

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号
特許第7565737号
(P7565737)

(45)発行日 令和6年10月11日(2024.10.11)

(24)登録日 令和6年10月3日(2024.10.3)

(51)国際特許分類		F I	
B 2 4 B	37/24 (2012.01)	B 2 4 B	37/24 Z
B 2 4 B	37/013 (2012.01)	B 2 4 B	37/013
B 2 4 B	37/20 (2012.01)	B 2 4 B	37/20
H 0 1 L	21/304 (2006.01)	H 0 1 L	21/304 6 2 2 F
C 0 8 J	5/14 (2006.01)	H 0 1 L	21/304 6 2 2 S
請求項の数 6 (全20頁) 最終頁に続く			
(21)出願番号	特願2020-165752(P2020-165752)	(73)特許権者	000005359
(22)出願日	令和2年9月30日(2020.9.30)		富士紡ホールディングス株式会社
(65)公開番号	特開2022-57473(P2022-57473A)		東京都中央区日本橋人形町1丁目18番
(43)公開日	令和4年4月11日(2022.4.11)		12号
審査請求日	令和5年6月2日(2023.6.2)	(74)代理人	100149799
			弁理士 上村 陽一郎
		(72)発明者	立野 哲平
			愛媛県西条市大新田272 フジボウ愛媛株式会社内
		(72)発明者	松岡 立馬
			愛媛県西条市大新田272 フジボウ愛媛株式会社内
		(72)発明者	栗原 浩
			愛媛県西条市大新田272 フジボウ愛媛株式会社内
			最終頁に続く

(54)【発明の名称】 研磨パッド

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】

一部に終点検出窓を備える研磨層を有する研磨パッドであって、前記終点検出窓は、フェノール系酸化防止剤とリン系酸化防止剤とを含み、前記終点検出窓における耐光性試験前の引張強度に対する耐光性試験後の引張強度の割合は、0.85～1.00であり、前記耐光性試験は、J I S B 7 7 5 1 (2 0 0 7) にしたがって、F 形装置を使用して、ブラックパネル温度を63℃±3℃で25時間実施する、研磨パッド。

【請求項2】

前記終点検出窓は、フェノール系酸化防止剤：リン系酸化防止剤＝1：0.1～1：10の重量比率で前記フェノール系酸化防止剤と前記リン系酸化防止剤とを含む、請求項1に記載の研磨パッド。

【請求項3】

前記フェノール系酸化防止剤の数平均分子量は、300～1000である、請求項1又は2に記載の研磨パッド。

【請求項4】

前記リン系酸化防止剤の数平均分子量は、300～800である、請求項1乃至3のいずれか一項に記載の研磨パッド。

【請求項5】

前記終点検出窓は、前記フェノール系酸化防止剤を0.1～5.0重量%含有する、請求項1乃至4のいずれか一項に記載の研磨パッド。

【請求項 6】

前記終点検出窓は、前記リン系酸化防止剤を 0.1～5.0 重量%含有する、請求項 1 乃至 5 のいずれか一項に記載の研磨パッド。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は研磨パッドに関する。詳細には、本発明は、光学材料、半導体ウエハ、半導体デバイス、ハードディスク用基板等の研磨に好適に用いることができる研磨パッドに関する。

【背景技術】

【0002】

光学材料、半導体ウエハ、半導体デバイス、ハードディスク用基板の表面を平坦化するための研磨法として、化学機械研磨 (chemical mechanical polishing, CMP) 法が一般的に用いられている。

【0003】

CMP 法について、図 1 を用いて説明する。図 1 のように、CMP 法を実施する研磨装置 1 には、研磨パッド 3 が備えられ、当該研磨パッド 3 は、保持定盤 16 に保持された被研磨物 8 に当接しているとともに、研磨を行う層である研磨層 4 と研磨層 4 を支持するクッション層 6 を含む。研磨パッド 3 は、被研磨物 8 が押圧された状態で回転駆動され、被研磨物 8 を研磨する。その際、研磨パッド 3 と被研磨物 8 との間には、スラリー 9 が供給される。スラリー 9 は、水と各種化学成分や硬質の微細な砥粒の混合物 (分散液) であり、その中の化学成分や砥粒が流されながら、被研磨物 8 との相対運動により、研磨効果を増大させるものである。スラリー 9 は溝又は孔を介して研磨面に供給され、排出される。

【0004】

CMP 法では、被研磨物 8 の所望の位置まで研磨されたかについて、光学的手法により確認する手法がある。例えば、図 1 で示す研磨装置 1 は、終点を確認するための光学式センサ 14 等を備える。具体的には、研磨パッド 3 の一部に透光性を有する終点検出窓 5、さらに、研磨定盤 10 の下に光源 13 及び光学式センサ 14 が設けられている。

【0005】

光学的手法により終点検出を行う原理について図 2 を用いて説明する。光源 13 により照射された光 2 は、被研磨物 8 である基板 11 上に形成された薄膜 (例えば絶縁膜) 12 に入射したとき、一部の光 2a は薄膜 12 の表面に反射し、一方、別の光 2b は薄膜 12 を通過して被研磨物 8 の表面で反射する。反射光 2a 及び 2b は終点検出窓 5 を通して、光学式センサ 14 に検出され、薄膜 12 の厚さに応じて反射光の位相差及び強度の強弱が生じ、その位相差及び反射強度変化が検知されることにより、薄膜 12 の研磨状況を確認することができる。

【0006】

ここで、終点検出窓 5 は、研磨層 4 と同じ材料で作製されることがあり、例えば光透過性を有するポリウレタンで作製される。しかしながら、ポリウレタンは紫外光により劣化することが知られており、終点検出を行うための照射される光により終点検出窓 5 が劣化してしまう。したがって、従来から終点検出窓 5 の劣化を抑制するための様々な添加剤が用いられている。

【0007】

例えば、特許文献 1 には、紫外線吸収剤及びヒンダードアミン系光安定剤のうち少なくとも一つを含む終点検出窓を有する研磨パッドが開示されている。

【0008】

また、特許文献 2 には、シアノアクリレート等の光吸収化合物を含む終点検出窓を有する研磨パッドが開示されている。

【先行技術文献】

【特許文献】

10

20

30

40

50

【0009】

【文献】特開2012-071416号公報

【文献】特表2015-512799号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0010】

しかしながら、特許文献1、2に記載の研磨パッドは、終点検出窓の劣化がある程度抑制されるものの、終点検出窓が黄変するおそれがあり、終点検出窓が黄変することにより、終点検出窓の光の光透過率が変動し、研磨状態（研磨終点）の検出精度に影響を及ぼす可能性があった。

10

【0011】

本発明は、上記の問題点に鑑みてなされたものであり、終点検出窓の黄変を抑制することにより、正確な研磨状態（研磨終点）の検出を可能とする終点検出窓を備えた研磨パッドを提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0012】

本発明者は、鋭意研究の結果、終点検出窓が特定の酸化防止剤を含むことにより、黄変を抑制し、研磨検出精度に影響が少なくなり、正確な研磨状態（研磨終点）の検出を可能とする終点検出窓を見出した。すなわち、本発明は以下を包含する。

〔1〕 一部に終点検出窓を備える研磨層を有する研磨パッドであって、前記終点検出窓は、フェノール系酸化防止剤とリン系酸化防止剤とを含む、研磨パッド。

20

〔2〕 前記終点検出窓は、フェノール系酸化防止剤：リン系酸化防止剤＝1：0.1～1：10の重量比率で前記フェノール系酸化防止剤と前記リン系酸化防止剤とを含む、〔1〕に記載の研磨パッド。

〔3〕 前記フェノール系酸化防止剤の数平均分子量は、300～1000である、〔1〕又は〔2〕に記載の研磨パッド。

〔4〕 前記リン系酸化防止剤の数平均分子量は、300～800である、〔1〕乃至〔3〕のいずれか一項に記載の研磨パッド。

〔5〕 前記終点検出窓は、前記フェノール系酸化防止剤を0.1～5.0重量%含有する、〔1〕乃至〔4〕のいずれか一項に記載の研磨パッド。

30

〔6〕 前記終点検出窓は、前記リン系酸化防止剤を0.1～5.0重量%含有する、〔1〕乃至〔5〕のいずれか一項に記載の研磨パッド

【発明の効果】

【0013】

本発明の光による酸化劣化が抑制され黄変しにくくなった終点検出窓を備える研磨パッドは、黄変による研磨状態（研磨終点）の検出精度への悪影響が少なくなり、正確な研磨状態（研磨終点）を検出することができるようになる。

