

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第5935531号
(P5935531)

(45) 発行日 平成28年6月15日(2016.6.15)

(24) 登録日 平成28年5月20日(2016.5.20)

(51) Int.Cl.	F I	
C09K 3/14 (2006.01)	C09K 3/14	550D
B24B 37/00 (2012.01)	C09K 3/14	550Z
C01G 45/02 (2006.01)	B24B 37/00	H
C01G 45/04 (2006.01)	C01G 45/02	
C03C 19/00 (2006.01)	C01G 45/04	

請求項の数 8 (全 15 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2012-135256 (P2012-135256)	(73) 特許権者	000005223 富士通株式会社
(22) 出願日	平成24年6月14日(2012.6.14)		神奈川県川崎市中原区上小田中4丁目1番1号
(65) 公開番号	特開2014-1251 (P2014-1251A)	(74) 代理人	100113608 弁理士 平川 明
(43) 公開日	平成26年1月9日(2014.1.9)	(74) 代理人	100105407 弁理士 高田 大輔
審査請求日	平成27年3月19日(2015.3.19)	(72) 発明者	岸井 貞浩 神奈川県川崎市中原区上小田中4丁目1番1号 富士通株式会社内
		審査官	小久保 敦規

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 研磨剤及び研磨剤の製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

マンガン化合物にシリカを添加する工程と、
前記シリカが添加された前記マンガン化合物を熱処理する工程と、
前記シリカが添加された前記マンガン化合物を粉碎することにより砥粒を生成する工程と、

前記砥粒に溶媒を添加する工程と、
を備えることを特徴とする研磨剤の製造方法。

【請求項2】

前記マンガン化合物は、 MnO_2 、 $MnCO_3$ 又は $Mn(OH)_2$ の何れかであることを特徴とする請求項1に記載の研磨剤の製造方法。

【請求項3】

前記熱処理する工程における熱処理温度は、800 以上1000 以下であることを特徴とする請求項1又は2に記載の研磨剤の製造方法。

【請求項4】

前記熱処理する工程において、昇温及び冷却を急激に行うことを特徴とする請求項1から3の何れか一項に記載の研磨剤の製造方法。

【請求項5】

請求項1から4の何れか一項に記載の研磨剤の製造方法によって製造された研磨剤を用いてガラス基板を研磨する工程を備える研磨方法。

【請求項 6】

シリカ、マンガン化合物及びケイ素含有マンガン酸化物を含む砥粒と、
溶媒と、
を備えることを特徴とする研磨剤。

【請求項 7】

前記マンガン化合物は、 MnO_2 、 $MnCO_3$ 又は $Mn(OH)_2$ の何れかであることを特徴とする請求項 6 に記載の研磨剤。

【請求項 8】

請求項 6 又は 7 に記載の研磨剤を用いて ガラス基板を研磨する工程を備える研磨方法。

10

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、研磨剤及び研磨剤の製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

ハードディスクのガラス基板や液晶ディスプレイ等に用いられるガラス基板等は、高精度の平坦性が求められており、研磨による平坦化が行われている。平坦化の良否や効率は、研磨剤に含まれる砥粒に影響され、種々の研磨剤や砥粒が提案されている。例えば、酸化セリウム (CeO_2) を砥粒とする研磨剤は、高い研磨速度を有しており、広く使用さ

20

【先行技術文献】

【特許文献】

【0003】

【特許文献 1】特許第 3927270 号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

しかしながら、酸化セリウム (CeO_2) は希少なレアアースであるため、酸化セリウムに替わる研磨速度の高い研磨剤が求められている。本件は、研磨剤の研磨速度を向上す

30

【課題を解決するための手段】

【0005】

本開示の一観点による研磨剤の製造方法は、マンガン化合物にシリカを添加する工程と、前記シリカが添加された前記マンガン化合物を熱処理する工程と、前記シリカが添加された前記マンガン化合物を粉碎することにより砥粒を生成する工程と、前記砥粒に溶媒を添加する工程と、を備える。

【0006】

また、本開示の一観点による研磨剤は、シリカ、マンガン化合物及びケイ素含有マンガン酸化物を含む砥粒と、溶媒と、を備える。

40

【発明の効果】

【0007】

本開示によれば、研磨剤の研磨速度を向上することができる。

【図面の簡単な説明】

【0008】

【図 1】図 1 は、実施形態に係る研磨剤の製造方法を説明するフローチャートである。

【図 2】図 2 は、焼成炉の一例であるロータリーキルンを示す図である。

【図 3 A】3 A は、実験条件を示す図である。

【図 3 B】3 B は、実験条件を示す図である。

【図 4】図 4 は、ロータリーキルンを用いて、 MnO_2 を 450 で熱処理した場合の実

50

験結果を示す図である。

【図5】図5は、ロータリーキルンを用いて、 MnO_2 を800 で熱処理した場合の実験結果を示す図である。

【図6】図6は、ロータリーキルンを用いて、 MnO_2 を900 で熱処理した場合の実験結果を示す図である。

【図7】図7は、ロータリーキルンを用いて、 MnO_2 を1000 で熱処理した場合の実験結果を示す図である。

【図8】図8は、マッフル炉を用いて、 MnO_2 を900 で熱処理した場合の実験結果を示す図である。

【図9】図9は、ロータリーキルンを用いて、 $MnCO_3$ を900 で熱処理した場合の実験結果を示す図である。

10

【図10】図10は、マッフル炉を用いて、 $MnCO_3$ を900 で熱処理した場合の実験結果を示す図である。

【図11】図11は、ロータリーキルンを用いて、 $Mn(OH)_2$ を900 で熱処理した場合の実験結果を示す図である。

【図12】図12は、マッフル炉を用いて、 $Mn(OH)_2$ を900 で熱処理した場合の実験結果を示す図である。

【発明を実施するための形態】

【0009】

以下、図面を参照して本実施形態について説明する。実施形態の構成は例示であり、本発明は実施形態の構成に限定されない。

20

【0010】

図1は、実施形態に係る研磨剤（研磨スラリー）の製造方法を説明するフローチャートである。まず、図1の工程S1において、マンガン化合物にシリカ（ SiO_2 ）を添加する。マンガン化合物は、例えば、酸化マンガン（IV）（ MnO_2 ）、炭酸マンガン（II）（ $MnCO_3$ ）、水酸化マンガン（II）（ $Mn(OH)_2$ ）である。シリカとして、例えば、コロイダルシリカ、フュームドシリカを用いてもよい。この場合、マンガン化合物に対するシリカの濃度が所定の濃度となるように、マンガン化合物にシリカを添加する。所定の濃度は、例えば、2wt%以上10wt%以下であることが好ましい。

