

(19) 日本国特許庁(JP)

## (12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第6870927号  
(P6870927)

(45) 発行日 令和3年5月12日(2021.5.12)

(24) 登録日 令和3年4月19日(2021.4.19)

(51) Int.Cl.

F 1

B 24 B 37/24 (2012.01)  
H 01 L 21/304 (2006.01)B 24 B 37/24  
H 01 L 21/304 622 F

B

請求項の数 3 外国語出願 (全 25 頁)

(21) 出願番号 特願2016-125337 (P2016-125337)  
 (22) 出願日 平成28年6月24日 (2016.6.24)  
 (65) 公開番号 特開2017-52077 (P2017-52077A)  
 (43) 公開日 平成29年3月16日 (2017.3.16)  
 審査請求日 令和1年6月10日 (2019.6.10)  
 (31) 優先権主張番号 14/751,328  
 (32) 優先日 平成27年6月26日 (2015.6.26)  
 (33) 優先権主張国・地域又は機関  
米国(US)

(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

(73) 特許権者 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, エイチ エイチ ダウ ウェイ 2211

(74) 代理人 110001508  
特許業務法人 津国

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】研磨パッドを形成するための気孔率制御方法

## (57) 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

半導体基材、光学基材及び磁性基材の少なくとも一つを平坦化するのに適した研磨パッドを製造する方法であって、

a. 液体ポリマーの液滴を基材に掛けて前記液体ポリマー中に複数の気孔を形成する工程であって、前記液体ポリマーが、前記液体ポリマー内での気孔の成長を促進するのに十分な濃度を有する非イオン性界面活性剤と、前記液体ポリマー内での気孔の成長を抑制するのに十分な濃度を有するイオン性界面活性剤と、を含有し、前記液体ポリマーがポリウレタンである、工程、

b. 前記基材に対する前記液体ポリマーの液滴を、複数の気孔を含有する固体ポリマーへと硬化させて固化させて、研磨パッドを形成する工程、

c. 前記液体ポリマーの液滴を掛ける工程、及び、前記液体ポリマーの液滴を固化させる工程、を複数回繰り返して、前記固体ポリマーの厚さを増す工程、及び

d. 前記固体ポリマーを、前記非イオン性界面活性剤及びイオン性界面活性剤の濃度によって、前記複数の気孔の最終孔径が制御されている、研磨パッドへと硬化させる工程、

e. カチオン性界面活性剤の量を減らして、前記孔径を増加させることにより、前記研磨パッド上に、直接に、サブパッドを形成する工程、

を含む方法。

## 【請求項 2】

前記非イオン性界面活性剤がシリコーン界面活性剤である、請求項 1 記載の方法。

10

20

## 【請求項 3】

前記硬化させる工程が、0.3～0.7g/cm<sup>3</sup>の密度を有する前記研磨パッドを形成する、請求項1記載の方法。

## 【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を形成する方法に関する。より具体的には、本発明は、界面活性剤を使用してケミカルメカニカル研磨パッドを形成する方法に関する。

## 【背景技術】

10

## 【0002】

集積回路及び他の電子装置の作製においては、導体、半導体及び絶縁体の複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、半導体及び絶縁体の薄層は、いくつか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チングがある。

## 【0003】

20

材料層が順次に付着され、除去されるにつれ、ウェーハの最上面は非平坦になる。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。平坦化は、望まれ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のに有用である。

## 【0004】

20

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シング（CMP）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ア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ている研磨パッドの研磨層と接する状態に配置する。キャリヤア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）が研磨パッド上に小出しされ、ウェーハと研磨層との間の間隙に引き込まれる。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き、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。

30

## 【0005】

40

米国特許第8,314,029号において、Hiroseらは、研磨層を製造する方法を開示している。具体的に、Hiroseらは、実質的に球形の気泡を含み、高い厚さ精度を有する研磨パッドを製造する方法であって、機械的発泡法によって気泡分散ウレタン組成物を調製する工程、気泡分散ウレタン組成物を一つの放出口からフェース材料Aの幅方向に実質的に中央の部分に連続的に放出しながらフェース材料Aを供給する工程、フェース材料Bを気泡分散ウレタン組成物上に積層する工程、次いで、気泡分散ウレタン組成物の厚さを厚さ調節手段によって均一に調節する工程、直前の工程で厚さ調節された気泡分散ウレタン組成物を、その組成物にさらなる加重を加えることなく、硬化させて、ポリウレタンフォームを含む研磨シートを形成する工程、及び研磨シートを切断する工程を含む方法を開示している。この方法は、孔径及び孔径分布を制御することが困難であるといえる。また、この複雑な方法は、製造効率を下げるおそれのある汚損問題を引き起こしかねない。

## 【発明の概要】

50

## 【発明が解決しようとする課題】

## 【0006】

それにもかかわらず、孔径及び孔径分布をより良く制御を有する、ケミカルメカニカル研磨パッドのための研磨層を製造するための改善された方法の必要性が絶えずある。特に、必要な全工程数を減らし、完成した研磨パッドの品質を改善する方法（の必要性が絶えずある）。したがって、必要とされるものは、高められた研磨性能及び製造可能性を有するケミカルメカニカル研磨パッドのための研磨層を提供する改善された方法である。

## 【課題を解決するための手段】

## 【0007】

本発明の局面は、半導体基材、光学基材及び磁性基材の少なくとも一つを平坦化するのに適した研磨パッドを製造する方法であって、液体ポリマーの液滴を基材に掛けて液体ポリマー中に複数の気孔を形成する工程であって、液体ポリマーが、液体ポリマー内での気孔の成長を促進するのに十分な濃度を有する非イオン性界面活性剤と、液体ポリマー内での気孔の成長を抑制するのに十分な濃度を有するイオン性界面活性剤とを含有する、工程、基材に対する液体ポリマーの液滴を、複数の気孔を含有する固体ポリマーへと固化させる工程、液体ポリマーの液滴を掛ける工程及び液体ポリマーの液滴を固化させる工程を複数回繰り返して固体基材（ポリマー）の厚さを増す工程、及び固体ポリマーを、非イオン性界面活性剤及びイオン性界面活性剤の濃度によって複数の気孔の最終孔径が制御されている研磨パッドへと硬化させる工程を含む方法を提供する。

## 【0008】

本発明のさらなる局面は、半導体基材、光学基材及び磁性基材の少なくとも一つを平坦化するのに適した研磨パッドを製造する方法であって： 液体ポリマーの液滴を基材に掛けて液体ポリマー中に複数の気孔を形成する工程であって、液体ポリマーが、液体ポリマー内での気孔の成長を促進するのに十分な濃度を有する非イオン性界面活性剤と、液体ポリマー内での気孔の成長を抑制するのに十分な濃度を有するイオン性界面活性剤とを含有する、工程； 隣接する気孔を接続して、相互接続された気孔のネットワークを液体ポリマー中に形成する工程； 基材に対する液体ポリマーの液滴を、複数の気孔を含有する固体ポリマーへと固化させる工程； 液体ポリマーの液滴を掛ける工程、隣接する気孔を接続する工程及び液体ポリマーの液滴を固化させる工程を複数回繰り返して固体基材（ポリマー）の厚さを増す工程、及び固体ポリマーを、非イオン性界面活性剤及びイオン性界面活性剤の濃度によって複数の気孔の最終孔径が制御されている研磨パッドへと硬化させる工程を含む方法を提供する。

## 【図面の簡単な説明】

## 【0009】

【図1】本発明の方法に使用するための型の斜視図である。

【図2】本発明の方法に使用するための軸混合装置の側面図である。

【図3】図2のA-A線から見た断面図である。

【図4】本発明の型の中で形成されたケミカルメカニカル研磨パッド研磨層の側面図である。

【図5】本発明のケミカルメカニカル研磨パッド研磨層の斜視図である。

【図6】ケミカルメカニカル研磨パッド研磨層の研磨面に形成された溝パターンの平面図である。

【図7】ケミカルメカニカル研磨パッド研磨層の研磨面に形成された溝パターンの平面図である。

【図8】図7のC-C線から見た断面図である。

【図9】ケミカルメカニカル研磨パッド研磨層の研磨面に形成された溝パターンの平面図である。

【図10】ケミカルメカニカル研磨パッド研磨層の研磨面に形成された溝パターンの平面図である。

【図11】図2のB-B線から見た断面図である。

10

20

30

40

50

【図12】本発明の非イオン性界面活性剤とカチオン性界面活性剤との組み合わせを用いて形成された研磨パッドのSEM断面図である。

【図13】本発明の非イオン性界面活性剤とカチオン性界面活性剤との組み合わせを用いて形成された研磨パッドのSEM断面図である。

【図14】非イオン性界面活性剤を用いて形成された研磨パッドのSEM断面図である。

【図15】本発明の非イオン性界面活性剤とカチオン性界面活性剤との組み合わせを用いて形成された研磨パッドのSEM断面図である。

【発明を実施するための形態】

【0010】

詳細な説明

10

ケミカルメカニカル研磨層を形成するための様々な従来法、たとえば流込み成形法（すなわち、複数の研磨層へとスカイビングされるケーキを形成する）及び発泡法は、処理を促進するために十分に長いゲル化時間を要する。発泡法及び流込み成形法は、形成された研磨層の表面に最終的な溝パターンを機械加工することを要する。本発明の方法は、研磨層の研磨面に形成される溝パターンの質を大きく改善し、多くの従来の研磨層製造法によって求められるような、完成した研磨層に溝パターンを機械加工する必要性を除く。本発明の方法はまた、従来技術に固有の制約（すなわちゲル化時間の制約）を考慮すると、従来の研磨層製造法に適当であろう組成範囲よりも広い組成範囲を可能にする。

【0011】

明細書及び特許請求の範囲の中で型キャビティ（20）に関して使用される「実質的に円形の断面」とは、x-y面（30）上で型キャビティの中心軸C<sub>axis</sub>（22）から周囲壁（15）の垂直内部境界（18）まで投影された型キャビティ（20）の最長半径r<sub>c</sub>が、x-y面（30）上で型キャビティの中心軸C<sub>axis</sub>（22）から垂直内部境界（18）まで投影された型キャビティ（20）の最短半径r<sub>c</sub>よりも20%しか長くないことを意味する（図1を参照）。

