

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第6177665号
(P6177665)

(45) 発行日 平成29年8月9日(2017.8.9)

(24) 登録日 平成29年7月21日(2017.7.21)

(51) Int.Cl.	F 1
B24B 37/24 (2012.01)	B 24 B 37/24 C
B24B 53/00 (2006.01)	B 24 B 53/00 J
B24B 37/16 (2012.01)	B 24 B 37/16
HO1L 21/304 (2006.01)	HO1L 21/304 622 F
C08J 5/14 (2006.01)	HO1L 21/304 622 M

請求項の数 10 外国語出願 (全 17 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2013-226447 (P2013-226447)	(73) 特許権者	504089426 ローム アンド ハース エレクトロニクス 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 19713、ニューアーク、ベルビュー・ロード 451
(22) 出願日	平成25年10月31日(2013.10.31)	(74) 代理人	110001508 特許業務法人 津国
(65) 公開番号	特開2014-97567 (P2014-97567A)	(74) 代理人	100078662 弁理士 津国 肇
(43) 公開日	平成26年5月29日(2014.5.29)	(74) 代理人	100135873 弁理士 小澤 圭子
審査請求日	平成28年10月14日(2016.10.14)	(74) 代理人	100116528 弁理士 三宅 俊男
(31) 優先権主張番号	13/666,514		
(32) 優先日	平成24年11月1日(2012.11.1)		
(33) 優先権主張国	米国(US)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】軟質かつコンディショニング可能なケミカルメカニカル研磨パッド

(57) 【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研磨するための、研磨層を含むケミカルメカニカル研磨パッドであって、前記研磨層が、多官能イソシアネートと、

少なくとも 5 重量 % のアミン開始ポリオール硬化剤(ここで、アミン開始ポリオール硬化剤は、1 分子あたり少なくとも 1 個の窒素原子を含み、アミン開始ポリオール硬化剤は、1 分子あたり平均少なくとも 3 個のヒドロキシル基を有する)；

25 ~ 95 重量 % の高分子量ポリオール硬化剤(ここで、高分子量ポリオール硬化剤は、2,500 ~ 100,000 の数平均分子量 M_N を有し、高分子量ポリオール硬化剤は、1 分子あたり平均 5 ~ 7 個のヒドロキシル基を有する)；及び

0 ~ 70 重量 % の二官能硬化剤

を含む硬化剤パッケージと

を含む原料成分の反応生成物を含み、

ここで、前記研磨層が、0.6 g/cm³ よりも高い密度；5 ~ 40 のショア D 硬さ；100 ~ 450 % の破断点伸び；及び 25 ~ 150 $\mu\text{m}/\text{hr}$ の切削速度を示し、前記研磨層が、前記基材を研磨するように適合された研磨面を有するケミカルメカニカル研磨パッド。

【請求項 2】

前記多官能イソシアネート中の未反応イソシアネート基に対する前記硬化剤パッケージ中の反応性水素基の化学量論比が 0.85 ~ 1.15 である、請求項 1 記載のケミカルメ

10

20

カニカル研磨パッド。

【請求項 3】

前記多官能イソシアネートが、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、請求項 2 記載のケミカルメカニカル研磨パッド。

【請求項 4】

前記二官能硬化剤が、ジオール硬化剤及びジアミン硬化剤からなる群より選択される、請求項 3 記載のケミカルメカニカル研磨パッド。

【請求項 5】

前記多官能イソシアネートが、2 ~ 12 重量%の未反応NCO基を有するイソシアネート末端ウレタンプレポリマーである、請求項 3 記載のケミカルメカニカル研磨パッド。 10

【請求項 6】

前記硬化剤パッケージが、
5 ~ 20 重量%のアミン開始ポリオール硬化剤（ここで、アミン開始ポリオール硬化剤は、1分子あたり2個の窒素原子を含み、アミン開始ポリオール硬化剤は、1分子あたり平均4個のヒドロキシル基を有し、アミン開始ポリオール硬化剤は、200 ~ 400 の数平均分子量M_Nを有する）；及び 10

50 ~ 75 重量%の高分子量ポリオール硬化剤（ここで、高分子量ポリオール硬化剤は、10,000 ~ 12,000 の数平均分子量M_Nを有し、高分子量ポリオール硬化剤は、1分子あたり平均6個のヒドロキシル基を有する）；及び 20

10 ~ 30 重量%の二官能硬化剤（ここで、二官能硬化剤は、4,4'-メチレン-ビス-(2-クロロアニリン) (MBOCA)、4,4'-メチレン-ビス-(3-クロロ-2,6-ジエチルアニリン) (MCDEA) 及びそれらの異性体からなる群より選択されるジアミン硬化剤である）

を含み、

前記多官能イソシアネート中の未反応イソシアネート基に対する前記硬化剤パッケージ中の反応性水素基の化学量論比が0.95 ~ 1.05 であり、

ここで、前記研磨層が、0.75 ~ 1.0 g/cm³の密度；5 ~ 20 のショアD硬さ；150 ~ 300 %の破断点伸び；及び30 ~ 60 μm/hrの切削速度を示す、請求項 5 記載のケミカルメカニカル研磨パッド。 30

【請求項 7】

前記イソシアネート末端ウレタンプレポリマーが、5 ~ 7 重量%の未反応NCO基を有し、前記イソシアネート末端ウレタンプレポリマーが、400 ~ 2,500 の数平均分子量M_Nを示す、請求項 6 記載のケミカルメカニカル研磨パッド。

【請求項 8】

前記研磨面が、その中に形成されたらせん溝パターンを有する、請求項 7 記載のケミカルメカニカル研磨パッド。

【請求項 9】

請求項 1 記載のケミカルメカニカル研磨パッドを製造する方法であって、
多官能イソシアネートを提供すること。 40

(i) 少なくとも5 重量%のアミン開始ポリオール硬化剤（ここで、アミン開始ポリオール硬化剤は、1分子あたり少なくとも1個の窒素原子を含み、アミン開始ポリオール硬化剤は、1分子あたり平均少なくとも3個のヒドロキシル基を有する）；

(ii) 25 ~ 95 重量%の高分子量ポリオール硬化剤（ここで、高分子量ポリオール硬化剤は、2,500 ~ 100,000 の数平均分子量M_Nを有し、高分子量ポリオール硬化剤は、1分子あたり平均5 ~ 7 個のヒドロキシル基を有する）；及び

(iii) 0 ~ 70 重量%の二官能硬化剤
を含む硬化剤パッケージを提供すること、

前記多官能イソシアネートと前記硬化剤パッケージとを混合して組み合わせを形成すること、及び 50

前記組み合わせを反応させて研磨層を形成すること
を含む方法。

【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こと、

請求項 1 記載のケミカルメカニカル研磨パッドを提供すること、

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こと、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こと
を含む、基材を研磨する方法。

