

(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2019-513161

(P2019-513161A)

(43) 公表日 令和1年5月23日 (2019.5.23)

(51) Int. Cl.	F I	テーマコード (参考)
C09K 3/14 (2006.01)	C09K 3/14 550D	3C158
C09G 1/02 (2006.01)	C09K 3/14 550F	5F057
B24B 37/00 (2012.01)	C09G 1/02	
B24B 37/26 (2012.01)	B24B 37/00 H	
H01L 21/304 (2006.01)	B24B 37/26	
審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 27 頁) 最終頁に続く		

(21) 出願番号 特願2018-543208 (P2018-543208)
 (86) (22) 出願日 平成29年2月10日 (2017.2.10)
 (85) 翻訳文提出日 平成30年8月15日 (2018.8.15)
 (86) 国際出願番号 PCT/US2017/017379
 (87) 国際公開番号 W02017/142805
 (87) 国際公開日 平成29年8月24日 (2017.8.24)
 (31) 優先権主張番号 62/295,760
 (32) 優先日 平成28年2月16日 (2016.2.16)
 (33) 優先権主張国 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】 研磨システム、並びにその製造方法及び使用方法

(57) 【要約】

研磨システムは、研磨される基材と、研磨パッドとを含む。研磨パッドは、基層及び耐摩耗層を含む。システムは、研磨パッドと基材との間に配置された研磨溶液を更に含む。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、流体成分中に分散されている。

【選択図】 図1

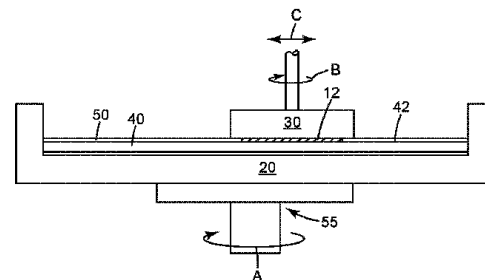


Fig. 1

【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

研磨される基材と、
基層及び耐摩耗性層を含む研磨パッドと、
前記研磨パッドと前記基材との間に配置された研磨溶液と
を含む、研磨システムであって、
前記研磨溶液が、流体成分及び複数のセラミック研磨材複合体を含み、
前記セラミック研磨材複合体が、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み、
前記多孔質セラミックマトリックスの少なくとも一部が、ガラス質セラミック材料を含
み、
前記セラミック研磨材複合体が、前記流体成分中に分散されている、研磨システム。

【請求項 2】

前記基層が、前記基材の最も近くに位置する第 1 の主面を有し、前記耐摩耗性層が、前
記基層の前記第 1 の主面上に配置されている、請求項 1 に記載の研磨システム。

【請求項 3】

前記耐摩耗性層が、超高分子量ポリエチレンを含む、請求項 1 に記載の研磨システム。

【請求項 4】

前記耐摩耗性層が、1～5ミルの平均厚さを有する、請求項 1 に記載の研磨システム。

【請求項 5】

前記基層が高分子である、請求項 1 に記載の研磨システム。

【請求項 6】

前記基層がポリプロピレンを含む、請求項 1 に記載の研磨システム。

【請求項 7】

前記研磨パッドが、前記基層の前記主面のうちいずれか又は両方から前記基層へ延びて
いる複数のキャビティを更に含む、請求項 1 に記載の研磨システム。

【請求項 8】

前記流体成分が、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 に記載の研磨システム。

【請求項 9】

前記研磨粒子が、ダイヤモンド、立方晶窒化ホウ素、熔融酸化アルミニウム、セラミッ
ク酸化アルミニウム、熱処理済み酸化アルミニウム、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 に記載の研磨システム。

【請求項 10】

前記研磨粒子がダイヤモンドを含む、請求項 1 に記載の研磨システム。

【請求項 11】

前記セラミック研磨材複合体が、500ミクロン未満の平均粒径を有する、請求項 1 に
記載の研磨システム。

【請求項 12】

前記セラミック研磨材複合体の平均サイズが、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 に記載の研磨システム。

【請求項 13】

前記多孔質セラミックマトリックスが、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 に記載の研磨システム。

【請求項 14】

前記流体成分中の前記研磨材複合体の濃度が、0.065重量%～6.5重量%である
、請求項 1 に記載の研磨システム。

【請求項 15】

前記多孔質セラミックマトリックスが、少なくとも 40 重量%のガラス質セラミック材

料を含む、請求項 1 に記載の研磨システム。

【請求項 16】

基材を研磨する方法であって、
研磨される基材を準備することと、
基層及び耐摩耗性層を含む研磨パッドを準備することと、
流体成分及び複数のセラミック研磨材複合体を含む研磨溶液を準備することであって、
前記セラミック研磨材複合体が、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み、
前記多孔質セラミックマトリックスの少なくとも一部が、ガラス質セラミック材料を含み、
前記セラミック研磨材複合体が、前記流体成分中に分散されている、研磨溶液を準備することと、
前記基材と前記研磨パッドとの間に前記研磨溶液を位置決めすることと、
前記基材が研磨されるように、前記基材及び前記研磨パッドを互いに対して動かすことと
を含む、方法。

10

【発明の詳細な説明】

【発明の詳細な説明】

20

【0001】

[分野]

本開示は、基材の研磨に有用な研磨溶液及びかかる研磨溶液の使用方法に関する。

【0002】

[背景]

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、及び方法は、例えば、C. Z. Li et al., Proc. IMechE Vol. 225 Part B: J. Engineering Manufacture、及び Y. Wang, et al., Advanced Materials Research Vols. 126 - 128 (2010) pp 429 - 434 (2010) Trans Tech Publications, Switzerland に記載されている。

30

【0003】

[概要]

いくつかの実施形態において、研磨システムが提供される。システムは、研磨される基材と、研磨パッドとを含む。

【0004】

研磨パッドは、基層及び耐摩耗層を含む。

【0005】

システムは、研磨パッドと基材との間に配置された研磨溶液を更に含む。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。

40

【0006】

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、流体成分中に分散されている。

【0007】

いくつかの実施形態において、基材の研磨の方法が提供される。方法は、研磨される基材を準備することと、研磨パッドを準備することとを含む。研磨パッドは、基層及び耐摩耗層を含む。方法は、研磨溶液を準備することを更に含む。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。

50

【 0 0 0 8 】

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。方法は、基材と研磨パッドとの間に研磨溶液を位置決めすることと、基材が研磨されるように、基材及び研磨パッドを互いに対して動かすこととを更に含む。

【 0 0 0 9 】

上記の本開示の概要は、本開示の各実施形態を説明することを意図したものではない。本開示の1つ以上の実施形態の詳細は、以下の説明にも記載される。本開示の他の特徴、目的及び利点は、説明及び特許請求の範囲から明らかになる。