20

【0012】

明細書及び特許請求の範囲の中で使用される「型キャビティ」とは、ベース（12）と周囲壁（15）の垂直内部境界（18）とによって画定される容積を示す（図1及び4を参照）。

【0013】

30

明細書及び特許請求の範囲の中で第一の機構（たとえば水平内部境界、垂直内部境界）を第二の機構（たとえば軸、x-y面）に関して使用される「実質的に垂直」とは、第一の機構が第二の機構に対して80~100°の角度にあることを意味する。

【0014】

明細書及び特許請求の範囲の中で第一の機構（たとえば水平内部境界、垂直内部境界）を第二の機構（たとえば軸、x-y面）に関して使用される「本質的に垂直」とは、第一の機構が第二の機構に対して85~95°の角度にあることを意味する。

【0015】

明細書及び特許請求の範囲の中で、研磨面（95）を有するケミカルメカニカル研磨パッド研磨層（90）に関して使用される「平均厚さT<sub>p-avg</sub>」とは、研磨面（95）に対して垂直な方向に、ケミカルメカニカル研磨パッド研磨層（90）の研磨面（95）から下面（92）までの平均厚さT<sub>p</sub>を意味する（図5を参照）。

40

【0016】

明細書及び特許請求の範囲の中でケミカルメカニカル研磨パッド研磨層（90）に関して使用される「実質的に円形の断面」とは、ケミカルメカニカル研磨パッド研磨層（90）の中心軸（98）からケミカルメカニカル研磨パッド研磨層（90）の研磨面（95）の外周（110）までの断面の最長半径r<sub>p</sub>が、中心軸（98）から研磨面（95）の外周（110）までの断面の最短半径r<sub>p</sub>よりも20%しか長くないことを意味する（図5を参照）。

【0017】

50

本発明のケミカルメカニカル研磨パッド研磨層(90)は、好ましくは、中心軸(98)を中心に回転するように適合されている(図5を参照)。好ましくは、ケミカルメカニカル研磨パッド研磨層(90)の研磨面(95)は、中心軸(98)に対して垂直な平面(99)にある。好ましくは、ケミカルメカニカル研磨パッド研磨層(90)は、中心軸(98)に対して85~95°、好ましくは中心軸(98)に対して90°の角度にある平面(99)において回転するように適合されている。好ましくは、ケミカルメカニカル研磨パッド研磨層(90)は、中心軸(98)に対して垂直な実質的に円形の断面を有する研磨面(95)を有する。好ましくは、中心軸(98)に対して垂直な研磨面(95)の断面の半径 $r_p$ 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。

10

## 【0018】

本明細書及び特許請求の範囲の中で、本発明の軸混合装置中で形成されるポリ(P)側液体成分とイソ(I)側液体成分との混合物に関して使用される「ゲル化時間」とは、ASTM D 3795-00a(2006年再承認)(Standard Test Method for Thermal Flow, Cure, and Behavior Properties of Pourable Thermosetting Materials by Torque Rheometer)にしたがって標準試験法を使用して測定される、その混合物の全硬化時間を意味する。

## 【0019】

本明細書及び特許請求の範囲の中で使用される「ポリ(ウレタン)」とは、(a)(i)イソシアネート類と(ii)ポリオール類(ジオール類を含む)との反応から形成されるポリウレタン類、ならびに(b)(i)イソシアネート類と(ii)ポリオール類(ジオール類を含む)及び(iii)水、アミン類又は水とアミン類との混合物との反応から形成されるポリ(ウレタン)を包含する。

20

## 【0020】

好ましくは、本発明のケミカルメカニカル研磨パッド研磨層を形成する方法は、ベース(12)を有する型(10)を提供する工程であって、型(10)のベース(12)が、その中に形成された溝パターン(100)のネガ型(14)を有する、工程、(P)側ポリオール類、(P)側ポリアミン類及び(P)側アミノアルコール類の少なくとも一つを含むポリ(P)側液体成分を提供する工程、少なくとも一つの多官能イソシアネート類を含むイソ(I)側液体成分を提供する工程、加圧ガスを提供する工程、内部円柱形チャンバ(65)を有する軸混合装置(60)を提供する工程であって、内部円柱形チャンバ(65)が、閉止端(62)、開放端(68)、対称軸(70)、内部円柱形チャンバ(65)に通じる少なくとも一つの(P)側液体供給ポート(75)、内部円柱形チャンバ(65)に通じる少なくとも一つの(I)側液体供給ポート(80)、及び内部円柱形チャンバ(65)に通じる少なくとも一つの(好ましくは少なくとも二つの)接線方向加圧ガス供給ポート(85)を有し、閉止端(62)及び開放端(68)が内部円柱形チャンバ(65)の対称軸(70)に対して垂直であり、少なくとも一つの(P)側液体供給ポート(75)及び少なくとも一つの(I)側液体供給ポート(80)が、閉止端(62)に近い内部円柱形チャンバ(65)の周囲(67)に沿って配置され、少なくとも一つの(好ましくは少なくとも二つの)接線方向加圧ガス供給ポート(85)が、閉止端(62)から少なくとも一つの(P)側液体供給ポート(75)及び少なくとも一つの(I)側液体供給ポート(80)より下流で内部円柱形チャンバ(65)の周囲(67)に沿って配置され、ポリ(P)側液体成分が、少なくとも一つの(P)側液体供給ポート(75)を介して6,895~27,600kPaの(P)側チャージ圧で内部円柱形チャンバ(65)に導入され、イソ(I)側液体成分が、少なくとも一つの(I)側液体供給ポート(80)を介して6,895~27,600kPaの(I)側チャージ圧で内部円柱形チャンバ(65)に導入され、内部円柱形チャンバ(65)へのポリ(P)側液体成分とイソ(I)側液体成分との合計質量流量が6~500g/s(好ましくは6~250g/s、より好ましくは6~100g/s、もっとも好ましくは6~25g/s)であり、ポリ(P)側液体成分、イソ(I)側液体成分及び加圧ガスが内部円柱形チャンバ(65)内で混ぜ合わされて混

30

40

50

合物を形成し、加圧ガスが、少なくとも一つの（好ましくは少なくとも二つの）接線方向加圧ガス供給ポート（85）を介して150～1,500kPaの供給圧で内部円柱形チャンバ（65）に導入され、内部円柱形チャンバ（65）への加圧ガスの入口速度が90～600m/sである、工程、混合物を内部円柱形チャンバ（65）の開放端（68）から型（10）のベース（12）に向けて10～300m/secの速度で放出する工程、混合物をケーキへと固化させる工程、ケーキを型（10）から分離させる工程、及びケーキからケミカルメカニカル研磨パッド研磨層（90）を得る工程であって、ケミカルメカニカル研磨パッド研磨層（90）が、研磨面（95）に形成された溝パターン（100）を有する研磨面（95）を有し、研磨面（95）が基材を研磨するように適合されている、工程を含む。

10

#### 【0021】

好ましくは、本発明の方法に使用される型（10）のベース（12）は溝パターンのネガ型（14）を画定し、溝パターン（100）はケミカルメカニカル研磨パッド研磨層（90）の研磨面（95）に転写される。好ましくは、型（10）のベース（12）は、平均半径 $r_c$ （好ましくは $r_c$ は20～100cmであり、より好ましくは $r_c$ は25～65cmであり、もっとも好ましくは $r_c$ は40～60cmである）を有する実質的に円形の断面を有する（図1及び4を参照）。

#### 【0022】

好ましくは、本発明の方法に使用される型（10）は周囲壁（15）を有することができる。好ましくは、周囲壁は、x-y面（30）に対して実質的に垂直である型キャビティ（20）の垂直内部境界（18）を画定する。より好ましくは、周囲壁は、x-y面（30）に対して本質的に垂直である型キャビティ（20）の垂直内部境界（18）を画定する（図1及び4を参照）。

20

#### 【0023】

好ましくは、型キャビティ（20）は、z軸と一致し、中心点（21）で型（10）のベース（12）の水平内部境界（14）と交差する中心軸 $C_{axis}$ （22）を有する。好ましくは、中心点（21）は、x-y面（30）に投影された型キャビティ（20）の断面 $C_{x-sect}$ （24）の幾何学的中心に位置する（図1を参照）。

#### 【0024】

好ましくは、x-y面（30）に投影された型キャビティの断面 $C_{x-sect}$ （24）は規則的又は不規則な二次元形状であることができる。好ましくは、型キャビティの断面 $C_{x-sect}$ （24）は多角形及び橢円から選択される。より好ましくは、型キャビティの断面 $C_{x-sect}$ （24）は、平均半径 $r_c$ （好ましくは $r_c$ は20～100cmであり、より好ましくは $r_c$ は25～65cmであり、もっとも好ましくは $r_c$ は40～60cmである）を有する実質的に円形の断面である。もっとも好ましくは、型キャビティ（20）は、実質的に円形の断面 $C_{x-sect}$ を有する直円柱形領域を近似し、型キャビティは、型キャビティの中心軸 $C_{axis}$ （22）と一致する対称軸 $C_{x-sym}$ （25）を有し、直円柱形領域は、次式によつて求められる断面積 $C_{x-area}$ を有する。

30

#### 【0025】

#### 【数1】

40

$$C_{x-area} = \pi r_c^2,$$

#### 【0026】

式中、 $r_c$ は、x-y面（30）に投影された型キャビティの断面積 $C_{x-area}$ の平均半径であり、 $r_c$ は20～100cm（より好ましくは25～65cm、もっとも好ましくは40～60cm）である（図1及び4を参照）。

#### 【0027】

好ましくは、本発明の方法に使用される軸混合装置（60）は内部円柱形チャンバ（65）を有する。好ましくは、内部円柱形チャンバ（65）は閉止端（62）及び開放端（68）を有する。好ましくは、閉止端（62）及び開放端（68）はそれぞれ内部円柱形

