

(19) 日本国特許庁(JP)

## 再公表特許(A1)

(11) 国際公開番号

W02015/008572

発行日 平成29年3月2日(2017.3.2)

(43) 国際公開日 平成27年1月22日(2015.1.22)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
<b>H01L 21/304 (2006.01)</b>	H01L 21/304 622F	5F057
	H01L 21/304 622D	
	H01L 21/304 622W	

審査請求 未請求 予備審査請求 有 (全 28 頁)

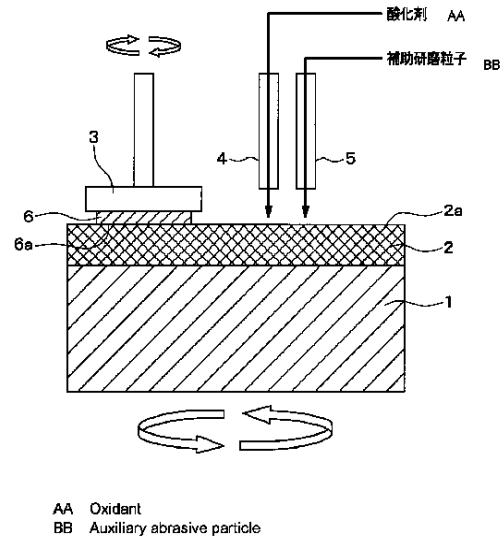
出願番号 特願2015-527226 (P2015-527226)	(71) 出願人 304021277 国立大学法人 名古屋工業大学 愛知県名古屋市昭和区御器所町字木市29番
(21) 国際出願番号 PCT/JP2014/066169	
(22) 国際出願日 平成26年6月18日(2014.6.18)	
(31) 優先権主張番号 特願2013-150678 (P2013-150678)	(71) 出願人 000191009 新東工業株式会社 愛知県名古屋市中村区名駅三丁目28番12号
(32) 優先日 平成25年7月19日(2013.7.19)	(74) 代理人 110001128 特許業務法人ゆうあい特許事務所
(33) 優先権主張国 日本国(JP)	(72) 発明者 江龍 修 愛知県名古屋市昭和区御器所町字木市29番 国立大学法人名古屋工業大学内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 金属製研磨パッドおよびその製造方法

## (57) 【要約】

被加工面における触媒と接触または極近接する領域を増大できる金属製研磨パッドを提供する。被加工物(6)の被加工面(6a)を触媒支援型の化学加工方法で平滑化加工するための金属製研磨パッド(2)を、遷移金属触媒からなる金属繊維の圧縮成型体で構成する。この圧縮成型体は、金属繊維から構成されており、空隙を有しているので、研磨パッド表面(2a)に存在する金属繊維は弾性変形が可能である。このため、研磨パッド表面(2a)と被加工物(6)の被加工面(6a)とが押し合わされると、被加工面(6a)に存在する微細な凹凸に対応して、金属繊維が変形することで、研磨パッド表面(2a)と被加工面(6a)との間に生じる隙間を小さくできる。これにより、被加工面(6a)における触媒と接触もしくは極近接する領域を増大させることができる。



## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

被加工物（6）の被加工面（6a）を触媒支援型の化学加工方法で平滑化加工するための金属製研磨パッド（2）であって、遷移金属触媒からなる金属繊維（21、22、23）の圧縮成型体で構成され、所定の空隙率を有することを特徴とする金属製研磨パッド。

## 【請求項 2】

前記金属繊維（21、22、23）は、直径が1μm以上500μm以下であることを特徴とする請求項1に記載の金属製研磨パッド。

## 【請求項 3】

前記空隙率は、10%以上90%以下であることを特徴とする請求項1または2に記載の金属製研磨パッド。

## 【請求項 4】

前記圧縮成型体は、圧縮回復率が90%以上100%以下であることを特徴とする請求項1ないし3のいずれか1つに記載の金属製研磨パッド。

## 【請求項 5】

前記金属繊維（21、22、23）は、チタン、ニッケル、銅、鉄、クロム、コバルト、白金の中から選択された1種の金属または2種類以上の組み合わせからなる合金で構成されることを特徴とする請求項1ないし4のいずれか1つに記載の金属製研磨パッド。

## 【請求項 6】

前記圧縮成型体は、第1金属繊維（22）と、前記第1金属繊維とは異なる材質の第2金属繊維（23）とを備えることを特徴とする請求項1ないし5のいずれか1つに記載の金属製研磨パッド。

## 【請求項 7】

前記圧縮成型体は、研磨面となる一面（2a）と、それとは反対側の他面（2b）とを有し、

前記他面にゴム弾性を有するクッションシート（13）が設けられていることを特徴とする請求項1ないし6のいずれか1つに記載の金属製研磨パッド。

## 【請求項 8】

請求項1ないし7のいずれか1つに記載の前記金属製研磨パッドの製造方法であって、遷移金属触媒からなる金属繊維をホットプレスして一次成型体を成型する一次成型工程（S2）と、

前記一次成型体を常温で静水圧プレスして二次成型体を成型する二次成型工程（S3）とを有し、

前記一次成型工程によって、前記金属繊維同士を焼結により固定させ、

前記二次成型工程では、静水圧で変形しない型材（11）により前記一次成型体の一面（10a）を覆うとともに、静水圧で変形可能な被覆材（12）により前記一次成型体の残りの面（10b）を覆った状態で前記静水圧プレスすることを特徴とする金属製研磨パッドの製造方法。

## 【請求項 9】

難加工材料からなる被加工物（6）の被加工面（6a）を平滑化加工する触媒支援型の化学加工方法において、

請求項1ないし7のいずれか1つに記載の前記金属製研磨パッド（2）の研磨面（2a）と前記被加工面（6a）とを押し合わせ、前記被加工面（6a）と前記研磨面（2a）との間に酸化剤を供給しながら、前記被加工物（6）と前記金属製研磨パッド（2）とを相対移動させることを特徴する触媒支援型の化学加工方法。

## 【請求項 10】

前記酸化剤とともに、補助研磨粒子を供給することを特徴とする請求項9に記載の触媒支援型の化学加工方法。

## 【請求項 11】

前記補助研磨粒子として、前記被加工物よりも軟らかいものを用いることを特徴とする

10

20

30

40

50

請求項 10 に記載の触媒支援型の化学加工方法。

【請求項 12】

前記補助研磨粒子は、前記被加工物の表面改質層よりも硬いことを特徴とする請求項 11 に記載の触媒支援型の化学加工方法。

【請求項 13】

前記難加工材料は、SiC、GaN、ダイヤモンド、サファイヤ、ルビーのいずれか 1 つであることを特徴とする請求項 9 ないし 12 のいずれか 1 つに記載の触媒支援型の化学加工方法。

【請求項 14】

前記酸化剤として、純水、過酸化水素水、シュウ酸、フッ化水素酸の中から選択された 1 種の溶液または 2 種類以上の組み合わせから成る混合溶液を用いることを特徴とする請求項 9 ないし 13 のいずれか 1 つに記載の触媒支援型の化学加工方法。

10

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、難加工材料の表面を触媒支援型の化学加工方法で平滑化加工するための金属製研磨パッドおよびその製造方法や、その金属製研磨パッドを用いた触媒支援型の化学加工方法に関する。

【背景技術】

【0002】

近年の環境問題やエネルギー問題の観点から、自動車や鉄道車両、産業機器、家電製品などの電力制御における省エネルギーを促進するために、パワーエレクトロニクス機器の高性能化が要求されている。従来、これらのパワーエレクトロニクス機器にはパワー半導体材料としてシリコン（以下、Siと略記する。）が使われてきたが、更なる省エネルギーを実現する方法として、シリコンカーバイド（以下、SiCと略記する。）であるとか、窒化ガリウム（以下、GaNと略記する。）、ダイヤモンドなどの新しいパワー半導体材料が提案されはじめている。これらの新しいパワー半導体材料は、Siと比較して高硬度で且つ脆い材料であり難加工材料であるといった課題があった。

20

【0003】

これらの難加工材料の表面を効率的に平滑化加工する先行技術として、特許文献 1、2 に記載された触媒支援型の化学加工方法がある。

30

【0004】

特許文献 1 に記載の方法は、酸化剤の溶液中に被加工物を配し、遷移金属からなる触媒を被加工物の被加工面に接触もしくは極近接させ、触媒表面上で生成した強力な酸化力を持つ活性種と被加工物の表面原子との化学反応で生成した化合物を除去あるいは溶出させることによって被加工物を加工する方法である。特許文献 1 には、この方法の実施例として、表面の全部または一部が遷移金属で構成された定盤を用いることが記載されている。

【0005】

特許文献 2 に記載の方法は、フッ化水素酸等のハロゲンを含む分子が溶けた処理液中に、GaNやSiC等の被加工物を配し、モリブデンまたはモリブデン化合物からなる触媒を被加工物の被加工面に接触または極近接させながら該触媒と被加工物とを相対移動させて被加工物の被加工面を加工する方法である。特許文献 2 には、この方法の実施例として、モリブデンまたはモリブデン化合物からなる触媒定盤を用いることが記載されている。

40

【0006】

なお、特許文献 1、2 に記載の方法は、どちらも、砥粒を用いずに、酸化剤から発生した活性種のみで研磨する方法である。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0007】

【特許文献 1】特許第 4873694 号公報（段落 0031、図 7）

50

【特許文献2】特開2008-81389号公報(段落0057、図25)

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0008】

上記した触媒支援型の化学加工方法においては、触媒表面上で生成した強力な酸化力を持つ活性種であるヒドロキシルラジカルやハロゲンラジカルが、発生から消滅までに100万分の1秒程度しか存在できないので、被加工物の被加工面が触媒から離れていると、活性種による酸化作用が得られない。このため、触媒を被加工物の被加工面に接触または極近接させる必要がある。

