



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 02145898.7

[43] 公开日 2003 年 7 月 2 日

[11] 公开号 CN 1427025A

[22] 申请日 2002.6.20 [21] 申请号 02145898.7

[30] 优先权

[32] 2001. 6. 21 [33] JP [31] 2001 - 188722

[32] 2001. 7. 26 [33] JP [31] 2001 - 226322

[32] 2001. 11. 12 [33] JP [31] 2001 - 346468

[71] 申请人 花王株式会社

地址 日本东京

[72] 发明人 藤井滋夫 吉田宏之 萩原敏也

北山博昭

[74] 专利代理机构 上海专利商标事务所

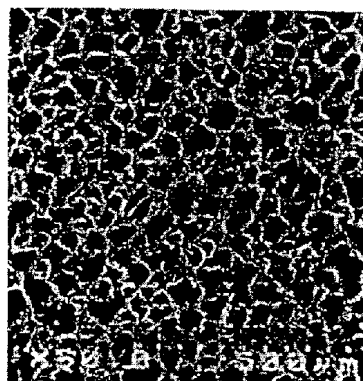
代理人 陈剑华

权利要求书 2 页 说明书 25 页 附图 2 页

[54] 发明名称 研磨液组合物

[57] 摘要

含有研磨材料和水研磨液组合物，是沉降度指数 80 以上，100 以下的研磨液组合物，具有使用该研磨液组合物来研磨被研磨基板的工序的基板的制造方法，使用上述研磨液组合物来防止研磨片堵塞的方法，使用研磨片研磨含有镍的被研磨物时，使用上述的研磨液组合物研磨来防止研磨片堵塞的方法。使用研磨片研磨含有镍的被研磨物时，使用含有分子中具有 2 个以上亲水基，分子量 300 以上的亲水性高分子或在 pH 值 8.0 可溶解氢氧化镍的化合物和水的组合物研磨来防止研磨片堵塞的方法。



500 μm

- 1.一种研磨液组合物，其特征在于它是一种含有研磨材 料和水的研磨液组合物，其沉降度指数为80以上，100以下。
- 5 2.权利要求1所述的研磨液组合物，其特征在于还含有亲水性高分子化合物或在pH值8.0时的可溶解氢氧化镍的化合物。
- 3.权利要求2所述的研磨液组合物，其特征在于亲水性高分子化合物的分子中具有2个以上的亲水基，是分子量为300以上的亲水性高分子
4. 权利要求3所述的研磨液组合物，其特征在于亲水基为阴离子性基。
- 10 5. 权利要求2-4任一项所述的研磨液组合物，其特征在于在pH值8.0时可溶解氢氧化镍的化合物为甘氨酸、抗坏血酸或柠檬酸。
6. 权利要求1-5任一项所述的研磨液组合物，其特征在于还含有化合物组(A)和/或化合物组(B)，
- 化合物组(A)：选自具有OH基或SH基的碳个数2-20的羧酸、碳个数1-20
- 15 的一元羧酸、碳个数2-3的二羧酸及其盐构成的组的1种以上，
- 化合物组(B)：选自碳个数4以上的不具有OH基或SH基的多价羧酸、氨基羧酸、氨基酸及其盐构成的组的1种以上。
7. 权利要求1-6任一项所述的研磨液组合物，其特征在于研磨材料的一次颗粒的平均粒径为1 μ m以下。
- 20 8. 权利要求1-7任一项所述的研磨液组合物，其特征在于为磁盘用基板研磨用的。
- 9.使用权利要求1-8任一项所述的研磨液组合物，具有研磨被研磨基板工序的基板制造方法。
- 10.使用权利要求1-8任一项所述的研磨液组合物，防止研磨片堵塞的方法。
- 25 11.使用研磨片研磨含有镍的被研磨物时，使用权利要求1-8任一项所述的研磨液组合物研磨来防止研磨片堵塞的方法。
12. 使用研磨片研磨含有镍的被研磨物时，使用含有分子中具有2个以上亲水基，分子量300以上的亲水性高分子或在pH值8.0可溶解氢氧化镍的化合物和水的组合物研磨来防止研磨片堵塞的方法。
- 30 13.权利要求12所述的防止研磨片堵塞的方法，其特征在于在pH值8.0可溶

解氢氧化镍的化合物是选自具有OH基或SH基的碳个数2-20的羧酸、碳个数1-20的一元羧酸、碳个数2-3的二羧酸、碳个数2-3的 α 氨基酸、碳个数3-10烯醇系有机酸及其盐构成的组的1种以上的化合物，该化合物的含量为0.01重量%以上，不足2重量%。

5

研磨液组合物

5 技术领域

本发明涉及研磨液组合物、使用该研磨液组合物的基板的制造方法和防止研磨片堵塞的方法。

现有技术

硬盘逐年以小型化、高容量化、高密度化发展。而且,最小纪录面积变小,另外,由于磁头的上浮量日益变小,硬盘基板要求降低表面粗糙度、微小弯曲并减少刮痕、凹坑等的表面缺陷。这样,在基板的研磨过程中要使用孔径更小,还要使用硬的研磨片。另外,由于同样的理由研磨材料的平均粒径变小。但是,对于这些研磨片,磨料屑和研磨屑滞留在片孔,易于粘着,在连续研磨中易于发生堵塞。其结果研磨速度降低,由于在研磨基板上引起凹坑等表面缺陷的产生等,需要频繁进行研磨片清理,使研磨的操作性,研磨基板的生产性降低,因此需求减少堵塞研磨片孔的研磨液组合物。作为难以引起这样研磨片堵塞的研磨液组合物,特开平7-216345号公报中公开了添加钼酸盐与特定有机酸的组合物,特开平5-311153号公报中公开了由水与氧化铝质研磨材料和钼酸盐构成的研磨用组合物,但在减少表面缺陷且减少堵塞方面都不完全满足。

20 发明目的

本发明目的是提供减少研磨片堵塞的研磨液组合物和具有使用该研磨液组合物研磨被研磨基板的工序的基板制造方法,以及防止研磨片堵塞的方法。

另外,作为本发明另一个目的,由于防止由研磨产生的研磨片堵塞,可解决由发生堵塞产生的连续研磨时研磨速度的降低,防止凹坑等表面缺陷的发生,减少研磨片的清理频度,提供改进研磨操作性和生产性的研磨液组合物,具有使用该研磨液组合物研磨被研磨基板的工序的基板制造方法和防止使用上述研磨液组合物的研磨片堵塞的方法。

发明内容

即,本发明的要点:

30 (1) 含有研磨材料与水的研磨液组合物,是沉降度指数为80以上,100

以下的研磨液组合物;

(2) 使用上述(1)所述的研磨液组合物,具有研磨被研磨基板工序的的基板制造方法;

(3) 使用上述(1)所述的研磨液组合物,防止研磨片堵塞的方法;

5 (4) 使用研磨片研磨含镍的被研磨物时,使用上述(1)所述的研磨液组合物来研磨,防止研磨片堵塞的方法;

(5) 使用研磨片研磨含镍的被研磨物时,使用含有分子中具有2个以上亲水基、分子量300以上的亲水性高分子或在pH值为8.0可溶解氢氧化镍的化合物和水的组合物来研磨,防止研磨片堵塞的方法

10 发明实施方式

本发明研磨液组合物含有研磨材料和水,从减少研磨片堵塞的观点看,沉降度指数为80以上,100以下;较好为85以上,100以下;更好为90以上,100以下。在本发明中沉降度指数为80以上,100以下这一点是一个重大特征,由于具有这样高的沉降度指数,可有意地减少研磨片的堵塞,可发现具有维持生产稳定的研磨物的显著效果。

在本发明中,在使用在研磨液组合物添加规定量的硝酸镍的试验液的场合,沉降度指数为对于试验液悬浮体总体积悬浮体的沉降体积比率,按下述的可以得到。沉降度指数是表示研磨液组合物使研磨片堵塞的难易指标。

20 用于本发明的沉降度指数涉及添加规定量硝酸镍悬浮液的悬浮液分散性,是着眼并找到表示与研磨中的研磨液性状相同的事实的指标,由于使用这样的指标,具有容易判定研磨液组合物的研磨片堵塞难易的优点。

