

(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2015-47691
(P2015-47691A)

(43) 公開日 平成27年3月16日(2015.3.16)

(51) Int.Cl.

F 1

テーマコード（参考）

B24B 37/24 (2012.01)
H01L 21/304 (2006.01)
B24B 37/22 (2012.01)
C08G 18/10 (2006.01)

B 2 4 B 37/00
H O 1 L 21/30
B 2 4 B 37/00
C O 8 G 18/10

P

審査請求 未請求 請求項の数 10 O.L. 外国語出願 (全 20 頁)

(21) 出願番号 特願2014-174664 (P2014-174664)
(22) 出願日 平成26年8月29日 (2014. 8. 29)
(31) 優先権主張番号 14/014, 468
(32) 優先日 平成25年8月30日 (2013. 8. 30)
(33) 優先権主張国 米国 (US)

(71) 出願人 504089426
ローム アンド ハース エレクトロニックス マテリアルズ シーエムピー ホウルディングス インコーポレイテッド
アメリカ合衆国 デラウェア州 1971
3、ニューアーク、ベルビュー・ロード
451

(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 48674
, ミッドランド, ダウ センター 2040

(74) 代理人 110001508
特許業務法人 津国

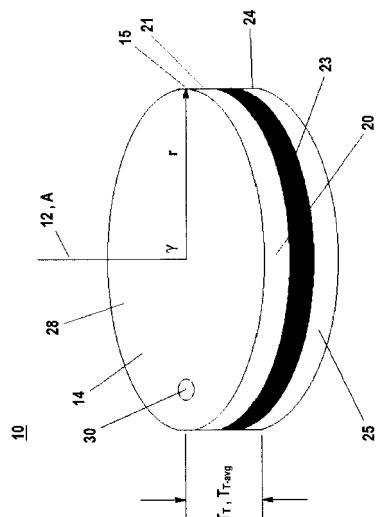
(54) 【発明の名称】 化学機械研磨パッド

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】欠陥形成を最小限にしながらも平坦化の程度を提供する性質の適切なバランスを示す化学機械研磨パッドを提供する。

【解決手段】研磨層20、硬質層25及び研磨層を硬質層に接着するホットメルト接着剤23を含み、研磨層が、0.6よりも高い比重、60～90のショアD硬さ、100～300%の破断点伸び及び初期加水分解安定性と持続的加水分解不安定性との独自の組み合わせを示す。

【選択図】図 1



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

研磨面、ベース面及び前記研磨面に対して垂直な方向に前記研磨面から前記ベース面までで計測される平均厚さ T_{p_avg} を有する研磨層であって、

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、

(a) (i) 多官能イソシアネート、及び

(ii) ポリエーテル系ポリオール

の反応によって得られる、8 ~ 9.5 重量% の未反応 NCO を有するイソシアネート末端プレポリマー、

(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

場合によっては、(c) 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、

前記研磨層が、前記研磨層の試料の長さ寸法が 25 の脱イオン水中 24 時間の浸漬のうち < 1 % 变化する初期加水分解安定性を示し、

前記研磨層が、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 日間の浸漬のうち 1.75 % 变化する持続的加水分解不安定性を示す研磨層と、

上面及び下面を有する硬質層と、

前記研磨層の前記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

を含む化学機械研磨パッド。

【請求項 2】

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 ~ < 95 % の、未反応 NCO に対する OH 又は NH₂ の化学量論比を有する、請求項 1 記載の化学機械研磨パッド。

【請求項 3】

前記硬質層の前記上面及び前記下面が溝を有しない、請求項 1 記載の化学機械研磨パッド。

【請求項 4】

前記硬質層が 2,500 ~ 7,500 MPa のヤング率を有する、請求項 1 記載の化学機械研磨パッド。

【請求項 5】

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 ~ 15 ミルの平均厚さを有し、3,000 ~ 7,000 MPa のヤング率を示す、請求項 2 記載の化学機械研磨パッド。