【0009】

しかし、上記した従来技術のように、研磨定盤を触媒金属で構成した場合、下記の理由により、被加工物の被加工面において、触媒と接触または極近接する領域が少ないという問題が生じる。

【0010】

すなわち、研磨定盤は金属の緻密なバルク体であるため、剛性が高くなってしまう。一方、被加工物の被加工面には、通常、うねりや数十 $\mu\text{m}$ オーダーの微細な凹凸(粗さ)が存在する。このため、被加工物の被加工面と定盤表面を押し合わせたとき、被加工面に存在する凸部の頂点のみが定盤表面に接触し、被加工物の被加工面と定盤表面との間に微細な隙間が生じる。したがって、研磨定盤を触媒金属で構成した場合、被加工物の被加工面における触媒と接触または極近接する領域が少なくなってしまう。

【0011】

この結果、触媒表面上で生成した強力な酸化力を持つ活性種を被加工物の被加工面に効率よく作用させることができず、被加工物の平滑化加工の際の加工速度が小さくなり、加工時間が長くなってしまう。

【0012】

本発明は、上記点に鑑みて、被加工面における触媒と接触または極近接する領域を増大できる金属製研磨パッドおよびその製造方法を提供することを目的とする。また、本発明は、その金属製研磨パッドを用いた触媒支援型の化学加工方法を提供することを他の目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0013】

上記目的を達成するため、請求項1に記載の発明では、被加工物(6)の被加工面(6a)を触媒支援型の化学加工方法で平滑化加工するための金属製研磨パッド(2)であって、遷移金属触媒からなる金属繊維(21、22、23)の圧縮成型体で構成され、所定の空隙率を有することを特徴としている。

【0014】

本発明の研磨パッドは、金属繊維から構成されており、空隙を有しているので、研磨パッド表面に存在する金属繊維は弾性変形が可能である。このため、本発明の研磨パッド表面と被加工物の被加工面とが押し合わされると、被加工面に存在する微細な凹凸に対応して、金属繊維が変形することで、研磨パッド表面と被加工面との間に生じる隙間を小さくできる。これにより、上記した従来技術と比較して、被加工面における触媒と接触もしくは極近接する領域を増大させることができる。この結果、触媒表面上で生成した強力な酸化力を持つ活性種を被加工物の被加工面に効率よく作用させることが可能となり、平滑化加工の加工速度を大きくできる。

【0015】

ところで、隙間を埋めるだけであれば、研磨パッドの研磨面全体が変形可能に構成されていれば良いが、研磨面に被加工面を押し当てた際に、研磨面全体が変形してしまうと、平滑化加工が困難となる。

【0016】

これに対して、本発明の研磨パッドは、金属繊維の圧縮成型体で構成されているので、

10

20

30

40

50

研磨パッド全体としては、剛性が高く、研磨パッドの研磨面に被加工面を押し当てた際の研磨面全体の変形は抑制される。よって、本発明の研磨パッドを用いることで、高精度な平滑化加工が可能である。

【0017】

請求項1に記載の発明においては、請求項2に記載の発明のように、金属繊維(21、22、23)として、直径が1 $\mu$ m以上500 $\mu$ m以下であるものを用いることが好ましい。この場合に、圧縮成型体の製造の際に、高密度かつ均一に圧縮成型することが容易となる。

【0018】

請求項1に記載の発明においては、請求項3に記載の発明のように、空隙率は、10%以上90%以下とすることが好ましい。この場合に、成型体を容易に成型できるとともに、成型体の強度を確保できる。

10

【0019】

請求項1に記載の発明においては、請求項4に記載の発明のように、圧縮回復率が90%以上100%以下であることが好ましい。

【0020】

ここで、圧縮回復率は、金属製研磨パッドの表面に研磨荷重300g/cm<sup>2</sup>を10sec負荷したときの金属製研磨パッドの厚さT1と、金属製研磨パッドの表面に研磨荷重1800g/cm<sup>2</sup>を10sec負荷したときの金属製研磨パッドの厚さT2と、金属製研磨パッドの表面に研磨荷重1800g/cm<sup>2</sup>を10sec負荷した後に研磨荷重300g/cm<sup>2</sup>を10sec負荷したときの金属製研磨パッドの厚さT3とを用いて、次式で定義される。

20

【0021】

$$\text{圧縮回復率(\%)} = (T3 - T2) / (T1 - T2) \times 100$$

この圧縮回復率が90%以上である場合に、平滑化加工する前の被加工物の被加工面に凹凸やうねりがあった場合でも、平滑化加工の最中に金属製研磨パッドと被加工物の被加工面を十分に極近接または接触させることができる。

【0022】

請求項1に記載の発明においては、請求項5に記載の発明のように、金属繊維(21、22、23)として、チタン、ニッケル、銅、鉄、クロム、コバルト、白金の中から選択された1種の金属または2種類以上の組み合わせからなる合金で構成されたものを採用できる。被加工物の酸化性に合わせて、金属繊維の材質、すなわち、触媒の種類を選択することにより、加工速度を調整することが可能となる。

30

【0023】

請求項1に記載の発明においては、請求項6に記載の発明のように、圧縮成型体の構成を、第1金属繊維(22)と、第1金属繊維とは異なる材質の第2金属繊維(23)とを備える構成とすることが好ましい。このように、被加工物の酸化性に合わせて、金属繊維の材質、すなわち、触媒の種類を組み合わせることで、加工速度を調整することが可能となる。

【0024】

請求項1に記載の発明においては、請求項7に記載の発明のように、成型体の構成を、研磨面となる一面とは反対側の他面に、ゴム弾性を有するクッションシートが設けられている構成とすることが好ましい。これによれば、触媒支援型の化学加工を行う際に、クッションシートによって被加工面にかかる加工圧力を均一にすることができる。

40

【0025】

請求項8に記載の発明では、請求項1ないし7のいずれか1つに記載の金属製研磨パッドの製造方法であって、

遷移金属触媒からなる金属繊維をホットプレスして一次成型体を成型する一次成型工程(S2)と、

一次成型体を常温で静水圧プレスして二次成型体を成型する二次成型工程(S3)とを

50

有し、

一次成型工程によって、金属繊維同士を焼結により固定させ、

二次成型工程では、静水圧で変形しない型材(11)により一次成型体の一面(10a)を覆うとともに、静水圧で変形可能な被覆材(12)により一次成型体の残りの面(10b)を覆った状態で静水圧プレスすることを特徴としている。

【0026】

ところで、本発明と異なり、ホットプレスまたは熱間静水圧プレスを単独で行って金属製研磨パッドを製造する場合、焼結による成型体の収縮や、型材や成型体の熱膨張による歪の影響により、成型体の平坦度が低下し、空隙率も不均一となってしまう。

【0027】

これに対して、本発明では、ホットプレスによって金属繊維同士を焼結させた後に、型材や成型体の熱膨張による歪の影響をほとんど受けない常温での静水圧プレスを行うので、成型体の高い平坦度を確保できる。また、二次成型工程の静水圧プレスでは、被覆材側から型材側に均一の圧力がかかるので、型材の平坦形状を圧縮成型体に精密に転写させることができ、かつ、金属製研磨パッドのどの部位においても均一な空隙率とすることができる。

【0028】

また、二次成型工程の静水圧プレスでは、常温で成型するので、高価で多くのエネルギーを必要とする熱間静水圧プレス装置を用いる必要が無い。したがって、型材も特別に耐熱性の高い材料を準備する必要は無く、型材は金属繊維として選択した材料よりも若干硬い材料であれば十分であり、工業的に安価なコストで金属製研磨パッドを製造できる。

【0029】

請求項9に記載の発明では、難加工材料からなる被加工物(6)の被加工面(6a)を平滑化加工する触媒支援型の化学加工方法において、

請求項1ないし7のいずれか1つに記載の金属製研磨パッド(2)の研磨面(2a)と被加工面(6a)とを押し合わせ、被加工面(6a)と研磨面(2a)との間に酸化剤を供給しながら、被加工物(6)と金属製研磨パッド(2)とを相対移動させることを特徴としている。

【0030】

これによれば、請求項1に記載の金属製研磨パッドを用いるので、請求項1に記載の発明と同様の効果が得られる。

【0031】

請求項10に記載の発明では、請求項9に記載の発明において、酸化剤とともに、補助研磨粒子を供給することを特徴としている。

【0032】

これによれば、補助研磨粒子を供給することで、上記した従来技術のように活性種のみで加工する場合と比較して、活性種で生じた被加工物の表面改質層を効率的に除去できる。このとき、請求項11に記載の発明のように、補助研磨粒子として、被加工物よりも軟らかいものを用いることで、被加工物に線状痕がつくことを抑制できる。さらに、請求項12に記載の発明のように、補助研磨粒子として、被加工物の表面改質層よりも硬いものを用いることで、加工速度を大きくできる。

【0033】

請求項9～12に記載の発明は、請求項13に記載の発明のように、難加工材料が、SiC、GaN、ダイヤモンド、サファイヤ、ルビーのいずれか1つである場合に、特に有効である。

【0034】

請求項9～13に記載の発明においては、請求項14に記載の発明のように、酸化剤として、純水、過酸化水素水、シュウ酸、フッ化水素酸の中から選択された1種の溶液または2種類以上の組み合わせから成る混合溶液を用いることができる。被加工物の酸化性に合わせて、酸化剤の種類を選択することで、加工速度を調整することが可能となる。これ

