

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第3754436号
(P3754436)

(45) 発行日 平成18年3月15日(2006.3.15)

(24) 登録日 平成17年12月22日(2005.12.22)

(51) Int. Cl.

F I

H O 1 L 21/304 (2006.01)

H O 1 L 21/304 6 2 2 F

B 2 4 B 37/00 (2006.01)

B 2 4 B 37/00 C

請求項の数 6 (全 16 頁)

(21) 出願番号 特願2004-46411 (P2004-46411)
 (22) 出願日 平成16年2月23日(2004.2.23)
 (65) 公開番号 特開2005-236200 (P2005-236200A)
 (43) 公開日 平成17年9月2日(2005.9.2)
 審査請求日 平成16年10月25日(2004.10.25)

早期審査対象出願

(73) 特許権者 000003148
 東洋ゴム工業株式会社
 大阪府大阪市西区江戸堀1丁目17番18号
 (74) 代理人 100062144
 弁理士 青山 稔
 (74) 代理人 100088801
 弁理士 山本 宗雄
 (74) 代理人 100122297
 弁理士 西下 正石
 (72) 発明者 下村 哲生
 滋賀県大津市堅田二丁目1番1号 東洋紡
 績株式会社総合研究所内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 研磨パッドおよびそれを使用する半導体デバイスの製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

研磨層とクッション層とを含む、半導体ウエハを研磨する研磨パッドであって、該研磨層が発泡ポリウレタンから形成され、かつ曲げ弾性率250～350MPaを有し、該発泡ポリウレタンが圧縮率0.5～5.0%を有し、該クッション層が独立気泡発泡体から形成され、かつ厚さ0.5～1.0mmおよび歪定数0.01～0.08μm/(gf/cm²)を有することを特徴とする研磨パッド。

【請求項2】

前記発泡ポリウレタンが平均気泡径1～70μmを有する請求項1記載の研磨パッド。

【請求項3】

前記発泡ポリウレタンが比重0.5～1.0g/cm³を有する請求項1または2記載の研磨パッド。

【請求項4】

前記発泡ポリウレタンが硬度45～65度を有する請求項1～3のいずれか1項記載の研磨パッド。

【請求項5】

前記クッション層が、ポリウレタン樹脂およびポリエチレン樹脂から成る群から選択される1種以上から形成される請求項1～4のいずれか1項記載の研磨パッド。

【請求項6】

請求項1～5のいずれか1項記載の研磨パッドを用いて少なくとも半導体ウエハの表面

10

20

を研磨する工程を含む半導体デバイスの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、シリコンウエハや光学材料、ハードディスク用のガラス基板、情報記録用樹脂板やセラミック板等の高度の表面平坦性を要求される材料の平坦化加工処理を安定、かつ高い均一性で行うための研磨パッドに関するものである。本発明の研磨パッドは、特にシリコンウエハ並びにその上に酸化物層、金属層等が形成された半導体ウエハを、平坦化する工程に使用する研磨パッドで、被研磨体であるシリコンウエハなどのCMP（ケミカルメカニカルポリッシング）による優れた平坦化特性とその均一性を提供し得る研磨パッドおよびこの研磨パッドを使用しての半導体デバイスの製造方法に関する。

10

【背景技術】

【0002】

高度の表面平坦性を要求される材料の代表的なものとしては、半導体集積回路（IC，LSI）を製造するシリコンウエハと呼ばれる単結晶シリコンの円板が挙げられる。シリコンウエハは、IC、LSI等の製造工程において、回路作成に使用する各種薄膜の信頼できる半導体接合を形成するために、各薄膜作成工程において表面を高精度に平坦に仕上げるのが要求される。

【0003】

一般的には、研磨パッドはプラテンと呼ばれる回転可能な支持円盤に固着され、半導体ウエハは自公転運動可能な研磨ヘッドと呼ばれる円盤に固着される。双方の回転運動により、研磨パッドとウエハとの間隙に微細な粒子（砥粒）を懸濁させた研磨スラリーを付加することで、研磨、平坦化加工が実施される。この際、研磨パッドがウエハ表面上を移動する時、接触点で砥粒がウエハ表面上に押し付けられる。従って、ウエハ表面と砥粒との間の滑り動摩擦的な作用により加工面の研磨が実行される。このような研磨加工は、通常CMP研磨加工と称されている。

20

【0004】

従来、上記の高精度の研磨に使用される研磨パッドの研磨層としては、一般的に空洞率が30～35%程度のポリウレタン発泡体シートが使用されているが、ポリウレタン発泡体シートは、局部的な平坦化能力は優れているものの、圧縮率が0.5～1.0%程度と小さく、従ってクッション性が不足しているためにウエハ全面に均一な圧力を与えることが難しい。このため、通常、ポリウレタン発泡体シートの背面に柔らかいクッション層が別途設けられた研磨パッドを使用して、研磨加工が行われる。

30

【0005】

しかし、従来のポリウレタンシートを使用した研磨パッドのクッション層としては、以下の問題を有する。

（1）クッション層としては、連続空洞を持った樹脂含浸不織布が広く使用されているが、不織布に含浸される樹脂の含浸量のバラツキ、不織布の厚さのバラツキ、スラリー液の浸水による圧縮特性の変化等の問題がある。

（2）独立空洞を持った発泡ウレタンフォームが使用され始めているが、製造における発泡状態の安定化が困難である事、また空洞を持たせることにより、荷重をかけることにより、空洞の変形が起こり、回復するまでに時間を有する。すなわち、繰り返し荷重に対する残留歪みが大きい等の問題が残り、研磨時のウエハからの繰り返し荷重に対し、クッション層が変形し研磨特性に問題を生じる。

40

【0006】

そのため、最近ではこれら問題点を解消するために、CMPプロセス時に使用される研磨パッドにおいて、種々の積層研磨パッド、例えば

（1）圧縮回復率が90%以上である（ゴム弾性保有材質の）クッション層に研磨層を積層した研磨パッド（特許文献1）、

（2）体積弾性率が60MPa以上で引っ張り弾性率が0.1から20MPaであるクッ

50

ション層に水との接触角が75度以下で曲げ弾性率が2 GPa以上およびまたは表面硬度がデュロメーター硬度で80以上の研磨層を積層した研磨パッド（特許文献2）、

（3）軟質ゴム状弾性体によるシート状発泡体と研磨布とを接着積層した研磨部材（特許文献3）等

が提案されている。

【0007】

特許文献1は、圧縮回復率が90%以上である（ゴム弾性保有材質の）クッション層を使用することで研磨時の圧縮荷重に対して残留歪の少ない圧縮特性の変化を低減さす研磨パッドとなすことを目的としたものであり、研磨層にポリウレタン樹脂（いかなるポリウレタン樹脂を選定したかの開示はなされておらない）材質を使用した積層研磨パッドの例示がなされ、面内均一性と平坦化特性共に優れた研磨パッドとして示されているが研磨レートが極めて低いものである。

