

(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2016-537439  
(P2016-537439A)

(43) 公表日 平成28年12月1日(2016.12.1)

|                                     |                        |             |
|-------------------------------------|------------------------|-------------|
| (51) Int.Cl.                        | F I                    | テーマコード (参考) |
| C O 9 K 3/14 (2006.01)              | C O 9 K 3/14 5 5 O C   | 3 C 1 5 8   |
| B 2 4 B 37/00 (2012.01)             | B 2 4 B 37/00 H        | 5 F O 5 7   |
| B 2 4 B 37/10 (2012.01)             | B 2 4 B 37/04 G        |             |
| H O 1 L 21/304 (2006.01)            | H O 1 L 21/304 6 2 2 D |             |
| C O 9 G 1/02 (2006.01)              | H O 1 L 21/304 6 2 1 D |             |
| 審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 34 頁) 最終頁に続く |                        |             |

|  |                           |
|--|---------------------------|
| (21) 出願番号 特願2016-516917 (P2016-516917) | (71) 出願人 505005049        |
| (86) (22) 出願日 平成26年9月22日 (2014.9.22)   | スリーエム イノベイティブ プロパティ       |
| (85) 翻訳文提出日 平成28年5月6日 (2016.5.6)       | ズ カンパニー                   |
| (86) 国際出願番号 PCT/US2014/056750          | アメリカ合衆国, ミネソタ州 5 5 1 3 3  |
| (87) 国際公開番号 W02015/047939              | - 3 4 2 7, セント ポール, ポスト オ |
| (87) 国際公開日 平成27年4月2日 (2015.4.2)        | フィス ボックス 3 3 4 2 7, スリーエ  |
| (31) 優先権主張番号 61/882, 369               | ム センター                    |
| (32) 優先日 平成25年9月25日 (2013.9.25)        | (74) 代理人 100088155        |
| (33) 優先権主張国 米国 (US)                    | 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】 セラミック研磨材複合体研磨溶液

(57) 【要約】

研磨溶液は、流体成分及び複数のセラミック研磨材複合体を含む。セラミック研磨材複合体は、多孔質セラミックマトリックス全体にわたって均一に分散された個々の研磨粒子を含む。多孔質セラミックマトリックスの少なくとも一部は、ガラス質セラミック材料を含む。セラミック研磨材複合体は、流体成分中に分散している。

【選択図】 図 1

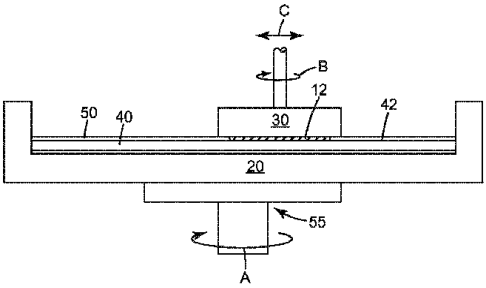


Fig. 1

**【特許請求の範囲】****【請求項 1】**

流体成分と、  
多孔質セラミックマトリックス全体にわたって均一に分散された個々の研磨粒子を含む、複数のセラミック研磨材複合体と、を含む、研磨溶液であって、  
該多孔質セラミックマトリックスの少なくとも一部は、ガラス質セラミック材料を含み、  
該セラミック研磨材複合体は、該流体成分中に分散している、研磨溶液。

**【請求項 2】**

流体成分と、  
多孔質セラミックマトリックス中に分散された個々の研磨粒子を含む、複数のセラミック研磨材複合体と、を含む、研磨溶液であって、  
該セラミック研磨材複合体中の該多孔質セラミックマトリックスの量は、該多孔質セラミックマトリックスと該個々の研磨粒子の総重量の約 5 ~ 95 重量%であり、  
該多孔質セラミックマトリックスの少なくとも一部は、ガラス質セラミック材料を含み、  
該セラミック研磨材複合体は、該流体成分中に分散している、研磨溶液。

10

**【請求項 3】**

前記流体成分は、水性である、請求項 1 又は 2 に記載の研磨溶液。

**【請求項 4】**

前記流体成分は、非水性である、請求項 1 又は 2 に記載の研磨溶液。

20

**【請求項 5】**

前記流体成分は、エチレングリコール、プロピレングリコール、グリセロール、又は、エチレングリコールのオリゴマーを含む、請求項 1 ~ 4 のいずれか一項に記載の研磨溶液。

**【請求項 6】**

前記セラミック研磨材複合体は、約 4 ~ 70 % の範囲の細孔容積を有する、請求項 1 ~ 5 のいずれか一項に記載の研磨溶液。

**【請求項 7】**

前記研磨粒子は、ダイヤモンド、立方晶窒化ホウ素、溶融酸化アルミニウム、セラミック酸化アルミニウム、熱処理した酸化アルミニウム、炭化ケイ素、炭化ホウ素、アルミナジルコニア、酸化鉄、セリア又はガーネットを含む、請求項 1 ~ 6 のいずれか一項に記載の研磨溶液。

30

**【請求項 8】**

前記研磨粒子は、ダイヤモンドを含む、請求項 1 ~ 7 のいずれか一項に記載の研磨溶液。

**【請求項 9】**

前記セラミック研磨材複合体は、500 マイクロメートル未満の平均粒子サイズを有する、請求項 1 ~ 8 のいずれか一項に記載の研磨溶液。

**【請求項 10】**

前記セラミック研磨材複合体の平均サイズは、前記研磨粒子の平均サイズの少なくとも約 5 倍である、請求項 1 ~ 9 のいずれか一項に記載の研磨溶液。

40

**【請求項 11】**

前記多孔質セラミックマトリックスは、酸化アルミニウム、酸化ホウ素、酸化ケイ素、酸化マグネシウム、酸化ナトリウム、酸化マンガン又は酸化亜鉛、を含むガラスを含む、請求項 1 ~ 10 のいずれか一項に記載の研磨溶液。

**【請求項 12】**

前記流体成分中の前記研磨材複合体の濃度は、0.065 重量% ~ 6.5 重量%である、請求項 1 ~ 11 のいずれか一項に記載の研磨溶液。

**【請求項 13】**

50

前記多孔質セラミックマトリックスは、少なくとも50重量%のガラス質セラミック材料を含む、請求項1～12のいずれか一項に記載の研磨溶液。

【請求項14】

前記多孔質セラミックマトリックスは、ガラス質セラミック材料から本質的になる、請求項1～13のいずれか一項に記載の研磨溶液。

【請求項15】

基材を研磨する方法であって、

研磨パッドを提供することと、

研磨される主表面を有する基材を提供することと、

該研磨パッドと該基材との間に相対運動がある状態で、該研磨パッド及び請求項1～14のいずれか一項に記載の研磨溶液に、前記表面を接触させることと、を含む、方法。

10

【請求項16】

研磨パッドと、請求項1～14のいずれか一項に記載の研磨溶液と、を備える、研磨システム。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本開示は、基材の研磨に有用な研磨溶液及び当該研磨溶液を使用する方法に関する。

【背景技術】

【0002】

20

超硬基材の研磨には、様々な物品、システム及び方法が導入されてきた。このような物品、システム及び方法については、例えば、E. Kasman, M. Irvin, CS Mantech Conference (2010年5月17～20日、Portland Oregon) 及びK. Y. Ng, T. Dumm, CS Mantech Conference (4月23～26日、Boston, MA) にて説明されている。

【発明の概要】

【課題を解決するための手段】

【0003】

幾つかの実施形態では、研磨溶液が提供される。研磨溶液は、流体成分及び複数のセラミック研磨材複合体を含む。セラミック研磨材複合体は、多孔質セラミックマトリックス全体にわたって均一に分散された個々の研磨粒子を含む。多孔質セラミックマトリックスの少なくとも一部は、ガラス質セラミック材料を含む。セラミック研磨材複合体は、流体成分中に分散している。

30

【0004】

幾つかの実施形態では、更なる研磨溶液が提供される。研磨溶液は、流体成分及び複数のセラミック研磨材複合体を含む。セラミック研磨材複合体は、多孔質セラミックマトリックス中に分散された個々の研磨粒子を含む。セラミック研磨材複合体中の多孔質セラミックマトリックスの量は、多孔質セラミックマトリックス及び個々の研磨粒子の総重量の約5～95重量%である。多孔質セラミックマトリックスの少なくとも一部は、ガラス質セラミック材料を含む。セラミック研磨材複合体は、流体成分中に分散している。

40

【0005】

本開示の上記「発明の概要」は、本開示の各実施形態を説明することを目的とするものではない。本開示の1つ又は2つ以上の実施形態の詳細については、以下の説明文においても記載する。本開示の他の特徴、目的及び利点は、以下の説明文及び特許請求の範囲より明らかとなる。

【図面の簡単な説明】

【0006】

本開示の様々な実施形態についての以下の詳細な説明を添付の図面とともに検討することで、本開示はより完全に理解され得る。

【図1】本開示の幾つかの実施形態に係る物品及び方法を使用するための研磨システムの

50

一例の概略図を示す。

【図 2 A】本開示の幾つかの実施形態に係る研磨パッドの斜視上面図を示す。

【図 2 B】本開示の幾つかの実施形態に係る研磨パッドの概略断面図を示す。

【図 3】本開示の幾つかの実施形態に係る複数の空隙を有する研磨パッドであって、その空隙の中に 1 つ又は 2 つ以上の研磨材複合体粒子が少なくとも部分的に配置された研磨パッドの概略断面図を示す。

【図 4】三角錐形状を有する空隙の配列を含む、本開示の幾つかの実施形態に係る研磨パッドの略上面図を示す。

【発明を実施するための形態】

【0007】

10

定義

本明細書で使用する場合、単数形「a」、「an」及び「the」は、その内容について別段の明確な指示がない限り、複数の指示対象を含むものとする。本明細書及び添付の実施形態において使用する場合、用語「又は」は、その内容について別段の明確な指示がない限り、一般的に「及び／又は」を含む意味で用いられる。

【0008】

本明細書で使用する場合、端点による数値範囲での記述には、その範囲内に包含されるあらゆる数値が含まれる（例えば、1～5 は、1、1.5、2、2.75、3、3.8、4、及び 5 を含む）。

【0009】

20

本明細書及び実施形態で使用される量又は成分、特性の測定等を表す全ての数は、別途記載のない限り、全ての場合において「約」という用語によって修飾されることを理解されたい。したがって、特にそれとは反対の指示がない限り、先の明細書及び添付した実施形態の一覧に記載されている数値パラメータは、本開示の教示を利用して当業者が得ようとする、所望の特性に応じて変化し得る。少なくとも、また特許請求の範囲への均等論の適用を制限しようとする試みではないが、各数値パラメータは、少なくとも、報告された有効数字の数を考慮して、通常の下捨上入を適用することによって解釈されなければならない。

【0010】

現在、超硬基材（例えば、サファイア基材）仕上げプロセスは、固定式研磨材プロセス又は研磨材プロセスであって、研磨材を充填した金属板の使用及びそれに続くコロイドシリカスラリーによる化学機械研磨を伴うものである。超硬基材のラッピング及びポリッシングの問題は、こうしたプロセスを修正した既知のプロセスを用いても解消されていない。例えば、この種の既知のプロセスには、不十分な材料の除去速度、不十分な表面仕上げ、表面下の損傷、高コスト及びプロセス全体の難しさの全てが関係している。

30

【0011】

本開示は、従来の研磨プロセスに関連する上述の課題の多くを克服する、超硬基材を研磨するために有用な物品、システム及び方法に関する。

【0012】

機械的及び化学機械的平坦化プロセスは、基材（例えば、半導体ウェハ、電界放出ディスプレイ及び他の多くのマイクロ電子基板）の表面から材料を除去して、当該基材に平坦な表面を所望の高さで形成するものである。

40

【0013】

図 1 は、本開示の幾つかの実施形態に係る物品及び方法を使用するための研磨システム 10 の一例を概略的に示す。図示する通り、システム 10 は、プラテン 20、キャリアアセンブリ 30、研磨パッド 40、及び研磨パッド 40 の主表面にわたって配置される研磨溶液 50 の層を含み得る。研磨システム 10 の動作中、駆動アセンブリ 55 がプラテン 20 を回転させて（矢印 A）、研磨パッド 40 を動かし、研磨作業を行うことができる。研磨パッド 40 及び研磨溶液 50 は、個別に又はともに、機械的に及び／又は化学的に基材 12 の主表面から材料を除去するか、当該主表面を研磨する、研磨環境を定め得る。研磨

50

システム 10 を用いて基材 12 の主表面を研磨するために、キャリアアセンブリ 30 は、研磨溶液 50 の存在下で、基材 12 を研磨パッド 40 の研磨表面 42 に対して押し付けることができる。次いで、プラテン 20（及び研磨パッド 40）並びに / 又はキャリアアセンブリ 30 が互いに動いて、基材 12 が研磨パッド 40 の研磨表面 42 を移動する。キャリアアセンブリ 30 は、回転可能（矢印 B）であり、任意に横方向に移動すること（矢印 C）ができる。その結果、研磨環境中の研磨粒子（研磨パッド 40 及び / 若しくは研磨溶液 50 に含まれ得る）並びに / 又は化学物質が基材 12 の表面から材料を除去する。図 1 の研磨システム 10 は、本開示の物品及び方法に関連して使用することができる研磨システムの一例にすぎず、他の従来の研磨システムも本開示の範囲から逸脱することなく使用できることを理解されたい。

10

#### 【0014】

幾つかの実施形態では、本開示の研磨パッド 40 は、第 1 及び第 2 の主表面（例えば、第 1 及び第 2 の主平面）を有するポリマー材料のベース層を備えてよい。研磨パッドは、ベース層の第 1 及び第 2 の主表面のいずれか又は両方の主表面からベース層へと延在する複数の空隙を更に備えてよい。例えば、図 2 A ~ 2 B に示すように、研磨パッド 40 は、第 1 の主表面 65 を有するベース層 60 と、複数の空隙 70 を備えてよく、当該空隙は、第 1 の主表面 65（本明細書において研磨表面とも呼ぶ）からベース層 60 へと延在する。空隙 70 は、任意の所望の距離で（例えば、ベース層 60 全体にわたって）ベース層 60 へと延在してよい。あるいは、ベース層 60 の第 1 及び第 2 の主表面のいずれか又は両方の主表面は、連続表面であってよい（すなわち、空隙を含まない）。