10

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、ケミカルメカニカル研磨パッド及び同パッドを製造し、使用する方法に関する。より具体的には、本発明は、研磨層を含むケミカルメカニカル研磨パッドであって、研磨層が、0.6 g/cm³よりも高い密度、5~40のショアD硬さ、100~450%の破断点伸び及び25~150 μm/hrの切削速度を示し、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ケミカルメカニカル研磨パッドに関する。

【背景技術】

【0002】

20

集積回路及び他の電子装置の製造においては、導体、半導体及び絶縁材料の多数の層を半導体ウェーハの表面に付着させたり、半導体ウェーハの表面から除去したりする。導体、半導体及び絶縁材料の薄層は、多数の付着技術を使用して付着させることができる。最新のウェーハ加工において一般的な付着技術としては、とりわけ、スパッタリングとも知られる物理蒸着法 (PVD)、化学蒸着法 (CVD)、プラズマ増強化学蒸着法 (PECVD) 及び電気化学的めっき法がある。一般的な除去技術としては、とりわけ、湿式及び乾式の等方性及び異方性エッティングがある。

【0003】

材料層が順次に付着され、除去されるにつれ、ウェーハの一番上の面が非平坦になる。後続の半導体加工（たとえばメタライゼーション）はウェーハが平坦面を有することを要するため、ウェーハは平坦化されなければならない。望ましくない表面トポグラフィーならびに表面欠陥、たとえば粗面、凝集した材料、結晶格子の損傷、スクラッチ及び汚染された層又は材料を除去するためには平坦化が有用である。

30

【0004】

ケミカルメカニカルプラナリゼーション又はケミカルメカニカルポリッキング (CMP) とは、半導体ウェーハのような加工物を平坦化又は研磨するために使用される一般的な技術である。従来の CMPにおいては、ウェーハキャリヤ、すなわち研磨ヘッドがキャリヤセンブリに取り付けられる。その研磨ヘッドがウェーハを保持し、ウェーハを、CMP装置内でテーブル又はプラテン上に取り付けられる研磨パッドの研磨層と接する位置に配する。キャリヤセンブリがウェーハと研磨パッドとの間に制御可能な圧を提供する。同時に、研磨媒（たとえばスラリー）が研磨パッド上に分配され、ウェーハと研磨層との間の隙間に引き込まれる。研磨を実施するために、研磨パッド及びウェーハは一般に互いに対して回転する。研磨パッドがウェーハの下で回転すると、ウェーハは一般に環状の研磨トラック、すなわち研磨領域を掃き出し、その中でウェーハの表面が研磨層と直接対面する。ウェーハ表面は、研磨層及び表面上の研磨媒の化学的かつ機械的作用によって研磨され、平坦化される。

40

【0005】

安定した研磨性能のために一貫した研磨面を維持するためにはパッド表面の「コンディショニング」又は「ドレッシング」が非常に重要である。時間とともに研磨パッドの研磨面はすり減って、研磨面のミクロテキスチャが均されてゆく（「グレージング」と呼ばれ

50

る現象）。研磨パッドコンディショニングは一般に、コンディショニングディスクによって研磨面を機械的に摩耗させることによって達成される。コンディショニングディスクは、一般には埋め込まれたダイアモンドポイントで構成された粗いコンディショニング面を有する。コンディショニングディスクは、研磨が停止している CMP 工程の間欠的な中断の間（「エクスサイチュー」）又は CMP 工程が進行中であるとき（「インサイチュー」）、研磨面と接触させる。一般に、コンディショニングディスクは、研磨パッドの回転軸に対して固定される位置で回転し、研磨パッドが回転するとき環状のコンディショニング領域を掃き出す。上記のようなコンディショニング工程は、パッド材料を摩耗させ、掘り起こし、研磨テキスチャを再生しながら、パッド表面に微視的な溝を刻み込む。

【0006】

10

より微細な形体及びより多くのメタライゼーション層とともに、半導体装置はますます複雑になっている。この傾向は、平坦さを維持し、研磨の欠陥を制限するために、研磨消耗品の改善された性能を要求する。研磨の欠陥は、半導体装置を機能不能にするであろう導線の電気的断絶又は短絡を生じさせるおそれがある。マイクロスクラッチ又はチャターマークなどの研磨の欠陥を減らすための一つの手法が、より軟質な研磨パッドを使用することであることは一般に知られている。

【0007】

一連の軟質ポリウレタン研磨層がJamesらによって米国特許第 7,074,115 号に開示されている。Jamesらは、イソシアネート末端ウレタンプレポリマーと芳香族ジアミン又はポリアミン硬化剤との反応生成物であって、少なくとも 0.1 容量 % の気孔率、40 及び 1 rad/sec で 385 ~ 7501/Pa の KEL エネルギー損失係数ならびに 40 及び 1 rad/sec で 100 ~ 400 MPa の弾性率 E₀ を示す反応生成物を含む研磨パッドを開示している。

20

【0008】

上記のように、最適な研磨性能のためには、ケミカルメカニカル研磨パッドの表面をダイアモンドコンディショニングして、好ましいミクロテキスチャを創造することが必要である。しかし、Jamesらによって記載されているような従来の研磨層材料の中にそのようなテキスチャを創造することは困難である。理由は、これらの材料が、破断点引張り伸び値によって計測される高い延性を示すからである。その結果、これらの材料がダイアモンドコンディショニングディスクによるコンディショニングに付されても、コンディショニングディスク中のダイアモンドは、パッドの表面に溝を切るのではなく、パッド材料を脇に押しやるだけであり、切削はしない。したがって、ダイアモンドコンディショニングディスクを用いるコンディショニングの結果として、これら従来の材料の表面には非常にわずかなテキスチャしか創造されない。

30

【0009】

これら従来のケミカルメカニカル研磨パッド材料を用いると、パッド表面に巨視的な溝パターンを形成するための機械加工工程中、もう一つの関連する問題が生じる。従来のケミカルメカニカル研磨パッドには一般に、スラリーの流れを促進し、パッド - ウェーハ界面から研磨くずを除去するために、研磨面に刻み込まれた溝パターンが設けられている。そのような溝は、多くの場合、旋盤を使用して、又は CNC フライス盤によって、研磨パッドの研磨面に刻み込まれる。しかし、軟質のパッド材料の場合、切削ビットが通過したのち、パッド材料が単に跳ね返り、形成された溝が自らを閉じるような、ダイアモンドコンディショニングの問題と同様な問題が起こる。したがって、溝の質は劣悪であり、そのような軟質材料を用いて商業的に許容可能なパッドをうまく製造することはより困難である。パッド材料の硬さが低下するとともに、この問題は悪化する。