10

【0008】

特許文献2は、体積弾性率が60MPa以上で引っ張り弾性率が0.1から20MPaであるクッション層に水との接触角が75度以下で曲げ弾性率が2 GPa以上およびまたは表面硬度がデュロメーター硬度で80以上の研磨層を積層した研磨パッドであり、研磨層として硬質の樹脂（例として、紙およびまたは布基材積層板、または硬質マトリックス樹脂に親水性成分を分散した組成物）を用いて平坦化特性を得てかつ水濡れ性をもってスクラッチ抑制を目論む研磨パッドであるが、その研磨層の硬さや曲げ弾性率が本発明のそれとは異なるオーダーのものであり、クッション層の例示においても一般的クッション層に使用されるものを示し、その例として無発泡のエラストマーが開示されている。また面内均一性と平坦化特性共に優れた研磨パッドとして示されているが研磨レートが極めて低いものである。

20

【0009】

特許文献3は、軟質ゴム状弾性体のシート状発泡体に研磨布を接着積層した研磨部材が開示されており、上記シート状発泡体として天然ゴム、合成ゴムまたは熱可塑性エラストマーからなる独立気泡の発泡体が記載されているが、研磨布としてペロアタイプの不織布などの布帛が記載されており、本発明の研磨層材質とは全く異なるものである。

【特許文献1】特開2003 305635号公報

【特許文献2】特開2002 059357号公報

30

【特許文献3】特開平7 164307号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0010】

本発明は、上記のような従来の研磨パッドやそれを用いた研磨方法では解決し得ない問題点を解決し、スクラッチを発生させることなく、研磨速度を向上させ、かつ半導体ウエハなどの被研磨体のより高い平坦化特性と均一性が同時に得られる研磨パッドおよび該研磨パッドを用いた半導体デバイスの製造方法を提供することを目的とするものである。

【課題を解決するための手段】

【0011】

40

本発明者等は、上述のような現状に鑑み鋭意研究を重ねた結果、研磨層とクッション層とから成る研磨パッドにおいて、研磨層に発泡ポリウレタンを使用し、クッション層に独立気泡発泡体を使用して積層し、研磨層の曲げ弾性率、クッション層の厚さおよび歪定数を特定範囲内に規定することによって上記課題を解決し得ることを見出し、本発明を完成した。

【0012】

すなわち本発明は、研磨層とクッション層とを含む、半導体ウエハを研磨する研磨パッドであって、該研磨層が発泡ポリウレタンから形成され、かつ曲げ弾性率250～350MPaを有し、該発泡ポリウレタンが圧縮率0.5～5.0%を有し、該クッション層が独立気泡発泡体から形成され、かつ厚さ0.5～1.0mmおよび歪定数0.01～0.50

50

0.8 $\mu\text{m} / (\text{gf} / \text{cm}^2)$ を有することを特徴とする研磨パッドに関する。

【0013】

クッション層に関しては、従来、厚さ1～2mm程度および歪定数0.1 $\mu\text{m} / (\text{gf} / \text{cm}^2)$ 以上を有するものが用いられていた。このようなクッション層を用いて、平坦化特性と均一性を確保していたが、近年、より高い平坦化特性が求められており、このようなクッション層を用いた研磨パッドでは対応できなくなってきた。均一性を確保しながら高い平坦化特性を得るためには、研磨層として高い硬度を有してウエハ全面のうねりに追従するのに、研磨層のマクロな意味での曲げ特性が必要である。本発明者等は、鋭意検討の結果、そのような曲げ特性の最適範囲は曲げ弾性率で250～350MPaであることを見出したものである。

10

【0014】

更に、上記曲げ特性の範囲で高い平坦化特性と均一性とを得るために、クッション層の歪定数および厚さにも最適範囲があり、本発明においては、従来用いられた範囲とは異なり、厚さ0.5～1.0mmおよび歪定数0.01～0.08 $\mu\text{m} / (\text{gf} / \text{cm}^2)$ であることを見出したものである。

【0015】

更に、本発明を好適に実施するためには、

上記発泡ポリウレタンが平均気泡径1～70 μm 以下を有し、

上記発泡ポリウレタンが比重0.5～1.0 g / cm^3 を有し、

上記発泡ポリウレタンが硬度45～65度を有し、

上記発泡ポリウレタンが圧縮率0.5～5.0%を有し、および

上記クッション層が、ポリウレタン樹脂およびポリエチレン樹脂から成る群から選択される1種以上から形成される

ことが好ましい。

20

【0016】

本発明の別の態様には、本発明の研磨パッドを用いて少なくとも半導体ウエハの表面を研磨する工程を含む半導体デバイスの製造方法がある。

【発明の効果】

【0017】

本発明により、研磨層とクッション層とから成る研磨パッドにおいて、研磨層に発泡ポリウレタンを使用し、クッション層に独立気泡発泡体を使用して積層し、研磨層の曲げ弾性率、クッション層の厚さおよび歪定数を特定範囲内に規定することによって、従来品と比べて極めて高い平坦化特性を持ちながら、スクラッチを発生させることなく、研磨速度を向上させ、かつ半導体ウエハなどの被研磨体のより高い平坦化特性と均一性が同時に得られる研磨パッドを提供することが可能となり、またそのような研磨パッドは半導体デバイスの製造などに極めて有用である。

30

【発明を実施するための最良の形態】

【0018】

以下、本発明の研磨パッドについて更に詳しく説明する。前述のように、本発明の研磨パッドは研磨層と研磨層より柔らかいクッション層とから成る。本発明の研磨パッドにおいて、研磨層は発泡ポリウレタンから形成され、かつ曲げ弾性率250～350MPaを有することを要件とするが、好ましくは260～340MPa、より好ましくは270～330MPaである。上記研磨層の曲げ弾性率が250MPaに満たない場合は面内均一性は良好であるものの、十分な平坦化特性を得ることが出来ない。上記研磨層の曲げ弾性率が350MPaを超える場合は平坦化特性は優れているものの、均一性を満足できないものとなる。

40

【0019】

本発明の研磨パッドにおいて、クッション層は独立気泡発泡体から形成され、かつ厚さ0.5～1.0mmおよび歪定数0.01～0.08 $\mu\text{m} / (\text{gf} / \text{cm}^2)$ を有することを要件とする。上記クッション層の厚さは、好ましくは0.6～0.9mm、より好ま

50

しくは0.7~0.85mmである。上記クッション層の厚さが、0.5mmより小さいと高い平坦化特性が得られるが、均一性が著しく悪化し、1.0mmより大きいと均一性は良く、一般的な(従来品並みの)平坦化特性は得られるが、本発明の目指す高い平坦化特性を得ることができない。