20

#### 【0015】

例示的な実施形態では、研磨パッド 40 のベース層をポリマー材料で形成してよい。例えば、ベース層は、熱可塑性樹脂、例えば、ポリプロピレン、ポリエチレン、ポリカーボネート、ポリウレタン、ポリテトラフルオロエチレン、ポリエチレンテレフタレート、ポリエチレンオキシド、ポリスルホン、ポリエーテルケトン、ポリエーテルエーテルケトン、ポリイミド、ポリフェニレンスルフィド、ポリスチレン、ポリオキシメチレンプラスチック等、熱硬化性樹脂、例えば、ポリウレタン、エポキシ樹脂、フェノキシ樹脂、フェノール樹脂、メラミン樹脂、ポリイミド及び尿素ホルムアルデヒド樹脂、放射線硬化樹脂又はこれらの組み合わせから形成されてよい。ベース層は、1つの材料層のみから本質的になってもよいし、多層構造を有してもよい。例えば、ベース層は、複数の層、又は層スタックを備えていてもよく、この層スタックでは、スタックの個々の層が好適な締結機構（例えば接着）を用いて互いに連結される。ベース層（又は層スタックの個々の層）は、任意の形状及び厚さを有してよい。ベース層の厚さ（すなわち、第 1 及び第 2 の主表面に対して垂直方向のベース層の寸法）は、10 mm 未満、5 mm 未満、1 mm 未満、0.5 mm 未満、0.25 mm 未満、0.125 mm 未満又は 0.05 mm 未満であってよい。

30

#### 【0016】

種々の実施形態では、空隙 70 は、任意のサイズ及び形状を有してよい。例えば、空隙の形状は、立方体、円筒形、プリズム形、半球形、直方体、角錐形、角錐台、円錐形、円錐台、十字形、弓状若しくは平坦な底部表面を持つ柱状、又はこれらの組み合わせ等の複数の幾何学的形状の中から選択され得る。あるいは、空隙の幾つか又は全てが不規則形状を有してもよい。幾つかの実施形態では、空隙のそれぞれは、同じ形状を有する。あるいは、任意数の空隙が他の任意数の空隙とは異なる形状を有してもよい。

40

#### 【0017】

種々の実施形態では、空隙を形成する側壁又は内壁の 1 つ又は 2 つ以上が主表面上部に対して垂直であってもよいし、あるいは、いずれかの方向に次第に細くなってもよい（すなわち、空隙の底部又は空隙の上部に向かって（主表面に向かって）細くなる）。テーパを形成する角度は、約 1 ~ 75 度、約 2 ~ 50 度、約 3 ~ 35 度、又は約 5 ~ 15 度の範囲であってよい。空隙の高さ又は深さは、少なくとも 1  $\mu$ m、少なくとも 10  $\mu$ m 又は少なくとも 800  $\mu$ m、10 mm 未満、5 mm 未満又は 1 mm 未満であり得る。空隙 70 の

50

高さは同じであってもよいし、空隙の1つ又は2つ以上が任意数の他の空隙70とは異なる高さを有してもよい。

#### 【0018】

幾つかの実施形態では、空隙70は、第1の主表面65にて画定される空隙開口部70'を有してよく、この空隙開口部70'は、少なくとも $2\mu\text{m}$ 、少なくとも $25\mu\text{m}$ 、少なくとも $50\mu\text{m}$ 又は少なくとも $100\mu\text{m}$ 、 $20\text{mm}$ 未満、 $10\text{mm}$ 未満、 $5\text{mm}$ 未満又は $1\text{mm}$ 未満の長さ（主表面の平面上における空隙の最長寸法）及び少なくとも $2\mu\text{m}$ 、少なくとも $25\mu\text{m}$ 、少なくとも $50\mu\text{m}$ 又は少なくとも $100\mu\text{m}$ 、 $20\text{mm}$ 未満、 $10\text{mm}$ 未満、 $5\text{mm}$ 未満又は $1\text{mm}$ 未満の幅（主表面の平面上における空隙の最短寸法）を有する。種々の実施形態では、空隙開口部70'の1つ又は2つ以上（最大で空隙の

10

#### 【0019】

例示的な実施形態では、空隙の1つ又は2つ以上（最大で全て）は、角錐形又は角錐台として形成され得る。このような角錐形状は、3から6の側面（底側を含まない）を有し得るが、それより多い数又は少ない数の側面を採用してもよい。

#### 【0020】

幾つかの実施形態では、空隙70が整列された行及び列になる配列で、空隙70を設けることができる。場合によっては、空隙70の1つ又は2つ以上の行は、空隙70の隣り合う行と直線的に整列され（directly aligned）得る。あるいは、空隙70の1つ又は2つ以上の行は、空隙70の隣り合う行からずらしてもよい。更なる実施形態では、空隙70は、螺旋状、螺旋状、コルク抜き状又は格子状に配列することができる。また、更なる実施形態では、複合体を「ランダム」配列（すなわち、整然としていないパターン）に配置することができる。

20

#### 【0021】

種々の実施形態では、空隙70の空隙開口部70'は、互いに当接（ほぼ当接）してもよく、あるいは、空隙開口部70'が幾らかの既定の距離だけ互いに離されてもよい。空隙開口部70'の間隔は、直線センチメートル当たり少なくとも5,000開口部、直線センチメートル当たり少なくとも400開口部、直線センチメートル当たり少なくとも200開口部又は直線センチメートル当たり少なくとも100開口部、直線センチメートル当たり0.5開口部未満、直線センチメートル当たり1開口部未満、直線センチメートル当たり2開口部未満又は直線センチメートル当たり10開口部未満であってもよい。更に、当該間隔は、空隙開口部70'の密度が、ある箇所、別の箇所よりも大きくなるように変化していてもよい（例えば、密度が主表面の中央部で最も大きくてもよい）。幾つかの実施形態では、少なくとも1開口部/ $\text{cm}^2$ 、少なくとも1開口部/ $\text{cm}^2$ 、少なくとも4開口部/ $\text{cm}^2$ 、少なくとも100開口部/ $\text{cm}^2$ 又は少なくとも1,000開口部/ $\text{cm}^2$ の領域間隔密度（area spacing density）である。複合体の領域間隔密度は、約1開口部/ $\text{cm}^2 \sim 40$ , 000開口部/ $\text{cm}^2$ 、約20~10,000開口部/ $\text{cm}^2$ 、又は約50~5,000開口部/ $\text{cm}^2$ の範囲である。

30

#### 【0022】

幾つかの実施形態では、前述の実施形態のいずれかとともに、空隙配列のうちの空隙70の1つ又は2つ以上（最大で全て）には、研磨パッド30の性能改善を促進する物質を少なくとも部分的に充填してもよい。好適な空隙充填物質には、延性のある金属、ワックス、研磨用ピッチ又はこれらの組み合わせを挙げることができる。空隙充填物質は、空隙の体積の任意の部分（最大で全て）を充填してよい。空隙のそれぞれには、同じ空隙充填物質及び/又は充填量を供給してもよいし、異なる空隙充填物質及び/又は充填量を供給してもよい。負荷領域の小さい空隙を作ることにより、有効な圧力が増大し、プレストンの式等に関連付けられるように、除去速度も増大することになる。研磨用ピッチ又はフォーム等の弾性物質又は延性物質で空隙を充填することは、粒子が加工物から跳ね返ってくるので、負荷領域に対する影響はほとんどなくなり得、逆に、この「充填」により作業負

40

50

荷領域の箇所に研磨作用粒子を効率的に供給することができる。空隙が深すぎると、粒子が空隙の底部に堆積するおそれがあり、場合によっては有効な研磨領域又は負荷領域から除去されることがある。多孔質ポリウレタン等の発泡体材料は、研磨粒子の高圧領域への送達を作り出すために使用される空隙充填物の別の例である。除去速度又は研磨する加工物の表面仕上げを向上させるために、板状白色アルミナ等の結合が緩い粒子添加物を研削助剤として空隙に加えてもよい。

#### 【0023】

幾つかの実施形態では、本開示の研磨パッドは、固定式研磨パッドであってよい。固定式研磨パッドは、二次元的なもの、すなわち研磨粒子の層が1つ又は2つ以上の樹脂又は結合剤層によって裏材に保持された従来の研磨シートであってよいし、三次元的な固定式研磨材、内部にすなわち分散された研磨粒子を含む樹脂層又は結合剤層であって、その樹脂/研磨材複合体が使用中に摩耗するような適切な高さで形成され、かつ/又は研磨粒子の新しい層が露出するように仕上げてあるものであってもよい。研磨材物品は、第1の表面及び作業面を有する、三次元、非平坦、可撓性、固定式研磨材構築物を含んでよい。作業面は、複数の精密な形状の研磨材複合体を備えてよい。精密な形状の研磨材複合体は、樹脂相及び研磨材相を備えてよい。

10

#### 【0024】

精密な形状の研磨材複合体は、三次元、非平坦、可撓性、固定式研磨材構築物を形成する配列に配置されてよい。好適な配列としては、例えば、米国特許第5,958,794号(Bruuxvoort et al.)に記載されているものが挙げられる。研磨材物品は、パターン化された研磨材構築物を備えてもよい。TRIZACT研磨材の商品名にて入手可能な研磨材物品、及び3M Company(St. Paul, Minnesota)から入手可能なTRIZACTダイヤモンドタイル研磨材が代表的なパターン化研磨材である。パターン化研磨材物品は、精密に配列し、ダイ、成型型又は他の技術から製造される、研磨材複合体のモノシリック構造の列を備える。こうしたパターン化研磨材物品は、研削、ポリッシング、又は同時に研削とポリッシングとを行うことができる。

20

#### 【0025】

研磨材物品は、第1の表面及び作業面を有する、三次元、非平坦、可撓性、固定式研磨材構築物を備えてよい。幾つかの実施形態では、第1の表面は、裏材と、所望により第1の表面と裏材の間に介在する接着剤と更に接触してよい。可撓性裏材及びより剛性な裏材の双方を含む、任意の様々な裏材材料が想到される。可撓性裏材の例としては、例えば、ポリマーフィルム、下塗りされたポリマーフィルム、金属箔、布、紙、バルカナイズドファイバー、不織布、及びそれらの処理形、並びにこれらの組み合わせが挙げられる。例としては、ポリエステル及びコポリエステル、微小中空ポリエステル、ポリイミド、ポリカーボネート、ポリアミド、ポリビニルアルコール、ポリプロピレン、ポリエチレン等のポリマーフィルムが挙げられる。裏材が用いられる場合、高分子フィルム裏材の厚さは、研磨材物品にて望ましい範囲の可撓性が維持されるように選択される。

30

#### 【0026】

各精密な形状の研磨材複合体の形状は、具体的な用途(例えば、加工物の材料、作業面の形状、接触面の形状、温度、樹脂相の材料)によって選択してよい。各精密な形状の研磨材複合体の形状は、任意の有用な形状、例えば、立方体、円筒形、角柱形、右平行六面体、角錐形、角錐台、円錐形、半球形、円錐台、十字形、又は遠位端の柱様断面であってよい。角錐複合体は、例えば、3個、4個、5個、又は6個の側面を有してもよい。研磨材複合体の底部の断面形状は、遠位端の断面形状と異なってもよい。これらの形状間の変化は、滑らかで連続的であってよいし、不連続に、段階的に生じてよい。精密な形状の研磨材複合体はまた、様々な形状の混合でもよい。精密な形状の研磨材複合体は、一列、螺旋状、螺旋状、又は格子状に配置されてもよく、ランダムに位置してもよい。精密な形状の研磨材複合体は、流体の流れを導くようにかつ/又は切屑の除去を容易にするように意図された設計で配置されてもよい。

40

#### 【0027】

50

精密な形状の研磨材複合体を形成する側面は、遠位端に向かって幅が減少し次第に細くなってもよい。テーパ角は、約 1 ~ 90 度未満、例えば、約 1 ~ 約 75 度、約 3 ~ 約 35 度、又は約 5 ~ 約 15 度であってよい。各精密な形状の研磨材複合体の高さは好ましくは同一であるが、単一物品中に様々な高さの精密な形状の研磨材複合体を有することも可能である。

#### 【0028】

精密な形状の研磨材複合体の底部は互いに当接してもよく、あるいは、隣り合う精密な形状の研磨材複合体の底部が幾らかの既定の距離だけ互いに離されてもよい。幾つかの実施形態では、隣り合う研磨材複合体間の物理的接触は、接触する各精密な形状の研磨材複合体の鉛直高さ寸法の 33 % 以下を包含する。当接のこの定義はまた、隣り合う精密な形状の研磨材複合体が、精密な形状の研磨材複合体の対向する外側面間で接触し延在する共有のランド又は橋様構造物を分け合う場合の配置を含む。研磨材は、介在する複合体が、精密な形状の研磨材複合体の中心間に引かれた一直線の想像線上に位置しないという意味で、隣り合っている。

10

#### 【0029】

精密な形状の研磨材複合体は、所定のパターンで、又は研磨材物品内の所定の位置に並べられてよい。例えば、研磨材物品が裏材と成型型との間に接着剤 / 樹脂スラリーを供給することによって製造される場合、精密な形状の研磨材複合体の所定のパターンは、成型型のパターンに対応することになる。したがって、パターンは研磨材物品から研磨材物品へと再現可能である。

20

#### 【0030】

所定のパターンは、ある配列又は配置であってよく、これは、複合体が、整列した横列及び縦列又は交互にずれた横列及び縦列等の意図した配列であることを意味する。別の実施形態において、研磨材複合体は「ランダム」な配列又はパターンに並べられ得る。この意味するところは、複合体は上記のように横列及び縦列の規則正しい配列ではないということである。しかし、この「ランダム」な配列は、精密な形状の研磨材複合体の位置が予め定められ、かつ成型型に対応しているという点では、所定のパターンであることが理解される。

#### 【0031】

幾つかの実施形態では、樹脂相は、硬化又は硬化性有機材料を含んでもよい。硬化方法は重要でなく、例えば、紫外線又は熱等のエネルギーを介する硬化を挙げることができる。好適な樹脂相材料の例としては、例えば、アミノ樹脂、アルキル化尿素ホルムアルデヒド樹脂、メラミンホルムアルデヒド樹脂、及びアルキル化ベンゾグアナミンホルムアルデヒド樹脂が挙げられる。他の樹脂相材料としては、例えば、アクリレート樹脂（アクリレート及びメタクリレートを含む）、フェノール樹脂、ウレタン樹脂及びエポキシ樹脂が挙げられる。具体的なアクリレート樹脂としては、例えば、ビニルアクリレート、アクリレートエポキシ、アクリレートウレタン、アクリレート油、及びアクリレートシリコンが挙げられる。具体的なフェノール樹脂としては、例えば、レゾール樹脂及びノボラック樹脂、並びにフェノール / ラテックス樹脂が挙げられる。樹脂は、例えば、米国特許第 5,958,794 号 (Bruxvoort et al.) (参照により本明細書に援用する) に記載されるような、従来の充填剤及び硬化剤を更に含有してもよい。

