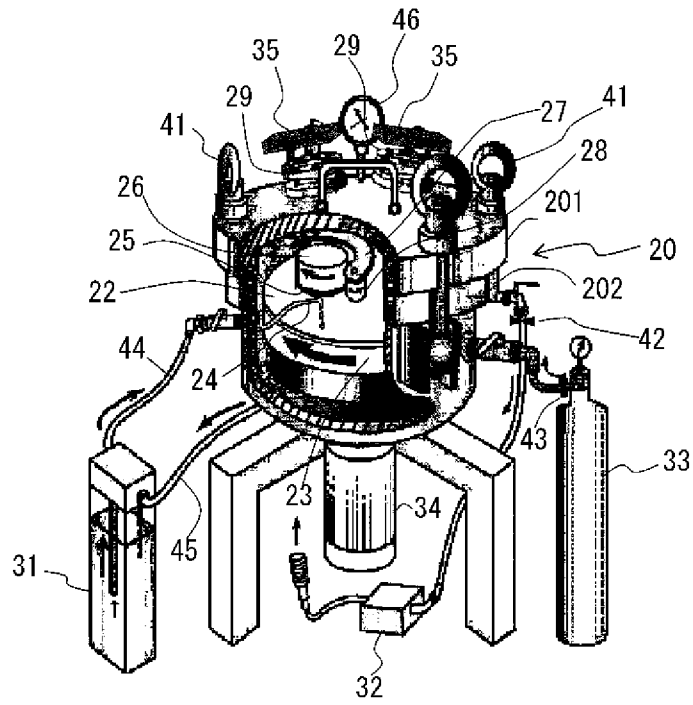
産業上の利用可能性

[0036] 本発明は、SiCやサファイアのような難加工材の高効率、かつ、高品位での研磨を可能にするものであり、半導体製造分野を始めとして、難加工材の処理に携わる各分野において広く利用することができる。