10

【 図面の簡単な説明 】

【 0 0 1 0 】

以下の本開示の様々な実施形態の詳細な説明を、添付図面と併せて考慮することで、本開示をより完全に理解することができる。

【 図 1 】 本開示のいくつかの実施形態による物品及び方法を利用するための研磨システムの一例の概略図を示す。

【 図 2 A 】 本開示のいくつかの実施形態による研磨パッドの斜視上面図を示す。

【 図 2 B 】 本開示のいくつかの実施形態による研磨パッドの概略断面図を示す。

【 図 2 C 】 本開示のいくつかの実施形態による研磨パッドの概略断面図を示す。

【 0 0 1 1 】

20

[詳細な説明]

定義

本明細書で使用する場合、単数形「a」、「an」及び「the」は、その内容が特に明確に指示しない限り、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される場合、用語「又は」は、その内容が特に明確に指示しない限り、一般的に「及び/又は」を包含する意味で用いられる。

【 0 0 1 2 】

本明細書において使用される端点による数値範囲の記載は、その範囲内に含まれる全ての数を含む（例えば、1～5は、1、1.5、2、2.75、3、3.8、4及び5を含む）。

30

【 0 0 1 3 】

特に指示がない限り、本明細書及び実施形態で使用する量又は成分、特性の測定値等を表す全ての数は、全ての場合、「約」という用語によって修飾されていると解するものとする。したがって、特に指示がない限り、前述の明細書及び添付の実施形態の列挙において示す数値パラメータは、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依存して変化しうる。最低でも、請求項記載の実施形態の範囲への均等論の適用を限定する試みとしてではなく、各数値パラメータは少なくとも、報告される有効桁の数に照らして、通常の四捨五入を適用することにより、解釈されるべきである。

【 0 0 1 4 】

40

現在、超硬基材（例えば、サファイア基材）仕上げ法は、研磨材充填金属板の使用と、それに続くコロイドシリカスラリーを用いた化学機械研磨を伴う、固定研磨プロセス又は研磨プロセスである。超硬基材のラッピング及び研磨の課題は、かかるプロセスの既知のバージョンを使用しても解決されてはいない。例えば、不適切な材料除去速度、不十分な表面仕上げ、表面下損傷、高コスト、及びプロセス全体の困難さの全てが、かかる既知のプロセスと関連付けられてきた。

【 0 0 1 5 】

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、システム及び方法を対象とする。

【 0 0 1 6 】

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

50

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。

【0017】

図1は、本開示のいくつかの実施形態による物品及び方法を利用するための研磨システム10の一例を概略的に図示する。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の主面の周囲に配置される研磨溶液50の層を含んでいてもよい。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(矢印A)、研磨パッド40を動かし、研磨動作を実行できる。研磨パッド40及び研磨溶液50は、別々に、又は組み合わせて、機械的及び/又は化学的に、基材12の主面から材料を除去するか、又はこれを研磨する、研磨環境を定義できる。研磨システム10を用いて基材12の主面を研磨するため、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に対して圧迫できる。次に、プラテン20(そしてそれゆえ研磨パッド40)及び/又はキャリアアセンブリ30を、互いに対して動かし、基材12を研磨パッド40の加工面42全体にわたって並進させる。キャリアアセンブリ30は、回転(矢印B)でき、任意選択により水平方向に横断(矢印C)できる。結果として、研磨環境中の研磨粒子(研磨パッド40内及び/若しくは研磨溶液50中に含有し得る)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の研磨のシステム10は、本開示の物品及び方法との関連で用いてもよい研磨システムの一つにすぎず、他の従来の研磨システムを、本開示の範囲を逸脱することなく使用できることを理解されたい。

10

20

【0018】

いく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の主面65、67(例えば、第1及び第2の主平面)を有するポリマー材料の基層を含むことができる。研磨パッドは、基層の第1及び第2の主面65、67のいずれか又は両方から基層へ延びている複数のキャビティを更に含んでよい。例えば、図2A~2Cに示すように、研磨パッド40は、第1の主面65を有する基層60と、第1の主面65から基層60へ延びている複数のキャビティ70とを含んでよい。キャビティ70は、任意の所望の距離で(例えば、基層60全体にわたって)基層60へ延びていてよい。あるいは、基層60の第1及び第2の主面のいずれかは又は両方とも、連続面であってよい(すなわち、キャビティを含まない)。第1の主面がキャビティを含み、第2の主面が連続している実施形態では、いずれかの主面が加工面42(すなわち、研磨される基材に最も近く、研磨プロセス中に研磨溶液と接触することが意図されるパッドの表面)として用いられ得ることを理解されたい。

30

【0019】

例示的な実施形態では、研磨パッド40の基層をポリマー材料で形成してよい。例えば、基層は、熱可塑性材料、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。いくつかの実施形態では、基層は、ポリプロピレンを含んでよい又はそれから形成されてよい。基層は、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、基層は、複数の層、又は積層を含んでいてもよく、積層の個々の層が好適な締結機構(例えば接着)により互いに連結される。基層(又は積層の個々の層)は、任意の形状及び厚さを有してよい。基層の厚さ(すなわち、第1及び第2の主面に対して垂直方向の基層の寸法)は、10mm未満、5mm未満、1mm未満、0.5mm未満、0.25mm未満、0.125mm未満又は0.05mm未満であってよい。

40

【0020】

50

種々の実施形態では、キャビティ 70 は、任意のサイズ及び形状を有してよい。例えば、キャビティの形状は、立方体、円筒形、プリズム形、半球形、直方体、角錐形、切頭角錐形、円錐形、切頭円錐形、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多数の幾何学的形状の中から選択され得る。あるいは、キャビティのいくつか又は全てが不規則形状を有してもよい。いくつかの実施形態では、キャビティのそれぞれは、同じ形状を有する。あるいは、任意の数のキャビティが他の任意の数のキャビティとは異なる形状を有してもよい。

【0021】

種々の実施形態では、キャビティを形成する側壁又は内壁の 1 つ以上が主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、キャビティの底部又はキャビティの上部に向かって（主面に向かって）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 度の範囲であってもよい。キャビティの高さ、つまり深さは、少なくとも 1 μm 、少なくとも 10 μm 、又は少なくとも 800 μm ；10 mm 未満、5 mm 未満、又は 1 mm 未満であり得る。キャビティ 70 の高さは同じであってもよく、又は空洞の 1 つ以上は、任意の数の他のキャビティ 70 と異なる高さを有してもよい。