30

40

#### 【0032】

固定式研磨パッドに好適な研磨粒子の例には、溶融酸化アルミニウム、熱処理した酸化アルミニウム、白色溶融酸化アルミニウム、黒色炭化ケイ素、緑色炭化ケイ素、ニホウ化チタン、炭化ホウ素、窒化ケイ素、炭化タングステン、炭化チタン、ダイヤモンド、立方晶窒化ホウ素、六方晶窒化ホウ素、ガーネット、溶融アルミナジルコニア、アルミナ系ゾルゲル誘導研磨粒子及び同様が挙げられる。アルミナ研磨粒子は、金属酸化物改質剤を含有してよい。アルミナ系ゾルゲル誘導研磨粒子の例は、米国特許第 4,314,827 号、同第 4,623,364 号、同第 4,744,802 号、同第 4,770,671 号、及び同第 4,881,951 号に見出すことができ、これらの全てを参照により本明細

50



書に援用する。ダイヤモンド及び立方晶窒化ホウ素研磨粒子は、単結晶質であっても多結晶質であってもよい。好適な無機研磨粒子の他の例には、シリカ、酸化鉄、クロミア、セリア、ジルコニア、チタニア、酸化スズ、ガンマアルミナ及び同様が挙げられる。

#### 【0033】

幾つかの実施形態では、本開示の研磨パッドは、1つ又は2つ以上の追加層を備えてよい。例えば、研磨パッドは、感圧性接着剤、ホットメルト接着剤又はエポキシ等の接着剤層を備えてよい。熱可塑性樹脂層、例えばポリカーボネート層等の「サブパッド」は、パッドにより大きい剛性を付与し得るものであり、完全な平面性を得るために用いることができる。サブパッドはまた、圧縮可能な材料の層、例えば発泡材料層を備えてもよい。熱可塑性樹脂と圧縮可能な材料の両方の層の組み合わせを備えるサブパッドを用いてもよい。更に又は別の方法として、帯電防止用若しくはセンサ信号モニタリング用の金属フィルム、光透過用の光学透明層、加工物の微細仕上げ用の発泡体層、又は研磨表面に「固いバンド」若しくは硬い領域を付与するためのリブ付き材料を備えてもよい。

10

#### 【0034】

当業者であれば認識するように、本開示の研磨パッドは、例えば、成形、押出し、型押し及びこれらの組み合わせ等の種々の方法に従って、形成することができる。

#### 【0035】

幾つかの実施形態では、本開示の研磨溶液50（一般に「スラリー」と呼ばれる）は、分散した及び/又は懸濁した研磨材複合体を有する流体成分を含んでよい。

#### 【0036】

種々の実施形態では、流体成分は、非水性又は水性であってよい。非水性流体は、少なくとも50重量%の非水性流体、例えば、有機溶剤を有するものとして定義される。水性流体は、少なくとも50重量%の水を有するものとして定義される。非水性流体成分には、アルコール類、例えばエタノール、プロパノール、イソプロパノール、ブタノール、エチレングリコール、プロピレングリコール、グリセロール、ポリエチレングリコール、トリエチレングリコール、アセテート類、例えば酢酸エチル、酢酸ブチル、ケトン類、例えばメチルエチルケトン、有機酸類、例えば酢酸、エーテル類、トリエタノールアミン、トリエタノールアミンの錯体、例えばシリトラン(silitrane)若しくはホウ素等価物又はこれらの組み合わせを挙げることができる。水性流体成分は、上記の非水性流体のいずれかを含む、非水性流体成分を（水に加えて）含んでよい。流体成分は、水から本質的になっ

20

30

#### 【0037】

例示的な実施形態では、流体成分は、研磨材複合体粒子が流体成分に不溶性であるように選択することができる。

#### 【0038】

幾つかの実施形態では、流体成分は、例えば、分散助剤、レオロジー変性剤、腐食防止剤、pH調整剤、界面活性剤、キレート剤/錯化剤、不動態化剤、発泡防止剤及びこれらの組み合わせ等の1種類又は2種類以上の添加剤を更に含んでよい。分散助剤は、多くの場合、不均一な又は好ましくない研磨結果をもたらす場合がある、スラリー中における凝集体粒子の沈下、沈降、沈殿及び/又は凝集を防ぐために添加される。有用な分散剤には、比較的高分子量の脂肪族又は脂環式ハロゲン化物とアミン、例えばポリアルキレンポリアルミンとの反応生成物であるアミン分散剤、並びにアルキル基が少なくとも30個の炭素原子を含むアルキルフェノールとアルデヒド（特にホルムアルデヒド）及びアミン（特にポリアルキレンポリアルミン）との反応生成物であるマンニッヒ分散剤を挙げることができる。アミン分散剤の例は、米国特許第3,275,554号、同第3,438,757号

40

50

、同第3,454,555号及び同第3,565,804号に記載されており、これらの全てを参照により本明細書に援用する。マンニツヒ分散剤の例は、米国特許第3,036,003号、同第3,236,770号、同第3,414,347号、同第3,448,047号、同第3,461,172号、同第3,539,633号、同第3,586,629号、同第3,591,598号、同第3,634,515号、同第3,725,480号、同第3,726,882号及び同第3,980,569号に記載されており、これらを参照により本明細書に援用する。

#### 【0039】

Lubrizol Corporation (Wickliffe, Ohio) から SOLSPERSE、CARBOSPERSE 及び IRCOSPERSE の商品名にて入手可能なもの等の立体安定化をもたらす分散助剤を用いてもよい。更なる分散剤には、BYK Additives and Instruments (Wesel, Germany) の DISPERBYK 180 等の DISPERBYK 添加剤、並びに Evonik Industries (Hopewell, Virginia) の TEGO DISPERS 652、TEGO DISPERS 656 及び TEGO DISPERSE 670 を含む DISPERS 添加剤が挙げられる。分散助剤は、単独で又は2種類以上の組み合わせで使用することができる。

10

#### 【0040】

レオロジー変性剤としては、剪断減粘剤及び剪断増粘剤を挙げることができる。剪断減粘剤としては、DISPARLON AQH-800、DISPARLON 6100、DISPARLON BB-102 を含む、King Industries, Inc (Norwalk, Connecticut) から DISPARLON の商品名にて入手可能なポリオレフィンポリマー材料上に塗布したポリアミドワックスを挙げることができる。モンモリロナイト粘土等のある種の粘土を剪断減粘剤として添加してもよい。レオロジー変性剤は、単独で又は2種類以上の組み合わせで使用することができる。

20

#### 【0041】

増粘剤には、ヒュームドシリカ、例えば、Cabot Corporation (Boston, Massachusetts) から CAB-O-SIL の商品名にて入手可能なもの、Evonik Industries から AEROSIL の商品名にて入手可能なもの、Lubrizol Corporation から SOLT HIX RHEOLOGY MODIFIERS 及び IRCOGEL の商品名にて入手可能なもの、水溶性ポリマー、例えばポリビニルピロリドン、ポリエチレンイミン、セルロース誘導体(ヒドロキシプロピルメチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、セルロースアセテートブチレート等)、ポリビニルアルコール、ポリ(メタ)アクリル酸、ポリエチレングリコール、ポリ(メタ)アクリルアミド、ポリスチレンスルホン酸又はこれらの任意の組み合わせ、非水性ポリマー、例えばポリオレフィン、スチレン/マレイン酸エステルコポリマー並びにホモポリマー、コポリマー及びグラフトコポリマーを含めた類似のポリマー物質を挙げることができる。当該剤は、窒素含有メタクリレートポリマー、例えば、メチルメタクリレート及びジメチルアミノプロピルアミンから誘導された窒素含有メタクリレートポリマーを含んでよい。市販の材料の例には、ポリイソブチレン、例えば、BP (London, England) の INDOPAL 及び/又は Exxon Mobil (Irving, Texas) の PARAPOL; オレフィンコポリマー、例えば、Lubrizol Corporation の LUBRIZOL 7060、7065 及び 7067、Mitsui Chemicals (Tokyo, Japan) の LUCANT HC-2000L 及び LUCANT HC-600; 水素添加スチレン-ジエンコポリマー、例えば Shell Chemicals (Houston, Texas) の SHELLVIS 40 及び SHELLVIS 50、Lubrizol Corporation の LZ 7308 及び LZ 7318; スチレン/マレイン酸コポリマー、例えば Lubrizol Corporation の LZ 3702 及び LZ 3715; ポリメタクリレート、例えば Evonik RohMax USA, Inc. (Horsham, Pennsylv

30

40

50

vania) から VISCOPLEX の商品名にて入手可能なもの、Afton Chemical Corporation (Richmond, Virginia) の粘度指数向上剤HITECシリーズ、Lubrizol CorporationのLZ 7702、LZ 7727、LZ 7725及びLZ 7720C；オレフィングラフトポリメタクリレートポリマー、例えばEvonik RohMax USA, Inc. のVISCOPLEX 2-500及びVISCOPLEX 2-600；並びに水素添加ポリイソブレン星型ポリマー、例えばShell ChemicalsのSHELLVIS 200及びSHELLVIS 260が挙げられる。他の材料には、Lubrizol CorporationのASTERICポリマー等の放射状又は星型構造を有するメタクリレートポリマーが挙げられる。使用することができる粘度調整剤は、米国特許第5, 157, 088号、同第5, 256, 752号及び同第5, 395, 539号に記載されており、これらを参照により本明細書に援用する。粘度調整剤は、単独で又は2種類以上の組み合わせで使用することができる。

10

#### 【0042】

流体成分に添加することができる腐食防止剤には、金属を劣化させ得る研磨プロセスの酸性副生成物を中和できる、トリエタノールアミン、脂肪族アミン、オクタン酸オクチルアミン等のアルカリ性物質、並びにドデセニルコハク酸又は無水物及びオレイン酸等の脂肪酸とポリアミンとの縮合生成物が挙げられる。腐食防止剤は、単独で又は2種類以上の組み合わせで使用することができる。

20

#### 【0043】

使用することができる好適なpH調整剤には、アルカリ金属水酸化物、アルカリ土類金属水酸化物、塩基性塩、有機アミン、アンモニア及びアンモニウム塩が挙げられる。例としては、水酸化カリウム、水酸化ナトリウム、水酸化カルシウム、水酸化アンモニウム、ホウ酸ナトリウム、塩化アンモニウム、トリエチルアミン、トリエタノールアミン、ジエタノールアミン及びエチレンジアミンが挙げられる。幾つかのpH調整剤、例えばジエタノールアミン及びトリエタノールアミンはまた、金属研磨中にアルミニウムイオン等の金属不純物とキレート化錯体を形成することができる。また、緩衝系を用いてもよい。緩衝剤は、酸性から中性近傍そして塩基性までの範囲にまたがるようにpHを調整することができる。多塩基酸系は、緩衝剤として機能し、水酸化アンモニウムと完全に又は部分的に中和してアンモニウム塩を生成する場合、それらは、リン酸-リン酸アンモニウム、ポリリン酸-ポリリン酸アンモニウム、ホウ酸-四ホウ酸アンモニウム、ホウ酸-五ホウ酸アンモニウムの系を含む代表的な例である。pH調整剤は、単独で又は2種類以上の組み合わせで使用することができる。他の緩衝剤には、三塩基及び多塩基プロトライト (potyprotic protolyte) 及びこれらの塩 (例えばアンモニウム塩) が挙げられる。これらには、アスパラギン酸、グルタミン酸、ヒスチジン、リジン、アルギニン、オルニチン、システイン、チロシン及びカルノシンのプロトライト (これらの全ては7超のpKaを少なくとも1つ有する) をベースにしたアンモニウムイオン緩衝系を挙げることができる。

30

#### 【0044】

使用することができる界面活性剤には、イオン性及び非イオン性界面活性剤が挙げられる。非イオン性界面活性剤には、親水性部分及び疎水性部分を含むポリマー、例えばBASF Corporation (Florham Park, New Jersey) からPLURONICの商品名にて入手可能なポリ(プロピレングリコール)-ブロック-ポリ(エチレングリコール)-ブロック-ポリ(プロピレングリコール)、Croda International PLC (Edison, New Jersey) からBRIJの商品名にて入手可能なポリ(エチレン)-ブロック-ポリ(エチレングリコール)、Dow Chemical (Midland, Michigan) からTERGITOLの商品名にて入手可能なノニルフェノールエトキシレート、並びにCroda International PLCからTWEEN 60の商品名にて入手可能なポリエチレングリコールソルビタンモノステアレート及び他のTWEEN界面活性剤を挙げることができる。

40

50

## 【0045】

イオン性界面活性剤には、カチオン性界面活性剤とアニオン性界面活性剤の両方を挙げることができる。カチオン性界面活性剤には、第四級アンモニウム塩、スルホン酸塩、カルボン酸塩、線状アルキルアミン、アルキルベンゼンスルホン酸塩（洗剤）、（脂肪酸）石鹸、ラウリル硫酸塩、ジアルキルスルホコハク酸塩及びリグノスルホン酸塩が挙げられる。アニオン性界面活性剤は、水中で、両親媒性アニオンと、通常アルカリ金属（ $\text{Na}^+$ 、 $\text{K}^+$ ）又は第四級アンモニウムであるカチオンとに解離する。種類としては、K A O Chemicals, Kao Specialties Americas LLC (High Point, North Carolina) の AKYPO RLM-25 等のラウレス - カルボン酸が挙げられる。界面活性剤は、単独で又は2種類以上の組み合わせで使用することができる。