50

チャンバ(65)の対称軸(70)に対して実質的に垂直である。より好ましくは、閉止端(62)及び開放端(68)はそれぞれ内部円柱形チャンバ(65)の対称軸(70)に対して本質的に垂直である。もっとも好ましくは、閉止端(62)及び開放端(68)はそれぞれ内部円柱形チャンバ(65)の対称軸(70)に対して垂直である(図2、3及び11を参照)。

【0028】

好ましくは、本発明の方法に使用される軸混合装置(60)は、対称軸(70)を有する内部円柱形チャンバ(65)を有し、開放端(68)は円形の開口(69)を有する。より好ましくは、本発明の方法に使用される軸混合装置(60)は、対称軸(70)を有する内部円柱形チャンバ(65)を有し、開放端(68)は円形の開口(69)を有し、円形の開口(69)は内部円柱形チャンバ(65)と同心的である。もっとも好ましくは、本発明の方法に使用される軸混合装置(60)は、対称軸(70)を有する内部円柱形チャンバ(65)を有し、開放端(68)は円形の開口(69)を有し、円形の開口(69)は内部円柱形チャンバ(65)と同心的であり、円形の開口(69)は内部円柱形チャンバ(65)の対称軸(70)に対して垂直である。好ましくは、円形の開口(69)は1~10mm(より好ましくは1.5~7.5mm、さらに好ましくは2~6mm、もっとも好ましくは2.5~3.5mm)の直径を有する(図2、3及び11を参照)。

【0029】

好ましくは、本発明の方法に使用される軸混合装置(60)は、内部円柱形チャンバ(65)に通じる少なくとも一つの(P)側液体供給ポート(75)を有する。より好ましくは、本発明の方法に使用される軸混合装置(60)は、内部円柱形チャンバ(65)に通じる少なくとも二つの(P)側液体供給ポート(75)を有する。好ましくは、本発明の方法に使用される軸混合装置(60)は、内部円柱形チャンバ(65)に通じる少なくとも二つの(P)側液体供給ポート(75)を有し、少なくとも二つの(P)側液体供給ポート(75)は内部円柱形チャンバ(65)の周囲(67)に沿って均等に配置されている。より好ましくは、本発明に使用される軸混合装置(60)が、内部円柱形チャンバ(65)に通じる少なくとも二つの(P)側液体供給ポート(75)を有する場合、少なくとも二つの(P)側液体供給ポート(75)は、内部円柱形チャンバ(65)の周囲(67)に沿って均等に配置され、内部円柱形チャンバ(65)の閉止端(62)から等しい距離にある。好ましくは、少なくとも一つの(P)側液体供給ポートは、0.05~3mm(好ましくは0.1~0.1mm、より好ましくは0.15~0.5mm)の内径を有するオリフィスを介して内部円柱形チャンバ(65)に通じる。好ましくは、少なくとも一つの(P)側液体供給ポートは、内部円柱形チャンバ(65)に通じ、内部円柱形チャンバ(65)の対称軸(70)に向けられる。より好ましくは、少なくとも一つの(P)側液体供給ポートは、内部円柱形チャンバ(65)に通じ、内部円柱形チャンバ(65)の対称軸(70)に対して本質的に垂直に向けられる。もっとも好ましくは、少なくとも一つの(P)側液体供給ポートは、内部円柱形チャンバ(65)に通じ、内部円柱形チャンバ(65)の対称軸(70)に対して垂直に向けられる。

【0030】

好ましくは、本発明の方法に使用される軸混合装置(60)は、内部円柱形チャンバ(65)に通じる少なくとも一つの(I)側液体供給ポート(80)を有する。より好ましくは、本発明の方法に使用される軸混合装置(60)は、内部円柱形チャンバ(65)に通じる少なくとも二つの(I)側液体供給ポート(80)を有する。好ましくは、本発明の方法に使用される軸混合装置(60)は、内部円柱形チャンバ(65)に通じる少なくとも二つの(I)側液体供給ポート(80)を有し、少なくとも二つの(I)側液体供給ポート(80)は内部円柱形チャンバ(65)の周囲(67)に沿って均等に配置されている。より好ましくは、本発明に使用される軸混合装置(60)が、内部円柱形チャンバ(65)に通じる少なくとも二つの(I)側液体供給ポート(80)を有する場合、少なくとも二つの(I)側液体供給ポート(80)は、内部円柱形チャンバ(65)の周囲(67)に沿って均等に配置され、内部円柱形チャンバ(65)の閉止端(62)から等しい距離にある。好ましくは、少なくとも一つの(I)側液体供給ポートは、0.05~3mm(好ましくは0.1~0.1mm、より好ましくは0.15~0.5mm)の内径を有するオリフィスを介して内部円柱形チャンバ(65)に通じる。好ましくは、少なくとも一つの(I)側液体供給ポートは、内部円柱形チャンバ(65)に通じ、内部円柱形チャンバ(65)の対称軸(70)に向けられる。より好ましくは、少なくとも一つの(I)側液体供給ポートは、内部円柱形チャンバ(65)に通じ、内部円柱形チャンバ(65)の対称軸(70)に対して本質的に垂直に向けられる。

10

20

30

40

50

い距離にある。好ましくは、少なくとも一つの(I)側液体供給ポートは、0.05~3mm(好ましくは0.1~0.1mm、より好ましくは0.15~0.5mm)の内径を有するオリフィスを介して内部円柱形チャンバ(65)に通じる。好ましくは、少なくとも一つの(I)側液体供給ポートは、0.05~1mm(好ましくは0.1~0.75mm、より好ましくは0.15~0.5mm)の内径を有するオリフィスを介して内部円柱形チャンバ(65)に通じる。好ましくは、少なくとも一つの(I)側液体供給ポートは、内部円柱形チャンバ(65)に通じ、内部円柱形チャンバ(65)の対称軸(70)に向けられる。より好ましくは、少なくとも一つの(I)側液体供給ポートは、内部円柱形チャンバ(65)に通じ、内部円柱形チャンバ(65)の対称軸(70)に対して本質的に垂直に向けられる。もっとも好ましくは、少なくとも一つの(I)側液体供給ポートは、内部円柱形チャンバ(65)に通じ、内部円柱形チャンバ(65)の対称軸(70)に対して垂直に向けられる。10

#### 【0031】

好ましくは、本発明の方法に使用される軸混合装置(60)は、内部円柱形チャンバ(65)に通じる少なくとも一つの(P)側液体供給ポート(75)及び内部円柱形チャンバ(65)に通じる少なくとも一つの(I)側液体供給ポート(80)を有し、少なくとも一つの(P)側液体供給ポート(75)及び少なくとも一つの(I)側液体供給ポート(80)は内部円柱形チャンバ(65)の周囲(67)に沿って均等に配置されている。より好ましくは、本発明の方法に使用される軸混合装置(60)は、内部円柱形チャンバ(65)に通じる少なくとも一つの(P)側液体供給ポート(75)及び内部円柱形チャンバ(65)に通じる少なくとも一つの(I)側液体供給ポート(80)を有し、少なくとも一つの(P)側液体供給ポート(75)及び少なくとも一つの(I)側液体供給ポート(80)は、内部円柱形チャンバ(65)の周囲(67)に沿って均等に配置され、内部円柱形チャンバ(65)の閉止端(62)から等しい距離にある。20

#### 【0032】

好ましくは、本発明の方法に使用される軸混合装置(60)は、内部円柱形チャンバ(65)に通じる少なくとも二つの(P)側液体供給ポート(75)及び内部円柱形チャンバ(65)に通じる少なくとも二つの(I)側液体供給ポート(80)を有する。好ましくは、本発明の方法に使用される軸混合装置(60)が、内部円柱形チャンバ(65)に通じる少なくとも二つの(P)側液体供給ポート(75)及び内部円柱形チャンバ(65)に通じる少なくとも二つの(I)側液体供給ポート(80)を有する場合、少なくとも二つの(P)側液体供給ポート(75)は内部円柱形チャンバ(65)の周囲(67)に沿って均等に配置され、少なくとも二つの(I)側液体供給ポート(80)は内部円柱形チャンバ(65)の周囲(67)に沿って均等に配置されている。好ましくは、本発明の方法に使用される軸混合装置(60)が、内部円柱形チャンバ(65)に通じる少なくとも二つの(P)側液体供給ポート(75)及び内部円柱形チャンバ(65)に通じる少なくとも二つの(I)側液体供給ポート(80)を有する場合、(P)側液体供給ポート(75)及び(I)側液体供給ポート(80)は内部円柱形チャンバ(65)の周囲(67)に沿って交互に位置する。より好ましくは、本発明の方法に使用される軸混合装置(60)が、内部円柱形チャンバ(65)に通じる少なくとも二つの(P)側液体供給ポート(75)及び内部円柱形チャンバ(65)に通じる少なくとも二つの(I)側液体供給ポート(80)を有する場合、(P)側液体供給ポート(75)及び(I)側液体供給ポート(80)は、内部円柱形チャンバ(65)の周囲(67)に沿って交互に位置し、均等に離間する。もっとも好ましくは、本発明の方法に使用される軸混合装置(60)が、内部円柱形チャンバ(65)に通じる少なくとも二つの(P)側液体供給ポート(75)及び内部円柱形チャンバ(65)に通じる少なくとも二つの(I)側液体供給ポート(80)を有する場合、(P)側液体供給ポート(75)及び(I)側液体供給ポート(80)は、内部円柱形チャンバ(65)の周囲(67)に沿って交互に位置し、均等に離間し、(P)側液体供給ポート(75)及び(I)側液体供給ポート(80)はすべて内部円柱形チャンバ(65)の閉止端(62)から等しい距離にある。304050