【0022】

いくつかの実施形態では、キャビティ 70 は、第 1 の主面 65 にて画定されるキャビティ開口部 70' を有してよく、このキャビティ開口部 70' は、少なくとも 2 μm 、少なくとも 25 μm 、少なくとも 50 μm 又は少なくとも 100 μm 、20 mm 未満、10 mm 未満、5 mm 未満又は 1 mm 未満の長さ（主面の平面におけるキャビティの最長寸法）及び少なくとも 2 μm 、少なくとも 25 μm 、少なくとも 50 μm 又は少なくとも 100 μm 、20 mm 未満、10 mm 未満、5 mm 未満又は 1 mm 未満の幅（主面の平面におけるキャビティの最短寸法）を有する。種々の実施形態では、キャビティ開口部 70' の 1 つ以上（最大でキャビティの全て）は、非溝様である（すなわち、キャビティ開口部 70' の長さとの比は、1、1.5 未満、2 未満又は 3 未満である）。

【0023】

例示的な実施形態では、キャビティの 1 つ以上（最大で全て）は、角錐形又は切頭角錐形として形成され得る。このような角錐形状は、3 ~ 6 つの側面（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。

【0024】

いくつかの実施形態では、キャビティ 70 が整列された行及び列になる配列で、キャビティ 70 を設けることができる。場合によっては、キャビティ 70 の 1 つ以上の行は、キャビティ 70 の隣り合う行と直線的に整列され（directly aligned）得る。あるいは、キャビティ 70 の 1 つ以上の行は、キャビティ 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、キャビティ 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。更なる実施形態では、キャビティ 70 は、「ランダムな」配列に（すなわち、組織的パターンでなく）配置されてもよい。

【0025】

種々の実施形態では、キャビティ 70 のキャビティ開口部 70' は、互いに当接（ほぼ当接）してもよく、あるいは、キャビティ開口部 70' がいくらかの既定の距離だけ互いに離されてもよい。キャビティ開口部 70' の間隔は、1 直線 cm 当たり少なくとも 5,000 個の開口部、1 直線 cm 当たり少なくとも 400 個の開口部、1 直線 cm 当たり少なくとも 200 個の開口部、又は 1 直線 cm 当たり少なくとも 100 個の開口部；1 直線 cm 当たり 0.5 未満の開口部、1 直線 cm 当たり 1 個未満の開口部、1 直線 cm 当たり 2 個未満の開口部、又は 1 直線 cm 当たり 10 個未満の開口部であり得る。加えて、間隔は、キャビティ開口部 70' の集結度が、別の箇所よりも一箇所において高くなるように異なってもよい（例えば、集結度は、主面の中央において最大であってもよい）。いくつかの実施形態では、少なくとも 1 個の開口部 / 4 cm^2 、少なくとも 1 個の開口部 / cm^2 、少なくとも 4 個の開口部 / cm^2 、少なくとも 100 個の開口部 / cm^2 又は少

10

20

30

40

50

なくとも 1, 000 個の開口部 / 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 個の開口部 / $4 \text{ cm}^2 \sim 40, 000$ 個の開口部 / cm^2 、約 20 ~ 10, 000 個の開口部 / cm^2 、又は約 50 ~ 5, 000 個の開口部 / cm^2 の範囲である。

【0026】

いくつかの実施形態では、前述の実施形態のいずれかと共に、キャビティ配列のうち 1 つ以上のキャビティ 70 (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。好適なキャビティ充填物質には、延性のある金属、ワックス、研磨用ピッチ、有機若しくは無機組成物の多孔質材料、又はこれらの組み合わせを挙げることができる。キャビティ充填物質は、キャビティの体積の任意の部分 (最大で全て) を充填してよい。キャビティのそれぞれには、同じキャビティ充填物質及び / 又は充填量を供給してもよいし、異なる充填物質及び / 又は充填量を供給してもよい。負荷領域の小さいキャビティを作ることにより、有効な圧力を増大することができ、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。研磨用ピッチ又は発泡体等の弾性物質又は延性物質でキャビティを充填することは、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るが、「充填」により作業負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。キャビティが深すぎると、粒子がキャビティ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キャビティ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キャビティに加えてもよい。

【0027】

いくつかの実施形態では、耐摩耗性コーティングは、研磨パッドの第 1 及び第 2 の主面のいずれか一方又は両方の一部 (最大ですべて) を重ね合わせることができる。例えば、図 2 B に示すように、耐摩耗性コーティング 73 を、主面 65、67 (キャビティ 70 の内面を含む) に重ね合わせ、一致させることができる、又は実質的に一致させることができる。あるいは、図 2 C に示すように、耐摩耗性コーティング 73 は、主面 65、67 に一致させることができない又は実質的に一致させることができないが、平面的又は実質的に平面的なコーティングとして配置されてもよい。驚くべきことに、特定の耐摩耗性コーティングを有する研磨パッドが、研磨パッドの使用寿命を実質的に増加させながら、コーティングされていない研磨パッドによって達成される場合と近い除去速度をもたらすことが発見された。図 2 B 及び図 2 C は、第 1 及び第 2 の主面 65、67 の両方に重ね合わさる耐摩耗性コーティング 73 を示すが、耐摩耗性コーティング 73 は、研磨パッドの加工面上のみに存在し得ることを理解されたい。

【0028】

いくつかの実施形態では、耐摩耗性コーティング 73 は、ポリマー材料を含み得る又はそれから形成され得る。ポリマー材料は、その上に重なる構造の形状に適合するか又は実質的に適合するように選択されてもよい。例えば、耐摩耗性コーティング 73 は、超高分子量ポリエチレン、ポリフェニレンスルフィド、ABS、Tefzel [ETFE]、ポリカーボネート、Hytrell [TPPE] 等を含んでもよい、又はこれらで形成されていてもよい。いくつかの実施形態では、耐摩耗性コーティング 73 は、0.1 ~ 20、1 ~ 10、1 ~ 5、又は 2 ~ 5 ミルの平均厚さで存在し得る。耐摩耗性コーティング 73 の厚さは、その表面全体にわたって均一であってもよい (例えば、任意の一点における厚さは、表面を横切る他の点よりも 10 % 未満又は 20 % 未満で変動し得る)。耐摩耗性コーティングは、例えば、感圧接着剤、共押出し又は他の接着剤を使用する等の従来の任意の機構によって研磨パッド上に堆積され得る。

【0029】

いくつかの実施形態において、本開示の研磨パッドは、1 つ以上の追加の層を含んでもよい。例えば、研磨パッドは、感圧接着剤、ホットメルト接着剤、又はエポキシ等の

10

20

30

40

50

接着剤層を含んでいてもよい。「サブパッド」、例えば熱可塑性層、例えばポリカーボネート層は、パッドにより大きな剛性を付与でき、グローバル平坦性のために使用できる。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含んでいてもよい。熱可塑性層及び圧縮可能な材料の層の両方の組み合わせを含むサブパッドもまた使用できる。加えて又は代わりに、帯電除去若しくはセンサ信号モニタリングのための金属フィルム、光透過のための光学的に透明な層、加工物のより微細な仕上げのための発泡層、又は研磨表面に「ハードバンド」若しくは硬い領域を付与するためのリブ付き材料が含まれていてもよい。