【図面の簡単な説明】

【0014】

【図1】図1は、研磨装置1の斜視図である。

40

【図2】図2は、入射光及び反射光の経路を示す概略図である。

【図3】図3は、本発明の研磨パッド3の斜視図である。

【図4】図4は、本発明の研磨パッド3の断面図（A-A'断面図）である。

【図5】図5は、本発明の研磨パッド3の製造方法を示す概略図である。

【発明を実施するための形態】

【0015】

以下、発明を実施するための形態について説明するが、本発明は、発明を実施するための形態に限定されるものではない。

【0016】

<<研磨パッド>>

50

研磨パッド3の構造について図3を用いて説明する。研磨装置1に備えられる研磨パッド3は、図3のように、研磨パッド3を貫通している少なくとも一つの終点検出窓5（図3では、2つの終点検出窓5を備える）を有する研磨層4と、クッション層6とを含む。研磨パッド3は、終点検出窓5を有するため、光源13、光学式センサ14を用いて被研磨物8の研磨状況の確認を光学的に実施できる。

研磨パッド3の形状は円盤状が好ましいが、特に限定されるものではなく、また、大きさ（径）も、研磨パッド3を備える研磨装置1のサイズ等に応じて適宜決定することができる。例えば、直径10cm～1m程度とすることができる。

なお、本発明の研磨パッド3は、研磨層4がクッション層6に接着層7を介して接着されていることが好ましいが、研磨層4のみから構成されていてもよい。

研磨パッド3は、クッション層6に配設された両面テープ等によって研磨装置の研磨定盤10に貼付される。研磨パッド3は、研磨装置によって被研磨物8を押圧した状態で回転駆動され、被研磨物を研磨する。

【0017】

<研磨層>

研磨パッド3は、被研磨物を研磨するための層である研磨層4を備える。研磨層4を構成する材料は、ポリウレタン樹脂、ポリウレア樹脂、及びポリウレタンポリウレア樹脂を好適に用いることができ、より好ましくはポリウレタン樹脂を用いることができる。

研磨層4の大きさ（径）は、研磨パッド3と同様であり、直径10cm～2m程度とすることができる。研磨層4の厚みは、通常0.5～5mm程度とすることができる。

研磨層4は、研磨装置1の研磨定盤10と共に回転され、その上にスラリー9を流しながら、スラリー9の中に含まれる化学成分や砥粒を、被研磨物8と一緒に相対運動させることにより、被研磨物8を研磨する。研磨層4の表面に同心円状、格子状、放射状などの溝加工が施されることにより、スラリー9の保持や排出を調整することができ、研磨特性を変えることが可能である。

また、必要により、研磨層4は、中空微小球体などの中空体を含むことができる。

【0018】

<終点検出窓>

研磨層4は、少なくとも一つの終点検出窓5を有する。終点検出窓5は、光学的手段により、研磨の終点を確認するためのものであるため透光性を有する。したがって、終点検出窓5は、透光性が高い方が好ましい。

終点検出窓5の数は、通常は1つ又はそれ以上あればよい。終点検出窓5の直径は、1cm～15cm程度が好ましく、厚みは研磨層4と同様で、通常0.5～5mm程度である。終点検出窓5の詳細については、<<終点検出窓の製造方法>>の項で説明する。

【0019】

終点検出窓5は、研磨層4の上面及び下面を通貫している円柱状の形状を有することが一般的であるが、研磨層4の上面及び下面を通貫していれば特に限定されるものではなく、四角柱型、三角柱型等適宜選択できる。

【0020】

（光透過率）

終点検出窓5は、光を通過させるため、例えば、波長300～800nmにおける光透過率が高いことが好ましい。例えば、660nmの光の透過率が、好ましくは、50%以上、より好ましくは60%以上、さらに好ましくは70%以上、より一層好ましくは80%以上である。特に波長400～700nmにおける光透過率が高ければ、エラーが生じにくく、高い精度で測定することができる。光透過率の測定は、分光光度計（日立製作所製、U-3210 Spectrophotometer）を用いて測定することができ、このときの試料厚さは例えば、1.3mmである。

【0021】

（色度（b*）及び黄変度（Δb*））

本発明における終点検出窓5の特性としては、黄色の色度b*が低い上、使用しても黄

10

20

30

40

50

変度が小さいという特徴が挙げられる。ここで、黄色の色度は、 $L^*a^*b^*$ 色空間で表現される色度 b^* をいい、色度 b^* の数値が大きいほど黄色の度合いが強くなる。一般的に終点検出窓5は、主成分は研磨層4と同様の成分が好ましい。すなわち、終点検出窓8の材料の主成分はポリウレタン樹脂、ポリウレア樹脂、及びポリウレタンポリウレア樹脂が用いられることが多いが、経時により黄変してしまう問題がある。本発明の研磨パッド1の終点検出窓5は、黄色の色度 b^* が低い上、使用しても黄変度が小さい。

終点検出窓5の製造直後の色差計を用いた $L^*a^*b^*$ 色空間で表現される黄色の色度(b^*1)は、好ましくは25以下、より好ましくは20以下、さらに好ましくは、15以下である。

終点検出窓5の耐光性試験(JIS B 7751にしたがって、F形装置を使用して実施)の前の色差計を用いた色度(b^*1)と、耐光性試験後の色差計を用いた色度(b^*2)の差(Δb^*)は、好ましくは20以下、より好ましくは15以下、さらに好ましくは、13以下である。

また、 $L^*a^*b^*$ 色空間では、黄色や青の色度を示す b^* の他、明度を示す L^* 、赤や緑の色度を示す a^* がある。耐光性試験前後の明度 L^* 、色度 a^* 、 b^* のそれぞれの差から、色差 ΔE^* を求めることができる。

$$\Delta E^* = [(L^*2 - L^*1)^2 + (a^*2 - a^*1)^2 + (b^*2 - b^*1)^2]^{1/2}$$

ここで、耐光性試験前の明度を L^*1 、色度を a^*1 、 b^*1 とし、耐光性試験後の明度 L^*2 、色度を a^*2 、 b^*2 とする。

色差 ΔE^* は、好ましくは25以下、より好ましくは20以下、さらに好ましくは、17以下である。

【0022】

(引張強度)

また、本発明における終点検出窓5の特性としては、光による劣化を抑制し、特に引張強度の変化が小さいという特徴が挙げられる。終点検出の際に光源から照射される光は終点検出窓5を劣化させる。終点検出窓5の劣化は研磨パッド3の研磨性能やスクラッチ性能に影響を与えるため、光が照射されても終点検出窓5の物性が維持されることが好ましい。物性の中でも、特に引張強度はスクラッチ性能に大きく影響を与えるため、引張強度の変化が小さいことが好ましい。本発明の研磨パッド1の終点検出窓5は、耐光性試験前の引張強度に対する対光性試験後の引張強度の割合が特定の範囲内にある。終点検出窓5の耐光性試験前の引張強度に対する対光性試験後の引張強度の割合は、好ましくは0.85~1.00、より好ましくは0.87~1.00、さらに好ましくは、0.90~1.00である。

【0023】

<クッション層>

クッション層6は、樹脂を含浸させた含浸不織布、合成樹脂等の可撓性を有する材料、気泡構造を有する発泡体等から構成されることが好ましく、このような材料であれば、研磨層4の被研磨物8への当接をより均一にすることができる。本発明において、研磨パッド3は、研磨層4のみから構成されてもよいが、クッション層6に接着させることが好ましい。

また、クッション層6においては、光検知を行うための光を通過させることができるように、終点検出窓5の設置位置に対応する部分に、終点検出窓5と同じ数の穴を形成することが必要である。

【0024】

<接着層>

接着層7は、クッション層6と研磨層4を接着させるための層であり、通常、両面テープ又は接着剤から構成される。両面テープ又は接着剤は、当技術分野において公知のものを使用することができる。

研磨パッド3およびクッション層6は、接着層7で貼り合わされている。接着層7は、

10

20

30

40

50

例えば、アクリル系、エポキシ系、ウレタン系から選択される少なくとも１種の粘着剤で形成することができる。例えば、アクリル系粘着剤が用いられ、厚みが０．１mmに設定することができる。