【0011】

30

マンガン化合物にシリカを添加する一例として、例えば、水とマンガン化合物との混合物（重量比3：2）にシリカを添加するようにしてもよい。マンガン化合物は、試薬品を用いてもよいし、マンガン化合物の塊を砕いて細かくした粒子を用いてもよい。

【0012】

次に、図1の工程S2において、シリカが添加されたマンガン化合物を熱処理する。例えば、450 以上1000 以下の温度で熱処理を行う。好ましくは、800 以上1000 以下の温度で熱処理を行う。更に好ましくは、約900 の温度で熱処理を行う。ただし、熱処理の温度は、例示であり、これらの値に限定されず、他の値であってもよい。熱処理は、大気中で、例えば、ロータリーキルン及びマッフル炉等の熱処理炉（焼成炉）を用いて行われる。ロータリーキルンを用いた熱処理時間は、例えば、20秒以上40秒以下程度である。マッフル炉を用いた熱処理時間は、例えば、2時間程度である。

40

【0013】

ロータリーキルンを用いて熱処理を行う場合、マンガン化合物及びシリカを造粒した後に熱処理を行う。マッフル炉を用いて熱処理を行う場合、マンガン化合物及びシリカを造粒した後に熱処理を行ってもよいし、マンガン化合物及びシリカを造粒せずに熱処理を行ってもよい。マンガン化合物及びシリカの造粒は、例えば、ハイスピードミキサ（アーステクニカ社製）等の造粒装置を用いて行われる。例えば、マンガン化合物及びシリカを造粒した後の粒子の直径は、1mm以上5mm以下程度であるが、この値に限定されず、他の値であってもよい。

【0014】

50

図2は、焼成炉の一例であるロータリーキルンを示す図である。図2に示すロータリーキルンは、円筒状の石英管1と、石英管1を覆うように設けられた電気炉2とを有している。石英管1は、傾斜して設置されており、回転可能である。電気炉2は、石英管1の中心付近に設けられている。造粒後のマンガン化合物及びシリカを石英管1内に投入し、石英管1を回転させながら、電気炉2によって石英管1を熱することにより、マンガン化合物及びシリカの熱処理が行われる。石英管1の直径は約100mmであり、石英管1の長さは約2000mmである。

【0015】

石英管1内に投入されたマンガン化合物及びシリカの温度は、石英管1が発生する熱により急激に上昇する。そして、石英管1内から出たマンガン化合物及びシリカの温度は、大気に晒されることにより急激に下がる。したがって、ロータリーキルンを用いた熱処理は、マンガン化合物及びシリカを急熱した後、急冷することになる。すなわち、ロータリーキルンを用いた熱処理は、マンガン化合物及びシリカの昇温及び冷却を急激に行う処理となる。

10

【0016】

石英管1の傾斜角度を調整し、粒子の落下速度を制御することにより、マンガン化合物及びシリカの熱処理時間を制御する。ロータリーキルンを用いて熱処理を行う場合にマンガン化合物及びシリカを造粒するのは、マンガン化合物が石英管1内に滞留するのを抑止するためである。

【0017】

次いで、図1の工程S3において、熱処理が行われたマンガン化合物及びシリカを粉碎することにより、マンガン化合物及びシリカを含む砥粒を生成する。例えば、熱処理が行われたマンガン化合物及びシリカを、ジェットミルによって粉碎した後、ビーズミルによって微粉碎する。ジェットミルは、高圧の空気や蒸気を用いて、粒子同士を衝突させることにより、粒子を粉碎する装置である。ビーズミルは、シリンダー内にビーズを充填しておき、シリンダー内に対象物を供給し、対象物を粉碎する装置である。具体的には、シリンダー内で攪拌部材が回転することによりビーズと対象物とを流動させ、ビーズで対象物を摺りつぶすことにより対象物を粉碎する。ジェットミルによる粉碎回数は、例えば、1回である。ビーズミルによる粉碎回数は、例えば、1回以上10回以下である。ただし、ジェットミルによる粉碎回数及びビーズミルによる粉碎回数は、例示であり、これらの値に限定されず、他の値であってもよい。ビーズミルによる1回の粉碎時間を、例えば、30分に設定してもよい。

20

30

【0018】

次いで、図1の工程S4において、マンガン化合物及びシリカを含む砥粒に、溶媒として純水を添加することにより、研磨剤（スラリー）を製造する。この場合、マンガン化合物及びシリカを含む砥粒の固形濃度が10wt%程度となるように純水を添加する。ただし、マンガン化合物及びシリカを含む砥粒の固形濃度が10wt%以外の値になるようにしてもよい。なお、図1の工程S4において、マンガン化合物及びシリカを含む砥粒に、純水とともに水酸化カリウム（KOH）又は硝酸（HNO₃）を加えてもよい。

【0019】

本実施形態に係る研磨剤の製造方法によって製造された研磨剤の研磨速度は、シリカを添加していないマンガン化合物を有する研磨剤の研磨速度よりも向上する。また、本実施形態に係る研磨剤の製造方法によって製造された研磨剤の研磨速度は、マンガン化合物の熱処理後においてシリカが添加されたマンガン化合物を有する研磨剤の研磨速度よりも向上する。

40

【0020】

マンガン化合物及びシリカの粉碎回数が少ない（粉碎時間が短い）場合、マンガン化合物及びシリカの粒子径が大きくなり、研磨剤に含まれるマンガン化合物及びシリカの粒子の沈降が著しくなる。そのため、マンガン化合物及びシリカの粉碎回数を多くする（粉碎時間を長くする）ことにより、マンガン化合物及びシリカの粒子径を小さくする。しかし

50

、マンガン化合物及びシリカの粉碎回数を多くする（粉碎時間を長くする）と、研磨剤の製造時間が長くなるため、マンガン化合物及びシリカの適切な粉碎回数（粉碎時間）を選択することが好ましい。

【 0 0 2 1 】

また、マンガン化合物及びシリカの粉碎回数によって研磨速度が変化する場合、マンガン化合物及びシリカの適切な粉碎回数（粉碎時間）を選択することが好ましい。以下に示す実験では、研磨剤の研磨速度とマンガン化合物及びシリカの粉碎回数との関係を調べた。図 3 A から図 1 2 を参照して、研磨剤の研磨速度とマンガン化合物及びシリカの粉碎回数との関係について説明する。