【請求項 6】

前記キャストポリウレタンが、(a) (i) 前記多官能イソシアネートと (ii) 前記ポリエーテル系ポリオールとの反応によって得られる、> 8.7 ~ 9 重量% の未反応 NCO を有するイソシアネート末端プレポリマー、(b) 硬化剤ポリアミンである前記硬化剤、及び (c) 前記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、61 ~ 75 のショアD 硬さ及び 100 ~ 200 % の破断点伸びを示す、請求項 5 記載の化学機械研磨パッド。

【請求項 7】

終点検出ウィンドウをさらに含む、請求項 6 記載の化学機械研磨パッド。

10

20

30

40

50

【請求項 8】

前記終点検出ウィンドウが一体型ウィンドウである、請求項 7 記載の化学機械研磨パッド。

【請求項 9】

前記終点検出ウィンドウがプラグ配置ウィンドウである、請求項 7 記載の化学機械研磨パッド。

【請求項 10】

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、

請求項 1 記載の化学機械研磨パッドを提供する工程、

10

前記研磨層の研磨面と前記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、及び

砥粒コンディショナによって前記研磨面をコンディショニングする工程を含む、基材を研磨する方法。

【発明の詳細な説明】**【技術分野】****【0001】**

本発明は、化学機械研磨パッド及びそれを製造し、使用する方法に関する。より具体的には、本発明は、研磨層と、硬質層と、研磨層を硬質層に接着するホットメルト接着剤とを含み、研磨層が、0.6よりも高い比重、60～90のショアD硬さ、100～300%の破断点伸び及び初期加水分解安定性と持続的加水分解不安定性との独自の組み合わせを示し、研磨層が、基材を研磨するように適合された研磨面を有する、化学機械研磨パッドに関する。

20

【背景技術】**【0002】**

半導体の製造は通常、いくつかの化学機械平坦化(CMP)工程を含む。各 CMP 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さって、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さる。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。多くの場合、low-k及び超low-k絶縁体と関連する低下した物性が、素子の増大した複雑さと組み合わさって、CMP消費材料、たとえば研磨パッド及び研磨溶液に対する、より大きな要求を招くに至った。

30

【0003】

特に、low-k及び超low-k絶縁体は、従来の絶縁体に比べて低い機械的強度及び劣る付着性を有する傾向にあり、平坦化をより困難にする。加えて、集積回路の形体サイズが縮小するにつれ、CMP 誘発欠陥、たとえばスクラッチがより大きな問題になる。さらに、集積回路の膜厚さの減少が、ウェーハ基材に対して許容可能なトポグラフィーを提供すると同時に欠陥率を改善することを要求する。これらのトポグラフィー要件は、ますます厳格な平坦さ、ディッシング及びエロージョン規格を要求する。

40

【0004】

ポリウレタン研磨パッドが、多様な厳しい高精度研磨用途に使用される主要なパッドケミストリーである。ポリウレタン研磨パッドは、シリコンウェーハ、パターン付きウェーハ、フラットパネル表示装置及び磁気記憶ディスクを研磨するのに有効である。特に、ポリウレタン研磨パッドは、集積回路を作製するために使用される大部分の研磨作業について機械的結着性及び耐薬品性を提供する。たとえば、ポリウレタン研磨パッドは、引き裂

50

きに抵抗する高い強度、研磨中の摩耗問題を回避させる耐摩耗性ならびに強酸性及び強腐食性の研磨溶液による攻撃に抵抗する安定性を有する。

【0005】

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8,288,448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4.5～8.7重量%の未反応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。10

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

それにもかかわらず、欠陥形成を最小限にしながらも平坦化の程度を提供する性質の適切なバランスを示す化学機械研磨パッドの必要性が絶えずある。

【課題を解決するための手段】

【0007】

本発明は、研磨面、ベース面及び研磨面に対して垂直な方向に研磨面からベース面までで計測される平均厚さ T_{p-avg} を有する研磨層であって、研磨層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、8～9.5重量%の未反応NCOを有するイソシアネート末端プレポリマー、(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、ならびに場合によつては(c)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、研磨層が、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示し、研磨層が、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を示す研磨層と、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つて、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、場合によつては、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を含む化学機械研磨パッドを提供する。20