## 【0033】

好ましくは、本発明の方法に使用される軸混合装置(60)は、内部円柱形チャンバ(65)に通じる少なくとも一つの接線方向加圧ガス供給ポート(85)を有する。より好ましくは、本発明の方法に使用される軸混合装置(60)は、内部円柱形チャンバ(65)に通じる少なくとも一つの接線方向加圧ガス供給ポート(85)を有し、少なくとも一つの接線方向加圧ガス供給ポート(85)は、閉止端(62)から少なくとも一つの(P)側液体供給ポート(75)及び少なくとも一つの(I)側液体供給ポート(80)より下流で内部円柱形チャンバ(65)の周囲に沿って配置されている。さらに好ましくは、本発明の方法に使用される軸混合装置(60)は、内部円柱形チャンバ(65)に通じる少なくとも二つの接線方向加圧ガス供給ポート(85)を有し、少なくとも二つの接線方向加圧ガス供給ポート(85)は、閉止端(62)から少なくとも一つの(P)側液体供給ポート(75)及び少なくとも一つの(I)側液体供給ポート(80)より下流で内部円柱形チャンバ(65)の周囲に沿って配置されている。なおさらに好ましくは、本発明の方法に使用される軸混合装置(60)は、内部円柱形チャンバ(65)に通じる少なくとも二つの接線方向加圧ガス供給ポート(85)を有し、少なくとも二つの接線方向加圧ガス供給ポート(85)は、閉止端(62)から少なくとも一つの(P)側液体供給ポート(75)及び少なくとも一つの(I)側液体供給ポート(80)より下流で内部円柱形チャンバ(65)の周囲に沿って配置され、少なくとも二つの接線方向加圧ガス供給ポート(85)は内部円柱形チャンバ(65)の周囲(67)に沿って均等に配置されている。もっとも好ましくは、本発明の方法に使用される軸混合装置(60)は、内部円柱形チャンバ(65)に通じる少なくとも二つの接線方向加圧ガス供給ポート(85)を有し、少なくとも二つの接線方向加圧ガス供給ポート(85)は、閉止端(62)から少なくとも一つの(P)側液体供給ポート(75)及び少なくとも一つの(I)側液体供給ポート(80)より下流で内部円柱形チャンバ(65)の周囲に沿って配置され、少なくとも二つの接線方向加圧ガス供給ポート(85)は、内部円柱形チャンバ(65)の周囲(67)に沿って均等に配置され、内部円柱形チャンバ(65)の閉止端(62)から等しい距離にある。好ましくは、少なくとも一つの接線方向加圧ガス供給ポートは、0.1~5mm(好ましくは0.3~3mm、より好ましくは0.5~2mm)の限界寸法を有するオリフィスを介して内部円柱形チャンバ(65)に通じる。好ましくは、少なくとも一つの接線方向加圧ガス供給ポートは、内部円柱形チャンバ(65)に通じ、内部円柱形チャンバ(65)の内周に沿って接線方向に向けられる。より好ましくは、少なくとも一つの接線方向加圧ガス供給ポートは、内部円柱形チャンバ(65)に通じ、内部円柱形チャンバ(65)の内周に沿って接線方向に向けられ、内部円柱形チャンバ(65)の対称軸(70)に対して本質的に垂直である面にある。もっとも好ましくは、少なくとも一つの接線方向加圧ガス供給ポートは、内部円柱形チャンバ(65)に通じ、内部円柱形チャンバ(65)の内周に沿って接線方向に向けられ、内部円柱形チャンバ(65)の対称軸(70)に対して垂直である面にある。

## 【0034】

好ましくは、本発明の方法において、ポリ(P)側液体成分は、(P)側ポリオール類、(P)側アミノ化合物の少なくとも一つを硬化剤又は連鎖延長剤として含み、また、アミノ官能基及びヒドロキシル官能基の両方を有する化合物が含まれる。

## 【0035】

好ましくは、(P)側ポリオール類は、ジオール類、トリオール類、多官能ポリオール類、それらのポリマー及びそれらの混合物からなる群から選択される。より好ましくは、(P)側ポリオール類は、ポリエーテルポリオール類(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類、ポリエステルポリオール類、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

10

20

30

40

50

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から選択される一つ以上の低分子量ポリオール類とのそれらの混合物からなる群から選択される。さらに好ましくは、少なくとも一つの( P )側ポリオール類は、ポリテトラメチレンエーテルグリコール( P T M E G )、エステル系ポリオール類( たとえばポリ(エチレンアジペート)、ポリ(ブチレンアジペート)ポリオール類)、ポリプロピレンエーテルグリコール類( P P G )、ポリカプロラクトンポリオール類、ポリカーボネートポリオール類、それらのコポリマー及びそれらの混合物からなる群から選択される。

## 【 0 0 3 6 】

好ましくは、本発明の方法において、使用されるポリ( P )側液体成分は少なくとも一つの( P )側ポリオール類を含み、少なくとも一つの( P )側ポリオールは、2 , 5 0 0 ~ 1 0 0 , 0 0 0 の数平均分子量  $M_N$  を有する高分子量ポリオール類を含む。より好ましくは、使用される高分子量ポリオール類は、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 7 】

好ましくは、本発明の方法において、使用されるポリ( P )側液体成分は少なくとも一つの( P )側ポリオール類を含み、少なくとも一つの( P )側ポリオール類は、1分子あたり平均3 ~ 1 0 個のヒドロキシル基を有する高分子量ポリオール類を含む。より好ましくは、使用される高分子量ポリオール類は、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 8 】

市販の高分子量ポリオール類の例は、Specflex(登録商標)ポリオール類、Voranol(登録商標)ポリオール類及びVoralux(登録商標)ポリオール類( 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Ultrace(登録商標)フレキシブルポリオール( Bayer MaterialScience LLCから市販)ならびに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類を表1に挙げる。

## 【 0 0 3 9 】

## 【表1】

表1

高分子量ポリオール類	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

## 【 0 0 4 0 】

好ましくは、( P )側アミノ化合物は、ジアミン類及び他の多官能アミン類からなる群から選択される。より好ましくは、( P )側アミノ化合物は、芳香族ジアミン類及び他の多官能芳香族アミン類、たとえば4 , 4 - メチレン - ビス - o - クロロアニリン(「M

10

20

30

40

50

b O C A」)、4,4'-メチレン-ビス-(3-クロロ-2,6-ジエチルアニリン)(「M C D E A」)、ジメチルチオトルエンジアミン、トリメチレングリコールジ-p-アミノベンゾエート、ポリテトラメチレンオキシドジ-p-アミノベンゾエート、ポリテトラメチレンオキシドモノ-p-アミノベンゾエート、ポリプロピレンオキシドジ-p-アミノベンゾエート、ポリプロピレンオキシドモノ-p-アミノベンゾエート、1,2-ビス(2-アミノフェニルチオ)エタン、4,4'-メチレン-ビス-アニリン、ジエチルトルエンジアミン、5-tert-ブチル-2,4-トルエンジアミン、3-tert-ブチル-2,6-トルエンジアミン、5-tert-アミル-2,4-トルエンジアミン及び3-tert-アミル-2,6-トルエンジアミン及びクロロトルエンジアミンからなる群から選択される。

10

## 【0041】

多くの場合、アミノ基及びヒドロキシル基の両方を含む化合物が、独特の性質を有するケミカルメカニカル研磨パッドを提供するのに役立つことができる。好ましくは、(P)側アミノアルコール類は、アミン開始ポリオール類からなる群から選択される。より好ましくは、(P)側アミノアルコール類は、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)の窒素原子を含むアミン開始ポリオール類からなる群から選択される。好ましくは、(P)側アミノアルコール類は、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アミン開始ポリオール類からなる群から選択される。より好ましくは、(P)側アミノアルコール類は、1分子あたり平均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アミン開始ポリオール類からなる群から選択される。特に好ましいアミン開始ポリオール類は、700(好ましくは150~650)、より好ましくは200~500、もっとも好ましくは250~300)の数平均分子量M<sub>N</sub>(を有し)、350~1,200mgKOH/gのヒドロキシル価(ASTM試験法D4274-11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類は400~1,000mgKOH/g(もっとも好ましくは600~850mgKOH/g)のヒドロキシル価を有する。市販されているアミン開始ポリオール類の例は、Voranol(登録商標)ファミリーのアミン開始ポリオール類(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類(BASFから市販)、Multranol(登録商標)アミン系ポリオール類(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)、エタノールアミン、ジエタノールアミン、ジイソプロパノールアミン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類を表2に挙げる。

20

## 【0042】

30

【表2】

表2

アミン開始ポリオール類	1分子あたり OH基の数	M <sub>N</sub>	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

10

20

## 【0043】

好ましくは、本発明の方法において、ポリ(P)側液体成分は、少なくとも一つの(P)側液体供給ポート(75)を介して6,895~27,600kPaの(P)側チャージ圧で内部円柱形チャンバ(65)に導入される。より好ましくは、ポリ(P)側液体成分は、少なくとも一つの(P)側液体供給ポート(75)を介して8,000~20,000kPaの(P)側チャージ圧で内部円柱形チャンバ(65)に導入される。もっとも好ましくは、ポリ(P)側液体成分は、少なくとも一つの(P)側液体供給ポート(75)を介して10,000~17,000kPaの(P)側チャージ圧で内部円柱形チャンバ(65)に導入される。

## 【0044】

30

好ましくは、本発明の方法において、イソ(I)側液体成分は少なくとも一つの多官能イソシアネート類を含む。好ましくは、少なくとも一つの多官能イソシアネート類は二つの反応性イソシアネート基(すなわちNCO)を含む。

## 【0045】

好ましくは、少なくとも一つの多官能イソシアネート類は、脂肪族多官能イソシアネート類、芳香族多官能イソシアネート類及びそれらの混合物からなる群から選択される。より好ましくは、多官能イソシアネート類は、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、ナフタレンジ-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から選択されるジイソシアネート類である。さらに好ましくは、少なくとも一つの多官能イソシアネート類は、ジイソシアネート類とプレポリマー・ポリオール類との反応によって形成される末端イソシアネート修飾ウレタンプレポリマーである。

40

## 【0046】

好ましくは、少なくとも一つの多官能イソシアネート類は末端イソシアネート修飾ウレタンプレポリマーであり、末端イソシアネート修飾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、本発明の方法に使用される末端イソシアネート修飾ウレタンプレポリマーは2~10重量%(さらに好ましく