【 0 0 2 2 】

図 3 A 及び図 3 B は、実験条件を示す図であり、図 4 から図 1 2 は、実験結果を示す図である。図 3 A 及び図 3 B は、（ A ）熱処理前にシリカが添加された場合の実験条件、（ B ）熱処理後にシリカが添加された場合の実験条件、及び、（ C ）シリカを添加しなかった場合の実験条件、が示されている。

【 0 0 2 3 】

図 3 A の（ A - 1 ）から（ A - 5 ）及び図 3 B の（ A - 6 ）から（ A - 9 ）は、シリカが添加されたマンガン化合物を熱処理した場合の実験条件を示している。図 3 A の（ A - 1 ）から（ A - 5 ）及び図 3 B の（ A - 6 ）から（ A - 9 ）に示す実験条件は、本実施形態に係る研磨剤の製造方法によって製造された研磨剤を用いた場合の実験条件である。図 3 A の（ B - 1 ）から（ B - 5 ）及び図 3 B の（ B - 6 ）から（ B - 9 ）は、マンガン化合物の熱処理後にシリカが添加された場合の実験条件を示している。図 3 A の（ C - 1 ）から（ C - 5 ）及び図 3 B の（ C - 6 ）から（ C - 9 ）は、マンガン化合物の熱処理後にシリカを添加しなかった場合の実験条件を示している。図 3 A 及び図 3 B の（ B - 1 ）から（ B - 9 ）及び（ C - 1 ）から（ C - 9 ）に示す実験条件は、比較例として製造された研磨剤を用いた場合の実験条件である。

【 0 0 2 4 】

図 3 A 及び図 3 B の「出発原料」は、マンガン化合物の種類である。図 3 A 及び図 3 B の「熱処理炉」は、熱処理で用いた熱処理炉の種類である。図 3 A 及び図 3 B の「処理温度（ ）」は、熱処理の温度である。図 3 A 及び図 3 B の「シリカ添加」は、シリカが添加されたマンガン化合物を熱処理した場合（熱処理前添加）、マンガン化合物の熱処理後にシリカが添加された場合（熱処理後添加）、マンガン化合物の熱処理後にシリカを添加しなかった場合（添加無し）を示している。なお、マンガン化合物に対するシリカの濃度が 3 w t % となるように、マンガン化合物に対してシリカを添加している。図 3 A 及び図 3 B の「粉碎回数」は、ビーズミルによる粉碎回数である。また、ジェットミルによる粉碎回数は 1 回としている。図 3 A 及び図 3 B の「実験結果（図）」は、各実験条件を設定することによって得られた実験結果を示す図である。

【 0 0 2 5 】

マンガン化合物に添加するシリカとしてコロイダルシリカを用いた。コロイダルシリカは、スノーテックス 0（日産化学社製）又は compol 80（フジインコーポレイテッド製）を用いた。ロータリーキルンは試作装置を用い、マッフル炉はヤマト科学社製の F O 3 0 0 を用いた。ビーズミルは、ダイノーミル K D L - P I L O T 型（シンマルエンタープライズ社製）を用いた。粒径 1 . 0 m m 程度のジルコニア（ $Z r O_2$ ）ビーズを用い、シリンダー内にジルコニア（ $Z r O_2$ ）ビーズを 8 0 v o l % 充填し、ビーズミルによるマンガン化合物及びシリカの粉碎を行った。ビーズミルによる 1 回の粉碎時間を 3 0 分に設定した。

【 0 0 2 6 】

図 4 から図 1 2 は、シリコンウェハを水蒸気酸化して、約 1 μm の厚さの熱酸化膜（ $S i O_2$ ）を、以下の条件により研磨した場合の実験結果である。

- ・研磨布（パッド）：I C 1 4 0 0（ニッターハース社製）
- ・研磨圧力：0 . 3 k g / c m²

10

20

30

40

50

- ・回転数：45 rpm（上定盤），46 rpm（下定盤）
- ・定盤径：400 mm

【0027】

図4から図7に示す実験結果について詳細に説明する。図4は、ロータリーキルンを用いて、 MnO_2 を450 で熱処理した場合の実験結果を示している。図4では、シリカが添加された MnO_2 を熱処理した場合における研磨剤の研磨速度（ $\mu m/min$ ）の値を菱形の図形で示している。図4では、 MnO_2 の熱処理後に MnO_2 にシリカが添加された場合における研磨剤の研磨速度（ $\mu m/min$ ）の値を四角の図形で示している。図4では、 MnO_2 の熱処理後に MnO_2 にシリカを添加しなかった場合における研磨剤の研磨速度（ $\mu m/min$ ）の値を三角の図形で示している。更に、ビーズミルによる粉砕回数
10
の依存性を評価しており、図4には、ビーズミルによる粉砕回数（1，3，5，7，10）に応じた研磨剤の研磨速度（ $\mu m/min$ ）の値が示されている。

【0028】

図4に示すように、ロータリーキルンを用いて、 MnO_2 を450 で熱処理した場合、粉砕回数の増加に伴い、研磨剤の研磨速度が低下する。また、図4に示すように、 MnO_2 にシリカを添加しなかった場合と比較して、 MnO_2 にシリカを添加することによって研磨剤の研磨速度が向上する。更に、図4に示すように、シリカが添加された MnO_2 を熱処理した場合、粉砕回数の増加に伴う研磨剤の研磨速度の低下が抑制されている。すなわち、 MnO_2 の熱処理前に MnO_2 にシリカが添加された場合、熱処理後のシリカの添加及びシリカの不添加と比較して、粉砕回数の増加に伴う研磨剤の研磨速度の低下が抑制され
20

【0029】

図5は、ロータリーキルンを用いて、 MnO_2 を800 で熱処理した場合の実験結果を示している。図5では、シリカが添加された MnO_2 を熱処理した場合における研磨剤の研磨速度（ $\mu m/min$ ）の値を菱形の図形で示している。図5では、 MnO_2 の熱処理後に MnO_2 にシリカが添加された場合における研磨剤の研磨速度（ $\mu m/min$ ）の値を四角の図形で示している。図5では、 MnO_2 の熱処理後に MnO_2 にシリカを添加しなかった場合における研磨剤の研磨速度（ $\mu m/min$ ）の値を三角の図形で示している。更に、ビーズミルによる粉砕回数の依存性を評価しており、図5には、ビーズミルによる粉砕回数（1，3，5，7，10）に応じた研磨剤の研磨速度（ $\mu m/min$ ）の値が
30