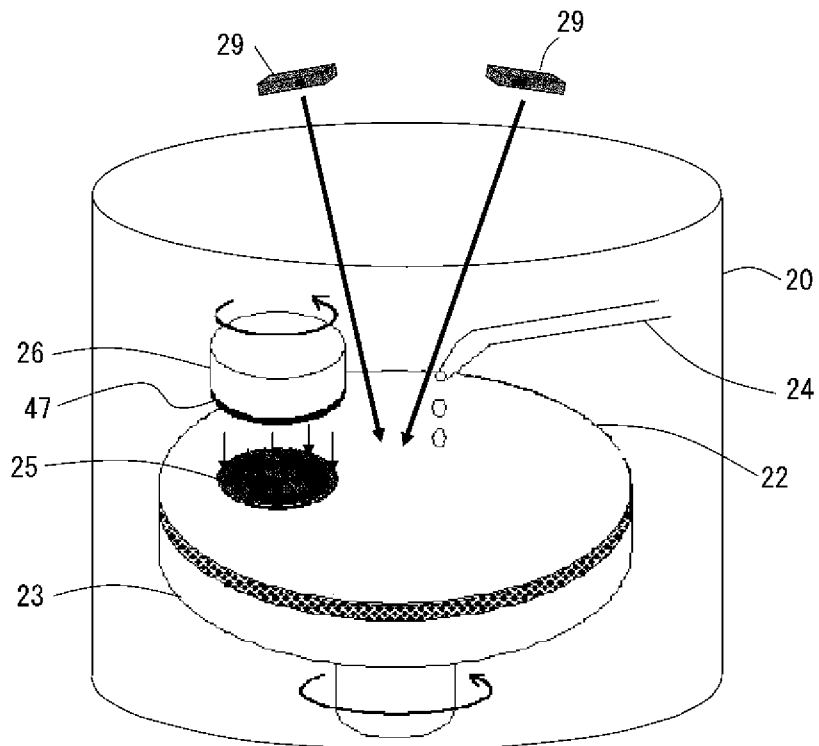
請求の範囲

- [1] 被加工物の研磨方法であって、
酸素を含む加工雰囲気中の圧力が制御できる容器の中で、活性酸素を発生させながら被加工物を研磨することを特徴とする研磨方法。
- [2] 被加工物の研磨方法であって、
酸素を含む加工雰囲気中の圧力を大気圧よりも高く設定し、前記加工雰囲気の中で、光触媒を含むスラリーを用いて、紫外線を照射しながら被加工物を研磨することを特徴とする研磨方法。
- [3] 請求項1または2に記載の研磨方法であって、前記被加工物が、炭化珪素、サファイア、窒化珪素、または、窒化ガリウムの結晶であることを特徴とする研磨方法。
- [4] 請求項2または3に記載の研磨方法であって、前記光触媒がチタニアの粒子であり、前記スラリー中の前記チタニアの含有量を0.1wt%から10.0wt%の範囲内に設定することを特徴とする研磨方法。
- [5] 請求項2から4のいずれかに記載の研磨方法であって、前記紫外線の強度を $5\text{mW}/\text{cm}^2$ 以上に設定することを特徴とする研磨方法。
- [6] 被加工物を研磨する研磨装置であって、
酸素を含む気体が大気圧よりも高い圧力で封入された処理空間と、
前記処理空間の中で被加工物と接しながら相対運動を行い、前記被加工物を研磨するパッドと、
前記パッドの前記被加工物に接する面に、光触媒を含むスラリーを供給するスラリー供給手段と、
前記処理空間に紫外線を照射する紫外線照射手段と
を備えたことを特徴とする研磨装置。

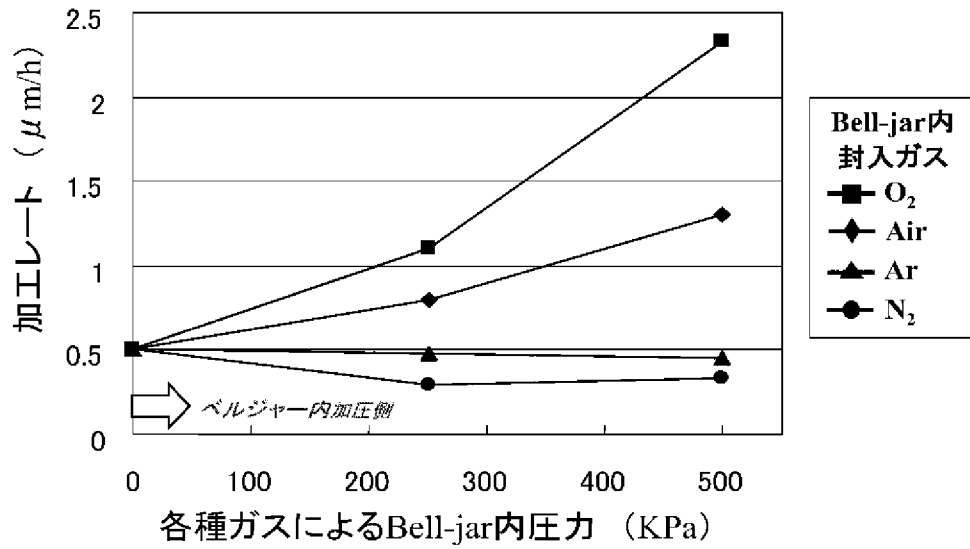
[図1]