40

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0010】

したがって、低欠陥の処方に対応する物性プロファイルと十分に相關する物性プロファイルを提供し、かつ、高められたコンディショニング性を研磨層に付与する（すなわち、

50

25～150 $\mu\text{m}/\text{hr}$ の切削速度を示す) ケミカルメカニカル研磨パッドへの要望が絶えずある。

【課題を解決するための手段】

【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研磨するための、研磨層を含むケミカルメカニカル研磨パッドであって、研磨層が、多官能イソシアネートと、少なくとも5重量%のアミン開始ポリオール硬化剤(ここで、アミン開始ポリオール硬化剤は、1分子あたり少なくとも1個の窒素原子を含み、アミン開始ポリオール硬化剤は、1分子あたり平均少なくとも3個のヒドロキシル基を有する)；25～95重量%の高分子量ポリオール硬化剤(ここで、高分子量ポリオール硬化剤は、2,500～100,000の数平均分子量 M_N を有し、高分子量ポリオール硬化剤は、1分子あたり平均3～10個のヒドロキシル基を有する)；及び0～70重量%の二官能硬化剤を含む硬化剤パッケージとを含む原料成分の反応生成物を含み、研磨層が、0.6 g/cm³の密度；5～40のショアD硬さ；100～450%の破断点伸び；及び25～150 $\mu\text{m}/\text{hr}$ の切削速度を示し、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ケミカルメカニカル研磨パッドを提供する。

【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研磨するための、研磨層を含むケミカルメカニカル研磨パッドであって、研磨層が、多官能イソシアネートと、5～20重量%のアミン開始ポリオール硬化剤(ここで、アミン開始ポリオール硬化剤は、1分子あたり2個の窒素原子を含み、アミン開始ポリオール硬化剤は、1分子あたり平均4個のヒドロキシル基を有し、アミン開始ポリオール硬化剤は、200～400の数平均分子量 M_N を有する)；50～75重量%の高分子量ポリオール硬化剤(ここで、高分子量ポリオール硬化剤は、10,000～12,000の数平均分子量 M_N を有し、高分子量ポリオール硬化剤は、1分子あたり平均6個のヒドロキシル基を有する)；及び10～30重量%の二官能硬化剤(ここで、二官能硬化剤は、4,4'-メチレン-ビス-(2-クロロアニリン)(MBOCA)、4,4'-メチレン-ビス-(3-クロロ-2,6-ジエチルアニリン)(MCDEA)及びそれらの異性体からなる群より選択されるジアミン硬化剤である)とを含む原料成分の反応生成物を含み、多官能イソシアネート中の未反応イソシアネート基(すなわちNCO基)に対する硬化剤パッケージ中の反応性水素基(すなわち、アミン(NH₂)基とヒドロキシル(OH)基との合計)の化学量論比が0.95～1.05であり、研磨層が、0.75～1.0 g/cm³の密度；5～20のショアD硬さ；150～300%の破断点伸び；及び30～60 $\mu\text{m}/\text{hr}$ の切削速度を示すケミカルメカニカル研磨パッドを提供する。

【0013】

本発明はまた、本発明のケミカルメカニカル研磨パッドを製造する方法であって、多官能イソシアネートを提供すること、(i)少なくとも5重量%のアミン開始ポリオール硬化剤(ここで、アミン開始ポリオール硬化剤は、1分子あたり少なくとも1個の窒素原子を含み、アミン開始ポリオール硬化剤は、1分子あたり平均少なくとも3個のヒドロキシル基を有する)；(ii)25～95重量%の高分子量ポリオール硬化剤(ここで、高分子量ポリオール硬化剤は、2,500～100,000の数平均分子量 M_N を有し、高分子量ポリオール硬化剤は、1分子あたり平均3～10個のヒドロキシル基を有する)；及び(iii)0～70重量%の二官能硬化剤を含む硬化剤パッケージを提供すること、多官能イソシアネートと硬化剤パッケージとを混合して組み合わせを形成すること、及び組み合わせを反応させて研磨層を形成することを含む方法を提供する。

【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こと、請求項1記載のケミカルメカニカル研磨パッドを提供すること、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こと、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ことを含む、基材を研磨する方法を提

10

20

30

40

50

供する。

【発明を実施するための形態】

【0015】

詳細な説明

本発明のケミカルメカニカル研磨パッドは、低欠陥研磨性能を提供するための低い硬さ(すなわちショアD 40)と、研磨層中の溝の形成を容易にするための機械加工性及びダイアモンドコンディショニングディスクを使用するミクロテキスチャの形成を容易にするためのコンディショニング可能性の両方を提供する低い引張り伸び(すなわち破断点伸び 450%)との独特な組み合わせを示す研磨層を有する。加えて、本発明の研磨層によって可能になる性質のバランスが、たとえば、半導体装置の電気的完全性を損ないかねないマイクロスクラッチ欠陥を創造することによってウェーハ表面を損傷することなく、半導体ウェーハを研磨する能力を提供する。

【0016】

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研磨するための本発明のケミカルメカニカル研磨パッドは研磨層を含み、研磨層は、多官能イソシアネートと、少なくとも5重量%(好ましくは5~30重量%、より好ましくは5~25重量%、もっとも好ましくは5~20重量%)のアミン開始ポリオール硬化剤(ここで、アミン開始ポリオール硬化剤は、1分子あたり少なくとも1個の窒素原子(好ましくは1分子あたり1~4個の窒素原子、より好ましくは1分子あたり2~4個の窒素原子、もっとも好ましくは1分子あたり2個の窒素原子)を含み、アミン開始ポリオール硬化剤は、1分子あたり平均少なくとも3個のヒドロキシル基(好ましくは3~6個のヒドロキシル基、より好ましくは3~5個のヒドロキシル基、もっとも好ましくは4個のヒドロキシル基)を有する(好ましくは、アミン開始ポリオール硬化剤は、700、より好ましくは150~650、さらに好ましくは200~500、もっとも好ましくは250~300の数平均分子量を有する))；25~95重量%(好ましくは35~90重量%、より好ましくは50~75重量%、もっとも好ましくは60~75重量%)の高分子量ポリオール硬化剤(ここで、高分子量ポリオール硬化剤は、2,500~100,000(好ましくは5,000~50,000、より好ましくは7,500~25,000、もっとも好ましくは10,000~12,000)の数平均分子量M_Nを有し、高分子量ポリオール硬化剤は、1分子あたり平均3~10個のヒドロキシル基(好ましくは4~8個のヒドロキシル基、より好ましくは5~7個のヒドロキシル基、もっとも好ましくは6個のヒドロキシル基)を有する)；及び0~70重量%(好ましくは5~60重量%、より好ましくは10~50重量%、さらに好ましくは10~30重量%、もっとも好ましくは10~20重量%)の二官能硬化剤を含む硬化剤パッケージとを含む原料成分の反応生成物を含み、研磨層は、0.6g/cm³(好ましくは0.6~1.2g/cm³、より好ましくは0.7~1.1g/cm³、もっとも好ましくは0.75~1.0g/cm³)の密度；5~40(好ましくは5~30、より好ましくは5~20、もっとも好ましくは5~15)のショアD硬さ；100~450%(好ましくは125~425%、より好ましくは150~300%、もっとも好ましくは150~200%)の破断点伸び；及び25~150μm/hr(好ましくは30~125μm/hr、より好ましくは30~100μm/hr、もっとも好ましくは30~60μm/hr)の切削速度を示し、研磨層は、基材を研磨するように適合された研磨面を有する。