【0030】

図5に示すように、 MnO_2 にシリカを添加しなかった場合と比較して、 MnO_2 にシリカを添加することによって研磨剤の研磨速度が向上する。また、図5に示すように、シリカが添加された MnO_2 を熱処理した場合、粉砕回数の増加に伴う研磨剤の研磨速度の低下が抑制されている。すなわち、 MnO_2 の熱処理前に MnO_2 にシリカが添加された場合、熱処理後のシリカの添加及びシリカの不添加と比較して、粉砕回数の増加に伴う研磨剤の研磨速度の低下が抑制される。

【0031】

図6は、ロータリーキルンを用いて、 MnO_2 を900 で熱処理した場合の実験結果
40
を示している。図6では、シリカが添加された MnO_2 を熱処理した場合における研磨剤の研磨速度（ $\mu m/min$ ）の値を菱形の図形で示している。図6では、 MnO_2 の熱処理後に MnO_2 にシリカが添加された場合における研磨剤の研磨速度（ $\mu m/min$ ）の値を四角の図形で示している。図6では、 MnO_2 の熱処理後に MnO_2 にシリカを添加しなかった場合における研磨剤の研磨速度（ $\mu m/min$ ）の値を三角の図形で示している。更に、ビーズミルによる粉砕回数の依存性を評価しており、図6には、ビーズミルによる粉砕回数（1，3，5，7，10）に応じた研磨剤の研磨速度（ $\mu m/min$ ）の値が
50

【0032】

図6に示すように、 MnO_2 にシリカを添加しなかった場合と比較して、 MnO_2 にシリ

力を添加することによって研磨剤の研磨速度が向上する。また、図6に示すように、シリカが添加された MnO_2 を熱処理した場合、粉碎回数の増加に伴う研磨剤の研磨速度の低下が抑制されている。すなわち、 MnO_2 の熱処理前に MnO_2 にシリカが添加された場合、熱処理後のシリカの添加及びシリカの不添加と比較して、粉碎回数の増加に伴う研磨剤の研磨速度の低下が抑制される。

【0033】

図7は、ロータリーキルンを用いて、 MnO_2 を1000 で熱処理した場合の実験結果を示している。図7では、シリカが添加された MnO_2 を熱処理した場合における研磨剤の研磨速度($\mu m/min$)の値を菱形の図形で示している。図7では、 MnO_2 の熱処理後に MnO_2 にシリカが添加された場合における研磨剤の研磨速度($\mu m/min$)の値を四角の図形で示している。図7では、 MnO_2 の熱処理後に MnO_2 にシリカを添加しなかった場合における研磨剤の研磨速度($\mu m/min$)の値を三角の図形で示している。更に、ビーズミルによる粉碎回数の依存性を評価しており、図7には、ビーズミルによる粉碎回数(1, 3, 5, 7, 10)に応じた研磨剤の研磨速度($\mu m/min$)の値が示されている。

10

【0034】

図7に示すように、 MnO_2 にシリカを添加しなかった場合と比較して、 MnO_2 にシリカを添加することによって研磨剤の研磨速度が向上する。また、図7に示すように、シリカが添加された MnO_2 を熱処理した場合、粉碎回数の増加に伴う研磨剤の研磨速度の低下が抑制されている。すなわち、 MnO_2 の熱処理前に MnO_2 にシリカが添加された場合、熱処理後のシリカの添加及びシリカの不添加と比較して、粉碎回数の増加に伴う研磨剤の研磨速度の低下が抑制される。

20

【0035】

図4～図7に示す実験結果から、ロータリーキルンを用いて、900 付近で MnO_2 を熱処理する場合、研磨剤の研磨速度が最も大きいことがわかる。また、図4～図7に示す実験結果から、ロータリーキルンを用いて、 MnO_2 の熱処理前に MnO_2 にシリカが添加された場合、熱処理後のシリカの添加及びシリカの不添加と比較して、研磨剤の研磨速度が向上することがわかる。更に、図4～図7に示す実験結果から、 MnO_2 の熱処理前に MnO_2 にシリカが添加された場合、熱処理後のシリカの添加及びシリカの不添加と比較して、研磨剤の粉碎回数の増加に伴う研磨剤の研磨速度の低下が抑制されることがわかる。

30

【0036】

図8～図12に示す実験結果について詳細に説明する。図8は、マッフル炉を用いて、 MnO_2 を900 で熱処理した場合の実験結果を示している。図8では、シリカが添加された MnO_2 を熱処理した場合における研磨剤の研磨速度($\mu m/min$)の値を菱形の図形で示している。図8では、 MnO_2 の熱処理後に MnO_2 にシリカが添加された場合における研磨剤の研磨速度($\mu m/min$)の値を四角の図形で示している。図8では、 MnO_2 の熱処理後に MnO_2 にシリカを添加しなかった場合における研磨剤の研磨速度($\mu m/min$)の値を三角の図形で示している。更に、ビーズミルによる粉碎回数の依存性を評価しており、図8には、ビーズミルによる粉碎回数(1, 3, 5, 7, 10)に応じた研磨剤の研磨速度($\mu m/min$)の値が示されている。

40

【0037】

図8に示すように、 MnO_2 にシリカを添加しなかった場合と比較して、 MnO_2 にシリカを添加することによって研磨剤の研磨速度が向上する。また、図8に示すように、シリカが添加された MnO_2 を熱処理した場合、粉碎回数の増加に伴う研磨剤の研磨速度の低下が抑制されている。すなわち、 MnO_2 の熱処理前に MnO_2 にシリカが添加された場合、熱処理後のシリカの添加及びシリカの不添加と比較して、粉碎回数の増加に伴う研磨剤の研磨速度の低下が抑制される。

【0038】

図7及び図8に示すように、シリカが添加された MnO_2 を、マッフル炉によって熱処

50

理した場合と比較して、シリカが添加された MnO_2 を、ロータリーキルンによって熱処理した場合の方が、研磨剤の研磨速度が向上している。ロータリーキルンを用いた熱処理が、シリカが添加された MnO_2 を急熱した後、急冷する処理であるため、ロータリーキルンによって熱処理した場合の方が、研磨剤の研磨速度が向上したと考えられる。

【0039】

図9は、ロータリーキルンを用いて、 $MnCO_3$ を900 で熱処理した場合の実験結果を示している。図9では、シリカが添加された $MnCO_3$ を熱処理した場合における研磨剤の研磨速度($\mu m/min$)の値を菱形の図形で示している。図9では、 $MnCO_3$ の熱処理後に $MnCO_3$ にシリカが添加された場合における研磨剤の研磨速度($\mu m/min$)の値を四角の図形で示している。図9では、 $MnCO_3$ の熱処理後に $MnCO_3$ にシリカを添加しなかった場合における研磨剤の研磨速度($\mu m/min$)の値を三角の図形で示している。更に、ビーズミルによる粉砕回数の依存性を評価しており、図9には、ビーズミルによる粉砕回数(1, 3, 10)に応じた研磨剤の研磨速度($\mu m/min$)の値が示されている。

