

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公表特許公報(A)

(11) 特許出願公表番号

特表2017-503670
(P2017-503670A)

(43) 公表日 平成29年2月2日(2017.2.2)

| (51) Int.Cl. | | F 1 | | | テーマコード (参考) | |
|--------------|--------------|------------------|--------|-------|-------------|-----------|
| B24D | 11/00 | (2006.01) | B 24 D | 11/00 | C | 3 C 0 6 3 |
| B24D | 3/00 | (2006.01) | B 24 D | 11/00 | F | |
| | | | B 24 D | 11/00 | M | |
| | | | B 24 D | 3/00 | 3 4 O | |
| | | | B 24 D | 3/00 | 3 1 O F | |

審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 28 頁)

| | |
|---------------|------------------------------|
| (21) 出願番号 | 特願2016-548074 (P2016-548074) |
| (86) (22) 出願日 | 平成27年1月21日 (2015.1.21) |
| (85) 翻訳文提出日 | 平成28年9月16日 (2016.9.16) |
| (86) 國際出願番号 | PCT/US2015/012158 |
| (87) 國際公開番号 | W02015/112540 |
| (87) 國際公開日 | 平成27年7月30日 (2015.7.30) |
| (31) 優先権主張番号 | 61/931,136 |
| (32) 優先日 | 平成26年1月24日 (2014.1.24) |
| (33) 優先権主張國 | 米国(US) |

| | |
|----------|--|
| (71) 出願人 | 505005049 スリーエム イノベイティブ プロパティ ズ カンパニー アメリカ合衆国, ミネソタ州 55133 -3427, セント ポール, ポスト オ フィス ボックス 33427, スリーエ ム センター |
| (74) 代理人 | 100088155 弁理士 長谷川 芳樹 |
| (74) 代理人 | 100107456 弁理士 池田 成人 |
| (74) 代理人 | 100128381 弁理士 清水 義憲 |
| (74) 代理人 | 100162352 弁理士 酒巻 順一郎 |

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】構造化表面を有する研磨材料

(57) 【要約】

異物の付着及び堆積を防止する能力が卓越している構造化表面を有する研磨材料を提供すること、並びにその製造方法。本開示の実施形態の研磨材料は、その上に複数の三次元的要素が配設された構造化表面を備える研磨層を有する研磨材料であり、フッ素処理及びケイ素処理からなる群から選択される表面処理が構造化表面の少なくとも一部分の上に実施され、フッ素処理は、プラズマ処理、化学蒸着、物理蒸着、及びフッ素ガス処理からなる群から選択される。

【選択図】図 1

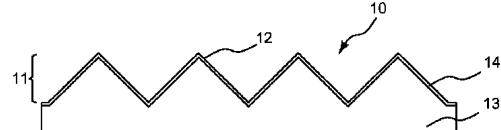


FIG. 1

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

その上に複数の三次元的要素が配設された構造化表面を有する研磨層を備える研磨材料であって、フッ素処理及びケイ素処理からなる群から選択される表面処理が前記構造化表面の少なくとも一部分の上に実施され、前記フッ素処理が、プラズマ処理、化学蒸着、物理蒸着、及びフッ素ガス処理からなる群から選択される、研磨材料。

【請求項 2】

前記複数の三次元的要素が前記構造化表面上に周期的に配設される、請求項 1 に記載の研磨材料。

【請求項 3】

前記ケイ素処理が、プラズマ処理、化学蒸着、物理蒸着、及び原子層堆積からなる群から選択される、請求項 1 又は 2 に記載の研磨材料。

【請求項 4】

前記研磨層が、炭化ケイ素を含むバルク層を含み、表面コーティング層が、前記バルク層の少なくとも一部分の上に提供されたダイヤモンド状炭素を含む、請求項 1 ~ 3 のいずれか一項に記載の研磨材料。

【請求項 5】

前記研磨層が、研磨粒子及びバインダーを含む、請求項 1 ~ 3 のいずれか一項に記載の研磨材料。

【請求項 6】

前記複数の三次元的要素が、円筒形、楕円筒形、角柱、半球、半楕円体、円錐、角錐、円錐台、角錐台、寄棟屋根形状、及びこれらの組み合わせからなる群から選択される形状を有する、請求項 1 ~ 5 のいずれか一項に記載の研磨材料。

【請求項 7】

研磨材料を製造する方法であって、

その上に複数の三次元的要素を配設して構成された構造化表面を有する研磨層を備える研磨材料を提供すること、

フッ素処理及びケイ素処理からなる群から選択される表面処理を、前記研磨材料の前記構造化表面の少なくとも一部分の上に実施することと、を含み、

前記フッ素処理が、プラズマ処理、化学蒸着、物理蒸着、及びフッ素ガス処理からなる群から選択される、方法。

【請求項 8】

前記ケイ素処理が、プラズマ処理、化学蒸着、物理蒸着、及び原子層堆積からなる群から選択される、請求項 7 に記載の方法。

【請求項 9】

その上に複数の三次元的要素を配設して構成された構造化表面を有する研磨層を有する研磨材料であって、前記構造化表面の少なくとも一部分が、(a) 織密化したフッ化炭素、オキシ炭化ケイ素、及び酸化ケイ素からなる群から選択される材料を含む膜、(b) フッ素で終端した表面、又は(c) これらの組み合わせ、を備える、研磨材料。

【発明の詳細な説明】

【発明の詳細な説明】

【0001】

[発明の分野]

本開示は、構造化表面を有する研磨材料に関する。具体的には、本開示は、表面処理した構造化表面を有する研磨層を含む研磨材料に関する。

【0002】

[背景]

研磨材料は、半導体ウェハ、磁気記憶媒体、ガラスプレート、レンズ、プリズム、自動車の塗装表面、光ファイバーコネクターの端部表面、及びこれに類するものなどの様々な

10

20

30

40

50

表面の粗研磨、面取り、最終研磨、及びこれに類するものに幅広く使用されている。

【0003】

例えば、半導体ウェハの化学機械研磨（C M P）プロセスでは、四角錐形状、半球形状、又はこれに類するものを有する三次元的要素などの複数の三次元的要素が系統的に配置された構造化表面を有する研磨層を含む研磨材料（コンディショナー又はドレッサー・ディスクとも称される）が、研磨パッドの粗研磨（ドレッシング又はコンディショニングとも称される）の目的で使用される。C M Pプロセスは、研磨パッドと半導体ウェハとの間に研磨粒子を含むスラリーを提供することによってC M Pを実施することを含む。コンディショナーは、研磨層としてモノリシックのダイヤモンド層でコーティングされた炭化ケイ素層を含み、例えば、支持ディスク又は支持リングに取り付けられる。研磨材料は、研磨パッドの表面を粗面化し、研磨パッド表面の詰まりを除去する。C M Pプロセスは、このようにして安定化される。構造化表面を有する研磨層を含むこの類のコンディショナーは、ニッケルメッキ、ハンダ付け、焼結、又はこれに類するものによって基材上に付着している塊状のダイヤモンド粒子などの研磨粒子を有する他の従来のコンディショナーと比較して、外れた研磨粒子によって発生する大きい引っかき傷を半導体ウェハ表面上に生じない点で有利である。

10

【0004】

構造化表面を有する研磨材料は、液晶ディスプレイの製造及びこれに類するものに使用される表面研磨用の大きいガラス板、光ファイバーコネクター端部表面の粗研磨及び最終研磨、自動車の塗装表面、並びにこれに類するものにも使用される。例えば、研磨層が、塊状ダイヤモンド粒子、アルミナ、炭化ケイ素、酸化セリウム、及びこれに類するものなどの研磨粒子、並びに硬化したウレタンアクリレート、エポキシ樹脂、及びこれに類するものなどのバインダーを含む研磨材料が使用される。研磨対象物に接触する研磨層の部分は、研磨対象物の硬さによって粗研磨又は最終研磨中に摩耗し、構造化表面上に新しい研磨粒子が露出する。例えば、ガラス板又はこれに類するもののような硬さを有する研磨対象物を研磨する場合、研磨層は、通常、研磨中に摩耗する。一方で、最も外側の層にアクリル樹脂、ウレタン樹脂、又はこれに類するものを使用している自動車の塗装表面などの低硬度の表面を研磨する場合、研磨層は、著しく摩耗しない場合がある。

20

【0005】

特許文献1（国際公開第2005-012592号）は、（a）基材であって、（1）セラミック材料のうちの少なくとも1種を含む第1相、及び（2）炭化物形成材料のうちの少なくとも1種を含む第2相を含む表面を有する基材と、（b）少なくとも基材の表面の一部の上に配置される化学蒸着ダイヤモンドコーティングを含むCVDダイヤモンドコーティング複合材料と、を記述している。

30

【0006】

特許文献2（公表されたPCT出願の日本語訳公報第2002-542057号）は、「裏材と、裏材の表面上に接合された少なくとも1つの三次元的研磨コーティングとを含むガラス又はガラスセラミック被加工物を研磨するために理想的な研磨物品であって、この研磨コーティングが、複数のダイヤモンドビーズ研磨粒子と、研磨コーティングの約40重量%～約60重量%を構成する充填剤とを分散する硬化バインダー前駆体から形成されたバインダーを含む、研磨物品」を記述する。

40

【0007】

特許文献3（特開2001-179640号）は、「光ファイバーコネクター端部表面を所定の形状へと研磨するために使用される研磨材料であって、この研磨材料が、基材と基材上に設けられる研磨層とを含み、この研磨層が、構成成分として研磨粒子と結合剤とを含む研磨複合物を有し、この研磨層が、複数の系統的に配置された所定の形状の固体要素によって構成される空間構造を有する、研磨材料」を記述する。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0008】

50

【特許文献1】国際公開第2005/012592号

【特許文献2】特表2002-542057号公報

【特許文献3】特開2001-179640号公報

【0009】

【発明の概要】

原因は明確ではないが、CMPプロセスの間に、構造化表面を有する研磨層を含む研磨材料を使用してウレタンフォームパッドコンディショニングを実施したとき、コンディショニングサイクルの増加に連動して半導体ウェハ表面の欠陥密度が増加する場合がある。更に、CMPスラリー内に含まれる研磨粒子、ウレタンフォームパッドから掻き落とされたポリウレタン粒子、及びこれに類するものなどの異物の堆積が、研磨層の構造化表面の谷部（凹部）の中に見られる場合がある。異物の堆積は、研磨材料とウレタンフォームパッドとの間でのCMPスラリーの円滑な流れに干渉すると考えられる。

10

【0010】

自動車の塗装表面の粗研磨及び最終研磨のとき（この場合、研磨層は著しい摩耗はせず、付着は突出している部分又は構造化表面の先端において生じる）、ガラス板の表面研磨によって掻き落とされたガラス粉末（研磨粉末）の構造化表面の谷部の中への堆積、及びアクリル樹脂、ウレタン樹脂、又はこれに類するものなどの構造化表面への付着は、生産効率を下げ、ひいては製品品質に影響する場合があるので、防止又は抑制するのが好ましい。

20

【0011】

本開示の目的は、異物の付着及び堆積を防止する能力が卓越している構造化表面を有する研磨材料、並びにその製造方法を提供することである。

【0012】

【発明の要約】

本開示の実施形態は、その上に複数の三次元的要素が配設された構造化表面を有する研磨層を有する研磨材料を提供し、フッ素処理及びケイ素処理からなる群から選択される表面処理が構造化表面の少なくとも一部分の上に実施され、フッ素処理は、プラズマ処理、化学蒸着、物理蒸着、及びフッ素ガス処理からなる群から選択される。