【００２５】

<研磨装置>

本発明の研磨パッド３を備えた研磨装置１は、すでに説明したように、光学的手段により研磨状態を確認できる。例えば図１に示すように、研磨装置１が有する研磨定盤１０は、光源１３、光学式センサ１４を備える。光源１３から出された光が、研磨定盤１０の下から上へ向けて通過し、さらにクッション層６の穴、さらには、研磨パッド３の終点検出窓５を通過して、被研磨物８に到着し、被研磨物８に反射して戻ってきた光を光学式センサ１４が感知する。このように光源１３と光学式センサ１４は、研磨定盤１０と一緒に回転することにより、研磨しながら、研磨状況を確認できる。

【００２６】

<<終点検出窓の製造方法>>

本発明の終点検出窓の製造方法について説明する。

【００２７】

<終点検出窓の材料>

終点検出窓５は、光を透過させ、基板に反射した光の波長を測定することにより、膜厚を測定するものであるが、研磨層４と同様の働き、すなわち、被研磨物８を研磨する働きも要求される場合もあるため、スクラッチ性能や研磨性能が同等であることが好ましく、主成分は研磨層４と同様の成分が好ましい。すなわち、終点検出窓８の材料の主成分はポリウレタン樹脂、ポリウレア樹脂、及びポリウレタンポリウレア樹脂が好ましく、ポリウレタン樹脂がより好ましい。具体的な主成分の材料としては、例えば、ウレタン結合含有ポリイソシアネート化合物と硬化剤とを反応させて得られる材料を挙げることができる。

【００２８】

本発明の研磨パッド３に備えられている終点検出窓５は、酸化防止剤として、フェノール系酸化防止剤と、リン系酸化防止剤とを含む。フェノール系酸化防止剤とリン系酸化防止剤とを組み合わせることによって、フェノール系酸化防止剤単独又はリン系酸化防止剤単独では達成できなかった高い光透過率を有する終点検出窓５を製造することができ、かつ、フェノール系酸化防止剤とリン系酸化防止剤とを含有した終点検出窓５は、酸化による劣化、物性の変化（特に引張強度の低下）が起きにくく、黄変しにくいものである。具体的な成分については、後述する。

【００２９】

以下、終点検出窓５の材料の製造方法については、ウレタン結合含有イソシアネート化合物、ポリオール化合物と硬化剤を用いた終点検出窓を例にして説明する。

【００３０】

ウレタン結合含有ポリイソシアネート化合物と硬化剤とを用いた終点検出窓５の製造方法としては、例えば、少なくともウレタン結合含有ポリイソシアネート化合物、酸化防止剤、添加剤、硬化剤を準備する材料準備工程；少なくとも、前記ウレタン結合含有ポリイソシアネート化合物、酸化防止剤、添加剤、硬化剤を混合して成形体成形用の混合液を得る混合工程；前記成形体成形用混合液から終点検出窓を成形する硬化工程、を含む製造方法が挙げられる。

【００３１】

以下、材料準備工程、混合工程、成形工程に分けて、それぞれ説明する。

【００３２】

<材料準備工程>

本発明の終点検出窓５の製造のために、ポリウレタン樹脂成形体（硬化樹脂）の原料として、少なくとも、ウレタン結合含有ポリイソシアネート化合物（ウレタンプレポリマー）、硬化剤、フェノール系酸化防止剤とリン系酸化防止剤を準備する。ここで、ウレタン結合含有ポリイソシアネートは、ポリウレタン樹脂成形体を形成するための、ウレタンプ

レポリマーである。終点検出窓5をポリウレア樹脂成型体やポリウレタンポリウレア樹脂成型体にする場合は、それに応じたプレポリマーを用いる。

【0033】

以下、各成分について説明する。

【0034】

(ウレタン結合含有ポリイソシアネート化合物)

ウレタン結合含有ポリイソシアネート化合物(ウレタンプレポリマー)は、下記ポリイソシアネート化合物とポリオール化合物とを、通常用いられる条件で反応させることにより得られる化合物であり、ウレタン結合とイソシアネート基を分子内に含むものである。また、本発明の効果を損なわない範囲内で、他の成分がウレタン結合含有ポリイソシアネート化合物に含まれていてもよい。

10

【0035】

ウレタン結合含有ポリイソシアネート化合物としては、市販されているものを用いてもよく、ポリイソシアネート化合物とポリオール化合物とを反応させて合成したものを用いてもよい。前記反応に特に制限はなく、ポリウレタン樹脂の製造において公知の方法及び条件を用いて付加重合反応すればよい。例えば、40℃に加温したポリオール化合物に、窒素雰囲気にて攪拌しながら50℃に加温したポリイソシアネート化合物を添加し、30分後に80℃まで昇温させ更に80℃にて60分間反応させるといった方法で製造することができる。

【0036】

上記のようにして得られる、ウレタン結合含有ポリイソシアネート化合物(ウレタンプレポリマー)のNCO当量は、好ましくは200以上700以下であり、より好ましくは250以上600以下であり、さらに好ましくは300以上550以下である。NCO当量が上記範囲内であることにより、所望の物性の範囲により好適に調整することができる。

20

【0037】

また、NCO当量とは、“(ポリイソシアネート化合物の質量(部)+ポリオール化合物の質量(部))/[(ポリイソシアネート化合物1分子当たりの官能基数×ポリイソシアネート化合物の質量(部)/ポリイソシアネート化合物の分子量)-(ポリオール化合物1分子当たりの官能基数×ポリオール化合物の質量(部)/ポリオール化合物の分子量)]”で求められるNCO基1個当たりのプレポリマー(PP)の分子量を示す数値である。

30

【0038】

(ポリイソシアネート化合物)

本明細書において、ポリイソシアネート化合物とは、分子内に2つ以上のイソシアネート基を有する化合物を意味する。

ポリイソシアネート化合物としては、分子内に2つ以上のイソシアネート基を有していれば特に制限されるものではない。例えば、分子内に2つのイソシアネート基を有するジイソシアネート化合物としては、m-フェニレンジイソシアネート、p-フェニレンジイソシアネート、2,6-トリレンジイソシアネート(2,6-TDI)、2,4-トリレンジイソシアネート(2,4-TDI)、ナフタレン-1,4-ジイソシアネート、ジフェニルメタン-4,4'-ジイソシアネート(MDI)、4,4'-メチレンビス(シクロヘキシルイソシアネート)(水添MDI)、3,3'-ジメトキシ-4,4'-ビフェニルジイソシアネート、3,3'-ジメチルジフェニルメタン-4,4'-ジイソシアネート、キシリレン-1,4-ジイソシアネート、4,4'-ジフェニルプロパンジイソシアネート、トリメチ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、プロピレン-1,2-ジイソシアネート、ブチレン-1,2-ジイソシアネート、シクロヘキシレン-1,2-ジイソシアネート、シクロヘキシレン-1,4-ジイソシアネート、p-フェニレンジイソチオシアネート、キシリレン-1,4-ジイソチオシアネート、エチリジンジイソチオシアネート等を挙げることができる。これらのポリイソシアネート化合物は、単独で用いてもよく、複数のポリイソシアネート化合物を組み合わせ用いてもよい。

40

【0039】

50

ポリイソシアネート化合物としては、2,4-TDI及び／又は2,6-TDIを含むことが好ましく、2,4-TDI及び2,6-TDIを含むことがより好ましい。2,4-TDI及び2,6-TDIのみからなることがさらにより好ましい。2,4-TDI対2,6-TDIの質量比は、100:0～50:50であることが好ましく、90:10～60:40であることがより好ましく、90:10～70:30であることがさらにより好ましく80:20であることがさらにより好ましい。

【0040】

(プレポリマーの原料としてのポリオール化合物)

本明細書において、ポリオール化合物とは、分子内に2つ以上の水酸基(OH)を有する化合物を意味する。

プレポリマーとしてのウレタン結合含有ポリイソシアネート化合物の合成に用いられるポリオール化合物としては、例えば、エチレングリコール、ジエチレングリコール(DEG)、ブチレングリコール等のジオール化合物、トリオール化合物等；ポリ(オキシテトラメチレン)グリコール(又はポリテトラメチレンエーテルグリコール)(PTMG)等のポリエーテルポリオール化合物を挙げることができる。これらの中でも、PTMGが好ましい。PTMGの数平均分子量(Mn)は、500～2000であることが好ましく、600～1300であることがより好ましく、650～1000であることがさらにより好ましい。数平均分子量は、ゲル浸透クロマトグラフィー(Gel Permeation Chromatography:GPC)により測定することができる。なお、ポリウレタン樹脂からポリオール化合物の数平均分子量を測定する場合は、アミン分解等の常法により各成分を分解した後、GPCによって推定することもできる。

