

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第5900227号
(P5900227)

(45) 発行日 平成28年4月6日(2016.4.6)

(24) 登録日 平成28年3月18日(2016.3.18)

(51) Int.Cl. F 1
B 2 4 B 37/11 (2012.01) B 2 4 B 37/00 C

請求項の数 10 外国語出願 (全 20 頁)

<p>(21) 出願番号 特願2012-173342 (P2012-173342) (22) 出願日 平成24年8月3日(2012.8.3) (65) 公開番号 特開2013-39663 (P2013-39663A) (43) 公開日 平成25年2月28日(2013.2.28) 審査請求日 平成27年6月3日(2015.6.3) (31) 優先権主張番号 13/210,432 (32) 優先日 平成23年8月16日(2011.8.16) (33) 優先権主張国 米国 (US)</p>	<p>(73) 特許権者 504089426 ローム アンド ハース エレクトロニク ク マテリアルズ シーエムピー ホウル ディングス インコーポレイテッド アメリカ合衆国 デラウェア州 1971 3、ニューアーク、ベルビュー・ロード 451 (74) 代理人 100078662 弁理士 津国 肇 (72) 発明者 キャスリーン・マッキュー アメリカ合衆国、デラウェア州・1970 2、ニューアーク、ブリークネス・ラン・ 455</p>
---	--

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ケミカルメカニカルポリッシング層の製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

下記の工程を含む、ケミカルメカニカルポリッシングパッド用の研磨層を形成する方法

：
型基部および囲壁部を有する型を準備する工程であって、前記型基部および前記囲壁部は、型キャビティを定め、前記型基部は、x - y面に沿って配向しており、前記型キャビティは、x - y面に対して垂直な中心軸 C_{axis} を有し、前記型キャビティは、ドーナツ穴領域およびドーナツ領域を有する工程；

液体プレポリマー材料を準備する工程；

複数の微小成分を準備する工程；

ノズル開口部を有するノズルを準備する工程；

前記液体プレポリマー材料と前記複数の微小成分とを混合して硬化性混合物を形成する工程；

前記硬化性混合物を前記ノズル開口部を介して前記型キャビティに装填時間CPの間に装填する工程であって、

装填時間CPは、初期段階、転移段階および残段階として区別される三つの個別の段階に分割され；

前記ノズル開口部は、ある位置を有しており、そのノズル開口部の位置は、前記硬化性混合物が前記型キャビティ内に溜められる際に前記ノズル開口部の位置が前記型キャビティ内の前記硬化性混合物の上面の上方に維持されるように、前記装填時間CPの間に前

記型基部に対して前記型キャビティの中心軸 C_{axis} に沿って移動し；

前記ノズル開口部の位置は、前記初期段階の全体にわたって前記ドーナツ穴領域内にあり；

前記ノズル開口部の位置は、前記転移段階の際に前記ドーナツ穴領域内にある状態から前記ドーナツ領域内にある状態へ転移し；

前記ノズル開口部の位置は、前記残段階の際に前記ドーナツ領域内にあり；

前記型キャビティが、型キャビティの中心軸 C_{axis} に対して対称であり；

前記型キャビティが実質的に円形の断面 $C_{x-section}$ を有する略直円柱形状領域の形状であり；

前記型キャビティが、前記型キャビティの中心軸 C_{axis} と一致する対称軸 C_{x-sym} を有しており；

前記直円柱形状領域が、以下に定義される断面積 C_{x-area} を有し、

【数 8】

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

ここで、 r_C は $x-y$ 面上に投影される前記型キャビティの断面積 C_{x-area} の平均半径であり；

前記ドーナツ穴領域が、 $x-y$ 面上に円形断面 $DH_{x-section}$ を投影し対称軸 DH_{axis} を有する、前記型キャビティ内の直円柱形状領域であり；

前記ドーナツ穴が、以下に定義される断面積 DH_{x-area} を有し、

【数 9】

$$DH_{x-area} = \pi r_{DH}^2$$

ここで、 r_{DH} は前記ドーナツ穴領域の円形断面 $DH_{x-section}$ の半径であり；

前記ドーナツ領域が、 $x-y$ 面上に環状断面 $D_{x-section}$ を投影しドーナツ領域対称軸 D_{axis} を有する、前記型キャビティ内のトロイド形状領域であり；