【0013】

本開示の別の実施形態は、研磨材料を製造する方法であって、その上に複数の三次元的要素が配設された構造化表面を有する研磨層を含む研磨材料を提供することと、フッ素処理及びケイ素処理からなる群から選択される表面処理を、研磨材料の構造化表面の少なくとも一部分の上に実施することと、を含み、フッ素処理が、プラズマ処理、化学蒸着、物理蒸着、及びフッ素ガス処理からなる群から選択される、方法を提供する。

30

【0014】

本開示の更に別の実施形態は、その上に複数の三次元的要素を配設して構成された構造化表面を備える研磨層を有する研磨材料であって、構造化表面の少なくとも一部分が、（a）緻密化したフッ化炭素、オキシ炭化ケイ素、及び酸化ケイ素からなる群から選択される材料を含む膜、（b）フッ素で終端した表面、又は（c）これらの組み合わせ、を有する、研磨材料を提供する。

40

【0015】

【発明の効果】

本開示によれば、構造化表面、特に構造化表面の谷部（凹部）の中に異物を付着又は堆積させることなく排出することができる研磨材料を提供することができる。

【0016】

上記の記述は、本発明のすべての実施形態、又は本発明に関連する利点の完全な開示と考えられるべきではないことに留意されたい。

【図面の簡単な説明】

【0017】

【図1】本開示の実施形態の研磨材料の断面図である。

50

【図2】本開示の別の実施形態の研磨材料の断面図である。

【図3A】三角錐形状を有する複数の三次元的要素が配置されている構造化表面の上表面概略図である。

【図3B】四角錐形状を有する複数の三次元的要素が配置されている構造化表面の上表面概略図である。

【図3C】角錐台形状を有する複数の三次元的要素が配置されている構造化表面の上表面概略図である。

【図3D】半球形状を有する複数の三次元的要素が配置されている構造化表面の上表面概略図である。

【図3E】三次元的要素が横方向に配向されかつ整列した三角柱である構造化表面の断面図である。

【図3F】寄棟屋根形状を有する複数の三次元的要素が配置されている構造化表面の上表面概略図である。

【図3G】様々な形状の複数の三次元的要素の組み合わせが配置されている構造化表面の上表面概略図である。

【図4A】それぞれ実施例1及び2、比較例1及び2の研磨材料の構造化表面の、CMPドレッシング試験を実施した後の光学顕微鏡写真である。

【図4B】それぞれ実施例1及び2、比較例1及び2の研磨材料の構造化表面の、CMPドレッシング試験を実施した後の光学顕微鏡写真である。

【図4C】それぞれ実施例1及び2、比較例1及び2の研磨材料の構造化表面の、CMPドレッシング試験を実施した後の光学顕微鏡写真である。

【図4D】それぞれ実施例1及び2、比較例1及び2の研磨材料の構造化表面の、CMPドレッシング試験を実施した後の光学顕微鏡写真である。

【図5A】実施例3～5及び比較例3の研磨材料A～Cの、自動車コーティング研磨試験を実施した後の全体写真である。

【図5B】実施例3～5及び比較例3の研磨材料A～Cの、自動車コーティング研磨試験を実施した後の構造化表面の光学顕微鏡写真である。

【図5C】実施例3～5及び比較例3の研磨材料A～Cの、自動車コーティング研磨試験を実施し、次いで水で洗浄した後の構造化表面の光学顕微鏡写真である。

【0018】

[詳細な説明]

本発明の代表的な実施形態を説明するために詳細説明が以下に示されるが、これらの実施形態は、本発明を限定するものとして解釈されるべきではない。

【0019】

本開示では、「研磨表面」は、研磨対象物との接触表面を指し、換言すれば、研磨材料が平坦な研磨対象物に接触するとき、研磨対象物の表面に平行な基準面である。

【0020】

本開示では、三次元的要素の「高さ」は、研磨表面の垂直線に沿った三次元的要素の底面から三次元的要素の頂点又は頂面までの距離を指す。

【0021】

本開示の実施形態の研磨材料は、構造化表面を有する研磨層を含み、構造化表面上に複数の三次元的要素が配置される。フッ素処理又はケイ素処理からなる群から選択される表面処理は、少なくとも構造化表面の一部の上に実施される。本開示では、「フッ素処理」は、フッ素を含有する材料を使用する表面処理を指し、そして「ケイ素処理」は、ケイ素を含有する材料を使用する表面処理を指す。水素、酸素、炭素、窒素、及びこれに類するものなどの、フッ素及びケイ素を除いた他の原子は表面処理に寄与する可能性があり、これらの他の原子は、フッ素を含有する材料若しくはケイ素を含有する材料から誘導される場合があるか、又は別の供給源から誘導される場合がある。

【0022】

様々な材料を使用して研磨層を形成することができる。図1は、本開示の実施形態の研

10

20

30

40

50

磨材料の断面図を図示する。図1に図示される研磨材料10は、研磨層11を含み、研磨層11は、バルク層13、及びバルク層13の少なくとも一部の上に配置される表面コーティング層14を含む。表面コーティング層14は、複数の三次元的要素12が配置されている構造化表面に適用される。図1に図示される実施形態を用いると、バルク層13は、三次元的要素12の形状を決定するだけでなく、研磨材料10を別の工具又はこれに類するものに取り付けるための基材としても機能する。別の基材は、構造化表面とは反対側の面上のバルク層13の表面に取り付けられる場合がある。

【0023】

バルク層は、三次元的要素の形状を決定する。バルク層は、研磨対象物の材料特性及び硬さ並びにこれに類するものを考慮して、無機材料（例えば、焼結したセラミックなど）などの様々な硬質材料によって形成することができる。焼結したセラミックとしては、例えば、炭化ケイ素、窒化ケイ素、アルミナ、ジルコニア、炭化タンゲステン、及びこれに類するものを挙げることができる。中でも、炭化ケイ素及び窒化ケイ素、特に炭化ケイ素は、強度、硬度、摩耗抵抗、及びこれに類するものの観点から有利に使用することができる。

10

【0024】

バルク層は、炭化ケイ素又はこれに類するものなどのセラミック粒子と、バインダーと、必要に応じて他の材料とを混合し、構造化表面のネガパターンを有する金属ダイの中へと圧力射出し、次いで焼結することによって形成することができる。

20

【0025】

表面コーティング層は一般に、バルク層より硬い材料によって形成され、研磨中に研磨対象物に接触することによって研磨対象物の研磨に寄与する。使用することができる表面コーティング層の例としては、ダイヤモンド状炭素（DLCと略記される）及び他のダイヤモンド材料、炭化タンゲステン（WC）、窒化チタン（TiN）、炭化チタン（TiC）、並びにこれに類するものが挙げられる。表面コーティング層の厚さは、一般に、約0.5 μm以上又は約1 μm以上、かつ約30 μm以下又は約20 μm以下である。表面コーティング層の厚さを約1 μm以上に設定することによって、研磨中に表面コーティング層のみが研磨対象物と接触し、したがって研磨対象物をバルク層との接触から保護することができる。一方で、表面コーティング層とバルク層との付着が弱い場合、表面コーティング層の厚さは、比較的薄くされるのが好ましい。

30

【0026】

有利にも、ダイヤモンド材料を含む膜を表面コーティング層として使用することができる。この膜は、例えば、ダイヤモンド状炭素を含むことができる。ダイヤモンド状炭素は非晶質であり、水素によって安定化された大量のs p³を含む（例えば、炭素原子は約40原子%以上、又は約50原子%以上、かつ約99原子%以下、又は約98原子%以下である）。プラズマ強化化学蒸着（PECVD）法、ホットワイヤ化学蒸着（HWCVD）法、イオンビーム、レーザーアブレーション、RFプラズマ、超音波、アーク放電、陰極アークプラズマ蒸着、及びこれに類するものなどの従来の技術によって、メタン若しくはこれに類するものなどの気体炭素供給源、又はグラファイト若しくはこれに類するものなどの固体炭素供給源、及び必要に応じて水素を使用して、ダイヤモンド膜をバルク層の上に堆積させることができる。いくつかの実施形態では、結晶化度の高い膜を安定化せしめ及び生産することができ、したがって、有利にも厚いダイヤモンド膜を堆積せしめるためにHWCVD法を使用することができる。

40

【0027】

図2は、本開示の別の実施形態の研磨材料の断面図を図示する。図2に図示される研磨材料10は、研磨粒子16とバインダー17とを含む研磨層11を裏材15の上に含み、研磨層11は、複数の三次元的要素12が配置されている構造化表面を有する。裏材15は、研磨材料10の基材として作用する。研磨粒子16は、バインダー17を通して均一に又は不均一に分散される。この実施形態を用いると、研磨対象物の表面が研磨材料10を使用して研磨されるとき、研磨対象物に接触している一部分は徐々に破壊され、これに

50

よって研磨対象物の硬によって未使用の研磨粒子 16 が露出する。

【0028】

この実施形態を用いると、研磨粒子、バインダー前駆体、及び反応開始剤を含む硬化性組成物が、構造化表面のネガパターンを有する金属ダイの中へと充填され、熱又は放射を使用してこの組成物が硬化され、したがって研磨粒子及びバインダーを含む研磨層を形成することができる。

【0029】

使用することができる研磨粒子の例としては、ダイヤモンド、立方晶窒化ホウ素、酸化セリウム、溶融酸化アルミニウム、熱処理した酸化アルミニウム、ゾルゲルプロセスによって調製された酸化アルミニウム、炭化ケイ素、酸化クロム、シリカ、ジルコニア、アルミニナジルコニア、酸化鉄、ガーネット、及びこれらの混合物が挙げられる。研磨粒子のモース硬度は、8以上又は9以上であるのが好ましい。意図する研磨に基づいて研磨粒子の種類を選択することができ、ダイヤモンド、立方晶窒化ホウ素、酸化アルミニウム、及び炭化ケイ素は、有利にも、バリ取り又はこれに類するものなどの粗研磨のため、並びに曲面形成又はこれに類するものなどの面取りのために使用することができ、シリカ及び酸化アルミニウムは、有利にも、最終研磨のために使用することができる。

10

【0030】

研磨粒子の平均粒径は、研磨粒子の種類、研磨材料の用途、及びこれに類するものに基づいて異なる範囲内であってもよく、一般に約10nm以上、約1μm以上、又は約5μm以上、かつ約500μm以下、約200μm以下、又は約80μm以下である。例えば、平均粒径が約0.5μm以上、かつ約20μm以下又は約10μm以下の研磨粒子は、有利にも、バリ取り又はこれに類するものなどの粗研磨のため及び曲面形状形成又はこれに類するものなどの面取りのために使用することができ、平均粒径が約10nm以上、かつ約1μm以下、約0.5μm以下、又は約0.1μm以下の研磨粒子は、有利にも、最終研磨のために使用することができる。

20

【0031】

ガラス、セラミック、金属、金属酸化物、有機樹脂、及びこれに類するものなどの母材中に約1μm～約100μmの粒径を有するダイヤモンド粒子を分散した塊状ダイヤモンドを使用することができる。15μmより大きい粒径を有するダイヤモンド粒子を含む塊状ダイヤモンドの平均粒径は、一般に約100μm以上又は約250μm以上、かつ約1000μm以下又は約400μm以下である。15μm以下の粒径を有するダイヤモンド粒子を含む塊状ダイヤモンドの平均粒径は、一般に約20μm以上、約40μm以上、又は約70μm以上、かつ約450μm以下、約400μm以下、又は約300μm以下である。

30

【0032】

バインダー前駆体として、熱又は放射によって硬化される硬化性樹脂を使用することができる。硬化性樹脂は、一般にラジカル重合又はカチオン性重合によって硬化される。バインダー前駆体の例としては、フェノール樹脂、レゾールフェノール樹脂、アミノプラスチ樹脂、ウレタン樹脂、エポキシ樹脂、アクリル樹脂、ポリエステル樹脂、ビニル樹脂、メラミン樹脂、イソシアヌレートアクリレート樹脂、ウレアホルムアルデヒド樹脂、イソシアヌレート樹脂、ウレタンアクリレート樹脂、エポキシアクリレート樹脂、及びこれらの混合物が挙げられる。バインダー前駆体に使用される「アクリレート」という用語は、アクリレート及びメタクリレートを含む。