上記ポリオール化合物は単独で用いてもよく、複数のポリオール化合物を組み合わせ用いてもよい。

【0041】

(酸化防止剤)

上記したように、終点検出窓5の材料として、フェノール系酸化防止剤及びリン系酸化防止剤を含む。フェノール系酸化防止剤とリン系酸化防止剤とが共存することにより、単独種で存在するよりも、黄変度が低くなる。終点検出窓5における酸化防止剤の合計含有量は、終点検出窓全体の重量に対して、0.1～6.0重量%が好ましく、0.2～4.0重量%がより好ましい。単独種で存在するよりも、黄変度が低くなる理由は以下であると考えられる。

【0042】

終点検出窓5の代表的な主成分であるポリウレタンは、光によってラジカルが発生し、有色物質が出ると考えられ、ラジカル反応は、下記式(1)のように、サイクル反応となり、黄変が進行する(式中、Rは有機基を示す)。

しかし、フェノール系酸化防止剤を存在させることにより、パーオキシラジカルは捕捉され、さらにリン系酸化防止剤を存在させることにより、安定な化合物となり、サイクル反応を阻止できると考えられる。なお、黄変の進行の他、終点検出窓5の物性を維持すること、特に引張強度の低下を抑制することができる。終点検出窓5の引張強度の低下を抑制することで、研磨性能やスクラッチ性能について研磨層4と同程度の性能を維持することができる。

【0043】

10

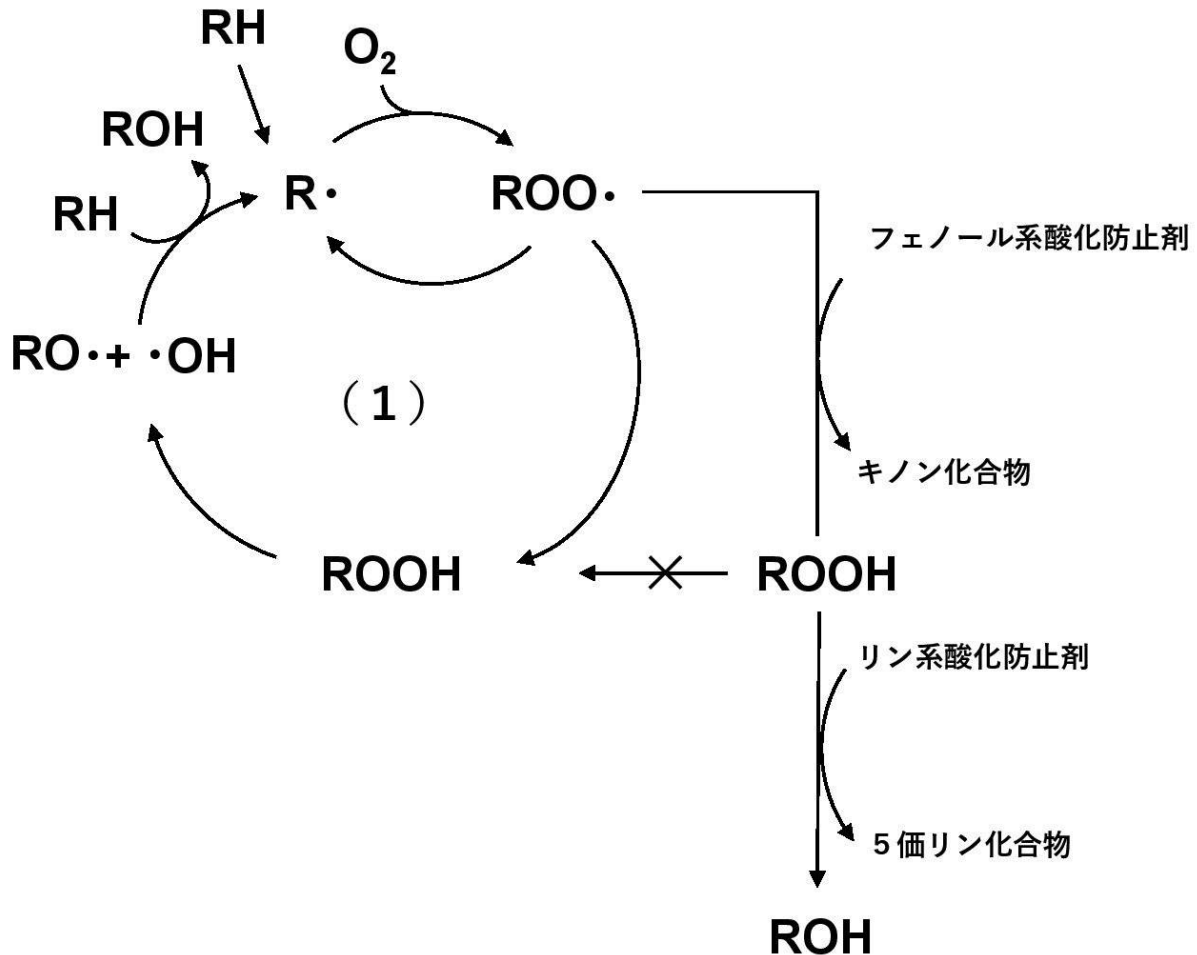
20

30

40

50

【化 1】



【0044】

(混合比率)

フェノール系酸化防止剤及びリン系酸化防止剤の重量混合比率（フェノール系酸化防止剤：リン系酸化防止剤）は、特に限定されるものではないが、黄変度の観点から、1：0．1～1：10であることが好ましく、さらに好ましくは、1：0．2～1：8である。終点検出窓5の主成分として、ポリウレタン樹脂、ポリウレア樹脂、及びポリウレタンポリウレア樹脂を使用した場合、上記の比率であると一層効果が認められる。

【0045】

これらの酸化防止剤を混合する方法は、特に限定されるものではないがフェノール系酸化防止剤は、初期段階でプレポリマーに混ぜてしまうと、反応が進行してしまう恐れがある。したがって、フェノール系酸化防止剤は、硬化剤とプレポリマーを混ぜるときに添加することが好ましい。例えば、硬化剤にフェノール系酸化防止剤を混合させておき、硬化剤とフェノール系酸化防止剤の混合物をプレポリマーに混合することにより、硬化を進行させることができる。

一方、リン系酸化防止剤は、フェノール系酸化防止剤と異なり、硬化反応前に事前にプレポリマーに混入させていてもよく、また、フェノール系酸化防止剤と共に硬化剤と混合させておいてから、プレポリマーと混合させてもよい。

【0046】

フェノール系酸化防止剤の、分子量は特に制限されるものではないが、ポリウレタン等との相溶性などの観点から数平均分子量は300～1000が好ましく、400～700がさらに好ましい。