【0017】

好ましくは、本発明のケミカルメカニカル研磨パッドの研磨層の形成に使用される多官能イソシアネートは2個の反応性イソシアネート基(すなわちNCO)を含む。

【0018】

好ましくは、本発明のケミカルメカニカル研磨パッドの研磨層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。より好ましくは、本発明のケミカルメカニカル研磨パッドの研磨層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

10

20

30

40

50

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。さらに好ましくは、本発明のケミカルメカニカル研磨パッドの研磨層の形成に使用される多官能イソシアネートは、ジイソシアネートとプレポリマーポリオールとの反応によって形成されるイソシアネート末端ウレタンプレポリマーである。

【0019】

好ましくは、本発明のケミカルメカニカル研磨パッドの研磨層の形成に使用されるイソシアネート末端ウレタンプレポリマーは2~12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、本発明のケミカルメカニカル研磨パッドの研磨層の形成に使用されるイソシアネート末端ウレタンプレポリマーは2~10重量%(さらに好ましくは4~8重量%、もっとも好ましくは5~7重量%)の未反応イソシアネート(NCO)基を有する。

【0020】

好ましくは、多官能イソシアネート末端ウレタンプレポリマーを形成するために使用されるプレポリマーポリオールは、ジオール、ポリオール、ポリオール-ジオール、それらのコポリマー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、プレポリマー-ポリオールは、ポリエーテルポリオール(たとえばポリ(オキシテトラメチレン)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)、ポリカーボネートポリオール、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; それらの混合物; ならび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、1,2-ブタンジオール、1,3-ブタンジオール、2-メチル-1,3-プロパンジオール、1,4-ブタンジオール、ネオペンチルグリコール、1,5-ペンタンジオール、3-メチル-1,5-ペンタンジオール、1,6-ヘキサンジオール、ジエチレングリコール、ジプロピレングリコール及びトリプロピレングリコールからなる群より選択される一つ以上の低分子量ポリオールとの混合物からなる群より選択される。さらに好ましくは、プレポリマー-ポリオールは、ポリテトラメチレンエーテルグリコール(PTMEG)、エステル系のポリオール(たとえばエチレンアジペート、ブチレンアジペート)、ポリプロピレンエーテルグリコール(PPG)、ポリカプロラクトンポリオール、それらのコポリマー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、プレポリマー-ポリオールは、PTMEG及びPPGからなる群より選択される。

【0021】

好ましくは、プレポリマー-ポリオールがPTMEGである場合、イソシアネート末端ウレタンプレポリマーは、2~10重量%(より好ましくは4~8重量%、もっとも好ましくは6~7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PTMEG系の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、たとえば、PET-80A、PET-85A、PET-90A、PET-93A、PET-95A、PET-60D、PET-70D、PET-75D)、Adiprene(登録商標)プレポリマー(Chemturaから市販されている、たとえばLF800A、LF900A、LF910A、LF930A、LF931A、LF939A、LF950A、LF952A、LF600D、LF601D、LF650D、LF667、LF700D、LF750D、LF751D、LF752D、LF753D及びL325)、Andur(登録商標)プレポリマー(Anderson Development Companyから市販されている、たとえば70APLF、80APLF、85APLF、90APLF、95APLF、60DPLF、70APLF、75APLF)を含む。

【0022】

好ましくは、プレポリマー-ポリオールがPPGである場合、イソシアネート末端ウレタンプレポリマーは、3~9重量%(より好ましくは4~8重量%、もっとも好ましくは5~6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PPG系の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

10

20

30

40

50

(COIM USA, Inc.から市販されている、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、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、たとえば8000APLF、9500APLF、6500DPLF、7501DPLF)を含む。

【0023】

好ましくは、本発明のケミカルメカニカル研磨パッドの研磨層の形成に使用される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イソシアネート末端ウレタンプレポリマーである。

10

【0024】

非TDI系のイソシアネート末端ウレタンプレポリマーを使用することもできる。たとえば、イソシアネート末端ウレタンプレポリマーとしては、4,4'-ジフェニルメタンジイソシアネート(MDI)と、ポリオール(たとえばポリテトラメチレングリコール(PTMEG))、及び任意のジオール(たとえば1,4-ブタンジオール(BDO))との反応によって形成されるものを含む。そのようなイソシアネート末端ウレタンプレポリマーが使用される場合、未反応イソシアネート(NCO)濃度は、好ましくは4~10重量%(より好ましくは4~8重量%、もっとも好ましくは5~7重量%)である。この範疇の市販されている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、たとえば27-85A、27-90A、27-95A)、Andur(登録商標)プレポリマー(Anderson Development Companyから市販されている、たとえばIE75AP、IE80AP、IE85AP、IE90AP、IE95AP、IE98AP)及びVibrathane(登録商標)プレポリマー(Chemturaから市販されている、たとえばB625、B635、B821)を含む。

20

【0025】

本発明のケミカルメカニカル研磨パッドの研磨層の形成に使用される硬化剤パッケージは、好ましくは、アミン開始ポリオール硬化剤少なくとも5重量%(好ましくは5~30重量%、より好ましくは5~25重量%、もっとも好ましくは5~20重量%)、高分子量ポリオール硬化剤25~95重量%(好ましくは35~90重量%、より好ましくは50~75重量%、もっとも好ましくは60~75重量%)及び二官能硬化剤0~70重量%(好ましくは5~60重量%、より好ましくは10~15重量%、さらに好ましくは10~30重量%、もっとも好ましくは10~20重量%)を含む。

30

【0026】

好ましくは、本発明のケミカルメカニカル研磨パッドの研磨層の形成に使用されるアミン開始ポリオール硬化剤は1分子あたり少なくとも1個の窒素原子を含む。より好ましくは、使用されるアミン開始ポリオール硬化剤は1分子あたり1~4個(さらに好ましくは2~4個、もっとも好ましくは2個)の窒素原子を含む。

【0027】

好ましくは、本発明のケミカルメカニカル研磨パッドの研磨層の形成に使用されるアミン開始ポリオール硬化剤は1分子あたり平均少なくとも3個のヒドロキシル基を有する。より好ましくは、使用されるアミン開始ポリオール硬化剤は1分子あたり3~6個(さらに好ましくは3~5個、もっとも好ましくは4個)のヒドロキシル基を有する。