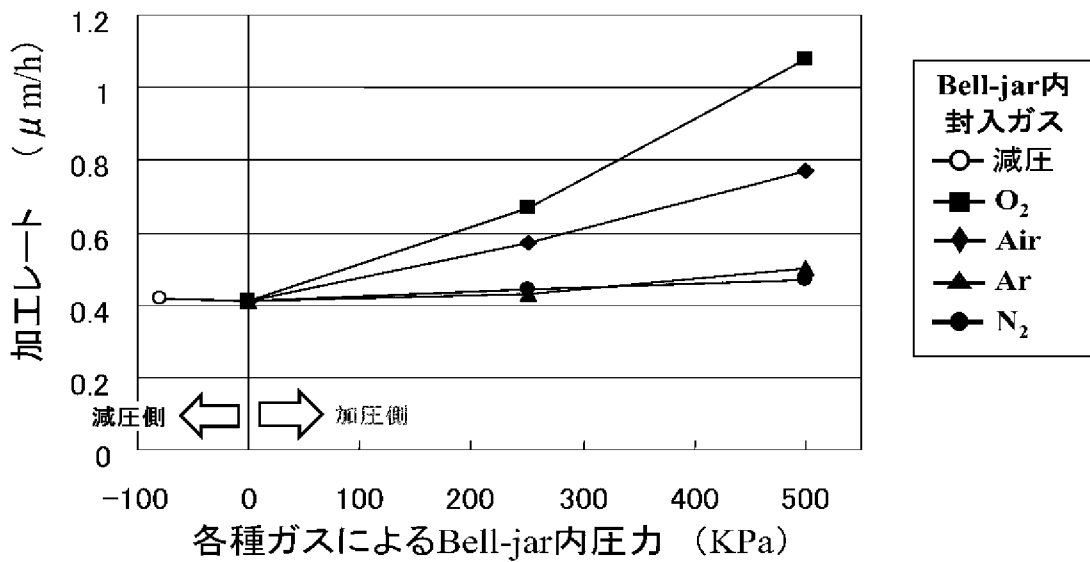
[図2]



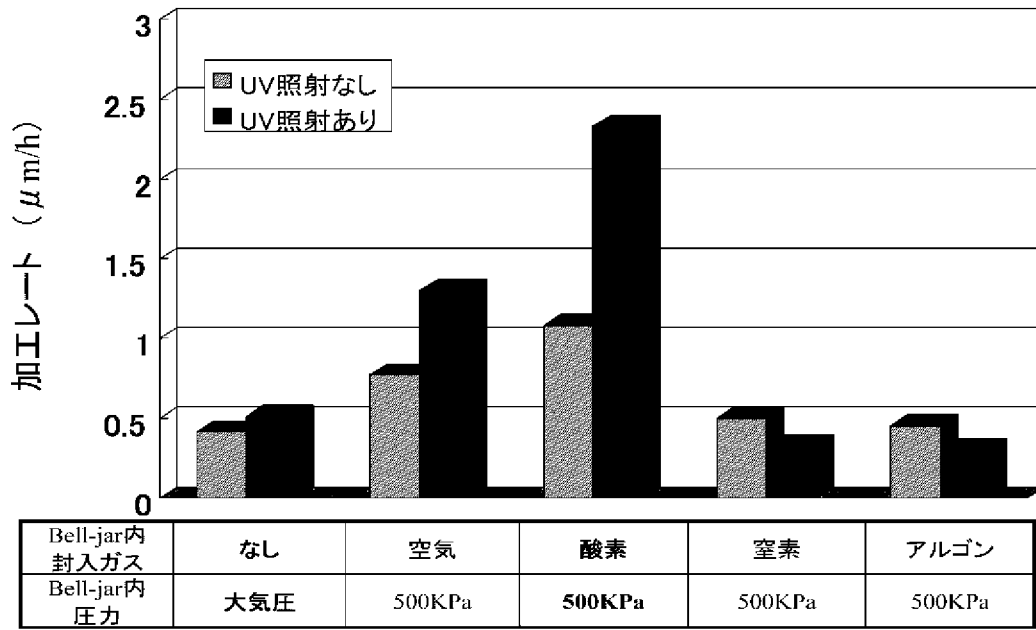
[図3]



[図4]