10

20

30

40

50

により、加工精度の調整を容易に行うことができる。

【0035】

なお、この欄および特許請求の範囲で記載した各手段の括弧内の符号は、後述する実施形態に記載の具体的手段との対応関係を示す一例である。

【図面の簡単な説明】

【0036】

【図1】第1実施形態における触媒支援型の化学加工装置の全体構成を示す概念図である。

【図2(a)】図1中の金属製研磨パッドの模式図であり、研磨面に平行な断面図である。

【図2(b)】図1中の金属製研磨パッドの模式図であり、研磨面に垂直な断面図である。

【図3】第1実施形態における金属製研磨パッドの製造工程を表すフローチャートである。

【図4】図3中の二次成型工程で静水圧プレスを行う際の一次成型体の状態を示す断面図である。

【図5(a)】第1実施形態における各種研磨パッドと被加工物とを押し合わせたときの被加工物の被加工面近傍の拡大図である。

【図5(b)】比較例1における各種研磨パッドと被加工物とを押し合わせたときの被加工物の被加工面近傍の拡大図である。

【図5(c)】比較例2における各種研磨パッドと被加工物とを押し合わせたときの被加工物の被加工面近傍の拡大図である。

【図6】第2実施形態における触媒支援型の化学加工装置の金属製研磨パッドおよび定盤を示す断面図である。

【図7】実施例1の直径20ミクロンのチタン繊維からなる、空隙率36%の金属製研磨パッドの走査型電子顕微鏡写真である。

【図8】実施例2の直径20ミクロンのチタン繊維からなる、空隙率78%の金属製研磨パッドの走査型電子顕微鏡写真である。

【図9】実施例3の直径20ミクロンのチタン繊維とニッケル繊維からなる金属製研磨パッドの走査型電子顕微鏡写真である。

【図10(a)】SiCウエハを研磨する前のSiCウエハ表面の粗さ曲線である。

【図10(b)】実施例1の金属製研磨パッドを用いてSiCウエハを研磨した後のSiCウエハ表面の粗さ曲線である。

【図10(c)】実施例1の金属製研磨パッドを用いてSiCウエハを更に研磨した後のSiCウエハ表面の粗さ曲線である。

【図11(a)】SiCウエハを研磨する前のSiCウエハ表面のレーザー顕微鏡による観察写真である。

【図11(b)】実施例1の金属製研磨パッドを用いてSiCウエハを研磨した後のSiCウエハ表面のレーザー顕微鏡による観察写真である。

【図11(c)】実施例1の金属製研磨パッドを用いてSiCウエハを更に研磨した後のSiCウエハ表面のレーザー顕微鏡による観察写真である。

【図12】実施例5の直径80ミクロンのチタン繊維からなる、空隙率56%の金属製研磨パッドの走査型電子顕微鏡写真である。

【図13】実施例6の直径80ミクロンのチタン繊維からなる、空隙率78%の金属製研磨パッドの走査型電子顕微鏡写真である。

【発明を実施するための形態】

【0037】

以下、本発明の実施形態について図に基づいて説明する。

(第1実施形態)

まず、本発明の第1実施形態における触媒支援型の化学加工装置および触媒支援型の化

10

20

30

40

50

学加工方法について説明する。図 1 に、本発明の金属製研磨パッドを用いた触媒支援型の化学加工を行う加工装置の概念図を示す。

【0038】

図 1 に示すように、加工装置は、定盤 1 と、金属製研磨パッド 2 と、ホルダー 3 と、第 1 ノズル 4 と、第 2 ノズル 5 とを備えている。

【0039】

定盤 1 は、平坦な上面を有し、上面に垂直な回転軸心を中心に回転可能となっている。金属製研磨パッド 2 は、定盤 1 の上面に取り付けられる。金属製研磨パッド 2 の研磨面 2 a は、被加工物 6 の被加工面 6 a よりも広い。ホルダー 3 は、難加工材料からなる被加工物 6 を保持する。ホルダー 3 は、定盤 1 の回転軸心に対して平行かつ偏心して設けられた回転軸を中心に回転可能となっている。なお、定盤 1 とホルダー 3 の両方が回転可能であるが、一方のみが回転する構成であっても良い。定盤 1 とホルダー 3 の回転方向は同じでも異なっても良い。

10

【0040】

第 1 ノズル 4 は、金属製研磨パッド 2 の研磨面 2 a と被加工物 6 の被加工面 6 a との間に、酸化剤を供給する第 1 供給部である。第 2 ノズル 5 は、金属製研磨パッド 2 の研磨面 2 a と被加工物 6 の被加工面 6 a との間に、補助研磨粒子を供給する第 2 供給部である。

【0041】

本明細書で言う難加工材料は、材料が高硬度かつ脆いために、機械的に強い条件で加工することが困難な材料を意味する。高硬度とは、Si 等よりも硬度が高いことを意味する。このような難加工材料の中でも SiC、GaN、ダイヤモンド、サファイヤ、ルビーのいずれか 1 つである場合に、工業的な価値が特に高い。ただし、被加工物を構成する材料は、難加工材料に限定されるものではなく、触媒支援型の化学加工方法で加工できる材料であれば良い。

20

【0042】

酸化剤としては、純水、過酸化水素水、シュウ酸、フッ化水素酸の中から選択された 1 種の溶液または 2 種類以上の組み合わせからなる混合溶液を用いることができる。酸化剤は、加工する難加工材料に対して最適な触媒反応を起こす酸化剤の種類から選択される。

【0043】

補助研磨粒子は、後述する、被加工物の表面に形成される表面改質層を除去するために用いられる補助加工材である。補助研磨粒子としては、被加工物よりも軟らかものを用い、より好ましくは、被加工物よりも軟らかく、かつ、被加工物の表面改質層よりも硬いものを用いる。補助研磨粒子の硬さを被加工物の硬さより軟らかく設定することで、被加工物の表面を損傷することなく、表面改質層を除去することができ、新たな触媒反応を促進することが可能となる。補助研磨粒子の硬さを表面改質層の硬さよりも硬く、被加工物の硬さより軟らかい硬さに設定することで、被加工材を損傷することなく大きな加工速度で加工することが可能となる。補助研磨粒子の材質としては、例えば、アルミナ、炭化ホウ素、シリカなどが挙げられる。補助研磨粒子の粒子径は、被加工材の材質、あるいは加工後の平滑度により選択されれば良く、特に限定されるものではない。

30

【0044】

次に、金属製研磨パッド 2 について説明する。図 2 (a) に、金属製研磨パッド 2 の研磨面 2 a に平行な断面を示し、図 2 (b) に、金属製研磨パッド 2 の研磨面 2 a に垂直な断面を示す。

40

【0045】

金属製研磨パッド 2 は、遷移金属触媒からなる金属繊維 2 1 の圧縮成型体で構成されたものであり、所定の空隙率を有している。圧縮成型体は、綿状の金属繊維に対して加熱および圧縮して成型されたものである。綿状の金属繊維は、1 本もしくは複数本の金属繊維から構成されている。なお、金属製研磨パッド 2 の製造方法の詳細は後述する。

【0046】

より具体的には、図 2 (a) に示すように、金属製研磨パッド 2 は、金属繊維 2 1 同士

50



が交差しており、交差した箇所 2 1 a が焼結していることにより、金属繊維 2 1 同士が固定されている。また、図 2 ( b ) に示すように、金属製研磨パッド 2 の研磨面 2 a は高い平坦度を有している。すなわち、研磨面 2 a では金属繊維 2 1 が平坦面をなすように並んでいる。また、図 2 ( a )、図 2 ( b ) に示すように、金属製研磨パッド 2 は、直径がほぼ均一である金属繊維 2 1 によって構成されている。

【 0 0 4 7 】

金属製研磨パッド 2 の原料となる金属繊維 2 1 の直径は、 $1 \mu\text{m}$  以上  $500 \mu\text{m}$  以下が好適である。金属繊維 2 1 の直径が  $500 \mu\text{m}$  を超える場合、金属繊維 2 1 自体の強度が高すぎて高密度かつ均一に圧縮成型することが困難となる。金属繊維 2 1 を高密度に成型できないと、原材料を繊維化する目的の一つである触媒反応させる表面積を増大させる効果が十分に得られないので、原料を金属繊維 2 1 とする利点が小さくなる。現在では、集束引抜き法によって直径  $1 \mu\text{m}$  までの極細径の金属繊維の製造が可能であるので、金属繊維 2 1 としては直径  $1 \mu\text{m}$  以上のものが使用可能である。ただし、次の理由により、金属繊維 2 1 の直径は、 $10 \mu\text{m}$  以上とすることが、より好ましい。金属繊維 2 1 の直径が  $10 \mu\text{m}$  未満の場合、原料となる金属繊維 2 1 の製造にコストがかかってしまう。また、この場合、後述する成型工程での加熱の際に、金属繊維 2 1 の活性が高すぎて大気中の酸素で酸化してしまう。

10

【 0 0 4 8 】

なお、本明細書でいう金属繊維 2 1 の直径とは、金属繊維 2 1 の断面積から算出した円相当径を言う。また、上記した金属繊維 2 1 の直径とは、原料として使用する金属繊維の 1 本あたりの直径の平均値である。複数本の金属繊維 2 1 を用いて金属製研磨パッド 2 を製造する場合、複数本の金属繊維 2 1 の全てにおいて、直径が  $1 \mu\text{m}$  以上  $500 \mu\text{m}$  以下であることが好適である。また、金属製研磨パッド 2 の製造後における金属繊維 2 1 の直径は、金属製研磨パッド 2 の製造前の金属繊維 2 1 の直径とほぼ等しいことから、上記した金属繊維 2 1 の直径は、金属製研磨パッド 2 を構成する金属繊維 2 1 の直径のことである。

20

【 0 0 4 9 】

金属製研磨パッド 2 の空隙率は、小さすぎず、大きすぎない所定の範囲内である。空隙率が小さすぎると、金属繊維 2 1 が弾性変形できなくなるため、金属製研磨パッド 2 と被加工物 6 とを押し合わせたときに、被加工面 6 a における触媒と接触または極近接する領域が少なくなってしまう。また、空隙率が小さすぎると、加工に用いる酸化剤や補助研磨粒子を被加工物 6 の被加工面 6 a に対向する研磨パッド表面 2 a で十分に保持することも困難となる。一方、空隙率が大きすぎると、酸化力を持つ活性種を発生させる反応表面積を大きくすることができなくなる。