前記環状断面 $D_{x-section}$ が、以下に定義される断面積 D_{x-area} を有し、

【数 10】

$$D_{x-area} = \pi R_D^2 - \pi r_D^2$$

ここで、 R_D は前記ドーナツ領域の環状断面 $D_{x-section}$ の長半径であり；

r_D は前記ドーナツ領域の環状断面 $D_{x-section}$ の短半径であり；

$r_D < r_{DH}$ であり； $R_D > r_D$ であり；

$R_D < r_C$ であり；

C_{x-sym} 、 DH_{axis} および D_{axis} のそれぞれが、 $x-y$ 面に対して垂直である、工程；

前記型キャビティ内の前記硬化性混合物をケーキへと硬化させる工程；および前記ケーキから研磨層を得る工程。

【請求項 2】

前記型基部が前記型キャビティの水平内部境界を定め、前記水平内部境界が平坦である、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

前記残段階の間において、前記ノズル開口部の位置が、前記型キャビティの中心軸 C_{axis} に対するその動きを一時的に停止する、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 4】

R_D ($K * r_C$) であり、 K が 0.01 ~ 0.2 である、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 5】

10

20

30

40

50

$r_D = r_{D_H}$ であり； r_D が 5 ~ 25 mm であり； R_D が 20 ~ 100 mm であり； r_C が 20 ~ 100 cm である、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 6】

前記ケーキから研磨層を得る工程が、ケーキを、複数の研磨層へと薄く切り出すことを含む、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 7】

前記硬化性混合物が、前記装填時間 CP にわたって本質的に一定の速度で前記型キャビティに装填され、その平均装填速度 CR_{avg} が、 $0.08 \sim 0.4 \text{ kg/sec}$ である、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 8】

前記ノズル開口部の位置が、前記転移段階の間に、前記型キャビティの中心軸 C_{axis} に対して $10 \sim 70 \text{ mm/sec}$ の平均速度で移動し、

前記ノズル開口部の位置が、前記残段階の間に、前記型キャビティの中心軸 C_{axis} に対して $10 \sim 70 \text{ mm/sec}$ の平均速度で移動する、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 9】

前記転移段階の間に、前記ノズル開口部の位置が、残段階開始点 SP_{RP} から、複数の残段階転移点 TP_R を通って移動し、

前記残段階の間に、前記残段階の経路が、連続した接続線として $x - y$ 面上に投影され、

前記複数の残段階転移点 TP_R が、すべて前記型キャビティの前記ドーナツ領域内に位置し、

前記接続線が、略円形、または型キャビティの中心軸 C_{axis} からの距離が変化していく二次元の略螺旋形の形状である、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 10】

前記転移段階が、 $0.2 \sim 5$ 秒の長さであり、

前記残段階が、 $10 \sim < (CP - 0.2)$ 秒の長さであり、

前記ノズル開口部の位置が、前記転移段階の間に、前記型キャビティの中心軸 C_{axis} に対して $20 \sim 30 \text{ mm/sec}$ の平均速度で移動し、

前記ノズル開口部の位置が、前記残段階の間に、前記型キャビティの中心軸 C_{axis} に対して $20 \sim 30 \text{ mm/sec}$ の平均速度で移動する、請求項 8 に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、概して、研磨層製造の分野に関する。特に、本発明は、ケミカルメカニカルポリッシングパッドに用いる研磨層を製造する方法に関する。

【0002】

集積回路および他の電子装置の製造において、導電、半導電および絶縁材料の複数の層が半導体ウェーハの表面に蒸着され、あるいは表面から除去される。導電、半導電および絶縁材料の薄層は、種々の蒸着技術によって蒸着させることができる。現在のプロセスにおいて一般的に使用される蒸着技術としては、スパッタリングとしても知られる物理蒸着法 (PVD)、化学蒸着法 (CVD)、プラズマ化学蒸着法 (PECVD) および電気化学めっき法 (ECF) が挙げられる。

【0003】

材料層が順次蒸着および除去されるにつれて、ウェーハの最上層は、非平面となる。引き続き行われる半導体加工 (例えば、メタライゼーション) において、ウェーハは、平面を有することが要求されるため、ウェーハを平坦化する必要がある。平坦化は、不要な表面部位ならびに粗面、凝集材料、結晶格子欠陥、スクラッチ、および汚染層または汚染材料などの表面欠陥を除去するのに有用である。