40

【0028】

好ましくは、本発明のケミカルメカニカル研磨パッドの研磨層の形成に使用されるアミン開始ポリオール硬化剤は700の数平均分子量M_Nを有する。より好ましくは、使用されるアミン開始ポリオール硬化剤は150~650(さらに好ましくは200~500、もっとも好ましくは250~300)の数平均分子量M_Nを有する。

【0029】

好ましくは、本発明のケミカルメカニカル研磨パッドの研磨層の形成に使用されるアミン開始ポリオール硬化剤は350~1,200mgKOH/gのヒドロキシル価(ASTM試験

50

法 D 4 2 7 4 - 1 1 によって測定)を有する。より好ましくは、使用されるアミン開始ポリオール硬化剤は 4 0 0 ~ 1 , 0 0 0 mgKOH/g (もっとも好ましくは 6 0 0 ~ 8 5 0 mgKOH/g) のヒドロキシル価を有する。

【 0 0 3 0 】

市販されているアミン開始ポリオール硬化剤の例は、Voranol (登録商標) ファミリーのアミン開始ポリオール (The Dow Chemical Company から市販) 、Quadrol (登録商標) スペシャルティー・ポリオール (N , N , N , N - テトラキス (2 - ヒドロキシプロピルエチレンジアミン) (BASF から市販) 、Pluracol (登録商標) アミン系ポリオール (BASF から市販) 、Multranol (登録商標) アミン系ポリオール (Bayer MaterialScience LLC から市販) 、トリイソプロパノールアミン (TIPA) (The Dow Chemical Company から市販) 及びトリエタノールアミン (TEA) (Mallinckrodt Baker Inc. から市販) を含む。いくつかの好ましいアミン開始ポリオール硬化剤を表 1 に示す。

【 0 0 3 1 】

【表 1】

表 1

アミン開始ポリオール硬化剤	1 分子あたり <u>OH</u> 基の数	M _N	ヒドロキシル価 (mg KOH/g)
トリエタノールアミン	3	149	1130
トリイソプロパノールアミン	3	192	877
MULTRANOL® 9138 ポリオール	3	240	700
MULTRANOL® 9170 ポリオール	3	481	350
VORANOL® 391 ポリオール	4	568	391
VORANOL® 640 ポリオール	4	352	638
VORANOL® 800 ポリオール	4	280	801
QUADROL® ポリオール	4	292	770
MULTRANOL® 4050 ポリオール	4	356	630
MULTRANOL® 4063 ポリオール	4	488	460
MULTRANOL® 8114 ポリオール	4	568	395
MULTRANOL® 8120 ポリオール	4	623	360
MULTRANOL® 9181 ポリオール	4	291	770
VORANOL® 202 ポリオール	5	590	475

【 0 0 3 2 】

理論によって拘束されることを望まないが、硬化剤パッケージ中に使用されるアミン開始ポリオール硬化剤の濃度は、それを用いて製造される研磨層における物性の所望のバランスを促進することに加えて、その反応及び硬化剤パッケージ中の二官能硬化剤と多官能ジイソシアネート中に存在する未反応イソシアネート (NCO) 基との反応を自触媒するようにも働くと考えられている。

【 0 0 3 3 】

好ましくは、本発明のケミカルメカニカル研磨パッドの研磨層の形成に使用される高分子量ポリオール硬化剤は 2 , 5 0 0 ~ 1 0 0 , 0 0 0 の数平均分子量 M_N を有する。より好ましくは、使用される高分子量ポリオール硬化剤は 5 , 0 0 0 ~ 5 0 , 0 0 0 (さらに好ましくは 7 , 5 0 0 ~ 2 5 , 0 0 0 、もっとも好ましくは 1 0 , 0 0 0 ~ 1 2 , 0 0 0) の数平均分子量 M_N を有する。

【 0 0 3 4 】

好ましくは、本発明のケミカルメカニカル研磨パッドの研磨層の形成に使用される高分子量ポリオール硬化剤は 1 分子あたり平均 3 ~ 1 0 個のヒドロキシル基を有する。より好ましくは、使用される高分子量ポリオール硬化剤は 1 分子あたり平均 4 ~ 8 個 (さらに好ましくは 5 ~ 7 個、もっとも好ましくは 6 個) のヒドロキシル基を有する。

【 0 0 3 5 】

好ましくは、本発明のケミカルメカニカル研磨パッドの研磨層の形成に使用される高分子量ポリオール硬化剤は 1 分子あたり平均 3 ~ 1 0 個のヒドロキシル基を有する。より好ましくは、使用される高分子量ポリオール硬化剤は 1 分子あたり平均 4 ~ 8 個 (さらに好ましくは 5 ~ 7 個、もっとも好ましくは 6 個) のヒドロキシル基を有する。

JP 6177665 B2 2017.8.9

10

20

30

40

50

子量ポリオール硬化剤は、硬化剤パッケージ中に使用されるアミン開始ポリオール硬化剤の分子量よりも高い分子量を有し、硬化剤パッケージ中に使用されるアミン開始硬化剤のヒドロキシル価よりも低いヒドロキシル価を有する。

【0036】

市販されている高分子量ポリオール硬化剤の例は、Specflex (登録商標) ポリオール、Voranol (登録商標) ポリオール及びVoralux (登録商標) ポリオール (The Dow Chemical Companyから市販) 、Multranol (登録商標) スペシャルティー・ポリオール及びUltracel (登録商標) フレキシブルポリオール (Bayer MaterialScience LLCから市販) 及びPluracol (登録商標) ポリオール (BASFから市販) を含む。いくつかの好ましい高分子量ポリオール硬化剤を表2に示す。

10

【0037】

【表2】

表2

高分子量ポリオール硬化剤	1分子あたり OH基の数	M _N	ヒドロキシル価 (mg KOH/g)
Multranol® 3901 ポリオール	3.0	6,000	28
Pluracol® 1385 ポリオール	3.0	3,200	50
Pluracol® 380 ポリオール	3.0	6,500	25
Pluracol® 1123 ポリオール	3.0	7,000	24
ULTRACEL® 3000 ポリオール	4.0	7,500	30
SPECFLEX® NC630 ポリオール	4.2	7,602	31
SPECFLEX® NC632 ポリオール	4.7	8,225	32
VORALUX® HF 505 ポリオール	6.0	11,400	30
MULTRANOL® 9185 ポリオール	6.0	3,366	100
VORANOL® 4053 ポリオール	6.9	12,420	31