40

【0033】

反応開始剤として、従来の熱反応開始剤又は光開始剤を使用することができる。反応開始剤の例としては、有機過酸、アゾ化合物、キノン、ベンゾフェノン、ニトロソ化合物、ハロゲン化アクリル、ヒドロゾン、メルカプト化合物、ピリリウム化合物、トリアクリルイミダゾール、ビスイミダゾール、クロロアルキルトリアジン、ベンゾインエーテル、ベンジルケタール、チオキサントン、アセトフェノン、ヨードニウム塩、スルホニウム塩、及びこれらの誘導体が挙げられる。

50

【0034】

研磨粒子は一般に、硬化性組成物の中に、100質量部のバインダー前駆体に対して約150質量部以上又は約200質量部以上、かつ約1000質量部以下又は約700質量部以下の量で含まれる。反応開始剤は一般に、硬化性組成物の中に、100質量部のバインダー前駆体に対して約0.1質量部以上又は約0.5質量部以上、かつ約10質量部以下又は約2質量部以下の量で含まれる。

【0035】

硬化性組成物は、カップリング剤、充填剤、湿润剤、染料、顔料、可塑剤、充填剤、離型剤、研磨助剤、及びこれに類するものなどの任意選択的な構成成分を更に含むことができる。

10

【0036】

裏材は、ポリエステル、ポリイミド、ポリアミド、及びこれに類するものなどのポリマー・フィルム；紙；バルカナイズドファイバー；成型又は注型エラストマー、処理した不織布又は織布；及びこれに類するものとすることができます。接着剤層を使用して、裏材を研磨層に付着させることができる。

【0037】

熱可塑性樹脂又は熱硬化性樹脂を使用して、研磨層と裏材とを一体的に形成することができる。熱可塑性樹脂又は熱硬化性樹脂の例としては、フェノール樹脂、アミノプラスチック樹脂、ウレタン樹脂、エポキシ樹脂、エチレン性不飽和樹脂、イソシアヌレートアクリレート樹脂、ウレアホルムアルデヒド樹脂、イソシアヌレート樹脂、ウレタンアクリレート樹脂、エポキシアクリレート樹脂、ビスマレイミド(bimaleimide)樹脂、及びこれらの混合物が挙げられる。有利にも、これらの中でも、ポリアミド樹脂、ポリエステル樹脂、及びポリウレタン樹脂(ポリウレタンウレア樹脂を含む)を使用することができる。

20

【0038】

裏材の厚さは、一般に、約1mm以上又は約0.5cm以上、かつ約2cm以下又は約1cm以下に設定することができる。裏材を弾性材料とすることによって、裏材には形状追跡特性を更に適用してもよい。裏材を予備成形することによって、所定の曲率を裏材に適用してもよい。

【0039】

研磨材料の三次元的要素の研磨機能は、その上部において実証される。研磨粒子及びバインダーを含む研磨層を有する研磨材料を用いると、三次元的要素は研磨中に頂部から劣化され、未使用の研磨粒子が露出する。したがって、三次元的要素の頂部内に存在する研磨粒子の濃度を増大することによって、研磨材料の切削特性及び研磨特性を増大させることができ、したがって研磨材料を有利に使用することができる。三次元的要素の基部、換言すれば基材に付着した又は基材と一体的に形成された研磨層の下部は通常、研磨機能を必要とせず、したがって、研磨粒子を含まないバインダーのみによって形成することができる。

30

【0040】

研磨層の構造化表面は、様々な形状の三次元的要素を含むことができる。三次元的要素の形状の例としては、円筒、橢円筒、角柱、半球、半橢円球、円錐、角錐、円錐台、角錐台、寄棟屋根、及びこれに類するものが挙げられる。構造化表面は、様々な形状を有する複数の三次元的要素の組み合わせを更に含んでもよい。例えば、構造化表面は、複数の円筒と複数の角錐との組み合わせであってもよい。三次元的要素の基部の断面形状は、頂部の断面形状と異なってもよい。例えば、基部の断面は、正方形形状であってもよいが、頂部の断面は、円形形状であってもよい。通常三次元的要素は、頂部の断面積より大きい断面積を有する基部を有する。三次元的要素の基部は、互いに又は交互に接触していてもよく、隣接する三次元的要素の基部を所定の距離で相互に分離することができる。

40

【0041】

いくつかの実施形態を用いると、複数の三次元的要素は構造化表面上で系統的に配置される。本開示を用いると、三次元的要素の位置に関して使用される「系統的に」とは、同

50

ーの形状又は類似の形状を有する三次元的要素が構造化表面上で、研磨表面に平行な基準面上の1つ又は複数の方向に沿って繰り返し配置されることを意味する。研磨表面に平行な基準面上の1つ又は複数の方向は、直線方向、同心方向、らせん型の（らせん状の）方向、又はこれらの組み合わせとすることができる。構造化表面上に複数の三次元的要素が系統的に配置される実施形態を用いると、三次元的要素の間に存在する、例えば、溝などの空間を構造化表面の本体全体上にパターン状で配置することができ、これは、スラリー、研磨粉末、及びこれに類するものを流し、かつ排出するために有利である。複数の三次元的要素は、表面処理、レーザー処理、又は、ダイヤモンド砥石、切断砥石、又は射出成形によるCVDにより多結晶ダイヤモンド堆積法によって形成することができ、射出成形は、バインダー前駆体を構造化表面のネガパターンを有する金属の三次元的要素内に充填し、次いで例えば、熱、又は放射、及びこれに類するものを使用して硬化させる方法である。

10

【0042】

本開示の研磨材料で使用することができる構造化表面は、実施例を使用して図3A～図3Gを参照しながら記述される。図3Aは、三角錐形状を有する複数の三次元的要素が配置されている構造化表面の上表面概略図である。図3Aでは、記号oは三次元的要素12の底辺の長さを表し、記号pは三次元的要素12の頂部間の距離を表す。三角錐の底辺の長さは同一であっても又は相互に異なっていてもよく、辺の長さは同一であっても又は相互に異なっていてもよい。例えば、oは、約5μm以上又は約10μm以上、かつ約1000μm以下又は約500μm以下に設定することができる。pは、約5μm以上又は約10μm以上、かつ約1000μm以下又は約500μm以下に設定することができる。図3Aには図示されないが、三次元的要素12の高さhは、約2μm以上又は約4μm以上、かつ約600μm以下又は約300μm以下に設定することができる。hの変動は、好ましくは三次元的要素12の高さの変動の約20%以下、より好ましくは約10%以下である。

20

【0043】

図3Bは、四角錐形状を有する複数の三次元的要素が配置されている構造化表面の上表面概略図である。図3Bでは、記号oは三次元的要素12の底辺の長さを表し、記号pは三次元的要素12の頂部間の距離を表す。四角錐の底辺の長さは同一であっても又は相互に異なっていてもよく、辺の長さは同一であっても又は相互に異なっていてもよい。例えば、oは、約5μm以上又は約10μm以上、かつ約1000μm以下又は約500μm以下に設定することができる。pは、約5μm以上又は約10μm以上、かつ約1000μm以下又は約500μm以下に設定することができる。図3Aには図示されないが、三次元的要素12の高さhは、約2μm以上又は約4μm以上、かつ約600μm以下又は約300μm以下に設定することができる。hの変動は、好ましくは三次元的要素12の高さの変動の約20%以下、より好ましくは約10%以下である。

30

【0044】

本開示の他の実施形態を用いると、三次元的要素を三角錐台又は四角錐台とすることができます。これらの実施形態の三次元的要素の頂面は、一般に、三角形又は四角形の、研磨表面に平行な基準面で構成される。実質的にすべての頂面は、研磨層に平行な基準面上に存在するのが好ましい。

40

【0045】

図3Cは、四角錐台形状を有する複数の三次元的要素が配置されている構造化表面の上表面概略図である。頂分を切断する前の四角錐形状が左上に図示される。図3Cでは、記号oは三次元的要素12の底辺の長さを表し、記号uは三次元的要素12の底辺間の距離を表し、記号yは頂面の辺の長さを表す。四角錐台の底辺の長さは同一であっても又は相互に異なっていてもよく、辺の長さは同一であっても又は相互に異なっていてもよく、そして頂面の辺の長さは同一であっても又は相互に異なっていてもよい。例えば、oは、約5μm以上又は約10μm以上、かつ約6000μm以下又は約3000μm以下に設定することができる。uは、約0μm以上又は約2μm以上、かつ約10,000μm以下

50

又は約 5 0 0 0 μm 以下に設定することができる。y は、約 0 . 5 μm 以上又は約 1 μm 以上、かつ約 6 0 0 0 μm 以下又は約 3 0 0 0 μm 以下に設定することができる。図 3 C には図示されないが、三次元的要素 1 2 の高さ h は、約 5 μm 以上又は約 1 0 μm 以上、かつ約 1 0 , 0 0 0 μm 以下又は約 5 0 0 0 μm 以下に設定することができる。h の変動は、好ましくは三次元的要素 1 2 の高さの変動の約 2 0 % 以下、より好ましくは約 1 0 % 以下である。

【 0 0 4 6 】

図 3 D は、半球形状を有する複数の三次元的要素が配置されている構造化表面の上表面概略図である。図 3 D では、記号 r は三次元的要素 1 2 の半径を表し、記号 p は三次元的要素 1 2 の中心間の距離を表す。例えば、r は、約 5 μm 以上又は約 1 0 μm 以上、かつ約 1 0 0 0 μm 以下又は約 5 0 0 μm 以下に設定することができる。p は、約 5 μm 以上又は約 1 0 μm 以上、かつ約 1 0 0 0 μm 以下又は約 5 0 0 μm 以下に設定することができる。図 3 D には図示されないが、半球形状を有する三次元的要素の高さ h は通常、半径 r と同一である。h の変動は、好ましくは三次元的要素 1 2 の高さの変動の約 2 0 % 以下、より好ましくは約 1 0 % 以下である。

10

【 0 0 4 7 】

図 3 E は、本開示の別の実施形態の断面概略図であり、複数の三次元的要素 1 2 は横方向に配向された三角柱であり、尾根部を有する。三次元的要素 1 2 は、基材 1 5 上に配置され、かつ研磨粒子及びバインダーを含む研磨層上部 1 8 と、バインダーを含むが研磨粒子を含まない研磨層下部 1 9 との 2 層構造として図示される。尾根部は、実質的に研磨材料の本体全体にわたって、研磨層に平行な基準面上にあるのが好ましい。いくつかの実施形態では、実質的にすべての尾根部が、研磨層に平行な同一の基準面上に存在する。図 3 E では、記号 θ は、三次元的要素 1 2 の対頂角を表し、記号 w は、三次元的要素 1 2 の底部の幅を表し、記号 p は、三次元的要素 1 2 の頂部間の距離を表し、記号 u は、三次元的要素 1 2 の長い基部間の距離を表し、記号 h は、三次元的要素 1 2 の基材 1 5 の表面からの高さを表し、記号 s は、研磨層上部 1 8 の高さを表す。例えば、 θ は、約 3 0 ° 以上又は約 4 5 ° 以上、かつ約 1 5 0 ° 以下又は約 1 4 0 ° 以下に設定することができる。w は、約 2 μm 以上又は約 4 μm 以上、かつ約 2 0 0 0 μm 以下又は約 1 0 0 0 μm 以下に設定することができる。p は、約 2 μm 以上又は約 4 μm 以上、かつ約 4 0 0 0 μm 以下又は約 2 0 0 0 μm 以下に設定することができる。u は、約 0 μm 以上又は約 2 μm 以上、かつ約 2 0 0 0 μm 以下又は約 1 0 0 0 μm 以下に設定することができる。h は、約 2 μm 以上又は約 4 μm 以上、かつ約 6 0 0 μm 以下又は約 3 0 0 μm 以下に設定することができる。s は、三次元的要素 1 2 の高さ h の約 5 % 以上又は約 1 0 % 以上、かつ約 9 5 % 以下又は約 9 0 % 以下に設定することができる。h の変動は、好ましくは三次元的要素 1 2 の高さの変動の約 2 0 % 以下、より好ましくは約 1 0 % 以下である。