【0008】

本発明は、研磨面、ベース面及び研磨面に対して垂直な方向に研磨面からベース面までで計測される平均厚さ T_{p-avg} を有する研磨層であって、研磨層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、8～9.5重量%の未反応NCOを有するイソシアネート末端プレポリマー、(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、ならびに場合によつては(c)複数の微小エレメントを含む成分の反応生成物であり、硬化剤及びイソシアネート末端プレポリマーが、80～<95%の、未反応NCOに対するOH又はNH₂の化学量論比を有し、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、研磨層が、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示し、研磨層が、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1.75～3.5%変化する持続的加水分解不安定性を示す研磨層と、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�側及びプラテン側を有する感圧プラテン接着剤層であつて、スタッ�側が硬質層の下面に隣接する感圧プラテン接着剤層と、場合によつては、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を含む化学機械研磨パッドを提供する。40

10

20

30

40

50

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を含む化学機械研磨パッドを提供する。

【0009】

本発明は、研磨面、ベース面及び研磨面に対して垂直な方向に研磨面からベース面までで計測される平均厚さ T_{P-avg} を有する研磨層であって、研磨層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、8 ~ 9.5 重量% の未反応NCO を有するイソシアネート末端プレポリマー、(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、ならびに場合によっては(c) 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、研磨層が、研磨層の試料の長さ寸法が25 の脱イオン水中24 時間の浸漬のうち < 1 % 变化する初期加水分解安定性を示し、研磨層が、研磨層の試料の長さ寸法が25 の脱イオン水中7 日間の浸漬のうち 1.75 ~ 3.5 % 变化する持続的加水分解不安定性を示す研磨層と、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 ~ 7,000 MPa のヤング率を示す硬質層と、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プラテン接着剤層と、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を含む化学機械研磨パッドを提供する。

10

20

30

【0010】

本発明は、研磨面、ベース面及び研磨面に対して垂直な方向に研磨面からベース面までで計測される平均厚さ T_{P-avg} を有する研磨層であって、研磨層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、> 8.7 ~ 9 の未反応NCO を有するイソシアネート末端プレポリマー、(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、ならびに場合によっては(c) 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、研磨層が、研磨層の試料の長さ寸法が25 の脱イオン水中24 時間の浸漬のうち < 1 % 变化する初期加水分解安定性を示し、研磨層が、研磨層の試料の長さ寸法が25 の脱イオン水中7 日間の浸漬のうち 1.75 ~ 3.5 % 变化する持続的加水分解不安定性を示す研磨層と、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�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�側が硬質層の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、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、終点検出ウィンドウとを含む化学機械研磨パッドを提供する。

30

【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、本発明の化学機械研磨パッドを提供する工程、研磨層の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、及び砥粒コンディショナによって研磨面をコンディショニングする工程を含む、基材を研磨する方法を提供する。

40

【図面の簡単な説明】

【0012】

【図1】本発明の化学機械研磨パッドの斜視図である。

【図2】本発明の化学機械研磨パッドの断面立面図である。

【図3】本発明の化学機械研磨パッドの平面図である。

【図4】本発明の研磨層の側方斜視図である。

【図5】本発明の化学機械研磨パッドの断面立面図である。

50

【図6】本発明のプラグ配置（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化学機械研磨パッドの断面立面図である。

【図10】一体型ウィンドウを備えた本発明の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】

【0013】

10

詳細な説明

従来のポリウレタン研磨層は、加水分解安定性及び長期加水分解安定性の両方を示すポリウレタン材料を使用して設計されている。従来の見識は、ポリウレタン材料は、化学機械研磨層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、0.6よりも高い比重、60～90のショアD硬さ、100～300%の破断点伸び及び初期加水分解安定性と持続的加水分解不安定性との独自の組み合わせを示す研磨層を有する本発明の化学機械研磨パッドが、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。