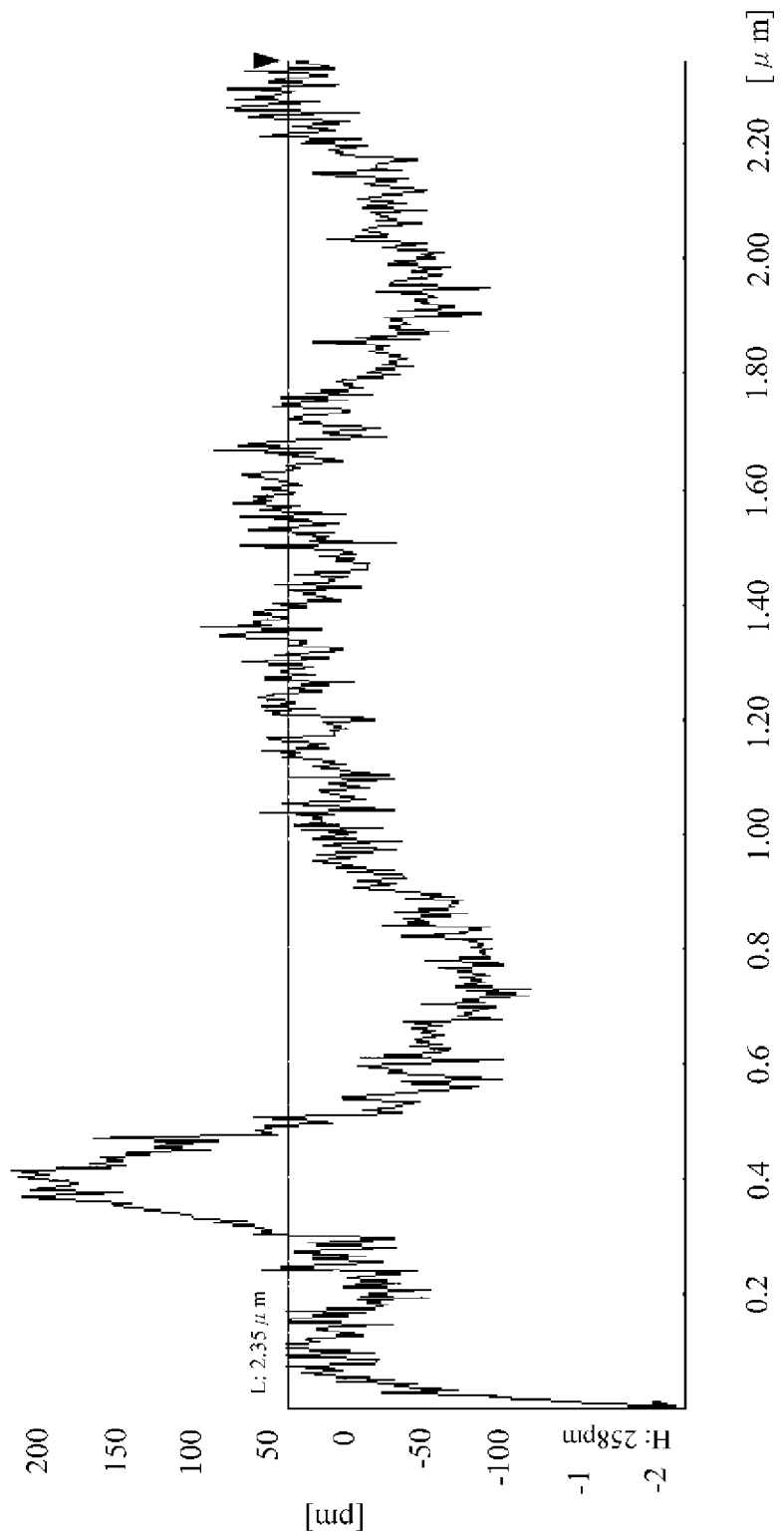
[図5]