另外,对于已有的研磨液组合物进行研究,实质上没有发现本发明那样高的沉降度指数。

在本发明中沉降度指数以以下的方法来求。

25 沉降度指数测定中使用的试验液,在研磨材料浓度超过4.65重量%的研磨液组合物的场合,研磨材料浓度4.65重量%这样时添加离子交换水调制的组合物中,对于该组合物100重量份添加硝酸镍(II)6水合物(特级试剂,定量分析纯度98%以上)0.62重量份,接着加入25%氨水溶液或20%硝酸水溶液使pH值为7.0,再加入离子交换水调制成研磨材料浓度为4.5重量%的试验液。另一方面,在研
30 磨材料浓度不足4.65重量%的研磨液组合物的场合,对于研磨液组合物100重量

份添加硝酸镍（II）6水合物0.62重量份，接着加入25%氨水溶液或20%硝酸水溶液使pH值为7.0来调制试验液。

- 然后，仔细地振荡直到使上述试验液悬浮，将该试验液倒入有容量刻度的玻璃比色管（日本工业规格K 0071）中，再度仔细地振荡直到悬浮（振荡条件：
- 5 将比色管倒置，直到认为其底部没有沉淀物，十分仔细的上下振荡比色管）。然后，将上述玻璃比色管在20℃静置，静置30分钟后，由与使上层的澄清液层与磨料为主体的凝聚体等成悬浮或分散状态的下层分离的试验液的上层与下层的界面位置的刻度读数，求出沉淀体积（单位：mL），对于试验液的总体积算出沉淀体积的比例，将该值作为沉淀度指数。在采取试验液100 mL的场合，原原本本
- 10 本以上述沉淀体积（单位：mL）的读数值为其沉淀度指数值。

作为高调上述沉淀度指数的方法，按照研磨液组合物的成分可不一概限定，例如①降低研磨液组合物的pH值的方法（将研磨后的pH值不足7.7这样的研磨液组合物的pH值降低到6以下，更好降低到3的方法），②添加下述的堵塞防止剂的方法等。

- 15 本发明中使用的研磨材料可使用一般研磨中使用的研磨材料。作为该研磨材料的例子，举例有金属；金属或准金属的碳化物、氮化物、氧化物、硼化物；金刚石等。金属或准金属元素来自周期表（长周期型）的2A、2B、3A、3B、4A、4B、5A、6A、7A或8族。作为研磨材料的具体例子，举例有 α -氧化铝颗粒、 γ -氧化铝颗粒、 δ -氧化铝颗粒、 θ -氧化铝颗粒、 η -氧化铝颗粒、 κ -氧化铝颗粒等的中间氧化铝颗粒、氧化铝溶胶、碳化硅颗粒、金刚石颗粒、氧化镁颗粒、氧化锌颗粒、氧化铈颗粒、氧化锆颗粒、胶体二氧化硅颗粒、热解二氧化硅颗粒等。从改进研磨速度的观点看，使用其1种以上是理想的。其中， α -氧化铝颗粒、中间氧化铝颗粒、氧化铈颗粒、氧化锆颗粒、胶体二氧化硅颗粒、热解二氧化硅颗粒等是更理想的， α -氧化铝颗粒、中间氧化铝颗粒是特别理想
- 20 的。从改进研磨速度、防止表面缺陷和降低表面粗糙度的观点看， α -氧化铝颗粒与下述的中间氧化铝颗粒（尤其是 θ -氧化铝颗粒）是最理想的。按用途区分
- 25 镀Ni-P的铝合金基板的粗研磨， α -氧化铝颗粒、中间氧化铝颗粒等的氧化铝颗粒是理想的，另外，镀Ni-P的铝合金基板的精研磨，胶体二氧化硅颗粒、热解二氧化硅颗粒等二氧化硅颗粒是理想的。玻璃材质的研磨中氧化铈颗粒和氧化
- 30 铝颗粒是理想的。半导体单晶片与半导体元件等的研磨中氧化铈颗粒、氧化铝

颗粒和二氧化硅颗粒是理想的。

从改进研磨速度的观点看，研磨材料的一次颗粒的平均粒径较好为0.01-3 μm ，更好为0.01-1 μm ，再好为0.01-0.8 μm ，进一步好为0.02-0.8 μm ，特别好为0.02-0.5 μm ，最好为0.05-0.5 μm 。在一次颗粒凝聚形成二次颗粒的场合，同样从改进研磨速度的观点和降低被研磨物的表面粗糙度的观点看，该二次颗粒的平均粒径较好为0.02-3 μm ，更好为0.05-3 μm ，再好为0.05-1.5 μm ，进一步好为0.1-1.5 μm ，特别好为0.1-1.2 μm ，最好为0.2-1.2 μm 。特别是与大粒径颗粒比较，使用分散易于构成不稳定的一次颗粒的平均粒径1 μm 以下的研磨材料的场合，本发明的使用效果大。

10 研磨材料的一次颗粒的平均粒径用扫描电子显微镜观察（适合3000-30000倍）或用透射电子显微镜观察（适合10000-300000）进行图像分析，作为数均粒径可用测定的平均粒径来求。另外，二次颗粒的平均粒径可用激光衍射法以体积平均粒径测定。

研磨材料的比重，从分散性和向研磨装置的供给性与回收再利用性的观点看，该比重为2-6是理想的，2-5是更理想的。

从经济性和减小表面粗糙度、可高效研磨的观点看，在研磨液组合中研磨材料的含量较好为1-40重量%，更好为2-30重量%，再好为3-15重量%。

另外，从易于高调沉降度指数的观点看，在本发明的研磨液组合中添加研磨片堵塞防止剂（以下仅称堵塞防止剂）是理想的。作为堵塞防止剂，举例有亲水性高分子化合物和在pH值为8.0（25℃）可溶解氢氧化镍的化合物。

20 本发明中使用的亲水性高分子化合物为在分子中不问同种、不同种具有2个以上的亲水基的亲水性高分子，作用于分散物质（研磨材料、研磨屑等的固形物）的界面，可改进分散物质向分散介质的分散性的化合物。

从以下所述防止堵塞的观点看，在上述亲水性高分子化合物中分子中具有2个以上亲水基的分子量为300以上的亲水性高分子是理想的。

从防止研磨片堵塞的观点看，亲水性高分子化合物中的亲水基数为2个以上是理想的，5个以上是更理想的。但是，从研磨渣（研磨材料、被研磨物的小片等的屑）不引起研磨片堵塞，即由于研磨渣表面间的静电排斥与立体障碍排斥研磨渣保持分散稳定性的观点看，亲水基数为10个以上是理想的；而且从防止来自亲水性高分子颗粒间相互作用的不稳定性（交联等）的观点与工业的获得

性的观点看,亲水基数为3000个以下是理想的。更好为10-2000个,再好为20-1500个。特好为20-1000个。

另外,作为亲水基的种类,可同种,也可不同种,没有特别限定,举例有醚基(羟乙烯基等)与羟基代表的非离子性基,羧酸基、磺酸基、硫酸酯基、磷酸酯基代表的阴离子性基,4级铵盐代表的阳离子性基。从防止研磨片堵塞的观点看,其中阴离子性基与阳离子性基样的离子性亲水基是理想的,阴离子性基是更理想的。另外,从防止片堵塞的观点看,希望亲水性高分子以凝胶浸透色谱法的聚苯乙烯磺酸钠换算的重均分子量为300-100万,较好为500-50万,更好为1000-10万,特好为1000-5万。

10 本发明使用的亲水性高分子化合物的具体例子下面叙述。还有,方括弧表示的名称均为商品名。

作为亲水基为非离子性基的亲水性高分子化合物的例子举例有「ブルロニックL44」(旭电化工业制)代表的聚丙撑二醇的两末端聚氧化乙烯附加物、聚乙烯醇及其衍生物、聚乙二醇(甲基)丙烯酸酯聚合物及其共聚物等。

15 另外,作为亲水基为阴离子性基的亲水性高分子化合物的例子举例有以聚丙烯酸代表的(甲基)丙烯酸(盐)聚合物及其共聚物,苯乙烯与马来酸共聚物的钠盐、二异丁烯与马来酸共聚物的钠盐代表的马来酸(盐)聚合物及其共聚物, β -萘磺酸甲醛缩合物的钠盐代表的聚萘磺酸(盐)、聚三聚氰胺磺酸(盐)、磺酸化苯乙烯(盐)聚合物及其共聚物,(甲基)丙烯酸与(甲基)丙烯酰基羟基乙基磷酸的共聚物代表的甲基丙烯酰基羟基乙基磷酸的聚合物,褐藻酸钠,羧甲基纤维素代表的具有阴离子性基的多糖类及其衍生物等。

25 作为(甲基)丙烯酸(盐)聚合物及其共聚物举例有「UC3120」(东亚合成(株)制)、「ポイズ530」(花王(株)制)等。作为聚萘磺酸(盐)举例有「デモ-ルN」(花王(株)制)、「デモ-ルAS」(花王(株)制)等。作为聚三聚氰胺磺酸(盐)举例有「メルフロ-」(三井化学(株)制)等。