20

【0014】

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）。

【0015】

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。

30

【0016】

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。

【0017】

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。

【0018】

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）。

40

【0019】

本発明の化学機械研磨パッド（10）は、好ましくは、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。化学機械研磨パッド（10）は、好ましくは、中心軸（12）に対して85～95°、好ましくは中心軸（12）に対して90°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

50

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。

【0020】

本発明の化学機械研磨パッド(10)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(10)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(10)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。

【0021】

本発明の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 $T_{P\text{-}avg}$ 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、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、終点検出ウインドウ(30)(好ましくは、終点検出ウインドウはインサイチュー研磨終点検出を容易にする)とを含み、研磨層(20)はキャストポリウレタンであり、キャストポリウレタンは、(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、8~9.5重量%(好ましくは8.65~9.05重量%、より好ましくは>8.7~9重量%)の未反応NCOを有するイソシアネート末端プレポリマー、(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(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)を示す(図1~10を参照)。

【0022】

好ましくは、研磨層(20)の形成に使用される多官能イソシアネートは、脂肪族多官能イソシアネート、芳香族多官能イソシアネート及びそれらの混合物からなる群より選択される。好ましくは、研磨層(20)の形成に使用される多官能イソシアネートは二つの反応性イソシアネート基(すなわちNCO)を含有する。より好ましくは、研磨層(20)の形成に使用される多官能イソシアネートは、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、4,4'-ジフェニルメタンジイソシアネート、ナフタレン-1,5-ジイソシアネート、トリジンジイソシアネート、パラ-フェニレンジイソシアネート、キシリレンジイソシアネート、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、4,4'-ジシクロヘキシルメタンジイソシアネート、シクロヘキサンジイソシアネート及びそれらの混合物からなる群より選択されるジイソシアネートである。もっとも好ましくは、研磨層(20)の形成に使用される多官能イソシアネートは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

10

20

30

40

50

-トルエンジイソシアネート及びそれらの混合物からなる群より選択されるトルエンジイソシアネート)である。

【0023】

好ましくは、研磨層(20)の形成に使用されるイソシアネート末端プレポリマーは8~9.5重量%の未反応イソシアネート(NCO)基を有する。より好ましくは、研磨層(20)の形成に使用されるイソシアネート末端プレポリマーは8.65~9.05重量%(もっとも好ましくは>8.7~9重量%)の未反応イソシアネート(NCO)基を有する。

【0024】

好ましくは、ポリエーテル系ポリオールは、ポリプロピレングリコール系ポリオールであり、8~9.5重量%(より好ましくは8.65~9.05重量%、もっとも好ましくは>8.7~9重量%)の未反応イソシアネート(NCO)濃度を有する。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。

【0025】

好ましくは、研磨層(20)の形成に使用されるイソシアネート末端プレポリマーは、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。

【0026】

好ましくは、研磨層(20)の形成に使用される硬化剤は、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。より好ましくは、研磨層(20)の形成に使用される硬化剤はポリオール及びポリアミンから選択される。さらに好ましくは、研磨層(20)の形成に使用される硬化剤は、第一級アミン及び第二級アミンからなる群より選択される二官能硬化剤である。より好ましくは、二官能硬化剤は、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)(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)、4,4-メチレン-ビス-(2-クロロアニリン)(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、それらの異性体及びそれらの混合物からなる群より選択される。もっとも好ましくは、硬化剤は4,4-メチレン-ビス-(2-クロロアニリン)(MBOCA)である。

【0027】

好ましくは、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反応性水素基(すなわちアミン(NH₂)基とヒドロキシル(OH)基との合計)の化学量論比は80~<95%(より好ましくは85~<95%、さらに好ましくは87~94%、もっとも好ましくは89~92%)である。

【0028】

研磨層(20)は、場合によっては、複数の微小エレメントをさらに含む。好ましくは

10

20

30

40

40

50

、複数の微小エレメントは研磨層（20）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（たとえば鉛油）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、研磨層（20）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、150μm未満（より好ましくは50μm未満、もっとも好ましくは10～50μm）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ExpanceI（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）で研磨層（20）に組み込まれる。