10

【0040】

図9に示すように、 $MnCO_3$ にシリカを添加しなかった場合と比較して、 $MnCO_3$ にシリカを添加することによって研磨剤の研磨速度が向上する。また、図9に示すように、シリカが添加された $MnCO_3$ を熱処理した場合、粉砕回数の増加に伴う研磨剤の研磨速度の低下が抑制されている。すなわち、 $MnCO_3$ の熱処理前に $MnCO_3$ にシリカが添加された場合、熱処理後のシリカの添加及びシリカの不添加と比較して、粉砕回数の増加に伴う研磨剤の研磨速度の低下が抑制される。

20

【0041】

図10は、マッフル炉を用いて、 $MnCO_3$ を900 で熱処理した場合の実験結果を示している。図10では、シリカが添加された $MnCO_3$ を熱処理した場合における研磨剤の研磨速度($\mu m/min$)の値を菱形の図形で示している。図10では、 $MnCO_3$ の熱処理後に $MnCO_3$ にシリカが添加された場合における研磨剤の研磨速度($\mu m/min$)の値を四角の図形で示している。図10では、 $MnCO_3$ の熱処理後に $MnCO_3$ にシリカを添加しなかった場合における研磨剤の研磨速度($\mu m/min$)の値を三角の図形で示している。更に、ビーズミルによる粉砕回数の依存性を評価しており、図10には、ビーズミルによる粉砕回数(1, 3, 10)に応じた研磨剤の研磨速度($\mu m/min$)の値が示されている。

30

【0042】

図10に示すように、シリカを添加しなかった場合と比較して、 $MnCO_3$ にシリカを添加することによって研磨剤の研磨速度が向上する。また、図10に示すように、シリカが添加された $MnCO_3$ を熱処理した場合、粉砕回数の増加に伴う研磨剤の研磨速度の低下が抑制されている。すなわち、 $MnCO_3$ の熱処理前に $MnCO_3$ にシリカが添加された場合、熱処理後のシリカの添加及びシリカの不添加と比較して、粉砕回数の増加に伴う研磨剤の研磨速度の低下が抑制される。

【0043】

図9及び図10に示すように、シリカが添加された $MnCO_3$ を、マッフル炉によって熱処理した場合と比較して、シリカが添加された $MnCO_3$ を、ロータリーキルンによって熱処理した場合の方が、研磨剤の研磨速度が向上している。ロータリーキルンを用いた熱処理が、シリカが添加された $MnCO_3$ を急熱した後、急冷する処理であるため、ロータリーキルンによって熱処理した場合の方が、研磨剤の研磨速度が向上したと考えられる。

40

【0044】

図11は、ロータリーキルンを用いて、 $Mn(OH)_2$ を900 で熱処理した場合の実験結果を示している。図11では、シリカが添加された $Mn(OH)_2$ を熱処理した場合における研磨剤の研磨速度($\mu m/min$)の値を菱形の図形で示している。図11では、 $Mn(OH)_2$ の熱処理後に $Mn(OH)_2$ にシリカが添加された場合における研磨剤

50

の研磨速度 ($\mu\text{m}/\text{min}$) の値を四角の図形で示している。図 11 では、 $\text{Mn}(\text{OH})_2$ の熱処理後に $\text{Mn}(\text{OH})_2$ にシリカを添加しなかった場合における研磨剤の研磨速度 ($\mu\text{m}/\text{min}$) の値を三角の図形で示している。更に、ビーズミルによる粉碎回数の依存性を評価しており、図 11 には、ビーズミルによる粉碎回数 (1, 3, 10) に応じた研磨剤の研磨速度 ($\mu\text{m}/\text{min}$) の値が示されている。

【0045】

図 11 に示すように、シリカを添加しなかった場合と比較して、 $\text{Mn}(\text{OH})_2$ にシリカを添加することによって研磨剤の研磨速度が向上する。また、図 11 に示すように、シリカが添加された $\text{Mn}(\text{OH})_2$ を熱処理した場合、粉碎回数の増加に伴う研磨剤の研磨速度の低下が抑制されている。すなわち、 $\text{Mn}(\text{OH})_2$ の熱処理前に $\text{Mn}(\text{OH})_2$ にシリカが添加された場合、熱処理後のシリカの添加及びシリカの不添加と比較して、粉碎回数の増加に伴う研磨剤の研磨速度の低下が抑制される。

10

【0046】

図 12 は、マッフル炉を用いて、 $\text{Mn}(\text{OH})_2$ を 900 で熱処理した場合の実験結果を示している。図 12 では、シリカが添加された $\text{Mn}(\text{OH})_2$ を熱処理した場合における研磨剤の研磨速度 ($\mu\text{m}/\text{min}$) の値を菱形の図形で示している。図 12 では、 $\text{Mn}(\text{OH})_2$ の熱処理後に $\text{Mn}(\text{OH})_2$ にシリカが添加された場合における研磨剤の研磨速度 ($\mu\text{m}/\text{min}$) の値を四角の図形で示している。図 12 では、 $\text{Mn}(\text{OH})_2$ の熱処理後に $\text{Mn}(\text{OH})_2$ にシリカを添加しなかった場合における研磨剤の研磨速度 ($\mu\text{m}/\text{min}$) の値を三角の図形で示している。更に、ビーズミルによる粉碎回数の依存性を評価しており、図 12 には、ビーズミルによる粉碎回数 (1, 3, 10) に応じた研磨剤の研磨速度 ($\mu\text{m}/\text{min}$) の値が示されている。

20

【0047】

図 12 に示すように、シリカを添加しなかった場合と比較して、 $\text{Mn}(\text{OH})_2$ にシリカを添加することによって研磨剤の研磨速度が向上する。また、図 12 に示すように、シリカが添加された $\text{Mn}(\text{OH})_2$ を熱処理した場合、粉碎回数の増加に伴う研磨剤の研磨速度の低下が抑制されている。すなわち、 $\text{Mn}(\text{OH})_2$ の熱処理前に $\text{Mn}(\text{OH})_2$ にシリカが添加された場合、熱処理後のシリカの添加及びシリカの不添加と比較して、粉碎回数の増加に伴う研磨剤の研磨速度の低下が抑制される。