50

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。

【0047】

好ましくは、使用される末端イソシアネート修飾ウレタンプレポリマーは、ジイソシアネート類とプレポリマーポリオール類との反応生成物であり、プレポリマーポリオール類は、ジオール類、トリオール類、ポリオール類、ポリオールジオール類、それらのコポリマー及びそれらの混合物からなる群から選択される。より好ましくは、プレポリマーポリオール類は、ポリエーテルポリオール類(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類、ポリエステルポリオール類、ポリカプロラクトンポリオール類、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から選択される一つ以上の低分子量ポリオール類とのそれらの混合物からなる群から選択される。さらに好ましくは、プレポリマーポリオール類は、ポリテトラメチレンエーテルグリコール(PTMEG)、エステル系ポリオール類(たとえばポリ(エチレンアジペート)、ポリ(ブチレンアジペート)ポリオール類、ポリプロピレンエーテルグリコール類(PPG)、ポリエチレンエーテルグリコール類、ポリカプロラクトンポリオール類、それらのコポリマー及びそれらの混合物からなる群から選択される。もっとも好ましくは、プレポリマーポリオール類は、PTMEG及びPPGからなる群から選択される。

【0048】

好ましくは、プレポリマーポリオール類がPTMEGである場合、末端イソシアネート修飾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系の末端イソシアネート修飾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。

【0049】

好ましくは、プレポリマーポリオール類がPPGである場合、末端イソシアネート修飾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系の末端イソシアネート修飾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。

【0050】

好ましくは、本発明の方法に使用される末端イソシアネート修飾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で末端修飾されたウレタンプレポリマーである。

【0051】

また、非TDI系の末端イソシアネート修飾ウレタンプレポリマーを本発明の方法に使

10

20

30

40

50

用することもできる。たとえば、末端イソシアネート修飾ウレタンプレポリマーは、4, 4-ジフェニルメタンジイソシアネート(MDI)及びポリオール類、たとえばポリテトラメチレングリコール(PTMEG)と、任意選択のジオール類、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(が許容できる)。そのような末端イソシアネート修飾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末端イソシアネート修飾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、IE 10 85AP、IE90AP、IE95AP、IE98AP)、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)、Isonate(登録商標)改質プレポリマー(The Dow Chemical Companyから市販されている、たとえば、NCO 18.7%のIsonate(登録商標)240、NCO 23%のIsonate(登録商標)181、NCO 29.2%のIsonate(登録商標)143L)及びポリマーMDI(The Dow Chemical Companyから市販されている、たとえばPAPI(登録商標)20、27、94、95、580N、901)を含む。

#### 【0052】

好ましくは、本発明の方法において、イソ(I)側液体成分は、少なくとも一つの(I)側液体供給ポート(80)を介して6,895~27,600kPaの(I)側チャージ圧で内部円柱形チャンバ(65)に導入される。より好ましくは、イソ(I)側液体成分は、少なくとも一つの(I)側液体供給ポート(80)を介して8,000~20,000kPaの(I)側チャージ圧で内部円柱形チャンバ(65)に導入される。もっとも好ましくは、イソ(I)側液体成分は、少なくとも一つの(I)側液体供給ポート(80)を介して10,000~17,000kPaの(I)側チャージ圧で内部円柱形チャンバ(65)に導入される。

#### 【0053】

好ましくは、本発明の方法において、ポリ(P)側液体成分及びイソ(I)側液体成分の少なくとも一つは、任意選択で、さらなる液体物質を含有することができる。たとえば、ポリ(P)側液体成分及びイソ(I)側液体成分の少なくとも一つは、発泡剤(たとえばカルバメート発泡剤、たとえば、The Dow Chemical Companyから市販されているSpeciflex(商標)NR556CO<sub>2</sub>/脂肪族アミンアダクト)、触媒(たとえば第三級アミン触媒、たとえば、Air Products, Inc.から市販されているDabco(登録商標)33LV触媒)及び界面活性剤(たとえば、Momentiveから市販されているNiaxシロキサン-ポリエーテル界面活性剤及びEvonikから市販されているTegostab(登録商標)シリコーン界面活性剤)からなる群から選択される液体物質を含有することができる。好ましくは、本発明の方法において、イソ(I)側液体成分はさらなる液体物質を含有する。より好ましくは、本発明の方法において、イソ(I)側液体成分はさらなる液体物質を含有し、さらなる液体物質は触媒及び界面活性剤の少なくとも一つである。もっとも好ましくは、本発明の方法において、イソ(I)側液体成分は触媒及び非イオン性界面活性剤を含有し、ポリ(P)側液体成分はイオン性界面活性剤を含有する。非イオン性界面活性剤は孔径を増大させ、気孔成長をシードすることによって気孔分布を改善する。イオン性界面活性剤は気孔率制御のために気孔成長を抑制する。非イオン性界面活性剤レベルとイオン性界面活性剤レベルとのバランスがケミカルメカニカル研磨パッド中の孔径及び気孔構造を制御する。

#### 【0054】

好ましくは、非イオン性界面活性剤は、ポリオキシエチレングリコールアルキルエーテル類、ポリオキシプロピレングリコールアルキルエーテル類、ポリオキシエチレングリコールオクチルフェノールエーテル類、ポリオキシエチレングリコールアルキルフェノールエーテル類、ポリオキシエチレングリコールソルビタンアルキルエステル類、ポリエチレングリコールとポリプロピレングリコールとのブロックコポリマー、グルコシドアルキルエーテル類、グリセロールアルキルエステル類、シロキサン-ポリエーテルコポリマーか 50

ら選択される少なくとも一つである。もっとも好ましくは、非イオン性界面活性剤はシロキサン - ポリエーテル界面活性剤である。好ましくは、シロキサン - ポリエーテル界面活性剤は、Air ProductのDabco DC192、Dabco DC193、Dabco DC2525、Dabco DC2584、Dabco DC3042、Dabco D5098、Dabco DC5105、Dabco DC5987、EvonikのTegostab B8155、Tegostab B8245、Tegostab B8239、Tegostab B8244、MomentiveのNiax L-580、Niax L-5345、Niax L-6915、Niax L-6638、Niax L-6895である。

#### 【 0 0 5 5 】

イオン性界面活性剤はアニオン性又はカチオン性であることができる。アニオン性界面活性剤の好ましい例は、ラウリル硫酸ナトリウム、スルホコハク酸ジオクチルナトリウム、ペルフルオロオクタンスルホン酸塩、ペルフルオロブタンスルホン酸塩及び直鎖アルキルベンゼンスルホン酸塩から選択される少なくとも一つを含む。好ましいカチオン性界面活性剤は、臭化セチルトリメチルアンモニウム、臭化ヘキサデシルトリメチルアンモニウム、塩化セチルトリメチルアンモニウム、塩化セチルピリジニウム、塩化ベンザルコニウム、塩化ベンゼトニウム、塩化ジメチルジオクタデシルアンモニウム、臭化ジオクタデシルジメチルアンモニウムから選択される少なくとも一つを含む。もっとも好ましくは、カチオン性界面活性剤は、Pilot ChemicalのMaquat MC5815、Maquat MC1416、Maquat MC1412、Maquat MQ624M、Maquat PQ230及びMaquat（登録商標）SL-5である。

#### 【 0 0 5 6 】

方法は、液体ポリマーの液滴を基材に掛けて液体ポリマー中に複数の気孔を形成する。液体ポリマーは、液体ポリマー内の気孔の成長を促進するのに十分な濃度を有する非イオン性界面活性剤を含有する。もっとも好ましくは、隣接する気孔を接続して、相互接続された気孔のネットワークを液体ポリマー中に形成する。好ましくは、非イオン性界面活性剤は0.01～1.0重量%の濃度を有する。もっとも好ましくは、非イオン性界面活性剤は0.05～5重量%の濃度を有する。イオン性界面活性剤は、液体ポリマー内の気孔の成長を抑制するのに十分な濃度を有する。好ましくは、イオン性界面活性剤は0.01～1.0重量%の濃度を有する。もっとも好ましくは、イオン性界面活性剤は0.05～5重量%の濃度を有する。もっとも好ましくは、イオン性界面活性剤はカチオン性である。

#### 【 0 0 5 7 】

液体ポリマーの液滴は、表面に当たると、複数の気孔を含有する固体基材（ポリマー）へと固化する。好ましくは、液滴は型に当たって研磨パッド中の溝パターンを形成する。次いで、液体ポリマーの液滴を掛けること及び液体ポリマーの液滴の固化を複数回繰り返す工程が、複数の層を構築して多孔性固体ポリマーの厚さを増す。次いで、多孔性固体ポリマーを硬化させる工程が、非イオン性界面活性剤及びイオン性界面活性剤の濃度によって複数の気孔の最終孔径が制御されている研磨パッドを形成する。好ましくは、研磨パッドは0.3～0.9g/cm<sup>3</sup>の密度を有する。もっとも好ましくは、研磨パッドは0.3～0.7g/cm<sup>3</sup>の密度を有する。

#### 【 0 0 5 8 】

好ましくは、方法は、カチオン性界面活性剤の量を減らして、適用する孔径を増し、研磨パッド上に直接サブパッドを形成するさらなる工程を含む。次いで、研磨パッド及びサブパッドを同時工程で硬化させて最終製品を形成する。好ましくは、パッド及びサブパッドは同じポリマーを含むが、異なる気孔容積を含む。

#### 【 0 0 5 9 】

好ましくは、本発明の方法において、使用される加圧ガスは、二酸化炭素、窒素、空気及びアルゴンからなる群から選択される。より好ましくは、使用される加圧ガスは、二酸化炭素、窒素及び空気からなる群から選択される。さらに好ましくは、使用される加圧ガスは、窒素及び空気からなる群から選択される、もっとも好ましくは、使用される加圧ガスは空気である。

#### 【 0 0 6 0 】

好ましくは、本発明の方法において、使用される加圧ガスは10ppmの水分含量を有

10

20

30

40

50

する。より好ましくは、使用される加圧ガスは 1 ppmの水分含量を有する。さらに好ましくは、使用される加圧ガスは 0 . 1 ppmの水分含量を有する。もっとも好ましくは、使用される加圧ガスは 0 . 0 1 ppmの水分含量を有する。