【0004】

10

20

30

40

50

ケミカルメカニカルプラナリゼーションまたはケミカルメカニカルポリッシング（CMP）は、半導体ウェーハなどの基板を平坦化するために用いられる一般的な技術である。従来のCMPにおいてウェーハは、保持装置に搭載され、CMP装置内の研磨パッドに接触させて設置される。この保持装置は、ウェーハに対する圧力を制御することが可能であり、ウェーハを研磨パッドに対して押圧する。パッドは、外部駆動力によってウェーハに対して動かされる（例えば、回転させられる）。それと同時に、化学組成物（“スラリー”）または他の研磨溶液が、ウェーハと研磨パッドとの間に供給される。よって、パッド表面およびスラリーの化学機械的作用によってウェーハ表面が研磨され、平坦化される。

【0005】

Reinhardt et al. の米国特許第5,578,362号に、この技術分野で公知の研磨パッドの一例が開示されている。Reinhardtの研磨パッドは、微小球が全体に分散したポリマーマトリックスを含む。一般的に、微小球を液状ポリマー材料に配合および混合し、混合物を型に添加して硬化させる。この技術分野における従来からの知識として、添加プロセスの際に型キャビティに含まれる内容物に生じる乱れを最小限に抑えることがある。この結果を達成するために、硬化性材料を型キャビティ内に溜める際に、硬化性材料を型キャビティ内に添加するためのノズル開口部の位置を、型キャビティの断面に対して中心に維持し、さらには硬化性材料の上面に対して可能な限り固定させることが従来から行われている。したがって、従来技術においては、ノズル開口部の位置は、添加プロセスの全体にわたって型キャビティ内の硬化性材料の上面からの設定高度を維持するために、一次元でのみ移動する。次に、成形品をスライスして研磨層を形成する。都合の悪いことに、この方法で形成された研磨層は、望ましくない欠陥（例えば、密度欠陥）を有する場合がある。

【0006】

密度欠陥は、研磨層材料の不均一な嵩密度として表れる。換言すれば、充填剤濃度（例えば、Reinhardtの研磨層における微小球）が低い部分が存在する。密度欠陥は、ある研磨層およびその次に作製された研磨層の間、ならびに単一研磨層内において、研磨層の可使寿命にわたって予測不能な、そしておそらくは悪影響となる研磨性能の不均一性を引き起こす可能性があると考えられるため、望ましくないものである。

【0007】

それでも、望ましくない密度欠陥の発生をさらに最小限に抑えた、または解消した、ケミカルメカニカルポリッシングパッド用の研磨層を製造するための改良方法が引き続き求められている。

【0008】

本発明は、下記のケミカルメカニカルポリッシングパッド用の研磨層を形成する方法を提供する：型基部および囲壁部を有する型を準備する工程であって、上記型基部および上記囲壁部は、型キャビティを定め、上記型基部は、 $x-y$ 面に沿って配向しており、上記型キャビティは、 $x-y$ 面に対して垂直な中心軸 C_{axis} を有し、上記型キャビティは、ドーナツ穴領域およびドーナツ領域を有する工程；液体プレポリマー材料を準備する工程；複数の微小成分を準備する工程；ノズル開口部を有するノズルを準備する工程；上記液体プレポリマー材料と上記複数の微小成分とを混合して硬化性混合物を形成する工程；上記硬化性混合物を上記ノズル開口部を介して上記型キャビティに装填時間CPの間に装填する工程であって、装填時間CPは、初期段階、転移段階および残段階として区別される三つの個別の段階に分割され；上記ノズル開口部は、ある位置を有しており、そのノズル開口部の位置は、硬化性混合物が型キャビティ内に溜められる際にノズル開口部の位置が型キャビティ内の硬化性混合物の上面の上方に維持されるように、装填時間CPの間に上記型基部に対して型キャビティの中心軸 C_{axis} に沿って移動し；上記ノズル開口部の位置は、上記初期段階の全体にわたって上記ドーナツ穴領域内にあり；上記ノズル開口部の位置は、上記転移段階の際に上記ドーナツ穴領域内にある状態から上記ドーナツ領域内にある状態へ転移し；上記ノズル開口部の位置は、上記残段階の際に上記ドーナツ領域内にある工程；型キャビティ内の硬化性混合物をケーキへと硬化させる工程；および上記