【0038】

好ましくは、本発明のケミカルメカニカル研磨パッドの研磨層の形成に使用される二官能硬化剤はジオール類及びジアミン類から選択される。より好ましくは、使用される二官能硬化剤は、第一級アミン類及び第二級アミン類からなる群より選択される。さらに好ましくは、使用される二官能硬化剤は、ジエチルトルエンジアミン (DETA) 、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) (MBOCA) 、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こ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、使用されるジアミン硬化剤は、4,4'-メチレン-ビス-(2-クロロアニリン) (MBOCA) 、4,4'-メチレン-ビス-(3-クロロ-2,6-ジエチルアニリン) (MCDEA) 及びそれらの異性体からなる群より選択される。

20

【0039】

好ましくは、多官能イソシアネート中の未反応イソシアネート (NCO) 基に対する硬化剤パッケージの成分中の反応性水素基 (すなわち、アミン (NH₂) 基とヒドロキシル

30

40

50

(OH)基との合計)の化学量論比は0.85~1.15(より好ましくは0.90~1.10、もっとも好ましくは0.95~1.05)である。

【0040】

本発明のケミカルメカニカル研磨パッドの研磨層は、場合によっては、複数の微小要素をさらに含む。好ましくは、複数の微小要素は研磨層全体に均一に分散している。好ましくは、複数の微小要素は、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、水溶性材料及び不溶性相材料(たとえば鉛油)から選択される。より好ましくは、複数の微小要素は、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、複数の微小要素は、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、複数の微小要素は、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Expacnel(登録商標))を含む。好ましくは、複数の微小要素は0~35容量%の気孔率(より好ましくは10~25容量%の気孔率)で研磨層に組み込まれる。

【0041】

本発明のケミカルメカニカル研磨パッドの研磨層は、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、本発明のケミカルメカニカル研磨パッドの研磨層は、ASTM D1622にしたがって計測して0.6g/cm³の密度を示す。より好ましくは、本発明のケミカルメカニカル研磨パッドの研磨層は、ASTM D1622にしたがって計測して0.6~1.2g/cm³(さらに好ましくは0.7~1.1g/cm³、もっとも好ましくは0.75~1.0g/cm³)の密度を示す

【0042】

好ましくは、本発明のケミカルメカニカル研磨パッドの研磨層は、ASTM D2240にしたがって計測して5~40のショアD硬さを示す。より好ましくは、本発明のケミカルメカニカル研磨パッドの研磨層は、ASTM D2240にしたがって計測して5~30(さらに好ましくは5~20、もっとも好ましくは5~15)のショアD硬さを示す。

【0043】

40未満のショアD硬さを示す研磨層は一般に、非常に高い破断点伸び値(すなわち>600%)を有する。そのような高い破断点伸び値を示す材料は、機械加工処理に付されると可逆的に変形し、その結果、許容不可能に粗悪である溝の形成及び不十分であるダイアモンドコンディショニング中のテキスチャ創造を招く。本発明のケミカルメカニカル研磨パッドの研磨層の形成に使用される独特な硬化剤パッケージは、低い硬さとともに、ASTM D412にしたがって計測して100~450%の破断点伸びを提供する。好ましくは、本発明のケミカルメカニカル研磨パッドの研磨層は、ASTM D412にしたがって計測して125~425%(さらに好ましくは150~300%、もっとも好ましくは150~200%)の破断点伸びを示す。

【0044】

好ましくは、本発明のケミカルメカニカル研磨パッドの研磨層は、本明細書の実施例に記載される方法を使用して計測して25~150μm/hrの切削速度を示す。より好ましくは、本発明のケミカルメカニカル研磨パッドの研磨層は、本明細書の実施例に記載される方法を使用して計測して30~125μm/hr(さらに好ましくは30~100μm/hr、もっとも好ましくは30~60μm/hr)の切削速度を示す。

【0045】

本発明のケミカルメカニカル研磨パッドは、場合によっては、研磨層と対面する少なくとも一つのさらなる層をさらに含む。好ましくは、ケミカルメカニカル研磨パッドは、場合によっては、研磨層に付着された圧縮性のベース層をさらに含む。圧縮性のベース層は、好ましくは、研磨される基材の表面への研磨層の適合を改善する。

【0046】

本発明のケミカルメカニカル研磨パッドの研磨層は、基材を研磨するように適合された

研磨面を有する。好ましくは、研磨面は、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有する。穿孔は、研磨面から研磨層の厚さの途中まで又は研磨層の厚さ全部にかけて延びることができる。好ましくは、溝は、研磨中にケミカルメカニカル研磨パッドが回転すると、少なくとも一つの溝が、研磨されている基材の表面を掃くように研磨面上に配設される。好ましくは、研磨面は、カーブした溝、直線状の溝及びそれらの組み合わせからなる群より選択される少なくとも一つの溝を含むマクロテキスチャを有する。

【0047】

好ましくは、本発明のケミカルメカニカル研磨パッドの研磨層は、基材を研磨するように適合された研磨面を有し、その研磨面が、その中に形成された溝パターンを含むマクロテキスチャを有する。好ましくは、溝パターンは複数の溝を含む。より好ましくは、溝パターンは溝デザインから選択される。好ましくは、溝デザインは、同心的な溝（円形又はらせん形であってもよい）、カーブした溝、クロスハッチ溝（たとえば、パッド表面にX-Y格子として配設された）、他の規則的なデザイン（たとえば六角形、三角形）、タイヤトレッドタイプパターン、不規則なデザイン（たとえばフラクタルパターン）及びそれらの組み合わせからなる群より選択される。より好ましくは、溝デザインは、ランダムな溝、同心的な溝、らせん形溝、クロスハッチ溝、X-Y格子溝、六角形の溝、三角形の溝、フラクタルな溝及びそれらの組み合わせからなる群より選択される。もっとも好ましくは、研磨層は、その中に形成されたらせん溝パターンを有する。溝プロファイルは、好ましくは、まっすぐな側壁を有する長方形から選択されるか、又は溝断面は「V」字形、「U」字形、のこぎり歯状及びそれらの組み合わせであってもよい。

【0048】

好ましくは、本発明のケミカルメカニカル研磨パッドに使用される研磨層は20~150ミルの平均厚さを有する。より好ましくは、使用される研磨層は30~125ミル（さらに好ましくは40~120ミル、もっとも好ましくは50~100ミル）の平均厚さを有する。