【 0 0 6 1 】

好ましくは、本発明の方法において、加圧ガスは、少なくとも二つの接線方向加圧ガス供給ポート ( 8 5 ) を介して入口速度で内部円柱形チャンバ ( 6 5 ) に導入され、入口速度は、2 0 及び 1 気圧の理想気体条件に基づいて計算して 9 0 ~ 6 0 0 m/s である。理論によって拘束されることを望まないが、入口速度が低すぎる場合、型中に付着する研磨層が望まれない亀裂を発生させる危険性が増すことが留意されよう。

【 0 0 6 2 】

好ましくは、本発明の方法において、加圧ガスは、少なくとも二つの接線方向加圧ガス供給ポート ( 8 5 ) を介して 1 5 0 ~ 1 , 5 0 0 kPa の供給圧で内部円柱形チャンバ ( 6 5 ) に導入される。より好ましくは、加圧ガスは、少なくとも二つの接線方向加圧ガス供給ポート ( 8 5 ) を介して 3 5 0 ~ 1 , 0 0 0 kPa の供給圧で内部円柱形チャンバ ( 6 5 ) に導入される。もっとも好ましくは、加圧ガスは、少なくとも二つの接線方向加圧ガス供給ポート ( 8 5 ) を介して 5 5 0 ~ 8 3 0 kPa の供給圧で内部円柱形チャンバ ( 6 5 ) に導入される。

【 0 0 6 3 】

好ましくは、本発明のケミカルメカニカル研磨パッド研磨層を形成する方法は、ポリ ( P ) 側液体成分及びイソ ( I ) 側液体成分を提供する工程を含み、ポリ ( P ) 側液体成分及びイソ ( I ) 側液体成分は、イソ ( I ) 側液体成分中の未反応イソシアネート ( N C O ) 基に対するポリ ( P ) 側液体成分中の反応性水素基 ( すなわち、アミン ( N H<sub>2</sub> ) 基とヒドロキシル ( O H ) 基との合計 ) の化学量論比 0 . 8 5 ~ 1 . 1 5 ( より好ましくは 0 . 9 0 ~ 1 . 1 0 、もっとも好ましくは 0 . 9 5 ~ 1 . 0 5 ) で提供される。

【 0 0 6 4 】

好ましくは、本発明の方法において、内部円柱形チャンバ ( 6 5 ) へのポリ ( P ) 側液体成分とイソ ( I ) 側液体成分との合計質量流量は 6 ~ 5 0 0 g/s ( 好ましくは 6 ~ 2 5 0 g/s 、より好ましくは 6 ~ 1 0 0 g/s 、もっとも好ましくは 6 ~ 2 5 g/s ) である。

【 0 0 6 5 】

好ましくは、本発明の方法において、軸混合装置 ( 6 0 ) 中で形成された混合物は、内部円柱形チャンバ ( 6 5 ) の開放端 ( 6 8 ) から型 ( 1 0 ) のベース ( 1 2 ) に向けて 1 0 ~ 3 0 0 m/sec の速度で放出される。より好ましくは、混合物は、軸混合装置 ( 6 0 ) の開放端 ( 6 8 ) の開口 ( 6 9 ) から型 ( 1 0 ) のベース ( 1 2 ) に向けて、z 軸 ( Z ) 平行な方向に z 成分を有する速度 1 0 ~ 3 0 0 m/sec で放出される。

【 0 0 6 6 】

好ましくは、本発明の方法において、混合物は、軸混合装置 ( 6 0 ) の開放端 ( 6 8 ) から、型 ( 1 0 ) 中に形成されたケミカルメカニカル研磨パッド研磨層 ( 9 0 ) の下面 ( 9 2 ) から z 次元に沿って距離 D で放出される。より好ましくは、混合物は、軸混合装置 ( 6 0 ) の開放端 ( 6 8 ) から、型 ( 1 0 ) 中に形成されたケミカルメカニカル研磨パッド研磨層 ( 9 0 ) の下面 ( 9 2 ) から z 次元に沿って距離 D で放出され、平均距離 D<sub>avg</sub> は 2 . 5 ~ 1 2 5 cm ( より好ましくは 7 . 5 ~ 7 5 cm 、もっとも好ましくは 1 2 . 5 ~ 5 0 cm ) である。

【 0 0 6 7 】

好ましくは、本発明の方法において、軸混合装置中で形成された混合物は 5 ~ 9 0 0 秒のゲル化時間有する。より好ましくは、軸混合装置中で形成された混合物は 1 0 ~ 6 0 0 秒のゲル化時間有する。もっとも好ましくは、軸混合装置中で形成された混合物は 1 5 ~ 1 2 0 秒のゲル化時間有する。

【 0 0 6 8 】

好ましくは、本発明の方法を使用して調製されたケミカルメカニカル研磨パッド研磨層は、ケミカルメカニカル研磨パッドを形成するために、少なくとも一つのさらなる層とイ

10

20

30

40

50

ンタフェースさせることができる。好ましくは、本発明の方法を使用して調製されたケミカルメカニカル研磨パッド研磨層は圧縮性のサブパッド（図示せず）とインタフェースされ、圧縮性サブパッドは、スタック接着剤を使用して、研磨層（90）とインタフェースされ、スタック接着剤は、研磨層（90）の下面（92）と圧縮性サブパッドとの間に挿入される。サブパッドは、好ましくは、研磨される基材の表面に対する研磨層の適合を改善する。好ましくは、使用されるスタック接着剤は、感圧接着剤、反応性ホットメルト接着剤、コンタクト接着剤及びそれらの混合物からなる群から選択される接着剤である。より好ましくは、スタック接着剤は、反応性ホットメルト接着剤及び感圧接着剤からなる群から選択される。もっとも好ましくは、使用されるスタック接着剤は反応性ホットメルト接着剤である。

10

#### 【0069】

好ましくは、本発明の方法を使用して調製されたケミカルメカニカル研磨パッド研磨層はケミカルメカニカル研磨パッドに組み込まれ、ケミカルメカニカル研磨パッドは、研磨機のプラテンとインタフェースするように適合されている。好ましくは、ケミカルメカニカル研磨パッドは、真空及び感圧プラテン接着剤の少なくとも一つを使用してプラテンとインタフェースされるように適合されている。

#### 【0070】

好ましくは、本発明の方法を使用して調製されたケミカルメカニカル研磨パッド研磨層は、基材を研磨するように適合され、基材は、磁性基材、光学基材及び半導体基材の少なくとも一つである。より好ましくは、本発明の方法を使用して調製されたケミカルメカニカル研磨パッド研磨層は、基材を研磨するように適合され、基材は半導体基材である。もっとも好ましくは、本発明の方法を使用して調製されたケミカルメカニカル研磨パッド研磨層は、基材を研磨するように適合され、基材は半導体ウェーハである。

20

#### 【0071】

好ましくは、本発明の方法において、ケーキから得られたケミカルメカニカル研磨パッド研磨層は、研磨面（95）中に形成された溝パターン（100）を有する研磨面を有する。好ましくは、溝パターンは、研磨中にケミカルメカニカル研磨パッド研磨層が回転するとき、研磨されている基材の表面を掃くように研磨面上に配置された一つ以上の溝を含む。好ましくは、一つ以上の溝は、カーブした溝、直線状の溝及びそれらの組み合わせからなる。

30

#### 【0072】

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、同心状の溝（円形又はらせん状ができる）、放射状の溝、カーブした溝、クロスハッチ溝（たとえばパッド表面上にX-Y格子として配置）、他の規則的デザイン（たとえば六角形、三角形）、タイヤトレッド型パターン、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から選択される。より好ましくは、溝デザインは、ランダムな溝、同心状の溝、放射状の溝、らせん溝、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から選択される。もっとも好ましくは、研磨面は、その中に形成された放射状+円形の組み合わせ溝パターンを有する。溝プロフィールは、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、又は、溝断面は「V」字形、「U」字形、鋸子状及びそれらの組み合わせであることもできる。

40

#### 【0073】

好ましくは、溝パターン（100）は、ケミカルメカニカル研磨パッド研磨層（90）の研磨面（95）に形成された複数の溝を含み、複数の溝はカーブした溝（120）である（図6を参照）。

#### 【0074】

好ましくは、溝パターン（100）は、ケミカルメカニカル研磨パッド研磨層（90）の研磨面（95）に形成された複数の溝を含み、複数の溝は同心円状の溝（130）である（図7及び8を参照）。

50

## 【0075】

好ましくは、溝パターン(100)は、ケミカルメカニカル研磨パッド研磨層(90)の研磨面(95)に形成された複数の溝を含み、複数の溝はX-Y溝(140)である(図9を参照)。

## 【0076】

好ましくは、溝パターン(100)は、ケミカルメカニカル研磨パッド研磨層(90)の研磨面(95)に形成された複数の溝を含み、複数の溝は同心円状の溝(130)及びX-Y溝(140)を含む(図10を参照)。

## 【0077】

好ましくは、本発明の方法を使用して調製されたケミカルメカニカル研磨パッド研磨層(90)は20~150ミルの平均厚さ $T_{p-avg}$ を有する。より好ましくは、本発明の方法を使用して調製されたケミカルメカニカル研磨パッド研磨層(90)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 $T_{p-avg}$ を有する(図5を参照)。

## 【0078】

## 実施例

## 実施例1(カチオン性界面活性剤高濃度)

二成分プロセスライン中、タンクA(イソ側)に、イソシアネートIsonate(商標)181メチレンジフェニルジイソシアネート(MDI)プレポリマー(メチレンジフェニルジイソシアネート、ジプロピレングリコール、トリプロピレングルコポリマー45~55重量%及び4,4'-メチレンジフェニルジイソシアネート異性体45~55重量%)98.04重量部を入れた。加えて、タンクAには、界面活性剤Niax L5345非イオン性シリコーン界面活性剤1.96重量部を残余として入れた。この界面活性剤は、ポリアルキレンオキシドメチルシロキサンコポリマーを含み、コポリマーは、ポリアルキレンオキシド30~50重量%及びオクタメチルシクロテトラシロキサン0.1~1重量%を有するものであった。材料をかく拌し、華氏120度(48.9)に加熱した。