【0020】

上記クッション層の歪定数は、好ましくは $0.02 \sim 0.07 \mu\text{m} / (\text{gf} / \text{cm}^2)$ 、より好ましくは $0.03 \sim 0.06 \mu\text{m} / (\text{gf} / \text{cm}^2)$ である。上記クッション層の歪定数が、 $0.01 \mu\text{m} / (\text{gf} / \text{cm}^2)$ より小さいとクッション層の厚さが上記範囲内にあっても十分な均一性が得られず、 $0.08 \mu\text{m} / (\text{gf} / \text{cm}^2)$ より大きいとクッション層の厚さが上記範囲内にあっても高い平坦化特性を得ることができない。

10

【0021】

本発明の研磨パッドにおいては、上記のような要件をすべて満足することによって、即ち、上記研磨層の特性と上記クッション層の特性が相まってはじめて研磨速度(研磨レート)が向上しかつ平坦化特性と面内均一性とが共に優れた研磨が可能となる本発明の効果が得られるものであり、これらの一方の層が上記のような特性を保有したものであっても、他の一方の層の特性がそのような範囲から逸脱すれば本発明の効果は得られない。

【0022】

本発明の研磨パッドでは、上記研磨層用の発泡ポリウレタンが平均気泡径 $1 \sim 70 \mu\text{m}$ 、好ましくは $5 \sim 50 \mu\text{m}$ を有することが望ましい。上記平均気泡径が、 $1 \mu\text{m}$ より小さいとスラリー保持効果が小さくなって研磨レートが低下し、 $70 \mu\text{m}$ より大きいとスラリー保持効果が高くなって研磨レートが大きくなるが、平坦化特性が十分に得られなくなる。

20

【0023】

本発明の研磨パッドでは、上記研磨層用の発泡ポリウレタンが比重 $0.5 \sim 1.0 \text{g} / \text{cm}^3$ 、好ましくは $0.7 \sim 0.9 \text{g} / \text{cm}^3$ を有することが望ましい。上記比重が $0.5 \text{g} / \text{cm}^3$ 未満の場合、研磨層の表面(研磨面)の強度が低下し、半導体ウエハなどの被研磨対象物の平坦化特性(プラナリティ)が低下し、また、 $1.0 \text{g} / \text{cm}^3$ より大きい場合は、研磨層表面の微細気泡の数が少なくなり、平坦化特性は良好であるが、研磨速度が小さくなる傾向にある。

【0024】

30

本発明の研磨パッドでは、上記研磨層用の発泡ポリウレタンが硬度45~65度、好ましくは45~60度を有することが望ましい。上記硬度が45度未満の場合には、被研磨対象物の平坦化特性が低下し、65度より大きい場合には、平坦化特性は良好であるが、被研磨対象物の面内均一性が低下する傾向にある。

【0025】

本発明の研磨パッドでは、上記研磨層用の発泡ポリウレタンが圧縮率 $0.5 \sim 5.0 \%$ 、好ましくは $0.5 \sim 3.0 \%$ を有することが望ましい。上記圧縮率が上記範囲内にあれば十分に平坦化特性と均一性を両立させることが可能となる。

【0026】

本発明の研磨パッドは、研磨終点検出用の光透過領域を有する研磨パッドであってもよい。上記光透過領域を有する場合、上記光透過領域の研磨層側表面に研磨液を保持・更新する凹凸構造を有しないことが好ましい。上記光透過領域の研磨層側表面にマクロな表面凹凸があると、凹部に砥粒等の添加剤を含有したスラリーが溜まり、光の散乱・吸収が起こり、検出精度に大きな影響を及ぼす傾向にある。さらに、上記光透過領域の他面側表面もマクロな表面凹凸を有しないことが好ましい。同様に、マクロな表面凹凸があると、光の散乱が起こりやすく、検出精度に影響を及ぼすおそれがあるからである。

40

【0027】

本発明の研磨パッドにおける上記光透過領域の形成材料は、波長 $600 \sim 700 \text{nm}$ の全領域における光透過率が50%以上であり、研磨層の圧縮率より大きい圧縮率を有するものが好ましく、かかる性能を有するものであれば特に制限されない。そのような材料の

50

例として、例えばポリウレタン樹脂、ポリエステル樹脂、ポリアミド樹脂、アクリル樹脂、ポリカーボネート樹脂、ハロゲン系樹脂（ポリ塩化ビニル、ポリテトラフルオロエチレン、ポリフッ化ビニリデンなど）、ポリスチレン、オレフィン系樹脂（ポリエチレン、ポリプロピレンなど）、エポキシ樹脂などが挙げられる。これらは単独で用いてもよく、2種以上を併用してもよい。上記材料の中でも、研磨中のドレッシング痕による光透過領域の光散乱を抑制できるため、耐摩耗性の高いポリウレタン樹脂が望ましい。

【0028】

上記光透過領域の形成材料としてのポリウレタン樹脂は、有機イソシアネート、ポリオール、及び鎖延長剤を含有してなるものである。

【0029】

有機イソシアネートとしては、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、2, 2' ジフェニルメタンジイソシアネート、2, 4' ジフェニルメタ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、1, 5 ナフタレンジイソシアネート、p フェニレンジイソシアネート、m フェニレンジイソシアネート、p キシリレンジイソシアネート、m キシリ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、1, 4 シクロヘキサ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、イソホロンジイソシアネート等が挙げられる。これらは単独で用いてもよく、2種以上を併用してもよい。

【0030】

また、有機イソシアネートとしては、上記ジイソシアネート化合物の他に、3官能以上の多官能イソシアネート化合物も使用可能である。多官能イソシアネート化合物としては、デスモジュール-N（バイエル社製）や商品名デュラネート（旭化成工業社製）として一連のジイソシアネートアダクト体化合物が市販されている。これら3官能以上の多官能イソシアネート化合物は、単独で使用するとプレポリマー合成に際してゲル化しやすいため、ジイソシアネート化合物に添加して使用することが好ましい。

【0031】

ポリオールとしては、ポリテトラメチレンエーテルグリコールに代表されるポリエーテルポリオール、ポリブチレンアジペートに代表される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、ポリカプロラク톤のようなポリエステルグリコールとアルキレンカーボネートとの反応物などで例示されるポリエステルポリカーボネートポリオール、エチレンカーボネートを多価アルコールと反応させ、次いで得られた反応混合物を有機ジカルボン酸と反応させたポリエステルポリカーボネートポリオール、及びポリヒドロキシル化合物とアリアルカーボネートとのエステル交換反応により得られるポリカーボネートポリオールなどが挙げられる。これらは単独で用いてもよく、2種以上を併用してもよい。

【0032】

また、上述したポリオールの他に、エチレングリコール、1, 2 プロピレングリコール、1, 3 プロピレングリコール、1, 4 ブタンジオール、1, 6 ヘキサジオール、ネオペンチルグリコール、1, 4 シクロヘキサンジメタノール、3 メチル 1, 5 ペンタンジオール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、1, 4 ビス(2 ヒドロキシエトキシ)ベンゼン等の低分子量ポリオールを併用してもよい。