10

## 【0046】

配位子及びキレート剤等の錯化剤は、特に、用途が金属仕上げ又は研磨に関する場合であって、使用中に金属の削り屑及び/又は金属イオンが流体成分中に存在し得るとき、流体成分に含めることができる。金属の酸化及び溶解は、錯化剤の添加によって促進することができる。Cotton & Wilkinson; and Hathaway in Comprehensive Coordination Chemistry, Vol. 5; Wilkinson, Gillard, McCleverty, Eds. にて一般的に記載されているように、これらの化合物は、金属に結合して、水性及び非水性液体中における金属又は金属酸化物の溶解度を増大することができる。液体構成成分に加えられるよい又はその中で使用されてよい好適な添加剤としては、単座錯化剤、例えば、アンモニア、アミン、ハロゲン化物、擬似ハライド、カルボキシレート、チオレート及び同様の物（配位子とも呼ばれる）が挙げられる。加工液（working liquid）に加えてよいその他の添加剤としては、多座錯化剤、典型的には多座アミンが挙げられる。好適な多座アミンとしては、エチレンジアミン、ジエチレントリアミン、トリエチレントトラミン、又はこれらの組み合わせが挙げられる。2つの単座及び多座錯化剤の組み合わせとしては、グリシン等のアミノ酸、及び EDTA（エチレンジアミン四酢酸）等の一般的な分析用キレート剤並びに多数のその類似化合物が挙げられる。追加のキレート剤としては、ポリホスフェート、1, 3 - ジケトン、アミノアルコール、芳香族複素環塩基、フェノール、アミノフェノール、オキシム、シッフ塩基、及びイオウ化合物が挙げられる。好適な錯化剤の例（特に、金属酸化物表面を研磨する場合）には、 $\text{NH}_4\text{HCO}_3$  等のアンモニウム塩、タンニン酸、カテコール、 $\text{Ce}(\text{OH})(\text{NO})_3$ 、 $\text{Ce}(\text{SO}_4)_2$ 、フタル酸、サリチル酸等が挙げられる。

20

30

## 【0047】

錯化剤としては、1つのカルボキシル基（すなわち、一官能性カルボン酸）又は複数のカルボン酸基（すなわち、多官能性カルボン酸）、例えば、二官能性カルボン酸（すなわち、ジカルボン酸）及び三官能性カルボン酸（すなわち、トリカルボン酸）を有するカルボン酸及びその塩を挙げることができる。本明細書で使用する場合、「一官能性」、「二官能性」、「三官能性」及び「多官能性」という用語は、酸性分子上のカルボキシル基の数を指す。錯化剤には、炭素、水素及び1つ又は2つ以上のカルボキシル基からなる単純なカルボン酸を挙げることができる。代表的な一官能性単純カルボン酸としては、例えば、ギ酸、酢酸、プロピオン酸、酪酸、イソ酪酸、3 - ブテン酸、カプリン酸、ラウリン酸、ステアリン酸、オレイン酸、リノール酸、リノレン酸、フェニル酢酸、安息香酸及びトルイル酸が挙げられる。代表的な多官能性単純カルボン酸としては、例えば、シュウ酸、マロン酸、メチルマロン酸、コハク酸、グルタル酸、アジピン酸、マレイン酸、フマル酸、フタル酸、イソフタル酸及びテレフタル酸が挙げられる。錯化剤としては、1つ又は2つ以上のカルボキシル基に加えて、1つ又は2つ以上の置換基、例えば、ハロゲン化物、ヒドロキシル基、アミノ基、エーテル基及び/又はカルボニル基を含む置換されたカルボン酸を挙げることができる。1つ又は2つ以上のヒドロキシル基を含むヒドロキシカルボン酸は、置換されたカルボン酸の一種である。代表的なヒドロキシカルボン酸には、一官

40

50

能性ヒドロキシカルボン酸及び多官能性ヒドロキシカルボン酸が挙げられる。代表的な一官能性ヒドロキシカルボン酸には、グリセリン酸（すなわち、2, 3 - ジヒドロキシプロパン酸）、グリコール酸、乳酸（例えば、L - 乳酸、D - 乳酸及びDL - 乳酸）、ヒドロキシブタン酸、3 - ヒドロキシプロピオン酸、グルコン酸及びメチル乳酸（すなわち、2 - ヒドロキシイソ酪酸）が挙げられる。代表的な多官能性ヒドロキシカルボン酸には、リンゴ酸及び酒石酸（二官能性ヒドロキシカルボン酸）並びにクエン酸（三官能性ヒドロキシカルボン酸）が挙げられる。錯化剤は、単独で又は2種類以上の組み合わせで 사용할 ことができる。

#### 【0048】

不動態化剤は、研磨する基材上に不動態化層を作製するために、流体成分に添加することができ、これにより、所与の基材の除去速度を変更したり、又は基材が2つ以上の異なる材料を含む表面を備える場合に、1つの材料の除去速度をもう1つの材料に対して調整したりする。ベンゾトリアゾール及び対応する類似体を含む、金属基材を不動態化するための当該技術分野において既知の不動態化剤を用いてよい。アミノ酸、例えばグリシン、アスパラギン酸、グルタミン酸、ヒスチジン、リジン、プロリン、アルギニン、システイン及びチロシンを含めた、無機酸化物基材を不動態化することが知られている不動態化剤を用いることができる。更に、イオン性及び非イオン性界面活性剤は、不動態化剤としても機能し得る。不動態化剤は、単独で、又は2種類以上の組み合わせ（例えば、アミノ酸と界面活性剤等）で 사용할 ことができる。

#### 【0049】

使用することができる発泡防止剤には、シリコン、エチルアクリレートと2 - エチルヘキシルアクリレートのコポリマー（所望により酢酸ビニルを更に含んでよい）、並びにトリアルキルホスフェート、ポリエチレングリコール、ポリエチレンオキシド、ポリプロピレンオキシド及び（エチレンオキシド - プロピレンオキシド）ポリマーを含む抗乳化剤が挙げられる。発泡防止剤は、単独で又は2種類以上の組み合わせで 사용할 ことができる。流体成分において有用であり得る他の添加剤には、酸化剤及び/又は漂白剤、例えば過酸化水素、硝酸、硝酸第二鉄等の遷移金属錯体、潤滑剤、殺生物剤、石鹼等が挙げられる。

#### 【0050】

種々の実施形態では、研磨溶液中のある添加剤種の濃度、すなわち単一の添加剤種の1つ又は2つ以上の添加剤の濃度は、研磨溶液の重量を基準にして、少なくとも約0.01重量%、少なくとも約0.1重量%、少なくとも約0.25重量%、少なくとも約0.5又は少なくとも約1.0重量%、約20重量%未満、約10重量%未満、約5重量%未満又は約3重量%未満であってよい。

#### 【0051】

例示的な実施形態では、本開示の研磨材複合体は、多孔質セラミック研磨材複合体を含んでよい。多孔質セラミック研磨材複合体は、多孔質セラミックマトリックス中に分散された個々の研磨粒子を含んでよい。本明細書で使用する場合、「セラミックマトリックス」という用語は、ガラス質と結晶質の両方のセラミック材料を包む。これらの材料は、一般に、原子構造を考慮すると、同じ分類に含まれる。隣り合う原子の結合は、電子移動又は電子共有のプロセスの結果である。あるいは、二次結合として知られる、正電荷と負電荷の引力の結果としてのより弱い結合が存在し得る。結晶質セラミック、ガラス及びガラスセラミックは、イオン結合及び共有結合を有する。イオン結合は、ある原子から別の原子への電子移動の結果としてもたらされる。共有結合は、価電子の共有の結果であり、方向性が強い。比較すると、金属の一次結合は、金属結合として知られるものであり、電子の非方向的な共有が関与している。結晶質セラミックは、シリカ系ケイ酸塩（耐火粘土、ムライト、磁器及びポルトランドセメント等）、非ケイ酸酸化物（例えば、アルミナ、マグネシア、 $MgAl_2O_4$  及びジルコニア）並びに非酸化セラミック（例えば、炭化物、窒化物及び黒鉛）に細分することができる。ガラスセラミックは、結晶質セラミックと組成において同等である。特定の加工技術の結果として、これらの材料は、結晶質セラミ

10

20

30

40

50

ックのような広範囲の規則性を有しない。ガラスセラミックは、少なくとも約 30 % の結晶相から最大約 90 % の 1 つ又は複数の結晶相が生成されるような制御熱処理によりもたらされる。

#### 【0052】

例示的な実施形態では、セラミックマトリックスの少なくとも一部は、ガラス質セラミック材料を含む。更なる実施形態では、セラミックマトリックスは、少なくとも 50 重量 %、70 重量 %、75 重量 %、80 重量 %、又は 90 重量 % のガラス質セラミック材料を含む。一実施形態では、セラミックマトリックスは、ガラス質セラミック材料から本質的になる。

#### 【0053】

種々の実施形態では、セラミックマトリックスは、金属酸化物、例えば、酸化アルミニウム、酸化ホウ素、酸化ケイ素、酸化マグネシウム、酸化ナトリウム、酸化マンガン、酸化亜鉛及びこれらの混合物を含むガラスを含んでよい。セラミックマトリックスには、 $\text{Si}_2\text{O}$ 、 $\text{B}_2\text{O}_3$  及び  $\text{Al}_2\text{O}_3$  を含めたアルミナ - ホウケイ酸ガラスを挙げることができる。アルミナ - ホウケイ酸ガラスは、約 18 % の  $\text{B}_2\text{O}_3$ 、8.5 % の  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、2.8 % の  $\text{BaO}$ 、1.1 % の  $\text{CaO}$ 、2.1 % の  $\text{Na}_2\text{O}$ 、1.0 % の  $\text{Li}_2\text{O}$  を含み、その残りは  $\text{Si}_2\text{O}$  であり得る。こうしたアルミナ - ホウケイ酸ガラスは、Specialty Glass Incorporated (Oldsmar Florida) から市販されている。

#### 【0054】

本明細書で使用する場合、「多孔質」という用語は、その集合体全体にわたって分布する細孔又は間隙を有することを特徴とするセラミックマトリックスの構造を記述するために用いられる。細孔は、複合体の外表面に向かって開かれていてもよいし、塞がれていてもよい。セラミックマトリックス中の細孔は、セラミック研磨材複合体の破損の制御を助け、使用済み（すなわち劣化した）研磨粒子が複合体から放出されるようにすると考えられる。細孔はまた、研磨材物品と加工物との界面から削り屑及び使用済み研磨粒子を除去するための経路をもたらしことにより、研磨材物品の性能（例えば、切削速度及び表面仕上げ）を向上させ得る。間隙は、複合体の少なくとも約 4 容積 %、複合体の少なくとも 7 容積 %、複合体の少なくとも 10 容積 % 又は複合体の少なくとも 20 容積 %、複合体の 95 容積 % 未満、複合体の 90 容積 % 未満、複合体の 80 容積 % 未満又は複合体の 70 容積 % 未満含まれてよい。多孔質セラミックマトリックスは、当該技術分野において周知の技術によって形成することができ、例えば、セラミックマトリックス前駆体を制御焼成することによって、又はセラミックマトリックス前駆体に孔形成剤、例えばガラスバブルを添加することによって形成することができる。

#### 【0055】

幾つかの実施形態では、研磨粒子には、ダイヤモンド、立方晶窒化ホウ素、溶融酸化アルミニウム、セラミック酸化アルミニウム、熱処理した酸化アルミニウム、炭化ケイ素、炭化ホウ素、アルミナジルコニア、酸化鉄、セリア、ガーネット及びこれらの組み合わせを挙げることができる。一実施形態では、研磨粒子は、ダイヤモンドを含んでいてもよいし、ダイヤモンドから本質的になっていてもよい。ダイヤモンド研磨粒子は、天然又は合成ダイヤモンドであってよい。ダイヤモンド粒子は、当該粒子に関連した独自のファセットを持つごつごつした形状を有してもよく、あるいは、不規則形状を有してもよい。ダイヤモンド粒子は、単結晶であっていてもよいし、Mypodiamond Inc. (Smithfield, Pennsylvania) から「Mypolex」の商品名で市販されているダイヤモンド等の多結晶であっていてもよい。種々の粒子サイズの単結晶ダイヤモンドがDiamond Innovations (Worthington, Ohio) から入手できる。多結晶ダイヤモンドは、Tomei Corporation of America (Cedar Park, Texas) から入手することができる。ダイヤモンド粒子は、金属コーティング（ニッケル、アルミニウム、銅等）、無機コーティング（例えばシリカ）又は有機コーティング等の表面コーティングを含有してもよい。

## 【0056】

幾つかの実施形態では、研磨粒子は、研磨粒子のブレンドを含んでよい。例えば、ダイヤモンド研磨粒子は、第2のより柔らかいタイプの研磨粒子と混合してよい。このような場合、第2の研磨粒子は、ダイヤモンド研磨粒子よりも小さい平均粒子サイズを有してよい。

## 【0057】

例示的な実施形態では、研磨粒子は、均一に（又は実質的に均一に）セラミックマトリックス全体に分散されてよい。本明細書で使用する場合、「均一に分布」とは、複合体粒子の第1の部分中の研磨粒子の単位平均密度が、複合体粒子の任意の第2の異なる部分と比較したとき、20%超、15%超、10%超又は5%超で変動しないことを意味する。これは、例えば、研磨粒子が粒子表面に集中している研磨材複合体粒子とは対照的である。

10

## 【0058】

種々の実施形態では、本開示の研磨材複合体粒子は、充填剤、カップリング剤、界面活性剤及び発泡抑制剤等の更なる添加剤を含んでもよい。これら材料の量は、所望の特性をもたらすように選択され得る。更に、研磨材複合体粒子は、1種類又は2種類以上の剥離剤を含んでよい（又はその外表面に付着させてよい）。以下で更に詳述するように、1種類又は2種類以上の剥離剤は、粒子の凝集を防ぐために、研磨材複合体粒子の製造において使用することができる。有用な剥離剤には、例えば、金属酸化物（例えば酸化アルミニウム）、金属窒化物（例えば窒化ケイ素）、黒鉛及びこれらの組み合わせを挙げることができる。

20

## 【0059】

幾つかの実施形態では、本開示の物品及び方法において有用な研磨材複合体は、少なくとも約5  $\mu\text{m}$ 、少なくとも10  $\mu\text{m}$ 、少なくとも15  $\mu\text{m}$ 又は少なくとも20  $\mu\text{m}$ 、1,000  $\mu\text{m}$ 未満、500  $\mu\text{m}$ 未満、200  $\mu\text{m}$ 未満又は100  $\mu\text{m}$ 未満の平均サイズ（平均長軸径又は複合体上における2点間の最長の直線）を有してよい。