## 【0079】

タンクB(ポリ側)中、Ethacure 300アミン硬化剤(4-メチル-2,6-ビス(メチルチオ)-1,3-ベンゼンジアミン80重量%及び2-メチル-4,6-ビス(メチルチオ)-1,3-ベンゼンジアミン20重量%)13.95重量部をPolyTHF650(数平均分子量650)ポリエーテル(99.5重量%)81.77重量部と混合した。加えて、タンクBには、界面活性剤Dabco 5103(シロキサン化ポリエーテルヒドロキシルエンドキャップを有する、シロキサン35重量%とエチレンオキシド65重量%とのエトキシ化グラフトポリマー)1.95重量部、カチオン性界面活性剤Maquat SL-5(ポリ(オキシ-1,2-エタンジイル),-[(-9Z,12Z)-(2,3-ジヒドロキシブロピル)-9,12-オクタデカジエン-1-イルイミノジ-2,1-エタンジイル]ビス[-ヒドロキシ-]、クロリド38~42重量%及び残余としての水)1.95重量部及び触媒Dabco 33LV(ジプロピレングリコール67重量%及びトリエチレンジアミン(TEDA)33重量%)0.39重量部を入れた。

## 【0080】

材料をかく拌し、華氏120度(48.9)に加熱した。タンクBからの流出量に対するタンクAからの流出量の比は0.99であった。液体ポリマーの空気圧は110psi(758kPa)であった。プロセスからのシートを室温で2分間、次いで100度で16時間、硬化させた。得られたパッドは、0.48g/cm<sup>3</sup>の密度及び36.5のショアーD硬さを示した。図12を参照すると、SEM画像は、多数の相互接続気孔及び独立気孔があったことを示す。気孔は均一な分布を有し、これらの気孔の大部分は橢円形を有した。

## 【0081】

## 実施例2(カチオン性界面活性剤低濃度)

二成分プロセスライン中、タンクA(イソ側)に、イソシアネートIsonate(商標)181メチレンジフェニルジイソシアネート(MDI)プレポリマー(メチレンジフェニルジイ

10

20

30

30

40

50

ソシアネート、ジプロピレングリコール、トリプロピレングルコールコポリマー 45~55重量%及び4,4'-メチレンジフェニルジイソシアネート異性体 45~55重量% ) 98.04重量部を入れた。加えて、タンクAには、界面活性剤Niax L5345非イオン性シリコーン界面活性剤 1.96重量部を残余として入れた。この界面活性剤は、ポリアルキレンオキシドメチルシロキサンコポリマーを含み、コポリマーは、ポリアルキレンオキシド 30~50重量%及びオクタメチルシクロテトラシロキサン 0.1~1重量%を有するものであった。材料をかく拌し、華氏 120 度 ( 48.9 ) に加熱した。

#### 【 0 0 8 2 】

タンクB ( ポリ側 ) 中、Ethacure 300アミン硬化剤 ( 4 - メチル - 2 , 6 - ビス ( メチルチオ ) - 1 , 3 - ベンゼンジアミン 80重量% 及び 2 - メチル - 4 , 6 - ビス ( メチルチオ ) - 1 , 3 - ベンゼンジアミン 20重量% ) 16.43重量部をPolyTHF650ポリエーテル ( 99.5重量% ) 80.78重量部と混合した。加えて、タンクBには、界面活性剤Dabco 5103 ( シロキサン化ポリエーテル ヒドロキシルエンドキャップを有する、シロキサン 35重量%とエチレンオキシド 65重量%とのエトキシ化グラフトポリマー ) 1.95重量部、カチオン性界面活性剤Maquat SL-5 ( ポリ ( オキシ - 1 , 2 - エタンジイル ) , - [ ( 9Z , 12Z ) - ( 2 , 3 - ジヒドロキシプロピル ) - 9 , 12 - オクタデカジエン - 1 - イルイミノジ - 2 , 1 - エタンジイル ] ビス [ - ヒドロキシ - ] 、クロリド 38~42重量% 及び残余としての水 ) 0.48重量部及び触媒Dabco 33LV ( ジプロピレングリコール 67重量% 及びトリエチレンジアミン ( T E D A ) 33重量% ) 0.37重量部を入れた。

#### 【 0 0 8 3 】

材料かく拌し、華氏 120 度 ( 48.9 ) に加熱した。タンクBからの流出量に対するタンクAからの流出量の比は 0.84 であった。液体ポリマーの空気圧は 110 psi ( 758 kPa ) であった。プロセスからのシートを室温で 2 分間、次いで 100 度で 16 時間、硬化させた。硬化したパッドは、0.70 g/cm<sup>3</sup>の密度及び 22.3 のショアーD 硬さを示した。図 13 を参照すると、SEM 画像は、いくつか相互接続気孔及び独立気孔があったことを示す。気孔は均一な分布を有し、これらの気孔の大部分は橢円形を有した。

#### 【 0 0 8 4 】

実施例 3 ( カチオン性界面活性剤なし )

二成分プロセスライン中、タンクA ( イソ側 ) に、イソシアネート Isonate 181メチレンジフェニルジイソシアネート ( M D I ) プレポリマー ( メチレンジフェニルジイソシアネート、ジプロピレングリコール、トリプロピレングルコールコポリマー 45~55重量% 及び 4,4'-メチレンジフェニルジイソシアネート異性体 45~55重量% ) 98.04重量部を入れた。加えて、タンクAには、界面活性剤Niax L5345非イオン性シリコーン界面活性剤 1.96重量部を残余として入れた。この界面活性剤は、ポリアルキレンオキシドメチルシロキサンのコポリマーを含み、コポリマーは、ポリアルキレンオキシド 30~50重量%及びオクタメチルシクロテトラシロキサン 0.1~1重量%を有するものであった。材料をかく拌し、華氏 120 度 ( 48.9 ) に加熱した。

#### 【 0 0 8 5 】

タンクB ( ポリ側 ) 中、Ethacure 300アミン硬化剤 ( 4 - メチル - 2 , 6 - ビス ( メチルチオ ) - 1 , 3 - ベンゼンジアミン 80重量% 及び 2 - メチル - 4 , 6 - ビス ( メチルチオ ) - 1 , 3 - ベンゼンジアミン 20重量% ) 10.19重量部をPolyTHF650ポリエーテル ( 99.5重量% ) 87.05重量部、界面活性剤Dabco 5103 ( シロキサン化ポリエーテル ヒドロキシルエンドキャップを有する、シロキサン 35重量%とエチレンオキシド 65重量%とのエトキシ化グラフトポリマー ) 1.95重量部と混合した。加えて、タンクBには、界面活性剤Dabco 5103 ( シロキサン化ポリエーテル ヒドロキシルエンドキャップを有する、シロキサン 35重量%とエチレンオキシド 65重量%とのエトキシ化グラフトポリマー ) 1.95重量部を、脱イオン水 0.46重量部及び触媒Dabco 33LV ( ジプロピレングリコール 67重量% 及びトリエチレンジアミン ( T E D A ) 33重量% ) 0.35重量部の残余とともに入れた。

10

20

30

40

50

## 【0086】

材料かく拌し、華氏120度(48.9)に加熱した。タンクBからの流出量に対するタンクAからの流出量の比は0.79であった。液体ポリマーの空気圧は110psi(758kPa)であった。プロセスからのシートを室温で2分間、次いで100で16時間、硬化させた。硬化したパッドは、0.71g/cm<sup>3</sup>の密度、16.8のショアード硬さを示した。図14を参照すると、SEM画像は、大部分の気孔が丸い形を有するが、孔径分布が実施例1及び2の孔径分布よりも大きく、孔径分布が不均一であったことを示す。

## 【0087】

実施例4(カチオン性界面活性剤及びTDIプレポリマー高濃度)

二成分プロセスライン中、タンクA(イソ側)に、Chemuturaのイソシアネートプレポリマー-LF750Dウレタンプレポリマー(NCO8.75~9.05重量%)を有する、トルエンジイソシアネート(TDI)とポリテトラメチレンエーテルグリコール(PTMEG)とのプレポリマーブレンド)98.04部を入れた。加えて、タンクAには、界面活性剤Niax L5345非イオン性シリコーン界面活性剤1.96重量部を残余として入れた。この界面活性剤は、ポリアルキレンオキシドメチルシロキサンのコポリマーを含み、コポリマーは、ポリアルキレンオキシド30~50重量%及びオクタメチルシクロテトラシロキサン0.1~1重量%を有するものであった。材料をかく拌し、華氏135度(57.2)に加熱した。

## 【0088】

タンクB(ポリ側)中、Ethacure300アミン硬化剤(4-メチル-2,6-ビス(メチルチオ)-1,3-ベンゼンジアミン80重量%及び2-メチル-4,6-ビス(メチルチオ)-1,3-ベンゼンジアミン20重量%)86.72重量部を界面活性剤Dabco5103(シロキサン化ポリエーテルヒドロキシルエンドキャップを有する、シロキサン35重量%とエチレンオキシド65重量%とのエトキシ化グラフトポリマー)1.95重量部及びカチオン性界面活性剤Maquat SL-5(ポリ(オキシ-1,2-エタンジイル),-[(-9Z,12Z)-(2,3-ジヒドロキシプロピル)-9,12-オクタデカジエン-1-イルイミノジ-2,1-エタンジイル]ビス[-ヒドロキシ-]、クロリド38~42重量%及び残余としての水)11.03重量部及び触媒Dabco33LV(ジプロピレングリコール67%及びトリエチレンジアミン(TEDA)33重量%)0.30重量部と混合した。材料かく拌し、華氏75度(23.9)に加熱した。タンクBからの流出量に対するタンクAからの流出量の比は8.88であった。空気圧は110psi(758kPa)であった。プロセスからのシートを室温で10分間、次いで100で16時間、硬化させた。硬化したパッドは、0.43g/cm<sup>3</sup>の密度及び17.5のショアード硬さを示した。図15を参照すると、SEM画像は、大部分の気孔が橢円形を有し、分布が均一であったことを示す。