リン系酸化防止剤の分子量についても、特に制限されるものではないが、ポリウレタン等との相溶性などの観点から数平均分子量は300～800が好ましく、300～550

がさらに好ましい。

【0047】

フェノール系酸化防止剤の具体例としては、6-ジ-tert-ブチル-p-クレゾール、2,6-ジフェニル-4-オクタデシロキシフェノール、ステアリル(3,5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオネート、ジステアリル(3,5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシベンジル)ホスホネート、トリデシル・3,5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシベンジルチオアセテート、ビス〔3-(3-tert-ブチル-4-ヒドロキシ-5-メチルフェニル)プロピオン酸〕〔エチレンビス(オキシエチレン)〕、チオジエチレンビス〔(3,5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオネート〕、4,4'-チオビス(6-tert-ブチル-m-クレゾール)、2-オクチルチオ-4,6-ビス(3,5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシフェノキシ)-s-トリアジン、2,2'-メチレンビス(4-メチル-6-tert-ブチルフェノール)、ビス〔3,3-ビス(4-ヒドロキシ-3-tert-ブチルフェニル)ブチリックアシッド〕グリコールエステル、4,4'-ブチリデンビス(6-tert-ブチル-3-メチルフェノール)、1,1,3-トリス(2-メチル-4-ヒドロキシ-5-tert-ブチルフェニル)ブタン、ビス〔2-tert-ブチル-4-メチル-6-(2-ヒドロキシ-3-tert-ブチル-5-メチルベンジル)フェニル〕テレフタレート、1,3,5-トリス(2,6-ジメチル-3-ヒドロキシ-4-tert-ブチルベンジル)イソシアヌレート、1,3,5-トリス(3,5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシベンジル)イソシアヌレート、1,3,5-トリス(3,5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシベンジル)-2,4,6-トリメチルベンゼン、1,3,5-トリス〔(3,5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオニルオキシエチル〕イソシアヌレート、テトラキス〔メチレン-3-(3',5'-ジ-tert-ブチル-4'-ヒドロキシフェニル)プロピオネート〕メタン、2-tert-ブチル-4-メチル-6-(2-アクロイルオキシ-3-tert-ブチル-5-メチルベンジル)フェノール、トリエチレングリコールビス〔β-(3-tert-ブチル-4-ヒドロキシ-5-メチルフェニル)プロピオネート〕、オクタデシル3-(3,5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオネート、ペンタエリスリトールテトラキス〔3-(3,5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオネート、3,9-ビス〔2-[3-(3-tert-ブチル-4-ヒドロキシ-5-メチルフェニル)プロピオニルオキシ]-1,1-ジメチルエチル〕-2,4,8,0-テトラオキサスピロ〔5.5〕ウンデカン、4,4'-ブチリデンビス(6-tert-ブチル-3-メチルフェノール)等が挙げられる。

【0048】

上記のフェノール系酸化防止剤の中でも、終点検出窓5の透過率を向上させ、また、黄変しにくいという観点から、好ましい例としては、Irganox 245、アデカスタブ AO-50/アデカスタブ AO-50F(商標)、アデカスタブ AO-60/アデカスタブ AO-60G(商標)、アデカスタブ AO-80(商標)(以上、株式会社ADEKA製); Sumilizer BBM-S(商標)、Sumilizer GA-80(商標)、Sumilizer BHT(商標)、Sumilizer BP-76(商標)、Sumilizer BP-101(商標)(以上、住友化学株式会社製)等が挙げられる。

【0049】

リン系酸化防止剤の具体例としては、トリフェニルホスファイト、トリス(2,4-ジ-tert-ブチルフェニル)ホスファイト、トリス(2,5-ジ-tert-ブチルフェニル)ホスファイト、トリス(ノニルフェニル)ホスファイト、トリス(ジノニルフェニル)ホスファイト、トリス(モノ、ジ混合ノニルフェニル)ホスファイト、ジフェニルアシッドホスファイト、2,2'-メチレンビス(4,6-ジ-tert-ブチルフェニル)オクチルホスファイト、ジフェニルデシルホスファイト、ジフェニルオクチルホスファイト、ビス(ノニルフェニル)ペンタエリスリトールホスファイト、フェニルジイソデシ

ルホスファイト、トリブチルホスファイト、トリス（２－エチルヘキシル）ホスファイト、トリデシルホスファイト、トリラウリルホスファイト、ジブチルアシッドホスファイト、ジラウリルアシッドホスファイト、トリラウリルトリチオホスファイト、ビス（ネオペンチルグリコール）・１，４－ジシクロヘキサジメチルジホスファイト、ビス（２，４－ジ－tert－ブチルフェニル）ペンタエリスリトールジホスファイト、ビス（２，６－ジ－tert－ブチル－４－メチルフェニル）ペンタエリスリトールジホスファイト、ビス〔２，４－ビス（１－メチル－１－フェニルエチル）フェニル〕ペンタエリスリトールジホスファイト、ジステアリルペンタエリスリトールジホスファイト、テトラ（Ｃ１２－１５混合アルキル）－４，４－イソプロピリデンジフェニルホスファイト、ビス〔２，２’－メチレンビス（４，６－ジアミルフェニル）〕・イソプロピリデンジフェニルホスファイト、テトラトリデシル・４，４’－ブチリデンビス（２－tert－ブチル－５－メチルフェノール）ジホスファイト、ヘキサ（トリデシル）・１，１，３－トリス（２－メチル－５－tert－ブチル－４－ヒドロキシフェニル）ブタン・トリホスファイト、テトラキス（２，４－ジ－tert－ブチルフェニル）ビフェニレンジホスホナイト、トリス〔２－〔（２，４，８，１０－テトラキス－tert－ブチルジベンゾ〔d，f〕〔１，３，２〕ジオキサホスフェピン－６－イル）オキシ〕エチル〕アミン、９，１０－ジヒドロ－９－オキサ－１０－ホスファフェナンスレン－１０－オキサイド、２－ブチル－２－エチルプロパンジオール・２，４，６－トリ－tert－ブチルフェノールモノホスファイト等が挙げられる。

【００５０】

上記リン系酸化防止剤の中でも、黄変しにくいという観点から好適なホスファイト化合物は、トリフェニルホスファイト、ジステアリルペンタエリスリトールジホスファイト、ビス（２，４－ジ－tert－ブチルフェニル）ペンタエリスリトールジホスファイト、ビス（２，６－ジ－tert－ブチル－４－メチルフェニル）ペンタエリスリトールジホスファイト、およびビス〔２，４－ビス（１－メチル－１－フェニルエチル）フェニル〕ペンタエリスリトールジホスファイトである。

【００５１】

具体的には、アデカスタブPEP－８（商標）、アデカスタブPEP－２４G（商標）、アデカスタブPEP－４５（商標）、アデカスタブTPP（以上、株式会社ADEKA製）；JPP681S（商標、城北化学工業株式会社製）、Alkanox P－２４（商標、Great Lakes社製）、Ultrinox P626（商標、GE Specialty Chemicals社製）、Doverphos S－９４３２（商標）、Doverphos S－９２２８（商標）（以上、Dover Chemical社製）；Irgafos 126および126FF（商標、CIBA SPECIALTY CHEMICALS社製）が挙げられる。

【００５２】

上記の酸化防止剤の中では、フェノール系酸化防止剤としてのビス〔３－（３－tert－ブチル－４－ヒドロキシ－５－メチルフェニル）プロピオン酸〕〔エチレンビス（オキシエチレン）〕やステアリル（３，５－ジ－tert－ブチル－４－ヒドロキシフェニル）プロピオネートと、リン系酸化防止剤としてのトリフェニルホスファイト、トリデシルホスファイトが特に好ましい。

【００５３】

（硬化剤）

本発明の終点検出窓５の製造方法では、混合工程において硬化剤（鎖伸長剤ともいう）をウレタン結合含有ポリイソシアネート化合物などと混合させる。硬化剤を加えることにより、その後の成形体成形工程において、ウレタン結合含有ポリイソシアネート化合物の主鎖末端が硬化剤と結合してポリマー鎖を形成し、硬化する。

硬化剤としては、例えば、エチレンジアミン、プロピレンジアミン、ヘキサメチレンジアミン、イソホロンジアミン、ジシクロヘキシルメタン－４，４’－ジアミン、３，３’－ジクロロ－４，４’－ジアミノジフェニルメタン（MOCA）、４－メチル－２，６－ビス