30

【 0 0 5 0 】

具体的には、金属製研磨パッド 2 の空隙率を 10 % 以上 90 % 以下とする。これは、本発明者が種々の空隙率となるように圧縮成型体を成型したところ、空隙率 10 % 未満とすることは困難であり、90 % 超とすると、型を外した際に成型体の形状が維持されなかったからである。

【 0 0 5 1 】

金属製研磨パッド 2 の圧縮回復率は、金属繊維の直径と圧縮成型した際の成型体の成型密度により変化するが、90 % 以上 100 % 以下とすることが好適である。圧縮回復率が 90 % 未満の場合は、金属製研磨パッドと被加工物を加圧状態で加工した際に被加工物と金属製研磨パッドの全面を均一に接触させる事が難しく、局所的な接触となってしまうからである。

40

【 0 0 5 2 】

金属繊維は、例えば、チタン、ニッケル、銅、鉄、クロム、コバルト、白金の中から選択された 1 種の金属または 2 種類以上の組み合わせからなる合金で構成される。金属繊維の材質は、加工する難加工材料に対して最適な触媒反応を起こす金属材料の種類から選択される。本実施形態では、圧縮成型体を構成する金属繊維の材質は全て同じである。

50

## 【0053】

次に、金属製研磨パッド2の製造方法について説明する。図3に、金属製研磨パッド2の製造工程を表すフローチャートを示す。図3に示すように、原料準備工程S1と、一次成型工程S2と、二次成型工程S3とを行うことで、金属製研磨パッド2を製造する。

## 【0054】

原料準備工程S1では、金属製研磨パッド2の原料として、遷移金属触媒からなる金属繊維を準備する。このとき、準備する金属繊維は複数本でも1本でもよいが、複数本の場合、比較的長いものを用いることが好ましい。触媒支援型の化学加工法による平滑化加工の際における金属繊維の脱落を防止するためである。

## 【0055】

一次成型工程S2では、金属繊維をホットプレスして一次成型体（予備成型体）を成型する。このとき、金型内に金属繊維を綿状に配置して、加熱および加圧する。

## 【0056】

加熱温度は、交差した金属繊維同士の接触箇所が焼結して固化する温度である。例えば、金属繊維をチタンで構成する場合、加熱温度を700以上1000以下とする。成型温度が700未満であると金属繊維の変形が十分でなく成型体の密度が不均一となり、金属製研磨パッド2として使用できる成型体を得られない。成型温度が1000を超えると、金属繊維同士が局部的に焼結融合して接合されて収縮する。その結果、成型体の表面積が小さくなり、原料を金属繊維として狙う触媒反応面積を増大する効果が小さくなってしまふ。また、成型体の焼結が進みすぎると、成型体自体の寸法が収縮してしまい成型体の寸法精度を確保することが困難となり、被加工物との密着を確保することが可能な金属製研磨パッド2の形状を得ることが困難となる。

## 【0057】

また、ホットプレスの方法としては、金属繊維が酸化しやすい場合、予備成型体をなす金属繊維の酸化を抑制できて、成型体内への空気巻き込みによる成型不良の心配が無い、真空ホットプレス法を採用することが好ましい。これにより、触媒反応させる表面積が大きく、寸法精度の良い成型体を得ることができる。

## 【0058】

二次成型工程S3では、一次成型体を常温で静水圧プレスして二次成型体を成型する。図4に、二次成型工程S3で静水圧プレスを行う際の一次成型体の状態を示す。具体的には、図4に示すように、静水圧プレス時の静水圧で変形しない型材11により一次成型体10の一面10aを覆うとともに、静水圧で変形可能な被覆材12により一次成型体10の他面10bを含む残りの面を覆った状態で静水圧プレスする。これにより、一次成型体10の一面10aを平坦化させる。一次成型体10の一面10aが金属製研磨パッド2の研磨面2aとなる。

## 【0059】

型材11としては、鉄、アルミ、ガラスなどで構成された剛性の高い型材を採用できる。被覆材12としては、ゴムなどの弾性材料で構成されたシート状部材を採用できる。この二次成型工程S3では、熱間静水圧プレスに使用するような耐熱性のある特殊な金型材料を準備する必要は全く無い。ここでいう常温とは、加熱しない状態での温度を意味する。

## 【0060】

ところで、本実施形態と異なり、ホットプレスまたは熱間静水圧プレスを単独で行って金属製研磨パッド2を製造する場合、焼結による成型体の収縮や、型材や成型体の熱膨張による歪の影響により、成型体の平坦度が低下し、空隙率も不均一となってしまう。

## 【0061】

これに対して、本実施形態では、ホットプレスによって金属繊維同士を焼結させた後に、型材や成型体の熱膨張による歪の影響をほとんど受けない常温での静水圧プレスを行うので、成型体の高い平坦度を確保できる。また、二次成型工程S3の静水圧プレスでは、被覆材12側から型材11側に均一の圧力がかかるので、型材11の平坦形状を成型体に

10

20

30

40

50

精密に転写させることができ、かつ、金属製研磨パッド 2 のどの部位においても均一な空隙率とすることができる。

【0062】

また、二次成型工程 S 3 の静水圧プレスでは、常温で成型するので、高価で多くのエネルギーを必要とする熱間静水圧プレス装置を用いる必要が無い。したがって、型材 1 1 も特別に耐熱性の高い材料を準備する必要は無く、型材 1 1 は金属繊維として選択した材料よりも若干硬い材料であれば十分であり、工業的に安価なコストで金属製研磨パッド 2 を製造できる。

【0063】

次に、上記した構成の加工装置を用いた触媒支援型の化学加工方法について説明する。定盤 1 とホルダー 3 とをそれぞれ回転させながら、被加工物 6 の被加工面 6 a と金属製研磨パッド 2 の研磨面 2 a とを押し合わせる。そして、第 1、第 2 ノズル 4、5 から酸化剤と補助研磨粒子を、被加工面 6 a と研磨面 2 a との間に供給する。

10

【0064】

このとき、金属製研磨パッド 2 を構成する金属繊維の表面において、酸化剤から強力な酸化力を持つ活性種が発生する。例えば、金属繊維がチタンで構成され、酸化剤として過酸化水素を用いた場合、フェントン反応によって、ヒドロキシラジカルが発生する。この活性種によって、被加工面 6 a の表層が酸化層に改質され、すなわち、被加工面 6 a に表面改質層が形成される。そして、補助研磨粒子によって、この表面改質層が削り取られる。このようにして、被加工物 6 の被加工面 6 a が平滑化加工される。

20

【0065】

次に、本実施形態の主な特徴について説明する。図 5 ( a )、図 5 ( b )、図 5 ( c ) のそれぞれに、本実施形態、比較例 1、比較例 2 における各種研磨パッドと被加工物とを押し合わせたときの被加工物の被加工面近傍の拡大図を示す。

【0066】

図 5 ( b ) に示す比較例 1 は、上記発明が解決する課題の欄に記載の触媒金属で構成した研磨定盤 J 1 を用いた例である。この研磨定盤 J 1 と被加工物 6 とを押し合わせると、研磨定盤 J 1 は剛性が高いため、研磨定盤 J 1 は被加工物 6 の被加工面 6 a に存在する微細な凹凸に対応して変形しない。このため、被加工面 6 a と研磨定盤 J 1 の表面との間に微細な隙間が生じてしまう。

30

【0067】

これに対して、本実施形態の金属製研磨パッド 2 は、金属繊維 2 1 から構成されており、空隙を有しているので、研磨パッド表面 2 a に存在する金属繊維は弾性変形が可能である。このため、図 5 ( a ) に示すように、研磨パッド表面 2 a と被加工物 6 の被加工面 6 a とが押し合わされると、被加工面 6 a に存在する微細な凹凸に対応して、研磨パッド表面 2 a が変形することで、研磨パッド表面 2 a と被加工面 6 a との間に生じる隙間を小さくできる。すなわち、研磨パッド表面 2 a における被加工面 6 a の凸部に接する金属繊維 2 1 が押されて、被加工面 6 a の凹部に対向する金属繊維 2 1 が凹部に入り込む。これにより、比較例 1 と比較して、被加工面 6 a における触媒と接触もしくは極近接する領域を増大させることができる。この結果、触媒表面上で生成した強力な酸化力を持つ活性種を被加工物の被加工面に効率よく作用させることが可能となる。すなわち、被加工面 6 a に表面改質層を速く形成でき、平滑化加工の加工速度を大きくできる。

40

【0068】

また、図 5 ( c ) に示す比較例 2 は、柔軟性が高い研磨パッド J 2 を用いた例である。この研磨パッド J 2 は、触媒金属で構成されたものではなく、例えば、ポリウレタン樹脂製の不織布で構成されている。比較例 2 の研磨パッド J 2 と被加工物 6 とを押し合わせると、被加工面 6 a に存在する微細な凹凸に対応して、研磨パッド表面 J 2 a が変形することで、研磨パッド表面 J 2 a と被加工面 6 a との間の隙間をなくすることができる。

【0069】

しかし、この場合、研磨パッド J 2 の柔軟性が高すぎるため、研磨パッド表面 J 2 a が

50

被加工面 6 a に押されて変形してしまう。具体的には、研磨パッド表面 J 2 a が被加工面 6 a よりも大きい場合、研磨パッド表面 J 2 a が被加工面 6 a に押されると、研磨パッド表面 J 2 a のうち被加工物 6 の縁に対向する部位が変形してしまう。このため、被加工面 6 a の平滑化加工が困難となる。