## 【0060】

例示的な実施形態では、研磨材複合体の平均サイズは、複合体に使用される研磨粒子の平均サイズの少なくとも約3倍、複合体に使用される研磨粒子の平均サイズの少なくとも約5倍又は複合体に使用される研磨粒子の平均サイズの少なくとも約10倍、複合体に使用される研磨粒子の平均サイズの30倍未満、複合体に使用される研磨粒子の平均サイズの20倍未満又は複合体に使用される研磨粒子の平均サイズの10倍未満である。本開示の物品及び方法において有用な研磨粒子は、少なくとも約0.5  $\mu\text{m}$ 、少なくとも約1  $\mu\text{m}$ 又は少なくとも約3  $\mu\text{m}$ 、約300  $\mu\text{m}$ 未満、約100  $\mu\text{m}$ 未満又は約50  $\mu\text{m}$ 未満の平均粒子サイズ（平均長軸径（又は粒子上における2点間の最長の直線））を有してよい。研磨粒子サイズは、例えば、所望の切削速度及び/又は加工物の所望の表面粗さをもたらすように選択することができる。研磨粒子は、少なくとも8、少なくとも9又は少なくとも10のモース硬度を有してよい。

30

## 【0061】

種々の実施形態では、セラミック研磨材複合体のセラミックマトリックス中のガラス質セラミック材料の重量に対する研磨粒子の重量は、少なくとも約1/20、少なくとも約1/10、少なくとも約1/6、少なくとも約1/3、約30/1未満、約20/1未満、約15/1未満又は約10/1未満である。

40

## 【0062】

次に、図3を参照すると、種々の実施形態では、本開示の研磨材複合体は、研磨材複合体の1つ又は2つ以上（最大で全て）が空隙70内に少なくとも部分的に配置され得るように、研磨パッド40の空隙70のサイズ及び形状に応じたサイズ及び形状にされてよい。より詳細には、図3に示すように、研磨材複合体75は、研磨材複合体75の1つ又は2つ以上（最大で全て）が、空隙70に完全に入り込んだ場合、少なくとも一部分が、空隙開口部70'を越えて延在するように、空隙70に応じたサイズ及び形状にされてよい。

50

。本明細書で使用する場合、「完全に入り込む」という語句は、空隙内の複合体の位置に関するとき、非破壊的圧縮力（以下で論じるように研磨作業中に存在するもの等）が加わったときに複合体が空隙内で達し得る最も深い位置を指す。このようにして、以下で更に詳述するように、研磨作業中に、研磨溶液の研磨材複合体粒子は、空隙 70 内に入り込んで保持されてよく（例えば摩擦力を介して）、これにより研磨作業面として機能する。

#### 【0063】

種々の実施形態では、セラミック研磨材複合体中の多孔質セラミックマトリックスの量は、セラミックマトリックスが研磨粒子以外の任意の充填剤、付着した剥離剤及び／又は他の添加剤を含む場合、多孔質セラミックマトリックス及び個々の研磨粒子の総重量の少なくとも 5 重量％、少なくとも 10 重量％、少なくとも 15 重量％、少なくとも 33 重量％、95 重量％未満、90 重量％未満、80 重量％未満又は 70 重量％未満である。

10

#### 【0064】

種々の実施形態では、研磨材複合体粒子は、精密な形状であってもよいし、不規則な形状（すなわち精密でない形状）であってもよい。精密な形状のセラミック研磨材複合体は、任意の形状（例えば、立方体、ブロック状、円筒形、角柱形、角錐形、角錐台、円錐形、円錐台、球形、半球形、十字形又は柱様）であってもよい。研磨材複合体粒子は、異なる形状及び／又はサイズの研磨材複合体の混合物であってもよい。あるいは、研磨材複合体粒子は、同じ（又は実質的に同じ）形状及び／又はサイズを有してもよい。精密でない形状の粒子には、回転楕円体が挙げられ、例えば、噴霧乾燥プロセスにより形成することができる。

20

#### 【0065】

種々の実施形態では、流体成分中の研磨材複合体の濃度は、少なくとも 0.065 重量％、少なくとも 0.16 重量％、少なくとも 0.33 又は少なくとも 0.65 重量％、6.5 重量％未満、4.6 重量％未満、3.0 重量％未満又は 2.0 重量％未満であってもよい。幾つかの実施形態では、セラミック研磨材複合体とその作製にて使用される剥離剤の両方を流体成分中に含めることができる。これらの実施形態では、流体成分中の研磨材複合体及び剥離剤の濃度は、少なくとも 0.1 重量％、少なくとも 0.25 重量％、少なくとも 0.5 又は少なくとも 1.0 重量％、10 重量％未満、7 重量％未満、5 重量％未満又は 3 重量％未満であってもよい。

#### 【0066】

本開示の研磨材複合体粒子は、例えば、鑄造、複製、微細複製、成形、噴霧、噴霧乾燥、微粒化、塗布、めっき、堆積、加熱、硬化、冷却、凝固、圧縮、圧縮形成、押出し、焼結、ブレイジング（braising）、微粒化、浸入、含浸、真空化、吹付け、破壊を含めた任意の粒子形成プロセス（マトリックス材料の選択に応じて）又は他の任意の利用可能な方法により形成することができる。複合体は、より大きな物品として形成されてから、例えば、より大きい物品中の溝線に沿って破碎又は破壊することによって、より小さい断片に分割してもよい。複合体が最初により大きな物体として形成される場合、当業者によく知られた方法の 1 つによって、より狭いサイズ範囲内の使用断片を選択することが望ましい場合がある。幾つかの実施形態では、セラミック研磨材複合体には、概ね米国特許第 6,551,366 号及び同第 6,319,108 号（全体を参照により本明細書に援用する）の方法を用いて製造されるガラス質で結合されたダイヤモンド粒塊を挙げることができる。

30

40

#### 【0067】

一般に、セラミック研磨材複合体を製造するための方法は、有機結合剤、溶剤、研磨粒子、例えばダイヤモンド及びセラミックマトリックス前駆体粒子、例えばガラスフリットを混合することと、この混合物を高温で噴霧乾燥して「未焼結の」研磨材／セラミックマトリックス／結合剤粒子を作製することと、「未焼結の」研磨材／セラミックマトリックス／結合剤粒子を回収し、剥離剤、例えば板状白色アルミナと混合することと、次いで、燃焼を介して結合剤を除去しながら、研磨粒子を含むセラミックマトリックス材料をガラス化するのに十分な温度でこの粉末混合物を焼きなますことと、セラミック研磨材複合体

50



を形成することを含む。セラミック研磨材複合体は、任意で所望の粒子サイズにふるい分けすることができる。剥離剤は、「未焼結の」研磨材/セラミックマトリックス/結合剤粒子がガラス化プロセス中に互いに凝集することを防ぐ。これにより、ガラス化セラミック研磨材複合体を、噴霧乾燥機から直接形成される「未焼結の」研磨材/セラミックマトリックス/結合剤粒子の大きさと同様の大きさに保持することができる。剥離剤の少量部分、10%未満、5%未満又は更に1%未満は、ガラス化プロセス中に、セラミックマトリックスの外表面に付着し得る。剥離剤は、通常、セラミックマトリックスの軟化点よりも高い軟化点（ガラス材料等の場合）又は融点（結晶性材料等の場合）又は分解温度を有するが、全ての材料が融点、軟化点又は分解温度のそれぞれを有するとは限らないことが理解される。融点、軟化点又は分解温度のうち2つ以上を有する材料については、融点、軟化点又は分解温度のうち、より低いものがセラミックマトリックスの軟化点よりも高いことが理解される。有用な剥離剤の例には、金属酸化物（例えば酸化アルミニウム）、金属窒化物（例えば窒化ケイ素）及び黒鉛が挙げられるが、これらに限定されない。

#### 【0068】

幾つかの実施形態では、本開示の研磨材複合体粒子は、研磨材スラリーに有益な特性を付与する試薬で表面改質（例えば、共有結合、イオン結合又は機械的結合）を施してよい。例えば、ガラス表面を酸又は塩基でエッチングして適切な表面pHをもたらすことができる。共有結合による改質表面は、1種類又は2種類以上の表面処理剤からなる表面処理で粒子を反応させることによって作製することができる。好適な表面処理剤の例としては、シラン類、チタン酸塩類、ジルコン酸塩類、有機リン酸塩類、及び有機スルホン酸塩類が挙げられる。この発明に好適なシラン表面処理剤の例としては、オクチルトリエトキシシラン、ビニルシラン（例えば、ビニルトリメトキシシラン及びビニルトリエトキシシラン）、テトラメチルククロシラン、メチルトリメトキシシラン、メチルトリエトキシシラン、プロピルトリメトキシシラン、プロピルトリエトキシシラン、トリス-〔3-（トリメトキシシリル）プロピル〕イソシアヌレート、ビニル-トリス-（2-メトキシエトキシ）シラン、-メタクリルオキシプロピルトリメトキシシラン、-（3,4-エポキシクロヘキシル）エチルトリメトキシシラン、-グリシドキシプロピルトリメトキシシラン、-メルカプトプロピルトリメトキシシラン、-アミノプロピルトリエトキシシラン、-アミノプロピルトリメトキシシラン、N-（アミノエチル）-アミノプロピルトリメトキシシラン、ビス-（-トリメトキシシリルプロピル）アミン、N-フェニル-アミノプロピルトリメトキシシラン、-ウレイドプロピルトリアルコキシシラン、-ウレイドプロピルトリメトキシシラン、アクリルオキシアルキルトリメトキシシラン、メタクリルオキシアルキルトリメトキシシラン、フェニルトリクロシラン、フェニルトリメトキシシラン、フェニルトリエトキシシラン、S I L Q U E S T A 1 2 3 0 専売非イオン性シラン分散剤（M o m e n t i v e（C o l u m b u s , O h i o）から入手可能）及びこれらの混合物が挙げられる。市販の表面処理剤の例としては、S I L Q U E S T A 1 7 4 及びS I L Q U E S T A 1 2 3 0（M o m e n t i v eから入手可能）が挙げられる。表面処理剤は、改質を施す表面の疎水的性質又は親水的性質を調整するために使用することができる。ビニルシランを用いて、別の試薬とビニル基を反応させることによって、更により高度な表面改質をもたらすことができる。反応性又は不活性の金属をガラスダイヤモンド粒子と組み合わせて、表面を化学的に又は物理的に変えることができる。スパッタリング、真空蒸着、化学蒸着（C V D）又は溶融金属技術を用いることができる。

#### 【0069】

本開示は、基材を研磨するための方法に、更に関する。この方法は、図1に関して記載したもの等の研磨システムを用いて、又は任意の他の従来の研磨システム、例えば片面若しくは両面ポリッシング及びラッピングで実施することができる。幾つかの実施形態では、基材を研磨するための方法は、研磨する基材を提供することを含んでもよい。基材は、研磨及び/又は平坦化が望まれる任意の基材であってよい。例えば、基材は、金属、合金、金属酸化物、セラミック又はポリマー（一般に半導体ウェハ又は光学レンズの形態）で

あってよい。幾つかの実施形態では、本開示の方法は、サファイア（A、R又はC面）、ケイ素、炭化ケイ素、石英又はシリケートガラス等の超硬基材を研磨するのに特に有用であり得る。基材は、1つ又は2つ以上の研磨表面を有する。

【0070】

種々の実施形態では、本方法は、研磨パッド及び研磨溶液を供給することを更に含む。研磨パッド及び研磨溶液は、上述の研磨パッド及び研磨溶液のいずれかと同じであってもよいし、類似のものであってもよい。

【0071】

幾つかの実施形態では、本方法は、研磨パッドと基材との間に相対運動がある状態で、研磨パッド及び研磨溶液に、基材の表面を接触させることを更に含んでもよい。例えば、図1の研磨システムを再度参照すると、プラテン20がキャリアアセンブリ30に対して動きつつ（例えば、移動及び/又は回転しつつ）、キャリアアセンブリ30は、研磨溶液50の存在下で、研磨パッド40の研磨表面に対する、基材12への圧力を加えることができる。更に、キャリアアセンブリ30がプラテン20に対して動いてもよい（例えば、移動及び/又は回転してよい）。この圧力及び相対運動の結果、研磨溶液50の研磨材複合体粒子の少なくとも一部（最大で全て）が研磨パッドの空隙70内に移送され、その内部に保持されて、研磨作業面を形成することができる。基材と研磨表面との間の圧力及び相対運動を維持すると、基材の研磨がなされ得る。

【0072】

例示的な実施形態では、本開示のシステム及び方法は、サファイアのA、R又はC面等の超硬基材の仕上げに特に適している。完成したサファイア結晶、シート又はウェハは、例えば、発光ダイオード産業及び携帯型ハンドヘルドデバイスのカバー層に有用である。この種の用途において、本システム及び方法は、材料の継続的な除去をもたらす。更に、本開示のシステム及び方法は、通常用いられる小さい粒子サイズで実現される表面仕上げと同等の表面仕上げをもたらしつつ、通常用いられる大きい研磨粒子サイズで実現される除去速度と同程度の除去速度を提供できることが見出された。更にまた、本開示のシステム及び方法は、固定式研磨パッドで必要とされるようなパッドの広範囲なドレッシングを行うことなく、持続的な除去速度をもたらすことができる。

【0073】

本開示の実施を以下の詳細な実施例に関して更に説明する。これらの実施例は、種々の具体的な好ましい実施形態及び技術を更に示すために提供される。しかしながら、本開示の範囲内で多くの変更及び改変がなされ得ることは理解されるべきである。

【実施例】

【0074】

【表 1】

## 材料

| 材料               |   |
|------------------|---|
| 略称又は商品名          | 詳細  |
| MCD1.5           | Diamond Innovations(Worthington, Ohio)から入手可能な1.5マイクロメートルの単結晶ダイヤモンド                          |
| MCD3             | Diamond Innovationsから入手可能な3マイクロメートルの単結晶ダイヤモンド   |
| MCD6             | Diamond Innovationsから入手可能な6マイクロメートルの単結晶ダイヤモンド   |
| MCD9             | Diamond Innovationsから入手可能な9マイクロメートルの単結晶ダイヤモンド   |
| PCD5             | Tomei Corporation of America(Cedar Park, Texas)から入手可能な5マイクロメートルの多結晶ダイヤモンド                   |
| GF*              | Specialty Glass, Inc. (Oldsmar, Florida)から「SP 1086」の商品名で入手可能な約10.6マイクロメートルの粒子サイズを有するガラスフリット |
| AlO <sub>x</sub> | 剥離剤として使用する、Fujimi Inc. (Kiyosu, Japan)から「PWA 3」の商品名で入手可能な3マイクロメートルの板状白色アルミナ                 |
| Standex230       | A. E. Staley Manufacturing Company(Decatur, Illinois)から「STANDEX 230」の商品名で入手可能なデキストリン        |
| HEC              | Sigma-Aldrich Co. LLC(St. Louis, Missouri)から入手可能なヒドロキシエチルセルロース                              |
| EG               | Sigma-Aldrich Co. LLCから入手可能な無水エチレングリコール   |
| Glyc             | Sigma-Aldrich Co. LLCから入手可能なグリセロール  |
| Sabrelube        | Chemetall(New Providence, New Jersey)から「SABRELUBE 9016」の商品名で入手可能な水性切削液                      |