20

【 0 0 4 8 】

図 3 E に図示される個々の三次元的要素 1 2 は、研磨材料の全表面にわたって延在する場合がある。この場合、三次元的要素 1 2 の基部の長手方向での両方の端部は研磨材料の端部の近傍にあり、複数の三次元的要素 1 2 は帯形状で配置される。

30

【 0 0 4 9 】

本開示の別の実施形態を用いると、三次元的要素は寄棟屋根形状を有する。本開示では、「寄棟屋根」形状は、2 つの対応する三角形形状と2 つの対応する四角形形状とで構成された側面を備える三次元的形状を示し、隣接する三角形側面と四角形側面とは区域を共有し、対応する2 つの四角形の側面によって共有される区域は尾根部である。尾根部は、実質的に研磨材料の本体全体にわたって、研磨層に平行な基準面上にあるのが好ましい。いくつかの実施形態では、実質的にすべての尾根部が、研磨層に平行な同一の基準面上に存在する。2 つの三角形側面と2 つの四角形側面とは、同一の形状を有しても又は相互に異なる形状を有してもよい。したがって、寄棟屋根形状の底面は、矩形、台形、又はこれに類するものであってもよく、4 辺の長さは相互に正方形形状とは異なっていてよい。

40

【 0 0 5 0 】

50

図3Fは、寄棟屋根形状を有する複数の三次元的要素が配置されている構造化表面の上表面概略図である。図3Fは、矩形の底面を有する寄棟屋根形状を図示する。図3Fでは、記号1は三次元的要素12の長い基部の長さを表し、記号xは隣接する三次元的要素12の短い基部間の距離を表す。例えば、1は、約5μm以上又は約10μm以上、かつ約10mm以下又は約5mm以下に設定することができる。xは、約0μm以上又は約2μm以上、かつ約2000μm以下又は約1000μm以下に設定することができる。記号w、p、及びuの定義並びに例示的な数値範囲、図3Fには図示されていないが、記号h、s、、及びこれに類するものは、図3Eに記述されたものと同一である。

【0051】

別の実施形態を用いると、構造化表面は、様々な形状を有する複数の三次元的要素の組み合わせを含む。図3Gは、かかる実施形態の例を図示する。図3Gに図示した構造化表面は、第1の三角錐121と、第2の三角錐122と、六角錐123と、寄棟屋根124との組み合わせを含む。それぞれの三次元的要素の基部の長さは、約5μm以上又は10μm以上、かつ約1000μm以下又は約500μm以下に設定することができ、高さはそれぞれ、約2μm以上又は約4μm以上、かつ約600μm以下又は約300μm以下に設定することができる。隣接する三次元的要素の基部間の距離は、0μm以上又は約2μm以上、かつ約10,000μm以下又は約5000μm以下に設定することができる。寄棟屋根124の尾根部の長さは、約0.5μm以上又は約1μm以上、かつ約1000μm以下又は約500μm以下に設定することができる。

【0052】

いくつかの実施形態を用いると、研磨材料の三次元的要素の密度、換言すれば研磨材料1cm²当たりの三次元的要素の数は、約0.5要素/cm²以上又は1.0要素/cm²以上、かつ約1×10⁷要素/cm²以下又は約4×10⁶要素/cm²以下である。構造化表面上に複数の三次元的要素が系統的に配置される実施形態を用いると、研磨材料1cm²当たりの三次元的要素の数は、約0.05要素/cm²以上又は約0.10要素/cm²以上、かつ約1×10⁶要素/cm²以下又は約4×10⁵要素/cm²以下に設定することができる。この実施形態を用いると、構造化表面上に三次元的要素を高い密度で配設することによって高い研磨効率が達成される一方で、三次元的要素の間に存在する所定のパターンを有する空間（例えば、溝など）を使用すること、及び組み合わせて表面処理を構造化表面上に実施することによって、スラリー、研磨粉末、及びこれに類するものを効率的に排出することができる。

【0053】

本開示の研磨材料については、フッ素処理又はケイ素処理が構造化表面の少なくとも一部の上に実施される。いかなる理論にも束縛されるものではないが、ダイヤモンド状炭素又はこれに類するものなどの表面コーティング層によって構造化表面が覆われている研磨材料、並びに研磨層が研磨粒子及び樹脂バインダーを含む研磨材料は、構造化表面上に帯電を生じる又は構造化表面の表面エネルギーを生じると考えられ、したがって導電性のニッケルメッキ又はこれに類するものによって基材上に付着した研磨粒子を有する従来の研磨材料と比較して、異物が静電気又は別の相互作用によって構造化表面に付着する傾向がある。本開示によると、構造化表面が比較的高い密度で三次元的要素を含有する場合でさえも、これらの三次元的要素の表面処理によって構造化表面の表面エネルギーを低減することができ、研磨スラリー、有機化合物、及びこれに類するものの中の研磨粒子、ポリウレタンフォームパッドから発生したポリウレタン粒子、並びにこれに類するものの付着又は堆積などの、構造化表面上への異物の付着を防止又は抑制することができる。

【0054】

本開示では、有利にも、プラズマ処理、化学蒸着（CVD）法、物理蒸着（PVD）法、又はフッ素ガス処理によってフッ素処理を実施することができる。

【0055】

本開示による「プラズマ処理」とは、プラズマによって活性化した原材料ガスを使用して処理対象物の表面の化学組成を変化させる処理を指し、プラズマ処理された表面上に、

10

20

30

40

50

処理対象物に由来する材料を含む反応生成物が含まれる。一方で、化学蒸着及び物理蒸着を用いて、処理対象物の表面上に堆積することによって、気体、液体、又は固体原材料に由来する構成成分を含む膜が形成される。化学蒸着法としては、例えば、熱CVD法、直接プラズマ強化CVD法、リモートプラズマCVD法、ホットワイヤCVD法、及びこれに類するものが挙げられる。物理蒸着法としては、スパッタリング、真空蒸着、アーク溶射、プラズマ溶射、エアロゾル堆積法、及びこれに類するものが挙げられる。

【0056】

いかなる理論にも束縛されるものではないが、ダイヤモンド状炭素又は研磨粒子などの表面コーティング層の表面の周囲でフッ素がドープされ、バインダー内に含まれるポリマー中のC-F結合の生成に起因して材料の表面がフッ素で終端し、構造化表面及びこれに類するもの上に多くのC-C結合を含む緻密化したフッ化炭素含むコーティングが形成されるような現象を、フッ素処理が作り出すと考えられる。

10

【0057】

いくつかの実施形態を用いると、減圧可能なチャンバ付きの低圧プラズマ装置又は大気圧プラズマ装置を使用して、プラズマ処理又は化学蒸着法によるフッ素処理を実施することができる。プラズマ装置を使用する化学蒸着法は、一般にプラズマ強化CVD法と称される。大気圧プラズマ装置を使用する場合、放電ガスとしては、フッ素含有ガスに加えて、窒素ガス及び/又は周期律表の第18族元素、具体的には、ヘリウム、ネオン、アルゴン、クリプトン、キセノン、ラドン、及びこれに類するものが使用される。これらの中でも、窒素、ヘリウム、及びアルゴンを有利に使用することができ、コストの観点からは窒素が特に有利である。低圧プラズマ装置は、一般にバッチ処理に使用される。長いウェーピング又はこれに類するものの連続的な処理が必要な場合、生産性の観点から大気圧プラズマ装置の使用が有利である場合がある。プラズマを発生するための方法として、コロナ放電、13.56MHz高周波電源を使用するシングルRF放電若しくはデュアルRF放電などの誘電体バリア放電、2.45GHzマイクロ波放電、アーク放電、又はこれに類するものなどの従来の方法を使用することができる。これらの発生方法の中で、13.56MHz高周波電源を使用するシングルRF放電を有利に使用することができる。

20

【0058】

プラズマ処理又は化学蒸着法で使用されるフッ素含有ガスとして、CF₄、C₄F₈、C₅F₆、C₄F₆、CHF₃、CH₂F₂、CH₃F、C₂F₆、C₃F₈、C₄F₁₀、C₆F₁₄、三フッ化窒素(NF₃)、SF₆、及びこれに類するものなどのフッ化炭素を使用することができる。安全性、反応性、及びこれに類するものとの観点から、C₃F₈、C₆F₁₄、及びCF₄を有利に使用することができる。フッ素含有ガスの流量は、約20sccm以上又は約50sccm以上、かつ約1000sccm以下又は約500sccm以下に設定することができる。約50sccm以上かつ約5000sccm以下の流量のキャリアガス(窒素、ヘリウム、又はアルゴンなど)を、装置に供給されるガス流に更に含んでもよい。

30

【0059】

いくつかの実施形態では、原材料ガスのC/F比を約3以下に設定することによって好ましい膜を堆積する可能性が知られており、この場合、アセチレン、アセトン、及びこれに類するものなどの非フッ素系ガスを添加することによって、C/F比を調節することができる。原材料ガスのC/F比が約2以上かつ約3以下である実施形態を用いると、バイアス電圧に依存して、プラズマ処理による表面改質が選択的に発生する場合があり、又は化学蒸着法による膜堆積が選択的に発生する場合がある。かかる実施形態ではバイアス電圧を調節することによって、フッ素処理を、プラズマ処理又は化学蒸着、又はこれらの組み合わせをすることができる。バイアス電圧の範囲は、装置若しくはこれに類するもののサイズ又は設計に基づいて変動するが、これは一般に約100V以下、約0V以下~約-1000V以上、又は約-100,000V以上に設定することができる。

40

【0060】

プラズマ発生のために必要とされる印加電力は、処理される研磨材料の寸法に基づいて

50

決定することができ、放射空間内の電力密度は一般に、約 0.00003 W / cm² 以上又は約 0.0002 W / cm² 以上、かつ約 10 W / cm² 以下又は約 1 W / cm² 以下となるように選択することができる。例えば、フッ化物処理される研磨材料の寸法が 10 cm (長さ) × 10 cm (幅) 以下である場合、印加電力は、約 200 W 以上又は約 500 W 以上、かつ約 4 kW 以下又は約 2.5 kW 以下に設定することができる。

【0061】

プラズマ処理又は化学蒸着法の温度は、処理される研磨材料及びこれに類するものの特徴及び性能を損なわない温度であるのが好ましく、処理される研磨材料の表面温度は、約 -15 以上、約 0 以上、又は約 15 以上、かつ約 400 以下、約 200 以下、又は約 100 以下に設定することができる。研磨材料の表面温度は、研磨材料と接触する熱電対、放射温度計、又はこれに類するものによって測定することができる。

10

【0062】

低圧プラズマ装置を使用してプラズマ処理又は化学蒸着法を実施するとき、処理圧力は、約 10 mTorr (0.001 kPa) 以上又は約 20 mTorr (0.003 kPa) 以上、かつ約 1500 mTorr (0.20 kPa) 以下又は約 1000 mTorr (0.1 kPa) 以下に設定することができる。

20

【0063】

プラズマ処理又は化学蒸着法のための処理時間は、約 2 秒以上、約 5 秒以上、又は約 10 秒以上、かつ約 300 秒以下、約 180 秒以下、又は約 120 秒以下に設定することができる。

