

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2015-47692

(P2015-47692A)

(43) 公開日 平成27年3月16日(2015.3.16)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
<b>B 2 4 B 37/22 (2012.01)</b>	B 2 4 B 37/00 W	
<b>B 2 4 B 37/26 (2012.01)</b>	B 2 4 B 37/00 T	
<b>H O 1 L 21/304 (2006.01)</b>	H O 1 L 21/304 6 2 1 D	
	H O 1 L 21/304 6 2 2 F	
	H O 1 L 21/304 6 2 2 X	
審査請求 未請求 請求項の数 10 O L 外国語出願 (全 24 頁)		

(21) 出願番号	特願2014-174665 (P2014-174665)	(71) 出願人	504089426
(22) 出願日	平成26年8月29日 (2014.8.29)		ローム アンド ハース エレクトロニッ
(31) 優先権主張番号	14/014,498		ク マテリアルズ シーエムピー ホウル
(32) 優先日	平成25年8月30日 (2013.8.30)		ディングス インコーポレイテッド
(33) 優先権主張国	米国 (US)		アメリカ合衆国 デラウェア州 1 9 7 1
			3、ニューアーク、ベルビュー・ロード
			4 5 1
		(71) 出願人	502141050
			ダウ グローバル テクノロジーズ エル
			エルシー
			アメリカ合衆国 ミシガン州 4 8 6 7 4
			, ミッドランド, ダウ センター 2 0 4
			O
		(74) 代理人	110001508
			特許業務法人 津国

最終頁に続く

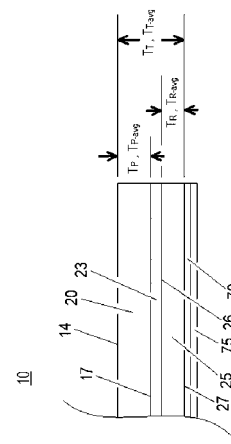
(54) 【発明の名称】 基材を化学機械研磨する方法

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】欠陥形成を最小限にしながらもより高い程度の平坦化を提供する、基板を化学機械研磨する方法を提供する。

【解決手段】基材を化学機械研磨する方法は、基材を提供する工程、研磨面 1 4 を有し、初期加水分解安定性を持続的加水分解不安定性と併せて示すように選択された組成を備える研磨層 2 0 と、上面 2 6 及び下面 2 7 を有する硬質層 2 5 と、研磨層 2 0 のベース面 1 7 と硬質層 2 5 の上面 2 6 との間に挿入された、研磨層 2 0 を硬質層 2 5 に接着するホットメルト接着剤 2 3 と、スタック側及びプラテン側を有する感圧プラテン接着剤層 7 0 であって、スタック側が硬質層 2 5 の下面 2 7 に隣接する感圧プラテン接着剤層 7 0 とを含む化学機械研磨パッド 1 0 を提供する工程、及び研磨面 2 0 と基材との間に動的接触を生じさせて基材の表面を研磨する工程を含む。

【選択図】図 2



## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

磁性基材、光学基材及び半導体基材の少なくとも一つから選択される基材を提供する工程、

組成及び研磨面を有する研磨層であって、前記組成が、(i)前記研磨層の試料の長さ寸法が25の脱イオン水中24時間の浸漬ののち<1%変化する初期加水分解安定性を(ii)前記研磨層の前記試料の前記長さ寸法が25の脱イオン水中7日間の浸漬ののち1.75%変化する持続的加水分解不安定性と併せて示すように選択されている研磨層と、

上面及び下面を有する硬質層と、

前記研磨層のベース面と前記硬質層の前記上面との間に挿入された、前記研磨層を前記硬質層に接着するホットメルト接着剤と、

スタック側及びプラテン側を有する感圧プラテン接着剤層であって、前記スタック側が前記硬質層の前記下面に隣接する感圧プラテン接着剤層と、

場合によっては、前記感圧プラテン接着剤層の前記プラテン側に配置される任意選択の剥離ライナと、

場合によっては、終点検出ウィンドウと、

場合によっては、前記硬質層の前記下面及び前記感圧プラテン接着剤層の前記スタック側と対面し、それらの間に挿入される少なくとも一つのさらなる層と

を含む化学機械研磨パッドを提供する工程、及び

前記研磨面と基材との間に動的接触を生じさせて前記基材の表面を研磨する工程を含む、基材を化学機械研磨する方法。

## 【請求項 2】

前記基材が半導体基材である、請求項 1 記載の方法。

## 【請求項 3】

前記半導体基材が、露出した銅面を有し、前記露出した銅面の少なくともいくらかが前記基材の前記表面から研磨除去される、請求項 2 記載の方法。

## 【請求項 4】

提供される前記化学機械研磨パッドが、前記硬質層の前記下面及び前記感圧プラテン接着剤層の前記スタック側と対面し、それらの間に挿入される少なくとも一つのさらなる層を有する、請求項 3 記載の方法。

## 【請求項 5】

前記研磨層がキャストポリウレタンであり、前記キャストポリウレタンが、多官能イソシアネート、及びポリエーテル系ポリオール

の反応によって得られるイソシアネート末端プレポリマー、

硬化剤ポリアミン、硬化剤ポリオール、硬化剤アルコールアミン及びそれらの混合物からなる群より選択される硬化剤、ならびに

場合によっては、複数の微小エレメント

を含む成分の反応生成物であり、

前記研磨層が、0.6よりも高い比重、60~90のショアD硬さ及び100~300%の破断点伸びを示し、前記研磨面が、基材を研磨するように適合されている、請求項 1 記載の方法。

## 【請求項 6】

前記硬化剤及び前記イソシアネート末端プレポリマーが、80~120%の、未反応NCOに対するOH又はNH<sub>2</sub>の化学量論比を有する、請求項 5 記載の方法。

## 【請求項 7】

前記硬質層の前記上面が溝を有さず、前記硬質層の前記下面が溝を有しない、請求項 1 記載の方法。

## 【請求項 8】

前記硬質層の前記上面及び前記下面が 1 ~ 5 0 0 nm の粗さ R a を有する、請求項 1 記載の方法。

【請求項 9】

前記硬質層が、二軸延伸ポリエチレンテレフタレートでできており、6 ~ 1 5 ミルの平均厚さを有し、3 , 0 0 0 ~ 7 , 0 0 0 MPa のヤング率を示す、請求項 1 記載の方法。

【請求項 1 0】

提供される前記化学機械研磨パッドが終点検出ウィンドウを有する、請求項 1 記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

10

【0 0 0 1】

本発明は、基材を化学機械研磨する方法に関する。より具体的には、本発明は、基材を提供する工程、組成及び研磨面を有する研磨層であって、組成が、初期加水分解安定性を持続的加水分解不安定性と併せて示すように選択されている研磨層と、上面及び下面を有する硬質層と、研磨層のベース面と硬質層の上面との間に挿入された、研磨層を硬質層に接着するホットメルト接着剤と、スタック側及びプラテン側を有する感圧プラテン接着剤層であって、スタック側が硬質層の下面に隣接する感圧接着剤層とを含む化学機械研磨パッドを提供する工程、及び研磨面と基材との間に動的接触を生じさせて基材の表面を研磨する工程を含む、基材を化学機械研磨する方法に関する。

【背景技術】

20

【0 0 0 2】

半導体の製造は通常、いくつかの化学機械平坦化 ( C M P ) 工程を含む。各 C M P 工程において、研磨パッドが、研磨溶液、たとえば砥粒含有研磨スラリー又は無砥粒反応性液と組み合わせさせて、後続の層の受け入れに備えて平坦化する、又は平坦さを維持するようなやり方で余剰材料を除去する。これらの層の積み重ねが、集積回路を形成するようなやり方で組み合わせる。これらの半導体素子の製造は、より高い作動速度、より少ない漏れ電流及び低下した電力消費を有する素子に対する要求のせいで、より複雑化し続けている。素子アーキテクチャの点では、これは、より微細な形体幾何学及び増大したメタライゼーションレベルと言い換えることができる。これらのますます厳しくなる素子設計要求が、より低い誘電率を有する新たな絶縁材料とともに銅メタライゼーションの採用を強要している。

30

【0 0 0 3】

化学機械研磨におけるもっとも重大な課題の一つが、半導体ウェーハ上の表面形体の平坦化と、素子収率の低下を招く欠陥形成、特にスクラッチ欠陥の最小限化との間の所望のバランスを達成することである。従来の見識は、平坦化と欠陥とのバランスは、化学機械研磨パッドの研磨層に使用されるポリマー材料の硬さの関数であるということである。すなわち、従来の見識は、より硬い研磨層材料がより高い平坦化をより高い欠陥数とともに提供し、より軟らかい研磨層材料がより低い平坦化をより低い欠陥数とともに提供するということである。化学機械研磨における平坦化と欠陥形成との間のこの折り合いを打ち破る方法を特定することが望ましいであろう。

40

【0 0 0 4】

化学機械研磨法においては、通常、水性研磨溶液が、研磨層の研磨面と研磨される基材の表面との間に挿入される。したがって、従来の見識は、化学機械研磨に使用される研磨層材料は、水に長期間暴露されたときでも加水分解安定性を維持すべきであるということである。

【0 0 0 5】

ポリウレタン研磨層のファミリーが Kulp によって米国特許第 8 , 2 8 8 , 4 4 8 号に開示されている。Kulp は、プレポリマーポリオールと多官能イソシアネートとのプレポリマー反応から形成されるイソシアネート末端反応生成物で形成されるキャストポリウレタンポリマー材料を含む研磨パッドを開示している。イソシアネート末端反応生成物は 4 . 5

50

～ 8 . 7 重量 % の未反応  $\text{NCO}$  を有し、イソシアネート末端反応生成物は、硬化剤ポリアミン、硬化剤ポリオール、硬化剤アルコールアミン及びそれらの混合物からなる群より選択される硬化剤で硬化させられる。

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【 0 0 0 6 】

それにもかかわらず、欠陥形成を最小限にしながらもより高い程度の平坦化を提供する改良された化学機械研磨法の必要性が絶えずある。

【課題を解決するための手段】

【 0 0 0 7 】

本発明は、磁性基材、光学基材及び半導体基材の少なくとも一つから選択される基材を提供する工程、( A ) 組成及び研磨面を有する研磨層であって、組成が、( i ) 研磨層の試料の長さ寸法が 2 5 の脱イオン水中 2 4 時間の浸漬ののち < 1 % 変化する初期加水分解安定性を ( ii ) 研磨層の試料の長さ寸法が 2 5 の脱イオン水中 7 日間の浸漬ののち 1 . 7 5 % 変化する持続的加水分解不安定性と併せて示すように選択されている研磨層と、( B ) 上面及び下面を有する硬質層と、( C ) 研磨層のベース面と硬質層の上面との間に挿入された、研磨層を硬質層に接着するホットメルト接着剤と、( D ) スタック側及びプラテン側を有する感圧プラテン接着剤層であって、スタック側が硬質層の下面に隣接する感圧プラテン接着剤層と、( E ) 場合によっては、感圧プラテン接着剤層のプラテン側に配置される任意選択の剥離ライナと、( F ) 場合によっては、終点検出ウィンドウと、( G ) 場合によっては、硬質層の下面及び感圧プラテン接着剤層のスタック側と対面し、それらの間に挿入される少なくとも一つのさらなる層とを含む化学機械研磨パッドを提供する工程、及び研磨面と基材との間に動的接触を生じさせて基材の表面を研磨する工程を含む、基材を化学機械研磨する方法を提供する。