【0070】

これに対して、本実施形態の金属製研磨パッド 2 は、金属繊維 2 1 の圧縮成型体で構成されているので、研磨パッド全体としては、剛性が高く、研磨面 2 a に被加工面 6 a を押し当てた際の研磨面 2 a 全体の変形は抑制される。すなわち、研磨面 2 a に被加工面 6 a を押し当てた際、研磨面 2 a は高い平坦度が維持される。よって、本実施形態の金属製研磨パッド 2 を用いることで、高精度な平滑化加工が可能である。

10

【0071】

また、本実施形態の金属製研磨パッド 2 によれば、触媒金属が 500 μ 以下の繊維形状であり、繊維の周囲に空隙を有するので、触媒金属が緻密なバルク形状の場合と比較して、酸化力を持つ活性種を発生させる反応表面積を大きくすることができる。

【0072】

さらに、本実施形態の金属製研磨パッド 2 によれば、研磨面に空隙が存在するので、被加工物の被加工面の加工に十分な量の酸化剤や補助研磨粒子を、研磨面に保持することができる。

【0073】

また、本実施形態の触媒支援型の化学加工方法では、被加工面 6 a と研磨面 2 a との間に、酸化剤だけでなく、補助研磨粒子も供給することにより、被加工物 6 の表面改質層を除去するようにしている。このため、本実施形態によれば、上記した従来技術のように活性種のみで加工する場合と比較して、被加工物の表面改質層を効率的に除去できる。

20

(第2実施形態)

図 6 に、第 2 実施形態における触媒支援型の化学加工装置の金属製研磨パッドおよび定盤を示す。

【0074】

第 1 実施形態では、金属製研磨パッド 2 を、直接、定盤 1 に取り付けたが、図 6 に示すように、ゴム弾性を有するクッションシート 1 3 を介在させて、金属製研磨パッド 2 を、定盤 1 に取り付けてもよい。すなわち、金属製研磨パッド 2 のうち研磨面 (一面) 2 a の反対側の面 (他面) 2 b に、クッションシート 1 3 を設けてもよい。

30

【0075】

これによれば、触媒支援型の化学加工を行う際に、クッションシート 1 3 によって被加工面 6 a にかかる加工圧力を均一にすることができる。

(第3実施形態)

圧縮成型体を構成する金属繊維の材質は、全て同じ場合に限らず、異なっても良い。すなわち、圧縮成型体が、金属繊維として、第 1 金属繊維と、この第 1 金属繊維とは異なる材質の第 2 金属繊維とを備える構成としてもよい (実施例 3 参照)。

【0076】

このように、被加工物の酸化性に合わせて、金属繊維の材質、すなわち、触媒の種類を組み合わせることで選択することにより、加工速度を調整することが可能となる。

40

(他の実施形態)

(1) 第 1 実施形態では、触媒支援型の化学加工を行う際に、第 2 ノズル 5 から補助研磨粒子を供給したが、上記した特許文献 1、2 に記載の従来技術のように、補助研磨粒子を供給せずに、触媒支援型の化学加工を行ってもよい。

【0077】

(2) 第 1 実施形態では、触媒支援型の化学加工装置が、被加工物 6 と金属製研磨パッド 2 とを回転運動させる構成であったが、被加工物 6 と金属製研磨パッド 2 の少なくとも一方を直線的な往復運動させる構成であってもよい。要するに、触媒支援型の化学加工装置は、被加工物 6 と金属製研磨パッド 2 とを相対移動させる構成であればよい。

50

## 【0078】

(3) 第1実施形態では、金属製研磨パッド2は、直径の大きさが1種類の金属繊維21によって構成されていたが、直径の大きさが複数種類の金属繊維によって構成されていてもよい。この場合であっても、1本の金属繊維の直径は1 $\mu$ m以上500 $\mu$ m以下であることが好ましい。

## 【0079】

(4) 上記各実施形態は、互いに無関係なものではなく、組み合わせが明らかに不可な場合を除き、適宜組み合わせが可能である。また、上記各実施形態において、実施形態を構成する要素は、特に必須であると明示した場合および原理的に明らかに必須であると考えられる場合等を除き、必ずしも必須のものではないことは言うまでもない。

10

## 【実施例】

## 【0080】

以下、本発明の実施例について説明する。実施例1～3は、金属製研磨パッドの製造例である。実施例4は、金属製研磨パッドを用いた触媒支援型の化学加工法による平滑化加工の例である。

## (実施例1)

上記した第1実施形態に記載の金属製研磨パッドの製造方法によって、空隙率36%の金属製研磨パッドを製造した。以下、具体的な条件を説明する。

## 【0081】

表1に示す金属繊維を準備した(原料準備工程S1)。なお、準備した金属繊維は、直径がほぼ均一のものである。

20

## 【0082】

## 【表1】

金属繊維の材質	純チタン
金属繊維の直径	20ミクロン

そして、表2に示す成型条件にて、一軸真空ホットプレスにより、予備成型体を成型した(一次成型工程S2)。このとき、予備成型体の目標密度を、二次成型工程の圧縮率と目的とする金属製研磨パッドの空隙率より逆算して設定した。

30

## 【0083】

具体的には、目的とする金属製研磨パッドの空隙率が36%のときでは、空隙率がやや高い45%となるように一軸真空ホットプレスで圧縮する成型ストロークを調整した。目的とする金属製研磨パッドの空隙率もよりもやや高い空隙率とする理由は、目標とする空隙率に最終成型する静水圧プレスでの成型性を考慮する必要があるためである。一軸真空ホットプレス後の成型体の密度が高すぎると、静水圧プレスでの変形量が少なくなり成型体の密度を均一化することが難しくなる。逆に、一軸真空ホットプレス後の成型体の密度が低すぎると、静水圧プレスでの変形量が大きくなり、目標とする成型密度に圧縮することができず、さらに、成型体に大きな圧縮残留応力が生じて、成型体が大きく変形してしまうからである。

40

## 【0084】

## 【表2】

成型方法	一軸真空ホットプレス
型	鉄製の平面金型
成型温度	800℃
成型時間	0.5時間

その後、表3に示す成型条件にて、静水圧プレスにより、金属製研磨パッドを成型した(二次成型工程S3)。このとき、静水圧プレスの成型圧力を、最終的に目的とする金属

50

製研磨パッドの空隙率、チタン繊維の直径や一軸真空ホットプレス後の予備成型体の密度に応じて設定した。

【 0 0 8 5 】

【 表 3 】

成型方法	静水圧プレス（常温）
型材 1 1	平面ガラス
被覆材 1 2	ゴムシート
成型圧力	2MP a
成型時間	6 0 秒

10

このようにして製造された空隙率 3 6 % の金属製研磨パッドの走査型電子顕微鏡写真を図 7 に示す。図 7 より、成型した金属製研磨パッドの表面が均一な密度であることが確認できる。また、空隙率 3 6 % の金属製研磨パッドについて、圧縮回復率を測定した結果、圧縮回復率は 9 9 % であった。

（実施例 2）

実施例 1 と同様の方法により、空隙率 7 8 % の金属製研磨パッドを製造した。なお、金属製研磨パッドの空隙率 7 8 % となるように、一軸真空ホットプレスでの成型ストロークを調整するとともに、静水圧プレスでの成形圧力を調整した。

20

【 0 0 8 6 】

製造された空隙率 7 8 % の金属製研磨パッドの走査型電子顕微鏡写真を図 8 に示す。また、空隙率 7 8 % の金属製研磨パッドについて、圧縮回復率を測定した結果、圧縮回復率は 9 7 % であった。

（実施例 3）

ニッケル繊維（第 1 金属繊維）とチタン繊維（第 2 金属繊維）とを用いて、実施例 1 と同様の方法により、金属製研磨パッドを製造した。製造された金属研磨パッドの顕微鏡写真を図 9 に示す。図 9 より、ニッケル繊維 2 2 と、チタン繊維 2 3 とによって、金属製研磨パッドが構成されていることが確認できる。

（実施例 4）

実施例 1 で製造した金属製研磨パッドを用い、第 1 実施形態で説明した図 1 の加工装置によって、触媒支援型の化学加工方法で被加工物の平滑化加工を行った。このときの加工条件を表 4 に示す。

30

【 0 0 8 7 】

【表 4】

金属製研磨パッド	空隙率36%の金属製研磨パッド
研磨パッド直径	200mm
研磨パッド回転数	毎分90回転
研磨荷重	4kg
酸化剤	純水
酸化剤供給量	10ml/分
酸化剤温度	20~23℃
補助研磨粒子	フジミ社製高純度アルミナ 品番：WA#30000
補助研磨粒子濃度	0.1g/ml
補助研磨粒子供給量	5ml/min
被加工物	TankeBlue社製SiCウエハ 品番：4H-N 直径：2インチ、厚さ：400μm 加工面：Si面

10

20

図10(a)、図10(b)に、実施例1で製造した金属製研磨パッドを用いて難加工材料であるSiCウエハのSi面を触媒支援型の化学加工方法で平滑化加工したときのSiCウエハ表面の加工前後の粗さ曲線を示す。図10(a)が加工前の粗さ曲線、図10(b)が加工後の粗さ曲線を示している。加工前の粗さ曲線と加工後の粗さ曲線を比較すると、粗さ曲線における谷の形状が鋭角形状に維持されつつ、粗さ曲線における山の形状が鋭角から丸い形状に変わっていることがわかる。よって、加工前後の粗さ曲線より、加工前のSiCウエハ表面の粗さ凸部のみが選択的に加工されていることが確認できる。

## 【0088】

これは、一般的なダイヤモンドスラリーを用いたポリッシングでは、SiCウエハ表面の粗さ凸部と凹部両方が同時に加工されてしまい目的とする表面粗さとするまでに多くの加工代を必要とするが、本発明の金属製研磨パッドを用いたSiCウエハの加工方法では、凸部のみが選択的に加工できて加工代が少なく済み、効率的であるといったことを証明している。