10

【0029】

研磨層（20）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、研磨層（20）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、研磨層（20）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。

20

【0030】

好ましくは、研磨層（20）は、ASTM D2240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、研磨層（20）は、ASTM D2240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。

20

【0031】

好ましくは、研磨層（20）は、ASTM D412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、研磨層（20）は、ASTM D412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。

30

【0032】

当業者は、所与の研磨作業のための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、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）。

30

【0033】

好ましくは、研磨層（20）の研磨面（14）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半導体ウェーハ）を研磨するように適合されている。研磨層（20）の研磨面（14）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（14）はマクロテキスチャを示し、マクロテキスチャは、(i)ハイドロフレーニングの少なくとも1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（14）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。

40

【0034】

研磨面（14）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（14）から研磨層（20）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（10）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（14）上に配設される。好

50

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。

【0035】

好ましくは、研磨層（20）は、その中に組み込まれた砥粒<1ppmを含有する。

【0036】

好ましくは、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、硬質層（25）はポリマーでできている。もっとも好ましくは、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。

10

【0037】

好ましくは、硬質層（25）は、>5～60ミル（より好ましくは6～15ミル、もっとも好ましくは6～8ミル）の平均厚さ T_{R-avg} を有する。

20

【0038】

好ましくは、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1～500nm（好ましくは1～100nm、より好ましくは10～50nm、もっとも好ましくは20～40nm）の粗さRaを有する。

30

【0039】

好ましくは、硬質層（25）の上面（26）は、硬質層（25）と反応性ホットメルト接着剤（23）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（25）の構成材料及びホットメルト接着剤（23）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。

30

【0040】

好ましくは、硬質層（25）は、ASTM D882-12にしたがって計測して100MPa（より好ましくは1,000～10,000MPa、さらに好ましくは2,500～7,500MPa、もっとも好ましくは3,000～7,000MPa）のヤング率を示す。

40

【0041】

好ましくは、硬質層（25）は<0.1容量%（より好ましくは<0.01容量%）のボイド率を示す。

【0042】

好ましくは、硬質層（25）は、6～15ミルの平均厚さ及びASTM D882-12にしたがって計測して2,500～7,500MPa（もっとも好ましくは3,000～7,000MPa）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。

40

【0043】

当業者は、化学機械研磨パッド（10）における使用に適切なホットメルト接着剤（23）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（23）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（23）は、その非硬化状態で50～150、好ましくは115～135の融解温度を示し、融解後90分の可使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（23）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）。

50

【0044】

化学機械研磨パッド(10)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、化学機械研磨パッド(10)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。化学機械研磨パッド(10)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。

【0045】

好ましくは、化学機械研磨パッド(10)は、硬質層(25)の下面(27)に適用された感圧プラテン接着剤層(70)を含む。当業者は、感圧プラテン接着剤層(70)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、化学機械研磨パッド(10)はまた、感圧プラテン接着剤層(70)の上に適用された剥離ライナ(75)を含み、感圧プラテン接着剤層(70)は硬質層(25)の下面(27)と剥離ライナ(75)との間に挿入される(図2及び7~10を参照)。

10

【0046】

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ウインドウを研磨パッドに設けることを含む。研磨中、光ビームがウイ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、ウイ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、本発明の化学機械研磨パッド(10)は、場合によっては、終点検出ウインドウ(30)をさらに含む。好ましくは、終点検出ウインドウは、研磨層(20)に組み込まれた一体型ウインドウ(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インドウブロック(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イ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。

20

【0047】

好ましくは、本発明の化学機械研磨パッド(10)に使用される終点検出ウインドウは、研磨層(20)に組み込まれた一体型ウインドウ(34)である。好ましくは、一体型ウインドウ(34)を含む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)に接着するホットマルト接着剤(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、研磨層(20)に組み込まれた一体型ウインドウ(34)とを含み、研磨層(20)はキャストポリウレタンであり、キャストポリウレタンは、(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、8~9.5重量%(より好ましくは8.65~9.05重量%、もっとも好ましくは>8.7~9重量%)の未反応NCOを有するイソシアネート末端プレポリマー、(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(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時間の浸漬のうち<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日間の浸漬のうち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