另外,作为亲水基为阳离子性基的亲水性高分子化合物的例子有4级铵单体的聚合物及其共聚物,(甲基)丙烯酰基羟基乙基三甲基铵氯化物的聚合物及其共聚物,(三甲基铵氯化物)乙基(甲基)丙烯酸酯的聚合物及其共聚物等。

30 作为4级铵单体的聚合物及其共聚物举例有「マ-コ-ト100」(マツモト交商制)、「マ-コ-ト550」(マツモト交商制)等。

作为混合2种以上亲水基的亲水性高分子化合物的例子有阳离子改性羧基改性的聚乙烯醇代表的亲水性单体改性聚乙烯醇，丙烯酰胺/丙烯酸共聚物代表的亲水性单体与(甲基)丙烯酸(盐)的共聚物，丙烯酸/氯化二甲基二烯丙基铵共聚物等代表的亲水性单体与4级铵单体的共聚物等。从防止堵塞的观点看，其中，作为亲水基具有离子性基的是理想的，具有阴离子性基的是更理想的。

作为亲水性单体改性聚乙烯醇，举例有「C-506」(クラレ制)、「CM-308」(クラレ制)、「KL-318」(クラレ制)、「SS2217」(クラレ制)等。作为亲水性单体与(甲基)丙烯酸(盐)的共聚物，举例有「アロンA6016」(东亚合成(株)制)、「FC-900」(日本触媒制)等。作为亲水性单体与4级铵单体的共聚物，举例有「マ-コ-ト280」等。

另外，在具有阴离子性基之中，苯乙烯与马来酸共聚物的钠盐，二异丁烯与马来酸共聚物的钠盐代表的马来酸(盐)共聚物， β -萘磺酸甲醛缩合物的钠盐代表的聚萘磺酸(盐)、褐藻酸钠，羧甲基纤维素代表的具有阴离子性基的多糖类及其衍生物是特别理想的。

作为其它理想的堵塞防止剂，举例有在pH值为8.0(25℃)可溶解氢氧化镍的化合物。该化合物是添加硝酸镍(II)6水合物(特级试剂，定量分析纯度98%以上)2重量%，上述化合物0.4重量%的水溶液，用25%氨水溶液或20重量%硝酸水溶液调整pH值到8.0之后，在25℃目视评价明确没有氢氧化镍沉淀，或水溶液为不悬浮的透明的水溶液状态的化合物。作为这样的化合物，举例有含有羧基、磷酸基等的化合物，较好为含有羧基的化合物。例如柠檬酸、碳个数2-3的 α 氨基酸、碳个数3-10烯醇系有机酸，从改进氢氧化镍的溶解的观点和防止堵塞的观点看，其中甘氨酸、抗坏血酸和柠檬酸是理想的，甘氨酸和柠檬酸是更理想的，柠檬酸是最理想的。

另外，在上述堵塞防止剂中，对于氧化合物，可使用盐。作为该盐没有特别限定。具体的说有金属、铵、烷基铵、有机胺等的盐。作为金属的具体例子有周期表(长周期型)1A、1B、2A、2B、3A、3B、4A、6A、7A或8族中所属的金属。在这些金属中，从降低堵塞的观点看，1A、3A、3B、7A或8族中所属的金属是理想的，1A、3A或3B族中所属的金属是更理想的，1A族中所属的钠、钾是最理想的。作为烷基铵的具体例子有四甲基铵、四乙基铵、四丙基铵、四丁基铵等。作为有机胺的具体例子有二甲基胺、三甲基胺、烷醇胺等。在这些

盐中，铵盐、钠盐和钾盐是特别理想的。

从防止堵塞的观点与研磨性能的观点看，上述堵塞防止剂的含量在研磨液组合物总量中为0.0001重量%以上是理想的，另外，从经济的观点、改进研磨基板面质量的观点看，5重量%以下是理想的。在pH值为8.0（25℃）可溶解氢氧化镍的化合物的场合，0.01-5重量%是理想的，更理想为0.01-3重量%，再理想为0.01-1.5重量%，特别理想为0.02-1重量%。另外，作为堵塞防止剂分子中具有2个以上的亲水基，使用分子量300以上的亲水性高分子的场合，从改进研磨速度的观点看，其含量为0.0001-5重量%是理想的，0.0005-3重量%是比较理想的，0.001-1.5重量%是更理想的，0.005-0.5重量%是特别理想的。还有，上述化合物可单独或2种以上混合使用。

另外，根据需要，在本发明的研磨液组合物中可配入其它成分。例如，化合物组（A）：具有OH基或SH基的碳个数2-20的羧酸、碳个数1-20的一元羧酸、碳个数2-3的二羧酸及其盐，化合物组（B）：碳个数4以上的不具有OH基或SH基的多价羧酸、氨基羧酸、氨基酸及其盐。在这些化合物组内，配入1个以上化合物组的化合物是理想的，更理想配入2个化合物组的化合物是希望的。另外，可配入从各化合物组中分别选1种以上的化合物。

本发明中使用的化合物组(A)具有降低在基板上发生的端面塌边（圆边）的作用。作为化合物组（A）的化合物为从由具有OH基或SH基的碳个数2-20的羧酸、碳个数1-20的一元羧酸、碳个数2-3的二羧酸及其盐构成的组中选择的1种以上的化合物。

作为具有OH基或SH基的碳个数2-20的羧酸，举例有羟酸和该酸的OH基的氧原子被硫原子置换的化合物。从向水中的溶解性的观点看，这些羧酸的碳个数为2-20，较好为2-12，更好为2-8，最好为2-6。另外，从降低塌边的观点看，作为羟酸在羧基的 α 位具有羟基的是理想的，另外，具有2个以上羧基的羟基多价羧酸是理想的。

从向水中的溶解性的观点看，希望一元羧酸的碳个数为1-20，较好为1-12，更好为1-8，最好为1-6。

从降低塌边的观点看，二羧酸的碳个数为2-3，即为草酸与丙二酸。另外，从改进研磨速度的观点看，在该化合物组（A）中羟酸是理想的。再者，从降低塌边的观点看，二羧酸是理想的。

具有OH基或SH基的碳个数2-20的羧酸的具体例子, 举例有乙醇酸、巯基琥珀酸、巯基乙酸、乳酸、 β -羟基丙酸、苹果酸、酒石酸、柠檬酸、异柠檬酸、别柠檬酸、葡糖酸、乙醛酸、甘油酸、抗坏血酸、苦杏仁酸、托品酸、二苯基乙醇酸、水杨酸等。作为一元羧酸的具体例子, 举例有甲酸、乙酸、丙酸、丁酸、异丁酸、戊酸、异戊酸、己酸、庚酸、2-甲基己酸、辛酸、2-乙基己酸、壬酸、癸酸、月桂酸等。其中乙酸、草酸、丙二酸、乙醇酸、乳酸、苹果酸、酒石酸、乙醛酸、柠檬酸和葡糖酸是理想的。更理想的为草酸、丙二酸、乙醇酸、乳酸、苹果酸、酒石酸、乙醛酸、柠檬酸和葡糖酸。还有, 本发明中使用的一元羧酸和二羧酸从不具有OH基或SH基的羧酸中选择。

10 另外, 作为这些酸的盐, 没有特别的限定, 具体的说, 有金属、铵、烷基铵、有机胺等的盐。作为金属的具体例子有周期表(长周期型)1A、1B、2A、2B、3A、3B、4A、6A、7A或8族中所属的金属。在这些金属中, 从降低塌边的观点看, 1A、3A、3B、7A或8族中所属的金属是理想的, 1A、3A或3B族中所属的金属是更理想的, 1A族中所属的钠、钾是最理想的。

15 作为烷基铵的具体例子有四甲基铵、四乙基铵、四丁基铵等。

作为有机胺的具体例子有二甲基胺、三甲基胺、烷醇胺等。

在这些盐中, 铵盐、钠盐和钾盐是特别理想的。

该化合物组(A)的化合物可单独使用或2种以上混合使用。

20 从改善塌边效果的观点看, 又从经济的观点看, 化合物组(A)的总含量在研磨液组合物中较好为0.01-5重量%, 更好为0.015-3重量%, 再好为0.03-2重量%。