20

【0064】

別の実施形態を用いると、プラズマ処理又は化学蒸着法によるフッ素処理として、リモートプラズマ装置を使用することができる。リモートプラズマ装置を使用する化学蒸着法は、一般にリモートプラズマ CVD 法と称される。リモートプラズマ装置を用いると、処理チャンバとは異なるプラズマ励起チャンバ内にプラズマが発生し、プラズマ励起チャンバ内に原材料ガスを導入することによって励起活性種が発生し、発生した励起活性種は、窒素、ヘリウム、ネオン、アルゴン、又はこれに類するものなどのキャリアガスとともに処理チャンバの中へと流れ込み、したがって、研磨材料の構造化表面のフッ素処理が実施される。

30

【0065】

圧力を低減した処理チャンバを用いる低圧リモートプラズマ装置、又は大気圧リモートプラズマ装置を、リモートプラズマ装置として使用することができる。使用することができる放電ガス及び好ましい放電ガスは、低圧プラズマ装置及び大気圧プラズマ装置について上述されているものである。高周波 (13.56 MHz) RF 放電、2.45 GHz マイクロ波放電、2.45 GHz マイクロ波放電 / 電子サイクロトロン共鳴 (ECR)、及びこれに類するものは、プラズマ発生方法として一般に使用され、リモートプラズマに望ましい高いプラズマ密度を達成することができるので、2.45 GHz マイクロ波放電及び 2.45 GHz マイクロ波放電 / 電子サイクロトロン共鳴 (ECR) が有利に使用される。

30

【0066】

CF₄、C₄F₈、C₅F₆、C₄F₆、CHF₃、CH₂F₂、CH₃F、C₂F₆、C₃F₈、C₄F₁₀、C₆F₁₄、及びこれに類するものなどのフッ化炭素、三フッ化窒素 (NF₃)、SF₆、並びにこれに類するものを、リモートプラズマ装置を使用するプラズマ処理又は化学蒸着法に使用されるフッ素含有ガスとして使用することができる。励起活性種の寿命はより長く、安全性が高く、したがって NF₃ 及び SF₆ を有利に使用することができる。フッ素含有ガスの流量は、約 20 sccm 以上又は約 50 sccm 以上、かつ約 1000 sccm 以下又は約 500 sccm 以下に設定することができる。キャリアガスの流量は、約 100 sccm 以上又は約 200 sccm 以上、かつ約 500 sccm 以下又は約 200 sccm 以下に設定することができる。

40

【0067】

50

いくつかの実施形態では、原材料ガスの C / F 比を約 3 以下に設定することによって好ましい膜を堆積する可能性が知られており、この場合、アセチレン、アセトン、及びこれに類するものなどの非フッ素系ガスを添加することによって C / F 比を調節することができる。原材料ガスの C / F 比が約 2 以上、かつ約 3 以下である実施形態を用いると、バイアス電圧に依存して、プラズマ処理による表面改質が選択的に発生する場合があり、又は化学蒸着法による膜堆積が選択的に発生する場合がある。かかる実施形態ではバイアス電圧を調節することによって、フッ素処理は、プラズマ処理又は化学蒸着、又はこれらの組み合わせであることができる。バイアス電圧の範囲は、装置若しくはこれに類するもののサイズ又は設計に基づいて変動するが、これは一般に約 100V 以下、約 0V 以下～約 -1000V 以上、又は約 -100,000V 以上に設定することができる。

10

【0068】

プラズマ発生で要求される適用電力は、例えば、約 1W 以上又は約 10W 以上、かつ約 300kW 以下又は約 30kW 以下に設定することができる。

【0069】

リモートプラズマ装置を用いると、処理される研磨材料を低い温度に維持しながらフッ素処理を実施することができる。例えば、処理される研磨材料の表面温度は、約 -15 以上、約 0 以上、又は約 15 以上、かつ約 200 以下、約 100 以下、又は約 50 以下に設定することができる。研磨材料の表面温度は、研磨材料と接触する熱電対、放射温度計、又はこれに類するものによって測定することができる。

20

【0070】

低圧リモートプラズマ装置を使用してプラズマ処理又は化学蒸着法を実施するとき、処理圧力は、約 1 mTorr (0.0001 kPa) 以上又は約 10 mTorr (0.001 kPa) 以上、かつ約 1500 mTorr (0.2 kPa) 以下又は約 1000 mTorr (0.1 kPa) 以下に設定することができる。

【0071】

プラズマ処理又は化学蒸着法のための処理時間は、約 2 秒以上、約 5 秒以上、又は約 10 秒以上、かつ約 300 秒以下、約 180 秒以下、又は約 120 秒以下に設定することができる。

【0072】

別の実施形態では、物理蒸着法によるフッ素処理としてスパッタリングを使用することができる。イオンスパッタリング装置、DC マグネットロンスパッタリング装置、RF マグネットロンスパッタリング装置、又はこれに類するものなどの典型的なスパッタリング装置を使用して、スパッタリングを実施することができる。

30

【0073】

フッ素処理のスパッタリングターゲットとして、ポリテトラフルオロエチレン (PTFE)、ポリフッ化ビニリデン (PVDF)、及びこれに類するものなどのフルオロポリマーを使用することができる。CF₄、C₄F₈、C₅F₆、C₄F₆、CHF₃、CH₂F₂、CH₃F、C₂F₆、C₃F₈、C₄F₁₀、C₆F₁₄、及びこれに類するものなどのフッ化炭素、フッ化窒素 (NF₃)、SF₆、並びにこれに類するものを処理チャンバ内に供給することによって反応性スパッタリングを実施してもよい。

40

【0074】

スパッタリング温度は、約 -193 以上又は約 25 以上、かつ約 600 以下又は約 1300 以下に設定することができる。

【0075】

スパッタリングの処理圧力は、約 1×10^{-5} Torr (1×10^{-6} kPa) 以上又は約 1×10^{-3} Torr (1×10^{-4} kPa) 以上、かつ約 10 mTorr (0.01 kPa) 以下又は約 100 mTorr (0.01 kPa) 以下に設定することができる。

【0076】

スパッタリングの処理時間は、約 1 秒以上、約 5 秒以上、又は約 10 秒以上、かつ約 3

50

0秒以下、約60秒以下、又は約180秒以下に設定することができる。

【0077】

別の実施形態を用いると、物理蒸着によるフッ素処理として真空蒸着を使用することができる。抵抗加熱蒸着装置、電子ビーム蒸着装置、イオンメッキ装置、又はこれに類するものなどの典型的な堆積装置を使用して、真空蒸着を実施することができる。

【0078】

ポリテトラフルオロエチレン(PTFE)、ポリフッ化ビニリデン(PVDF)、及び他のフルオロポリマー、フッ化カルシウム(CaF₂)、及び他のフッ素含有有機化合物、並びにこれに類するものを、堆積物供給源として使用することができる。

【0079】

堆積温度は、約-193以上又は約25以上、かつ約600以下又は約1000以下に設定することができる。

10

【0080】

堆積の処理圧力は、約 1×10^{-6} Torr (1×10^{-7} kPa)以上又は約 1×10^{-5} Torr (1×10^{-6} kPa)以上、かつ約 1×10^{-3} Torr (1×10^{-4} kPa)以下又は約 1×10^{-2} Torr (1×10^{-3} kPa)以下に設定することができる。

【0081】

堆積の処理時間は、約5秒以上、約10秒以上、又は約30秒以上、かつ約120秒以下、約600秒以下、又は約1200秒以下に設定することができる。

20

【0082】

別の実施形態を用いると、フッ素処理としてフッ素ガス(F₂)処理が使用される。フッ素ガスは、窒素、ヘリウム、アルゴン、二酸化炭素、及びこれに類するものなどの不活性ガスで希釈してもよく、希釈せずにそのまま使用してもよい。フッ素ガス処理は、一般に、大気圧で実施される。

【0083】

フッ素ガスが研磨材料の構造化表面と接触するときの温度は、室温以上、約50以上、又は約100以上、かつ約250以下、約220以下、又は約200以下に設定することができる。

30

【0084】

フッ素ガス処理の処理時間は、約1分以上又は約1時間以上、かつ約1週間以下又は約50時間以下に設定することができる。

【0085】

本開示を用いると、有利にも、プラズマ処理、化学蒸着法、物理蒸着法、又は原子層堆積法によってケイ素処理を実施することができる。いかなる理論にも束縛されるものではないが、ケイ素処理は、バインダーの中、又は研磨粒子の表面上、又はダイヤモンド状炭素若しくはこれに類するものなどの表面コーティング上に含まれるポリマーの中にSi-O-Si結合、Si-C-Si結合、Si-O-C結合、及びこれに類するものを形成することによって構造化表面が改善されるという現象を発生させると考えられ、Si-O-Si結合、Si-C-Si結合、Si-O-C結合、又はこれに類するものを通して形成された比較的密度の高い網目構造を有するオキシ炭化ケイ素又は酸化ケイ素を含むコーティングが、構造化表面又はこれに類するものの上に形成される。

40

【0086】

プラズマ処理又は化学蒸着法によるケイ素処理は、上述のフッ素処理に対するものと同一の低圧プラズマ装置、大気圧プラズマ装置、低圧リモートプラズマ装置、大気圧リモートプラズマ装置、及びこれに類するものを使用して実施することができる。放電ガス及びプラズマ発生法は、フッ素処理について記述したもの同一である。

【0087】

シラン(SiH₄)、テトラメチルシラン(TMS)、ヘキサメチルジシロキサン(HMDSO)、ヘキサメチルジシラザン(HMDS)、テトラエトキシシラン(TEOS)

50

、及びこれに類するものを、プラズマ処理又は化学蒸着法で使用されるフッ素含有ガスとして使用することができる。これらの中でも、モノシラン又はテトラメチルシランは、反応性が高く、拡散係数が大きいので有利に使用することができる。大気圧プラズマ装置を使用する場合、沸点が低くかつ不燃性のテトラメチルシランが使用される。ケイ素含有ガスの流量は、約 20 sccm 以上又は約 50 sccm 以上、かつ約 1000 sccm 以下又は約 500 sccm 以下に設定することができる。約 50 sccm 以上かつ約 500 sccm 以下の流量の窒素、ヘリウム、又はアルゴンなどのキャリアガスを、装置に供給されるガス流に更に含んでもよい。

【0088】

ケイ素含有ガス中に酸素原子が含まれない場合、プラズマ装置に供給されるガス流に酸素が添加される。酸素は、ケイ素含有ガスとは分離した管路を通してプラズマ装置のチャンバの中へと供給される場合があり、又はケイ素含有ガスとの混合ガスとして、チャンバ内に配置されるシャワー・ヘッドを通して供給することができる。酸素の流量は、約 5 sccm 以上又は約 10 sccm 以上、かつ約 500 sccm 以下又は約 300 sccm 以下に設定することができる。ケイ素含有ガスの流量を 1 に設定すると、酸素とケイ素含有ガスとの流量比を、約 0.1 : 1 以上、約 0.2 : 1 以上、又は約 0.3 : 1 以上、かつ約 5 : 1 以下、約 4 : 1 以下、又は約 3 : 1 以下に設定することができる。ケイ素含有ガスの供給を停止した後、例えば、約 5 sccm 以上又は約 10 sccm 以上、かつ約 500 sccm 以下又は約 300 sccm 以下の流量で酸素のみを供給することによって後処理が実施されてもよい。

10

20

【0089】

プラズマ発生のために必要とされる印加電力は、処理される研磨材料の寸法に基づいて決定することができ、放射空間内の電力密度は一般に、約 0.00003 W/cm² 以上又は約 0.0002 W/cm² 以上、かつ約 10 W/cm² 以下又は約 1 W/cm² 以下となるように選択することができる。例えば、ケイ素処理される研磨材料の寸法が 10 cm (長さ) × 10 cm (幅) 以下である場合、印加電力は、約 1 W 以上又は約 10 W 以上、かつ約 300 kW 以下又は約 30 kW 以下に設定することができる。