【0033】

鎖延長剤としては、エチレングリコール、1, 2 プロピレングリコール、1, 3 プロピレングリコール、1, 4 ブタンジオール、1, 6 ヘキサジオール、ネオペンチルグリコール、1, 4 シクロヘキサンジメタノール、3 メチル 1, 5 ペンタンジオール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、1, 4 ビス(2 ヒドロキシエトキシ)ベンゼン等の低分子量ポリオール類、あるいは2, 4 トルエンジアミン、2, 6 トルエンジアミン、3, 5 ジエチル 2, 4 トルエンジアミン、4, 4' ジ s e c ブチル ジアミノジフェニルメタン、4, 4' ジアミノジフェニルメタン、3, 3' ジクロロ 4, 4' ジアミノジフェニルメタン、2, 2', 3, 3' テ

10

20

30

40

50

トラクロロ - 4, 4' ジアミノジフェニルメタン、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、3, 3' ジエチル 4, 4' ジアミノジフェニルメタン、4, 4' メチレン ビス メチルアンスラニレート、4, 4' メチレン ビス アンスラニリックアシッド、4, 4' ジアミノジフェニルスルフォン、N, N' ジ sec ブチル p フェニレンジアミン、4, 4' メチレン ビス (3 クロロ 2, 6 ジエチルアミン)、3, 3' ジクロロ 4, 4' ジアミノ 5, 5' ジエチルジフェニルメタン、1, 2 ビス (2 アミノフェニルチオ) エタン、トリメチレングリコール ジ p アミノベンゾエート、3, 5 ビス (メチルチオ) 2, 4 トルエンジアミン等に例示されるポリアミン類を挙げることができる。これらは 1 種で用いても、2 種以上を混合しても差し支えない。ただし、ポリアミン類については自身が着色していたり、これらを用いてなる樹脂が着色する場合も多いため、物性や光透過性を損なわない程度に配合することが好ましい。

10

【0034】

上記ポリウレタン樹脂における有機イソシアネート、ポリオール、及び鎖延長剤の比は、各々の分子量やこれらから製造される光透過領域の所望物性などにより適宜変更できる。上記光透過領域の形成材料が上記所望の特性を得るためには、ポリオールと鎖延長剤の合計官能基 (水酸基 + アミノ基) 数に対する有機イソシアネートのイソシアネート基数が 0.95 ~ 1.15 であることが好ましく、さらに好ましくは 0.99 ~ 1.10 である。

【0035】

20

上記ポリウレタン樹脂は、熔融法、溶液法など公知のウレタン化技術を応用して製造することができるが、コスト、作業環境などを考慮した場合、熔融法で製造することが好ましい。

【0036】

上記ポリウレタン樹脂の重合手順としては、プレポリマー法、ワンショット法のどちらでも可能であるが、事前に有機イソシアネートとポリオールからイソシアネート末端プレポリマーを合成しておき、これに鎖延長剤を反応させるプレポリマー法が一般的である。なお、有機イソシアネートとポリオールから製造されるイソシアネート末端プレポリマーが市販されているが、本発明に適合するものであれば、それらを用いて、プレポリマー法により本発明で使用するポリウレタンを重合することも可能である。

30

【0037】

光透過領域の作製方法は特に制限されず、公知の方法により作製できる。例えば、上記方法により製造したポリウレタン樹脂のブロックをバンドソー方式やカンナ方式のスライサーを用いて所定厚さにする方法や所定厚さのキャビティーを持った金型に樹脂を流し込み硬化させる方法や、コーティング技術やシート成形技術を用いた方法などが用いられる。なお、光透過領域に気泡がある場合には、光の散乱により反射光の減衰が大きくなり研磨終点の検出精度や膜厚の測定精度が低下する傾向にある。したがって、このような気泡を除去するために上記材料を混合する前に 10 Torr 以下に減圧することにより材料中に含まれる気体を十分に除去することが好ましい。また、混合後の攪拌工程においては気泡が混入しないように、通常用いられる攪拌翼式ミキサーの場合には、回転数 100 rpm 以下で攪拌することが好ましい。また、攪拌工程においても減圧下で行うことが好ましい。さらに、自転公転式混合機は、高回転でも気泡が混入しにくいいため、該混合機を用いて攪拌、脱泡を行うことも好ましい方法である。

40

【0038】

光透過領域の形状は特に制限されるものではないが、研磨層およびクッション層の開口部と同様の形状にすることが好ましい。

【0039】

光透過領域の大きさは特に制限されるものではないが、研磨層およびクッション層の開口部と同程度の大きさにすることが好ましい。

【0040】

50

本発明の研磨パッドにおける研磨層は、発泡ポリウレタンから形成され、かつ曲げ弾性率250～350MPaを有すれば、その材料は特に制限なく使用できる。本発明において研磨層に発泡ポリウレタンを用いるのは、表面にある気泡部分にスラリーを保持することができ、研磨速度を大きくすることができ、またポリウレタン樹脂は耐摩耗性に優れ、原料組成を種々変えることにより所望の物性を有するポリマーを容易に得ることができるからである。

【0041】

上記研磨層用ポリウレタン樹脂は、上記光透過領域に用いたものと同様に、有機イソシアネート、ポリオール、鎖延長剤を含有してなるものである。

【0042】

上記研磨層用ポリウレタン樹脂に使用する有機イソシアネートは特に制限されず、例えば上記光透過領域形成材料用のポリウレタン樹脂に用いたものと同様の有機イソシアネートが挙げられる。

【0043】

上記研磨層用ポリウレタン樹脂に使用するポリオールは特に制限されず、例えば上記光透過領域形成材料用のポリウレタン樹脂に用いたものと同様のポリオールが挙げられる。なお、研磨層用ポリウレタン樹脂に使用する場合、これらポリオールの数平均分子量は特に限定されるものではないが、得られるポリウレタンの弾性特性等の観点から500～2000であることが好ましい。

【0044】

また、ポリオールとしては、上記のような高分子量のポリオールの他に、エチレングリコール、1,2-プロピレングリコール、1,3-プロピレングリコール、1,4-ブタンジオール、1,6-ヘキサジオール、ネオペンチルグリコール、1,4-シクロヘキサジメタノール、3-メチル-1,5-ペンタンジオール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、1,4-ビス(2-ヒドロキシエトキシ)ベンゼン等の低分子量ポリオールを併用することもできる。

【0045】

また、ポリオール中の高分子量成分と低分子量成分の比は、これらから製造される研磨層に要求される特性により決められる。

【0046】

上記研磨層用ポリウレタン樹脂に使用する鎖延長剤としては、4,4'-メチレンビス(o-クロロアニリン)、2,6-ジクロロ-p-フェニレンジアミン、4,4'-メチレンビス(2,3-ジクロロアニリン)等に例示されるポリアミン類、あるいは、上述した低分子量ポリオールを挙げることができる。これらは1種で用いても、2種以上を併用してもよい。