还有, 化合物组(A)也具有防止研磨片堵塞的作用。

25 本发明中使用的化合物组(B)具有改进研磨速度的作用。作为化合物组(B), 举例有碳个数4以上不具有OH基或SH基的多价羧酸、氨基羧酸、氨基酸及其盐。

30 从改进研磨速度的观点看, 在碳个数4以上不具有OH基或SH基的多价羧酸中碳个数为4-20是理想的, 碳个数为4-10是更理想的。其价数为2-10, 较好为2-6, 更好为2-4。另外, 从同样的观点看, 作为氨基羧酸, 一个分子中的氨基数为1-6是理想的, 1-4是更理想的。作为羧酸数为1-12是理想的, 2-8是更理想的。作为碳个数为1-30是理想的, 1-20是更理想的。从同样的观点看, 氨基酸的碳个数为

2-20是理想的，2-10是更理想的。

具体的说，举例有琥珀酸、马来酸、富马酸、戊二酸、柠康酸、衣康酸、丙三羧酸、己二酸、丙烷-1, 1, 2, 3-四羧酸、丁烷-1, 2, 3, 4-四羧酸、二甘醇酸、氮川三乙酸、乙二胺四乙酸 (EDTA)、二亚乙基三胺五乙酸 (DTPA)、
5 羟乙基乙二胺四乙酸 (HEDTA)、三亚乙基四胺六乙酸 (TTHA)、二羧基甲基谷氨酸 (GLDA)、甘氨酸、丙氨酸等。

其中，琥珀酸、马来酸、富马酸、戊二酸、柠康酸、衣康酸、丙三羧酸、己二酸、二甘醇酸、氮川三乙酸、乙二胺四乙酸和二亚乙基三胺五乙酸是理想的，而琥珀酸、马来酸、富马酸、柠康酸、衣康酸、丙三羧酸、二甘醇酸、乙
10 二胺四乙酸和二亚乙基三胺五乙酸是更理想的。

另外，作为这些酸的盐，没有特别的限定，具体的说，有金属、铵、烷基铵、有机胺等的盐。作为金属的具体例子有周期表（长周期型）1A、1B、2A、2B、3A、3B、4A、6A、7A或8族中所属的金属。在这些金属中，从改进研磨速度的观点看，1A、3A、3B、7A或8族中所属的金属是理想的，1A、3A、3B
15 或8族中所属的金属是更理想的，1A族中所属的钠、钾，3A族中所属的铯，3B族中所属的铝，8族中所属的铁是最理想的。

作为烷基铵的具体例子有四甲基铵、四乙基铵、四丁基铵等。

作为有机胺的具体例子有二甲基胺、三甲基胺、烷醇胺等。

在这些盐中，铵盐、钠盐、钾盐和铝盐是特别理想的。

20 该化合物组 (B) 的化合物可单独或2种以上混合使用。

从促进研磨效果的观点、经济的观点和改进表面品质的观点看，化合物组 (B) 的总含量在研磨液组合物中理想的为0.01-10重量%，更理想的为0.02-7重量%，再理想的为0.03-5重量%。

另外，本发明的研磨液组合物也可含有作为表面粗糙度降低剂的中间氧化
25 铝或氧化铝溶胶。在本发明中中间氧化铝是 α -氧化铝颗粒以外的氧化铝颗粒的总称，在本发明中作为研磨材料成分使用，具体的说，举例有 γ -氧化铝颗粒、 δ -氧化铝颗粒、 θ -氧化铝颗粒、 η -氧化铝颗粒、 κ -氧化铝颗粒、它们的混合物等。其中，从改进研磨速度和降低表面粗糙度效果的观点看，以下的中间氧化铝是理想的。其结晶型理想的为 γ -氧化铝、 δ -氧化铝、 θ -氧化铝、 η -氧化
30 铝颗粒及其混合物，更理想的为 γ -氧化铝、 δ -氧化铝、 θ -氧化铝颗粒及其混

合物,特别理想的为 θ -氧化铝和 γ -氧化铝。另外,其比表面积(BET法)较好为 $30-300\text{m}^2/\text{g}$,更好为 $50-200\text{m}^2/\text{g}$ 。其平均粒径较好为 $0.01-5\mu\text{m}$,更好为 $0.05-5\mu\text{m}$,再好为 $0.1-3\mu\text{m}$,特别好为 $0.1-1.5\mu\text{m}$ 。该平均粒径可用激光衍射法(例如堀场制作所制LA-920)以体积平均粒径测定。另外,在氧化铝颗粒中的碱金属和碱土金属的含量分别为0.1重量%以下是理想的,0.05重量%以下是更理想的,0.01重量%以下是特别理想的。

例如,在比表面积比较大的,碱金属和碱土金属的含量少的氢氧化铝、氧化铝溶胶为原料的场合,由于制造的中间氧化铝的熔融粘着少,颗粒强度小,研磨基板无表面缺陷,降低表面粗糙度是特别有效的。

作为此原料可用化学式 $\text{Al}(\text{OH})_3$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 、 AlOOH 、 $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ (n 表示1-3)表示,例如,可使用氢氧化铝、氧化铝溶胶等,该原料的比表面积理想的为 $10\text{m}^2/\text{g}$ 以上,更理想的为 $30\text{m}^2/\text{g}$ 以上,特别理想的为 $50\text{m}^2/\text{g}$ 以上。另外,碱金属和碱土金属的含量理想的为0.1重量%以下,更理想的为0.05重量%以下,特别理想的为0.03重量%以下。再者,在将氢氧化铝加热脱水制造中间氧化铝的场合,焙烧时强制导入干燥空气或氮气,对降低研磨基板的表面缺陷、表面粗糙度是有效的。还有,上述加热脱水处理可用常法进行。

这些中间氧化铝,如需要可用球磨机、玻璃球磨机、高压均化器、喷射式粉碎机等粉碎机湿式或干式粉碎,调整规定的粒径。

另外,氧化铝溶胶可用化学式 AlOOH 、 $\text{AlOOH} \cdot n\text{H}_2\text{O}$ (n 表示1-3)、 $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 等表示,作为晶体结构举例有勃姆石、伪勃姆石和非晶态。氢氧化铝,例如可将三水铝矿在 250°C 进行水热处理和用加热分解烷醇铝来制造。其平均粒径较好为 $0.01-5\mu\text{m}$,更好为 $0.05-5\mu\text{m}$,再好为 $0.1-3\mu\text{m}$,特别好为 $0.1-1.5\mu\text{m}$ 。该平均粒径可用激光衍射法以体积平均粒径来测定。其比表面积(BET法)较好为 $30-300\text{m}^2/\text{g}$,更好为 $50-200\text{m}^2/\text{g}$ 。

中间氧化铝和氧化铝溶胶与化合物组(A)和化合物组(B)的化合物合用可改进研磨速度和更加促进防止凹坑等表面缺陷。在该场合,中间氧化铝和氧化铝溶胶可分别单独使用,也可以混合物使用。特别是从改进研磨速度,降低研磨片堵塞,防止表面缺陷等的效果大小,还有降低表面粗糙度效果的观点看,中间氧化铝是更理想的。

在研磨液组合物中中间氧化铝和/或氧化铝溶胶的总含量,从经济性和促进

研磨效果，降低研磨片堵塞，降低表面粗糙度的效果，还有得到防止凹坑等的表面缺陷的能力的观点看，对于除去中间氧化铝和氧化铝溶胶的研磨材料100重量份为1-100重量份是理想的，更理想为2-70重量份，再理想为4-40重量份。

作为其它成分，举例有无机酸及其盐、氧化剂、增粘剂、防锈剂、界面活性剂等。作为无机酸及其盐和氧化剂的具体例子有硝酸、含氧酸、含氧盐、硫酸、硝酸锂、硫酸锂、硝酸钠、硫酸钠、硫代硫酸钠、氯化钠、乙酸钠、硝酸钾、硫酸钾、氯化钾、硝酸镁、硫酸镁、氯化镁、乙酸镁、硝酸钙、氯化钙、硫酸锌、氯化锌、乙酸锌、硝酸铝、硫酸铝、磷酸铝、氯化铝、钾明矾、硝酸镍、硫酸镍、甲酸镍、乙酸镍、硝酸铁、亚硝酸钠、亚硝酸钾、亚硝酸钙、亚硝酸镁、过氧化氢、过氧化钠、过氧化钾、过氧化钙、过氧化钡、过氧化镁、过氧碳酸钠、过氧碳酸钾、过氧碳酸铵、过氧硫酸钠、过氧硫酸钾、过氧硫酸铵、过氧磷酸钠、过氧磷酸钾、过氧磷酸铵、过氧硼酸钠、过氧硼酸钾、过氧硼酸铵、过丙酸、叔丁基过氧化氢、过甲酸、过乙酸、2,4-二硝基苯酚等。