30

40

50

~ 3 %) 变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)。

【0048】

好ましくは、本発明の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)はキャストポリウレタンであり、キャストポリウレタンは、(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、8~9.5重量%(好ましくは8.65~9.05重量%、より好ましくは>8.7~9.00重量%)の未反応NCOを有するイソシアネート末端プレポリマー、(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(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、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、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)。

【0049】

好ましくは、本発明の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

10

20

30

40

50

ック(32)を含む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ボア開口(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、カウンタボア開口(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ボア開口(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、カウンタボア開口は、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、カウンタボア開口は非円柱形の容積を画定する。好ましくは、プラグ配置ウインドウロック(32)がカウンタボア開口(40)内に配置される。好ましくは、プラグ配置ウインドウロック(32)がカウンタボア開口(40)内に配置され、研磨層(20)に接着される。好ましくは、プラグ配置ウインドウロック(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} はプラグ配置ウインドウロック(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。

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

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。

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

【0050】

好ましくは、本発明の化学機械研磨パッド(10)に使用される終点検出ウインドウは、プラグ配置ウインドウロック(32)である。好ましくは、プラグ配置ウインドウロック(32)を含む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、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、プラグ配置ウインドウロック(32)が研磨層開口(37)内に配置される。好ましくは、プラグ配置ウインドウロック(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、プラグ配置ウインドウロック(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} はプラグ配置ウインドウロック(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。

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

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。

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

【0051】

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。

10

20

30

40

50

【0052】

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)複数の微小エレメント（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-NH₂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複数の微小エレメント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、複数の微小エレメント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。混合ヘッドを出したのち、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、型を硬化オーブンに入れた。次いで、以下のサイクルを使用して型を硬化オーブン中で硬化させた。周囲温度から104までのオーブン設定温度で30分間の勾配、次いで104のオーブン設定温度で15.5時間保持、次いで104から21までのオーブン設定温度で2時間の勾配。

10

20

30

【0053】

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、2.0mm(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ビング(可動ブレードを使用してカット)した。スカイビングは、各ケーキの頂部から開始した。

【0054】

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 D1622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 D2240にしたがって測定されたものである。

【0055】

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、メジアン弹性率、韌性）を、ASTM D412にしたがって、MTS Systems Corporationから市販のAlliance RT/5メカニカルテスタを50.8cm/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。

【0056】

研磨層材料の貯蔵弹性率G及び損失弹性率G'は、ASTM D5279-08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。試料の線形粘弹性応答を10rad/secの試験周波数(1.59Hz)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、47.5mm×7mm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35mmの長さにカットした。

40

【0057】

【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
韌性	44.5 MPa
比重	1.072

10

20

30

40

【0058】

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。

【0059】

【表2】

表2

パッド 材料	市販パッド規格			
	平均SG ^④		ショアD硬さ	
	LSL ^A	USL ^E	LSL ^A	USL ^E
IC1000 TM A2	0.74	0.85	52	62
VP3100 TM	0.76	0.84	42.5	49.5
VP5200 TM	0.64	0.70	44	60