【0048】

図 11 及び図 12 に示すように、シリカが添加された $\text{Mn}(\text{OH})_2$ を、マッフル炉によって熱処理した場合と比較して、シリカが添加された $\text{Mn}(\text{OH})_2$ を、ロータリーキルンによって熱処理した場合の方が、研磨剤の研磨速度が向上している。ロータリーキルンを用いた熱処理が、シリカが添加された $\text{Mn}(\text{OH})_2$ を急熱した後、急冷する処理であるため、ロータリーキルンによって熱処理した場合の方が、研磨剤の研磨速度が向上したと考えられる。

30

【0049】

図 6、図 8 ~ 図 12 に示す実験結果から、 MnCO_3 又は $\text{Mn}(\text{OH})_2$ を出発原料とする場合であっても、研磨剤の研磨速度は、 MnO_2 を出発原料とする場合と同じ傾向を示すといえる。すなわち、 MnCO_3 の熱処理前に MnCO_3 にシリカが添加された場合、熱処理後のシリカの添加及びシリカの不添加と比較して、研磨剤の研磨速度が向上する。 $\text{Mn}(\text{OH})_2$ の熱処理前に $\text{Mn}(\text{OH})_2$ にシリカが添加された場合、熱処理後のシリカの添加及びシリカの不添加と比較して、研磨剤の研磨速度が向上する。 MnCO_3 の熱処理前に MnCO_3 にシリカが添加された場合、熱処理後のシリカの添加及びシリカの不添加と比較して、粉碎回数の増加に伴う研磨剤の研磨速度の低下が抑制される。また、 $\text{Mn}(\text{OH})_2$ の熱処理前に $\text{Mn}(\text{OH})_2$ にシリカが添加された場合、熱処理後のシリカの添加及びシリカの不添加と比較して、研磨剤の粉碎回数の増加に伴う研磨剤の研磨速度の低下が抑制される。

40

【0050】

更に、図 6、図 8 ~ 図 12 に示す実験結果から、ロータリーキルンを用いて熱処理を行

50

った場合、マッフル炉を用いて熱処理を行った場合と比較して、砥粒の研磨速度が $0.4 \sim 0.5 \mu\text{m}/\text{min}$ 程度向上していることがわかる。

【0051】

市販されている酸化セリウム (CeO_2) を含む研磨剤の研磨速度は、 $0.25 \sim 0.30 \mu\text{m}/\text{min}$ である。化合物マンガンをシリカを添加し、シリカが添加された化合物マンガンを熱処理することにより製造された研磨剤は、酸化セリウム (CeO_2) を含む研磨剤と同等の研磨速度を有する。

【0052】

マンガ化合物に対するシリカの濃度が $2 \text{wt}\%$ 以上 $10 \text{wt}\%$ 以下の範囲で複数の実験を行ったが、図4～図12に示す実験結果と同様の結果となった。したがって、マンガ化合物に対するシリカの濃度が $2 \text{wt}\%$ 以上 $10 \text{wt}\%$ 以下となるように、マンガ化合物に対してシリカが添加された場合においても、粉碎回数の増加に伴う研磨剤の研磨速度の低下が抑制されるとともに、研磨剤の研磨速度が向上する。

【0053】

MnO_2 を 650 以上 900 以下程度で熱処理することにより、 MnO_2 は Mn_2O_3 になる。 MnO_2 を 1000 程度以上で熱処理することにより、 MnO_2 は Mn_2O_3 及び Mn_3O_4 の混合化合物となる。シリカが添加された MnO_2 を 650 以上 900 以下程度で熱処理する場合、熱処理中にシリカの一部と Mn_2O_3 の一部とが反応し、ケイ素含有マンガ化合物 ($\text{Mn}_x\text{Si}_y\text{O}_z$) が形成されると考えられる。また、シリカが添加された MnO_2 を 1000 程度で熱処理する場合、熱処理中にシリカの一部と Mn_2O_3 及び Mn_3O_4 の一部とが反応し、ケイ素含有マンガ化合物 ($\text{Mn}_x\text{Si}_y\text{O}_z$) が形成されると考えられる。そのため、シリカが添加された MnO_2 を 650 以上 1000 以下程度で熱処理することによって製造された研磨剤は、ケイ素含有マンガ化合物 ($\text{Mn}_x\text{Si}_y\text{O}_z$) を有する。図4～図8に示す実験結果から、シリカ、 MnO_2 及びケイ素含有マンガ化合物 ($\text{Mn}_x\text{Si}_y\text{O}_z$) を含む砥粒を有する研磨剤は、粉碎回数の増加に伴う研磨剤の研磨速度の低下が抑制されるとともに、研磨剤の研磨速度が向上する。

【0054】

MnCO_3 を 650 以上 900 以下程度で熱処理することにより、 MnCO_3 は Mn_2O_3 になる。 MnCO_3 を 1000 程度以上で熱処理することにより、 MnCO_3 は Mn_2O_3 及び Mn_3O_4 の混合化合物となる。シリカが添加された MnCO_3 を 650 以上 900 以下程度で熱処理する場合、熱処理中にシリカの一部と Mn_2O_3 の一部とが反応し、ケイ素含有マンガ化合物 ($\text{Mn}_x\text{Si}_y\text{O}_z$) が形成されると考えられる。また、シリカが添加された MnCO_3 を 1000 程度で熱処理する場合、熱処理中にシリカの一部と Mn_2O_3 及び Mn_3O_4 の一部とが反応し、ケイ素含有マンガ化合物 ($\text{Mn}_x\text{Si}_y\text{O}_z$) が形成されると考えられる。そのため、シリカが添加された MnCO_3 を 650 以上 1000 以下程度で熱処理することによって製造された研磨剤は、ケイ素含有マンガ化合物 ($\text{Mn}_x\text{Si}_y\text{O}_z$) を有する。図9及び図10に示す実験結果から、シリカ、 MnCO_3 及びケイ素含有マンガ化合物 ($\text{Mn}_x\text{Si}_y\text{O}_z$) を含む砥粒を有する研磨剤は、粉碎回数の増加に伴う研磨剤の研磨速度の低下が抑制されるとともに、研磨剤の研磨速度が向上する。