【0030】

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を含めた種々の方法に従って形成することができる。

10

【0031】

いく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。

【0032】

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、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、例えば酢酸エチル、トリアセチン、酢酸ブチル、ケトン、例えばメチルエチルケトン、有機酸、例えば酢酸、エーテル、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ていてもよいし、流体成分中の水の量が少なくとも50重量%、少なくとも70重量%、少なくとも90重量%又は少なくとも95重量%であってもよい。流体成分は、非水性流体から本質的になっていてもよいし、流体成分中の非水性流体の量が少なくとも50重量%、少なくとも70重量%、少なくとも90重量%又は少なくとも95重量%であってもよい。流体成分が水性流体と非水性流体の両方を含むとき、得られる流体成分は、均質、すなわち単相溶液であってもよい。

20

30

【0033】

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。

【0034】

いく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種以上の添加剤を更に含んでよい。分散助剤は、多くの場合、整合性のない又は好ましくない研磨性能をもたらす場合がある、スラリー中の凝集粒子の沈下、沈降、沈殿及び／又は軟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ミン）との反応生成物であるマンニツヒ分散剤を挙げることができる。アミン分散剤の例は、全て参照により本明細書に組み込まれる、米国特許第3,275,554号、同第3,438,757号、同第3,454,555号、及び同第3,565,804号に記載されている。マンニツヒ分散剤の例は、参照により本明細書に組み込まれる、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、

40

50

同第3,725,480号、同第3,726,882号及び同第3,980,569号に記載されている。

【0035】

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。追加の分散剤には、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種以上の組み合わせで使用することができる。

10

【0036】

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コーティング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種以上の組み合わせで使用することができる。

20

【0037】

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 ExxonMobil (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 LZ7308 及び LZ7318; スチレン/マレイン酸コポリマー、例えば Lubrizol Corporation の LZ3702 及び LZ3715; ポリメタクリレート、例えば Evonik RohMax USA, Inc. (Horsham, Pennsylvania) 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 LZ7702、LZ7727、LZ7725 及び LZ7720C; 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 -

30

40

50

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、参照により本明細書に組み込まれる、米国特許第5,157,088号、同第5,256,752号及び同第5,395,539号に記載されている。粘度調整剤は、単独で又は2種以上の組み合わせで使用することができる。

【0038】

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種以上の組み合わせで使用することができる。

10

【0039】

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。いくつかの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、酸性から中性近く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。多塩基酸は緩衝剤として機能し、水酸化アンモニウムで完全に又は部分的に中和されてアンモニウム塩を作る場合には、それらの代表例にはリン酸-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-テトラホウ酸アンモニウム、ホウ酸-ペンタホウ酸アンモニウムの系が挙げられる。pH調整剤は、単独で又は2種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（polyprotic 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。

20

30

【0040】

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

【0041】

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、直鎖アルキルアミン、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

50

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 (Na^+ 、 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、KAO 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種以上の組み合わせで使用することができる。

【0042】

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。液体成分に加えられて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) 等の一般的分析用キレート剤並びに多数のその類似体が挙げられる。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、 NH_4HCO_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。

【0043】

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つ以上のカルボキシル基に加えて、1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

10

20

30

40

50

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種以上の組み合わせで使用することができる。

【0044】

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種以上の組み合わせ(例えば、アミノ酸と界面活性剤)で使用することができる。

10

【0045】

使用することができる発泡防止剤には、シリコーン、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(任意選択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種以上の組み合わせで使用することができる。流体成分中で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。

20

【0046】

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うちの1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。

【0047】

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含む。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र्ट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、結晶質セラミックス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。

30

40

【0048】

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

50

%、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。

【0049】

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、 Si_2O 、 B_2O_3 及び Al_2O_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 B_2O_3 、8.5%の Al_2O_3 、2.8%の BaO 、1.1%の CaO 、2.1%の Na_2O 、1.0%の Li_2O を含み、その残りは Si_2O 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。

10

【0050】

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%未満を占めてよい。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。

20

【0051】

いく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、単結晶であってよいし、Mypodiamond Inc. (Smithfield, Pennsylvania) から「Mypoplex」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。

30

40

【0052】

いく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。

【0053】

50

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布されてよい。本明細書で使用する場合、「均一に分布される」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。

【0054】

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任意選択の添加剤も含んでよい。これらの材料の量は、所望の特性をもたらすように選択され得る。加えて、研磨材複合体粒子は、1種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。

【0055】

いく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 μm 、少なくとも10 μm 、少なくとも15 μm 又は少なくとも20 μm 、1,000 μm 未満、500 μm 未満、200 μm 未満又は100 μm 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。

【0056】

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 μm 、少なくとも約1 μm 又は少なくとも約3 μm 、約300 μm 未満、約100 μm 未満又は約50 μm 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。

【0057】

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。

【0058】

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。

【0059】

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、切頭角錐形、円錐形、切頭円錐形、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

10

20

30

40

50

ることができる。

【0060】

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%未満であってよい。いく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%未満であってよい。

10

【0061】

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)、微粒子化、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。いくつかの実施形態では、セラミック研磨材複合体には、一般に、参照によりその全体が本明細書に組み込まれる、米国特許第6,551,366号及び同第6,319,108号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。

20

【0062】

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;混合物を高温で噴霧乾燥させて、「未完成の(green)」研磨材/セラミックマトリックス/結合剤粒子を製造することと;「未完成の」研磨材/セラミックマトリックス/結合剤粒子を収集して剥離剤(例えば、めっき白色アルミナ)と混合することと;次いで、粉末混合物を、研磨粒子を含有する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焼鈍すると同時に、燃焼によって結合剤を除去することと;セラミック研磨材複合体を形成することと、を含み得る。セラミック研磨材複合体は、任意選択により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、「未完成の」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「未完成の」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、典型的には、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。

30

40

【0063】

いく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種以上の表面処理剤を含む表面処理で粒子を反応

50

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。本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）、テトラメチルクロロシラン、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、真空蒸発、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。

10

20

30

40

50

【 0 0 6 4 】

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、研磨システム、例えば図 1 に関して記載したものを使用して、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研磨及びラッピングを用いて実施できる。いくつかの実施形態において、基材の研磨の方法は、研磨される基材を準備することを含んでいてもよい。基材は、研磨及び / 又は平坦化が所望さ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。いくつかの実施形態において、本開示の方法は、超硬基材、例えばサファイア (A 、 R 、又は C 面) 、ケイ素、炭化ケイ素、石英、又はケイ酸塩ガラスを研磨するのに特に有用であり得る。基材は、1 つ以上の研磨される表面を有していてもよい。