10

20

【 0 0 0 8 】

本発明は、半導体基材を提供する工程、( A ) 組成及び研磨面を有する研磨層であって、組成が、( i ) 研磨層の試料の長さ寸法が 2 5 の脱イオン水中 2 4 時間の浸漬ののち < 1 % 変化する初期加水分解安定性を ( ii ) 研磨層の試料の長さ寸法が 2 5 の脱イオン水中 7 日間の浸漬ののち 1 . 7 5 % 変化する持続的加水分解不安定性と併せて示すように選択されている研磨層と、( B ) 上面及び下面を有する硬質層と、( C ) 研磨層のベース面と硬質層の上面との間に挿入された、研磨層を硬質層に接着するホットメルト接着剤と、( D ) スタック側及びプラテン側を有する感圧プラテン接着剤層であって、スタック側が硬質層の下面に隣接する感圧プラテン接着剤層と、( E ) 場合によっては、感圧プラテン接着剤層のプラテン側に配置される任意選択の剥離ライナと、( F ) 場合によっては、終点検出ウィンドウと、( G ) 場合によっては、硬質層の下面及び感圧プラテン接着剤層のスタック側と対面し、それらの間に挿入される少なくとも一つのさらなる層とを含む化学機械研磨パッドを提供する工程、及び研磨面と基材との間に動的接触を生じさせて基材の表面を研磨する工程を含む、基材を化学機械研磨する方法を提供する。

30

【 0 0 0 9 】

本発明は、露出した銅面を有する半導体基材を提供する工程、( A ) 組成及び研磨面を有する研磨層であって、組成が、( i ) 研磨層の試料の長さ寸法が 2 5 の脱イオン水中 2 4 時間の浸漬ののち < 1 % 変化する初期加水分解安定性を ( ii ) 研磨層の試料の長さ寸法が 2 5 の脱イオン水中 7 日間の浸漬ののち 1 . 7 5 % 変化する持続的加水分解不安定性と併せて示すように選択されている研磨層と、( B ) 上面及び下面を有する硬質層と、( C ) 研磨層のベース面と硬質層の上面との間に挿入された、研磨層を硬質層に接着するホットメルト接着剤と、( D ) スタック側及びプラテン側を有する感圧プラテン接着剤層であって、スタック側が硬質層の下面に隣接する感圧プラテン接着剤層と、( E ) 場合によっては、感圧プラテン接着剤層のプラテン側に配置される任意選択の剥離ライナと、( F ) 場合によっては、終点検出ウィンドウと、( G ) 場合によっては、硬質層の下面及び感圧プラテン接着剤層のスタック側と対面し、それらの間に挿入される少なくとも一つ

40

50

のさらなる層とを含む化学機械研磨パッドを提供する工程、及び研磨面と基材との間に動的接触を生じさせて基材の表面を研磨する工程を含み、露出した銅面の少なくともいくつかは基材の表面から研磨除去される、基材を化学機械研磨する方法を提供する。

【0010】

本発明は、磁性基材、光学基材及び半導体基材の少なくとも一つから選択される基材を提供する工程、(A)組成及び研磨面を有する研磨層であって、組成が、(i)研磨層の試料の長さ寸法が25の脱イオン水中24時間の浸漬ののち<1%変化する初期加水分解安定性を(ii)研磨層の試料の長さ寸法が25の脱イオン水中7日間の浸漬ののち1.75%変化する持続的加水分解不安定性と併せて示すように選択されている研磨層と、(B)上面及び下面を有する硬質層と、(C)研磨層のベース面と硬質層の上面との間に挿入された、研磨層を硬質層に接着するホットメルト接着剤と、(D)スタック側及びプラテン側を有する感圧プラテン接着剤層であって、スタック側が硬質層の下面に隣接する感圧プラテン接着剤層と、(E)場合によっては、感圧プラテン接着剤層のプラテン側に配置される任意選択の剥離ライナと、(F)場合によっては、終点検出ウィンドウと、(G)場合によっては、硬質層の下面及び感圧プラテン接着剤層のスタック側と対面し、それらの間に挿入される少なくとも一つのさらなる層とを含む化学機械研磨パッドを提供する工程、及び研磨面と基材との間に動的接触を生じさせて基材の表面を研磨する工程を含む、基材を化学機械研磨する方法を提供する。

10

【0011】

本発明は、磁性基材、光学基材及び半導体基材の少なくとも一つから選択される基材を提供する工程、(A)組成及び研磨面を有する研磨層であって、組成が、(i)研磨層の試料の長さ寸法が25の脱イオン水中24時間の浸漬ののち<1%変化する初期加水分解安定性を(ii)研磨層の試料の長さ寸法が25の脱イオン水中7日間の浸漬ののち1.75%変化する持続的加水分解不安定性と併せて示すように選択されており、組成がキャストポリウレタンであり、キャストポリウレタンが、(a)(i)多官能イソシアネートと(ii)ポリエーテル系ポリオールとの反応によって得られるイソシアネート末端ブレポリマー、(b)硬化剤ポリアミン、硬化剤ポリオール、硬化剤アルコールアミン及びそれらの混合物からなる群より選択される硬化剤、ならびに(c)場合によっては、複数の微小エレメントを含む成分の反応生成物であり、研磨層が、0.6よりも高い比重、60~90のショアD硬さ及び100~300%の破断点伸びを示し、研磨面が、基材を研磨するように適合されている研磨層と、(B)上面及び下面を有する硬質層と、(C)研磨層のベース面と硬質層の上面との間に挿入された、研磨層を硬質層に接着するホットメルト接着剤と、(D)スタック側及びプラテン側を有する感圧プラテン接着剤層であって、スタック側が硬質層の下面に隣接する感圧プラテン接着剤層と、(E)場合によっては、感圧プラテン接着剤層のプラテン側に配置される任意選択の剥離ライナと、(F)場合によっては、終点検出ウィンドウと、(G)場合によっては、硬質層の下面及び感圧プラテン接着剤層のスタック側と対面し、それらの間に挿入される少なくとも一つのさらなる層とを含む化学機械研磨パッドを提供する工程、及び研磨面と基材との間に動的接触を生じさせて基材の表面を研磨する工程を含む、基材を化学機械研磨する方法を提供する。

20

30

【0012】

本発明は、磁性基材、光学基材及び半導体基材の少なくとも一つから選択される基材を提供する工程、(A)組成及び研磨面を有する研磨層であって、組成が、(i)研磨層の試料の長さ寸法が25の脱イオン水中24時間の浸漬ののち<1%変化する初期加水分解安定性を(ii)研磨層の試料の長さ寸法が25の脱イオン水中7日間の浸漬ののち1.75%変化する持続的加水分解不安定性と併せて示すように選択されており、組成がキャストポリウレタンであり、キャストポリウレタンが、(a)(i)多官能イソシアネートと(ii)ポリエーテル系ポリオールとの反応によって得られるイソシアネート末端ブレポリマー、(b)硬化剤ポリアミン、硬化剤ポリオール、硬化剤アルコールアミン及びそれらの混合物からなる群より選択される硬化剤であって、硬化剤及びイソシアネート末端ブレポリマーが、80~120%の、未反応NCOに対するOH又はNH<sub>2</sub>の化学量論

40

50

比を有する硬化剤、ならびに（ｃ）場合によっては、複数の微小エレメントを含む成分の反応生成物であり、研磨層が、０．６よりも高い比重、６０～９０のショアＤ硬さ及び１００～３００％の破断点伸びを示し、研磨面が、基材を研磨するように適合されている研磨層と、（Ｂ）上面及び下面を有する硬質層と、（Ｃ）研磨層のベース面と硬質層の上面との間に挿入された、研磨層を硬質層に接着するホットメルト接着剤と、（Ｄ）スタック側及びプラテン側を有する感圧プラテン接着剤層であって、スタック側が硬質層の下面に隣接する感圧プラテン接着剤層と、（Ｅ）場合によっては、感圧プラテン接着剤層のプラテン側に配置される任意選択の剥離ライナと、（Ｆ）場合によっては、終点検出ウィンドウと、（Ｇ）場合によっては、硬質層の下面及び感圧プラテン接着剤層のスタック側と対面し、それらの間に挿入される少なくとも一つのさらなる層とを含む化学機械研磨パッドを提供する工程、及び研磨面と基材との間に動的接触を生じさせて基材の表面を研磨する工程を含む、基材を化学機械研磨する方法を提供する。

10

**【００１３】**

本発明は、磁性基材、光学基材及び半導体基材の少なくとも一つから選択される基材を提供する工程、（Ａ）組成及び研磨面を有する研磨層であって、組成が、（ｉ）研磨層の試料の長さ寸法が２５の脱イオン水中２４時間の浸漬ののち＜１％変化する初期加水分解安定性を（ii）研磨層の試料の長さ寸法が２５の脱イオン水中７日間の浸漬ののち１．７５％変化する持続的加水分解不安定性と併せて示すように選択されている研磨層と、（Ｂ）上面及び下面を有する硬質層であって、上面が溝を有さず、下面が溝を有しない硬質層と、（Ｃ）研磨層のベース面と硬質層の上面との間に挿入された、研磨層を硬質層に接着するホットメルト接着剤と、（Ｄ）スタック側及びプラテン側を有する感圧プラテン接着剤層であって、スタック側が硬質層の下面に隣接する感圧プラテン接着剤層と、（Ｅ）場合によっては、感圧プラテン接着剤層のプラテン側に配置される任意選択の剥離ライナと、（Ｆ）場合によっては、終点検出ウィンドウと、（Ｇ）場合によっては、硬質層の下面及び感圧プラテン接着剤層のスタック側と対面し、それらの間に挿入される少なくとも一つのさらなる層とを含む化学機械研磨パッドを提供する工程、及び研磨面と基材との間に動的接触を生じさせて基材の表面を研磨する工程を含む、基材を化学機械研磨する方法を提供する。