【0055】

$\text{Mn}(\text{OH})_2$ を 650 以上 900 以下程度で熱処理することにより、 $\text{Mn}(\text{OH})_2$ は Mn_2O_3 になる。 $\text{Mn}(\text{OH})_2$ を 1000 程度以上で熱処理することにより、 $\text{Mn}(\text{OH})_2$ は Mn_2O_3 及び Mn_3O_4 の混合化合物となる。シリカが添加された $\text{Mn}(\text{OH})_2$ を 650 以上 900 以下程度で熱処理する場合、熱処理中にシリカの一部と Mn_2O_3 の一部とが反応し、ケイ素含有マンガ化合物 ($\text{Mn}_x\text{Si}_y\text{O}_z$) が形成されると考えられる。また、シリカが添加された $\text{Mn}(\text{OH})_2$ を 1000 程度で熱処理する場合、熱処理中にシリカの一部と Mn_2O_3 及び Mn_3O_4 の一部とが反応し、ケイ素含有マンガ化合物 ($\text{Mn}_x\text{Si}_y\text{O}_z$) が形成されると考えられる。そのため、シリカが添加された $\text{Mn}(\text{OH})_2$ を 650 以上 1000 以下程度で熱処理することによって製造

10

20

30

40

50

された研磨剤は、ケイ素含有マンガン酸化物 ($Mn_xSi_yO_z$) を有する。図 1 1 及び図 1 2 に示す実験結果から、シリカ、 $Mn(OH)_2$ 及びケイ素含有マンガン酸化物 ($Mn_xSi_yO_z$) を含む砥粒を有する研磨剤は、粉碎回数の増加に伴う研磨剤の研磨速度の低下が抑制されるとともに、研磨剤の研磨速度が向上する。

【 0 0 5 6 】

本実施形態に係る研磨剤の製造方法によって製造された研磨剤は、例えば、PDP (Plasma Display Panel) 及びLCD (Liquid Crystal Display) 等の電子機器に用いられる平板ガラスの研磨に使用してもよい。平板ガラスは、ガラス基板の一例である。本実施形態に係る研磨剤の製造方法によって製造された研磨剤は、例えば、スマートフォン、PDA (Personal Digital Assistant)、タブレット端末、携帯電話、ゲーム機等の電子機器に用いられる平板ガラスの研磨に使用してもよい。本実施形態に係る研磨剤の製造方法によって製造された研磨剤は、例えば、PC (Personal Computer) 等の電子機器が備えるハードディスクのガラス基板の研磨に用いてもよい。本実施形態に係る研磨剤の製造方法によって製造された研磨剤は、半導体装置の製造方法におけるCMP (Chemical Mechanical Polishing) 等の研磨工程で用いてもよい。

10

【 0 0 5 7 】

平板ガラスの研磨方法

本実施形態に係る研磨剤の製造方法によって製造された研磨剤を用いて平板ガラスを研磨する方法の一例を説明する。研磨装置としては、例えば、平板ガラスを保持する治具と、研磨布 (パッド) とを備える研磨装置を用いてもよい。研磨パッドの材質として、有機高分子等を用いてもよい。有機高分子は、例えば、ポリウレタン等である。例えば、研磨布 (パッド) として、SUBA 400 (ニッタハース社製) を用いてもよい。例えば、平板ガラスを治具により保持し、研磨布と平板ガラスとの間に、研磨剤を供給し、所定の圧力で定盤又は平板ガラスを動かすことにより、研磨剤を平板ガラスに接触させながら平板ガラスを研磨するようにしてもよい。

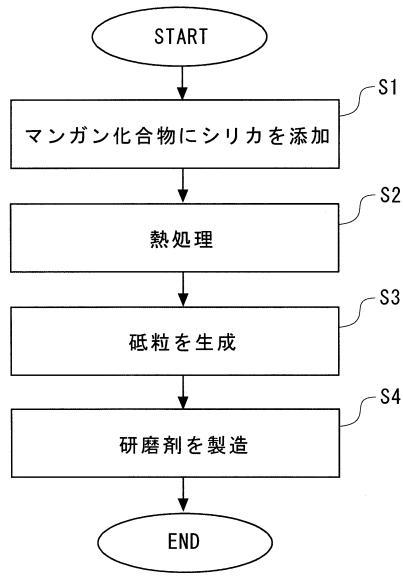
20

【符号の説明】

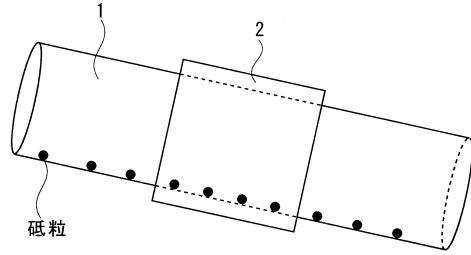
【 0 0 5 8 】

- 1 石英管
- 2 電気炉

【図1】



【図2】



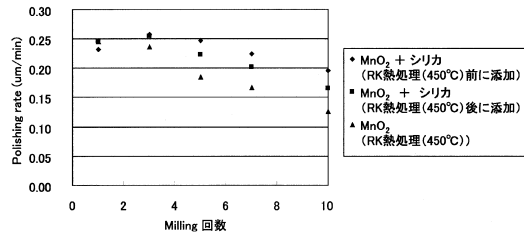
【図3A】

	出発原料	熱処理炉	処理温度 (°C)	シリカ添加	粉碎回数	実験結果 (図)
(A-1)	MnO ₂	ロータリーキルン	450	熱処理前添加	1, 3, 5, 7, 10	図4
(B-1)	MnO ₂	ロータリーキルン	450	熱処理後添加	1, 3, 5, 7, 10	図4
(C-1)	MnO ₂	ロータリーキルン	450	添加無し	1, 3, 5, 7, 10	図4
(A-2)	MnO ₂	ロータリーキルン	800	熱処理前添加	1, 3, 5, 7, 10	図5
(B-2)	MnO ₂	ロータリーキルン	800	熱処理後添加	1, 3, 5, 7, 10	図5
(C-2)	MnO ₂	ロータリーキルン	800	添加無し	1, 3, 5, 7, 10	図5
(A-3)	MnO ₂	ロータリーキルン	900	熱処理前添加	1, 3, 5, 7, 10	図6
(B-3)	MnO ₂	ロータリーキルン	900	熱処理後添加	1, 3, 5, 7, 10	図6
(C-3)	MnO ₂	ロータリーキルン	900	添加無し	1, 3, 5, 7, 10	図6
(A-4)	MnO ₂	ロータリーキルン	1000	熱処理前添加	1, 3, 5, 7, 10	図7
(B-4)	MnO ₂	ロータリーキルン	1000	熱処理後添加	1, 3, 5, 7, 10	図7
(C-4)	MnO ₂	ロータリーキルン	1000	添加無し	1, 3, 5, 7, 10	図7
(A-5)	MnO ₂	マッフル炉	900	熱処理前添加	1, 3, 5, 7, 10	図8
(B-5)	MnO ₂	マッフル炉	900	熱処理後添加	1, 3, 5, 7, 10	図8
(C-5)	MnO ₂	マッフル炉	900	添加無し	1, 3, 5, 7, 10	図8