【0047】

上記ポリウレタン樹脂における有機イソシアネート、ポリオール、及び鎖延長剤の比は、各々の分子量やこれらから製造される研磨層の物性などにより種々変え得るが、曲げ弾性率250～350MPaを有する発泡体を得ることができるものでなければならない。研磨特性に優れる研磨層を得るためには、ポリオールと鎖延長剤の合計官能基(水酸基+アミノ基)数に対する有機イソシアネートのイソシアネート基数は0.95～1.15であることが好ましく、さらに好ましくは0.99～1.10である。

【0048】

上記研磨層用ポリウレタン樹脂は、上記光透過領域形成材料用ポリウレタン樹脂と同様の方法により製造することができる。なお、必要に応じてポリウレタン樹脂に酸化防止剤等の安定剤、界面活性剤、滑剤、顔料、充填剤、帯電防止剤、その他の添加剤を添加してもよい。

【0049】

上記ポリウレタン樹脂を微細発泡させる方法は特に制限されないが、例えば中空ビーズを添加する方法、機械的発泡法、及び化学的発泡法等により発泡させる方法などが挙げら

10

20

30

40

50

れる。なお、各方法を併用してもよいが、特にポリアルキルシロキサンとポリエーテルとの共重合体であって活性水素基を有しないシリコン系界面活性剤を使用した機械的発泡法が好ましい。上記シリコン系界面活性剤としては、SH 192（東レ・ダウコーニング・シリコン製）等が好適な化合物として例示される。

【0050】

本発明の研磨パッドの研磨層に用いられる独立気泡タイプの発泡ポリウレタンを製造する方法について以下に説明する。上記発泡ポリウレタンの製造方法は、以下の工程（a）～（c）を有する。

（a）イソシアネート末端プレポリマーの気泡分散液を作製する攪拌工程

イソシアネート末端プレポリマーにシリコン系界面活性剤を添加し、非反応性気体と攪拌し、非反応性気体を微細気泡として分散させて気泡分散液とする。イソシアネート末端プレポリマーが常温で固体の場合には適宜の温度に予熱し、溶解して使用する。

（b）硬化剤（鎖延長剤）混合工程

上記の気泡分散液に鎖延長剤を添加し、混合攪拌する。

（c）硬化工程

鎖延長剤を混合したイソシアネート末端プレポリマーを注型し、加熱硬化させる。

【0051】

上記非反応性気体は、微細気泡を形成するために使用されるが、可燃性でないものが好ましく、具体的には窒素、酸素、炭酸ガス、ヘリウムやアルゴン等の希ガスやこれらの混合気体が例示され、乾燥して水分を除去した空気の使用がコスト的にも最も好ましい。

【0052】

非反応性気体を微細気泡状にしてシリコン系界面活性剤を含むイソシアネート末端プレポリマーに分散させる攪拌装置としては、公知の攪拌装置を特に限定なく使用可能であり、具体的にはホモジナイザー、ディゾルバー、2軸遊星型ミキサー（プラネタリーミキサー）等が例示される。攪拌装置の攪拌翼の形状も特に限定されないが、ホイッパー型の攪拌翼を使用すると微細気泡が得られるため好ましい。

【0053】

なお、攪拌工程において気泡分散液を作成する攪拌と、混合工程における鎖延長剤を添加して混合する攪拌は、異なる攪拌装置を使用することも好ましい態様である。特に混合工程における攪拌は気泡を形成する攪拌でなくてもよく、大きな気泡を巻き込まない攪拌装置の使用が好ましい。このような攪拌装置としては、遊星型ミキサーが好適である。攪拌工程と混合工程の攪拌装置を同一の攪拌装置を使用しても支障はなく、必要に応じて攪拌翼の回転速度等の攪拌条件の調整を行って使用することも好適である。

【0054】

上記発泡ポリウレタンの製造方法においては、気泡分散液を型に流し込んで流動しなくなるまで反応した発泡体を加熱、ポストキュアすることは、発泡体の物理的特性を向上させる効果があり極めて好適である。金型に気泡分散液を流し込んで直ちに加熱オープン中に入れてポストキュアを行う条件としてもよく、そのような条件下でもすぐに反応成分に熱が伝達されないのが気泡径が大きくなることはない。硬化反応は、常圧で行うと気泡形状が安定するため好ましい。

【0055】

上記ポリウレタン樹脂の製造において、第3級アミン系、有機スズ系等の公知のポリウレタン反応を促進する触媒を使用してもよい。触媒の種類、添加量は、混合工程後、所定形状の型に流し込む流動時間を考慮して選択する。

【0056】

上記発泡ポリウレタンの製造は、容器に各成分を計量して投入し、攪拌するバッチ方式であっても、また攪拌装置に各成分と非反応性気体を連続して供給して攪拌し、気泡分散液を送り出して成形品を製造する連続生産方式であってもよい。

【0057】

本発明の研磨パッドに用いられる研磨層は、以上のようにして作製された発泡ポリウレ

10

20

30

40

50

タンを、所定のサイズに裁断して製造される。

【0058】

本発明の発泡ポリウレタンからなる研磨層は、被研磨対象物と接触する研磨側表面（研磨領域）に、スラリーを保持・更新するための溝が設けられていることが好ましい。上記研磨領域は、微細発泡体により形成されているため研磨表面に多くの開口を有し、スラリーを保持する働きを持っているが、更なるスラリーの保持性とスラリーの更新を効率よく行うため、また被研磨対象物との吸着による被研磨対象物の破壊を防ぐためにも、研磨側表面に溝を有することが好ましい。溝は、スラリーを保持・更新する表面形状であれば特に限定されるものではなく、例えば、XY格子溝、同心円状溝、貫通孔、貫通していない穴、多角柱、円柱、螺旋状溝、偏心円状溝、放射状溝、及びこれらの溝を組み合わせたものが挙げられる。また、溝ピッチ、溝幅、溝深さ等も特に制限されず適宜選択して形成される。さらに、これらの溝は規則性のあるものが一般的であるが、スラリーの保持・更新性を望ましいものにするため、ある範囲ごとに溝ピッチ、溝幅、溝深さ等を変化させることも可能である。

10

【0059】

上記溝の形成方法は特に限定されるものではないが、例えば、所定サイズのバイトのような治具を用い機械切削する方法、所定の表面形状を有した金型に樹脂を流しこみ硬化させる方法、所定の表面形状を有したプレス板で樹脂をプレスして形成する方法、フォトリソグラフィを用いて形成する方法、印刷手法を用いて形成する方法、及び炭酸ガスレーザーなどを用いたレーザー光により形成する方法などが挙げられる。

20

【0060】

本発明の研磨パッドにおいて、上記研磨層の厚さは特に限定されるものではないが、厚さ0.5～4mm程度が好ましく、さらに好ましくは0.6～3.5mmである。上記厚さを有する研磨層を作製する方法としては、上記発泡体のブロックをバンドソー方式やカンナ方式のスライサーを用いて所定厚さにする方法、所定厚さのキャビティーを持った金型に樹脂を流し込み硬化させる方法、及びコーティング技術やシート成形技術を用いた方法などが挙げられる。