^④ 「SG」は比重を指す。^A 「LSL」は規格下限を指す。^E 「USL」は規格上限を指す。

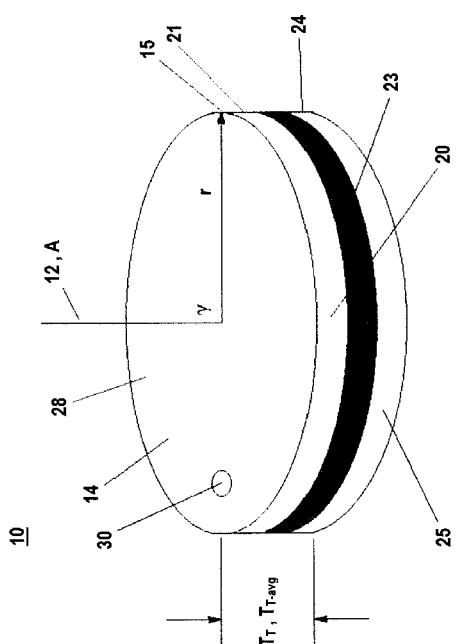
【表3】

表 3

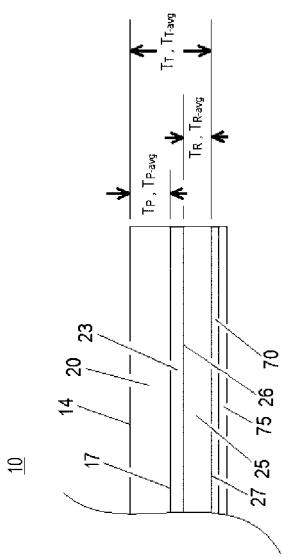
材料	長さ計測値 (インチ単位)			24時間 %Δ	7日間 %Δ
	初期	24時間	7日間		
実施例 1(x)	1.52	1.53	1.56	0.66	2.63
実施例 1(y)	1.51	1.52	1.55	0.66	2.65
IC1000 TM A2(x)	1.52	1.52	1.53	0	0.66
IC1000 TM A2(y)	1.51	1.52	1.52	0.66	0.66
VP3100 TM (x)	1.51	1.52	1.52	0.66	0.66
VP3100 TM (y)	1.52	1.52	1.52	0	0
VP5200 TM (x)	1.52	1.52	1.53	0	0.66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