20

**【００１４】**

本発明は、磁性基材、光学基材及び半導体基材の少なくとも一つから選択される基材を提供する工程、（Ａ）組成及び研磨面を有する研磨層であって、組成が、（ｉ）研磨層の試料の長さ寸法が２５の脱イオン水中２４時間の浸漬ののち＜１％変化する初期加水分解安定性を（ii）研磨層の試料の長さ寸法が２５の脱イオン水中７日間の浸漬ののち１．７５％変化する持続的加水分解不安定性と併せて示すように選択されている研磨層と、（Ｂ）上面及び下面を有する硬質層であって、上面及び下面が１～５００nmの粗さRaを有する硬質層と、（Ｃ）研磨層のベース面と硬質層の上面との間に挿入された、研磨層を硬質層に接着するホットメルト接着剤と、（Ｄ）スタック側及びプラテン側を有する感圧プラテン接着剤層であって、スタック側が硬質層の下面に隣接する感圧プラテン接着剤層と、（Ｅ）場合によっては、感圧プラテン接着剤層のプラテン側に配置される任意選択の剥離ライナと、（Ｆ）場合によっては、終点検出ウィンドウと、（Ｇ）場合によっては、硬質層の下面及び感圧プラテン接着剤層のスタック側と対面し、それらの間に挿入される少なくとも一つのさらなる層とを含む化学機械研磨パッドを提供する工程、及び研磨面と基材との間に動的接触を生じさせて基材の表面を研磨する工程を含む、基材を化学機械研磨する方法を提供する。

30

40

**【００１５】**

本発明は、磁性基材、光学基材及び半導体基材の少なくとも一つから選択される基材を提供する工程、（Ａ）組成及び研磨面を有する研磨層であって、組成が、（ｉ）研磨層の試料の長さ寸法が２５の脱イオン水中２４時間の浸漬ののち＜１％変化する初期加水分解安定性を（ii）研磨層の試料の長さ寸法が２５の脱イオン水中７日間の浸漬ののち１．７５％変化する持続的加水分解不安定性と併せて示すように選択されている研磨層と

50

、(B)上面及び下面を有する硬質層であって、二軸延伸ポリエチレンテレフタレートでできており、6～15ミルの平均厚さを有し、3,000～7,000MPaのヤング率を示す硬質層と、(C)研磨層のベース面と硬質層の上面との間に挿入された、研磨層を硬質層に接着するホットメルト接着剤と、(D)スタック側及びプラテン側を有する感圧プラテン接着剤層であって、スタック側が硬質層の下面に隣接する感圧プラテン接着剤層と、(E)場合によっては、感圧プラテン接着剤層のプラテン側に配置される任意選択の剥離ライナと、(F)場合によっては、終点検出ウィンドウと、(G)場合によっては、硬質層の下面及び感圧プラテン接着剤層のスタック側と対面し、それらの間に挿入される少なくとも一つのさらなる層とを含む化学機械研磨パッドを提供する工程、及び研磨面と基材との間に動的接触を生じさせて基材の表面を研磨する工程を含む、基材を化学機械研磨する方法を提供する。

10

#### 【0016】

本発明は、磁性基材、光学基材及び半導体基材の少なくとも一つから選択される基材を提供する工程、(A)組成及び研磨面を有する研磨層であって、組成が、(i)研磨層の試料の長さ寸法が25の脱イオン水中24時間の浸漬ののち<1%変化する初期加水分解安定性を(ii)研磨層の試料の長さ寸法が25の脱イオン水中7日間の浸漬ののち1.75%変化する持続的加水分解不安定性と併せて示すように選択されている研磨層と、(B)上面及び下面を有する硬質層と、(C)研磨層のベース面と硬質層の上面との間に挿入された、研磨層を硬質層に接着するホットメルト接着剤と、(D)スタック側及びプラテン側を有する感圧プラテン接着剤層であって、スタック側が硬質層の下面に隣接する感圧プラテン接着剤層と、(E)場合によっては、感圧プラテン接着剤層のプラテン側に配置される任意選択の剥離ライナと、(F)場合によっては、終点検出ウィンドウと、(G)場合によっては、硬質層の下面及び感圧プラテン接着剤層のスタック側と対面し、それらの間に挿入される少なくとも一つのさらなる層とを含む化学機械研磨パッドを提供する工程、及び研磨面と基材との間に動的接触を生じさせて基材の表面を研磨する工程を含む、基材を化学機械研磨する方法を提供する。

20

#### 【図面の簡単な説明】

#### 【0017】

【図1】本発明の方法で使用される化学機械研磨パッドの斜視図である。

【図2】本発明の方法で使用される化学機械研磨パッドの断面立面図である。

30

【図3】本発明の方法で使用される化学機械研磨パッドの平面図である。

【図4】本発明の方法で使用される研磨層の側方斜視図である。

【図5】本発明の方法で使用される化学機械研磨パッドの断面立面図である。

【図6】本発明の方法で使用されるプラグ配置(plug in place)ウィンドウブロックの立面図である。

【図7】プラグ配置ウィンドウブロックを備えた本発明の方法で使用される化学機械研磨パッドの断面立面図である。

【図8】プラグ配置ウィンドウブロックを備えた本発明の方法で使用される化学機械研磨パッドの断面立面図である。

【図9】プラグ配置ウィンドウブロックを備えた本発明の方法で使用される化学機械研磨パッドの断面立面図である。

40

【図10】一体型ウィンドウを備えた本発明の方法で使用される化学機械研磨パッドの断面立面図である。

#### 【発明を実施するための形態】

#### 【0018】

#### 詳細な説明

従来の研磨層組成は、加水分解安定性及び長期加水分解安定性の両方を示す材料を使用して設計されている。従来の見識は、材料が、化学機械研磨層組成における使用のために水中に長期間浸漬されたときでも寸法安定性を維持しなければならないということである。本出願人は、驚くことに、組成及び研磨面を有する研磨層であって、組成が、(i)初

50

期加水分解安定性を (ii) 持続的加水分解不安定性と併せて示すように選択されている研磨層を有する化学機械研磨パッドを提供する工程を含む、基材を化学機械研磨する方法が、素子収率の低下を招きかねない欠陥、特にスクラッチ欠陥を最小限にしながらも改善された平坦化性能を提供するということを見いだした。本発明の方法において提供される研磨層によって示される性質の独自のバランスは、たとえば、欠陥形成を最小限にしながらも、露出した銅フィーチャーを有する半導体ウェーハの効果的な平坦化を可能にする。

【0019】

本明細書及び特許請求の範囲の中で研磨面 (14) を有する化学機械研磨パッド (10) に関して使用される「平均全厚さ  $T_{T-avg}$ 」とは、研磨面 (14) に対して垂直な方向に研磨面 (14) から硬質層 (25) の下面 (27) までで計測される化学機械研磨パッドの平均厚さ  $T_T$  をいう (図 1、2、5 及び 7 ~ 10 を参照)。

10

【0020】

本明細書及び特許請求の範囲の中で研磨層に関して使用される「初期加水分解安定性」とは、実施例に記載される手順にしたがって計測して、研磨層の試料の長さ寸法が 25 の脱イオン水中 24 時間の浸漬ののち < 1 % 変化することをいう。

【0021】

本明細書及び特許請求の範囲の中で研磨層に関して使用される「長期加水分解安定性」とは、実施例に記載される手順にしたがって計測して、研磨層の試料の長さ寸法が 25 の脱イオン水中 7 日間の浸漬ののち < 1 . 75 % 変化することをいう。

20

【0022】

本明細書及び特許請求の範囲の中で研磨層に関して使用される「持続的加水分解不安定性」とは、実施例に記載される手順にしたがって計測して、研磨層の試料の長さ寸法が 25 の脱イオン水中 7 日間の浸漬ののち 1 . 75 % 変化することをいう。

【0023】

本明細書及び特許請求の範囲の中で化学機械研磨パッド (10) に関して使用される「実質的に円形の断面」とは、中心軸 (12) から研磨層 (20) の研磨面 (14) の外周 (15) までの断面の最長半径  $r$  が中心軸 (12) から研磨面 (14) の外周 (15) までの断面の最短半径  $r$  よりも 20 % しか長くないことをいう (図 1 を参照)。

【0024】

本発明の基材を化学機械研磨する方法は、磁性基材、光学基材及び半導体基材の少なくとも一つから選択される基材を提供する工程、(A) 組成及び研磨面を有する研磨層であって、組成が、(i) 研磨層の試料の長さ寸法が 25 の脱イオン水中 24 時間の浸漬ののち < 1 % 変化する初期加水分解安定性を (ii) 研磨層の試料の長さ寸法が 25 の脱イオン水中 7 日間の浸漬ののち 1 . 75 % 変化する持続的加水分解不安定性と併せて示すように選択されている研磨層と、(B) 上面及び下面を有する硬質層と、(C) 研磨層のベース面と硬質層の上面との間に挿入された、研磨層を硬質層に接着するホットメルト接着剤と、(D) スタック側及びプラテン側を有する感圧プラテン接着剤層であって、スタック側が硬質層の下面に隣接する感圧プラテン接着剤層と、(E) 場合によっては、感圧プラテン接着剤層のプラテン側に配置される任意選択の剥離ライナと、(F) 場合によっては、終点検出ウィンドウと、(G) 場合によっては、硬質層の下面及び感圧プラテン接着剤層のスタック側と対面し、それらの間に挿入される少なくとも一つのさらなる層とを含む化学機械研磨パッドを提供する工程、及び研磨面と基材との間に動的接触を生じさせて基材の表面を研磨する工程を含む。

30

40

【0025】

好ましくは、本発明の方法において提供される基材は半導体基材である。より好ましくは、提供される基材は、露出した銅フィーチャーを有する表面を有する半導体基材である。

【0026】

好ましくは、本発明の方法において提供される化学機械研磨パッド (10) は、研磨面 (14)、ベース面 (17) 及び研磨面 (14) に対して垂直な方向に研磨面 (14) が

50



らベース面（１７）までで計測される平均厚さ $T_{p-avg}$ を有する研磨層（２０）と、上面（２６）及び下面（２７）を有する硬質層（２５）と、研磨層（２０）のベース面（１７）と硬質層（２５）の上面（２６）との間に挿入された、研磨層（２０）を硬質層（２５）に接着するホットメルト接着剤（２３）と、場合によっては、スタック側（７２）及びプラテン側（７４）を有し、硬質層（２５）の下面（２７）に配置される感圧プラテン接着剤層（７０）（好ましくは、任意選択の感圧プラテン接着剤層は、研磨機への化学機械研磨パッドの取り付けを容易にする）と、場合によっては、剥離ライナ（７５）（感圧プラテン接着剤層（７０）が硬質層（２５）の下面（２７）と任意選択の剥離ライナ（７５）との間に挿入される）と、場合によっては、終点検出ウィンドウ（３０）（好ましくは、終点検出ウィンドウはインサイチュー研磨終点検出を容易にする）と、場合によっては、硬質層（２５）の下面（２７）及び感圧プラテン接着剤層（７０）のスタック側（７２）と対面し、それらの間に挿入される少なくとも一つのさらなる層（図示せず）を含む（図１～１０を参照）。

#### 【００２７】

好ましくは、本発明の方法において提供される化学機械研磨パッド（１０）は、中心軸（１２）を中心に回転するように適合されている（図１を参照）。好ましくは、研磨層（２０）の研磨面（１４）は、中心軸（１２）に対して垂直な平面（２８）にある。本発明の方法において提供される化学機械研磨パッド（１０）は、好ましくは、中心軸（１２）に対して $85 \sim 95^\circ$ 、好ましくは中心軸（１２）に対して $90^\circ$ の角度にある平面（２８）において回転するように適合されている。好ましくは、研磨層（２０）は、中心軸（１２）に対して垂直な実質的に円形の断面を有する研磨面（１４）を有する。好ましくは、中心軸（１２）に対して垂直な研磨面（１４）の断面の半径 $r$ は、断面に関して $20\%$ 、より好ましくは断面に関して $10\%$ しか変化しない。