(メチルチオ) - 1, 3 - ベンゼンジアミン、2 - メチル - 4, 6 - ビス (メチルチオ) - 1, 3 - ベンゼンジアミン、2, 2 - ビス (3 - アミノ - 4 - ヒドロキシフェニル) プロパン、2, 2 - ビス [3 - (イソプロピルアミノ) - 4 - ヒドロキシフェニル] プロパン、2, 2 - ビス [3 - (1 - メチルプロピルアミノ) - 4 - ヒドロキシフェニル] プロパン、2, 2 - ビス [3 - (1 - メチルペンチルアミノ) - 4 - ヒドロキシフェニル] プロパン、2, 2 - ビス (3, 5 - ジアミノ - 4 - ヒドロキシフェニル) プロパン、2, 6 - ジアミノ - 4 - メチルフェノール、トリメチルエチレンビス - 4 - アミノベンゾネート、及びポリテトラメチレンオキサイド - d i - p - アミノベンゾネート等の多価アミン化合物；エチレングリコール、プロピレングリコール、ジエチレングリコール、トリメチレングリコール、テトラエチレングリコール、トリエチレングリコール、ジプロピレングリコール、1, 4 - ブタンジオール、1, 3 - ブタンジオール、2, 3 - ブタンジオール、1, 2 - ブタンジオール、3 - メチル - 1, 2 - ブタンジオール、1, 2 - ペンタンジオール、1, 4 - ペンタンジオール、2, 4 - ペンタンジオール、2, 3 - ジメチルトリメチレングリコール、テトラメチレングリコール、3 - メチル - 4, 3 - ペンタンジオール、3 - メチル - 4, 5 - ペンタンジオール、2, 2, 4 - トリメチル - 1, 3 - ペンタンジオール、1, 6 - ヘキサンジオール、1, 5 - ヘキサンジオール、1, 4 - ヘキサンジオール、2, 5 - ヘキサンジオール、1, 4 - シクロヘキサンジメタノール、ネオペンチルグリコール、グリセリン、トリメチロールプロパン、トリメチロールエタン、トリメチロールメタン、ポリ (オキシテトラメチレン) グリコール、ポリエチレングリコール、及びポリプロピレングリコール等の多価アルコール化合物が挙げられる。また、多価アミン化合物が水酸基を有していてもよく、このようなアミン系化合物として、例えば、2 - ヒドロキシエチルエチレンジアミン、2 - ヒドロキシエチルプロピレンジアミン、ジ - 2 - ヒドロキシエチルエチレンジアミン、ジ - 2 - ヒドロキシエチルプロピレンジアミン、2 - ヒドロキシプロピルエチレンジアミン、ジ - 2 - ヒドロキシプロピルエチレンジアミン等を挙げることができる。多価アミン化合物としては、ジアミン化合物が好ましく、例えば、3, 3' - ジクロロ - 4, 4' - ジアミノジフェニルメタン (メチレンビス - o - クロロアニリン) (以下、M O C A と略記する。) を用いることがさらに好ましい。終点検出窓 5 における硬化剤の合計含有量は、終点検出窓全体の重量に対して、10 ~ 50 重量% が好ましく、15 ~ 40 重量% がより好ましい。

【0054】

(添加剤)

終点検出窓 5 の材料として、透明性を失わないように、任意選択的に添加剤を加えることができる。

【0055】

<混合工程>

混合工程では、前記準備工程で得られた、ウレタン結合含有ポリイソシアネート化合物 (ウレタンプレポリマー)、添加剤、硬化剤を混合機内に供給して攪拌・混合する。混合工程は、上記各成分の流動性を確保できる温度に加熱した状態で行われる。

混合工程では、少なくとも、ウレタン結合含有ポリイソシアネート化合物 (ウレタンプレポリマー)、フェノール系酸化防止剤、リン系酸化防止剤、硬化剤を、混合機内に供給して攪拌・混合する。フェノール系酸化防止剤、リン系酸化防止剤については、上記したように混合前に反応が起こらないように、添加し、混合する。このようにして、成形体成形用の混合液が調製される。混合工程は、上記各成分の流動性を確保できる温度に加熱した状態で行われる。ウレタンプレポリマーとしてのウレタン結合含有ポリイソシアネート化合物の末端に存在するイソシアネート基に対する、硬化剤に存在する活性水素基 (アミノ基及び水酸基) の当量比である R 値を指標とすることができる。R 値は、好ましくは 0.70 ~ 1.30 であり、より好ましくは 0.75 ~ 1.20 であり、さらに好ましくは 0.80 ~ 1.10 であり、よりさらに好ましくは 0.80 ~ 1.00 であり、さらにより好ましくは 0.85 ~ 0.95 である。

【0056】

<成形工程>

成形体成形工程では、前記混合工程で調製された成形体成形用混合液を30～100℃に予熱した棒状の型枠内に流し込み一次硬化させた後、100～150℃程度で10分～5時間程度加熱して二次硬化させることにより硬化したポリウレタン樹脂（ポリウレタン樹脂成形体）を成形する。このとき、ウレタンプレポリマー、硬化剤が反応してポリウレタン樹脂を形成することにより該混合液は硬化する。

なお、前記型枠には、凹凸やねじ切り構造が設けられることにより、終点検出窓5が成形された研磨層4から外れることを防止することができる。

【0057】

終点検出窓5に気泡が含まれていると、光源13からの光が気泡で反射してしまい、光透過率が低下し、終点検出の精度に影響を及ぼすことが考えられる。したがって、終点検出窓5に気泡が含まれないようにするために、例えば、材料を準備する段階で十分に減圧脱泡を行うことが挙げられる。

【0058】

<研磨層の製造方法>

本発明の研磨層4の製造方法について説明する。研磨層4の材料としては、研磨に用いることができる材料であれば、特に限定されるものではないが、例えば、ウレタン結合含有ポリイソシアネート化合物と硬化剤とを反応させて得られるポリウレタン樹脂材料を使用することができる。

【0059】

研磨層4は、気泡を有するポリウレタン樹脂材料が好ましい。また、ポリウレタン樹脂材料の気泡は、その態様によって、複数の気泡が独立して存在する独立気泡と、複数の気泡が連通孔でつながっている連続気泡に分類される。このなかでも、本発明に用いられるポリウレタン樹脂材料は独立気泡を有することが好ましく、ポリウレタン樹脂と、該ポリウレタン樹脂中に分散した中空微小球体とを含むポリウレタン樹脂材料であることがより好ましい。

【0060】

独立気泡を有するポリウレタン樹脂材料は、外殻を有し、内部が中空状である中空微小球体を用いることにより成形することができる。中空微小球体は、市販のものを使用してもよく、常法により合成することにより得られたものを使用してもよい。中空微小球体の外殻の材質としては、特に制限されないが、例えば、ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン、ポリ（メタ）アクリル酸、ポリアクリルアミド、ポリエチレングリコール、ポリヒドロキシエーテルアクリライト、マレイン酸共重合体、ポリエチレンオキシド、ポリウレタン、ポリ（メタ）アクリロニトリル、ポリ塩化ビニリデン、ポリ塩化ビニル及び有機シリコーン系樹脂、並びにそれらの樹脂を構成する単量体を2種以上組み合わせた共重合体が挙げられる。また、市販品の中空微小球体としては、以下に限定されないが、例えば、エクспанセルシリーズ（アクゾ・ノーベル社製商品名）、マツモトマイクロスフェア（松本油脂（株）社製商品名）などが挙げられる。

【0061】

ポリウレタンシートにおける中空微小球体の形状は特に限定されず、例えば、球状及び略球状であってもよい。中空微小球体の平均粒径は、特に制限されないが、好ましくは5～200μmであり、より好ましくは5～80μmであり、さらに好ましくは5～50μmであり、特に好ましくは5～35μmである。なお、平均粒径は、レーザー回折式粒度分布測定装置（例えばスペクトリス（株）製、マスターサイザー2000）により測定することができる。

【0062】

中空微小球体は、ウレタンプレポリマー100質量部に対して、好ましくは0.1～10質量部、より好ましくは1～5質量部、さらに好ましくは1～3質量部となるように添加する。

【0063】

また、上記の成分以外に、本発明の効果を損なわない範囲において、従来使用されている発泡剤を、前記中空微小球体と併用してもよく、下記混合工程中に前記各成分に対して非反応性の気体を吹き込んでよい。該発泡剤としては、水や、炭素数 5 又は 6 の炭化水素を主成分とする発泡剤が挙げられる。該炭化水素としては、例えば、*n*-ペンタン、*n*-ヘキサンなどの鎖状炭化水素や、シクロペンタン、シクロヘキサンなどの脂環式炭化水素が挙げられる。

【0064】

ウレタン結合含有ポリイソシアネート化合物と硬化剤とを用いた研磨層 4 の製造方法としては、例えば、少なくとも材料を準備する準備工程；少なくとも、材料の混合液を得る混合工程；前記混合液からポリウレタン樹脂成形体を成形する成形体成形工程；及び前記ポリウレタン樹脂成形体から、被研磨物を研磨加工するための研磨表面を有する研磨層を形成する研磨層形成工程、を含む製造方法が挙げられる。これらの工程は、必ずしもフェノール系酸化防止剤及びリン系酸化防止剤を用いなくてもよい以外は、終点検出窓の製造方法と同じであるため、詳細の説明を割愛する。なお、この説明は、終点検出窓 5 以外の研磨層 4 が、フェノール系酸化防止剤及びリン系酸化防止剤を両方用いることを妨げるものではなく、必要により、研磨層 4 にもフェノール系酸化防止剤及びリン系酸化防止剤を両方用いてもよい。