10

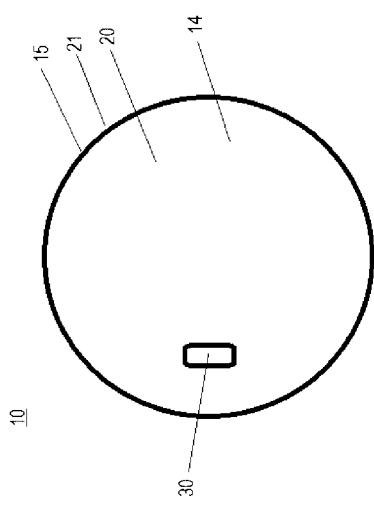
【 义 1 】



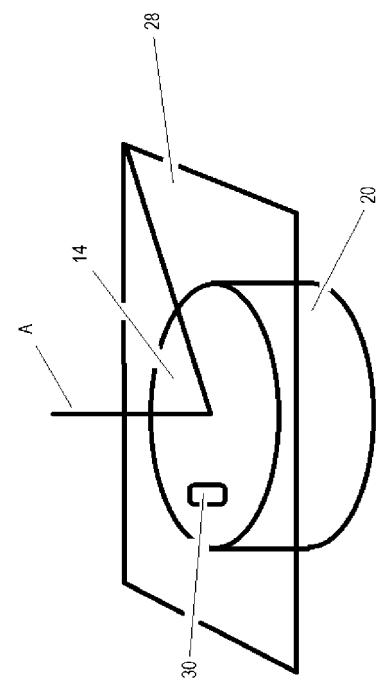
【 図 2 】



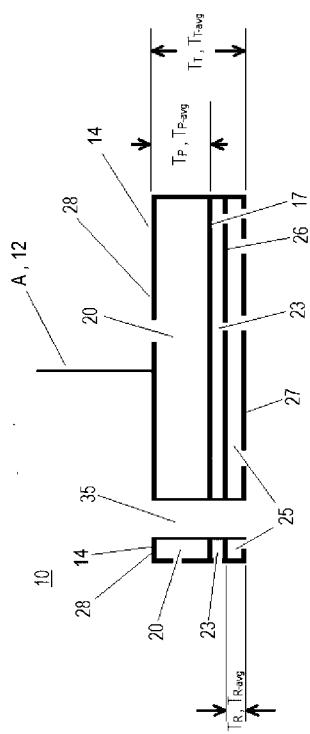
〔 四 3 〕



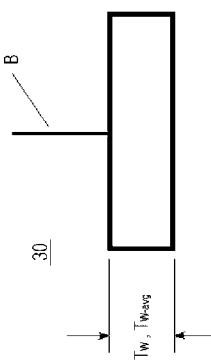
【 図 4 】



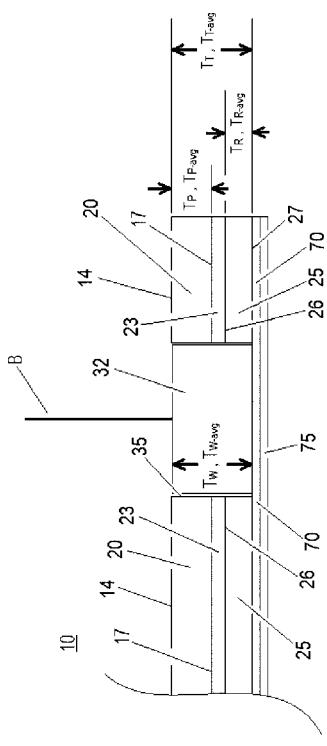
【図5】



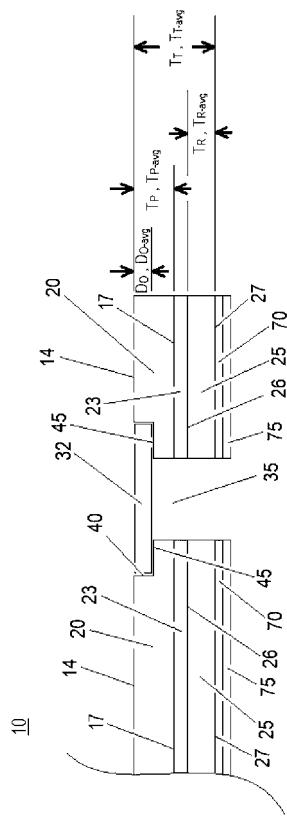
【 図 6 】



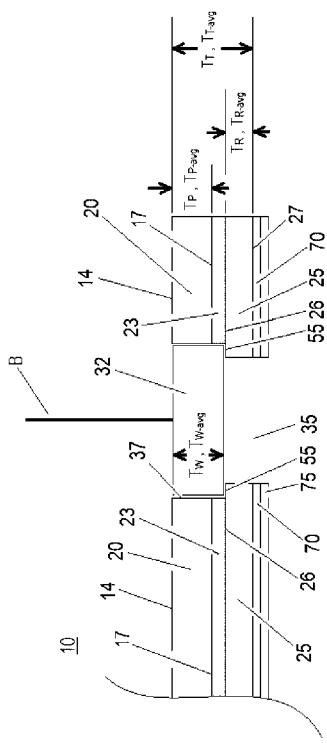
【 四 7 】



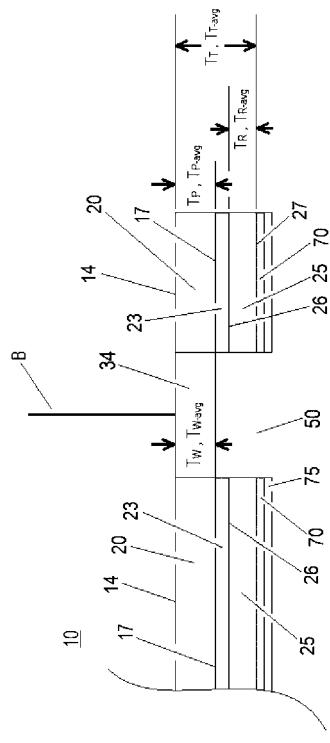
【 四 8 】



【図9】



【 図 10 】



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 ミッセル・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 バニヤン・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 モハマッド・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・ヴァンハネヘム
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、グリーンスプリング・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、ノリストウン、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】

2015047691000001.pdf