10

20

\* 粒子サイズは、従来のレーザ光散乱によって測定した平均値である。

## 【0075】

## 試験方法及び調製手順

## 研磨試験1

Strasbaugh(Long Beach, California)から入手可能なModel 6Y-1の研磨機を用い、ヘッドへの負荷が重量スタックからかかるように改造して研磨を行った。201bs(9.1kg)の重量を用いて負荷をかけた。両面接着テープを用いて、直径12インチ(30.5cm)の研磨機のプラテンに直径12インチ(30.5cm)のパッドを取り付けた。パッドは、非平坦表面が、研磨するウェハに接触するように取り付けられた。プラテンは、60rpmにて回転させた。研磨機のヘッドは、掃引運動なしで、40rpmにて回転させた。直径5.1cmのウェハを保持する寸法にそれぞれ調整された、3つの等辺三角形の形状である凹部を備えるキャリアをヘッドに取り付けた。凹部の中央点は、互いに等距離に位置し、ヘッドの中心に対してずれており、これにより、ヘッドが回転したとき、三角形の各凹部の中心点が13.5cmの外周を有する円で回転する。直径5.1cm×厚さ0.5cmの3つのC面サファイアウェハをキャリアの凹部に取り付け、研磨した。研磨時間は10分とした。スラリー流量は12g/分に設定し、スラリーをパッドの中心点から約4cmの所にてパッド上へと滴下した。研磨の前後にウェハを重量測定法で測定した。測定された重量損失を用いて、ウェハ密度3.97g/cm<sup>3</sup>に基づき、除去された材料の量を求めた。マイクロメートル/分で報告する除去速度は、10分の研磨間隔にわたる3つのウェハの平均厚みの減少量である。ウェハをそれぞれ10分周期で再使用した。いずれの所与の研磨実験においても、最初の10分間には、ウェハの表面テクスチャは、研磨プロセスによってウェハ表面に生じ、研磨材複合体を含有するスラリーに関連する表面粗さに関係のない粗さを有していた場合があることに留意されたい。特に記載のない限り、各試験スラリーでは新しいパッドを使用した。

30

40

## 【0076】

## 研磨試験2

50

Engis Corporation (Wheeling, Illinois) から入手可能な電動式ヘッドを備えた Model FL-15 の研磨ツールを用いて研磨を行った。41.8 lbs (19 kg) の重量を用いて負荷をかけた。両面接着テープを用いて、直径 14 インチ (35.6 cm) の研磨機のプラテンに直径 14 インチ (35.6 cm) のパッドを取り付けた。パッドは、非平坦表面が、研磨するウェハに接触するようにプラテンに直接取り付けられた。プラテンは、50 rpm にて回転させた。研磨機のヘッドは、掃引運動なしで、40 rpm にて回転させた。直径 5.1 cm のウェハを保持する寸法にそれぞれ調整された、3 つの等辺三角形の形状である凹部を備えるキャリアをヘッドに取り付けた。凹部の中央点は、互いに等距離に位置し、ヘッドの中心に対してずれており、これにより、ヘッドが回転したとき、三角形の各凹部の中心点が 13.5 cm の外周を有する円で回転する。直径 5.1 cm × 厚さ 0.5 cm の 3 つの C 面サファイアウェハをキャリアの凹部に取り付け、研磨した。Engis Corporation から入手可能な HYPREZ MINIMISER EMC-2 ELECTRONIC DISPENSER を用いて、スラリー流量を約 1 g / 分に設定し、スラリーをパッドの中心点から約 4 cm の所にてパッド上へと噴霧した。供給機は、30 秒間隔で 4 秒間、15 psi (103 kPa) まで加圧した。研磨は 30 分とした。研磨の前後にウェハを重量測定法で測定した。測定された重量損失を用いて、ウェハ密度 3.97 g / cm<sup>3</sup> に基づき、除去された材料の量を求めた。マイクロメートル / 分で報告する除去速度は、30 分の研磨間隔にわたる 3 つのウェハの平均厚みの減少量である。ウェハをそれぞれ 30 分周期で再使用した。いずれの所与の研磨実験においても、最初の 30 分間には、ウェハの表面テクスチャは、研磨プロセスによってウェハ表面に生じ、セラミック研磨材複合体を含有するスラリーに関連する表面粗さに関係のない粗さを有していた場合があることに留意されたい。特に記載のない限り、各試験スラリーでは新しいパッドを使用した。

#### 【0077】

##### 研磨試験 3

Lapmaster International (Prospect, IL) から入手可能な LAPMASTER Model 15 の研磨機を用いて研磨を行った。両面 PSA を用いて、直径 14 インチ (35.6 cm) の研磨機のプラテンに直径 14 インチ (35.6 cm) のパッドを取り付けた。プラテンは、50 rpm にて回転させた。研磨機のヘッドは、掃引運動なしで、40 rpm にて回転させた。直径 5.1 cm のウェハを保持する寸法にそれぞれ調整された、3 つの等辺三角形の形状である凹部を備えるキャリアをヘッドに取り付けた。凹部の中央点は、互いに等距離に位置し、ヘッドの中心に対してずれており、これにより、ヘッドが回転したとき、三角形の各凹部の中心点が 13.5 cm の外周を有する円で回転する。直径 5.1 cm × 厚さ 0.5 cm の 3 つの C 面サファイアウェハをキャリアの凹部に取り付け、研磨した。研磨時間は 30 分とした。37.7 lbs (17.1 kg) 又は 75.4 lbs (34.2 kg) のいずれかの重量を用いてウェハに負荷をかけて、それぞれ 4 psi (28 kPa) 又は 8 psi (55 kPa) の研磨圧力を得た。スラリー流量は表 11 に従って各実施例について調整し、パッドの中心点から約 4 cm の所にてパッド上へと噴霧した。研磨の前後にウェハを重量測定法で測定した。測定された重量損失を用いて、ウェハ密度 3.97 g / cm<sup>3</sup> に基づき、除去された材料の量を求めた。マイクロメートル / 分で報告する除去速度は、30 分の研磨間隔にわたる 3 つのウェハの平均厚みの減少量である。ウェハをそれぞれ 30 分周期で再使用した。

#### 【0078】

##### 表面仕上げ試験

研磨後、サファイアウェハを脱イオン水ですすぎ、乾燥させた。Ra、Rz 及び Rmax を含めた表面粗さの測定値を、University of North Carolina (Charlotte, North Carolina) から入手可能な MAHR - PERTHAN PERTHOMETER model M4P を用いて測定した。スタイラスの移動は 1.5 cm に設定し、スキャン速度は 0.5 mm / 秒とした。

## 【0079】

## パッド1の調製

空隙の配列を有する、非平坦ポリプロピレンシートからパッド1を作製した。空隙は三角錐であり、63マイクロメートルの深さを有し、各側面は同一ではないが約125マイクロメートルの長さ並びに55.5度、59度及び55.5度の角部角度を有していた。パッド表面は角錐の底部を含み、角錐の先端がポリプロピレンシートに63マイクロメートル埋め込まれていた。この非平坦ポリプロピレンシートの空隙配列を図4に示す。この非平坦ポリプロピレンシートを、直径12インチ(30.5cm)を有する円形のパッド1にダイカットした。非平坦ポリプロピレンシートは、エンボス加工プロセスによって形成した。当該プロセスでは、所望のポリプロピレンシートを反転させたテクスチャを有する金属マスタートoolから、テクスチャをポリプロピレンへと形成した。マスタートoolの角錐配列は、従来の金属のダイヤモンド旋削プロセスによって製造した。マスタートoolを介したポリプロピレンシートのエンボス加工は、従来のエンボス加工技術に従って、ポリプロピレンの融解温度近くで実施した。ポリプロピレンシートの平坦面を第1のサブパッドの第1の主表面に積層した。第1のサブパッドは、両方の主表面に両面ポリエステルテープを積層した30ミル(0.762mm)厚のポリカーボネートシートであった。このテープは、3M Company (St. Paul, Minnesota) から442DLの商品名にて入手可能である。第2のサブパッドは、Dow Chemical Company (Midland, Michigan) から入手可能な溝のあるIC1010研磨パッドから切り出した直径12インチ(30.5cm)のシートで、次いで、これを第1のサブパッドの第2の主表面に両面ポリエステルテープを介して積層した。IC1010パッドの研磨表面をポリカーボネートに積層した。IC1010パッドの裏面は、接着剤及び対応する剥離ライナーを備えていた。この接着剤は、パッド構築物を研磨toolのプラテンに接着するために使用した。

10

20

## 【0080】

## パッド2の調製

空隙が正方形の底面及び深さ30ミル(0.762mm)を有する4面の角錐形状からなる点を除いて、パッド1と同様にパッド2を作製した。パッド2の形状については、米国特許第7,267,700号(Collins, et al.) (参照により本明細書に援用する)に記載されている。米国特許第7,267,700号の図5に示される通り、1つの空隙があり、正方形の底面を有する。正方形の底面の辺の長さは、1,693マイクロメートルであった。空隙の分布は、1,763マイクロメートルのピッチを有する水平-垂直の格子配列であった。このテクスチャを生成したマスタートoolは、ポリプロピレンシートのテクスチャに対応する反転したテクスチャを有していた。パッド1に関して記載した通り、同一の多層サブパッド(ポリカーボネート層及びIC1010層)を非平坦ポリプロピレンシートの平坦面に積層した。

30

## 【0081】

## パッド3の調製

空隙が、一辺の長さが380マイクロメートルである正方形の開口部を有し、深さが355マイクロメートルの逆正角錐台からなる点を除いて、パッド1と同様にパッド3を作製した。355マイクロメートルの深さで、正方形の角錐台上部の辺の長さは、314マイクロメートルであった。正角錐は、594マイクロメートルのピッチを有する水平-垂直の格子配列に配置された。このテクスチャを生成したマスタートoolは、ポリプロピレンシートのテクスチャに対応する反転したテクスチャを有していた。442DL接着剤を非平坦ポリプロピレンシートの平坦面に積層した。

40

## 【0082】

## パッド4の調製

Sabik Innovative Plastics Holding (Schiller Park, Illinois) からLEXAN FILMとして入手可能な0.051cmの厚さを有するポリカーボネートの61cm x 61cmシートからパッド4を

50

作製した。このポリカーボネートシートから 14 インチ (35.6 cm) のパッドをダイカットした。パッド 1 に関して記載した通り、同一の多層サブパッドをポリカーボネートシートの片面に積層した。

#### 【0083】

セラミック研磨材複合体 1 (CAC - 1) の調製

セラミック研磨材複合体を以下の噴霧乾燥技術を用いて水性分散液から調製した。49 g の Standex 230 を 1,100 g の脱イオン水に加え、連続的に攪拌した。10 分後、720 g の GF を 1 分の時間間隔で添加した。GF は、使用前に、約 4.2 マイクロメートルの粒子サイズに砕かれていたことに留意されたい。次いで、連続攪拌しながら、MCD9, 880 g を溶液に加えた。その後、この溶液を GEA Process Engineering A/S (Soborg, Denmark) の遠心噴霧機 MOBILE MINER 2000 で噴霧化した。噴霧円盤は、20,000 rpm で作動させた。空気は、噴霧化チャンバに 200 で供給し、液滴を形成しながら液滴を乾燥させるために用いて、噴霧乾燥したセラミック研磨材複合体を作製した。次いで、回収した複合体を AlOx と混合し、65/35 の複合体 / AlOx (重量 / 重量) の粉末ブレンドを形成した。この粉末ブレンドを 750 にて 1 時間にわたってガラス化した。冷却後、ガラス化したセラミック研磨材複合体を、約 63 マイクロメートルの開口部を有する従来型のふるいに通した。約 63 マイクロメートル以下の粒子サイズを有する、回収したガラス化セラミック研磨材複合体を CAC - 1 とした。

10

20

#### 【0084】

セラミック研磨材複合体 2 (CAC - 2) の調製

MCD9 を MCD3 に置き換えた点を除いて、CAC - 1 と同様に CAC - 2 を調製した。約 63 マイクロメートル以下の粒子サイズを有する、回収したガラス化セラミック研磨材複合体を CAC - 2 とした。

#### 【0085】

セラミック研磨材複合体 3 (CAC - 3) の調製

ガラス化した凝集体粒子を、約 109 マイクロメートルの開口部を有する従来型のふるいに通した点を除いて、CAC - 1 と同様に CAC - 3 を調製した。約 109 マイクロメートル以下の粒子サイズを有する、回収したガラス化凝集体粒子を CAC - 3 とした。

30

#### 【0086】

セラミック研磨材複合体 4 (CAC - 4) の調製

MCD9 を MCD1.5 に置き換えた点を除いて、CAC - 1 と同様に CAC - 4 を調製した。約 63 マイクロメートル以下の粒子サイズを有する、回収したガラス化凝集体粒子を CAC - 4 とした。

#### 【0087】

セラミック研磨材複合体 5 (CAC - 5) の調製

米国特許第 6,702,650 号 (Adefris) (参照により本明細書に援用する) に記載されている、第 13 欄 65 行 ~ 第 14 欄 32 行に含まれる一般手順に従って CAC - 5 を調製した。GF は、使用前に約 1.5 マイクロメートルの粒子サイズに砕いていたアルミナ - ホウケイ酸ガラスであったことに留意されたい。形成されたセラミック研磨材複合体は、4 面の角錐台であった。

40

#### 【0088】

セラミック研磨材複合体 6 (CAC - 6) の調製

MCD9 を PCD5 に置き換えた点を除いて、CAC - 1 と同様に CAC - 6 を調製した。約 63 マイクロメートル以下の粒子サイズを有する、回収したガラス化凝集体粒子を CAC - 6 とした。

#### 【0089】

セラミック研磨材複合体 7 (CAC - 7) の調製

MCD9 を MCD6 に置き換えた点を除いて、CAC - 3 と同様に CAC - 7 を調製した。約 109 マイクロメートル以下の粒子サイズを有する、回収したガラス化セラミック