【0049】

好ましくは、本発明のケミカルメカニカル研磨パッドを製造する方法は、多官能イソシアネートを提供すること；少なくとも5重量%（好ましくは5~30重量%、より好ましくは5~25重量%、もっとも好ましくは5~20重量%）のアミン開始ポリオール硬化剤（ここで、アミン開始ポリオール硬化剤は、1分子あたり少なくとも1個の窒素原子（好ましくは1分子あたり1~4個の窒素原子、より好ましくは1分子あたり2~4個の窒素原子、もっとも好ましくは1分子あたり2個の窒素原子）を含み、アミン開始ポリオール硬化剤は、1分子あたり平均少なくとも3個のヒドロキシル基（好ましくは3~6個のヒドロキシル基、より好ましくは3~5個のヒドロキシル基、もっとも好ましくは4個のヒドロキシル基）を有する（好ましくは、アミン開始ポリオール硬化剤は、700、より好ましくは150~650、さらに好ましくは200~500、もっとも好ましくは250~300の数平均分子量を有する））、(ii) 25~95重量%（好ましくは35~90重量%、より好ましくは50~75重量%、もっとも好ましくは60~75重量%）の高分子量ポリオール硬化剤（ここで、高分子量ポリオール硬化剤は、2,500~100,000（好ましくは5,000~50,000、より好ましくは7,500~25,000、もっとも好ましくは10,000~12,000）の数平均分子量M_Nを有し、高分子量ポリオール硬化剤は、1分子あたり平均3~10個のヒドロキシル基（好ましくは4~8個のヒドロキシル基、より好ましくは5~7個のヒドロキシル基、もっとも好ましくは6個のヒドロキシル基）を有する）及び(iii) 0~70重量%（好ましくは5~60重量%、より好ましくは10~50重量%、さらに好ましくは10~30重量%、もっとも好ましくは10~20重量%）の二官能硬化剤を含む硬化剤パッケージを提供すること；多官能イソシアネートと硬化剤パッケージとを混合して組み合わせを形成すること、及び組み合わせを反応させて研磨層を形成することを含む。

【0050】

10

20

30

40

50

本発明のケミカルメカニカル研磨パッドを製造する方法は、場合によっては、型を提供すること；組み合わせを型に注加すること；及び型の中で組み合わせを反応させて硬化ケーキを形成することをさらに含み、研磨層はその硬化ケーキから導出される。好ましくは、硬化ケーキをスカイビングして、一つの硬化ケーキから多数の研磨層を導出する。場合によっては、方法はさらに、硬化ケーキを加熱してスカイビング処理を容易にすることを含む。好ましくは、硬化ケーキは、それが複数の研磨層にスカイビングされるスカイビング処理中、赤外線加熱ランプを使用して加熱される。

【0051】

好ましくは、本発明の基材を研磨する方法は、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（好ましくは半導体基材、より好ましくは、半導体ウェーハである半導体基材）を提供すること、本発明のケミカルメカニカル研磨パッドを提供すること、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こと、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ことを含む。

【0052】

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。

【0053】

比較例A～B及び実施例1～19

表3に提供された調合の詳細にしたがって研磨層を調製した。具体的には、51で、イソシアネート末端ウレタンプレポリマー（すなわち、比較例A及び実施例1～9の場合にはAdiprene（登録商標）LF667ならびに比較例B及び実施例10～19の場合にはAdiprene（登録商標）LFG963A、いずれもChemtura Corporationから市販）と硬化剤パッケージの成分との制御された混合によってポリウレタンケーキを調製した。アミン開始ポリオール硬化剤（すなわち、The Dow Chemical Companyから市販されているVoranol（登録商標）800）及び高分子量ポリオール硬化剤（すなわち、The Dow Chemical Companyから市販されているVoralux（登録商標）HF505）をプレミックスしたのち、他の原料に配合した。M B O C Aを除くすべての原料は51のプレミックス温度に維持した。M B O C Aは、116のプレミックス温度に維持した。イソシアネート末端ウレタンプレポリマーと硬化剤パッケージとの比率は、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活性水素基（すなわち、-OH基と-NH₂基との合計）の比として定義される化学量論比が表3に記される比になるように設定した。

【0054】

硬化剤パッケージと合わせる前に、Expance（登録商標）微小球をイソシアネート末端ウレタンプレポリマーに加えることによって研磨層に気孔を導入して、所望の気孔率及びパッド密度を達成した。

【0055】

高剪断混合ヘッドを使用して、配合されたExpance（登録商標）微小球を含むイソシアネート末端ウレタンプレポリマーと硬化剤パッケージとを混合した。混合ヘッドから出たのち、組み合わせを直径86.4cm（34インチ）の円形型の中に5分かけて分配して、約10cm（4インチ）の全注加厚さを得た。分配された組み合わせを15分かけてゲル化させたのち、型を硬化オープンに入れた。次いで、型を、硬化オープン中、以下のサイクルを使用して硬化させた。周囲温度から104の設定点まで30分間ランプ、次いで104で15.5時間保持、次いで104から21まで2時間ランプ。

【0056】

次いで、硬化ポリウレタンケーキを型から取り出し、30～80で、約40個の別々の厚さ2.0mm（80ミル）シートにスカイビング（可動ブレードを使用して切断）した。スカイビングは、各ケーキの頂部から開始した。不完全なシートを廃棄した。

【0057】

実施例に使用されたAdiprene（登録商標）LF667は、Chemturaから市販されているAdiprene（登録商標）LF950AとAdiprene（登録商標）LF600Dとの50/50重量%ブレンドを含むP T M E G系のイソシアネート末端ウレタンプレポリマーであることに留意されたい

10

20

30

40

50

。
【0058】
【表3】

表3

実施例 番号	イソシアネート末端 ウレタンプレポリマー (%NCO)	硬化剤パッケージ(重量%)			化学量論比 (活性H/NCO)	Expandex® 気孔形成剤 551DE40d42	気孔形 成剤 (重量%)	気孔率 (容量%)
		MBOCA	Voranol® 800	Voralux® HF 505				
A	Adiprene® LF667	6.7	100	0	0	0.85	551DE40d42	1.8
B	Adiprene® LFG963A	5.8	100	0	0	0.9	551DE40d42	1.3
1	Adiprene® LF667	6.7	0	25	75	0.97	920DE40d30	1.3
2	Adiprene® LF667	6.7	67	8	25	0.97	920DE40d30	1.3
3	Adiprene® LFG667	6.7	0	14	86	1.0	551DE40d42	1.4
4	Adiprene® LF667	6.7	14	12	74	1.0	551DE40d42	1.4
5	Adiprene® LF667	6.7	25	11	64	1.0	551DE40d42	1.4
6	Adiprene® LF667	6.7	25	11	64	1.0	551DE40d42	0.6
7	Adiprene® LF667	6.7	40	9	51	1.0	551DE40d42	1.4
8	Adiprene® LF667	6.7	50	7	43	1.0	551DE40d42	1.6
9	Adiprene® LF667	6.7	50	7	43	1.0	551DE40d42	0.7
10	Adiprene® LFG963A	5.8	14	12	74	1.0	551DE20d60	2.0
11	Adiprene® LFG963A	5.8	33	10	57	1.0	551DE20d60	2.0
12	Adiprene® LFG963A	5.8	14	12	74	1.0	551DE20d60	1.4
13	Adiprene® LFG963A	5.8	33	10	57	1.0	551DE20d60	1.5
14	Adiprene® LFG963A	5.8	41	8	51	1.0	551DE20d60	1.4
15	Adiprene® LFG963A	5.8	33	10	57	1.0	--	--
16	Adiprene® LFG963A	5.8	0	25	75	1.0	551DE20d60	2.0
17	Adiprene® LFG963A	5.8	0	14	86	1.0	551DE20d60	1.8
18	Adiprene® LFG963A	5.8	25	19	56	1.0	551DE40d42	1.6
19	Adiprene® LFG963A	5.8	25	19	56	1.0	551DE40d42	0.7