【 0 0 6 5 】

種々の実施形態において、方法は、研磨パッド及び研磨溶液を準備することを更に含んでいてもよい。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。

【 0 0 6 6 】

いくつかの実施形態において、方法は、基材の表面を研磨パッド及び研磨溶液と接触させ、同時に研磨パッドと基材とを相対運動させることを更に含んでいてもよい。例えば、図 1 の研磨システムを再度参照すると、キャリアアセンブリ 3 0 が、研磨溶液 5 0 の存在下で、研磨パッド 4 0 の研磨表面に対し、基材 1 2 への圧力を適用しつつ、プラテン 2 0 が、キャリアアセンブリ 3 0 に対して移動（例えば、並進及び / 又は回転）させられてもよい。加えて、キャリアアセンブリ 3 0 が、プラテン 2 0 に対して移動（例えば、並進及び / 又は回転）させられてもよい。このとき、基材と研磨表面との間の継続的な圧力及び相対運動は、基材の研磨をもたらす。

【 0 0 6 7 】

例示的实施形態において、本開示のシステム及び方法は、超硬基材、例えばサファイア

の A、R、又は C 面の仕上げに特に適する。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ハンドヘルドデバイスのカバー層に有用である。かかる用途において、本システム及び方法は、材料の永続的な除去を提供する。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。更に、本開示の研磨パッドは、特定の耐摩耗性コーティングを持ち、同様のコーティングされていない研磨パッドによって達成される除去速度及び表面仕上げに近い除去速度及び表面仕上げをもたらし、同時に研磨パッドの使用寿命を実質的に延長させることが発見された。

10

【 0 0 6 8 】

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、様々な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、本開示の範囲内に留まりつつ、多くの変更及び修正を加えることができるということが理解されるべきである。

【表 1】

材料

材料	
略称又は商品名	説明
MCD3A	World Wide Super Abrasives (Boynton Beach, Florida) から入手可能な3ミクロンの単結晶ダイヤモンド。
GF*	Specialty Glass, Inc. (Oldsmar, Florida) から「SP1086」の商品名で入手可能な約10.6ミクロンの粒径を有するガラスフリット。
AlO _x	Fujimi Inc. (Kiyosu, Japan) から「PWA 3」の商品名で入手可能な3ミクロンのめっき白色アルミナ。
Standex230	A. E. Staley Manufacturing Company (Decatur, Illinois) から「STANDEX230」の商品名で入手可能なデキストリン。
TEG	Sigma-Aldrich Co. LLCから入手可能なトリエチレングリコール(99%)。
Carbopol Aqua 30	Lubrizol Advanced Materials Inc. (New Milford, CT 06766)
グリセロール	ACS試薬グレード>99.5%、Sigma Aldrich of Milwaukee WI, 53201
Kathon CG/ICP II	Rohm and Hass (Philadelphia, PA)。
水酸化ナトリウム	ACS試薬グレード>97.0%、Sigma Aldrich of Milwaukee WI, 53201
Gen II Pad	3M (St. Paul, MN 55144) 製の3M 41-9103-5040-8、ポリプロピレンパッド。
442KW	3M (St. Paul, MN 55144) 製の3M 接着剤。
300LSE	3M (St. Paul, MN 55144) 製の3M 接着剤。
Primer 94	3M (St. Paul, MN 55144) 製の3M Primer 94。
ポリカーボネートパッドベース	Sabic Polymershapes (Naperville, IL 60540) 製の30ミルのポリカーボネートシート。
ポリカーボネートシート	Mc Master Carr (Chicago, IL 60680) 製の25ミルのポリカーボネートシート。
ナイロン6/6シート	GS Hyde Company (Lake Villa, IL 60046) 製の30ミルのナイロン6/6。
ポリフェニレンスルフィドフィルム	GS Hyde Company (Lake Villa, IL 60046) 製の5ミルのポリフェニレンスルフィドフィルム。
ABSフィルム	GS Hyde Company (Lake Villa, IL 60046) 製の3ミルのABSフィルム。
Tefzel (ETFE) フィルム	GS Hyde Company (Lake Villa, IL 60046) 製の5ミルのTefzel (ETFE) フィルム。
ポリカーボネートフィルム	Mc Master Carr (Chicago, IL 60680) 製の5ミルのポリカーボネートシート。
Hytrel (TPE) フィルム	GS Hyde Company (Lake Villa, IL 60046) 製の3ミルのHytrel (TPE) フィルム。
Udel (ポリスルホン) フィルム	GS Hyde Company (Lake Villa, IL 60046) 製の5ミルのUdel (ポリスルホン) フィルム。
PEEKフィルム	GS Hyde Company (Lake Villa, IL 60046) 製の3ミルのPEEKフィルム。
Ultem (ポリエーテルイミド) フィルム	GS Hyde Company (Lake Villa, IL 60046) 製の3ミルのUltem (ポリエーテルイミド) フィルム。
UMHW-PE1フィルム	3M (St. Paul, MN 55144) 製の接着剤を用いた3M 3.1C UMHW-PE。
Kynar (PVDF) フィルム	GS Hyde Company (Lake Villa, IL 60046) 製の3ミルのKynar (PVDF) フィルム。
UMHW-PE2フィルム	3M (St. Paul, MN 55144) 製の接着剤を用いた3M 3.1F UMHW-PE。
FEPフィルム	GS Hyde Company (Lake Villa, IL 60046) 製の3ミルのFEPフィルム。
PTFEフィルム	GS Hyde Company (Lake Villa, IL 60046) 製の3ミルのPTFEフィルム。
UMHW-PE3フィルム	3M (St. Paul, MN 55144) 製の接着剤を用いた3M 9325 UMHW-PE。
ポリオキシメチレンフィルム	GS Hyde Company (Lake Villa, IL 60046) 製の4ミルのポリオキシメチレンフィルム。
ポリエステルテレフタレート (polyesterterephthalate) フィルム	Teijin DuPont Films Japan Limited製の3ミルのポリエステルテレフタレートフィルム。
ポリイミドフィルム	Liyang Huajing Electronic Material Co., Ltd. (Liyang, Jiangsu, 213300, China) 製の1ミルのポリイミドフィルム。
ポリウレタンフィルム	3M (St. Paul, MN 55144) 製の3M塗料保護フィルム。
TPX (ポリメチルペンテン) フィルム	GS Hyde Company (Lake Villa, IL 60046) 製の3ミルのTPX (ポリメチルペンテン) フィルム。
ポリプロピレンフィルム	Mc Master Carr (Chicago, IL 60680) 製の接着剤を用いた2ミルのポリプロピレンフィルム。
Surlynフィルム	DuPont USA (Wilmington, DE 19880) 製の2ミルのSurlynフィルム。
イットリア安定化ジルコニア粉碎媒体YSZ	平均径1mm、Inframat Advanced Materials (Manchester CT, 06042)
ポリプロピレン変性ステムウェブ、41-9104-3120-8	3M (St. Paul, MN 55144)
Primer 94	3M (St. Paul, MN 55144)