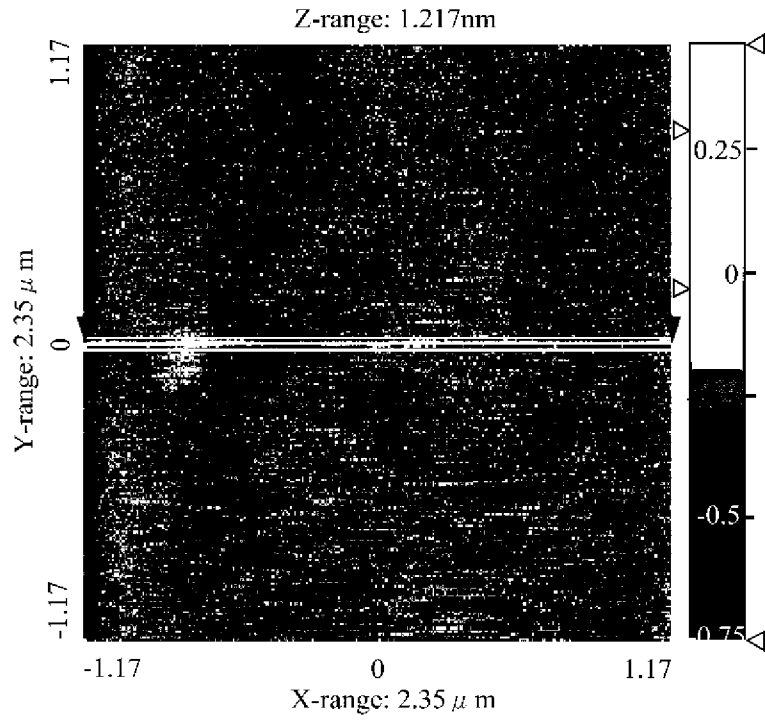
[図6]

X[μm] Y[pm]
M1 0.00000 -220.5
M2 2.3475 37.72
M2-M1 2.3475 258.26
dy/dx 0.00011~0.006304
Mean1-2: 2.2196 pm
Phys Image Coord:
-1.174, 0.002297, -0.2205

Line No:256



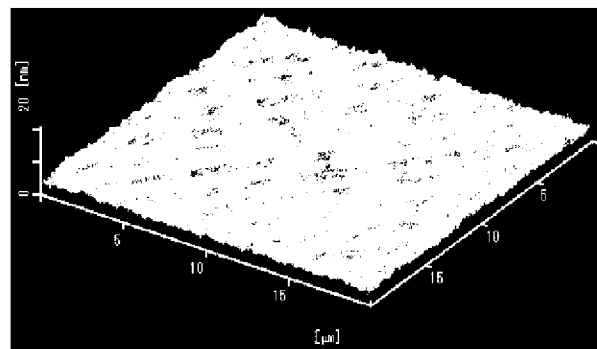
[図7]



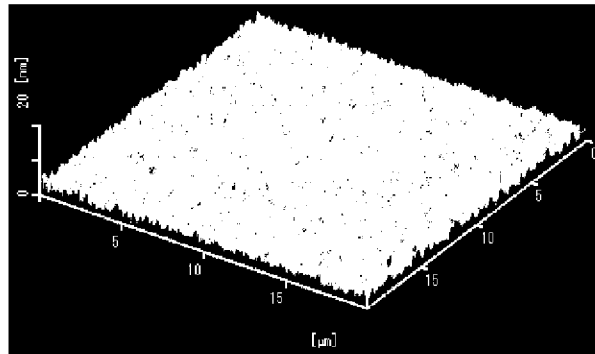
[図8]

No.	コロイダルシリカ (5wt%) への TiO ₂ 添加量	RR (μ m/h)	Ra
1	0.1 wt%	2.3	0.3nm
2	0.5 wt%	2.4	0.3nm
3	1.0 wt%	3.0	0.2nm
4	3.0 wt%	3.3	0.2nm
5	6.0 wt%	3.8	0.2nm
6	10.0 wt%	3.9	0.25nm

[図9]