【 0 0 5 9 】

比較例 A ~ B 及び実施例 1 ~ 19 それぞれからの溝なし研磨層材料を分析して、表 4 に報告するようなそれらの物性を測定した。報告されている密度データは A S T M D 1 6 2 2 にしたがって測定され、報告されているショア D 硬さデータは A S T M D 2 2 4 0 にしたがって測定され、報告されているショア A 硬さデータは A S T M D 2 2 4 0 にしたがって測定され、報告されている破断点伸びデータは A S T M D 4 1 2 にしたがって測定されたことに留意されたい。

【 0 0 6 0 】

表 4 に報告されている切削速度データは、Applied Materials からの 2 0 0 mm Mirra (登録商標) 研磨ツールを使用して計測されたものである。この研磨ツールは、5 1 cm (20 インチ) の公称直径を有する円形のケミカルメカニカル研磨パッドを受け入れるように設計されている。本明細書の実施例に記載されるようにして、円形の断面を有する研磨層を調製した。そして、これらの研磨層を溝削り加工して、ピッチ 1 2 0 ミル (3.05 mm)、幅 2 0 ミル (0.51 mm) 及び深さ 3 0 ミル (0.76 mm) の寸法を有する複数の同心円形の溝を含む溝パターンを研磨面に提供した。そして、研磨層を貼り合わせてフォームサブパッド層 (Rohm and Haas Electronic Materials CMP Inc. から市販されている SP2 310) にした。

【 0 0 6 1 】

ダイアモンドコンディショニングディスク (Kinik Company 製の DiaGrid (登録商標) AD 3CL-150843-3 パッドコンディショナ) を使用して、以下の加工条件を使用して溝付き研磨層の研磨面を磨耗させた。研磨層の研磨面を、1 0 0 rpm のプラテン速度、1 5 0 cm³/min の脱イオン水流量及び 4 8 . 3 kPa (7 psi) のコンディショニングディスクダウンフォースで 2 時間、ダイアモンドコンディショニングディスクによる連続磨耗に付した。平均溝深さの変化を経時的に計測することによって切削速度を測定した。Zaber Technologies の電動スライドに取り付けた MTI Instruments の Microtrack II レーザ三角測量センサを使用して溝深さ (μm/hr) を計測して、各研磨層の研磨面を中心から外縁までプロファイリングした。スライド上のセンサの掃引速度は 0 . 7 3 2 mm/s であり、センサのサンプリング速度 (計測点 / 掃引 1 mm) は 6 . 3 4 点 / mm であった。表 4 に報告されている切削速度は、研磨層の研磨面上の 2 , 0 0 0 超の点として収集された厚さ計測値に基づく、溝深さの経時的算術平均減少率である。

【 0 0 6 2 】

10

20

30

【表4】

実施例番号	密度 (g/cm ³)	ショア硬さ <u>A</u>	G'@30°C (MPa)	G'@40°C (MPa)	G''@40°C (MPa)	G'@90°C (MPa)	G''@30°C/ G'@90°C (MPa)	引張り強さ (MPa)	引張り 弾性率 (MPa)	引張り 弾性率 (MPa)	引張り 弾性率 (MPa)	切削速度 (μm/hr)
A	0.78	93	43	--	44.0	2.6	1.4	17	191	65	24	34
B	0.88	91	41	--	49.0	3.2	1.9	15	293	95	62	26
1	0.76	56	10	3.2	3.1	0.1	1.0	3	161	4	3	--
2	0.76	83	35	27.8	24.2	2.7	1.4	16	250	46	23	--
3	0.81	48	7	2.2	2.2	0.1	1.1	2	160	3	2	72
4	0.81	57	11	4.6	3.8	0.5	1.5	5	294	5	9	41
5	0.82	62	18	9.0	8.2	0.9	1.3	7	360	13	15	--
6	0.98	61	17	5.0	4.6	0.5	1.1	8	414	7	16	--
7	0.82	75	23	16.8	15.6	1.4	1.3	11	346	26	22	30
8	0.79	79	27	21.4	19.7	1.6	1.4	12	332	36	26	29
9	0.95	83	31	23.2	21.5	1.9	1.2	16	351	40	34	--
10	0.83	56	10	6.0	4.5	0.9	2.8	4	189	6	5	46
11	0.82	75	23	18.6	13.4	3.0	6.0	7	256	31	13	--
12	0.90	61	14	8.2	6.4	1.2	3.1	4	164	8	4	--
13	0.88	72	21	18.1	13.8	3.1	5.1	7	288	24	15	--
14	0.89	77	25	23.6	18.7	3.8	5.2	9	291	33	18	43
15	1.14	78	27	21.2	15.6	3.7	4.7	10	293	23	18	--
16	0.83	55	10	5.6	4.5	0.7	2.0	3	162	4	3	--
17	0.85	57	11	4.6	4.0	0.4	1.7	3	143	4	2	--
18	0.78	70	19	18.0	13.3	2.6	4.7	5	173	23	7	--
19	0.96	73	20	17.9	12.5	2.9	5.4	7	232	23	11	--

フロントページの続き

(51)Int.Cl.	F I
C 0 8 G 18/10	C 0 8 J 5/14 C F F
	C 0 8 G 18/10

(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
(74)代理人 100146031
弁理士 柴田 明夫
(72)発明者 バイニヤン・チャン
アメリカ合衆国、デラウェア 19711、ニューアーク、イー・ペリウインクル・レーン 46
(72)発明者 デービッド・ビー・ジェームズ
アメリカ合衆国、デラウェア 19711、ニューアーク、アロニミンク・ドライブ 221
(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 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

審査官 亀田 貴志

(56)参考文献 特開2006-111700 (JP, A)
特開2010-240770 (JP, A)
特開2005-29617 (JP, A)
特表2007-520617 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
B 2 4 B 3 7 / 1 6 - 3 7 / 2 4
B 2 4 B 5 3 / 0 0
C 0 8 G 1 8 / 1 0
C 0 8 J 5 / 1 4
H 0 1 L 2 1 / 3 0 4
D W P I (T h o m s o n I n n o v a t i o n)