【0061】

また、研磨層の厚さのバラツキは、100μm以下であることが好ましく、特に50μm以下であることが好ましい。厚さのバラツキが100μmを越える場合には、研磨層が大きなうねりを持ったものとなり、被研磨対象物に対する接触状態が異なる部分ができ、研磨特性に悪影響を与える傾向にある。また、研磨層の厚さのバラツキを解消するため、一般的には研磨初期に研磨層の表面をダイヤモンド砥粒を電着、又は融着させたドレッサーを用いてドレッシングするが、上記厚さのバラツキの上限を超えたものは、ドレッシング時間が長くなり、生産効率を低下させることになる。また、厚さのバラツキを抑える方法としては、所定厚さにした研磨領域表面をバフィングする方法もある。バフィングする際には、粒度などが異なる研磨シートで段階的に行うことが好ましい。

30

【0062】

研磨層および（光透過領域と）クッション層を有する積層研磨パッドの作成方法は特に制限されず、種々の方法が考えられるが、具体的な例を以下に説明する。以下光透過領域を有する場合における方法を例示したが光透過領域のない場合においては光透過領域用の開口を設けずに作成すればよいものである。

40

【0063】

まず1つめの例は、所定位置に所定の大きさに開口した研磨層を両面テープと貼り合わせ、その下に研磨層の開口部に合わせるように、所定の大きさに開口したクッション層を貼り合わせる。次に、クッション層に離型紙のついた両面テープを貼りあわせ、研磨層の開口部に光透過領域をはめ込み、貼り合わせる方法である。

【0064】

2つめの具体例としては、所定の大きさに開口した研磨層を両面テープと貼り合わせ、その下にクッション層を貼り合わせる。その後、研磨層の開口部に合わせるように、両面

50

テープ、及びクッション層を所定の大きさに開口する。次に、クッション層に離型紙のついた両面テープを貼りあわせ、研磨層の開口部に光透過領域をはめ込み、貼り合わせる方法である。

【0065】

3つめの具体例としては、所定の大きさに開口した研磨層を両面テープと貼り合わせ、その下にクッション層を貼り合わせる。次に、クッション層の反対面に離型紙のついた面テープを貼りあわせ、その後、研磨層の開口部に合わせるように、両面テープから離型紙まで所定の大きさに開口する。研磨層の開口部に光透過領域をはめ込み、貼り合わせる方法である。なおこの場合、光透過領域の反対側が開放された状態になり、埃等がたまる可能性があるため、それを塞ぐ部材を取り付けることが好ましい。

10

【0066】

4つめの具体例としては、離型紙のついた両面テープを貼り合わせたクッション層を所定の大きさに開口する。次に所定の大きさに開口した研磨層を両面テープと貼り合わせ、これらを開口部が合うように貼りあわせる。そして研磨層の開口部に光透過領域をはめ込み、貼り合わせる方法である。なおこの場合、研磨層の反対側が開放された状態になり、埃等がたまる可能性があるため、それを塞ぐ部材を取り付けることが好ましい。

【0067】

上記研磨パッドの作成方法において、研磨層やクッション層などを開口する手段は特に制限されるものではないが、例えば、切削能力をもつ治具をプレスして開口する方法、炭酸レーザーなどによるレーザーを利用する方法、及びバイトのような治具にて研削する方法などが挙げられる。なお、研磨層の開口部の大きさ及び形状は特に制限されない。

20

【0068】

本発明の研磨パッドにおいて、クッション層は、上記研磨層の特性を補い両層の特性が相まって本発明の目的である研磨速度の向上と平坦化特性、面内均一性が同時に達成し得るものであり、前述のように、独立気泡発泡体から形成され、厚さ0.5～1.0mmおよび歪定数 $0.01 \sim 0.08 \mu\text{m} / (\text{gf} / \text{cm}^2)$ を有することを必須要件とするものである。上記クッション層は、CMPにおいて、トレードオフの関係にある平坦化特性と面内均一性とを両立させるために必要なものである。平坦化特性とは、パターン形成時に発生する微小凹凸のある被研磨対象物を研磨した時のパターン部の平坦性をいい、面内均一性とは、被研磨対象物全体の均一性をいう。

30

【0069】

本発明の研磨パッドにおいて、上記クッション層は、独立気泡発泡体から形成され、厚さ0.5～1.0mmおよび歪定数 $0.01 \sim 0.08 \mu\text{m} / (\text{gf} / \text{cm}^2)$ を有するものであれば、その形成材料は特に制限されないが、例えばポリウレタン樹脂、ポリエチレン樹脂などの高分子樹脂の独立気泡発泡体が挙げられる。

【0070】

ポリウレタン樹脂は、上記の光透過領域の作製において記載したポリウレタン樹脂から上記特性を備えたものとなり得る樹脂を選定すればよく、この選定された樹脂を用いて独立気泡発泡体を形成する。独立気泡発泡体を形成する方法は、上記研磨層作成方法として記載した方法から選択し採用すればよい。

40

【0071】

本発明において、研磨層とクッション層とを貼り合わせる手段としては、例えば、研磨層とクッション層とを両面テープで挟み、プレスする方法が挙げられる。

【0072】

両面テープは、不織布やフィルム等の基材の両面に接着層を設けた一般的な構成を有するものである。クッション層へのスラリーの浸透等を防ぐことを考慮すると、基材にフィルムを用いることが好ましい。また、接着層の組成としては、例えば、ゴム系接着剤やアクリル系接着剤等が挙げられる。金属イオンの含有量を考慮すると、アクリル系接着剤は金属イオン含有量が少ないため好ましい。また、研磨層とクッション層は組成が異なることもあるため、両面テープの各接着層の組成を異なるものとし、各層の接着力を適正化す

50

ることも可能である。

【0073】

クッション層と両面テープとを貼り合わせる手段としては、クッション層に両面テープをプレスして接着する方法が挙げられる。この両面テープについては、上記研磨層とクッション層とを貼り合わせる両面テープと同様に、不織布やフィルム等の基材の両面に接着層を設けた一般的な構成を有するものである。研磨パッドの使用後に、プラテンから剥がすことを考慮すると、基材にフィルムを用いるとテープ残り等を解消することができるため好ましい。また、接着層の組成は上記研磨層とクッション層とを貼り合わせる両面テープと同様のものを使用することができる。