30

## 【0089】

図11(a)、図11(b)に、実施例1で製造した金属製研磨パッドを用いて難加工材料の表面を触媒支援型の化学加工方法で平滑化加工したときの加工前後のSiCウエハ表面のレーザー顕微鏡による観察写真を示す。図11(a)が加工前の表面状態、図11(b)が加工後の表面状態を示している。加工前の表面状態と加工後の表面状態を比較すると、加工前のSiCウエハ表面に多くの線状痕があるのに対して、加工後は線状痕が減少して平滑化した表面が多く観察できる。

40

## 【0090】

ところで、一般的なダイヤモンドスラリーを用いたポリッシングでは、平滑化した表面にもダイヤモンドの粒子で傷つけられた線状痕が必ず残る。

## 【0091】

これに対して、図11(b)に示されるように、本発明の金属製研磨パッドを用いたSiCウエハの加工方法では、平滑化した表面に全く線状痕が存在していない。これは、SiCウエハの加工のほとんどが化学的な作用で行われており、加工による欠陥が全く無い、無欠陥、つまりダメージレスで、SiCウエハの表面が形成できるといったことを証明している。

50

## 【 0 0 9 2 】

図 1 0 ( c )、図 1 1 ( c )に、それぞれ、図 1 0 ( b )および図 1 1 ( b )に示す状態の S i C ウエハ表面に対して更に平滑化加工を進めたときの S i C ウエハ表面の粗さ曲線、レーザー顕微鏡による観察写真を示す。図 1 0 ( c )、図 1 1 ( c )に示されるように、更に平滑化加工を進めることで、S i C ウエハ表面の平坦度が増すことがわかる。

( 実施例 5 )

純チタンで構成され、直径が 8 0 μ m である金属繊維を用いて、実施例 1 と同様の方法により、空隙率 5 6 % の金属製研磨パッドを製造した。製造された金属製研磨パッドの走査型電子顕微鏡写真を図 1 2 に示す。

( 実施例 6 )

純チタンで構成され、直径が 8 0 μ m である金属繊維を用いて、実施例 1 と同様の方法により、空隙率 7 8 % の金属製研磨パッドを製造した。製造された金属製研磨パッドの走査型電子顕微鏡写真を図 1 3 に示す。

## 【 0 0 9 3 】

上記の説明から明らかなように、本発明は、金属繊維からなる金属製研磨パッドを用いて難加工材料の表面を触媒支援型の化学加工方法で加工することにより、金属触媒から発生させた強力な酸化力を持つ活性種を、効率的に、被加工物の被加工面に接触、もしくは極近接させることが可能であり、加工速度が大きいばかりではなく、被加工材の表面に欠陥が全く無い研磨方法を提供することができる。

【 産業上の利用可能性 】

## 【 0 0 9 4 】

本発明の金属製研磨パッドを用いた触媒支援型の化学加工方法は、難加工材料、特に、パワー半導体材料として使用される S i C であるとか、G a N、ダイヤモンド、サファイヤ、ルビーなどの加工に好適である。

【 符号の説明 】

## 【 0 0 9 5 】

- 1 定盤
- 2 金属製研磨パッド
- 2 a 研磨面
- 2 1 金属繊維 ( 触媒 )
- 3 ホルダー
- 4 第 1 ノズル
- 5 第 2 ノズル
- 6 被加工物
- 6 a 被加工面
- 1 0 一次成型体
- 1 1 型材
- 1 2 被覆材
- 1 3 クッションシート