#### 【００２８】

好ましくは、本発明の方法において提供される化学機械研磨パッドは、磁性基材、光学基材及び半導体基材の少なくとも一つから選択される基材の研磨を容易にするように具体的に設計されている。好ましくは、本発明の化学機械研磨パッドは、半導体基材の研磨を容易にするように設計されている。より好ましくは、本発明の化学機械研磨パッドは、半導体ウェーハ基材の表面上の露出した銅フィーチャーの研磨を容易にするように設計されている。

#### 【００２９】

本発明の方法において提供される化学機械研磨パッドは、組成を有する研磨層であって、組成が、（i）研磨層の試料の長さ寸法が $25 \mu\text{m}$ の脱イオン水中 $24$ 時間の浸漬ののち $< 1\%$ 変化する初期加水分解安定性を（ii）研磨層の試料の長さ寸法が $25 \mu\text{m}$ の脱イオン水中 $7$ 日間の浸漬ののち $1 \sim 75\%$ 変化する持続的加水分解不安定性と併せて示すように選択されている研磨層を含む。

#### 【００３０】

好ましくは、本発明の方法において提供される化学機械研磨パッドに使用される研磨層の組成は、ポリ（ウレタン）、ポリスルホン、ポリエーテルスルホン、ナイロン、ポリエーテル、ポリエステル、ポリスチレン、アクリルポリマー、ポリウレア、ポリアミド、ポリ塩化ビニル、ポリフッ化ビニル、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリブタジエン、ポリエチレンイミン、ポリアクリロニトリル、ポリエチレンオキシド、ポリオレフィン、ポリ（アルキル）アクリレート、ポリ（アルキル）メタクリレート、ポリアミド、ポリエーテルイミド、ポリケトン、エポキシ、シリコーン、エチレンプロピレンジエンモノマーから形成されるポリマー、タンパク質、多糖類、ポリアセテート及び前記の少なくとも二つの組み合わせからなる群より選択される。好ましくは、本発明の方法において提供される化学機械研磨パッドに使用される研磨層の組成はポリ（ウレタン）を含む。より好ましくは、本発明の方法において提供される化学機械研磨パッドに使用される研磨層の組成はポリウレタンである。

#### 【００３１】

10

20

30

40

50

好ましくは、本発明の方法において提供される化学機械研磨パッドに使用される研磨層の組成は、ポリイソシアネート（たとえばジイソシアネート）と、ヒドロキシル含有材料と、場合によっては硬化剤との反応生成物である。

【0032】

好ましくは、ポリイソシアネートは、メチレンビス4,4'-シクロヘキシル-イソシアネート、シクロヘキシルジイソシアネート、イソホロンジイソシアネート、ヘキサメチレンジイソシアネート、プロピレン-1,2-ジイソシアネート、テトラメチレン-1,4-ジイソシアネート、1,6-ヘキサメチレン-ジイソシアネート、ドデカン-1,12-ジイソシアネート、シクロブタン-1,3-ジイソシアネート、シクロヘキサン-1,3-ジイソシアネート、シクロヘキサン-1,4-ジイソシアネート、1-イソシアナト-3,3,5-トリメチル-5-イソシアナトメチルシクロヘキサン、メチルシクロヘキシレンジイソシアネート、ヘキサメチレンジイソシアネートのトリイソシアネート、2,4,4-トリメチル-1,6-ヘキサンジイソシアネートのトリイソシアネート、ヘキサメチレンジイソシアネートのウレトジオン、エチレンジイソシアネート、2,2,4-トリメチルヘキサメチレンジイソシアネート、2,4,4-トリメチルヘキサメチレンジイソシアネート、ジシクロヘキシルメタンジイソシアネート及びそれらの組み合わせを含む。より好ましくは、ポリイソシアネートは脂肪族であり、14%未満の未反応のイソシアネート基を有する。

10

【0033】

好ましくは、ヒドロキシル含有材料はポリオールを含む。例示的なポリオールは、たとえば、ポリエーテルポリオール、ヒドロキシ末端ポリブタジエン（部分的及び完全に水素化された誘導体を含む）、ポリエステルポリオール、ポリカプロラクトンポリオール、ポリカーボネートポリオール及びそれらの混合物を含む。

20

【0034】

好ましいポリオールはポリエーテルポリオールを含む。ポリエーテルポリオールの例は、ポリテトラメチレンエーテルグリコール（「PTMEG」）、ポリエチレンプロピレングリコール、ポリオキシプロピレングリコール及びそれらの混合物を含む。炭化水素鎖は、飽和又は不飽和結合を有することもできるし、置換又は非置換の芳香族及び環式基を有することもできる。好ましくは、本発明のポリオールはPTMEGを含む。好ましいポリエステルポリオールは、ポリエチレンアジペートグリコール、ポリブチレンアジペートグリコール、ポリエチレンプロピレンアジペートグリコール、o-フタレート-1,6-ヘキサンジオール、ポリ（ヘキサメチレンアジペート）グリコール及びそれらの混合物を含むが、それらに限定されない。炭化水素鎖は、飽和又は不飽和結合を有することもできるし、置換又は非置換の芳香族及び環式基を有することもできる。好ましいポリカプロラクトンポリオールは、1,6-ヘキサンジオール誘導ポリカプロラクトン、ジエチレングリコール誘導ポリカプロラクトン、トリメチロールプロパン誘導ポリカプロラクトン、ネオペンチルグリコール誘導ポリカプロラクトン、1,4-ブタンジオール誘導ポリカプロラクトン、PTMEG誘導ポリカプロラクトン及びそれらの混合物を含むが、それらに限定されない。炭化水素鎖は、飽和又は不飽和結合を有することもできるし、置換又は非置換の芳香族及び環式基を有することもできる。好ましいポリカーボネートは、ポリフタレートカーボネート及びポリ（ヘキサメチレンカーボネート）グリコールを含むが、それらに限定されない。

30

40

【0035】

好ましい硬化剤はジアミンを含む。好ましいポリジアミンは第一級アミン及び第二級アミンを含む。より好ましいポリジアミンは、ジエチルトルエンジアミン（「DETDA」）、3,5-ジメチルチオ-2,4-トルエンジアミン及びその異性体、3,5-ジエチルトルエン-2,4-ジアミン及びその異性体（たとえば3,5-ジエチルトルエン-2,6-ジアミン）、4,4'-ビス-（sec-ブチルアミノ）-ジフェニルメタン、1,4-ビス-（sec-ブチルアミノ）-ベンゼン、4,4'-メチレン-ビス-（2-クロロアニリン）、4,4'-メチレン-ビス-（3-クロロ-2,6-ジエチルアニリン）

50

(「MCDEA」)、ポリテトラメチレンオキシド - ジ - p - アミノベンゾエート、N , N - ジアルキルジアミノジフェニルメタン、p , p - メチレンジアニリン (「MDA」)、m - フェニレンジアミン (「MPDA」)、メチレン - ビス 2 - クロロアニリン (「MBOCA」)、4 , 4 - メチレン - ビス - ( 2 - クロロアニリン ) (「MOCA」)、4 , 4 - メチレン - ビス - ( 2 , 6 - ジエチルアニリン ) (「MDEA」)、4 , 4 - メチレン - ビス - ( 2 , 3 - ジクロロアニリン ) (「MDCA」)、4 , 4 - ジアミノ - 3 , 3 - ジエチル - 5 , 5 - ジメチルジフェニルメタン、2 , 2 , 3 , 3 - テトラクロロジアミノジフェニルメタン、トリメチレングリコールジ - p - アミノベンゾエート及びそれらの混合物を含む。

#### 【0036】

硬化剤はまた、ジオール、トリオール、テトラオール及びヒドロキシ末端硬化剤を含むことができる。好ましいジオール、トリオール及びテトラオールは、エチレングリコール、ジエチレングリコール、ポリエチレングリコール、プロピレングリコール、ポリプロピレングリコール、低分子量ポリテトラメチレンエーテルグリコール、1 , 3 - ビス ( 2 - ヒドロキシエトキシ ) ベンゼン、1 , 3 - ビス - [ 2 - ( 2 - ヒドロキシエトキシ ) エトキシ ] ベンゼン、1 , 3 - ビス - { 2 - [ 2 - ( 2 - ヒドロキシエトキシ ) エトキシ ] エトキシ } ベンゼン、1 , 4 - ブタンジオール、1 , 5 - ペンタンジオール、1 , 6 - ヘキサジオール、レソルシノール - ジ - ( - ヒドロキシエチル ) エーテル、ヒドロキノン - ジ - ( - ヒドロキシエチル ) エーテル及びそれらの混合物を含む。好ましいヒドロキシ末端硬化剤は、1 , 3 - ビス ( 2 - ヒドロキシエトキシ ) ベンゼン、1 , 3 - ビス - [ 2 - ( 2 - ヒドロキシエトキシ ) エトキシ ] ベンゼン、1 , 3 - ビス - { 2 - [ 2 - ( 2 - ヒドロキシエトキシ ) エトキシ ] エトキシ } ベンゼン、1 , 4 - ブタンジオール及びそれらの混合物を含む。ヒドロキシ末端硬化剤及びジアミン硬化剤は、一つ以上の飽和、不飽和、芳香族及び環式基を含むことができる。加えて、ヒドロキシ末端硬化剤及びジアミン硬化剤は一つ以上のハロゲン基を含むことができる。

#### 【0037】

好ましくは、本発明の方法において提供される化学機械研磨パッドに使用される研磨層は複数の微小エレメントを含む。好ましくは、複数の微小エレメントは、本発明の方法において提供される化学機械研磨パッドに使用される研磨層全体に均一に分散している。好ましくは、複数の微小エレメントは、閉じ込められた気泡、中空コアポリマー材料、液体充填中空コアポリマー材料、水溶性材料、不溶相材料 (たとえば鉱油) 及びそれらの組み合わせから選択される。より好ましくは、複数の微小エレメントは、本発明の方法において提供される化学機械研磨パッドに使用される研磨層全体に均一に分散している閉じ込められた気泡及び中空コアポリマー材料から選択される。好ましくは、複数の微小エレメントは、150 µm未満 (より好ましくは50 µm未満、もっとも好ましくは10 ~ 50 µm) の重量平均直径を有する。好ましくは、複数の微小エレメントは、ポリアクリロニトリル又はポリアクリロニトリルコポリマーのシェル壁を有するポリマーマイクロバルーン (たとえばAkzo NobelのExpancel (登録商標)) を含む。好ましくは、複数の微小エレメントは、0 ~ 35 容量%の気孔率 (より好ましくは10 ~ 25 容量%の気孔率) で、本発明の方法において提供される化学機械研磨パッドに使用される研磨層に組み込まれる。