这些成分可单独使用，也可2种以上混合使用。另外，从改进研磨速度的观点，发现各个机能的观点和经济的观点看，其含量在研磨液组合中较好为0.05-20重量%，更好为0.05-10重量%，再好为0.05-5重量%。

另外，作为其它成分，根据需要，可配入氯化四甲铵、氯化四乙铵、氢氧化四甲铵、氢氧化四乙铵、苄烷氯化铵、苯索氯化铵等的杀菌剂、抗菌剂。这些杀菌剂、抗菌剂等的含量，从发现各个机能的观点和不影响研磨性能与基板性质的观点看，在研磨液组合中较好为0.001-0.1重量%，更好为0.01-0.05重量%，再好为0.01-0.02重量%。

本发明研磨液组合物中的水是作为介质使用的，从可高效研磨被研磨物的观点看，其含量为19.9-97.9重量%是理想的，40-97重量%是更理想的，60-97重量%是最理想的。

还有，上述研磨液组合物中的各成分的浓度为研磨时理想的浓度，也可为该组合物制造时的浓度。通常，以浓缩液制造组合物，使用时将其稀释来使用的场合多。

本发明研磨液组合物是将上述研磨材料、水，如果需要的堵塞防止剂、化合物组(A)、(B)等的任意成分适当配合、混合制造的。

研磨液组合物的pH值根据被研磨物的种类与品质要求适当决定是理想的。

例如，从基板的洗净性和防止加工机械腐蚀性、操作者的安全性的观点看，研磨液组合物的pH值为2-12是理想的。另外，在被研磨物为以镀Ni-P的铝合金基板的金属作主要对象的精密零件用基板的场合，从改进研磨速度与提高表面品质的观点看，2-9是更理想的，3-8是特别理想的。再者，用于半导体片与半导体元件等的研磨，特别是用于硅基板、多晶硅膜、SiO₂膜等的研磨的场合，从改进研磨速度与提高表面品质的观点看，7-12是理想的，8-12是更理想的，9-11是特别理想的。在被研磨物为以镀Ni-P的铝合金基板的场合，从降低研磨片堵塞的观点看，2-10是理想的，2-9是更理想的，2-8是进一步理想的，2-7是更进一步理想的，2-5是特别理想的，2-4是最理想的。根据需要，该pH值可适当的按希望量配入硝酸、硫酸等的无机酸、有机酸及其金属盐与铵盐、氨水、氢氧化钠、氢氧化钾、胺等的碱性物质来调整。还有，pH值为用公知的pH仪在20℃测定的值。

具有以上组成的本发明研磨液组合物，由于具有降低研磨片堵塞的效果，使用这样的研磨液组合物可防止研磨片堵塞。使用研磨液组合物的形式没有特别限定，可基于使用研磨片的公知的研磨方法，例如下述的被研磨基板的研磨方法。

本发明使用的研磨片可为研磨被研磨物时使用的研磨片，例如，除无纺布形状或多孔性质的有机高分子构成的研磨片外，固定磨石或研磨片中固定磨石的研磨片等，特别是无纺布形状或多孔性质的有机高分子构成的研磨片是理想的。

研磨片的形状、大小等没有特别限定。另外，作为研磨片的材料也没有特别限定，例如有尿烷等有机高分子，在有机高分子中含有碳、二氧化铈等各种添加剂的有机高分子等。

在本发明中，防止研磨片堵塞的效果，例如可通过用显微镜观察或扫描电子显微镜观察研磨后的研磨片表面，或用连续研磨时研磨速度降低的比例来估计。

另外，在精密零件用基板等的研磨工序中，由于使用本发明的堵塞防止剂，不仅显著降低研磨片的堵塞，而且具有改进研磨速度，降低圆边的优点。还有，在此圆边指的是在研磨时在被研磨基板上产生的端面塌边。

本发明基板的制造方法，具有使用本发明的研磨液组合物，或按本发明的

研磨液组合物的组成混合各成分，调制研磨液，研磨被研磨基板的工序，特别适合制造精密零件用基板。

以本发明对象的被研磨基板代表的被研磨物的材质，举例有硅、铝、镍、钨、铜、钼、钛等金属或准金属，和这些金属作主要成分的合金，玻璃、玻璃态碳、非晶态碳等的玻璃态物质，氧化铝、二氧化硅、氮化硅、氮化钼、氮化钛等的陶瓷材料，聚酰亚胺树脂等的树脂等。其中铝、镍、钨、铜等的金属及这些金属作主要成分的合金为被研磨物，或含这些金属的半导体元件等的半导体基板为被研磨物是理想的。特别是研磨镀Ni-P的铝合金构成的被研磨基板等的含有镍的被研磨基板时，使用本发明研磨液组合物的场合，可高效降低研磨片的堵塞，同时在本发明研磨液组合物中适当添加上述堵塞防止剂、化合物组(A)、(B)的化合物、中间氧化铝或氧化铝溶胶等，可减小塌边，改进研磨速度，还不产生表面缺陷，并降低表面粗糙度是理想的。

作为本发明对象的含有镍的被研磨基板代表的，举例有镍金属、含有镍的合金、准金属、氧化物、和含有它们的半导体元件等的半导体基板。特别是镀Ni-P与镀Ni-Fe的盘基板是理想的，作为镀层基板，举例有铝合金等的金属基板，玻璃与碳等的陶瓷基板，或树脂制基板等。

这些被研磨物的形状没有特别限制，例如，具有盘状、片状、板状、棱状等的平面部分的形状，与具有透镜等的曲面部分的形状构成使用本发明研磨液组合物的研磨对象。其中盘状的被研磨物在研磨中是特别优良的。

本发明研磨液组合物适用于精密零件用基板的研磨。例如适合磁盘、光盘、光磁盘等的纪录介质的基板，光掩模基板、光学透镜、光学镜、光学棱镜、半导体基板等的研磨。半导体基板的研磨是进行硅片（裸片）的抛光工序，形成埋入元件分离膜的工序，层间绝缘膜的平坦化工序，形成埋入金属配线的工序，形成埋入电容器工序等的研磨。本发明研磨液组合物特别适合磁盘用基板的研磨。

另外，作为本发明基板的制造方法，举例有在贴上无纺布形状的有机高分子的研磨布的研磨盘上夹住上述被研磨基板，将本发明研磨液组合物供到研磨面上，边施加一定压力，边转动研磨盘与基板来制造基板的方法。

如上所述，在精密零件用基板等，特别是镀Ni-P的铝合金构成的被研磨基板的研磨中使用本发明研磨液组合物的场合，可显著防止研磨片的堵塞，其结

果,可解决由于堵塞产生的连续研磨时研磨速度的降低,产生凹坑等表面缺陷的防止,并可降低清理频度,改进操作性、生产性。

特别是,在本发明研磨液组合物中适当添加上述堵塞防止剂、化合物粗(A)、(B)的化合物、中间氧化铝或氧化铝溶胶,降低研磨片堵塞,表面上不产生表面缺陷,改进研磨速度的同时可降低表面粗糙度,还减少塌边,可高生产效率地制造高品质基板

本发明研磨液组合物在抛光工序中具有特别的效果,此外的研磨工序,例如研磨工序等同样适用。

本发明涉及研磨片堵塞的防止方法。作为本发明研磨片堵塞的防止方法,举例有使用上述本发明研磨液组合物的方法,具体的说,使用研磨片研磨含有镍的被研磨物时使用本发明研磨液组合物研磨的方法。

另外,本发明涉及在使用研磨片研磨含有镍的被研磨物时,使用不含有研磨材料的组合物的研磨片的堵塞防止方法。即:

在使用研磨片研磨含有镍的被研磨物时,由于使用含有在分子中具有2个以上的亲水基,分子量300以上的亲水性高分子或在pH值8.0可溶解氢氧化镍的化合物和水的组合物来研磨,防止研磨片堵塞的方法。

由于使用上述防止研磨片堵塞的方法,可解决由产生堵塞引起的连续研磨时研磨速度的降低,产生凹坑等表面缺陷的防止,并发现有降低研磨片的清理频度,提高研磨操作性和生产性的效果。