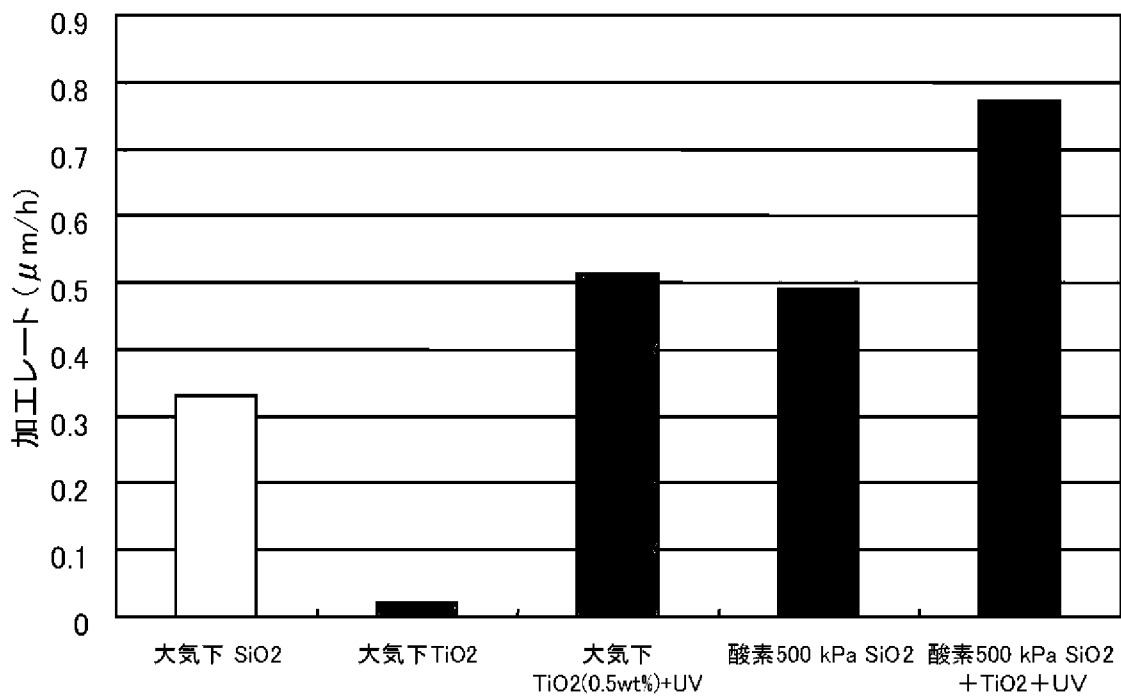
[図10]



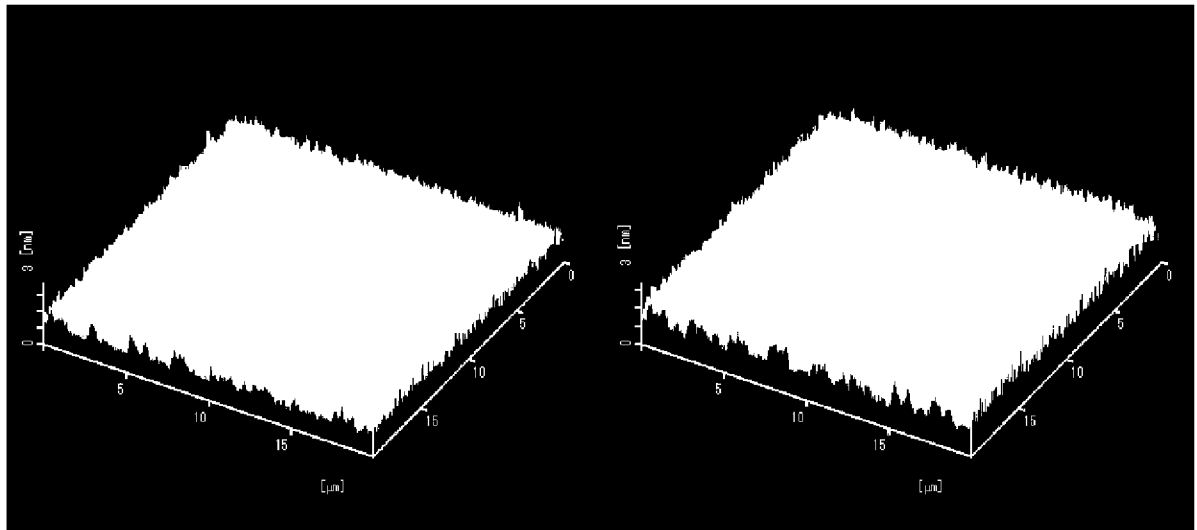
[図11]

No.	UV紫外線強度	RR ($\mu\text{m/h}$)	Ra
1	5 mW/cm ²	1.3	0.3nm
2	10 mW/cm ²	1.8	0.3nm
3	100 mW/cm ²	2.4	0.3nm
4	300 mW/cm ²	3.0	0.2nm
5	600 mW/cm ²	3.3	0.2nm
6	1000 mW/cm ²	3.5	0.2nm
7	1400 mW/cm ²	3.6	0.2nm