*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。

【0069】

試験方法及び調製手順

除去速度試験方法 1

研磨前及び研磨後のサファイアウェハを重力測定法で測定した。測定された重量損失を

10

20

30

40

50

用い、ウェハ密度 3.98 g/cm^3 に基づいて、除去された材料の量を決定した。片面研磨の場合、ミクロン/分で報告された除去速度は、指定された研磨間隔にわたる3つのウェハの平均板厚減少である。両面研磨の場合、ミクロン/分で報告された除去速度は、指定された研磨間隔にわたる9つのうちの3つのウェハの平均板厚減少である。

【0070】

表面粗さ試験方法 1:

表面粗さ測定 (R_a 、 R_{max} 、及び R_z を含む) は、KLA-Tencor Corporation (Milpitas, California) から入手可能な触針を有する表面形状測定装置、モデル P-16+ を使用して行った。

【0071】

走査速度は100ミクロン/秒であり、走査長は2500ミクロンであった。片面研磨の場合、3つのウェハのうちの1つの研磨面に対して表面形状測定装置による走査を10回行い、データを平均化した。両面研磨の場合、9つのウェハのうちの1つの上面に対して表面形状測定装置による走査を10回行い、10回の走査のデータを平均化した。

【0072】

研磨試験方法 - 1

研磨は、Peter Wolters AC500、Lapmaster Wolters、Rendsburg, Germany、両面ラップ工具を使用して行った。両面PSAを用いた研磨機の外径18.31インチ(46.5cm)、内径7インチ(17.8cm)の底部プラテンに、外径18.31インチ(46.5cm)、内径7インチ(17.8cm)のパッドを装着した。トップパッドは、スラリーを加工物及び底部パッドまで移動させるための上部プラテンの穴パターンに位置合わせした16×1cmのスラリー孔を除いて同様である。プラテンは、両方とも時計回りの方向に60rpmで回転した。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つの丸穴を含む3つのエポキシガラスキャリアを、底部パッド上に設け、ツールギヤに位置合わせした。凹部中心点は、互いに等距離に位置し、キャリアの中心に対してずれており、これにより、キャリアが回転したとき、各凹部の中心点が、パッド/プラテンエッジをオーバーハングしているウェハエッジの1cmを有する円で回転すると考えられる。直径5.1cm×厚さ0.5cmの3つのA面サファイアウェハを、3つのキャリアの凹部のそれぞれに取り付け、研磨した。バッチ当たり合計9つのウェハでバッチ当たり3つのキャリアを30分間動作した。ウェハに最も高い荷重を加え、4psiの研磨圧を達成した。初期段階は、20秒間、20d a Nで、回転速度60rpmの時計回りの走行に設定した。リングギヤも、時計周りの方向で、8に設定した。第2段階は、30分間で52d a Nに設定し、最終段階は、20秒間で20d a Nに設定した。スラリー流は、6g/分で一定であった。

【0073】

研磨の前後でウェハを重量測定した。測定された重量損失を用い、ウェハ密度 3.98 g/cm^3 に基づいて、除去された材料の量を決定した。ミクロン/分で報告された除去速度は、30分の研磨間隔にわたる3つのウェハの平均板厚減少である。ウェハをそれぞれ30分周期で再使用した。

【0074】

研磨試験方法 - 2

研磨は、Engis Corp. of 105W (Hinz Rd., Wheeling, IL 60090) から入手可能な Engis Model FL15 研磨機を使用して実施した。両面PSAを用いて、直径15インチ(38.1cm)の研磨機のプラテンに、直径15インチ(38.1cm)のパッドを取り付けた。プラテンを50rpmで回転させた。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つの凹部を備えるキャリアをヘッドに取り付けた。凹部の中心点は、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、各凹部の中心点が13.5cmの外周を有する円で回転すると考えられる。直径5.1cm×厚さ0.5cmの3つのA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分であった。4 p s i の研磨圧を達成するために、30.7 l b s (13.9 k g) の重りを使用してウェハに荷重を加えた。スラリーの流量は1 g / 分であり、パッドの中心から約4 c mの地点においてパッドに滴下された。

【0075】

研磨の前後でウェハを重量測定した。測定された重量損失を用い、ウェハ密度3.98 g / c m³に基づいて、除去された材料の量を決定した。ミクロン/分で報告された除去速度は、30分の研磨間隔にわたる3つのウェハの平均板厚減少である。ウェハをそれぞれ30分周期で再使用した。

【0076】

セラミック研磨材複合体 (C A C - 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 S t a n d e x 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 G F を1分の時間間隔で添加した。G F は、使用前に、約4.2ミクロンの粒子サイズに砕かれていたことに留意されたい。次に、880 g の M C D 3 A を、継続的に攪拌しながら溶液に加えた。次に、溶液を、G E A P r o c e s s E n g i n e e r i n g A / S (S o b o r g , D e n m a r k) から入手可能な M O B I L E M I N E R 2000 遠心噴霧機内で噴霧化した。噴霧化ホイールを20, 000 r p m で動作させた。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 A l O x と混合し、65 / 35 の複合体 / A l O x (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ミクロンの開口部を有する従来型のふるいに通した。約63ミクロン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 C A C - 1 とした。

【0077】

潤滑剤の調製

脱イオン水462 g に、28.5 g の C a r b o p o l A q u a 30 を添加し、密閉容器を約20 r p m で転がすことによって緩やかに3分間混合した。グリセロール1388 g を水混合液に添加し、30分間、気泡を巻き込まないように注意しながら緩やかに混合した。K a t h o n 1.9 g を水 / グリセロール溶液に添加し、緩やかに15分間混合した。18%の水酸化ナトリウム及び水溶液8.5 g を加え、粘性溶液を緩やかに30分間混合した。

【0078】

スラリー - 1 の調製

スラリーは、10 g の C A C - 1 及び990 g の潤滑剤を含有するグリセロール / 水溶液を形成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用いて約3分間混合した。

【0079】

比較例1 (C E 1) のパッドの作成

ポリカーボネートの両面に442 K W 両面接着剤を含む30ミル厚のポリカーボネートシート上に、25 x 25 インチの G e n I I パッドシート41 - 9103 - 5040 - 8 を、G e n I I パッド面を上にして貼り合わせた。次に、パッドをダイカットして、適切な工具プラテンを取り付けた。