30

【0090】

プラズマ処理又は化学蒸着法の温度は、処理される研磨材料及びこれに類するものの特徴及び性能を損なわない温度であるのが好ましく、処理される研磨材料の表面温度は、約 -15 以上、約 0 以上、又は約 15 以上、かつ約 400 以下、約 200 以下、又は約 100 以下に設定することができる。研磨材料の表面温度は、研磨材料と接触する熱電対、放射温度計、又はこれに類するものによって測定することができる。

【0091】

低圧プラズマ装置を使用してプラズマ処理又は化学蒸着法を実施するとき、処理圧力は、約 10 mTorr (0.001 kPa) 以上又は約 20 mTorr (0.003 kPa) 以上、かつ約 1500 mTorr (0.20 kPa) 以下又は約 1000 mTorr (0.1 kPa) 以下に設定することができる。

30

【0092】

プラズマ処理又は化学蒸着法のための処理時間は、約 2 秒以上、約 5 秒以上、又は約 10 秒以上、かつ約 300 秒以下、約 180 秒以下、又は約 120 秒以下に設定することができる。

40

【0093】

別の実施形態では、物理蒸着によるケイ素処理としてスパッタリング又は真空蒸着を使用することができる。物理蒸着法を使用するケイ素処理は、フッ素処理について記述したものと同一のイオンスパッタリング機器、DC マグネットロンスパッタリング機器、RF マグネットロンスパッタリング機器、及びこれに類するものなどの標準的なスパッタリング機器、又は抵抗加熱蒸着機器、電子ビーム蒸着機器、イオンメッキ機器、及びこれに類するものなどの標準的な蒸着機器を使用して実施することができる。

【0094】

50

ケイ素処理のスパッタリングターゲットは、二酸化ケイ素 (SiO₂) とすることができる。反応性スパッタリングは、スパッタリングターゲットとしてケイ素 (Si) を使用するとき、処理チャンバの中へ酸素を供給することによって実施される場合がある。

【0095】

スパッタリング温度は、約 -193 以上又は約 25 以上、かつ約 600 以下又は約 1300 以下に設定することができる。

【0096】

スパッタリングの処理圧力は、約 1×10^{-5} Torr (1×10^{-6} kPa) 以上又は約 1×10^{-3} Torr (1×10^{-4} kPa) 以上、かつ約 10 mTorr (0.01 kPa) 以下又は約 100 mTorr (0.01 kPa) 以下に設定することができる。10

【0097】

スパッタリングの処理時間は、約 1 秒以上、約 5 秒以上、又は約 10 秒以上、かつ約 30 秒以下、約 60 秒以下、又は約 180 秒以下に設定することができる。

【0098】

真空蒸着の蒸着源として二酸化ケイ素 (SiO₂) を使用することができる。電子ビーム蒸着は、有利にも二酸化ケイ素蒸着と共に使用することができる。蒸着供給源として一酸化ケイ素 (SiO) を使用する蒸着によってケイ素処理を実施してもよく、次いで、酸化雰囲気中でアニーリング酸化を実施し、蒸着チャンバの中へと酸素プラズマを導入しながら一酸化ケイ素の蒸着を実施してもよい。20

【0099】

堆積温度は、約 -193 以上又は約 25 以上、かつ約 600 以下又は約 1000 以下に設定することができる。

【0100】

堆積の処理圧力は、約 1×10^{-6} Torr (1×10^{-7} kPa) 以上又は約 1×10^{-5} Torr (1×10^{-6} kPa) 以上、かつ約 1×10^{-3} Torr (1×10^{-4} kPa) 以下又は約 1×10^{-2} Torr (1×10^{-3} kPa) 以下に設定することができる。

【0101】

堆積の処理時間は、約 5 秒以上、約 10 秒以上、又は約 30 秒以上、かつ約 120 秒以下、約 600 秒以下、又は約 1200 秒以下に設定することができる。30

【0102】

別の実施形態では、ケイ素処理として原子層堆積法 (ALD) を使用することができる。原子層堆積法は、少なくとも 2 種類の前駆体ガスを交互に反応チャンバの中へと提供することと、毎回これらの前駆体ガスの単一の層を構造化表面上に堆積させることと、これらの前駆体ガスを構造化表面上で反応させることと、を含む。

【0103】

使用することができる前駆体ガス A の例としては、テトラエトキシシラン、ビス (tert-ブトキシ) (イソプロポキシ) シラノール、ビス (イソプロポキシ) (tert-ブトキシ) シラノール、ビス (tert-ペントキシ) (イソプロポキシ) シラノール、ビス (tert-ペントキシ) (tert-ブトキシ) シラノール、ビス (tert-ペントキシ) シラノール、トリス (tert-ペントキシ) シラノール、及びこれに類するものが挙げられる。前駆体ガス B の例としては、水 (H₂O)、酸素 (O₂)、オゾン (O₃)、及びこれに類するものが挙げられる。40

【0104】

前駆体ガス A の流量は、約 0.1 sccm 以上又は約 1 sccm 以上、かつ約 100 sccm 以下又は約 1000 sccm 以下に設定することができる。前駆体ガス A を反応チャンバに導入する時間は、約 0.01 秒以上、又は約 0.1 秒以上、かつ約 10 秒以下、又は約 100 秒以下とすることができます。50

【0105】

前駆体ガスBの流量は、約0.1sccm以上又は約1sccm以上、かつ約100sccm以下又は約1000sccm以下に設定することができる。前駆体ガスBを反応チャンバに導入する時間は、約0.01秒以上、又は約0.1秒以上、かつ約10秒以下、又は約100秒以下とすることができる。

【0106】

前駆体ガスAの導入と前駆体ガスBの導入との間に反応チャンバ内へとバージガスを導入することによって、未反応前駆体ガス及び/又は反応副産物を反応チャンバからバージすることができる。バージガスは、前駆体ガスと反応しない不活性ガスである。使用することができるバージガスの例としては、窒素ガス、ヘリウム、ネオン、アルゴン、及びこれらの混合物が挙げられる。バージガスの流量は、例えば、約10sccm以上、又は約50sccm以上、かつ約500sccm以下、又は約1000sccm以下とすることができます、バージガスの導入時間は、約1秒以上、又は約10秒以上、かつ約30秒以下、又は約60秒以下とすることができる。

10

【0107】

前駆体ガスA及び前駆体ガスBの導入の回数、並びに前駆体ガスA及び前駆体ガスBの流量及び導入時間を変動させることによって、所定の厚さのオキシ炭化ケイ素又は酸化ケイ素を含む膜を構造化表面上に形成することができる。前駆体ガスA及び/又は前駆体ガスBを導入した後、熱、プラズマ、パルスプラズマ、ヘリコンプラズマ、高密度プラズマ、誘導結合プラズマ、X線、電子ビーム、光子、リモートプラズマ、及びこれに類するものを使用して、前駆体ガスAと前駆体ガスBとの間の反応を促進することができます。

20

【0108】

このようにして表面処理した構造化表面の物理的特性は、例えば、接触角、硬度、及びこれに類するものによって評価することができます。

【0109】

いくつかの実施形態では、例えば、構造化表面がフッ化物処理された実施形態では、表面処理した構造化表面の水の接触角は約70°以上、又は約90°以上、かつ約120°以下、又は約150°以下であった。小滴法、拡張/収縮法、Wihely法、又はこれに類するものによって、水の接触角を決定することができます。

30

【0110】

いくつかの他の実施形態では、例えば、構造化表面が親水性表面を提供するようにケイ素処理された実施形態では、表面処理した構造化表面の水の接触角は、約0°以上、又は約10°以上、かつ約30°以下、又は約45°以下であった。小滴法、拡張/収縮法、Wihely法、又はこれに類するものによって、水の接触角を決定することができます。

【0111】

別の実施形態では、表面処理した構造化表面の硬さは、ショア硬さに換算すると、約40以上、又は約50以上、かつ約87以下、又は約97以下であった。表面処理した構造化表面の硬さは、ナノインデンテーション法によって決定することができる。表面処理した構造化表面の硬さが、ショア硬さとして計算したときに約50以上である場合、ポリウレタン又はこれに類するもののポリマー粒子などの比較的軟らかい異物の構造化表面への付着を防止することができます。

40

【0112】

構造化表面上に堆積した膜の組成、又はフッ化物処理若しくはケイ素処理された構造化表面の改質した状態は、X線光電子分光法(XPS)、又は飛行時間を使用する二次イオン質量分析法(ToF-SIMS)、及びこれに類するものを使用して定性的又は定量的に評価することができます。例えば、表面に対して90°の電子放射極角で単色Al-K光子供給源を使用するKratos Axis Ultra分光計を使用して、XPSスペクトルを得ることができる。ToF-SIMSは、例えば、約1μmのビーム直径を用いて400μm×400μmの区域によってラスタライズしたパルス25keV(4.50

0×10^{-15}) G a + 一次イオンビームを使用することができる。

【 0 1 1 3 】

本開示の更に別の実施形態は、その上に複数の三次元的要素を配設して構成された構造化表面を有する研磨層を含む研磨材料であって、構造化表面の少なくとも一部分が、(a) 繁密化したフッ化炭素、オキシ炭化ケイ素、及び酸化ケイ素からなる群から選択される材料を含む膜、(b) フッ素で終端した表面、又は(c) これらの組み合わせ、を含む、研磨材料を提供する。

【 0 1 1 4 】

本開示では、「繁密化したフッ化炭素」とは、比較的大量の四級炭素原子を含む結果として C - C 結合で形成された繁密な三次元的網目構造を含む、フッ化炭素材料を指す。繁密化したフッ化炭素は、高い硬度、並びに架橋した又は架橋していない標準的なフルオロポリマーと比較して卓越した摩耗抵抗及び異物付着抵抗を有する。

【 0 1 1 5 】

繁密化したフッ化炭素は、炭素及びフッ素に加えて、水素、酸素、窒素、及びこれに類するものなどの他の原子を含む場合がある。いくつかの実施形態では、繁密化したフッ化炭素は、水素以外の要素の総量に基づいて約 20 原子%以上、又は約 25 原子%以上、かつ約 65 原子%以下、又は約 60 原子%以下の炭素原子を含む。いくつかの他の実施形態では、繁密化したフッ化炭素は、水素以外の要素の総量に基づいて約 30 原子%以上、又は約 35 原子%以上、かつ約 75 原子%以下、又は約 70 原子%以下の炭素原子を含む。更に、いくつかの他の実施形態では、繁密化したフッ化炭素は、水素以外の要素の総量に基づいて約 25 原子%以上、又は約 30 原子%以上、かつ約 80 原子%以下、又は約 70 原子%以下の、4 つの隣接する炭素原子に接合された四級炭素原子を含む。例えば、XPS を使用することによって、繁密化したフッ化炭素の炭素原子及びフッ素原子の原子百分率を決定することができ、例えば、¹³C - NMR 又はこれに類するものを使用して、四級炭素原子の原子百分率を決定することができる。

【 0 1 1 6 】

オキシ炭化ケイ素は、ケイ素、酸素、及び炭素を含む化合物であるが、三次元的要素、他の原子（水素、窒素、及びこれに類するものなど）を含んでもよい。オキシ炭化ケイ素は硬く、かつ卓越した摩耗抵抗、異物付着抵抗、及びこれに類するものを有し、組成を変えることによって親水性又は疎水性のどちらにもすることができる。いくつかの実施形態では、オキシ炭化ケイ素は、水素以外の要素の総量に基づいて約 10 原子%以上、又は約 15 原子%以上、かつ約 90 原子%以下、又は約 80 原子%以下のケイ素原子を含む。いくつかの他の実施形態では、オキシ炭化ケイ素は、水素以外の要素の総量に基づいて約 5 原子%以上、又は約 10 原子%以上、かつ約 80 原子%以下、又は約 70 原子%以下の酸素原子を含む。更にいくつかの他の実施形態では、オキシ炭化ケイ素は、水素以外の要素の総量に基づいて約 1 原子%以上、又は約 5 原子%以上、かつ約 90 原子%以下、又は約 80 原子%以下の炭素原子を含む。オキシ炭化ケイ素中のケイ素原子、酸素原子、及び炭素原子の原子百分率は、XPS、TOF-SIOMS、及びこれに類するものを使用して決定することができる。