ケーキから研磨層を得る工程、を含む、ケミカルメカニカルポリッシングパッド用の研磨層を形成する方法。

【0009】

また、本発明は、下記のケミカルメカニカルポリッシングパッド用の研磨層を形成する方法を提供する：型基部および囲壁部を有する型を準備する工程であって、上記型基部および上記囲壁部は、型キャビティを定め、上記型基部は、 $x - y$ 面に沿って配向しており、上記型キャビティは、 $x - y$ 面に対して垂直な中心軸 $C_{axi s}$ を有し、上記型キャビティは、ドーナツ穴領域およびドーナツ領域を有する工程；液体プレポリマー材料を準備する工程；複数の微小成分を準備する工程；ノズル開口部を有するノズルを準備する工程；上記液体プレポリマー材料と上記複数の微小成分とを混合して硬化性混合物を形成する工程；上記硬化性混合物を上記ノズル開口部を介して上記型キャビティに装填時間 CP の間に装填する工程であって、装填時間 CP は、初期段階、転移段階および残段階として区別される三つの個別の段階に分割され；上記ノズル開口部は、ある位置を有しており、そのノズル開口部の位置は、硬化性混合物が型キャビティ内に溜められる際にノズル開口部の位置が型キャビティ内の硬化性混合物の上面の上方に維持されるように、装填時間 CP の間に上記型基部に対して型キャビティの中心軸 $C_{axi s}$ に沿って移動し；上記ノズル開口部の位置は、上記初期段階の全体にわたって上記ドーナツ穴領域内にあり；上記ノズル開口部の位置は、上記転移段階の際に上記ドーナツ穴領域内にある状態から上記ドーナツ領域内にある状態へ転移し；上記ノズル開口部の位置は、上記残段階の際に上記ドーナツ領域内にある工程；型キャビティ内の硬化性混合物をケーキへと硬化させる工程；および上記ケーキから研磨層を得る工程、を含む方法であって；上記型キャビティが実質的に円形の断面 $C_{x - s e c t}$ を有する略直円柱形状領域の形状であり；上記型キャビティが、型キャビティの中心軸 $C_{axi s}$ と一致する対称軸 $C_{x - s y m}$ を有しており；上記直円柱形状領域が、以下に定義される断面積 $C_{x - a r e a}$ を有し：

【数1】

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

ここで、 r_C は $x - y$ 面上に投影される型キャビティの断面積 $C_{x - a r e a}$ の平均半径であり；上記ドーナツ穴領域は、 $x - y$ 面上に円形断面 $DH_{x - s e c t}$ を投影し対称軸 $DH_{axi s}$ を有する、型キャビティ内の直円柱形状領域であり；上記ドーナツ穴が、以下に定義される断面積 $DH_{x - a r e a}$ を有し：

【数2】

$$DH_{x-area} = \pi r_{DH}^2$$

ここで、 r_{DH} は上記ドーナツ穴領域の円形断面 $DH_{x - s e c t}$ の半径であり；上記ドーナツ領域は、 $x - y$ 面上に環状断面 $D_{x - s e c t}$ を投影しドーナツ領域対称軸 $D_{axi s}$ を有する、型キャビティ内のトロイド形状領域であり；上記環状断面 $D_{x - s e c t}$ が、以下に定義される断面積 $D_{x - a r e a}$ を有し：

【数3】

$$D_{x-area} = \pi R_D^2 - \pi r_D^2$$

ここで、 R_D は上記ドーナツ領域の環状断面 $D_{x - s e c t}$ の長半径であり； r_D は上記ドーナツ領域の環状断面 $D_{x - s e c t}$ の短半径であり； $r_D < R_D$ であり； $R_D > r_D$ であり； $R_D < r_C$ であり； $C_{x - s y m}$ 、 $DH_{axi s}$ および $D_{axi s}$ のそれぞれは、 $x - y$ 面に対して垂直であり；上記硬化性混合物は、装填時間 CP にわたって本質的に一定の速度で上記型キャビティに装填され、その平均装填速度 CR_{avg} は、 $0.015 \sim 2 \text{ kg/sec}$ であり； $r_D = r_{DH}$ であり； r_D は $5 \sim 25 \text{ mm}$ であり； R_D は $20 \sim 1$

10

20

30

40

50

0 0 mmであり； r_c は 2 0 ~ 1 0 0 cmであり；本発明の方法を用いて製造されたケーキは、ノズル開口部の位置が装填時間 C P の全体にわたって型キャビティの中心軸 C_{axis} に沿って一次元でのみ移動する以外は本発明と同様のプロセスで製造された他のケーキと比較して少ない数の密度欠陥を含む、ケミカルメカニカルポリッシングパッド用の研磨層を形成する方法。