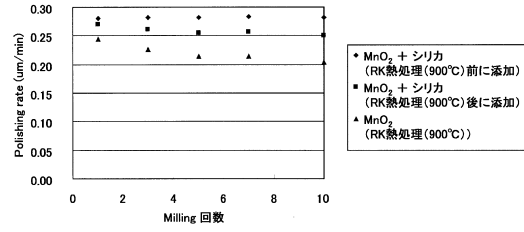
【図3B】

	出発原料	熱処理炉	処理温度 (°C)	シリカ添加	粉碎回数	実験結果 (図)
(A-6)	MnCO ₃	ロータリーキルン	900	熱処理前添加	1, 3, 10	図9
(B-6)	MnCO ₃	ロータリーキルン	900	熱処理後添加	1, 3, 10	図9
(C-6)	MnCO ₃	ロータリーキルン	900	添加無し	1, 3, 10	図9
(A-7)	MnCO ₃	マッフル炉	900	熱処理前添加	1, 3, 10	図10
(B-7)	MnCO ₃	マッフル炉	900	熱処理後添加	1, 3, 10	図10
(C-7)	MnCO ₃	マッフル炉	900	添加無し	1, 3, 10	図10
(A-8)	Mn(OH) ₂	ロータリーキルン	900	熱処理前添加	1, 3, 10	図11
(B-8)	Mn(OH) ₂	ロータリーキルン	900	熱処理後添加	1, 3, 10	図11
(C-8)	Mn(OH) ₂	ロータリーキルン	900	添加無し	1, 3, 10	図11
(A-9)	Mn(OH) ₂	マッフル炉	900	熱処理前添加	1, 3, 10	図12
(B-9)	Mn(OH) ₂	マッフル炉	900	熱処理後添加	1, 3, 10	図12
(C-9)	Mn(OH) ₂	マッフル炉	900	添加無し	1, 3, 10	図12

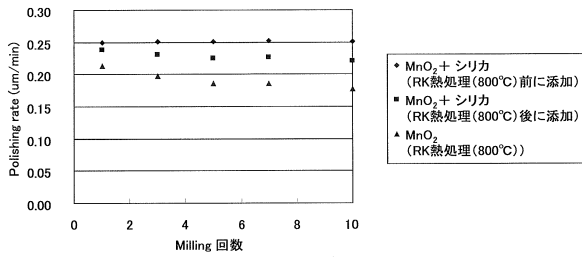
【 図 4 】



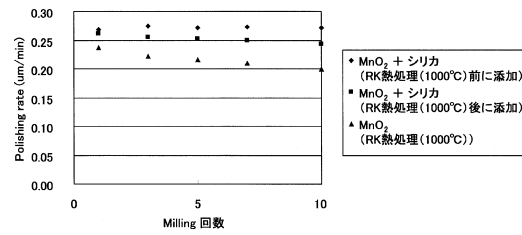
【 図 6 】



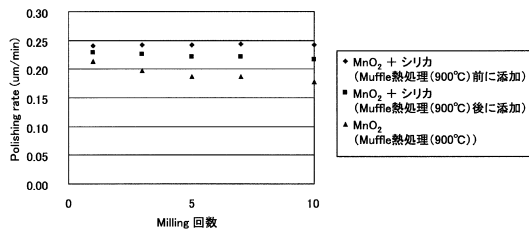
【 図 5 】



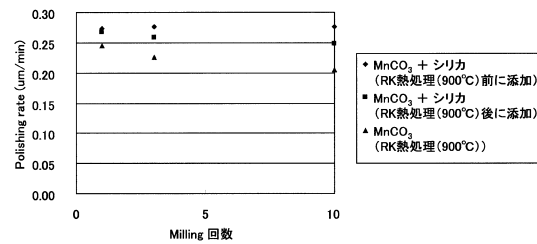
【 図 7 】



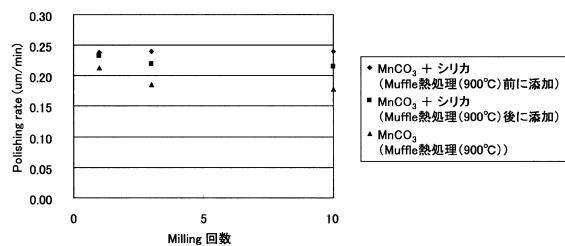
【 図 8 】



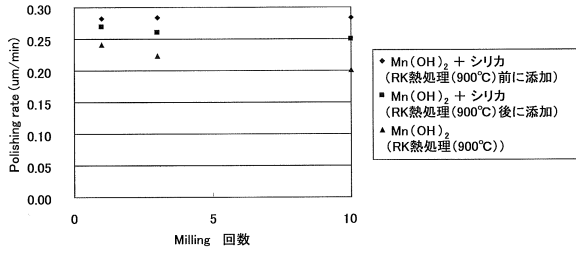
【 図 9 】



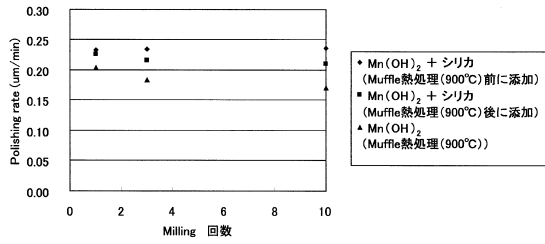
【 図 10 】



【 1 1 】



【 1 2 】



フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I
C 0 3 C 19/00 Z

(56)参考文献 特開2005-154208(JP,A)
特開2006-096977(JP,A)
特開平10-180619(JP,A)
特開2000-313639(JP,A)
特開2002-356312(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C 0 9 K 3 / 1 4
C 0 1 G 4 5 / 0 2
C 0 1 G 4 5 / 0 4
C 0 3 C 1 9 / 0 0
B 2 4 B 3 / 0 0 - 3 / 6 0
B 2 4 B 2 1 / 0 0 - 3 9 / 0 6
C A p l u s / R E G I S T R Y (S T N)
J S T P l u s / J M E D P l u s / J S T 7 5 8 0 (J D r e a m I I I)
J S T C h i n a (J D r e a m I I I)