50

研磨材複合体を C A C - 7 とした。

【 0 0 9 0 】

セラミック研磨材複合体 8 ( C A C - 8 ) の調製

配合を、S t a n d e x 2 3 0、8 g、脱イオン水、1 9 2 g、G F、2 4 6 g 及び M C D 3、4 1 g にした点を除いて、C A C - 1 と同様に C A C - 8 を調製した。約 6 3 マイクロメートル以下の粒子サイズを有する、回収したガラス化凝集体粒子を C A C - 8 とした。

【 0 0 9 1 】

セラミック研磨材複合体 9 ( C A C - 9 ) の調製

2 1 6 g の量の G F 及び 7 2 g の量の M C D 3 を使用した点を除いて、C A C - 8 と同様に C A C - 9 を調製した。約 6 3 マイクロメートル以下の粒子サイズを有する、回収したガラス化凝集体粒子を C A C - 9 とした。

10

【 0 0 9 2 】

セラミック研磨材複合体 1 0 ( C A C - 1 0 ) の調製

7 2 g の量の G F 及び 2 1 6 の量の M C D 3 を使用した点を除いて、C A C - 8 と同様に C A C - 1 0 を調製した。約 6 3 マイクロメートル以下の粒子サイズを有する、回収したガラス化凝集体粒子を C A C - 1 0 とした。

【 0 0 9 3 】

セラミック研磨材複合体 1 1 ( C A C - 1 1 ) の調製

4 8 の量の G F 及び 2 4 0 の量の M C D 3 を使用した点を除いて、C A C - 8 と同様に C A C - 1 1 を調製した。約 6 3 マイクロメートル以下の粒子サイズを有する、回収したガラス化凝集体粒子を C A C - 1 1 とした。

20

【 0 0 9 4 】

セラミック研磨材複合体 1 2 ( C A C - 1 2 ) の調製

2 6 の量の G F 及び 2 6 0 の量の M C D 3 を使用した点を除いて、C A C - 8 と同様に C A C - 1 2 を調製した。約 6 3 マイクロメートル以下の粒子サイズを有する、回収したガラス化凝集体粒子を C A C - 1 2 とした。

【 0 0 9 5 】

研磨材複合体 1 3 ( C A C - 1 3 ) の調製

1 8 の量の G F 及び 2 7 0 の量の M C D 3 を使用した点を除いて、C A C - 8 と同様に C A C - 1 3 を調製した。約 6 3 マイクロメートル以下の粒子サイズを有する、回収したガラス化凝集体粒子を C A C - 1 3 とした。

30

【 0 0 9 6 】

セラミック研磨材複合体 1 4 ( C A C - 1 4 ) の調製

9 の量の G F 及び 2 7 9 の量の M C D 3 を使用した点を除いて、C A C - 8 と同様に C A C - 1 4 を調製した。約 6 3 マイクロメートル以下の粒子サイズを有する、回収したガラス化凝集体粒子を C A C - 1 4 とした。

【 0 0 9 7 】

複合体ビーズ 1 ( C B - 1 ) の調製

米国特許第 6 , 6 4 5 , 6 2 4 号 ( A d e f r i s , e t . a l . ) ( 参照により本明細書に援用する ) の実施例 1 に関して記載された手順により、1 マイクロメートルのダイヤモンドを M C D 6 に置き換えて、複合体ビーズ 1 を調製した。焼成後、粒子を 6 3 μ m 未満にふるい分けした。

40

【 0 0 9 8 】

凝集体 1 ( A g g l - 1 ) の調製

米国特許第 7 , 3 9 9 , 3 3 0 号 ( S c h w a b e l , e t . a l . ) ( 参照により本明細書に援用する ) に従って、実施例 1 5 ~ 2 4 について第 1 9 欄 1 9 ~ 2 7 行に記載されているように、1 5 0 g の M C D 3 を 5 g の G F ( 入手した状態のまま ) と混合して、凝集体 1 を調製した。H o b a r t F o o d M i x e r に代えて、エア駆動式攪拌機及び攪拌翼を用いた。この混合物を 5 / 分で 7 5 0 まで 2 時間加熱し、冷却し、6 3

50

マイクロメートル未満にふるい分けた。

【 0 0 9 9 】

( 実施例 1 )

1 0 g の C A C - 1 ( 約 6 5 重量 % の研磨材複合体及び約 3 5 重量 % の A l O x を含む )、1 0 g の H E C 及び 5 0 g の S a b r e l u b e 並びに 1 , 0 0 0 g の脱イオン ( D I ) 水を含む水溶液を形成することによって、スラリーを調製した。溶液を、使用前に、従来型の高剪断ミキサーを約 3 0 分間用いて混合した。

【 0 1 0 0 】

( 実施例 2 )

C A C - 1 を C A C - 2 に置き換えた点を除いて、実施例 1 の手順に従ってスラリーを調製した。

10

【 0 1 0 1 】

研磨試験 1 をパッド 1 とともに用いて、除去速度データを、実施例 1 及び実施例 2 のスラリーを使用して C 面サファイアウェハを研磨することにより取得した。結果を表 1 に示す。

【 0 1 0 2 】

【 表 2 】

表 1

| 研磨時間(分)                                     | 10    | 20    | 30    | 40    | 50    | 60    | 70    | 80    | 90    | 100   |
|---|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 実施例 1<br>除去速度<br>( $\mu\text{m}/\text{分}$ ) | 0. 22 | 0. 25 | 0. 25 | 0. 22 | 0. 22 | 0. 21 | —     | —     | —     | —     |
| 実施例 2<br>除去速度<br>( $\mu\text{m}/\text{分}$ ) | 0. 22 | 0. 21 | 0. 20 | 0. 20 | 0. 19 | 0. 17 | 0. 15 | 0. 16 | 0. 16 | 0. 14 |

20

【 0 1 0 3 】

( 実施例 3 )

C A C - 1 を C A C - 3 に置き換えた点を除いて、実施例 1 の手順に従ってスラリーを調製した。

【 0 1 0 4 】

( 実施例 4 )

1 0 g の C A C - 3、1 0 g の H E C 及び 1 , 0 0 0 g の E G を含む非水性溶液を形成することによってスラリーを調製した。溶液を、使用前に、従来型の高剪断ミキサーを約 3 0 分間用いて混合した。

30

【 0 1 0 5 】

( 実施例 5 )

C A C - 3 を C A C - 1 に置き換えた点を除いて、実施例 4 の手順に従ってスラリーを調製した。

【 0 1 0 6 】

研磨試験 1 をパッド 1 とともに用いて、除去速度データを、実施例 3、実施例 4 及び実施例 5 のスラリーを使用して C 面サファイアウェハを研磨することにより取得した。結果を表 2 に示す。

40

【 0 1 0 7 】



## 【表 3】

表2

| 研磨時間(分)                                    | 10   | 20   | 30   | 40   | 50   | 60   | 70   | 80   | 90   | 100  |
|--|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| 実施例3<br>除去速度<br>( $\mu\text{m}/\text{分}$ ) | 0.28 | 0.33 | 0.36 | 0.34 | 0.29 | 0.31 | 0.33 | 0.30 | 0.30 | 0.30 |
| 実施例4<br>除去速度<br>( $\mu\text{m}/\text{分}$ ) | 0.86 | 0.94 | 0.92 | 0.92 | 0.97 | 0.98 | 0.97 | 0.93 | 0.90 | 0.66 |
| 実施例5<br>除去速度<br>( $\mu\text{m}/\text{分}$ ) | 0.43 | 0.62 | 0.62 | 0.65 | 0.67 | —    | —    | —    | —    | —    |

10

## 【0108】

(実施例6)

CAC-3をCAC-2に置き換えた点を除いて、実施例4の手順に従ってスラリーを調製した。

## 【0109】

(実施例7)

CAC-3をCAC-4に置き換えた点を除いて、実施例4の手順に従ってスラリーを調製した。

## 【0110】

研磨試験1をパッド1とともに用いて、除去速度データを、実施例6、実施例7及び比較目的の実施例5のスラリーを使用してC面サファイアウェハを研磨することにより取得した。結果を表3に示す。

20

## 【0111】

## 【表 4】

表3

| 研磨時間(分)                                | 10   | 20   | 30   | 40   | 50   |
|--|------|------|------|------|------|
| 実施例5除去速度<br>( $\mu\text{m}/\text{分}$ ) | 0.43 | 0.62 | 0.62 | 0.65 | 0.67 |
| 実施例6除去速度<br>( $\mu\text{m}/\text{分}$ ) | 0.89 | 1.00 | 1.06 | —    | —    |
| 実施例7除去速度<br>( $\mu\text{m}/\text{分}$ ) | 0.46 | 0.50 | 0.49 | 0.49 | 0.51 |

30

## 【0112】

(実施例8)

10gのCAC-3及び1,000gのGlycを含有する非水性溶液を形成することによってスラリーを調製した。溶液を、使用前に、従来型の高剪断ミキサーを約30分間用いて混合した。

## 【0113】

(実施例9)

10gのCAC-3、100gの脱イオン水及び900gのGlycを含有する非水性溶液を形成することによってスラリーを調製した。溶液を、使用前に、従来型の高剪断ミキサーを約30分間用いて混合した。

40

## 【0114】

(実施例10)

100gの脱イオン水及び900gのGlycの代わりに200gの脱イオン水及び800gのGlycを用いた点を除いて、実施例9の手順に従ってスラリーを調製した。

## 【0115】

(実施例11)

100gの脱イオン水及び900gのGlycの代わりに300gの脱イオン水及び700gのGlycを用いた点を除いて、実施例9の手順に従ってスラリーを調製した。

50

## 【 0 1 1 6 】

研磨試験 1 をパッド 1 とともに用いて、除去速度データを、実施例 8 ～ 実施例 1 1 のスラリーを使用して C 面サファイアウェハを研磨することにより取得した。結果を表 4 に示す。実施例 8 ～ 1 1 の試験には、1 つのパッドのみを用いたことに留意されたい。

## 【 0 1 1 7 】

## 【 表 5 】

表 4

| 研磨時間<br>(分)                                  | 10   | 20   | 30   | 40   | 50   | 60   | 70   | 80   | 90   | 100  | 110  | 120  |
|--|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| 実施例 8<br>除去速度<br>( $\mu\text{m}/\text{分}$ )  | 0.21 | 0.03 | —    | —    | —    | —    | —    | —    | —    | —    | —    | —    |
| 実施例 9<br>除去速度<br>( $\mu\text{m}/\text{分}$ )  | —    | —    | —    | —    | —    | —    | 0.41 | 0.40 | —    | —    | —    | —    |
| 実施例 10<br>除去速度<br>( $\mu\text{m}/\text{分}$ ) | —    | —    | 0.56 | 0.67 | 0.66 | 0.67 | —    | —    | —    | —    | —    | —    |
| 実施例 11<br>除去速度<br>( $\mu\text{m}/\text{分}$ ) | —    | —    | —    | —    | —    | —    | —    | —    | 0.69 | 0.69 | 0.64 | 0.63 |

10

## 【 0 1 1 8 】

## ( 実施例 1 2 )

10 g の C A C - 5、10 g の H E C 及び 1,000 g の E G を含有する非水性溶液を形成することによってスラリーを調製した。溶液を、使用前に、従来型の高剪断ミキサーを約 30 分間用いて混合した。

20

## 【 0 1 1 9 】

研磨試験 1 をパッド 2 とともに用いて、除去速度データを、実施例 1 2 のスラリーを使用して C 面サファイアウェハを研磨することにより取得した。結果を表 5 に示す。

## 【 0 1 2 0 】

## 【 表 6 】

表 5

| 研磨時間(分)                                   | 10   | 20   | 30   | 40   | 50   |
|---|------|------|------|------|------|
| 実施例 12 除去速度<br>( $\mu\text{m}/\text{分}$ ) | 3.14 | 4.58 | 4.36 | 4.17 | 3.89 |

30

## 【 0 1 2 1 】

## ( 実施例 1 3 )

10 g の C A C - 6 及び 1,000 g の E G を含有する非水性溶液を形成することによってスラリーを調製した。溶液を、使用前に、従来型の高剪断ミキサーを約 30 分間用いて混合した。

## 【 0 1 2 2 】

研磨試験 1 をパッド 1 とともに用いて、除去速度データを、実施例 1 3 のスラリーを使用して C 面サファイアウェハを研磨することにより取得した。結果を表 6 に示す。

40

## 【 0 1 2 3 】

## 【 表 7 】

表 6

| 研磨時間(分)                                   | 10   | 20   | 30   | 40   | 50   |
|---|------|------|------|------|------|
| 実施例 13 除去速度<br>( $\mu\text{m}/\text{分}$ ) | 0.65 | 0.76 | 0.75 | 0.76 | 0.76 |

## 【 0 1 2 4 】

表面仕上げ試験を用いて、上記の幾つかの研磨試験から得たサファイアウェアの表面仕

50

上げを測定した。値を表 7 に報告する。

【 0 1 2 5 】

【 表 8 】

表 7

| 実施例 | Ra ( $\mu$ m ) | Rz ( $\mu$ m ) | Rmax ( $\mu$ m ) |
|-----|----------------|----------------|------------------|
| 4   | 0. 05          | 0. 42          | 0. 50            |
| 5   | 0. 05          | 0. 48          | 1. 04            |
| 6   | 0. 04          | 0. 38          | 0. 70            |
| 7   | 0. 02          | 0. 20          | 0. 29            |
| 12  | 0. 37          | 3. 67          | 5. 0             |
| 13  | 0. 03          | 0. 28          | 0. 35            |

10

【 0 1 2 6 】

( 実施例 1 4 )

1 0 g の C A C - 7 及び 1 , 0 0 0 g の E G を含有する非水性溶液を形成することによってスラリーを調製した。溶液を、使用前に、従来型の高剪断ミキサーを約 3 0 分間用いて混合した。

【 0 1 2 7 】

比較例 1 5 ( C E - 1 5 )

C A C - 7 を C B - 1 に置き換えた点を除いて、実施例 1 4 の手順に従ってスラリーを調製した。

20

【 0 1 2 8 】

研磨試験 2 をパッド 3 とともに用いて、除去速度データを、実施例 1 4 及び C E - 1 5 のスラリーを使用して C 面サファイアウェハを研磨することにより取得した。結果を表 8 に示す。