【図面の簡単な説明】

【0 0 1 0】

【図 1】図 1 は、実質的に円形の断面の型キャビティを有する型を示す斜視上面 / 側面図である。

【図 2】図 2 は、実質的に円形の断面の型キャビティを有する型について、型キャビティ内のドーナツ穴領域およびドーナツ領域を示す斜視上面 / 側面図である。

【図 3】図 3 は、図 2 に示すドーナツ穴およびドーナツ領域を示す上平面図である。

【図 4 a】図 4 a は、実質的に円形の断面を有する型キャビティを示す斜視上面 / 側面図であり、型キャビティ内にノズルが配置され、型キャビティが硬化性混合物によって部分的に充填された状態を示す図である。

【図 4 b】図 4 b は、図 4 a に示される型キャビティを示す側部立面図である。

【図 5 a】図 5 a は、ドーナツ穴領域およびドーナツ領域を有する実質的に円形の断面の型キャビティにおいて、初期段階および転移段階の経路の複数の例を示す斜視上面 / 側面図である。

【図 5 b】図 5 b は、図 5 a に示す型キャビティを示す側部立面図である。

【図 5 c】図 5 c は、図 5 a に示す型キャビティにおいて、図 5 a に示す初期段階および転移段階の経路の $x - y$ 面上での投影を示す上平面図である。

【図 6 a】図 6 a は、ドーナツ穴領域およびドーナツ領域を有する実質的に円形の断面の型キャビティにおいて、残段階の経路の例を示す斜視上面 / 側面図である。

【図 6 b】図 6 b は、図 6 a に示す型キャビティを示す側部立面図である。

【図 6 c】図 6 c は、図 6 a に示す型キャビティにおいて、図 6 a に示す残段階の経路の $x - y$ 面上への投影を示す上平面図である。

【図 7 a】図 7 a は、ノズル開口部が円形である、ノズル開口部を示す平面図である。

【図 7 b】図 7 b は、ノズル開口部が非円形である、ノズル開口部を示す平面図である。

【0 0 1 1】

発明の詳細な説明

驚くべきことに、ケミカルメカニカルポリッシングパッド用研磨層の製造において、硬化性混合物を型キャビティ内に装填しながら、硬化性混合物が型キャビティ内に装填されるノズル開口部の位置を型キャビティの中心軸 C_{axis} に沿って、およびその軸を中心として三次元的に移動させることにより、ノズル開口部の位置が型キャビティの中心軸 C_{axis} に沿って一次元でのみ移動する同様のプロセスによって製造された研磨層と比較して、製造される研磨層における密度欠陥の発生が大幅に減少することが見出された。

【0 0 1 2】

本明細書および添付の特許請求の範囲で使用する“装填時間または C P”とは、硬化性材料の最初が型キャビティ内に導入された時点から、硬化性材料の最後が型キャビティ内に導入される時点までの、硬化性材料が型キャビティ内に装填される時間（秒）を意味する。

【0 0 1 3】

本明細書および添付の特許請求の範囲で使用する“装填速度または C R”とは、装填時間 C P（秒）の間に硬化性材料が型キャビティ内に装填される質量流速（kg / sec）を意味する。

【0 0 1 4】

本明細書および添付の特許請求の範囲で使用する“初期段階開始点または S P_{IP}”とは、装填時間の開始と一致する装填時間の初期段階の開始時におけるノズル開口部の位置を意味する。

10

20

30

40

50

【 0 0 1 5 】

本明細書および添付の特許請求の範囲で使用する“初期段階終点または $E P_{I P}$ ”とは、装填時間の転移段階が開始される直前である、装填時間の初期段階の終了時におけるノズル開口部の位置を意味する。

【 0 0 1 6 】

本明細書および添付の特許請求の範囲で使用する“初期段階の経路”とは、装填時間の初期段階の間における、初期段階開始点 $S P_{I P}$ から初期段階終点 $E P_{I P}$ までのノズル開口部の位置の移動（そのような移動がある場合）の経路を意味する。

【 0 0 1 7 】

本明細書および添付の特許請求の範囲で使用する“転移段階開始点または $S P_{T P}$ ”とは、装填時間の転移段階の開始時におけるノズル開口部の位置を意味する。転移段階開始点 $S P_{T P}$ および初期段階終点 $E P_{I P}$ は、同じ位置である。