【0080】

実施例2 ~ 11、13、15 ~ 22、及び24のパッドの作成

25 x 25 インチのシートの指定されたシート又はフィルム材の片面を、P r i m e r 94 極薄コーティングで処理した (表1 参照)。次に、指定されたシート又はフィルム材のプライム化された面を、剥離ライナーが未積層面に保持された300 L S E 両面接着剤のシートで貼り合わせた。C E 1 の25 x 25 インチの G e n I I P a d の上面を

10

20

30

40

50

、Primer 94 極薄コーティングで処理した。剥離ライナーを、300 LSE 積層シート又はフィルム材から外し、次いでCE 1のプライム化Gen II Padと貼り合わせた。次に、パッドをダイカットして、適切な工具ブラテンを取り付けた。

【0081】

実施例12、14及び23のパッドの作成

CE 1の25×25インチのGen II Padの上面を、Primer 94 極薄コーティングで処理した。接着剤と共に供給された25×25インチのシートの指定されたシート又はフィルム材(表1参照)から剥離ライナーを外し、次いでCE 1のプライム化Gen II Padと貼り合わせた。次に、パッドをダイカットして、適切な工具ブラテンを取り付けた。

10

【0082】

実施例25のパッドの作成

両面に442 kw 接着剤を含む、直径15インチ、中心穴1インチを有するポリカーボネートの円形シートを、15インチのアルミニウムブラテンに取り付けた。次いで、442 接着剤の最上層を、上接着面に粒子を塗り広げることによって、YSZ 研磨媒体1mmで改質した。YSZ 粒子の単層は、媒体粒子間に約1mmの平均キャビティがある接着層に付着している。堆積された粒子を、コーティングされたポリカーボネートシート及びブラテンを反転することにより容易に除去した。粒子球の頂部で15インチの反転アルミニウムブラテンを適用することにより、粒子を接着剤に圧着させた。これは、24時間の接着を築かせた。上部のアルミニウムブラテンを除去し、直径15インチのUHMWPE (2ミル)シートを、接着剤面をYSZ 粒子に付着させたYSZ 粒子上に適用した。ゴム製のハンドローラを使用して、フィルムを緩やかにロールで伸ばした。アルミニウム板を、更に24時間、UHMWPE フィルム上に適用した。上部ブラテンを除去し、研磨試験方法-2に従ってパッドを試験した。

20

【0083】

実施例26のパッドの作成

両面に442 kw 接着剤を含む直径15インチの、1インチの中心穴を有するポリカーボネートの円形シートを、15インチのアルミニウムブラテンに取り付けた。次に、外径15インチ及び内径1インチの穴を有するポリプロピレン変性ステムウェブの円形シートを、ステム側を上向きにして442 接着剤の最上層に貼り付けた。次に、パッドのステム側を、Primer 94に浸漬したw/aペイントブラシで全面をブラシした。このパッドを12時間乾燥させた。最後に、ステムウェブ上に、内径1インチの穴及び2ミルの厚さを有する直径15インチのUHMWPEシートを適用した。このパッドは試験しなかった。

30

【表 2】

表 1

例	ベースパッド材	ベースパッド上の積層材	フィルムの厚さ(ミル)
CE1	Gen II Face Up Poly Propylene Pad Base	なし	NA
2	Gen II Face Up Poly Propylene Pad Base	ナイロン6/6シート	30
3	Gen II Face Up Poly Propylene Pad Base	ポリカーボネートシート	25
4	Gen II Face Up Poly Propylene Pad Base	ポリフェニレンスルフィドフィルム	5
5	Gen II Face Up Poly Propylene Pad Base	ABSフィルム	3
6	Gen II Face Up Poly Propylene Pad Base	Tefzel(ETFE)フィルム	5
7	Gen II Face Up Poly Propylene Pad Base	ポリカーボネートフィルム	5
8	Gen II Face Up Poly Propylene Pad Base	Hytrel(TPE)フィルム	3
9	Gen II Face Up Poly Propylene Pad Base	Udel(ポリスルホン)フィルム	5
10	Gen II Face Up Poly Propylene Pad Base	PEEKフィルム	3
11	Gen II Face Up Poly Propylene Pad Base	Ultem(ポリエーテルイミド)フィルム	3
12	Gen II Face Up Poly Propylene Pad Base	接着剤付きUMHW-PEフィルム	5
13	Gen II Face Up Poly Propylene Pad Base	Kynar(PVDF)フィルム	3
14	Gen II Face Up Poly Propylene Pad Base	接着剤付きUMHW-PEフィルム	3
15	Gen II Face Up Poly Propylene Pad Base	FEPフィルム	3
16	Gen II Face Up Poly Propylene Pad Base	PTFEフィルム	3
17	Gen II Face Up Poly Propylene Pad Base	UMHW-PEフィルム	5
18	Gen II Face Up Poly Propylene Pad Base	ポリオキシメチレンフィルム	4
19	Gen II Face Up Poly Propylene Pad Base	ポリエステルテレフタレートフィルム	3
20	Gen II Face Up Poly Propylene Pad Base	ポリイミドフィルム	1
21	Gen II Face Up Poly Propylene Pad Base	ポリウレタンフィルム	5
22	Gen II Face Up Poly Propylene Pad Base	TPX(ポリメチルペンテン)フィルム	3
23	Gen II Face Up Poly Propylene Pad Base	接着剤付きポリプロピレンフィルム	2
24	Gen II Face Up Poly Propylene Pad Base	Surlynフィルム	2
25	442/PG/442上のYTZ	接着剤付きUMHW-PEフィルム	2
26	変性ステムウェブ	接着剤付きUMHW-PEフィルム	2

10

20

【0084】

研磨試験例CE1～25

例CE1～24の研磨試験は、研磨試験方法 - 1、除去速度試験方法 - 1、表面粗さ試験方法 - 1、及びスラリー - 1を用いて表1に示すパッド上で実行した。試験結果を表2に列挙する。例25は、研磨試験方法 - 2で実行した。