【0065】

<終点検出窓を備えた研磨層の製造方法>

本発明の研磨パッド 3 が有する研磨層 4 は、少なくとも一つの終点検出窓 5 を備える。この終点検出窓 5 を備えた研磨層 4 について説明する。

図 5 に示すように、まず、円柱状の終点検出窓 5 を製造する。この製造方法としては、材料を押し出し成形してもよいし、研削等により、円柱状に成形してもよい。なお、終点検出窓 5 の側面は、研磨層 4 との嵌め合いやすくするために、必要に応じて凹凸やねじ切り構造が設けることができる。

次に、研磨層 4 の材料となるウレタンプレポリマーと硬化剤と中空微小球体を混合機内に供給して攪拌・混合する。円柱状の終点検出窓 5 を備えた状態で、その周りに研磨層 4 の材料を硬化させ、円柱状の終点検出窓 5 を備えたブロック状の研磨層 4 を成形する。

最後に、所望の研磨パッド 3 の形状になるように、研磨層 4 を切り出し、所定の形状の研磨層 4 にすることができる。

終点検出窓 5 を備えた研磨層 4 は上述のとおりに形成することができるが、これに限定されるものではない。

【0066】

このようにして得られた終点検出窓 5 を備えた研磨層 4 は、研磨層 4 の研磨面とは反対側の面に両面テープが貼り付けられる。両面テープに特に制限はなく、当技術分野において公知の両面テープの中から任意に選択して使用することが出来る。

【0067】

また、本発明の研磨パッド 3 は、研磨層 4 のみからなる単層構造であってもよく、研磨層 4 の研磨面とは反対側の面に他の層（下層、支持層、図 3、5 ではクッション層 6）を貼り合わせた複層からなってもよい。複層構造を有する場合には、複数の層同士を両面テープや接着剤などを用いて、必要により加圧しながら接着・固定すればよい。この際用いられる両面テープや接着剤に特に制限はなく、当技術分野において公知の両面テープや接着剤の中から任意に選択して使用することが出来る。クッション層 6 には、終点検出窓 5 に対応する位置に予め貫通孔 6a が設けられている。

【0068】

さらに、本発明の研磨パッド 3 は、必要に応じて、研磨層 4 及び終点検出窓 5 の表面及び／又は裏面を研削処理してもよく、溝加工やエンボス加工を表面に施してもよい。研削処理の方法に特に制限はなく、公知の方法により研削することができる。具体的には、サンドペーパーによる研削が挙げられる。溝加工の形状に特に制限はなく、例えば、格子型、同心円型、放射型などの形状が挙げられる。

【0069】

本発明の研磨パッド3を使用するときは、研磨パッド3を研磨層4の研磨面が被研磨物と向き合うようにして研磨機1の研磨定盤10に取り付ける。そして、スラリーを供給しつつ、研磨定盤を回転させて、被研磨物の加工表面を研磨する。

【実施例】

【0070】

以下、実施例により本発明をさらに詳細に説明するが、本発明はこれらの例によって限定されるものではない。

【0071】

各実施例及び比較例において、特段の指定のない限り、「部」とは「質量部」を意味するものとする。

【0072】

<実施例1>

(終点検出窓の製造)

2, 4-トリレンジイソシアネート(2, 4-TDI)、2, 6-トリレンジイソシアネート(2, 6-TDI)、数平均分子量650のポリ(オキシテトラメチレン)グリコール(PTMG)及びジエチレングリコール(DEG)を反応させてなるNCO当量490のイソシアネート基末端ウレタンプレポリマー100部を第1液タンクに仕込み、60℃で保温した。次に、第1液とは別途に、硬化剤としてのMOCA23.7部に、フェノール系酸化防止剤として、ビス〔3-(3-tert-ブチル-4-ヒドロキシ-5-メチルフェニル)プロピオン酸〕〔エチレンビス(オキシエチレン)〕を0.6部と、リン系酸化防止剤として、トリフェニルホスファイトを0.4部とを添加混合し、混合液を得た。得られた混合液を第2液タンク内で120℃で保温した。第1液タンク、第2液タンクの夫々の液体を、注入口を2つ具備した混合機に夫々の注入口から注入した。注入した2液を混合攪拌しながら80℃に予熱した成形機の金型へ注入した後、型締めをし、30分間、80℃に加熱し一次硬化させた。一次硬化させた成形物を脱型後、オープンにて120℃で4時間二次硬化し、終点検出窓として用いられるウレタン樹脂成形物を得た。この際に、イソシアネート基末端ウレタンプレポリマー中の末端に存在するイソシアネート基に対する硬化剤に存在するアミノ基の当量比を表すR値が0.90となるように調整した。

【0073】

(研磨層の製造)

一方、2, 4-トリレンジイソシアネート(2, 4-TDI)、数平均分子量1000のポリ(オキシテトラメチレン)グリコール(PTMG)、数平均分子量650のポリ(オキシテトラメチレン)グリコール(PTMG)及びジエチレングリコール(DEG)を反応させてなるNCO当量455のイソシアネート基末端ウレタンプレポリマー100部に、殻部分がアクリロニトリル-塩化ビニリデン共重合体からなり、殻内にイソブタンガスが内包された粒子の大きさが平均粒径8.5μmで未膨脹の中空微小球体2.7部を添加混合し、第1液タンクに仕込み、60℃で保温した。次に、第1液とは別途に、硬化剤としてMOCA25.8部を添加混合し、第2液タンク内に120℃で保温した。第1液タンク、第2液タンクの夫々の液体を、注入口を2つ具備した混合機に夫々の注入口から注入した。なお、この際に、イソシアネート基末端ウレタンプレポリマー中の末端に存在するイソシアネート基に対する硬化剤に存在するアミノ基の当量比を表すR値が0.90となるように調整した。前記終点検出窓を金型内に設置し、注入した2液を混合攪拌しながら80℃に予熱した成形機の金型へ注入した後、型締めをし、30分間、80℃に加熱し一次硬化させた。一次硬化させた成形物を脱型後、オープンにて120℃で4時間二次硬化し、ウレタン樹脂成形物を得た。得られたウレタン樹脂成形物を25℃まで放冷した後に、再度オープンにて120℃で5時間加熱してから1.3mmの厚みにスライスし、研磨層を得た。

さらに、研磨層の研磨面とは反対側の面に両面テープを貼り付け、クッション層に貼り

10

20

30

40

50

合わせ、研磨パットを得た。

【0074】

得られた終点検出窓及び得られた研磨層から構成される研磨パッドを用いて、テスト試料を研磨したところ、終点検出窓を通過する光により、安定した終点検出ができた。

【0075】

＜実施例2、比較例1乃至3＞

材料を下記に変更すること以外は、実施例1の終点検出窓を得ることと同じ方法で、実施例2、比較例1乃至3の終点検出窓サンプルを得た。

実施例2は、実施例1と同じフェノール系酸化防止剤0.4部、実施例1と同じリン系酸化防止剤0.6部を添加して終点検出窓を作製した。

比較例1は、フェノール系酸化防止剤及びリン系酸化防止剤を添加せず終点検出窓を作製した。

比較例2は、実施例1と同じフェノール系酸化防止剤のみを0.6部添加して終点検出窓を作製した。

比較例3は、実施例1と同じリン系酸化防止剤のみを0.6部添加して終点検出窓を作製した。

【0076】

＜光透過率＞

実施例1乃至2、比較例1乃至3の終点検出窓のサンプルを長さ60mm×幅20mm×厚さ1.3mmに加工し、光透過率測定を行った。測定器は日立製作所製、U-3210 Spectrophotometerを用いた。波長400nm～700nmにおける光透過率が80%以上だったものを○、光透過率が80%未満だったものを×として結果を表1に記載する。

【0077】

＜耐光性試験＞

実施例1乃至2、比較例1乃至3の終点検出窓のサンプルを長さ110mm×幅60mm×厚さ1.3mmに加工し、JIS B 7751(2007)にしたがって、F形装置を使用して、ブラックパネル温度を63℃±3℃で耐光性試験を25時間実施した。耐光性試験に使用した試験機は、スガ試験機社製紫外線オートフェードメーターU48AUを用いた。耐光試験後のサンプルの光透過率の評価は波長400nm～700nmにおける光透過率が80%以上だったものを○、光透過率が80%未満だったものを×として結果を表1に記載する。