10

【 0 0 1 8 】

本明細書および添付の特許請求の範囲で使用する“（複数の）転移段階転移点または $P_{T P}$ ”とは、装填時間の転移段階の際に、型キャビティの中心軸 $C_{a x i s}$ に対するノズル開口部の位置の移動の方向（すなわち、 x および y 次元での移動の方向）が変化する、ノズル開口部の（複数の）位置を意味する。

【 0 0 1 9 】

本明細書および添付の特許請求の範囲で使用する“転移段階終点または $E P_{T P}$ ”とは、型キャビティの中心軸 $C_{a x i s}$ に対するノズル開口部の位置の移動の方向が変化する、型キャビティのドーナツ領域内におけるノズル開口部の最初の位置を意味する。転移段階終点 $E P_{T P}$ は、装填時間の残段階の直前である、装填時間の転移段階の終了時におけるノズル開口部の位置でもある。

20

【 0 0 2 0 】

本明細書および添付の特許請求の範囲で使用する“転移段階の経路”とは、装填時間の転移段階の際に、転移段階開始点 $S P_{T P}$ から転移段階終点 $E P_{T P}$ までノズル開口部の位置が辿る経路を意味する。

【 0 0 2 1 】

本明細書および添付の特許請求の範囲で使用する“残段階開始点または $S P_{R P}$ ”とは、装填時間の残段階の開始時におけるノズル開口部の位置を意味する。残段階開始点 $S P_{R P}$ および転移段階終点 $E P_{T P}$ は、同じ位置である。

30

【 0 0 2 2 】

本明細書および添付の特許請求の範囲で使用する“残段階転移点または $T P_{R P}$ ”とは、型キャビティの中心軸 $C_{a x i s}$ に対するノズル開口部の位置の移動の方向が変化する、装填時間の残段階の間におけるノズル開口部の位置を意味する。

【 0 0 2 3 】

本明細書および添付の特許請求の範囲で使用する“残段階終点または $E P_{R P}$ ”とは、装填時間の終了と一致する、装填時間の残段階の終了時におけるノズル開口部の位置を意味する。

【 0 0 2 4 】

本明細書および添付の特許請求の範囲で使用する“残段階の経路”とは、装填時間の残段階の際に、残段階開始点 $S P_{R P}$ から残段階終点 $E P_{R P}$ までノズル開口部の位置が辿る経路を意味する。

40

【 0 0 2 5 】

本明細書および添付の特許請求の範囲で使用する“ポリ（ウレタン）”なる用語は、イソシアネート（ i ）と（ジオールを含む）ポリオール（ $i i$ ）との反応により形成されたポリウレタン（ a ）；ならびにイソシアネート（ i ）を（ジオールを含む）ポリオール（ $i i$ ）および水、アミンまたは水とアミンとの組み合わせ（ $i i i$ ）と反応させて形成されたポリ（ウレタン）（ b ）を包含する。

【 0 0 2 6 】

50

本明細書および添付の特許請求の範囲で、装填時間における硬化性混合物の装填速度に関して使用される“本質的に一定”なる用語は、下記の式が共に満たされることを意味する：

【数4】

$$CR_{\max} \leq (1.1 * CR_{\text{avg}})$$

$$CR_{\min} \geq (0.9 * CR_{\text{avg}})$$

ここで、 CR_{\max} は、装填時間の間に硬化性材料が型キャビティ内に装填される最高質量流速 (kg/sec)； CR_{\min} は、装填時間の間に硬化性材料が型キャビティ内に装填される最低質量流速 (kg/sec)；および CR_{avg} は、装填時間の間に型キャビティに装填された硬化性材料の合計質量 (kg) を、装填時間 (秒) の長さで割った値である。

【0027】

本明細書および添付の特許請求の範囲で、硬化性混合物に関して使用される“ゲル化時間”なる用語は、その混合物について ASTM D3795-00a による標準試験法 (Reapproved 2006) (Standard Test Method for Thermal Flow, Cure, and Behavior Properties of Pourable Thermosetting Materials by Torque Rheometer) を用いて測定した合計硬化時間を意味する。