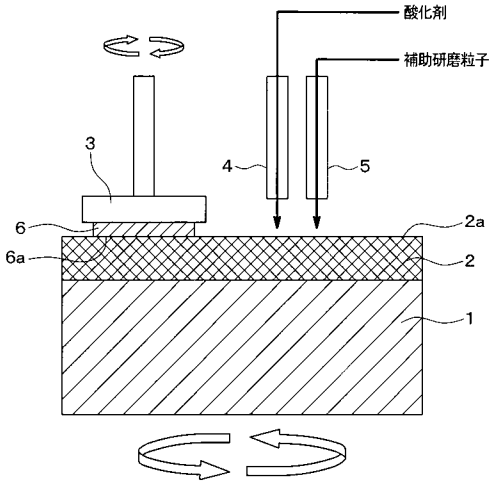
10

20

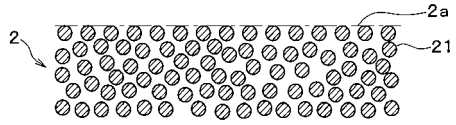
30



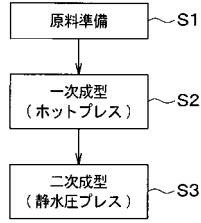
【図1】



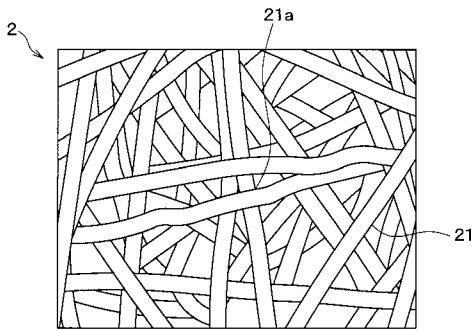
【図2(b)】



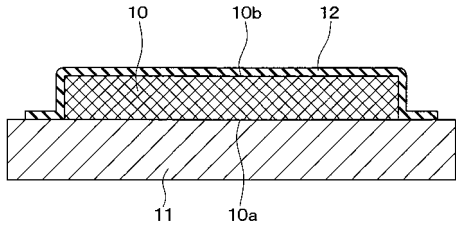
【図3】



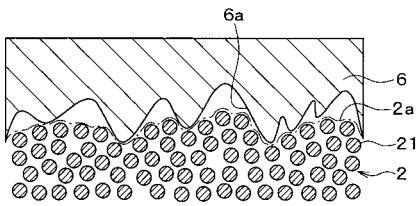
【図2(a)】



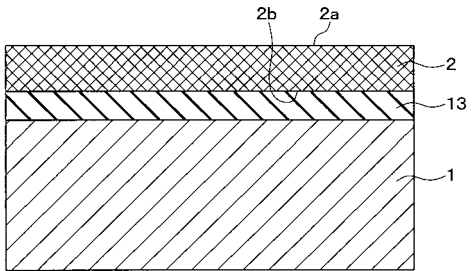
【図4】



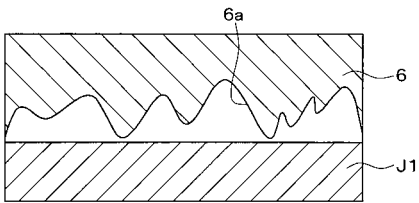
【図5(a)】



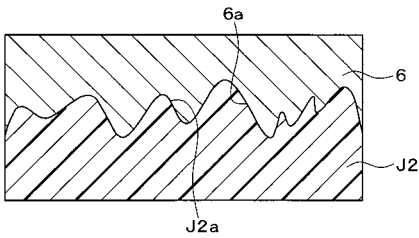
【図6】



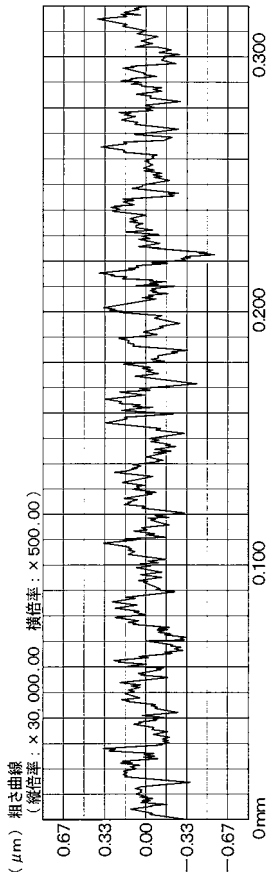
【図5(b)】



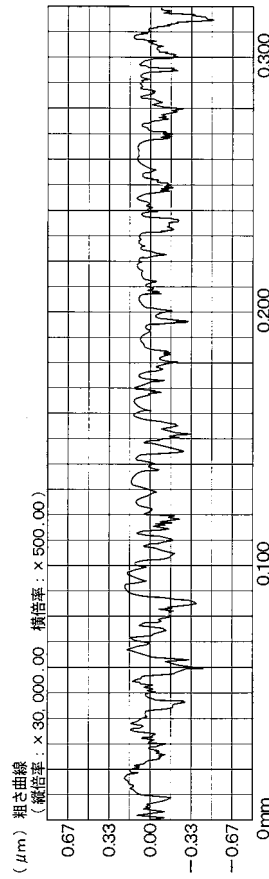
【図5(c)】



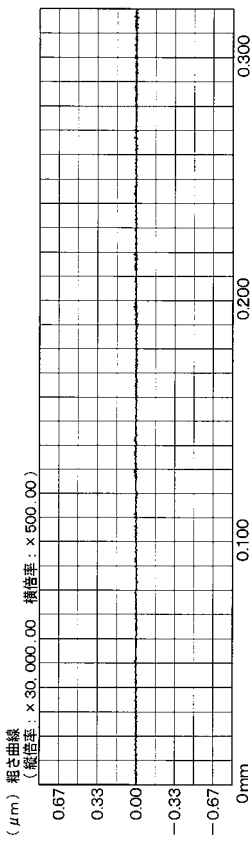
【 図 10 ( a ) 】



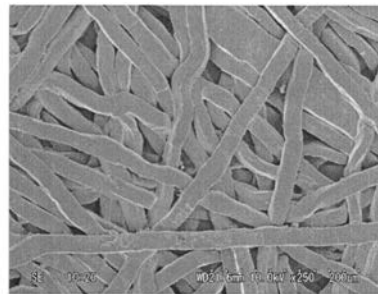
【 図 10 ( b ) 】



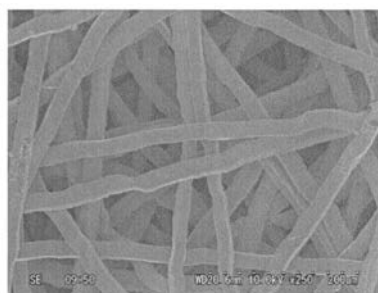
【 図 10 ( c ) 】



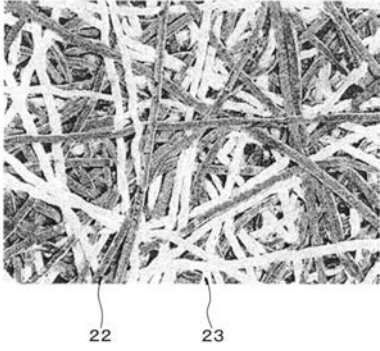
【 図 7 】



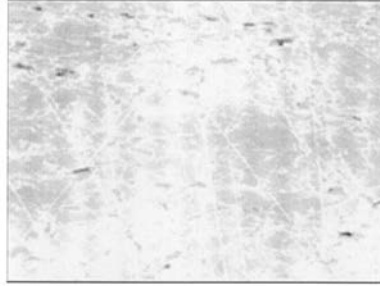
【 図 8 】



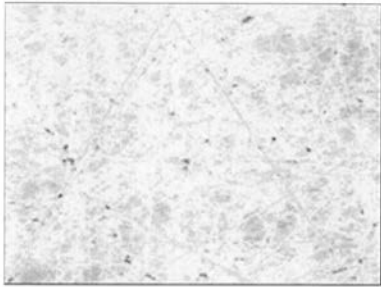
【 図 9 】



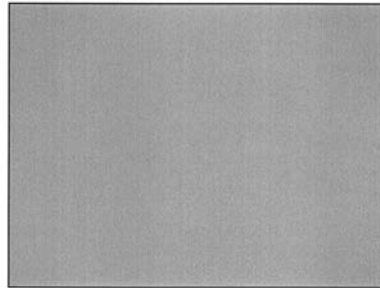
【 図 1 1 ( b ) 】



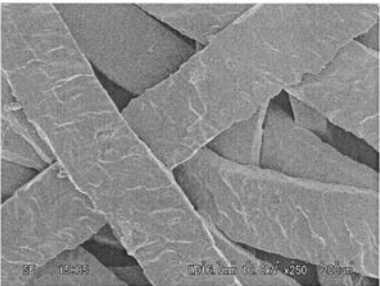
【 図 1 1 ( a ) 】



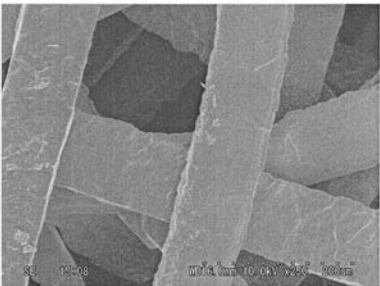
【 図 1 1 ( c ) 】



【 図 1 2 】



【 図 1 3 】



## 【手続補正書】

【提出日】平成26年11月28日(2014.11.28)

## 【手続補正1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】

被加工物(6)の被加工面(6a)を触媒支援型の化学加工方法で平滑化加工するための金属製研磨パッド(2)であって、

遷移金属触媒からなる金属繊維(21、22、23)の圧縮成型体で構成され、

前記圧縮成型体は、交差した前記金属繊維同士の接触箇所が焼結して、前記金属繊維同士が固定されているとともに、所定の空隙率を有することを特徴とする金属製研磨パッド。

【請求項2】

前記金属繊維(21、22、23)は、直径が1 $\mu$ m以上500 $\mu$ m以下であることを特徴とする請求項1に記載の金属製研磨パッド。

【請求項3】

前記空隙率は、10%以上90%以下であることを特徴とする請求項1または2に記載の金属製研磨パッド。

【請求項4】

前記圧縮成型体は、圧縮回復率が90%以上100%以下であることを特徴とする請求項1ないし3のいずれか1つに記載の金属製研磨パッド。

【請求項5】

前記金属繊維(21、22、23)は、チタン、ニッケル、銅、鉄、クロム、コバルト、白金の中から選択された1種の金属または2種類以上の組み合わせからなる合金で構成されることを特徴とする請求項1ないし4のいずれか1つに記載の金属製研磨パッド。

【請求項6】

前記圧縮成型体は、第1金属繊維(22)と、前記第1金属繊維とは異なる材質の第2金属繊維(23)とを備えることを特徴とする請求項1ないし5のいずれか1つに記載の金属製研磨パッド。

【請求項7】

前記圧縮成型体は、研磨面となる一面(2a)と、それとは反対側の他面(2b)とを有し、

前記他面にゴム弾性を有するクッションシート(13)が設けられていることを特徴とする請求項1ないし6のいずれか1つに記載の金属製研磨パッド。

【請求項8】

請求項1ないし7のいずれか1つに記載の前記金属製研磨パッドの製造方法であって、遷移金属触媒からなる金属繊維をホットプレスして一次成型体を成型する一次成型工程(S2)と、

前記一次成型体を常温で静水圧プレスして二次成型体を成型・する二次成型工程(S3)とを有し、

前記一次成型工程によって、前記金属繊維同士を焼結により固定させ、

前記二次成型工程では、静水圧で変形しない型材(11)により前記一次成型体の一面(10a)を覆うとともに、静水圧で変形可能な被覆材(12)により前記一次成型体の残りの面(10b)を覆った状態で前記静水圧プレスすることを特徴とする金属製研磨パッドの製造方法。

【請求項9】

難加工材料からなる被加工物(6)の被加工面(6a)を平滑化加工する触媒支援型の

化学加工方法において、

請求項 1 ないし 7 のいずれか 1 つに記載の前記金属製研磨パッド ( 2 ) の研磨面 ( 2 a ) と前記被加工面 ( 6 a ) とを押し合わせ、前記被加工面 ( 6 a ) と前記研磨面 ( 2 a ) との間に酸化剤を供給しながら、前記被加工物 ( 6 ) と前記金属製研磨パッド ( 2 ) とを相対移動させることを特徴する触媒支援型の化学加工方法。

【請求項 1 0】

前記酸化剤とともに、補助研磨粒子を供給することを特徴とする請求項 9 に記載の触媒支援型の化学加工方法。

【請求項 1 1】

前記補助研磨粒子として、前記被加工物よりも軟らかいものを用いることを特徴とする請求項 1 0 に記載の触媒支援型の化学加工方法。

【請求項 1 2】

前記補助研磨粒子は、前記被加工物の表面改質層よりも硬いことを特徴とする請求項 1 1 に記載の触媒支援型の化学加工方法。

【請求項 1 3】

前記難加工材料は、SiC、GaN、ダイヤモンド、サファイヤ、ルビーのいずれか 1 つであることを特徴とする請求項 9 ないし 1 2 のいずれか 1 つに記載の触媒支援型の化学加工方法。

【請求項 1 4】

前記酸化剤として、純水、過酸化水素水、シュウ酸、フッ化水素酸の中から選択された 1 種の溶液または 2 種類以上の組み合わせから成る混合溶液を用いることを特徴とする請求項 9 ないし 1 3 のいずれか 1 つに記載の触媒支援型の化学加工方法。

【請求項 1 5】

前記圧縮成型体は、綿状の前記金属繊維に対して加熱および圧縮して成型されたものであることを特徴とする請求項 1 ないし 7 のいずれか 1 つに記載の金属製研磨パッド。

【請求項 1 6】

前記金属繊維として、チタンで構成された金属繊維を用い、

前記一次成型工程の加熱温度を 7 0 0 以上 1 0 0 0 以下とすることを特徴とする請求項 8 に記載の金属製研磨パッドの製造方法。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 0 3

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 0 0 3】

触媒と接触または極近接する領域が少なくなってしまう。

[ 0 0 1 1 ]

この結果、触媒表面上で生成した強力な酸化力を持つ活性種を被加工物の被加工面に効率よく作用させることができず、被加工物の平滑化加工の際の加工速度が小さくなり、加工時間が長くなってしまう。

[ 0 0 1 2 ]

本発明は、上記点に鑑みて、被加工面における触媒と接触または極近接する領域を増大できる金属製研磨パッドおよびその製造方法を提供することを目的とする。また、本発明は、その金属製研磨パッドを用いた触媒支援型の化学加工方法を提供することを他の目的とする。

課題を解決するための手段

[ 0 0 1 3 ]

上記目的を達成するため、請求項 1 に記載の発明では、被加工物 ( 6 ) の被加工面 ( 6 a ) を触媒支援型の化学加工方法で平滑化加工するための金属製研磨パッド ( 2 ) であって、

遷移金属触媒からなる金属繊維（21、22、23）の圧縮成型体で構成され、  
圧縮成型体は、交差した金属繊維同士の接触箇所が焼結して、金属繊維同士が固定されているとともに、所定の空隙率を有することを特徴としている。

[0014]

本発明の研磨パッドは、金属繊維から構成されており、空隙を有しているため、研磨パッド表面に存在する金属繊維は弾性変形が可能である。このため、本発明の研磨パッド表面と被加工物の被加工面とが押し合わされると、被加工面に存在する微細な凹凸に対応して、金属繊維が変形することで、研磨パッド表面と被加工面との間に生じる隙間を小さくできる。これにより、上記した従来技術と比較して、被加工面における触媒と接触もしくは極近接する領域を増大させることができる。この結果、触媒表面上で生成した強力な酸化力を持つ活性種を被加工物の被加工面に効率よく作用させることが可能となり、平滑化加工の加工速度を大きくできる。

[0015]

ところで、隙間を埋めるだけであれば、研磨パッドの研磨面全体が変形可能に構成されていれば良いが、研磨面に被加工面を押し当てた際に、研磨面全体が変形してしまうと、平滑化加工が困難となる。