【 0 1 2 9 】

【 表 9 】

表 8

| 研磨時間(分)                     | 30    | 60    | 90    | 120   |
|-----------------------------|-------|-------|-------|-------|
| 実施例 14 除去速度 ( $\mu$ m / 分 ) | 0. 29 | 0. 86 | 0. 92 | 0. 92 |
| CE-15 速度 ( $\mu$ m / 分 )    | . 06  | . 06  | . 05  | —     |

30

【 0 1 3 0 】

( 実施例 1 6 )

C A C - 7 を C A C - 2 に置き換えた点を除いて、実施例 1 4 の手順に従ってスラリーを調製した。

【 0 1 3 1 】

比較例 1 7 ( C E - 1 7 )

C A C - 7 を A g g 1 - 1 に置き換えた点を除いて、実施例 1 4 の手順に従ってスラリーを調製した。

【 0 1 3 2 】

研磨試験 2 をパッド 3 とともに用いて、除去速度データを、実施例 1 6 及び C E - 1 7 のスラリーを使用して C 面サファイアウェハを研磨することにより取得した。結果を表 9 に示す。

40

【 0 1 3 3 】

【 表 1 0 】

表 9

| 研磨時間(分)                     | 30    | 60    | 90    | 120   | 150   | 180   |
|-----------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 実施例 16 除去速度 ( $\mu$ m / 分 ) | —     | —     | —     | 1. 27 | 1. 40 | 1. 47 |
| CE-17 速度 ( $\mu$ m / 分 )    | 0. 44 | 0. 42 | 0. 38 | —     | —     | —     |

50

## 【 0 1 3 4 】

( 実施例 1 8 )

C A C - 7 を C A C - 8 に置き換えた点を除いて、実施例 1 4 の手順に従ってスラリーを調製した。

## 【 0 1 3 5 】

( 実施例 1 9 )

C A C - 7 を C A C - 9 に置き換えた点を除いて、実施例 1 4 の手順に従ってスラリーを調製した。

## 【 0 1 3 6 】

( 実施例 2 0 )

C A C - 7 を C A C - 2 に置き換えた点を除いて、実施例 1 4 の手順に従ってスラリーを調製した。

## 【 0 1 3 7 】

( 実施例 2 1 )

C A C - 7 を C A C - 1 0 に置き換えた点を除いて、実施例 1 4 の手順に従ってスラリーを調製した。

## 【 0 1 3 8 】

( 実施例 2 2 )

C A C - 7 を C A C - 1 1 に置き換えた点を除いて、実施例 1 4 の手順に従ってスラリーを調製した。

## 【 0 1 3 9 】

( 実施例 2 3 )

C A C - 7 を C A C - 1 2 に置き換えた点を除いて、実施例 1 4 の手順に従ってスラリーを調製した。

## 【 0 1 4 0 】

( 実施例 2 4 )

C A C - 7 を C A C - 1 3 に置き換えた点を除いて、実施例 1 4 の手順に従ってスラリーを調製した。

## 【 0 1 4 1 】

( 実施例 2 5 )

C A C - 7 を C A C - 1 4 に置き換えた点を除いて、実施例 1 4 の手順に従ってスラリーを調製した。

## 【 0 1 4 2 】

研磨試験 1 をパッド 1 とともに用いて、除去速度データを、実施例 1 8、1 9、2 1 ~ 2 5 のスラリーを使用して C 面サファイアウェハを研磨することにより取得した。研磨試験 3 をパッド 1 とともに用いて、除去速度データを、実施例 2 0 のスラリーを使用して C 面サファイアウェハを研磨することにより取得した。結果を表 1 0 に示す。

## 【 0 1 4 3 】

10

20

30

【表 1 1】

表10

| 研磨時間(分)                                 | 30   | 60   | 90   | 120  | 平均*  |
|---|------|------|------|------|------|
| 実施例18除去速度<br>( $\mu\text{m}/\text{分}$ ) | 0.76 | 0.81 | 0.80 | 0.80 | 0.79 |
| 実施例19除去速度<br>( $\mu\text{m}/\text{分}$ ) | 0.79 | 0.80 | 0.94 | 0.97 | 0.88 |
| 実施例20除去速度<br>( $\mu\text{m}/\text{分}$ ) | 0.85 | 0.81 | 0.84 | 0.82 | 0.83 |
| 実施例21除去速度<br>( $\mu\text{m}/\text{分}$ ) | 0.79 | 0.72 | 0.67 | 0.61 | 0.7  |
| 実施例22除去速度<br>( $\mu\text{m}/\text{分}$ ) | 0.37 | 0.35 | 0.36 | 0.36 | 0.36 |
| 実施例23除去速度<br>( $\mu\text{m}/\text{分}$ ) | 0.30 | 0.27 | 0.22 | 0.20 | 0.25 |
| 実施例24除去速度<br>( $\mu\text{m}/\text{分}$ ) | 0.19 | 0.15 | 0.16 | 0.12 | 0.15 |
| 実施例25除去速度<br>( $\mu\text{m}/\text{分}$ ) | 0.14 | 0.13 | 0.13 | 0.14 | 0.14 |

\* 4つのデータポイントの平均

## 【0144】

(実施例26～66)

実施例26～76は、適切な量のCAC-2をEG1と混合することによって調製した。溶液を、使用前に、従来型の高剪断ミキサーを約30分間用いて混合した。スラリー中のCAC-2の濃度(重量ベース)は、表11に従って各実施例について調整した。CAC-2がパッドに適用される速度( $\text{mg}/\text{分}$ )についても表11に示す。この速度は、スラリー流量( $\text{g}/\text{分}$ )にスラリー中のCAC-2の濃度を乗じ、次いで1,000を乗じることによって得た。例えば、実施例31のCAC-2速度( $\text{mg}/\text{分}$ )は、次のように算出した。 $0.005\text{ g CAC-2} / \text{gスラリー} \times 1\text{ gスラリー} / \text{分} \times 1,000\text{ mg} / \text{g} = 5\text{ mg} / \text{分}$  CAC-2がパッドに適用される速度はまた、パッド表面積 $0.10\text{ m}^2$ に対して正規化した。例えば、実施例31について、パッド表面積に対して正規化した、CAC-2が研磨パッドに適用される速度は、 $50(\text{mg}/\text{分}) / \text{m}^2$ であった。

## 【0145】

研磨試験3をパッド4とともに用いて、除去速度データを、実施例26～66のスラリーを使用してC面サファイアウェハを研磨することにより取得した。結果を表11に示す。

## 【0146】

【表 1 2】

表 11

| 実施例 | ウェハ圧力<br>(kPa (psi)) | CAC-2濃度<br>(重量%) | スラリー流量<br>(g/分) | CAC-2速度<br>(mg/分) | CAC-2速度*<br>(mg/分)/m <sup>2</sup> | 除去速度<br>(μm/分) |
|-----|----------------------|------------------|-----------------|-------------------|-----------------------------------|----------------|
| 26  | 28(4)                | 0.17             | 3               | 5                 | 50                                | 0.24           |
| 27  | 28(4)                | 0.25             | 0.5             | 1.25              | 12.5                              | 0.34           |
| 28  | 28(4)                | 0.25             | 1               | 2.5               | 25                                | 0.5            |
| 29  | 28(4)                | 0.50             | 3               | 15                | 150                               | 0.5            |
| 30  | 28(4)                | 0.83             | 3               | 25                | 250                               | 0.71           |
| 31  | 28(4)                | 1.00             | 0.5             | 5                 | 50                                | 0.5            |
| 32  | 28(4)                | 1.00             | 1               | 10                | 100                               | 0.85           |
| 33  | 28(4)                | 1.00             | 3               | 30                | 300                               | 0.86           |
| 34  | 28(4)                | 1.50             | 1               | 15                | 150                               | 1.09           |
| 35  | 28(4)                | 1.50             | 3               | 45                | 450                               | 1.08           |
| 36  | 28(4)                | 2.00             | 0.5             | 10                | 100                               | 1.05           |
| 37  | 28(4)                | 2.00             | 1               | 20                | 200                               | 0.2            |
| 38  | 28(4)                | 2.00             | 3               | 60                | 600                               | 0.22           |
| 39  | 28(4)                | 4.00             | 0.5             | 20                | 200                               | 0.19           |
| 40  | 28(4)                | 4.00             | 1               | 40                | 400                               | 0.16           |
| 41  | 28(4)                | 4.00             | 3               | 120               | 1,200                             | 0.14           |
| 42  | 28(4)                | 8.00             | 0.5             | 40                | 400                               | 0.16           |
| 43  | 28(4)                | 8.00             | 1               | 80                | 800                               | 0.13           |
| 44  | 28(4)                | 8.00             | 3               | 240               | 2,400                             | 0.13           |
| 45  | 41(6)                | 0.50             | 1               | 5                 | 50                                | 0.49           |
| 46  | 41(6)                | 1.00             | 1               | 10                | 100                               | 0.83           |
| 47  | 41(6)                | 2.00             | 1               | 20                | 200                               | 1.37           |
| 48  | 55(8)                | 0.50             | 0.5             | 2.5               | 25                                | 0.32           |
| 49  | 55(8)                | 0.50             | 1               | 5                 | 50                                | 0.52           |
| 50  | 55(8)                | 0.50             | 3               | 15                | 150                               | 0.42           |
| 51  | 55(8)                | 1.00             | 0.5             | 5                 | 50                                | 0.53           |
| 52  | 55(8)                | 1.00             | 1               | 10                | 100                               | 0.8            |
| 53  | 55(8)                | 1.00             | 3               | 30                | 300                               | 0.93           |
| 54  | 55(8)                | 1.50             | 3               | 45                | 450                               | 1.28           |
| 55  | 55(8)                | 2.00             | 0.5             | 10                | 100                               | 1.44           |
| 56  | 55(8)                | 2.00             | 1               | 20                | 200                               | 1.31           |
| 57  | 55(8)                | 2.00             | 3               | 60                | 600                               | 1.46           |
| 58  | 55(8)                | 3.00             | 0.5             | 15                | 150                               | 1.28           |
| 59  | 55(8)                | 3.00             | 1               | 30                | 300                               | 1.49           |
| 60  | 55(8)                | 3.00             | 3               | 90                | 900                               | 1.37           |
| 61  | 55(8)                | 4.00             | 0.5             | 20                | 200                               | 0.81           |
| 62  | 55(8)                | 4.00             | 1               | 40                | 400                               | 1.39           |
| 63  | 55(8)                | 4.00             | 3               | 120               | 1,200                             | 0.98           |
| 64  | 55(8)                | 8.00             | 0.5             | 40                | 400                               | 0.49           |
| 65  | 55(8)                | 8.00             | 1               | 80                | 800                               | 0.55           |
| 66  | 55(8)                | 8.00             | 3               | 240               | 2,400                             | 0.22           |

\* パッド表面積に対して正規化

【0147】

本発明の他の実施形態は、添付の請求項の範囲内である。

10

20

30

40



## 【国際調査報告】

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.  
PCT/US14/56750

| <b>A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER</b><br>IPC(8) - B24B 7/20; B24D 3/10, 3/18 (2014.01)<br>CPC - B24B 7/20; B24D 3/10, 3/18<br>According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC   |  |  |
|--|--|--|
| <b>B. FIELDS SEARCHED</b><br>Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)<br>IPC(8) - B24B 7/20, 7/24; B24D 3/10, 3/18 (2014.01)<br>CPC - B24B 7/20; B24D 3/10, 3/18<br>Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched<br>Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)<br>MicroPatent (US-G, US-A, EP-A, EP-B, WO, JP-bib, DE-C,B, DE-A, DE-T, DE-U, GB-A, FR-A); Google Scholar; EEE.com; ProQuest; polish, grind, cut, fluid, liquid, solution, slurry, aqueous, ceramic, porcelain, silicate, alumina, zirconia, carbide, abrasive particle, porous, cavity, cellular, glass, silicon oxide, silica, fused, dispersed, dissolved, suspended   |  |  |
| <b>C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT</b>  |  |  |
| Category*  | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages   | Relevant to claim No.  |
| X  | US 6,551,366 B1 (D'SOUZA, AS et al.) 22 April 2003; column 3, lines 5-29; column 3, lines 51-57; column 4, lines 54-67; column 10, lines 63-64; column 15, lines 60-64; column 16, lines 59-63 | 1-2, 3/1-2, 4/1-2  |
| A  | US 6,194,317 B1 (KAISAKI, DA et al.) 27 February 2001; entire document   | 1-2, 3/1-2, 4/1-2  |
| A  | US 8,162,723 B2 (SPIRO, C et al.) 24 April 2012; entire document   | 1-2, 3/1-2, 4/1-2  |
| A  | US 2011/0204027 A1 (MORIYA, T) 25 August 2011; entire document   | 1-2, 3/1-2, 4/1-2  |
| <input type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input type="checkbox"/>   |  |  |
| * Special categories of cited documents:<br>"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance<br>"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date<br>"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)<br>"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means<br>"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed<br>"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention<br>"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone<br>"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art<br>"&" document member of the same patent family |  |  |
| Date of the actual completion of the international search<br>01 December 2014 (01.12.2014)   |  | Date of mailing of the international search report<br><b>22 DEC 2014</b>                   |
| Name and mailing address of the ISA/US<br>Mail Stop PCT, Attn: ISA/US, Commissioner for Patents<br>P.O. Box 1450, Alexandria, Virginia 22313-1450<br>Facsimile No. 571-273-3201  |  | Authorized officer:<br>Shane Thomas<br>PCT Helpdesk: 571-272-4300<br>PCT OSP: 571-272-1774 |



## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/US14/56750

**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.: 5-16  
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

|             |              |             |
|-------------|--------------|-------------|
| (51)Int.Cl. | F I          | テーマコード (参考) |
|             | C 0 9 G 1/02 |             |
|             | C 0 9 K 3/14 | 5 5 0 F     |
|             | C 0 9 K 3/14 | 5 5 0 D     |

(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, RO, 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, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, 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 ラグ , ポール , エス .  
 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 3 3 4 2 7 , スリーエム センター

(72)発明者 レフ , デュイ , ケー .  
 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 3 3 4 2 7 , スリーエム センター

F ターム (参考) 3C158 AA07 EB05 EB09 EB28 ED04 ED05 ED09 ED11 ED12 ED13  
 ED15 ED21 ED26 ED28  
 5F057 AA28 BA11 BB03 BB09 BB12 BB40 CA11 DA03 EA01 EA06  
 EA08 EA09 EA11 EA15 EA29 EA30