## 【0089】

本発明は、ケミカルメカニカルプラナリゼーション用途のための多孔性研磨パッドを形成するのに有效である。特に、非イオン性界面活性剤濃度をイオン性界面活性剤濃度と合わせて調節すると、孔径を微調整することができる。加えて、界面活性剤濃度をさらに調節して、異なる孔径を有するつながった固体ポリマー構造を有するサブパッドを形成することが可能である。この孔径の変化が、ウェーハを受け入れるようにパッド全体が撓むことを許し、エッジ効果を減らすための調節を許す。

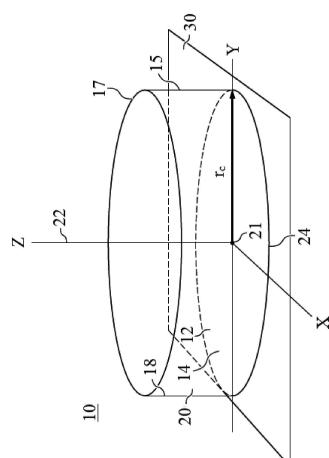
10

20

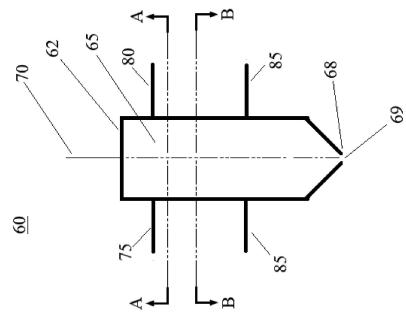
30

40

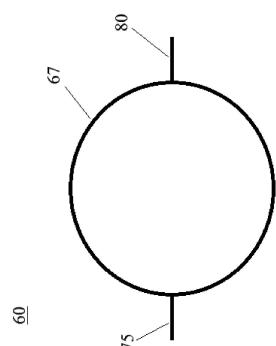
【図1】



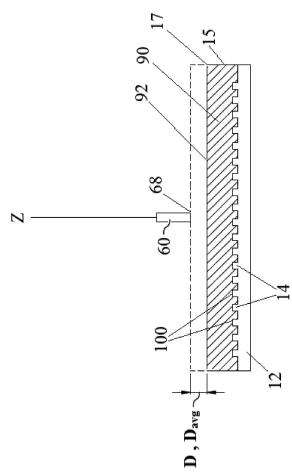
【図2】



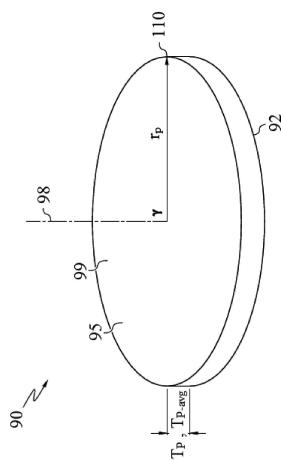
【図3】



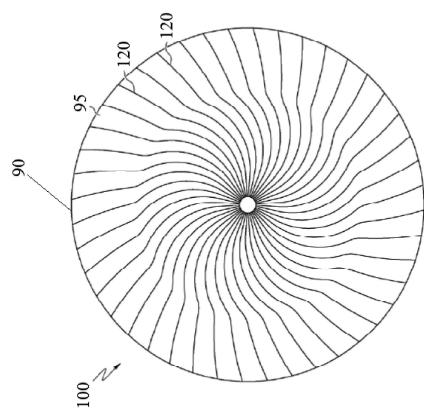
【図4】



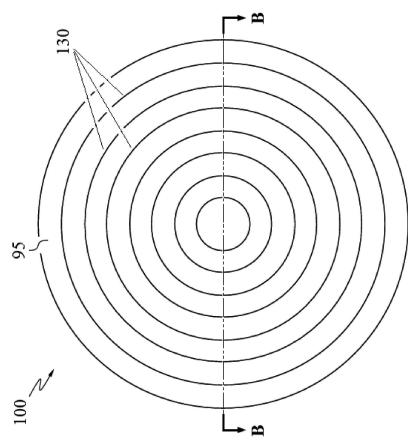
【図5】



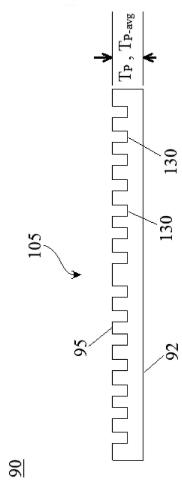
【図6】



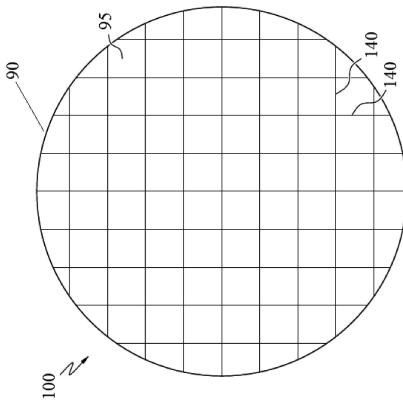
【図7】



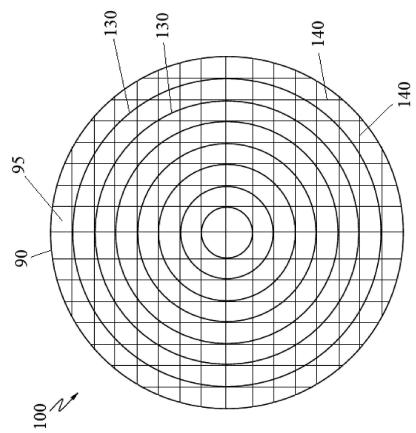
【図8】



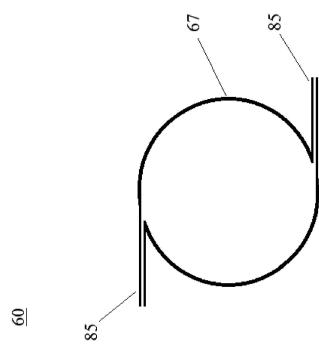
【図9】



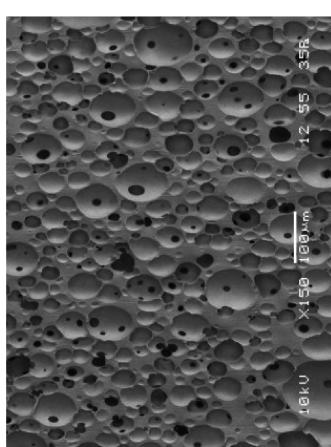
【図10】



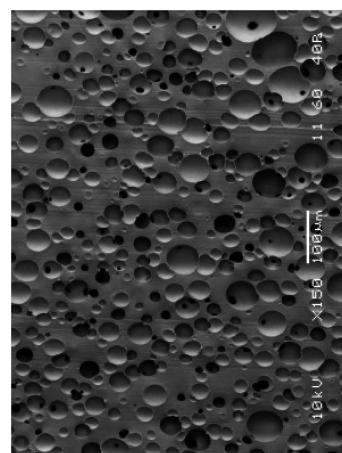
【図11】



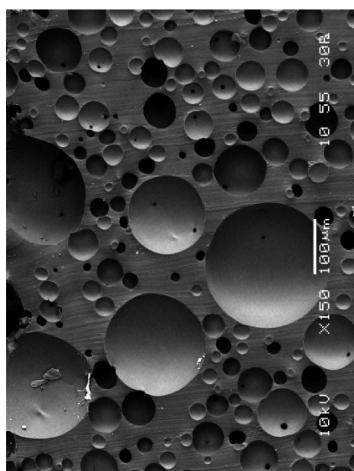
【図12】



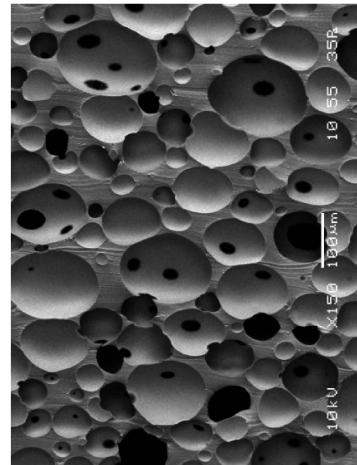
【図13】



【図14】



【図15】



---

フロントページの続き

- (72)発明者 ユファ・トン  
アメリカ合衆国、デラウェア 19707、ホッケシン、スペンサー・レーン 2
- (72)発明者 アンドリュー・ワンク  
アメリカ合衆国、ペンシルベニア 19311、エイボンデール、ルーズベルト・ウェイ 18
- (72)発明者 ディエゴ・ルーゴ  
アメリカ合衆国、デラウェア 19711、ニューアーク、レッド・フォックス・レーン 502  
、アパートメント・3エー
- (72)発明者 マーク・アール・スタッック  
アメリカ合衆国、デラウェア、ミドルタウン、ノース・ラマノ・ドライブ 410、ナンバー20  
1
- (72)発明者 デイビッド・マイケル・ヴェネツィアーレ  
アメリカ合衆国、ペンシルベニア 19440、ハットフィールド、ベツレヘム・パイク 167  
1
- (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 ジョージ・シー・ジェイコブ  
アメリカ合衆国、デラウェア 19702、ニューアーク、ウィンター・ヘブン・ドライブ 541  
0
- (72)発明者 ジエフリー・ビー・ミラー  
アメリカ合衆国、ペンシルベニア 19382、ウエスト・チェスター、レッド・ホーク・トレイ  
ル 2

審査官 山内 康明

- (56)参考文献 特表2013-515379 (JP, A)  
米国特許出願公開第2013/0012108 (US, A1)  
国際公開第2015/065793 (WO, A1)  
特表2009-514690 (JP, A)  
米国特許出願公開第2006/0052040 (US, A1)  
特開2013-023691 (JP, A)  
特開2009-018374 (JP, A)  
特開2008-238323 (JP, A)  
米国特許出願公開第2001/0046834 (US, A1)  
特開2013-211549 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

B24B 37/24  
H01L 21/304