#### 【0038】

本発明の方法において提供される化学機械研磨パッドに使用される研磨層は、多孔構造及び無孔 (すなわち非充填) 構造の両方で提供することができる。好ましくは、本発明の方法において提供される化学機械研磨パッドに使用される研磨層は、ASTM D1622にしたがって計測して0.6よりも高い比重を示す。より好ましくは、本発明の方法において提供される化学機械研磨パッドに使用される研磨層は、ASTM D1622にしたがって計測して0.6 ~ 1.5 (さらに好ましくは0.7 ~ 1.2、もっとも好ましくは0.95 ~ 1.2) の比重を示す。

#### 【0039】

好ましくは、本発明の方法において提供される化学機械研磨パッドに使用される研磨層

は、ASTM D 2240にしたがって計測して60～90のショアD硬さを示す。より好ましくは、本発明の方法において提供される化学機械研磨パッドに使用される研磨層は、ASTM D 2240にしたがって計測して>60～75（より好ましくは61～75、もっとも好ましくは>65～70）のショアD硬さを示す。

【0040】

好ましくは、本発明の方法において提供される化学機械研磨パッドに使用される研磨層は、ASTM D 412にしたがって計測して100～300%の破断点伸びを示す。好ましくは、本発明の方法において提供される化学機械研磨パッドに使用される研磨層は、ASTM D 412にしたがって計測して100～200%（さらに好ましくは125～175%、もっとも好ましくは150～160%）の破断点伸びを示す。

10

【0041】

当業者は、所与の研磨作業のために本発明の方法において提供される化学機械研磨パッド（10）における使用に適した厚さ $T_p$ を有する研磨層（20）を選択する方法を理解するであろう。好ましくは、本発明の方法において提供される化学機械研磨パッド（10）に使用される研磨層（20）は、研磨面（14）の平面（28）に対して垂直な軸（A）に沿って平均厚さ $T_{p-avg}$ を示す。より好ましくは、平均厚さ $T_{p-avg}$ は20～150ミル（より好ましくは30～130ミル、もっとも好ましくは70～90ミル）である（図2、5及び7～10を参照）。

【0042】

好ましくは、本発明の方法において提供される化学機械研磨パッドに使用される研磨層の研磨面は、磁性基材、光学基材及び半導体基材の少なくとも一つから選択される基材（より好ましくは半導体基材、さらに好ましくは半導体ウェーハ、もっとも好ましくは、露出した銅フィーチャーを有する面を有する半導体ウェーハ）を研磨するように適合されている。本発明の方法において提供される化学機械研磨パッドに使用される研磨層の研磨面は、基材の研磨を促進するためにマクロテキスチャ及びミクロテキスチャの少なくとも一つを示す。好ましくは、研磨面はマクロテキスチャを示し、マクロテキスチャは、（i）ハイドロプレーニングの少なくとも一つを緩和すること、（ii）研磨媒の流れに影響すること、（iii）研磨層の剛性を変化させること、（iv）エッジ効果を減らすこと、及び（v）研磨面と研磨される基材との間の区域からの研磨くずの運び出しを促進することの少なくとも一つを実行するように設計されている。

20

30

【0043】

研磨面は、好ましくは、穿孔及び溝の少なくとも一つから選択されるマクロテキスチャを示す。好ましくは、穿孔は、研磨面から発明の方法において提供される化学機械研磨パッドに使用される研磨層の厚さの途中まで又は全部に延びることができる。好ましくは、溝は、研磨中にパッドが回転すると、少なくとも一つの溝が基材の上を掃くように研磨面上に配設される。好ましくは、溝は、カーブした溝、直線状の溝及びそれらの組み合わせから選択される。溝は、10ミル（好ましくは10～120ミル）の深さを示す。好ましくは、溝は、10ミル、15ミル及び15～120ミルから選択される深さ、10ミル及び10～100ミルから選択される幅ならびに30ミル、50ミル、50～200ミル、70～200ミル及び90～200ミルから選択されるピッチの組み合わせを有する少なくとも二つの溝を含む溝パターンを形成する。

40

【0044】

好ましくは、本発明の方法において提供される化学機械研磨パッドに使用される研磨層は、その中に組み込まれた砥粒<1ppmを含有する。

【0045】

本発明の方法において提供される化学機械研磨パッドに使用される好ましい研磨層組成はポリウレタンであり、ポリウレタンは、（a）（i）トルエンジイソシアネート（好ましくは、2,4-トルエンジイソシアネート、2,6-トルエンジイソシアネート及びそれらの混合物から選択されるトルエンジイソシアネート）と（ii）ポリプロピレングルコール系ポリオールとの反応によって得られる、8～9.5重量%（好ましくは8.65～

50

9.05重量%、より好ましくは $>8.7 \sim 9$ 重量%)の未反応NCOを有するポリプロピレングルコール系イソシアネート末端ウレタンプレポリマー、(b)4,4-メチレン-ビス-(2-クロロアニリン)である硬化剤、及び(c)場合によっては、複数の微小エレメントを含む成分の反応生成物であり、研磨層は、0.6よりも高い比重、60~90(好ましくは $>60 \sim 75$ 、より好ましくは $61 \sim 75$ 、もっとも好ましくは $>65 \sim 70$ )のショアD硬さ及び100~300%(好ましくは $100 \sim 200\%$ 、より好ましくは $125 \sim 175\%$ 、もっとも好ましくは $150 \sim 160\%$ )の破断点伸びを示し、研磨層は、研磨層の試料の長さ寸法が25の脱イオン水中24時間の浸漬ののち $<1\%$ 変化する初期加水分解安定性(実施例に記載される方法にしたがって計測)を示し、研磨層は、研磨層の試料の長さ寸法が25の脱イオン水中7日間の浸漬ののち $1.75\%$ (好ましくは $1.75 \sim 5\%$ 、より好ましくは $1.75 \sim 3.5\%$ 、もっとも好ましくは $2 \sim 3\%$ )変化する持続的加水分解不安定性(実施例に記載される方法にしたがって計測)を示す。好ましくは、本発明の方法において提供される化学機械研磨パッドに使用される研磨層の形成に使用されるポリプロピレングルコール系イソシアネート末端ウレタンプレポリマー中の未反応イソシアネート(NCO)基に対する硬化剤中の反応性水素基(すなわちアミン( $\text{NH}_2$ )基とヒドロキシル( $\text{OH}$ )基との合計)の化学量論比は $80 \sim <95\%$ (より好ましくは $85 \sim <95\%$ 、さらに好ましくは $87 \sim 94\%$ 、もっとも好ましくは $89 \sim 92\%$ )である。好ましくは、発明の方法において提供される化学機械研磨パッドに使用される研磨層の形成に使用されるポリプロピレングルコール系イソシアネート末端ウレタンプレポリマーは、0.1重量%未満の遊離トルエンジイソシアネート(TDI)モノマー含量を有する、低遊離のイソシアネート末端ウレタンプレポリマーである。

10

20

30

40

50

#### 【0046】

市販されているポリプロピレングリコール系イソシアネート末端ウレタンプレポリマーの例は、Imuthane(登録商標)プレポリマー(COIM USA, Inc.から市販されているもの、たとえばPPT-80A、PPT-90A、PPT-95A、PPT-65D、PPT-75D)、Adiprene(登録商標)プレポリマー(Chemturaから市販されているもの、たとえばLFG963A、LFG964A、LFG740D)及びAndur(登録商標)プレポリマー(Anderson Development Companyから市販されているもの、たとえば8000APLF、9500APLF、6500DPLF、7501DPLF)を含む。

#### 【0047】

好ましくは、本発明の方法において提供される化学機械研磨パッド(10)に使用される硬質層(25)は、ポリマー、金属、強化ポリマー及びそれらの組み合わせからなる群より選択される材料でできている。より好ましくは、本発明の方法において提供される化学機械研磨パッド(10)に使用される硬質層(25)はポリマーでできている。もっとも好ましくは、本発明の方法において提供される化学機械研磨パッド(10)に使用される硬質層(25)は、ポリエステル、ナイロン、エポキシ、ガラス繊維強化エポキシ及びポリカーボネートからなる群より選択されるポリマー(より好ましくはポリエステル、さらに好ましくはポリエチレンテレフタレートポリエステル、もっとも好ましくは二軸延伸ポリエチレンテレフタレートポリエステル)でできている。

#### 【0048】

好ましくは、本発明の方法において提供される化学機械研磨パッド(10)に使用される硬質層(25)は、 $>5 \sim 60$ ミル(より好ましくは $6 \sim 15$ ミル、もっとも好ましくは $6 \sim 8$ ミル)の平均厚さ $T_{R-avg}$ を有する。

#### 【0049】

好ましくは、本発明の方法において提供される化学機械研磨パッド(10)に使用される硬質層(25)の上面(26)及び下面(27)はいずれも溝を有しない。より好ましくは、上面(26)及び下面(27)はいずれも滑らかである。もっとも好ましくは、上面(26)及び下面(27)は、光学プロフィルメータを使用して測定して $1 \sim 500\text{nm}$ (好ましくは $1 \sim 100\text{nm}$ 、より好ましくは $10 \sim 50\text{nm}$ 、もっとも好ましくは $20 \sim 40\text{nm}$ )の粗さRaを有する。

## 【 0 0 5 0 】

好ましくは、本発明の方法において提供される化学機械研磨パッド（ 1 0 ）に使用される硬質層（ 2 5 ）の上面（ 2 6 ）は、硬質層（ 2 5 ）と反応性ホットメルト接着剤（ 2 3 ）との間の接着を改善するための接着促進剤で処理される。当業者は、硬質層（ 2 5 ）の構成材料及びホットメルト接着剤（ 2 3 ）の組成を考慮して適切な接着促進剤を選択する方法を知るであろう。

## 【 0 0 5 1 】

好ましくは、本発明の方法において提供される化学機械研磨パッド（ 1 0 ）に使用される硬質層（ 2 5 ）は、ASTM D 8 8 2 - 1 2 にしたがって計測して 1 0 0 MPa（より好ましくは 1 , 0 0 0 ~ 1 0 , 0 0 0 MPa、さらに好ましくは 2 , 5 0 0 ~ 7 , 5 0 0 MPa、もっとも好ましくは 3 , 0 0 0 ~ 7 , 0 0 0 MPa）のヤング率を示す。 10

## 【 0 0 5 2 】

好ましくは、本発明の方法において提供される化学機械研磨パッド（ 1 0 ）に使用される硬質層（ 2 5 ）は < 0 . 1 容量 %（より好ましくは < 0 . 0 1 容量 %）のポイド率を示す。

## 【 0 0 5 3 】

好ましくは、本発明の方法において提供される化学機械研磨パッド（ 1 0 ）に使用される硬質層（ 2 5 ）は、6 ~ 1 5 ミルの平均厚さ及び ASTM D 8 8 2 - 1 2 にしたがって計測して 2 , 5 0 0 ~ 7 , 5 0 0 MPa（もっとも好ましくは 3 , 0 0 0 ~ 7 , 0 0 0 MPa）のヤング率を有する二軸延伸ポリエチレンテレフタレートでできている。 20