【0074】

半導体デバイスは、上記研磨パッドを用いて半導体ウエハの表面を研磨する工程を経て製造される。半導体ウエハとは、一般にシリコンウエハ上に配線金属及び酸化膜を積層したものである。半導体ウエハの研磨方法、研磨装置は特に制限されず、例えば、研磨パッドを支持する研磨定盤と、半導体ウエハを支持する支持台（ポリシングヘッド）とウエハへの均一加圧を行うためのバックング材と、スラリーの供給機構を備えた研磨装置などを用いて行われる。研磨パッドは、例えば、両面テープで貼り付けることにより、研磨定盤に装着される。研磨定盤と支持台とは、それぞれに支持された研磨パッドと半導体ウエハが対向するように配置され、それぞれに回転軸を備えている。また、支持台側には、半導体ウエハを研磨パッドに押し付けるための加圧機構が設けてある。研磨に際しては、研磨定盤と支持台とを回転させつつ半導体ウエハを研磨パッドに押し付け、スラリーを供給しながら研磨を行う。スラリーの流量、研磨荷重、研磨定盤回転数、及びウエハ回転数は特に制限されず、適宜調整して行う。

【0075】

これにより半導体ウエハの表面の突出した部分が除去されて平坦状に研磨される。その後、ダイシング、ボンディング、パッケージング等することにより半導体デバイスが製造される。半導体デバイスは、演算処理装置やメモリー等に用いられる。

【実施例】

【0076】

以下、本発明の構成と効果を具体的に示す実施例等について説明する。なお、実施例等における評価項目は下記のようにして測定した。

【0077】

（歪定数）

クッション層を直径0.5インチの円形サイズに切り取り歪定数測定用試料とし、温度 23 ± 2 、湿度 $60\% \pm 10\%$ の環境下で、万能材料試験機（Instron社製 model 5848）を用いて、圧縮速度 0.1 mm/分 にて圧縮量と荷重を測定した。得られた圧縮荷重-圧縮変形量線図の荷重 300 gf/cm^2 の時のデータ点から荷重 1000 gf/cm^2 のデータ点を用いて1次近似した直線の勾配を用いて算出した。

【0078】

（圧縮率）

直径7mmの円（厚さ：任意）に切り出した材料（研磨層）を圧縮率測定用試料とし、温度 23 ± 2 、湿度 $50\% \pm 5\%$ の環境で40時間静置した。測定には熱分析測定器TMA（SEIKO INSTRUMENTS製、SS6000）を用い、圧縮率を測定した。また、圧縮率の計算式を下記に示す。

【0079】

【数1】

$$\text{圧縮率}(\%) = \{ (T1 - T2) / T1 \} \times 100$$

【0080】

[T1は材料に無負荷状態から 30 KPa (300 g/cm^2)の応力の負荷を60秒間保持した時の材料厚さであり、T2はT1の状態から 180 KPa (1800 g/cm

10

20

30

40

50

²) の応力の負荷を 60 秒間保持した時の材料厚さである。]

【0081】

(曲げ弾性率)

研磨層を厚さ 2.0 mm、幅 10 mm、長さ 50 mm に切り出して曲げ弾性率測定用試料とし、材料試験機 (東洋精機社製、TENSILON UTM 4LH) を用いて、支点間距離 32 mm、試験速度 2 mm / 分で、JIS K 7171 に準拠して 3 回測定し、その平均値を曲げ弾性率とした。

【0082】

(平均気泡径測定)

厚さ 1 mm 程度になるべく薄くマイクロームカッターで平行に切り出した研磨層などの材を平均気泡径測定用試料とした。試料をスライドガラス上に固定し、画像処理装置 (東洋紡社製、Image Analyzer V10) を用いて、任意の 0.2 mm × 0.2 mm 範囲の全気泡径を測定し、平均気泡径を算出した。

10

【0083】

(比重測定)

JIS Z 8807 1976 に準拠して行った。4 cm × 8.5 cm の短冊状 (厚さ : 任意) に切り出した研磨層などの材を比重測定用試料とし、温度 23 ± 2、湿度 50 % ± 5 % の環境で 16 時間静置した。測定には比重計 (ザルトリウス社製) を用い、比重を測定した。

【0084】

(硬度測定)

JIS K 6253 1997 に準拠して行った。2 cm × 2 cm (厚さ : 任意) の大きさに切り出した研磨層などの材を硬度測定用試料とし、温度 23 ± 2、湿度 50 % ± 5 % の環境で 16 時間静置した。測定時には、試料を重ね合わせ、厚さ 6 mm 以上とした。硬度計 (高分子計器社製、アスカー D 型硬度計) を用い、硬度を測定した。

20

【0085】

(研磨特性の評価)

研磨装置として SPP 600S (岡本工作機械社製) を用い、作製した研磨パッドを用いて、研磨特性の評価を行った。

【0086】

研磨レート

研磨レートの評価は、8 インチのシリコンウエハに熱酸化膜を 1 μm 製膜したものを、約 0.5 μm 研磨して、このときの時間から算出した。酸化膜の膜厚測定には、干渉式膜厚測定装置 (大塚電子社製) を用いた。研磨条件としては、スラリーとしてシリカスラリー (SS12、キャボット社製) を研磨中に流量 150 ミリリットル / 分にて添加した。研磨荷重としては 350 g / cm²、研磨定盤回転数 35 rpm、ウエハ回転数 30 rpm とした。

30

【0087】

面内均一性

面内均一性は、研磨終了後のウエハの任意 25 点の膜厚測定値より下記式により算出した。尚、面内均一性の値が小さいほどウエハ表面の面内均一性が高いことを表す。

40

【0088】

【数 2】

面内均一性 (%) = { (膜厚最大値 - 膜厚最小値) / (膜厚最大値 + 膜厚最小値) } × 100

【0089】

平坦化特性

平坦化特性の評価は、8 インチシリコンウエハに熱酸化膜を 0.5 μm 堆積させた後、所定のパターニングを行い、p - TEOS (テトラエトキシシラン) にて酸化膜を 1 μm 堆積させ、初期段差 0.5 μm のパターン付きウエハを作製した。このウエハを前述条件

50

にて研磨を行い、研磨後、各段差を測定し平坦化特性を評価した。平坦化特性としては2つの段差を測定した。一つはローカル段差であり、これは幅270 μ mのラインが30 μ mのスペースで並んだパターンにおける段差であり、1分後の段差を測定した。もう一つは削れ量であり、幅270 μ mのラインが30 μ mのスペースで並んだパターンと幅30 μ mのラインが270 μ mのスペースで並んだパターンにおいて、上記2種パターンのライン上部の段差が2000以下になるときの270 μ mのスペースの削れ量を測定した。ローカル段差の数値が低いとウエハ上のパターン依存により発生した酸化膜の凹凸に対し、ある時間において平坦になる速度が大きいことを示す。また、スペースの削れ量が少ないと削れて欲しくない部分の削れ量が少なく平坦化特性が高いことを示す。

【0090】

10

(実施例1)