[図12]



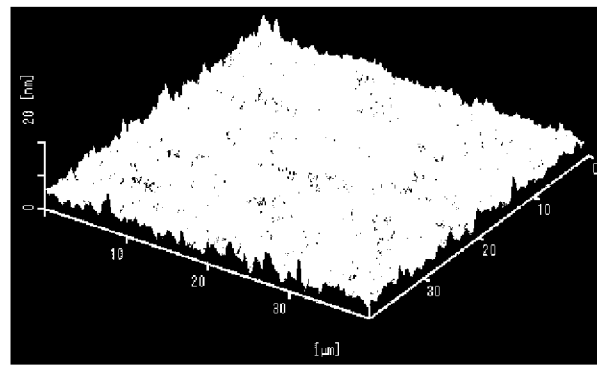
[図13]



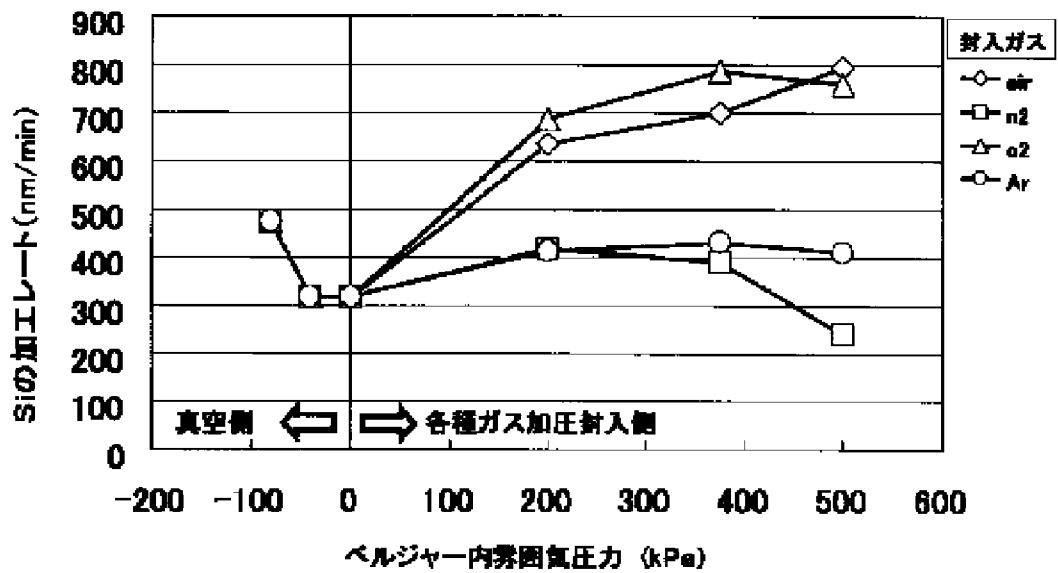
(a)

(b)

[図14]



[図15]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2006/323774

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

H01L21/304(2006.01) i, B24B1/00(2006.01) i, B24B37/00(2006.01) 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)

H01L21/304, B24B1/00, B24B37/00, C09K3/14

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	1996-2007
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2007	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2007

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.
Y	WO 1999/061540 A1 (CABOT CORP.), 02 December, 1999 (02.12.99), Page 18, line 25 to page 19, line 23 & US 6177026 B1 & US 6362104 B1 & US 2001/0036804 A1 & WO 2002/057382 A2	1-6
Y	JP 2003-225859 A (Toshiro DOI), 12 August, 2003 (12.08.03), Claims; Par. No. [0033]; Figs. 14 to 15 & US 2003/0104766 A1 & EP 1316393 A1	1-6
Y	JP 2002-219635 A (Tokai University), 06 August, 2002 (06.08.02), Par. No. [0016] (Family: none)	3

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
26 February, 2007 (26.02.07)

Date of mailing of the international search report
06 March, 2007 (06.03.07)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2006/323774