## 【 0 0 5 4 】

当業者は、本発明の方法において提供される化学機械研磨パッド（ 1 0 ）における使用に適切なホットメルト接着剤（ 2 3 ）を選択する方法を知るであろう。好ましくは、ホットメルト接着剤（ 2 3 ）は硬化反応性ホットメルト接着剤である。より好ましくは、ホットメルト接着剤（ 2 3 ）は、その非硬化状態で 5 0 ~ 1 5 0 、好ましくは 1 1 5 ~ 1 3 5 の融解温度を示し、融解後 9 0 分の可使用時間を示す硬化反応性ホットメルト接着剤である。もっとも好ましくは、その非硬化状態のホットメルト接着剤（ 2 3 ）はポリウレタン樹脂を含む（たとえば Rohm and Haas から市販されている Mor-Melt（商標）R5003）。

## 【 0 0 5 5 】

本発明の方法において提供される化学機械研磨パッド（ 1 0 ）は、好ましくは、研磨機のプラテンと対面するように適合されている。好ましくは、本発明の方法において提供される化学機械研磨パッド（ 1 0 ）は、研磨機のプラテンに固定されるように適合されている。本発明の方法において提供される化学機械研磨パッド（ 1 0 ）は、感圧接着剤及び真空の少なくとも一つを使用してプラテンに固定することができる。 30

## 【 0 0 5 6 】

好ましくは、本発明の方法において提供される化学機械研磨パッド（ 1 0 ）は、硬質層（ 2 5 ）の下面（ 2 7 ）に適用された感圧プラテン接着剤層（ 7 0 ）を含む。当業者は、感圧プラテン接着剤層（ 7 0 ）としての使用に適切な感圧接着剤を選択する方法を知るであろう。好ましくは、本発明の方法において提供される化学機械研磨パッド（ 1 0 ）はまた、感圧プラテン接着剤層（ 7 0 ）の上に適用された剥離ライナ（ 7 5 ）を含み、感圧プラテン接着剤層（ 7 0 ）は硬質層（ 2 5 ）の下面（ 2 7 ）と剥離ライナ（ 7 5 ）との間に挿入される（図 2 及び 7 ~ 1 0 を参照）。 40

## 【 0 0 5 7 】

基材研磨作業における重要な工程は、加工の終点を決定することである。終点検出のための一つの一般的なインサイチュー法は、選択された波長の光に対して透過性である終点検出ウィンドウを研磨パッドに設けることを含む。研磨中、光ビームが終点検出ウィンドウを通してウェーハ表面に当てられると、そこで反射し、終点検出ウィンドウを反対に通過して検出器（たとえば分光光度計）に達する。この戻り信号に基づき、終点検出のために基材表面の性質（たとえばその上の膜の厚さ）を測定することができる。そのような光ベースの終点検出法を容易にするために、本発明の方法において提供される化学機械研磨 50

パッド(10)は、場合によっては、終点検出ウィンドウ(30)をさらに含む。好ましくは、終点検出ウィンドウは、研磨層(20)に組み込まれた一体型ウィンドウ(34)及び化学機械研磨パッド(10)に組み込まれたプラグ配置ウィンドウブロック(32)から選択される(図1~10を参照)。当業者は、所期の研磨加工において使用するための終点検出ウィンドウの構築に適切な材料を選択する方法を知るであろう。

#### 【0058】

好ましくは、本発明の方法において提供される化学機械研磨パッド(10)に使用される終点検出ウィンドウは、研磨層(20)に組み込まれた一体型ウィンドウ(34)である。好ましくは、一体型ウィンドウ(34)を含む、本発明の方法において提供される化学機械研磨パッド(10)は、研磨面(14)、ベース面(17)及び研磨面(14)に対して垂直な方向に研磨面(14)からベース面(17)までで計測される平均厚さ $T_{p-avg}$ を有する研磨層と、上面(26)及び下面(27)を有する硬質層(25)と、研磨層(20)のベース面(17)と硬質層(25)の上面(26)との間に挿入された、研磨層(20)を硬質層(25)に接着するホットメルト接着剤と、感圧プラテン接着剤(70)と、剥離ライナ(75)(感圧プラテン接着剤(70)が硬質層(25)の下面(27)と剥離ライナ(75)との間に挿入される)と、研磨層(20)に組み込まれた一体型ウィンドウ(34)とを含み、研磨層(20)は、0.6よりも高い比重、60~90(好ましくは>60~75、より好ましくは61~75、もっとも好ましくは>65~70)のショアD硬さ及び100~300%(好ましくは100~200%、より好ましくは125~175%、もっとも好ましくは150~160%)の破断点伸びを示し、研磨層(20)は、研磨層の試料の長さ寸法が25の脱イオン水中24時間の浸漬ののち<1%変化する初期加水分解安定性(実施例に記載される方法にしたがって計測)を示し、研磨層(20)は、研磨層の試料の長さ寸法が25の脱イオン水中7日間の浸漬ののち1.75%(好ましくは1.75~5%、より好ましくは1.75~3.5%、もっとも好ましくは2~3%)変化する持続的加水分解不安定性(実施例に記載される方法にしたがって計測)を示し、研磨層(20)は、基材を研磨するように適合された研磨面(14)を有する。一体型ウィンドウ(34)は、好ましくは、研磨面(14)の平面(28)に対して垂直な軸Bに沿って計測される厚さ $T_w$ を有する(図10を参照)。好ましくは、一体型ウィンドウ(34)は、研磨面(25)の平面(28)に対して垂直な軸(B)に沿って平均厚さ $T_{w-avg}$ を有し、平均ウィンドウ厚さ $T_{w-avg}$ は研磨層(20)の平均厚さ $T_{p-avg}$ に等しい(図10を参照)。

#### 【0059】

好ましくは、本発明の方法において提供される化学機械研磨パッド(10)に使用される終点検出ウィンドウはプラグ配置ウィンドウブロック(32)である。好ましくは、プラグ配置ウィンドウブロック(32)を含む、本発明の方法において提供される化学機械研磨パッド(10)は、研磨面(14)、ベース面(17)及び研磨面(14)に対して垂直な方向に研磨面(14)からベース面(17)までで計測される平均厚さ $T_{p-avg}$ を有する研磨層(20)と、上面(26)及び下面(27)を有する硬質層(25)と、研磨層(20)のベース面(17)と硬質層(25)の上面(26)との間に挿入された、研磨層(20)を硬質層(25)に接着するホットメルト接着剤(23)と、感圧プラテン接着剤(70)と、剥離ライナ(75)(感圧プラテン接着剤(70)が硬質層(25)の下面(27)と剥離ライナ(75)との間に挿入される)と、化学機械研磨パッド(10)に組み込まれたプラグ配置ウィンドウ(32)とを含み、研磨層(20)は、0.6よりも高い比重、60~90(好ましくは>60~75、より好ましくは61~75、もっとも好ましくは>65~70)のショアD硬さ及び100~300%(好ましくは100~200%、より好ましくは125~175%、もっとも好ましくは150~160%)の破断点伸びを示し、研磨層(20)は、研磨層の試料の長さ寸法が25の脱イオン水中24時間の浸漬ののち<1%変化する初期加水分解安定性(実施例に記載される方法にしたがって計測)を示し、研磨層(20)は、研磨層の試料の長さ寸法が25の脱イオン水中7日間の浸漬ののち1.75%(好ましくは1.75~5%、より好ましく

は 1.75 ~ 3.5 %、もっとも好ましくは 2 ~ 3 % ) 変化する持続的加水分解不安定性 ( 実施例に記載される方法にしたがって計測 ) を示し、研磨層 ( 20 ) は、基材を研磨するように適合された研磨面 ( 14 ) を有し、化学機械研磨パッド ( 10 ) は、化学機械研磨パッド ( 10 ) を研磨層 ( 20 ) の研磨面 ( 14 ) から硬質層 ( 25 ) の下面 ( 27 ) まで延びる貫通孔 ( 35 ) を有し、プラグ配置ウィンドウブロック ( 30 ) は貫通孔 ( 35 ) の中に配置され、プラグ配置ウィンドウブロック ( 30 ) は感圧プラテン接着剤 ( 70 ) に固着されている。プラグ配置ウィンドウブロック ( 30 ) は、研磨面 ( 14 ) の平面 ( 28 ) に対して垂直な軸 B に沿って計測される厚さ  $T_W$  を有する ( 図 5 ~ 7 を参照 ) 。好ましくは、本発明の方法において提供される化学機械研磨パッド ( 10 ) において使用されるプラグ配置ウィンドウブロック ( 30 ) は、研磨面 ( 25 ) の平面 ( 28 ) に対して垂直な軸 ( B ) に沿って平均ウィンドウ厚さ  $T_{W-avg}$  を有し、平均ウィンドウ厚さ  $T_{W-avg}$  は、5 ミル ~ 化学機械研磨パッド ( 10 ) の平均全厚さ  $T_{T-avg}$  である ( 図 7 を参照 ) 。より好ましくは、本発明の方法において提供される化学機械研磨パッド ( 10 ) において使用されるプラグ配置ウィンドウブロック ( 30 ) は 5 ミル ~  $T_{T-avg}$  の平均ウィンドウ厚さ  $T_{W-avg}$  を有する。さらに好ましくは、プラグ配置ウィンドウブロック ( 30 ) は 5 ミル ~ 75 ミル ( さらに好ましくは 15 ~ 50 ミル、もっとも好ましくは 20 ~ 40 ミル ) の平均ウィンドウ厚さ  $T_{W-avg}$  を有する ( 図 5 ~ 7 を参照 ) 。