熱可塑性ポリウレタンエラストマーE568(日本ミラクトラン社製、ショアD硬度68)を押し出し機を用いて幅650mm、厚さ1.5mmのシート状に押し出し、長さ650mmで裁断し、650mm \times 650mm \times 1.5mmのシートを得た。このシートを圧力容器内に入れ、温度40、15MPaに保たれた二酸化炭素雰囲気下で24時間放置し、上記シートに二酸化炭素を十分に含浸させた。これを容器から取り出し、80に加温した2枚のテフロン(登録商標)シートに挟み込み、直ちに145のオイルバス中に入れて40秒間浸漬処理を行い発泡させた。得られたシート発泡体をバフ機でバフイングして1.3mm厚さとし研磨層シートを得た。この得られた研磨層シートの比重は0.76g/cm³、平均気泡径は18 μ m、硬度は47、曲げ弾性率は255MPa、圧縮率

20

【0091】

この得られた研磨層シートの片面を、表面溝加工機(東邦エンジニアリング社製)によって、溝深さ0.4mm、溝幅0.25mm、溝ピッチ1.5mmの同心円状溝を形成し、直径24インチ(610mm)を有する円形に外周を裁断して研磨層を作製した。

【0092】

一方、独立気泡発泡体のポリウレタン樹脂からなる厚さ0.8mm、歪定数0.07 μ m/(gf/cm²)の直径24インチ(610mm)を有する円形のクッション層を用意し、これと上記研磨層とを両面テープ(積水化学社製、ダブルタックテープ#5782)にて貼り合せ、さらにクッション層の研磨層と反対側面にプラテン用両面テープ(積水化学社製、ダブルタックテープ#5784)を貼り、研磨パッドを作製した。

30

【0093】

(比較例1)

フッ素コーティングした反応容器内に、フィルタリングしたポリエーテル系プレポリマー(ユニロイヤル社製、アジブレンL 325、NCO濃度:2.22meq/g)100重量部、及びフィルタリングしたシリコーン系ノニオン界面活性剤(東レ・ダウシリコーン社製、SH192)3重量部を混合し、温度を80に調整した。フッ素コーティングした攪拌翼を用いて、回転数900rpmで反応系内に気泡を取り込むように約4分間激しく攪拌を行った。そこへ予め120で溶融し、フィルタリングした4,4'-メチレンビス(o-クロロアニリン)(イハラケミカル社製、イハラキュアミンMT)26重量部を添加した。その後、約1分間攪拌を続けてフッ素コーティングしたパン型のオープンモールドへ反応溶液を流し込んだ。この反応溶液の流動性がなくなった時点でオープン内に入れ、110で6時間ポストキュアを行いポリウレタン樹脂発泡体ブロックを得た。このポリウレタン樹脂発泡体ブロックをバンドソータイプのスライサー(フェッケン社製)を用いてスライスし、ポリウレタン樹脂発泡体シートを得た。次にこのシートをバフ機(アミテック社製)を使用して、所定の厚さに表面バフを行い、厚さ精度を整えたシートとした(シート厚さ:1.27mm)。このバフ処理をしたシートを所定の直径24インチ(610mm)を有する円形に打ち抜き、溝加工機(東邦鋼機社製)を用いて表面に溝幅0.25mm、溝ピッチ1.50mm、溝深さ0.40mmの同心円状の溝加工を行い研磨層を作製した。作製した研磨層の各物性は、平均気泡径45 μ m、比重0.87g

40

50

g/cm^3 、硬度 53 度、圧縮率 1.0%、曲げ弾性率 260 MPa であった。

【0094】

一方、独立気泡発泡体のポリエチレン樹脂からなる厚さ 1.3 mm、歪定数 $0.14 \mu\text{m}/(\text{gf}/\text{cm}^2)$ の直径 24 インチ (610 mm) を有する円形であるクッション層を用意し、これと上記研磨層とを両面テープ (積水化学社製、ダブルタックテープ #5782) にて貼り合せ、さらにクッション層の研磨層と反対側面にプラテン用両面テープ (積水化学社製、ダブルタックテープ #5784) を貼り、研磨パッドを作製した。

【0095】

(比較例 2)

クッション層として、独立気泡発泡体のポリエチレン樹脂からなる厚さ 0.4 mm、歪定数 $0.13 \mu\text{m}/(\text{gf}/\text{cm}^2)$ の直径 24 インチ (610 mm) を有する円形シートを用意し、これと実施例 1 で用いた研磨層とを、比較例 1 と同様に積層して研磨パッドを作製した。

【0096】

(比較例 3)

シリコン系ノニオン界面活性剤を 20 重量部に変更した以外は、比較例 1 と同様にして研磨層を作製した。得られた研磨層の各物性は、平均気泡径 $25 \mu\text{m}$ 、比重 $0.7 \text{g}/\text{cm}^3$ 、硬度 40、圧縮率 2.0%、曲げ弾性率 170 MPa であった。

【0097】

この研磨層に、実施例 1 で用いたクッション層を、実施例 1 と同様に積層して研磨パッドを作製した。

【0098】

実施例 1 および比較例 1 ~ 3 の研磨パッドの研磨特性の評価を行った、その測定結果を下記表 1 に示す。実施例 1 の研磨パッドは、研磨レート、面内均一性、平坦化特性が全て満足し得るものであった。

【0099】

これに対して、比較例 1 の研磨パッドは、研磨レートおよび面内均一性においては実施例の研磨パッドには劣るものの満足し得る範囲であったが、平坦化特性においては到底満足し得るものではなかった。比較例 2 の研磨パッドは、研磨レートおよび平坦化特性においては実施例の研磨パッドには劣るものの満足し得る範囲であったが、面内均一性が著しく悪化した。比較例 3 の研磨パッドは、面内均一性が非常に良好であったものの、研磨レートおよび平坦化特性が極めて悪化した。

【0100】

【表 1】

サンプル	研磨レート ($\text{\AA}/\text{分}$)	面内均一性 (%)	平坦化特性 (nm)
実施例 1	2200	5.6	20
比較例 1	2100	3.5	95
比較例 2	2100	15.0	22
比較例 3	1600	3.3	150

10

20

30

40

フロントページの続き

- (72)発明者 中森 雅彦
滋賀県大津市堅田二丁目1番1号 東洋紡績株式会社総合研究所内
- (72)発明者 山田 孝敏
滋賀県大津市堅田二丁目1番1号 東洋紡績株式会社総合研究所内
- (72)発明者 数野 淳
大阪府大阪市西区江戸堀1丁目17番18号 東洋ゴム工業株式会社内
- (72)発明者 小川 一幸
大阪府大阪市西区江戸堀1丁目17番18号 東洋ゴム工業株式会社内
- (72)発明者 中井 良之
大阪府大阪市西区江戸堀1丁目17番18号 東洋ゴム工業株式会社内

審査官 小野田 達志

- (56)参考文献 特開2003-124161(JP,A)
特許第3497156(JP,B1)
特開2004-14744(JP,A)
特開2000-117619(JP,A)
特開2000-176825(JP,A)
特開平8-132342(JP,A)
特開平5-505769(JP,A)
特開2002-224947(JP,A)
特開2004-511083(JP,A)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
H01L 21/304 622
B24B 37/00