上述含有镍的被研磨物,研磨片,研磨方法,亲水性高分子,在pH值8.0可溶解氢氧化镍的化合物,羧酸类, α 氨基酸,烯醇系有机酸等的各必要条件也与上述的相同。

实施例

实施例 I -1- I -12和比较例 I -1- I -10

作为研磨材料使用一次颗粒的平均粒径为 $0.23\ \mu\text{m}$,二次颗粒的平均粒径为 $0.65\ \mu\text{m}$ 的 α -氧化铝颗粒与平均粒径为 $0.20\ \mu\text{m}$ 的 θ -氧化铝颗粒,按表1所示的组成,以离子交换水为余量制备研磨液组合物100重量%(用氨水调整pH值)。将该研磨液组合物用5倍离子交换水稀释用于研磨试验。

接着,以研磨材料浓度4.65重量%那样以离子交换水稀释上述研磨液组合物后,其中添加硝酸镍(II)6水合物1.0重量%,搅拌,然后以pH值7.0那样以25%

氨水溶液调整，制备沉降体积试验液。关于沉降度指数按上述测定。

使用该沉降体积试验液的沉降度指数与该研磨液组合物的堵塞防止能力示于表1、2中。

5 还有，实施例 I -1- I -12和比较例 I -1- I -10中，研磨液组合物对于铝合金基板的研磨速度在以下两面加工机的设定条件 I 下用两面加工机测定。

两面加工机的设定条件 I 如下所示：

〈两面加工机的设定条件 I 〉

两面加工机：スピードファム社制,9B型两面加工机

加工压力：9.8kPa

10 研磨片：DPM2000(ロテルニツタ社制)

固定盘转速：50r/min

研磨液组合物供给速度：100ml/min

研磨时间：5 min

投入个数：10个

15 研磨速度：研磨后的上述铝合金基板的厚度用膜厚仪(ミットヨ(株)制，激光膜厚仪，型号LGH-110/LHC-11N)测定，从研磨前后的铝合金基板的厚度变化来求厚度减小速度，将其作为研磨速度。

堵塞防止能力：在上述研磨条件下不进行清理连续进行20次研磨，将第20次的研磨速度对第1次的研磨速度之比作为堵塞防止能力来估计堵塞的防止效果(第20次的研磨速度对第1次的研磨速度的值越大,表示堵塞的防止效果越好)。

20

表1

	研研液组合的组成 (重量%) *					物性			
	研磨材料	堵塞防止剂	化合物组(A)	化合物组(B)	中间氧化铝	pH	沉降度指数	堵塞防止能力	
I-1	α -氧化铝(16)	柠檬酸(0.50)	乙醇酸(0.50)	衣康酸(0.50)	θ -氧化铝(4)	3.0	97	0.99	
I-2	α -氧化铝(16)	柠檬酸(0.50)	乙醇酸(0.50)	马来酸(1.89)	θ -氧化铝(4)	3.0	96	0.99	
I-3	α -氧化铝(16)	-	乙醇酸(0.50)	衣康酸(0.50)	θ -氧化铝(4)	3.0	93	0.98	
I-4	α -氧化铝(16)	-	乙醇酸(0.50)	马来酸(1.89)	θ -氧化铝(4)	3.0	93	0.97	
I-5	α -氧化铝(16)	柠檬酸(0.10)	乙醇酸(0.50)	马来酸(1.89)	θ -氧化铝(4)	7.0	90	0.97	
I-6	α -氧化铝(16)	甘氨酸(0.10)	乙醇酸(0.50)	马来酸(1.89)	θ -氧化铝(4)	7.0	87	0.84	
I-7	α -氧化铝(16)	二二丁烯和马来酸共聚物的钠盐 ¹⁾ (0.10)	乙醇酸(0.50)	马来酸(1.89)	θ -氧化铝(4)	7.0	83	0.88	
I-8	α -氧化铝(16)	β -萘磺酸-甲醛缩合物的钠盐 ²⁾ (0.10)	乙醇酸(0.50)	马来酸(1.89)	θ -氧化铝(4)	7.0	84	0.84	
I-9	α -氧化铝(16)	褐藻酸(0.10)	乙醇酸(0.50)	马来酸(1.89)	θ -氧化铝(4)	7.0	82	0.82	
I-10	α -氧化铝(20)	褐藻酸(0.10)	乙醇酸(0.50)	马来酸(1.89)	-	7.0	84	0.85	
I-11	α -氧化铝(20)	褐藻酸(0.10)	乙醇酸(0.50)	-	-	7.0	83	0.84	
I-12	α -氧化铝(16)	褐藻酸(0.10)	乙醇酸(0.50)	马来酸(1.89)	θ -氧化铝(4)	5.0	93	0.98	

实施
例
序
号

表2

比较 例 序 号	研液组合的组成 (重量%)*							物性		
	研磨材料	堵塞防止剂	化合物组(A)	化合物组(B)	中间氧化铝	pH	沉降度指数	堵塞防止能力		
I-1	α -氧化铝(16)	-	乙醇酸(0.50)	马来酸(1.89)	θ -氧化铝(4)	7.0	72	0.60		
I-2	α -氧化铝(16)	-	苹果酸(0.10) 乙醇酸(0.50)	马来酸(1.89)	θ -氧化铝(4)	7.0	75	0.65		
I-3	α -氧化铝(16)	铜酸铵(10.0)	乙醇酸(0.50)	马来酸(1.89)	θ -氧化铝(4)	3.0	60	0.58		
I-4	α -氧化铝(20)	-	乙醇酸(0.50)	马来酸(1.89)	-	7.0	68	0.60		
I-5	α -氧化铝(20)	-	乙醇酸(0.50)	-	-	7.0	70	0.60		
I-6	α -氧化铝(20)	-	-	马来酸(1.89)	-	7.0	59	0.56		
I-7	α -氧化铝(20)	-	苹果酸(1.89)	-	-	7.0	79	0.77		
I-8	α -氧化铝(40)	铜酸铵(10.0)	苹果酸(10.0)	-	-	3.0	60	0.50		
I-9	α -氧化铝(20)	-	-	-	-	7.0	39	0.30		
I-10	α -氧化铝(40)	铜酸铵(10.0)	柠檬酸(10.0)	-	-	2.0	72	0.68		

从表1, 2的结果可知, 沉降度指数80以上, 100以下的实施例 I -1- I -12的研磨液组合物比由比较例 I -1- I -10得到的研磨液组合物都改进堵塞防止能力。

实施例 II -1- II -9和比较例 II -1- II -6

5 研磨材料(一次颗粒的平均粒径为 $0.23\ \mu\text{m}$,二次颗粒的平均粒径为 $0.53\ \mu\text{m}$ 的 α -氧化铝(纯度约99.9%))7重量份、在表3所示的规定量的实施例中使用的堵塞防止剂或比较例中使用的化合物和余量的离子交换水混合, 搅拌, 以表3所示pH值用氨水或硝酸调整, 加水得到研磨液组合物100重量份。

使用得到的研磨液组合物, 用 ランク・テ-ラ-ホブソン社制的タリ-ステップ(触针前端尺寸: $25\ \mu\text{m}\times 25\ \mu\text{m}$,高通过滤器: $80\ \mu\text{m}$, 测定长度: $0.64\ \text{mm}$)
10 测定的中心线平均粗糙度Ra为 $0.2\ \mu\text{m}$, 将厚度 $0.8\ \text{mm}$ 、直径3.5英寸的镀Ni-P的铝合金基板的表面用两面加工机, 按以下两面加工机的设定条件II抛光, 得到作为磁记录介质用基板使用的镀Ni-P的铝合金基板的研磨物。

两面加工机的设定条件II如下所示:

〈两面加工机的设定条件II〉

15 两面加工机: スピ-ドファ-ム(株)制,9B型两面加工机

加工压力: $9.8\ \text{kPa}$

研磨片: Bellatri x N0058(钟纺(株)制)

固定盘转速: $50\ \text{r/min}$

研磨液组合物供给流量: $100\ \text{ml/min}$

20 研磨时间: $5\ \text{min}$

投入的基板个数: 10个

研磨后, 用膜厚仪(ミツトヨ(株)制,激光膜厚仪, 型号LGH-110/LHC-11N)测定实施例的铝合金基板的厚度, 从研磨前后的铝合金基板的厚度变化来求厚度减小速度, 以比较例II-1为基准求相对值(相对研磨速度)。

25 另外, 在上述研磨条件下不进行清理连续进行20次研磨, 将第20次的研磨速度对第1次的研磨速度之比作为堵塞防止能力来估计堵塞的防止效果。还有, 第20次的研磨速度对第1次的研磨速度的比值越大, 表示堵塞的防止效果越好。

另外,关于在上述研磨条件下得到的第20次的被研磨基板上的表面缺陷(凹坑), 用以下方法测定并评价。

30 [凹坑的测定]