【 0 1 1 7 】

酸化ケイ素は、ケイ素及び酸素を含む化合物であるが、水素、窒素、及びこれに類するものなどの他の原子（炭素を除く）を含んでもよい。酸化ケイ素、特に末端に Si - O - H 結合を有する酸化ケイ素は、一般に親水性であり、疎水性材料の構造化表面への付着を効果的に防止する場合がある。いくつかの実施形態では、酸化ケイ素は、水素以外の要素の総量に基づいて約 30 原子%以上、又は約 33 原子%以上、かつ約 55 原子%以下、又は約 50 原子%以下のケイ素原子を含む。いくつかの他の実施形態では、オキシ炭化ケイ素は、水素以外の要素の総量に基づいて約 45 原子%以上、又は約 50 原子%以上、かつ約 70 原子%以下、又は約 67 原子%以下の酸素原子を含む。酸化ケイ素中のケイ素原子及び酸素原子の原子百分率は、XPS、TOF-SIOMS、及びこれに類するものを使用して決定することができる。

10

20

30

40

50

【0118】

緻密化したフッ化炭素、オキシ炭化ケイ素、及び酸化ケイ素を含む膜の厚さは、一般に、約0.05nm以上、又は約0.5nm以上、かつ約200μm以下、又は約150μm以下である。XPS、TOF-SIOMS、及びこれに類するものを使用することによって膜厚を決定することができる。

【0119】

フッ素終端した構造化表面のフッ素原子密度は、一般に、約 $1 \times 10^{13} \text{ cm}^{-2}$ 以上、又は約 $5 \times 10^{13} \text{ cm}^{-2}$ 以上、かつ約 $5 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ 以下、又は約 $3 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ 以下である。XPS、TOF-SIOMS、及びこれに類するものを使用することによって、構造化表面のフッ素原子密度を決定することができる。

10

【0120】

本開示の研磨材料を、半導体ウェハ、磁気記憶媒体、ガラス板、レンズ、プリズム、自動車の塗装、光ファイバーコネクターマニアル表面、及びこれに類するものなどの様々な表面の粗研磨、面取り、及び精密研磨などの様々な用途、並びに他の研磨工具に対するドレッシング及びこれに類するものに使用することができる。本開示の研磨材料はまた、有利にも、研磨スラリーを使用する用途にも使用することができる。

【実施例】

【0121】

以下の実施例では、本開示の特定の実施形態が例示されるが、本発明はこれらに制限されない。特に指定がない限り、すべての「部」及び「%」は質量を基準とする。

20

【0122】

1. CMPドレッシング試験

実施例1及び2並びに比較例1及び2では、直径が11mm、かつ厚さ3mmの5つの円盤形の研磨材料が、直径が110mm、かつ厚さが5mmのステンレス鋼のディスク形の基材の中心から43mmの距離の円周上に等間隔で付着されており、次いでCMPドレッシングとして使用された。円盤形の研磨材料は正四角錐（角錐）を有する構造化表面を備える炭化ケイ素バルク層を有し、この正四角錐は360μmの底辺の長さ及び160μmの高さを有し、周期的に配設され、正四角錐の基部は相互接觸した。炭化ケイ素バルク層の上にダイヤモンド層がコーティングされた。

30

【0123】

研磨材料の構造化表面は、バッチタイプの容量結合プラズマプラズマ装置（WB 7000（Plasma Therm Industrial Products, Inc.））を使用してフッ化物処理（実施例1）又はケイ素処理（実施例2）された。比較例1の構造化表面は、構造化表面の上に、フルオロポリマー（3M（登録商標）Novac（登録商標）EGC 1720（3M社製））を溶媒（Novac（登録商標）7100（3M社製））中に、固形分率が0.1質量%となるように溶解して作成したコーティング溶液を適用することによって、フルオロポリマーコーティング膜を有して形成された。比較例2は未処理であった（対照試験）。実施例1及び2の詳細な処理条件を表1に示す。

【0124】

実施例1及び2の研磨材料、並びに比較例1及び2の研磨材料は、ディスクに取り付けられ、Buehler（登録商標）Ecomet（登録商標）4000（Buehler社製）にセットされた。研磨システムにはCMPスラリーの代わりに水が供給された。ウレタンフォームパッド（ICE 1000パッド（Dow社の製品））を使用して、5kgf（50N）（研磨材料1つあたり1kgf（10N））の押し付け力及び150RPM（ディスク）/10rpm（ウレタンパッド）の回転速度で、CMPドレッシング試験を1時間の間実施し、次いで標準的なコンパウンディング処理を模倣するために円盤を5分間水浴中に浸漬し、研磨材料の構造化表面を下向きにして自然乾燥し、次いで光学顕微鏡を使用して（300倍に拡大）構造化表面を観察して、異物（ウレタン粒子）の堆積を点検した（図4）。実施例1及び2ではウレタン粒子の堆積がほとんどなく、また比較例2と比較して明白な改善が観察された。比較例1は、比較例2と比較してさえも大量のポ

40

50

リウレタン粒子の堆積を有した。

【0125】

次に、水を使用して研磨材料を超音波洗浄し、実施例1及び2の構造化表面を光学顕微鏡を使用して(1500倍に拡大)詳細に観察した。実施例1については表面の損傷は特に観察されなかつたが、実施例2についてはケイ素膜の部分的な剥がれがあった。

【0126】

2. 自動車の塗装研磨試験

実施例3～5及び比較例3では、自動車の塗装の表面上の顕微鏡的な突起を除去するための研磨パッドとして以下の研磨材料A～Cを使用した。

【0127】

研磨材料A: Trizact(登録商標)膜円盤ロール466 LA-A5(3M社製、グリットサイズ#3000相当)

研磨材料B: Trizact(登録商標)膜円盤ロール466 LA-A3(3M社製、グリットサイズ#4000相当)

研磨材料C: Trizact(登録商標)ダイヤモンド円盤662 XA(住友3M社製)

【0128】

研磨材料A～Cの構造化表面は、バッチタイプの容量結合プラズマ装置(WB 7000(Plasma Therm Industrial Products, Inc.))を使用してフッ化物処理(実施例3)又はケイ素処理(実施例4及び5)された。比較例3は未処理であった(対照試験)。実施例3～5の詳細な処理条件を表1に示す。

【0129】

研磨材料A～Cの背面に、表面処理されている又は表面処理されていない接着剤シートが適用され、直径が32mmのディスクが打ち抜かれた。ボンデ鋼板上に黒色塗料及びクリア塗料(日本ペイント株式会社製のLX Clear)をコーティングした塗装した板を、サンダーを水平な一方向に運転することができる装置に取り付け、研磨材料A～Cのうちの1つを、3mmの環状運動をする3M(登録商標)ポリッシングサンダー3125(3M社製)の研磨表面に取り付け、約50000rpmの回転と同時に1kgf(10N)の荷重をかけ、そして塗装した板の表面を20cmの距離を1m/分の速さで前後に5回研磨した。研磨の後、研磨材料A～Cの表面に付着した研磨粉末の量を視覚的に観察し、結果を図5Aの全体写真及び図5Bの光学顕微鏡写真(300倍に拡大)によって示した。ケイ素処理された研磨材料A～Cの構造化表面に付着した研磨粉末の量が最小だったのは、実施例4であった。

【0130】

次に、研磨材料A～Cを水洗いし、その構造化表面を光学顕微鏡(300倍に拡大)によって観察した(図5C)。実施例3～5はすべて比較例3と比較して好ましい洗浄特性を示し、ケイ素処理された実施例4及び5は更により好ましい洗浄特性を示した。自動車の塗装の研磨用途については、研磨材料の表面は、一般に、数回研磨した後に水洗いされ、したがって好ましい洗い特性を有する研磨材料は、この用途では極めて有利である。

【0131】

3. ガラス板表面研磨試験

実施例6及び7、並びに比較例4では、ガラス板の表面を研磨するために使用された研磨パッドとして、Trizact(登録商標)ダイヤモンドタイルパッド9μm(3M社製)が使用された。

【0132】

研磨パッドの構造化表面は、バッチタイプの容量結合プラズマ装置(WB 7000(Plasma Therm Industrial Products, Inc.))を使用してフッ化物処理(実施例6)又はケイ素処理(実施例8)された。比較例4は未処理であった(対照試験)。実施例6及び7の詳細な処理条件を表1に示す。

【0133】

10

20

30

30

40

50

実施例 6 及び 7 の研磨パッド、並びに比較例 4 の研磨パッドは、ディスクに取り付けられ、Buehler (登録商標) Ecomet (登録商標) 4000 (Buehler 社製) にセットされた。研磨溶液として、研磨システムに LA-20 の 5 % 水溶液 (Neos 社) を適用した。青板ガラス (旭硝子社製) を、荷重が 80 N、上側プレートの回転速度が 60 rpm、及び下側プレートの回転速度が 450 rpm の条件下で 150 分間研磨した。研磨中、研磨パッドの構造化表面の洗浄は実施しなかった。

【0134】

研磨後、研磨パッドを 60 の炉内に入れ、研磨溶液を蒸発させた。研磨パッドの乾燥後の重量を測定した (W_1)。次に、研磨パッドを水洗いし、60 の炉内に入れて、乾燥させた。研磨パッドの乾燥後の重量を測定した (W_2)。付着した研磨粉末の量を式： $W_2 - W_1$ によって計算し、その値は実施例 6 については 210 mg、また実施例 7 については 110 mg だったが、比較例 4 については 250 mg だった。実施例 6 及び実施例 7 はいずれも比較例 4 と比較して好ましい洗浄特性を示し、ケイ素処理された実施例 7 は更により好ましい洗浄特性を示した。

【0135】

【表 1】

表 1

| 実施例 | 原材料ガス | 圧力 [mTorr] (kPa) | 流量 [sccm] | 温度 [°C] | 印加した電力 [W] | 電力密度 [W/cm ²] | 時間 (秒) |
|-----|---------------------------------------|---------------------|---------------|------------|---------------|------------------------------|-----------|
| 1 | C ₃ F ₈ | 300 (0.04) | 300 | 23 | 2000 | 0.7 | 60 |
| 2 | TMS/O ₂ →O ₂ | 130 (0.017) | 75/250 250 | 23 | 300 | 0.1 | 30 60 |
| 3 | C ₃ F ₈ | 150 (0.020) | 300 | 23 | 1000 | 0.35 | 60 |
| 4 | TMS/O ₂ →O ₂ | 150 (0.020) | 75/250 250 | 23 | 1000 | 0.35 | 30 60 |
| 5 | TMS/O ₂ | 150 (0.020) | 300/30 200 | 23 | 200 | 0.07 | 120 |
| 6 | C ₃ F ₈ | 150 (0.020) | 300 | 23 | 1000 | 0.35 | 60 |
| 7 | TMS/O ₂ →O ₂ | 150 (0.020) | 75/250 250 | 23 | 1000 | 0.35 | 30 60 |

【0136】

【表 2】

(参照番号)

- 10 研磨材料
- 11 研磨層
- 12 三次元的要素
- 13 バルク層
- 14 表面コーティング層
- 15 裏材
- 16 研磨粒子
- 17 バインダー
- 18 研磨層の上部
- 19 研磨層の下部
- 121 第1の三角錐
- 122 第2の三角錐
- 123 六角錐
- 124 寄棟屋根形状