【0078】

＜色彩測定＞

耐光性試験に供する前後の実施例1乃至2、比較例1乃至3の終点検出窓のサンプルを、それぞれ色差計（測色計：コニカミノルタジャパン社製CM-700d）を用いて、測定用イルミナントをD65光源、測定条件：(d_e:8°)S a 10W10、反射光測定で色彩測定を行い、色度b*黄変度Δb*及び色差ΔE*を求めた（耐光性試験前の黄色の色度をb*1、耐光性試験後の色度をb*2とし、黄変度（黄色度の差）をΔb*とした）結果を表1に記載する。色彩測定は、JIS Z 8722(2009)の分光測定方法に準じて行った。また、色差の算出は、JIS Z 8781-4(2013)に準じて算出した。測定回数は3回とし、その平均値を結果とした。

【0079】

＜引張試験＞

耐光性試験に供する前後の実施例1乃至2、比較例1乃至3の終点検出窓のサンプルを、それぞれ引張試験を行い、引張強度を求めた結果を表1に記載する。引張試験は、JIS K 7312(1996)に準拠してダンベル3号の形状に打ち抜いたサンプルを20℃・60%RHの条件下で行った。引張試験機としてはRTCシリーズを用い、荷重フルスケール20kgf・試験速度100mm/minとした。

【0080】

【表 1】

	実施例 1	実施例 2	比較例 1	比較例 2	比較例 3
光透過率（耐光試験前）	○	○	○	○	○
光透過率（耐光試験後）	○	○	×	×	×
色差 Δ E *	14.6	16.8	34.3	28.2	29.3
色度 b * 1	12.48	12.71	13.42	13.11	13.37
色度 b * 2	21.37	24.76	42.53	36.71	37.84
色度 Δ b *	8.89	12.05	29.11	23.6	24.47
引張強度（耐光試験前） [kgf/mm ²]	2.16	2.18	2.20	2.22	2.14
引張強度（耐光試験後） [kgf/mm ²]	2.06	2.02	1.52	1.87	1.79

10

【 0 0 8 1 】

符号の説明

- 1 研磨装置
- 2 入射光
- 2 a , 2 b 反射光
- 3 研磨パッド
- 4、4 1、4 2 研磨層
- 4 a 研磨層の表面
- 5 終点検出窓
- 5 a 終点検出窓の表面
- 6 クッション層
- 7 接着層
- 8 被研磨物
- 9 スラリー
- 1 0 研磨定盤
- 1 1 基盤
- 1 2 薄膜
- 1 3 光源
- 1 4 光学式センサ
- 1 5 砥粒、研磨屑
- 1 6 保持定盤

20

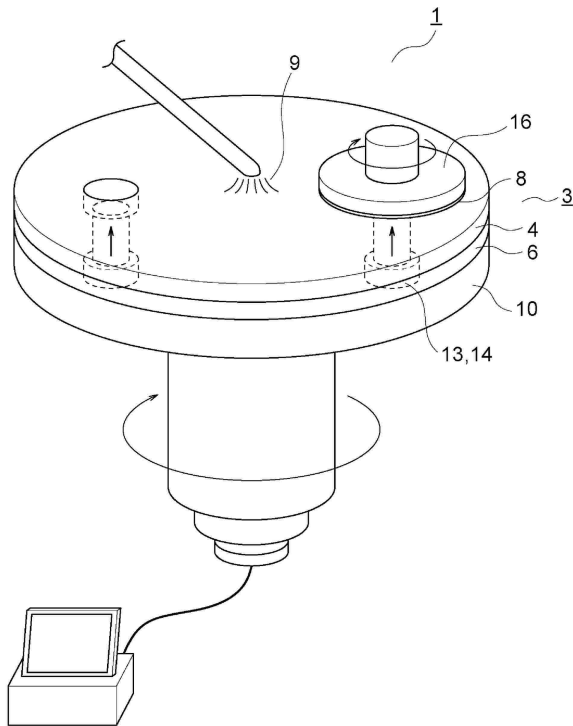
30

40

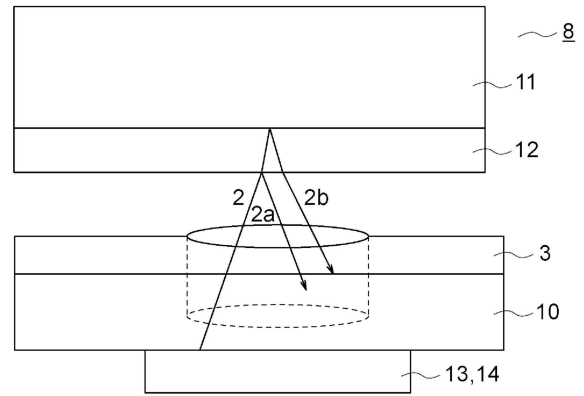
50

【凶面】

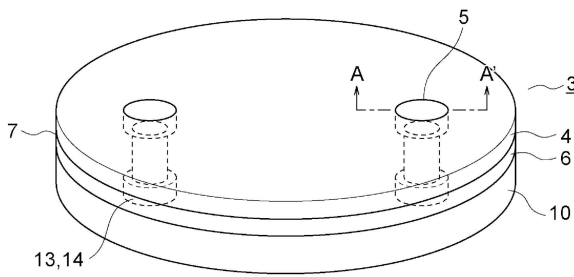
【図 1】



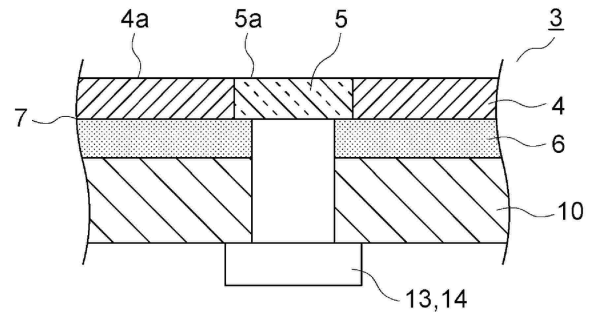
【図 2】



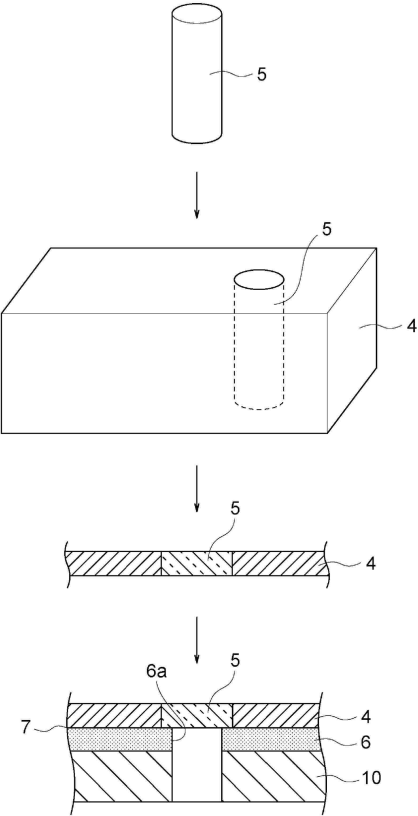
【図 3】



【図 4】



【図 5】



10

20

30

40

50

フロントページの続き

(51)国際特許分類

F I

H 0 1 L 21/304 6 2 1 D

C 0 8 J 5/14 C F F

(72)発明者 鳴島 さつき

愛媛県西条市大新田 2 7 2 フジボウ愛媛株式会社内

(72)発明者 ▲高▼見沢 大和

愛媛県西条市大新田 2 7 2 フジボウ愛媛株式会社内

審査官 亀田 貴志

(56)参考文献

特開 2 0 1 2 - 0 7 1 4 1 6 (J P , A)

特開 2 0 1 1 - 2 3 1 3 1 7 (J P , A)

特開 2 0 0 3 - 1 3 3 2 7 0 (J P , A)

特表 2 0 1 5 - 5 1 2 7 9 9 (J P , A)

特開 2 0 0 7 - 2 3 9 1 5 7 (J P , A)

特開昭 5 7 - 0 3 4 1 5 5 (J P , A)

特開昭 5 7 - 0 4 9 6 5 3 (J P , A)

特表 2 0 0 9 - 5 1 9 3 6 7 (J P , A)

(58)調査した分野 (Int.Cl., D B 名)

B 2 4 B 3 7 / 0 0 - 3 7 / 3 4

H 0 1 L 2 1 / 3 0 4

C 0 8 J 5 / 1 4