使用光学显微镜观察（微分干涉显微镜）以倍率200倍每隔30度观察12处各基板的表面，数12个左右视野的凹坑数。

[凹坑的评价]

◎：凹坑数不足2个，○：凹坑数2、3个，

5 △：凹坑数4-9个，×：凹坑数10个以上。

关于上述研磨速度、防止堵塞能力和表面缺陷的结果示于表4。

表3

		堵塞防止剂		其它成分		pH	
		化合物	添加量 (重量%)	化合物	添加量 (重量%)		
实 施 例 序 号	II-1	柠檬酸	0.1	衣康配 θ-氧化铝 ¹⁾	0.5 1.0	2.5	
	II-2	柠檬酸	1.5	衣康配 θ-氧化铝 ¹⁾	0.5 1.0	2.5	
	II-3	柠檬酸	0.1	-	-	3	
	II-4	柠檬酸	0.1	-	-	4	
	II-5	柠檬酸	0.1	-	-	7	
	II-6	柠檬酸	0.3	-	-	2.5	
	II-7	柠檬酸	0.05	-	-	3	
	II-8	甘氨酸	0.1	衣康配 θ-氧化铝 ¹⁾	0.5 1.0	2.5	
	II-9	抗坏血酸	0.1	衣康配 θ-氧化铝 ¹⁾	0.5 1.0	2.5	
比 较 例 序 号	II-1	没添加	-	没添加	-	7	
	II-2	没添加	-	琥珀酸	0.5	2.5	
	II-3	没添加	-	衣康配 θ-氧化铝 ¹⁾	0.5 1.0	2.5	
	II-4	柠檬酸	2.5	衣康配 θ-氧化铝 ¹⁾	-	2.5	
	II-5	钼酸铵柠檬酸 氧化铝溶胶 ²⁾	2.0	-	-	-	2.5
			2.0				
II-6	钼酸铵己醇酸 氧化铝溶胶 ²⁾	1.0	-	-	-		
		2.0					
			1.0				

1) θ-氧化铝：平均粒径0.23 μm、比1.0表面积80m²/g

2) 氧化铝溶胶：日产化学（株）制、氧化铝溶胶-200

表4

		堵塞防止能力	研磨速度 (相对值)	表面缺陷 (凹坑)
实 施 例 序 号	II-1	0.95	2.4	◎
	II-2	0.96	2.3	○
	II-3	0.94	1.5	◎
	II-4	0.93	1.3	◎
	II-5	0.92	1.3	◎
	II-6	0.96	1.8	◎
	II-7	0.89	1.2	◎
	II-8	0.88	2.1	◎
	II-9	0.89	2.0	◎
比 较 例 序 号	II-1	0.53	1.0	×
	II-2	0.62	2.4	△
	II-3	0.60	2.1	△
	II-4	0.93	2.1	×
	II-5	0.92	1.8	×
	II-6	0.75	1.8	×

从表4的结果可知,由实施例II-1-II-9得到的研磨液组合物与由比较例II-1-II-6得到的研磨液组合物相比,防止堵塞能力都显著提高,研磨速度也提高,且不产生凹坑等表面缺陷。

- 5 另外,与研磨前的研磨片的表面(参照图1)相比,由实施例II-1得到的第20次研磨后的研磨片表面的片孔(参照图2)不粘着那样的研磨屑等,由比较例II-3得到的第20次研磨后的研磨片表面的片孔(参照图3)的大部分粘着研磨屑等。因此可知,使用由实施例II-1得到的研磨液组合物的场合,研磨片的最终清理频度显著地比较例II-3少。还有,图1-3所示的研磨片的表面是使用电子显微镜[日立制作所(株)制,商品名场效应扫描电子显微镜(FE-SEM:S-4000型)]
- 10 以60倍观察的。

实施例III-1-III-16, 比较例III-1-III-7

配制方法1

- 15 将研磨材料(一次颗粒的平均粒径 $0.23\ \mu\text{m}$, 二次颗粒的平均粒径 $0.53\ \mu\text{m}$ 的 α -氧化铝(纯度约99.9%))7重量份,表5所示规定量的为防止堵塞配制的化合物和余量的离子交换水混合、搅拌,以表5所示的pH值用氨水或硝酸调整,加入离子交换水,得到组合物100重量份。

配制方法2

将研磨材料（一次颗粒的平均粒径 $0.23\ \mu\text{m}$ ，二次颗粒的平均粒径 $0.53\ \mu\text{m}$ 的 α -氧化铝（纯度约99.9%））7重量份，作为表面粗糙度降低剂兼研磨速度提高剂的中间氧化铝（ θ -氧化铝，平均粒径 $0.2\ \mu\text{m}$ ，比表面积 $150\text{m}^2/\text{g}$ ，纯度约99.9%）1重量份，作为研磨速度提高剂的富马酸0.7重量份，作为塌边降低剂的乙醇酸0.3重量份，表6所示规定量的为防止堵塞配制的化合物和余量的离子交换水混合、搅拌，按表6所示的pH值用氨水或硝酸调整，加入离子交换水，得到组合物100重量份。

配制方法3

10 将研磨材料（一次颗粒的平均粒径 $0.23\ \mu\text{m}$ ，二次颗粒的平均粒径 $0.53\ \mu\text{m}$ 的 α -氧化铝（纯度约99.9%））7重量份，作为表面粗糙度改进剂兼研磨速度提高剂的中间氧化铝（ θ -氧化铝，平均粒径 $0.2\ \mu\text{m}$ ，比表面积 $150\text{m}^2/\text{g}$ ，纯度约99.9%）1重量份，作为研磨速度提高剂的衣康酸1重量份，作为塌边降低剂的柠檬酸0.2重量份，表6所示规定量的为防止研磨片堵塞配制的化合物和余量的离子交换水混合、搅拌，按表6所示的pH值用氨水或硝酸调整，加入离子交换水，得到组合物100重量份。

使用配制方法1-3得到的组合物，用 ランク・テ-ラ-ホブソン社制的タリスステップ（触针前端尺寸： $25\ \mu\text{m} \times 25\ \mu\text{m}$ ，高通过滤器： $80\ \mu\text{m}$ ，测定长度： $0.64\ \text{mm}$ ）测定的中心线平均粗糙度 R_a 为 $0.2\ \mu\text{m}$ ，将厚度 0.8mm 、直径3.5英寸（ 8.89cm ）的镀Ni-P的铝合金构成的基板的表面用两面加工机，按以下两面加工机的设定条件III抛光，得到作为磁记录介质用基板使用的镀Ni-P的铝合金基板的研磨物。

两面加工机的设定条件III如下所示：

〈两面加工机的设定条件III〉

25 两面加工机：スピードファム（株）制，9B型两面加工机
加工压力：9.8kPa
研磨片：ロテ-ルニツタ（株）制「DPM2000」
固定盘转速：50rpm
研磨液组合物供给流量：100ml/min
30 研磨时间：5 min

投入的基板个数：10个

[研磨速度]

用膜厚仪（ミットヨ（株）制，激光膜厚仪，「型号LGH-110/LHC-11N」）

测定上述使用的铝合金基板的厚度，从研磨前后的铝合金基板的厚度变化来求
5 厚度减小速度，以比较例III-1的第1次的研磨速度为基准求实施例III-1-III-16和比
较例III-2-III-7的第1次的研磨速度的相对值（相对研磨速度）。

[堵塞防止能力]

在上述研磨条件下，不进行清理连续进行20次研磨，将第20次的研磨速度
对第1次的研磨速度之比作为堵塞防止能力来估计堵塞的防止效果（第20次的研
10 磨速度对第1次的研磨速度的比值越大，表示堵塞的防止效果越好）。

[表面粗糙度]

用 ランク・テ-ラ-ホブソン社制的タリ-ステップ测定的中心线平均粗糙度
作为表面粗糙度。

触针前端尺寸：25 μm X 25 μm ,

15 高通过滤器：80 μm ,

测定长度：0.64 mm

将比较例III-6的第1次的表面粗糙度作为基准，求出实施例III-1-III-16和比
较例III-1-III-5，III-7的第1次的表面粗糙度的相对值。

[塌边]

20 用ミットヨ社制「フォームトレ-サ-SV-C624」按以下条件测定。

触针前端半径：2 μm （代码No.178-381）

触针压：0.7mN以下

速度：0.2m/S

解析软件：SV-600细小轮廓解析系统型1.01

25 过滤器：LPF(高斯的)0.800mm

使用上述装置自盘中心测定42.5mm到47.5mm的盘端部的形状,如图4那样,
A、B和C点的位置分别距盘中心43 mm、47 mm 和45 mm，使用解析软件按上
述测定方法求出D。用研磨前后的盘厚度的变化量的1/2除以求出的该D的值作为
塌边值。