10

20

30

40

50

【図 1】

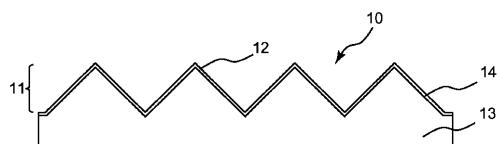


FIG. 1

【図 2】

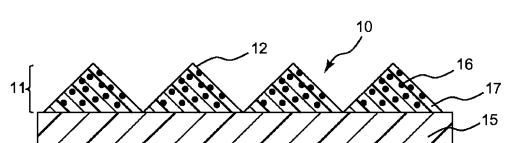


FIG. 2

【図 3 A】

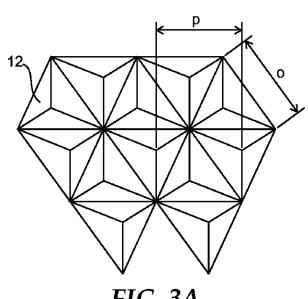


FIG. 3A

【図 3 B】

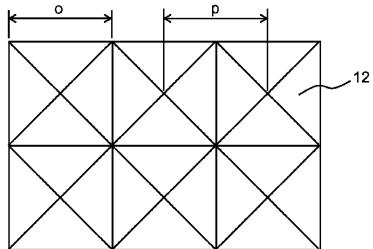


FIG. 3B

【図 3 C】

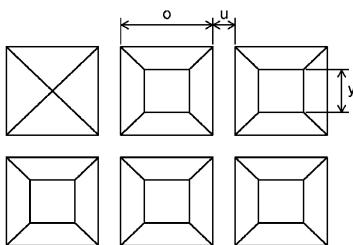


FIG. 3C

【図 3 D】

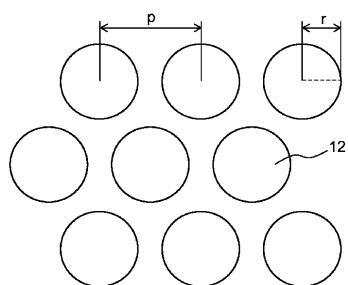


FIG. 3D

【図 3 F】

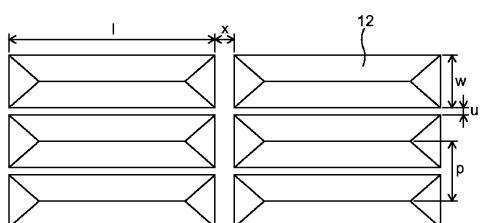


FIG. 3F

【図 3 E】

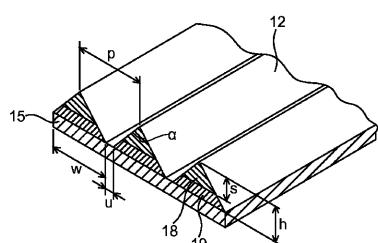


FIG. 3E

【図 3 G】

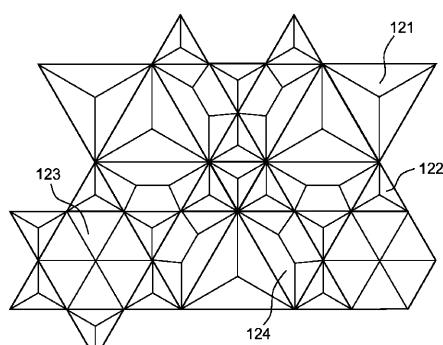


FIG. 3G

【図 4 A】

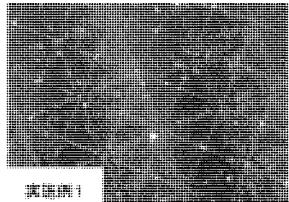


FIG. 4A

【図 4 B】

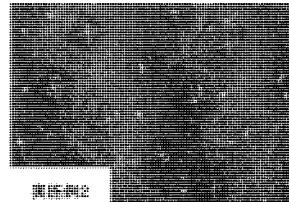


FIG. 4B

【図 4 C】

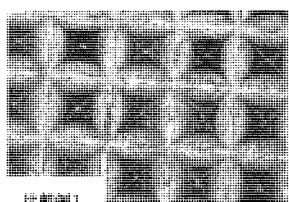


FIG. 4C

【図 4 D】

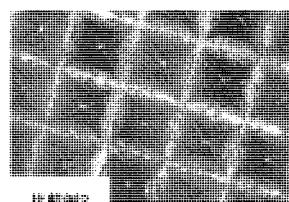


FIG. 4D

【図 5 A】

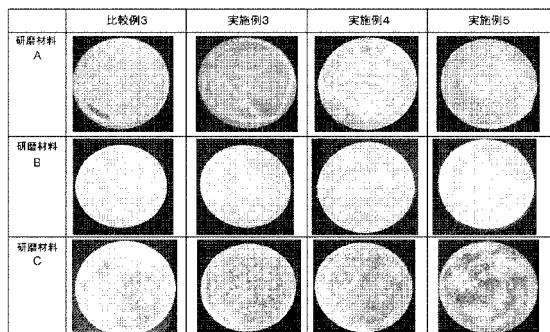


FIG. 5A

【図 5 B】

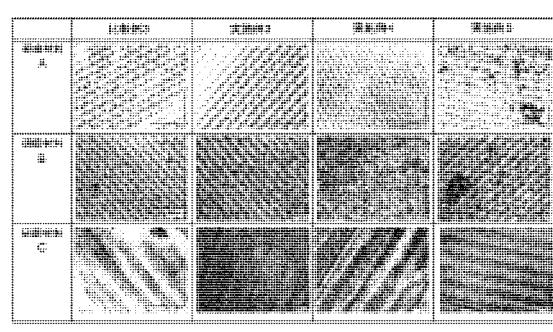


FIG. 5B

【図 5 C】

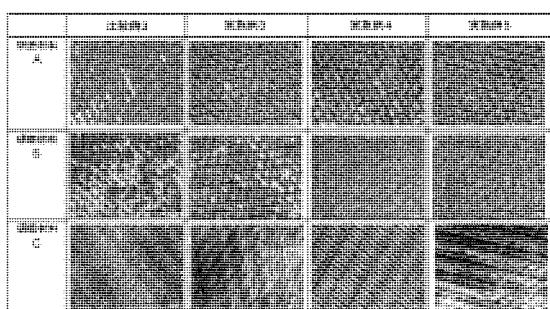


FIG. 5C

【国際調査報告】

| INTERNATIONAL SEARCH REPORT | | International application No. PCT/US 15/12158 |
|--|--|--|
| A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER IPC(8) - B24B 1/00 (2015.01) CPC - B24B 53/017; B24B 53/12; B24B 37/04 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) IPC(8): B24B 1/00 (2015.01) CPC: B24B 53/017; B24B 53/12; B24B 37/04 | | |
| Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched USPC: 451/56, 451/28 (key word limited; see Search Terms below) | | |
| Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) PatBase, Google Patents, Google Scholar Search Terms used: abrasive material, structured surface, deposition plasma | | |
| C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT | | |
| Category* | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
| X - Y | US 2010/0255254 A1 (Culler et al.) 07 October 2010 (07.10.2010); para [0008], [0010], [0013], [0051], [D064]-[D066]; Fig. 1B, Tables 1 and 2 US 2009/0163127 A1 (David et al.) 25 June 2009 (25.06.2009); para [0042], [0046]-[0047], Table 1 | 1-2, 7, 9 <hr/> 3, 8 <hr/> 3, 8 |
| <input type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input type="checkbox"/> | | |
| * 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 | | |
| Date of the actual completion of the international search 10 March 2015 (10.03.2015) | | Date of mailing of the international search report 13 APR 2015 |
| Name and mailing address of the ISA/US Mail Stop PCT, Attn: ISA/US, Commissioner for Patents P.O. Box 1450, Alexandria, Virginia 22313-1450 Facsimile No. 571-273-3201 | | Authorized officer: Lee W. Young <small>PCT Helpdesk: 571-272-4300 PCT OSP: 571-272-7774</small> |

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/US 15/12158

Box No. II Observations where certain claims were found unsearchable (Continuation of item 2 of first sheet)

This international search report has not been established in respect of certain claims under Article 17(2)(a) for the following reasons:

1. Claims Nos.: because they relate to subject matter not required to be searched by this Authority, namely:

2. Claims Nos.: because they relate to parts of the international application that do not comply with the prescribed requirements to such an extent that no meaningful international search can be carried out, specifically:

3. Claims Nos.: 4-6 because they are dependent claims and are not drafted in accordance with the second and third sentences of Rule 6.4(a).

Box No. III Observations where unity of invention is lacking (Continuation of item 3 of first sheet)

This International Searching Authority found multiple inventions in this international application, as follows:

1. As all required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers all searchable claims.
2. As all searchable claims could be searched without effort justifying additional fees, this Authority did not invite payment of additional fees.
3. As only some of the required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers only those claims for which fees were paid, specifically claims Nos.:

4. No required additional search fees were timely paid by the applicant. Consequently, this international search report is restricted to the invention first mentioned in the claims; it is covered by claims Nos.:

Remark on Protest

- The additional search fees were accompanied by the applicant's protest and, where applicable, the payment of a protest fee.
- The additional search fees were accompanied by the applicant's protest but the applicable protest fee was not paid within the time limit specified in the invitation.
- No protest accompanied the payment of additional search fees.

フロントページの続き

(81)指定国 AP(BW,GH,GM,KE,LR,LS,MW,MZ,NA,RW,SD,SL,ST,SZ,TZ,UG,ZM,ZW),EA(AM,AZ,BY,KG,KZ,RU,TJ,TM),EP(AL,AT,BE,BG,CH,CY,CZ,DE,DK,EE,ES,FI,FR,GB,GR,HR,HU,IE,IS,IT,LT,LU,LV,MC,MK,MT,NL,NO,PL,PT,R0,RS,SE,SI,SK,SM,TR),OA(BF,BJ,CF,CG,CI,CM,GA,GN,GQ,GW,KM,ML,MR,NE,SN,TD,TG),AE,AG,AL,AM,AO,AT,AU,AZ,BA,BB,BG,BH,BN,BR,BW,BY,BZ,CA,CH,CL,CN,CO,CR,CU,CZ,DE,DK,DM,D0,DZ,EC,EE,EG,ES,FI,GB,GD,GE,GH,GM,GT,HN,HR,HU,IDL,IN,IR,IS,JP,KE,KG,KN,KP,KR,KZ,LA,LC,LK,LR,LS,LU,LY,MA,MD,ME,MG,MK,MN,MW,MX,MY,MZ,NA,NG,NI,NO,NZ,OM,PA,PE,PG,PH,PL,PT,QA,RO,RS,RU,RW,SA,SC,SD,SE,SG,SK,SL,SM,ST,SV,SY,TH,TJ,TM,TN,TR,TT,TZ,UA,UG,US

(72)発明者 南 秀樹

東京都品川区北品川 6 - 7 - 2 9

(72)発明者 渡瀬 稔彦

東京都品川区北品川 6 - 7 - 2 9

(72)発明者 中村 陽子

東京都品川区北品川 6 - 7 - 2 9

(72)発明者 増田 祥一

東京都品川区北品川 6 - 7 - 2 9

(72)発明者 服部 二郎

東京都品川区北品川 6 - 7 - 2 9

(72)発明者 デイヴィッド, モーゼズ エム.

アメリカ合衆国, ミネソタ州, セント ポール, ポスト オフィス ボックス 33427
, スリーエム センター

F ターム(参考) 3C063 AA03 BA24 BB01 BB02 BC03 BG08 BG22 CC23 FF30