【表 3】

表 2

例	Ave RR	Ave RR Stdev	Ave Ra	Ave Ra Stdev	Ave Rz	Ave Rz Stdev	Ave Rmax	Ave Rmax Stdev
CE1	1.78	0.12	0.037	0.005	0.337	0.053	0.426	0.179
2	1.30	0.02	0.040	0.005	0.363	0.041	0.441	0.137
3	0.89	0.20	0.046	0.005	0.427	0.058	0.515	0.089
4	2.06	0.23	0.048	0.004	0.442	0.053	0.527	0.124
5	2.00	0.14	0.042	0.002	0.380	0.040	0.477	0.143
6	1.88	0.01	0.045	0.003	0.405	0.047	0.508	0.173
7	1.80	0.07	0.044	0.005	0.435	0.067	0.595	0.299
8	1.68	0.10	0.043	0.002	0.362	0.024	0.423	0.058
9	1.63	0.08	0.045	0.004	0.406	0.038	0.480	0.077
10	1.61	0.03	0.038	0.005	0.347	0.049	0.426	0.132
11	1.58	0.07	0.045	0.007	0.404	0.066	0.505	0.173
12	1.40	0.25	0.042	0.003	0.367	0.021	0.435	0.066
13	1.30	0.00	0.042	0.002	0.367	0.023	0.434	0.070
14	1.21	0.04	0.039	0.003	0.347	0.021	0.395	0.058
15	1.20	0.02	0.040	0.002	0.353	0.021	0.407	0.069
16	1.14	0.04	0.042	0.005	0.356	0.036	0.407	0.064
17	1.12	0.13	0.040	0.002	0.351	0.039	0.417	0.137
18	1.01	0.04	0.047	0.007	0.447	0.056	0.573	0.136
19	0.85	0.01	0.042	0.004	0.382	0.052	0.444	0.116
20	0.74	0.04	0.043	0.001	0.360	0.019	0.404	0.037
21	0.72	0.03	0.035	0.003	0.287	0.031	0.322	0.040
22	0.72	0.02	0.038	0.003	0.334	0.019	0.382	0.041
23	0.69	0.04	0.037	0.002	0.324	0.027	0.372	0.060
24	0.19	0.01	0.035	0.003	0.291	0.026	0.318	0.034
25	0.45							

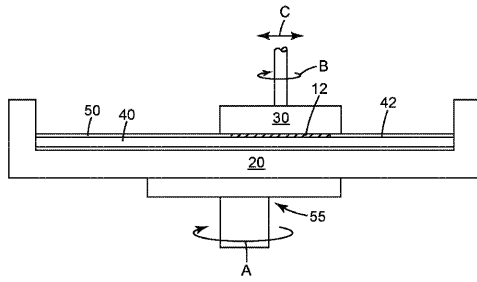
【 0 0 8 5 】

本発明の他の実施形態は、添付の請求項の範囲内である。

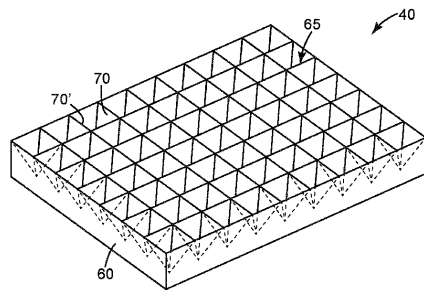
10

20

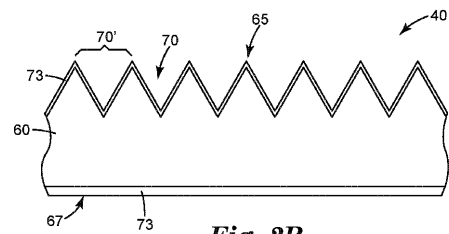
【 図 1 】

**Fig. 1**

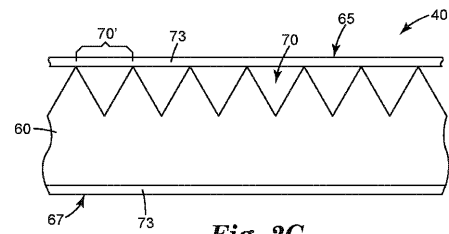
【 図 2 A 】

**Fig. 2A**

【 図 2 B 】

**Fig. 2B**

【 図 2 C 】

**Fig. 2C**

【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/US2017/017379

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

INV. C09G1/00
ADD.

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)

C09G

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

EPO-Internal

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	WO 2015/047939 A1 (3M INNOVATIVE PROPERTIES CO [US]) 2 April 2015 (2015-04-02) examples 1-66 -----	1-16
X	WO 2015/048011 A1 (3M INNOVATIVE PROPERTIES CO [US]) 2 April 2015 (2015-04-02) examples 1-6 -----	1-16
X	WO 01/04227 A2 (3M INNOVATIVE PROPERTIES CO [US]) 18 January 2001 (2001-01-18) examples 1-4 -----	1-16
X,P	WO 2016/183126 A1 (3M INNOVATIVE PROPERTIES CO [US]) 17 November 2016 (2016-11-17) examples page 26 ff. -----	1-16

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☒ See patent family annex.

* Special categories of cited documents :

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"Z" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

27 April 2017

Date of mailing of the international search report

09/05/2017

Name and mailing address of the ISA/

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Kositza, Matthias

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/US2017/017379

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
WO 2015047939 A1	02-04-2015	CN 105517758 A EP 3049215 A1 JP 2016537439 A KR 20160060690 A SG 11201602206P A TW 201525119 A US 2016221146 A1 WO 2015047939 A1	20-04-2016 03-08-2016 01-12-2016 30-05-2016 28-04-2016 01-07-2015 04-08-2016 02-04-2015
WO 2015048011 A1	02-04-2015	CN 105579194 A EP 3050082 A1 JP 2016538139 A KR 20160060691 A SG 11201602207Q A TW 201532731 A US 2016229023 A1 WO 2015048011 A1	11-05-2016 03-08-2016 08-12-2016 30-05-2016 28-04-2016 01-09-2015 11-08-2016 02-04-2015
WO 0104227 A2	18-01-2001	AU 5917400 A CN 1359322 A EP 1198529 A2 JP 4582980 B2 JP 2003504218 A KR 20020029075 A TW 533229 B US 6319108 B1 WO 0104227 A2	30-01-2001 17-07-2002 24-04-2002 17-11-2010 04-02-2003 17-04-2002 21-05-2003 20-11-2001 18-01-2001
WO 2016183126 A1	17-11-2016	NONE	

フロントページの続き

(51)Int.Cl.

F I

テーマコード(参考)

H 0 1 L 21/304 6 2 2 F

(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, DJ, 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, KH, KN, KP, KR, KW, 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

(72)発明者 ガグリアルディ, ジョン ジェイ.

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 コード, エリック シー.

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

(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

F ターム(参考) 3C158 AA07 AA09 CA01 CA04 CB01 CB03 CB05 CB10 DA02 DA12
EA11 EB01 ED02 ED08 ED09 ED10 ED11 ED12 ED21 ED26
5F057 AA25 AA44 BA11 BB12 CA11 DA03 EA01 EA06 EA11 EA18
EA22 EA23 EA25 EA26 EA27 EA28 EA29 EB06 EB08