30 以比较例III-6的第1次的塌边作为基准，求出实施例的第1次的塌边的相对

值（相对塌边）

使用上述配制方法1得到的研磨液组合物（实施例III-1-III-10、比较例III-1-III-3）的场合的结果示于表5。上述配制方法2、3得到的研磨液组合物（实施例III-11-III-16、比较例III-4-III-7）的组成和研磨结果示于表6。

5 表5

	为防止堵塞配制的化合物	添加量 (重量份)	pH	堵塞防止 能力	研磨速度 (相对值)
实施例 III-1	二二丁烯和马来酸的共聚物的 Na盐 ¹⁾	0.005	7	0.90	1.1
实施例 III-2	二二丁烯和马来酸的共聚物的 Na盐 ¹⁾	0.2	9	0.92	1.2
实施例 III-3	二二丁烯和马来酸的共聚物的 Na盐 ¹⁾	0.01	5	0.88	1.1
实施例 III-4	萘磺酸Na的甲醛缩合物 ²⁾	0.2	3	0.75	1.0
实施例 III-6	乙酸乙烯和马来酸的共聚物的Na 盐 ³⁾	0.01	6	0.80	1.1
实施例 III-7	アロン UC-3120	0.1	7	0.85	1.0
实施例 III-8	アロン A-6016	0.05	7	0.89	1.1
实施例 III-9	藻酸钠	0.05	7	0.85	1.2
实施例 III-10	カチナール LC-200	0.01	7	0.77	1.0
比较例 III-1	没添加	-	7	0.53	1.0
比较例 III-2	烷基苯磺酸钠	0.1	6	0.58	0.9
比较例 III-3	月桂酸钠	0.05	9	0.58	0.8

注) アロンUC-3120: 东亚合成(株)制聚丙烯酸盐发子界面活性剂

アロンA-6016: 东亚合成(株)制磺酸变性聚丙烯酸盐高分子界面活性剂

カチナール LC-200: 东邦化学制阳离子化纤维素型高分子界面活性剂

1): 二异丁烯/马来酸=1/1摩尔比(重均分子量10000)

2): 重均分子量5000

3): 乙配乙烯/马来酸=1/1摩尔比(重均分子量8000)

从表5的结果可知，由实施例III-1-III-10得到的研磨液组合物与比较例III-1-III-3得到的研磨液组合物相比，堵塞防止能力都显著提高。

表6

	配制方法	为防止堵塞配制的化合物	添加量(重量份)	pH	堵塞防止能力	研磨速度(相对值)	表面粗糙度(相对值)	塌边(相对值)
实施例III-11	2	二异丁烯和马来酸的共聚物的Na盐 ¹⁾	0.005	7	0.91	1.5	0.68	1.0
实施例III-12	2	萘磺酸Na的甲醛缩合物 ²⁾	0.1	7	0.85	1.5	0.75	1.1
实施例III-13	2	乙酸乙烯和马来酸的共聚物的Na盐 ³⁾	0.05	7	0.88	1.4	0.71	1.1
实施例III-14	3	二异丁烯和马来酸的共聚物的Na盐 ¹⁾	0.01	6	0.93	1.5	0.71	1.1
实施例III-15	3	ァロンUC-3120	0.05	6	0.78	1.4	0.69	1.2
实施例III-16	3	藻酸钠	0.01	6	0.82	1.4	0.67	1.1
实施例III-1	1	没添加	-	7	0.53	1.0	1	不可能测定
实施例III-4	2	没添加	-	7	0.48	1.5	0.70	1
实施例III-5	2	烷基苯磺酸钠	0.01	7	0.52	1.3	-	-
实施例III-6	3	没添加	-	6	0.50	1.4	0.67	1.1
实施例III-7	3	月桂酸钠	0.05	6	0.55	1.3	-	-

从表6的结果可知,由实施例III-11-III-16得到的研磨液组合物与比较例III-1、III-4-III-7得到的研磨液组合物相比,堵塞防止能力都显著提高。另外,还可知含有堵塞防止剂的实施例III-11-III-16与不添加的比较例III-4、III-6维持同等的表面粗糙度、塌边。

5 发明的效果

由于防止堵塞的效果优异,本发明研磨液组合物在用于精密零件用基板等,特别是镀Ni-P的铝合金构成的基板的研磨的场合,可解决由于堵塞产生的连续研磨时的研磨速度的降低,凹坑等表面缺陷产生的防止,并发现有降低研磨片的清理频度,改进研磨的操作性和基板的生产性的效果。

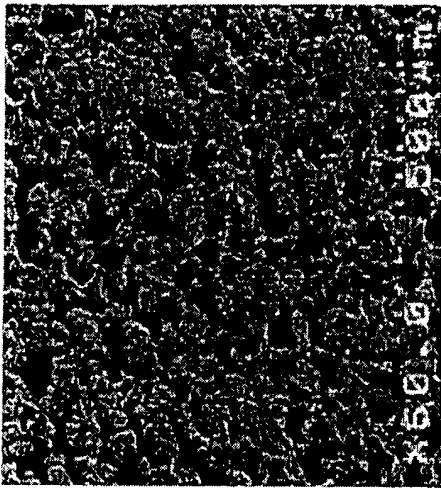
10 附图的简单说明

图1表示研磨前的研磨片表面。

图2表示实施例1得到的20次研磨后的研磨片表面。

图3表示比较例3得到的20次研磨后的研磨片表面。

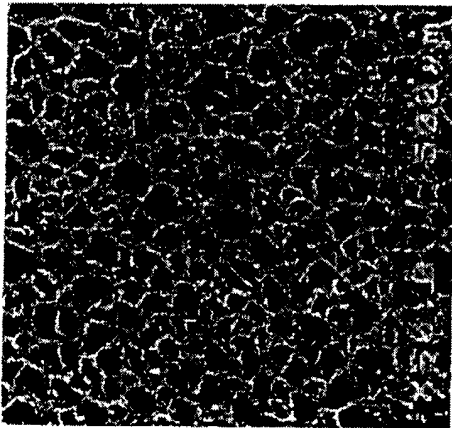
图4是表示测定曲线与塌边关系的图。



500 μm



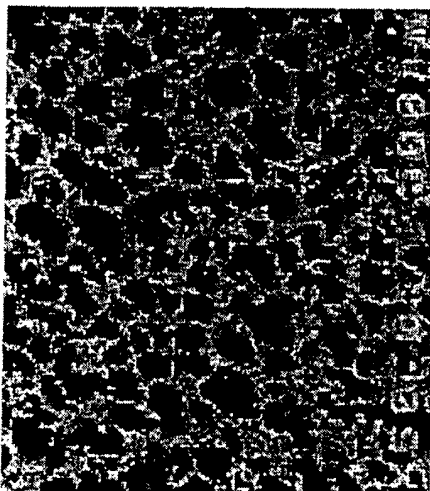
3



500 μm



2



500 μm



1

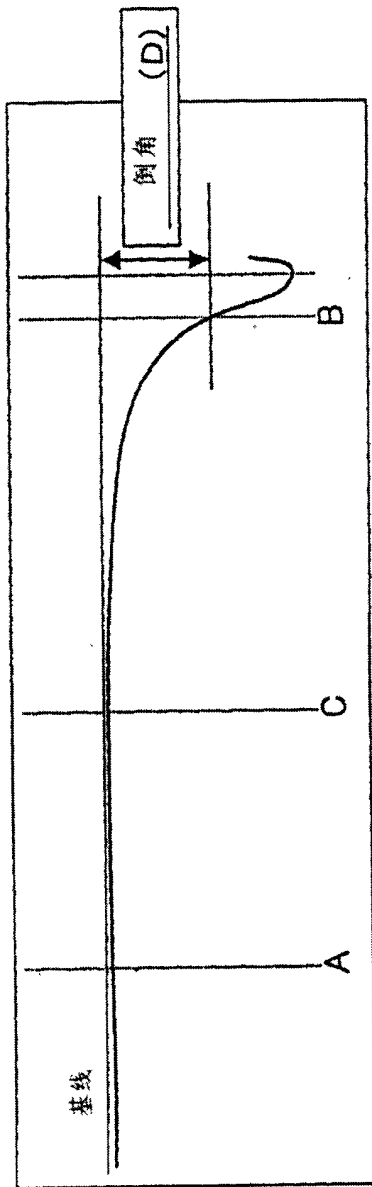


图 4