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
P, Y	JP 2006-224252 A (Kumamoto University), 31 August, 2006 (31.08.06), Full text; all drawings (Family: none)	3

<p>A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC)) Int.Cl. H01L21/304(2006.01)i, B24B1/00(2006.01)i, B24B37/00(2006.01)i</p>												
<p>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. H01L21/304, B24B1/00, B24B37/00, C09K3/14</p>												
<p>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</p> <table border="0"> <tr> <td>日本国実用新案公報</td> <td>1922-1996年</td> </tr> <tr> <td>日本国公開実用新案公報</td> <td>1971-2007年</td> </tr> <tr> <td>日本国実用新案登録公報</td> <td>1996-2007年</td> </tr> <tr> <td>日本国登録実用新案公報</td> <td>1994-2007年</td> </tr> </table>				日本国実用新案公報	1922-1996年	日本国公開実用新案公報	1971-2007年	日本国実用新案登録公報	1996-2007年	日本国登録実用新案公報	1994-2007年	
日本国実用新案公報	1922-1996年											
日本国公開実用新案公報	1971-2007年											
日本国実用新案登録公報	1996-2007年											
日本国登録実用新案公報	1994-2007年											
<p>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)</p>												
<p>C. 関連すると認められる文献</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>引用文献の カテゴリー*</th> <th>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</th> <th>関連する 請求の範囲の番号</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Y</td> <td>WO 1999/061540 A1 (CABOT CORPORATION) 1999.12.02, 第18ページ 第25行目-第19ページ第23行目 & US 6177026 B1 & US 6362104 B1 & US 2001/0036804 A1 & WO 2002/057382 A2</td> <td>1-6</td> </tr> <tr> <td>Y</td> <td>JP 2003-225859 A (土肥 俊郎) 2003.08.12, 特許請求の範囲, 段落 【0033】, 第14-15図 & US 2003/0104766 A1 & EP 1316393 A1</td> <td>1-6</td> </tr> </tbody> </table>				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 請求の範囲の番号	Y	WO 1999/061540 A1 (CABOT CORPORATION) 1999.12.02, 第18ページ 第25行目-第19ページ第23行目 & US 6177026 B1 & US 6362104 B1 & US 2001/0036804 A1 & WO 2002/057382 A2	1-6	Y	JP 2003-225859 A (土肥 俊郎) 2003.08.12, 特許請求の範囲, 段落 【0033】, 第14-15図 & US 2003/0104766 A1 & EP 1316393 A1	1-6
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 請求の範囲の番号										
Y	WO 1999/061540 A1 (CABOT CORPORATION) 1999.12.02, 第18ページ 第25行目-第19ページ第23行目 & US 6177026 B1 & US 6362104 B1 & US 2001/0036804 A1 & WO 2002/057382 A2	1-6										
Y	JP 2003-225859 A (土肥 俊郎) 2003.08.12, 特許請求の範囲, 段落 【0033】, 第14-15図 & US 2003/0104766 A1 & EP 1316393 A1	1-6										
<input checked="" type="checkbox"/> C欄の続きにも文献が列挙されている。		<input type="checkbox"/> パテントファミリーに関する別紙を参照。										
<p>* 引用文献のカテゴリー</p> <p>「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</p> <p>「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</p> <p>「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)</p> <p>「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献</p> <p>「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願</p>		<p>の日の後に公表された文献</p> <p>「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</p> <p>「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</p> <p>「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</p> <p>「&」同一パテントファミリー文献</p>										
<p>国際調査を完了した日 26.02.2007</p>		<p>国際調査報告の発送日 06.03.2007</p>										
<p>国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁 (ISA/J P) 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号</p>		<p>特許庁審査官 (権限のある職員) 中島 成 電話番号 03-3581-1101 内線 3324</p>										
		3C	9243									

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 請求の範囲の番号
Y	JP 2002-219635 A (学校法人東海大学) 2002. 08. 06, 段落【0016】 (ファミリーなし)	3
P, Y	JP 2006-224252 A (国立大学法人 熊本大学) 2006. 08. 31, 全文, 全 図 (ファミリーなし)	3