#### 【 0060 】

好ましくは、本発明の方法において提供される化学機械研磨パッド ( 10 ) において使用される終点検出ウィンドウはプラグ配置ウィンドウブロック ( 32 ) である。好ましくは、プラグ配置ウィンドウブロック ( 32 ) を含む、本発明の方法において提供される化学機械研磨パッド ( 10 ) は、研磨面 ( 14 ) 、ベース面 ( 17 ) 及び研磨面 ( 14 ) に対して垂直な方向に研磨面 ( 14 ) からベース面 ( 17 ) までで計測される平均厚さ  $T_{P-avg}$  を有する研磨層 ( 20 ) と、研磨層 ( 20 ) の厚さ  $T_P$  を通して延びる貫通路 ( 35 ) を拡大するカウンタポア開口 ( 40 ) であって、研磨面 ( 14 ) 上に開口し、軸 A と平行かつ研磨面 ( 14 ) の平面 ( 28 ) に対して垂直な軸 B に沿う深さ  $D_O$  の位置で、カウンタポア開口 ( 40 ) と貫通路 ( 35 ) との間の境界面に、棚状部 ( 45 ) を形成するカウンタポア開口 ( 40 ) とを含む ( 図 1、4、6 及び 8 を参照 ) 。好ましくは、棚状部 ( 45 ) は研磨面 ( 14 ) と平行である。好ましくは、カウンタポア開口は、軸 ( A ) に対して平行である軸を有する円柱形容積を画定する。好ましくは、カウンタポア開口は非円柱形の容積を画定する。好ましくは、プラグ配置ウィンドウブロック ( 32 ) がカウンタポア開口 ( 40 ) 内に配置される。好ましくは、プラグ配置ウィンドウブロック ( 32 ) がカウンタポア開口 ( 40 ) 内に配置され、研磨層 ( 20 ) に接着される。好ましくは、プラグ配置ウィンドウブロック ( 32 ) は、超音波溶接及び接着剤の少なくとも一つを使用して研磨層 ( 20 ) に接着される。好ましくは、軸 A と平行かつ研磨面 ( 14 ) の平面 ( 28 ) に対して垂直な軸 B に沿うカウンタポア開口の平均深さ  $D_{O-avg}$  は 5 ~ 75 ミル ( 好ましくは 10 ~ 60 ミル、より好ましくは 15 ~ 50 ミル、もっとも好ましくは 20 ~ 40 ミル ) である。好ましくは、カウンタポア開口の平均深さ  $D_{O-avg}$  はプラグ配置ウィンドウブロック ( 32 ) の平均厚さ  $T_{W-avg}$  以下である ( 図 6 及び 8 を参照 ) 。より好ましくは、カウンタポア開口の平均深さ  $D_{O-avg}$  は以下の式を満たす。

$$0.90 * T_{W-avg} \leq D_{O-avg} \leq T_{W-avg}$$

より好ましくは、カウンタポア開口の平均深さ  $D_{O-avg}$  は以下の式を満たす。

$$0.95 * T_{W-avg} \leq D_{O-avg} < T_{W-avg}$$

#### 【 0061 】

好ましくは、本発明の方法において提供される化学機械研磨パッド ( 10 ) において使用される終点検出ウィンドウはプラグ配置ウィンドウブロック ( 32 ) である。好ましくは、プラグ配置ウィンドウブロック ( 32 ) を含む、本発明の方法において提供される化学機械研磨パッド ( 10 ) は、研磨面 ( 14 ) 、ベース面 ( 17 ) 及び研磨面 ( 14 ) に対して垂直な方向に研磨面 ( 14 ) からベース面 ( 17 ) までで計測される平均厚さ  $T_{P-avg}$  を有する研磨層 ( 20 ) と、化学機械研磨パッド ( 10 ) の全厚さ  $T_T$  を通して延びる



貫通路(35)を拡大する研磨層開口(37)であって、研磨面(14)上に開口し、軸Aと平行かつ研磨面(14)の平面(28)に対して垂直な軸Bに沿う深さ $D_o$ の位置でかつ、研磨層開口(37)と貫通路(35)との間の境界面にある硬質層(25)の上面(26)に、棚状部(55)を形成する研磨層開口(37)とを含む(図1、4、6及び9を参照)。好ましくは、棚状部(55)は研磨面(14)と平行である。好ましくは、研磨層開口(37)は、軸(A)に対して平行である軸を有する円柱形容積を画定する。好ましくは、研磨層開口(37)は非円柱形の容積を画定する。好ましくは、プラグ配置ウィンドウブロック(32)が研磨層開口(37)内に配置される。好ましくは、プラグ配置ウィンドウブロック(32)が研磨層開口(37)内に配置され、硬質層(25)の上面(26)に接着される。好ましくは、プラグ配置ウィンドウブロック(32)は、超音波溶接及び接着剤の少なくとも一つを使用して硬質層(25)の上面(26)に接着される。好ましくは、軸Aと平行かつ研磨面(14)の平面(28)に対して垂直な軸Bに沿うカウンタボア開口の平均深さ $D_{O-avg}$ は5~75ミル(好ましくは10~60ミル、より好ましくは15~50ミル、もっとも好ましくは20~40ミル)である。好ましくは、カウンタボア開口の平均深さ $D_{O-avg}$ はプラグ配置ウィンドウブロック(32)の平均厚さ $T_{W-avg}$ 以下である(図6及び9を参照)。より好ましくは、カウンタボア開口の平均深さ $D_{O-avg}$ は以下の式を満たす。

$$0.90 * T_{W-avg} < D_{O-avg} < T_{W-avg}$$

より好ましくは、カウンタボア開口の平均深さ $D_{O-avg}$ は以下の式を満たす。

$$0.95 * T_{W-avg} < D_{O-avg} < T_{W-avg}$$

【0062】

本発明の方法において提供される化学機械研磨パッド(10)は、硬質層の下面及び感圧プラテン接着剤層のスタック側と対面し、それらの間に挿入される少なくとも一つのさらなる層を含む。好ましくは、少なくとも一つのさらなる層は、パッド接着剤を使用して、硬質層の下面と対面させられる。パッド接着剤は、感圧接着剤、ホットメルト接着剤、コンタクト接着剤及びそれらの組み合わせから選択することができる。好ましくは、パッド接着剤はホットメルト接着剤又は感圧接着剤である。より好ましくは、パッド接着剤はホットメルト接着剤である。

【0063】

好ましくは、本発明の基材を化学機械研磨する方法はさらに、研磨媒を提供する工程、及び研磨媒を化学機械研磨パッドの研磨面と基材の表面との間の界面に小出しする工程を含む。本明細書及び特許請求の範囲の中で使用される「研磨媒」とは、粒子含有研磨溶液及び非粒子含有溶液、たとえば無砥粒及び反応液研磨溶液を包含する。

【0064】

ここで、以下の実施例において本発明のいくつかの実施態様を詳細に説明する。

【0065】

実施例1：研磨層の調製

(a)多官能イソシアネート(すなわちトルエンジイソシアネート)とポリエーテル系ポリオール(すなわちChemtura Corporationから市販されているAdiprene(登録商標)LF G740D)との反応によって得られる51のイソシアネート末端プレポリマー、(b)116の硬化剤(すなわち4,4'-メチレン-ビス-(2-クロロアニリン))、及び(c)中空コア充填剤(すなわち、Akzo Nobelから市販されている551DE40d42 Expancel(登録商標)微小球)0.3重量%の制御された混合により、キャストポリウレタンケーキを調製した。イソシアネート末端プレポリマーと硬化剤との比は、イソシアネート末端プレポリマー中の未反応イソシアネート(NCO)基に対する硬化剤中の活性水素基(すなわち-OH基と-NH<sub>2</sub>基との合計)の比によって決まる化学量論比が91%になるように設定した。硬化剤の添加の前に中空コア充填剤をイソシアネート末端プレポリマーに混入した。次いで、高剪断混合ヘッドを使用して、中空コア充填剤を組み込まれたイソシアネート末端プレポリマーと硬化剤とを混合した。混合ヘッドを出たのち、混合物を直径86.4cm(34インチ)の円形型の中に5分間かけて小出しして、約8cm(3インチ)

の全流し込厚さを得た。小出しした混合物を 15 分間ゲル化させたのち、型を硬化オープンに入れた。次いで、以下のサイクルを使用して硬化オープン中で硬化させた。周囲温度から 104 までのオープン設定温度で 30 分間の勾配、次いで 104 のオープン設定温度で 15 . 5 時間保持、次いで 104 から 21 までのオープン設定温度で 2 時間の勾配。

#### 【0066】

その後、硬化したポリウレタンケーキを型から取り出し、30 ~ 80 の温度で、2 . 0 mm ( 80 ミル ) の平均厚さ  $T_{p-avg}$  を有する複数の研磨層にスカイピング ( 可動ブレードを使用してカット ) した。スカイピングは、各ケーキの頂部から開始した。

#### 【0067】

##### 研磨層性質の分析

実施例 1 にしたがって調製した溝のない研磨層材料を分析して、表 1 に報告するようなその物性を測定した。報告される比重は、ASTM D 1622 にしたがって純水に対して測定されたものであり、報告されるショア D 硬さは ASTM D 2240 にしたがって測定されたものである。

#### 【0068】

研磨層の引張り性質 ( すなわちメジアン引張り強さ、メジアン破断点伸び、メジアン弾性率、靱性 ) を、ASTM D 412 にしたがって、MTS Systems Corporation から市販の Alliance RT/5 メカニカルテストを 50 . 8 cm/min のクロスヘッド速度で使用して計測した。すべて試験は、23 及び相対湿度 50 % に設定された温度・湿度制御された実験室で実施した。試験を実施する前に、すべての試料を前記実験室条件下で 5 日間コンディショニングした。研磨層材料に関して報告するメジアン引張り強さ ( MPa ) 及びメジアン破断点伸び ( % ) は、5 つの反復試料の応力ひずみ曲線から決定されたものである。

#### 【0069】

研磨層材料の貯蔵弾性率  $G'$  及び損失弾性率  $G''$  は、ASTM D 5279 - 08 にしたがって、TA Instruments のねじれ固定具付き ARES レオメータを使用して計測されたものである。計器に接続された液体窒素を周囲以下温度制御に使用した。試料の線形粘弾性応答を 10 rad/sec の試験周波数 ( 1 . 59 Hz ) で - 100 から 200 まで 3 /min の温度勾配で計測した。Indusco 油圧スイングアーム切断機上、47 . 5 mm × 7 mm のダイを使用して、研磨層から試料を打ち抜き、ハサミを使用して約 35 mm の長さにカットした。

#### 【0070】

##### 【表 1】

表 1

研磨層性質	実施例 1 研磨層材料
ショア D 硬さ 15 秒	66.0
$G'$ 、30 °C	241.0 MPa
$G'$ 、40 °C	210.6 MPa
$G''$ 、40 °C	15.9 MPa
$G'$ 、30 °C/ $G'$ 、90 °C	2.5
$G'$ 、90 °C	95.5 MPa
メジアン引張り強さ	33.2 MPa
メジアン破断点伸び	155.3 %
メジアン弾性率	391.0 MPa
靱性	44.5 MPa
比重	1.072

#### 【0071】

##### 加水分解安定性分析

次に、実施例 1 にしたがって調製した溝のない研磨層材料を分析して、それが初期加水分解安定性及び持続的加水分解不安定性を示すかどうかを判定した。また、市販されてい

る三つの研磨層材料を分析した（すなわち、すべてRohm and Haas Electronic Materials CMP Inc.から市販されているIC1000（商標）研磨層材料、VisionPad（商標）3100研磨層材料及びVisionPad（商標）研磨層材料）。市販の研磨層材料の市販パッド規格を表2に示す。具体的には、まず、キャリパーを使用して、厚さ2mmの研磨層材料それぞれの1.5 × 1.5 試料を両方の1.5 寸法（すなわちx及びy寸法）に沿って計測した。次いで、試料を25 の脱イオン水に浸漬した。24時間の浸漬及び7日間の浸漬ののち、キャリパーを使用して再び試料をx及びyの両寸法に沿って計測した。これらの計測の結果を表3に示す。