[0016]

これに対して、本発明の研磨パッドは、金属繊維の圧縮成型体で構成されているので、研磨パッド全体としては、剛性が高く、研磨パッドの研磨面に

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0007

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0007】

[0034]

請求項9～13に記載の発明においては、請求項14に記載の発明のように、酸化剤として、純水、過酸化水素水、シュウ酸、フッ化水素酸の中から選択された1種の溶液または2種類以上の組み合わせから成る混合溶液を用いることができる。被加工物の酸化性に合わせて、酸化剤の種類を選択することで、加工速度を調整することが可能となる。これにより、加工精度の調整を容易に行うことができる。

請求項15に記載の発明では、請求項1に記載の発明において、前記圧縮成型体は、綿状の前記金属繊維に対して加熱および圧縮して成型されたものであることを特徴としている。

請求項16に記載の発明では、請求項8に記載の発明において、前記金属繊維として、チタンで構成された金属繊維を用い、前記一次成型工程の加熱温度を700以上1000以下とすることを特徴としている。

[0035]

なお、この欄および特許請求の範囲に記載した各手段の括弧内の符号は、後述する実施形態に記載の具体的手段との対応関係を示す一例である。

図面の簡単な説明

[0036]

[図1] 第1実施形態における触媒支援型の化学加工装置の全体構成を示す概念図である。

[図2(a)] 図1中の金属製研磨パッドの模式図であり、研磨面に平行な断面図である。

[図2(b)] 図1中の金属製研磨パッドの模式図であり、研磨面に垂直な断面図である。

[図3] 第1実施形態における金属製研磨パッドの製造工程を表すフローチャートである。

[ 図 4 ] 図 3 中の二次成型工程で静水圧プレスを行う際の一次成型体の状態を示す断面図である。

[ 図 5 ( a ) ] 第 1 実施形態における各種研磨パッドと被加工物とを押し合わせたときの被加工物の被加工面近傍の拡大図である。

[ 図 5 ( b ) ] 比較例 1 における各種研磨パッドと被加工物とを押し合わせたときの被加工物の被加工面近傍の拡大図である。

[ 図 5 ( c ) ] 比較例 2 における各種研磨パッドと被加工物とを押し合わせたときの被加工物の被加工面近傍の拡大図である。

[ 図 6 ] 第 2 実施形態における触媒支援型の化学加工装置の金属製研磨パッドおよび定盤を示す断面図である。

[ 図 7 ] 実施例 1 の直径 20 ミクロンのチタン繊維からなる、空隙率 36 % の金

## 【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT		International application No. PCT/JP2014/066169
<b>A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER</b> H01L21/304(2006.01)i, B01J21/06(2006.01)i, B01J23/755(2006.01)i, B22F3/11(2006.01)i, B22F3/14(2006.01)i, B24B37/24(2012.01)i  According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
<b>B. FIELDS SEARCHED</b> Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) H01L21/304, B01J21/06, B01J23/755, B22F3/11, B22F3/14, B24B37/24  Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Jitsuyo Shinan Koho 1922-1996 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2014 Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2014 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2014  Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)		
<b>C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT</b>		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 2011-129596 A (Osaka University), 30 June 2011 (30.06.2011), claim 7; paragraphs [0001], [0024], [0041], [0045] to [0049], [0057], [0060]; fig. 3 to 4 & US 2012/0244649 A1 & EP 2513955 A & WO 2011/074691 A1 & TW 201135821 A & KR 10-2012-0102109 A	1-14
Y	JP 2013-508197 A (3M Innovative Properties Co.), 07 March 2013 (07.03.2013), paragraphs [0030], [0034], [0037]; fig. 1 to 2 & US 2012/0231691 A1 & EP 2490889 A & WO 2011/049831 A2 & CA 2777458 A1 & CN 102574357 A & AU 2010310819 A & KR 10-2012-0079842 A & MX 2012004263 A	1-14
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input type="checkbox"/> 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 "&" document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search 28 August, 2014 (28.08.14)		Date of mailing of the international search report 09 September, 2014 (09.09.14)
Name and mailing address of the ISA/ Japanese Patent Office		Authorized officer
Facsimile No.		Telephone No.



## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2014/066169

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 2008-254136 A (Toray Industries, Inc.), 23 October 2008 (23.10.2008), paragraphs [0010], [0056] (Family: none)	1-4
Y	JP 2010-58170 A (Kuraray Co., Ltd.), 18 March 2010 (18.03.2010), paragraph [0019] (Family: none)	1-4
Y A	JP 2005-236200 A (Toyo Tire and Rubber Co., Ltd.), 02 September 2005 (02.09.2005), paragraph [0006] & US 2007/0178812 A1 & WO 2005/081300 A1 & CN 1950930 A & KR 10-1107842 B & TWB 00I358081	4-14 1-3
Y A	JP 7-266215 A (Hitachi, Ltd.), 17 October 1995 (17.10.1995), paragraph [0054] (Family: none)	8-14 1-7
A	JP 2-71968 A (CMK Corp.), 12 March 1990 (12.03.1990), page 3, lower left column, lines 13 to 20; fig. 1 (Family: none)	1-14
A	JP 9-267270 A (Riken Corundum Co., Ltd.), 14 October 1997 (14.10.1997), paragraphs [0015], [0023] (Family: none)	1-14

国際調査報告		国際出願番号 PCT/J P 2014/066169									
A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC)) Int.Cl. H01L21/304(2006.01)i, B01J21/06(2006.01)i, B01J23/755(2006.01)i, B22F3/11(2006.01)i, B22F3/14(2006.01)i, B24B37/24(2012.01)i											
B. 調査を行った分野 調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC)) Int.Cl. H01L21/304, B01J21/06, B01J23/755, B22F3/11, B22F3/14, B24B37/24.											
最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの <table border="0"> <tr> <td>日本国実用新案公報</td> <td>1922-1996年</td> </tr> <tr> <td>日本国公開実用新案公報</td> <td>1971-2014年</td> </tr> <tr> <td>日本国実用新案登録公報</td> <td>1996-2014年</td> </tr> <tr> <td>日本国登録実用新案公報</td> <td>1994-2014年</td> </tr> </table>				日本国実用新案公報	1922-1996年	日本国公開実用新案公報	1971-2014年	日本国実用新案登録公報	1996-2014年	日本国登録実用新案公報	1994-2014年
日本国実用新案公報	1922-1996年										
日本国公開実用新案公報	1971-2014年										
日本国実用新案登録公報	1996-2014年										
日本国登録実用新案公報	1994-2014年										
国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)											
C. 関連すると認められる文献											
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号									
Y	JP 2011-129596 A (国立大学法人大阪大学) 2011.06.30, 請求項 7, 【0001】, 【0024】, 【0041】, 【0045】 - 【0049】, 【0057】, 【0060】, 図 3-4 & US 2012/0244649 A1 & EP 2513955 A & WO 2011/074691 A1 & TW 201135821 A & KR 10-2012-0102109 A	1-14									
<input checked="" type="checkbox"/> C欄の続きにも文献が列挙されている。		<input type="checkbox"/> パテントファミリーに関する別紙を参照。									
* 引用文献のカテゴリー 「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの 「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの 「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す) 「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献 「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願		の日の後に公表された文献 「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの 「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの 「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの 「&」 同一パテントファミリー文献									
国際調査を完了した日 28.08.2014		国際調査報告の発送日 09.09.2014									
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁 (ISA/J P) 郵便番号 100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号		特許庁審査官 (権限のある職員) 岩瀬 昌治	3 P 9246								
		電話番号 03-3581-1101 内線 3364									

国際調査報告

国際出願番号 PCT/J P 2014/066169

C (続き) 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
Y	JP 2013-508197 A (スリーエム イノベイティブ プロパティズ カンパニー) 2013.03.07, 【0030】, 【0034】, 【0037】, 図 1-2 & US 2012/0231691 A1 & EP 2490889 A & WO 2011/049831 A2 & CA 2777458 A1 & CN 102574357 A & AU 2010310819 A & KR 10-2012-0079842 A & MX 2012004263 A	1-14
Y	JP 2008-254136 A (東レ株式会社) 2008.10.23, 【0010】, 【0056】, (ファミリーなし)	1-14
Y	JP 2010-58170 A (株式会社クラレ) 2010.03.18, 【0019】 (ファミリーなし)	1-14
Y A	JP 2005-236200 A (東洋ゴム工業株式会社) 2005.09.02, 【0006】 & US 2007/0178812 A1 & WO 2005/081300 A1 & CN 1950930 A & KR 10-1107842 B & TWB 001358081	4-14 1-3
Y A	JP 7-266215 A (株式会社日立製作所) 1995.10.17, 【0054】 (ファミリーなし)	8-14 1-7
A	JP 2-71968 A (日本シイエムケイ株式会社) 1990.03.12, 第3頁左下欄第13-20行, 第1図 (ファミリーなし)	1-14
A	JP 9-267270 A (理研コランダム株式会社) 1997.10.14, 【0015】, 【0023】 (ファミリーなし)	1-14

様式PCT/ISA/210 (第2ページの続き) (2009年7月)

## フロントページの続き

(81)指定国 AP(BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, 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, LT, 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 山口 英二

愛知県豊川市穂ノ原3丁目1番地 新東工業株式会社豊川製作所内

Fターム(参考) 5F057 AA14 AA24 BA11 BB06 BB09 BB12 BB40 CA11 DA40 EA03  
EA22 EB02 EB05 EB30

(注)この公表は、国際事務局(WIPO)により国際公開された公報を基に作成したものである。なおこの公表に係る日本語特許出願(日本語実用新案登録出願)の国際公開の効果は、特許法第184条の10第1項(実用新案法第48条の13第2項)により生ずるものであり、本掲載とは関係ありません。