【0072】

【表2】

10

表2

パッド 材料	市販パッド規格			
	平均 SG <sup>η</sup>		ショアD硬さ	
	LSL <sup>Ⓐ</sup>	USL <sup>£</sup>	LSL <sup>Ⓐ</sup>	USL <sup>£</sup>
IC1000 <sup>TM</sup> A2	0.74	0.85	52	62
VP3100 <sup>TM</sup>	0.76	0.84	42.5	49.5
VP5200 <sup>TM</sup>	0.64	0.70	44	60

<sup>η</sup>

「SG」は比重を指す。

<sup>Ⓐ</sup>

「LSL」は規格下限を指す。

<sup>£</sup>

「USL」は規格上限を指す。

20

【0073】

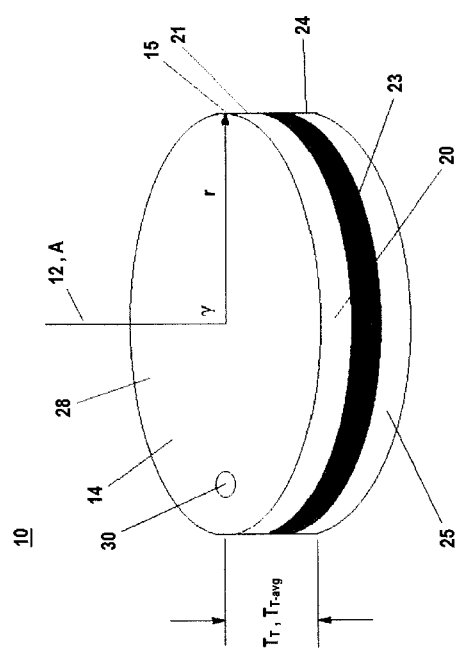
【表3】

表3

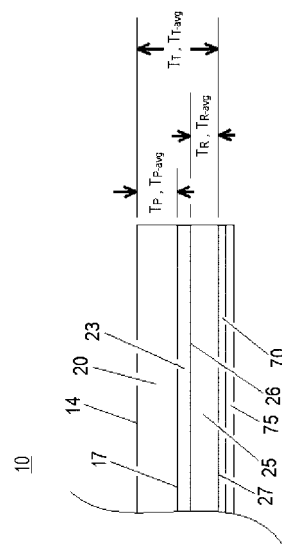
材料	長さ計測値（インチ単位）			24時 間 %Δ	7日間 %Δ
	初期	24時間	7日間		
実施例1(x)	1.52	1.53	1.56	0.66	2.63
実施例1(y)	1.51	1.52	1.55	0.66	2.65
IC1000 <sup>TM</sup> A2(x)	1.52	1.52	1.53	0	0.66
IC1000 <sup>TM</sup> A2(y)	1.51	1.52	1.52	0.66	0.66
VP3100 <sup>TM</sup> (x)	1.51	1.52	1.52	0.66	0.66
VP3100 <sup>TM</sup> (y)	1.52	1.52	1.52	0	0
VP5200 <sup>TM</sup> (x)	1.52	1.52	1.53	0	0.66
VP5200 <sup>TM</sup> (y)	1.52	1.52	1.53	0	0.66

30

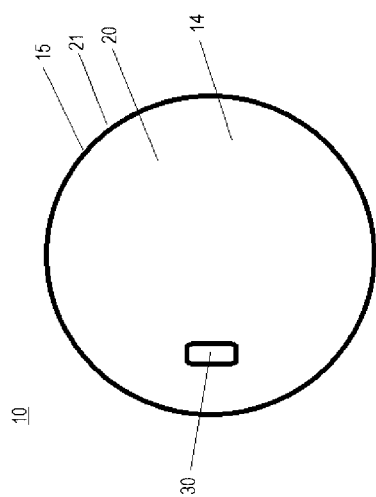
【 図 1 】



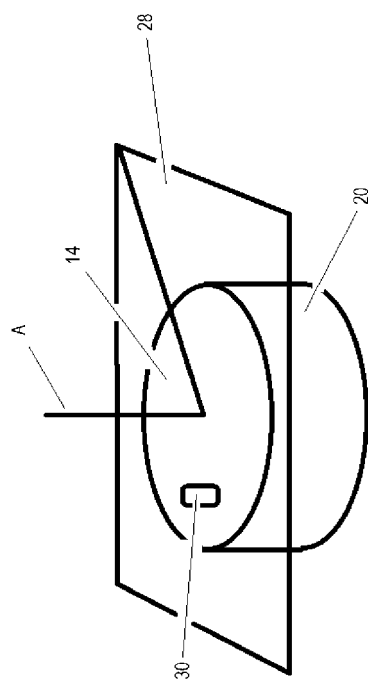
【圖 2】



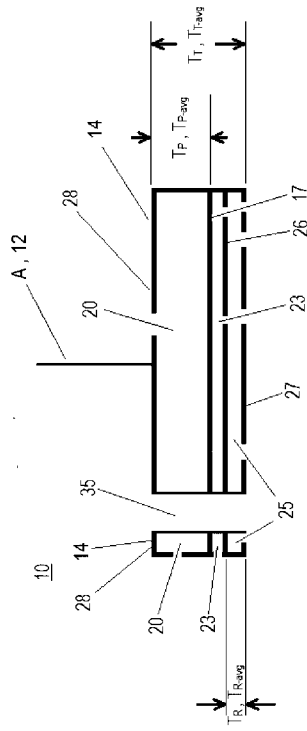
【 図 3 】



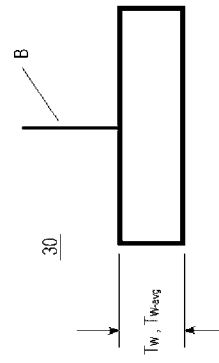
【 図 4 】



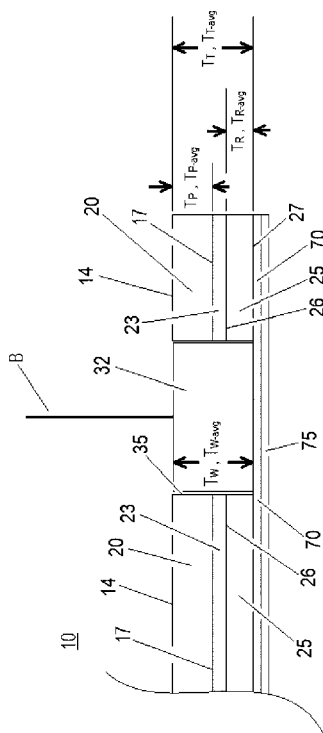
【図 5】



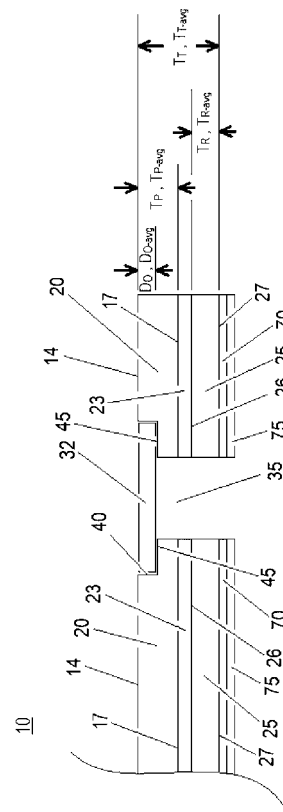
【図 6】



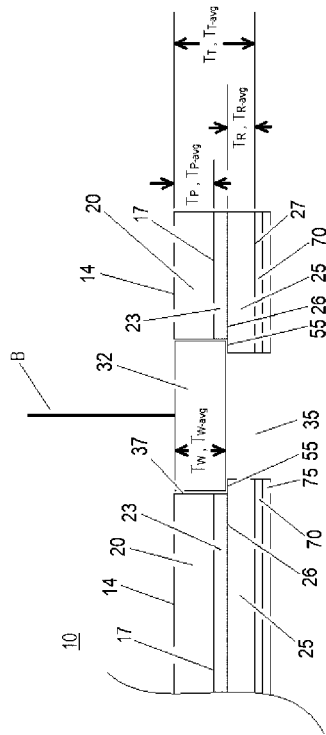
【図 7】



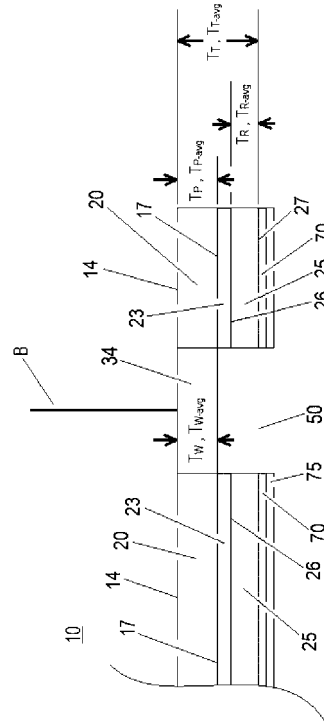
【図 8】



【 図 9 】



【 図 1 0 】



## フロントページの続き

- (74)代理人 100078662  
弁理士 津国 肇
- (74)代理人 100119079  
弁理士 伊藤 佐保子
- (74)代理人 100116528  
弁理士 三宅 俊男
- (74)代理人 100146031  
弁理士 柴田 明夫
- (74)代理人 100122736  
弁理士 小國 泰弘
- (74)代理人 100122747  
弁理士 田中 洋子
- (74)代理人 100132540  
弁理士 生川 芳徳
- (72)発明者 ミッシェル・ケイ・ジェンセン  
アメリカ合衆国、デラウェア 19702、ニューアーク、ダルトン・ドライブ 21
- (72)発明者 バイニャン・チャン  
アメリカ合衆国、デラウェア 19711、ニューアーク、イー・ペリウィンクル・レーン 46
- (72)発明者 フェンジィ・イエ  
アメリカ合衆国、デラウェア 19808、ウィルミントン、クレストライン・ロード 5409
- (72)発明者 マーティー・ディグルート  
アメリカ合衆国、デラウェア 19709、ミドルタウン、イー・ユニオン・ドライブ 218
- (72)発明者 モハammad・ティー・イスラム  
アメリカ合衆国、デラウェア 19711、ニューアーク、ケイナー・コート 26
- (72)発明者 マシュー・リチャード・ヴァンハネム  
アメリカ合衆国、デラウェア、ミドルタウン、メイナー・ドライブ 204
- (72)発明者 ダレル・ストリング  
アメリカ合衆国、メリーランド、ハバー・デグレース、グリーンズプリング・ロード 3713エ  
イ
- (72)発明者 ジェームズ・ムルナン  
アメリカ合衆国、ペンシルベニア 19403、ノリスタウン、マグノリア・レーン 1701
- (72)発明者 ジェフリー・ジェームズ・ヘンドロン  
アメリカ合衆国、メリーランド 21921、エルクトン、ローズ・コート 17
- (72)発明者 ジョン・ジー・ノーランド  
アメリカ合衆国、メリーランド 21921、エルクトン、テレグラフ・ロード 4889

【外国語明細書】  
2015047692000001.pdf