【0028】

本明細書および添付の特許請求の範囲で、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”なる用語は、型キャビティの中心軸 C_{axis} (22) から囲壁部 (15) の垂直内部境界 (18) にわたって x-y 面 (30) 上に投影される型キャビティ (20) の最大半径 r_c が、型キャビティの中心軸 C_{axis} (22) から垂直内部境界 (18) にわたって x-y 面 (30) 上に投影される型キャビティ (20) の最小半径 r_c より 20% 以下の差で長いことを意味する。(図1参照。)

【0029】

本明細書および添付の特許請求の範囲で使用する“型キャビティ”なる用語は、型基部 (12) の水平内部境界 (14) および囲壁部 (15) の垂直内部境界 (18) によって定められる体積を意味する。(図1～2参照。)

【0030】

本明細書および添付の特許請求の範囲で、第2の特徴 (例えば、軸、x-y 面) に対する第1の特徴 (例えば、水平内部境界；垂直内部境界) に関して使用される“実質的に垂直”なる用語は、第1の特徴が、第2の特徴に対して 80～100° の角度であることを意味する。

【0031】

本明細書および添付の特許請求の範囲で、第2の特徴 (例えば、軸、x-y 面) に対する第1の特徴 (例えば、水平内部境界；垂直内部境界) に関して使用される“本質的に垂直”なる用語は、第1の特徴が、第2の特徴に対して 85～95° の角度であることを意味する。

【0032】

本明細書および添付の特許請求の範囲で使用する“密度欠陥”なる用語は、研磨層において、研磨層の他の領域と比較して大幅に低い充填剤濃度を有する領域を意味する。密度欠陥は、研磨層を照明台の上に置いて肉眼で観察することにより検出可能であり、密度欠陥は、研磨層の他の領域と比較して著しく高い透明度を有する領域として観察される。

【0033】

本明細書および添付の特許請求の範囲で、ノズル開口部に関して使用される“ノズル開口部半径または r_{NO} ”なる用語は、ノズル開口部を完全に塞ぐことのできる最小円 SC の半径 r_{SC} を意味する。すなわち、 $r_{NO} = r_{SC}$ である。例として、図7aおよび7

10

20

30

40

50

bについて言及する。図7aは、半径 r_{sc} (64a)を有する最小円SC(63a)によって完全に塞がれたノズル開口部(62a)を示す平面図であり、ここで、ノズル開口部は円形である。図7bは、半径 r_{sc} (64b)を有する最小円SC(63b)によって完全に塞がれたノズル開口部(62b)を示す平面図であり、ここで、ノズル開口部は非円形である。好ましくは、 r_{no} は5~13mmである。より好ましくは、 r_{no} は8~10mmである。

【0034】

本発明の方法で用いられる型(10)の型基部(12)は、型キャビティ(20)の水平内部境界(14)を定める。(例えば、図1~2参照。)好ましくは、型キャビティ(20)の水平内部境界(14)は平坦である。より好ましくは、型キャビティ(20)の水平内部境界(14)は、平坦であり、かつ型キャビティの中心軸 C_{axis} に対して実質的に垂直である。最も好ましくは、型キャビティ(20)の水平内部境界(14)は、平坦であり、かつ型キャビティの中心軸 C_{axis} に対して本質的に垂直である。

10

【0035】

本発明の方法で用いられる型(10)の囲壁部(15)は、型キャビティ(20)の垂直内部境界(18)を定める。(例えば、図1~2参照。)好ましくは、囲壁部は、 $x-y$ 面(30)に対して実質的に垂直な、型キャビティ(20)の垂直内部境界(18)を定める。より好ましくは、囲壁部は、 $x-y$ 面(30)に対して本質的に垂直な、型キャビティ(20)の垂直内部境界(18)を定める。

20

【0036】

型キャビティ(20)は、 z -軸と一致し、型基部(12)の水平内部境界(14)と中心点(21)で交差する中心軸 C_{axis} (22)を有する。好ましくは、中心点(21)は、 $x-y$ 面(30)上に投影される型キャビティ(20)の断面 $C_{x-section}$ (24)の幾何学的中心に位置する。(例えば、図1~3参照。)

【0037】

$x-y$ 面上に投影される型キャビティの断面 $C_{x-section}$ は、規則的または不規則的ないずれの二次元形状であってもよい。好ましくは、型キャビティの断面 $C_{x-section}$ は、多角形および楕円形から選ばれる。より好ましくは、型キャビティの断面 $C_{x-section}$ は、平均半径 r_c を有する実質的に円形の断面である(ここで、好ましくは、 r_c が20~100cm;より好ましくは、 r_c が25~65cm;最も好ましくは、 r_c が40~60cmである)。最も好ましくは、型キャビティは、実質的に円形の断面 $C_{x-section}$ を有する略直円柱形状領域の形状であり、ここで、型キャビティは、型キャビティの中心軸 C_{axis} と一致する対称軸 C_{x-sym} を有し、上記直円柱形状領域は、以下に定義される断面積 C_{x-area} を有する:

30

【数5】

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

ここで、 r_c は $x-y$ 面上に投影される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;最も好ましくは40~60cm)である。

40

【0038】

型キャビティ(20)は、ドーナツ穴領域(40)およびドーナツ領域(50)を有している。(例えば、図2~3参照。)

【0039】

好ましくは、型キャビティ(20)のドーナツ穴領域(40)は、型キャビティ(20)内の直円柱形状領域であり、この領域は、 $x-y$ 面(30)上に円形断面 $DH_{x-section}$ (44)を投影し、ドーナツ穴領域対称軸 DH_{axis} (42)を有し、この DH_{axis} は、型キャビティの中心軸 C_{axis} および z -軸と一致する。(例えば、図2~3参照。)ドーナツ穴領域(40)の円形断面 $DH_{x-section}$ (44)は、以下に定義

50

される断面積 DH_{x-area} を有している :

【数6】

$$DH_{x-area} = \pi r_{DH}^2$$

ここで、 r_{DH} は、ドーナツ穴領域の円形断面 $DH_{x-section}$ (44) の半径 (46) である。好ましくは、 $r_{DH} = r_{NO}$ である (より好ましくは、 r_{DH} は 5 ~ 25 mm であり、最も好ましくは、 r_{DH} は 8 ~ 15 mm である)。

【0040】

好ましくは、型キャビティ (20) のドーナツ領域 (50) は、型キャビティ (20) 内のトロイド形状領域であり、この領域は、 $x-y$ 面 (30) 上に環状断面 $D_{x-section}$ (54) を投影し、ドーナツ領域対称軸 D_{axis} (52) を有し、この D_{axis} は、型キャビティ の中心軸 C_{axis} および z -軸と一致する。(例えば、図2~3参照。) ドーナツ領域 (50) の環状断面 $D_{x-section}$ (54) は、以下に定義される断面積 D_{x-area} を有する :

【数7】

$$D_{x-area} = \pi R_D^2 - \pi r_D^2$$

ここで、 R_D はドーナツ領域の環状断面 $D_{x-section}$ の長半径 (56) であり、 r_D はドーナツ領域の環状断面 $D_{x-section}$ の短半径 (58) であり、 $r_D < R_D$ であり、 $R_D < r_C$ である。好ましくは、 $r_D = r_{DH}$ であり、 r_D は 5 ~ 25 mm である。より好ましくは、 $r_D = r_{DH}$ であり、 r_D は 8 ~ 15 mm である。好ましくは、 $r_D = r_{DH}$ であり、 $R_D > r_D$ であり、 $R_D = (K * r_C)$ であり、ここで K は 0.01 ~ 0.2 (より好ましくは、 K は 0.014 ~ 0.1、最も好ましくは、 K は 0.04 ~ 0.086) である。より好ましくは、 $r_D = r_{DH}$ であり、 $R_D > r_D$ であり、 R_D は 20 ~ 100 mm (より好ましくは、 R_D は 20 ~ 80 mm、最も好ましくは、 R_D は 25 ~ 50 mm) である。

【0041】

装填時間 CP (秒) の長さは、広い範囲で変化させることができる。例えば、装填時間 CP の長さは、型キャビティ の大きさ、平均装填速度 CR_{avg} 、および硬化性混合物の物性 (例えば、ゲル化時間) に依存することが考えられる。好ましくは、装填時間 CP は 60 ~ 900 秒 (より好ましくは、60 ~ 600 秒、最も好ましくは、120 ~ 360 秒) である。通常、装填時間 CP は、硬化性混合物が示すゲル化時間によって制約される。好ましくは、装填時間 CP は、型キャビティ に装填されている硬化性混合物が示すゲル化時間より短い、またはそのゲル化時間と等しい時間である。より好ましくは、装填時間 CP は、硬化性混合物が示すゲル化時間より短い時間である。

【0042】

装填速度 CR (kg/sec) は、装填時間 CP の途中で変化させることができる。例えば、装填速度 CR は、断続的であってもよい。すなわち、装填速度 CR は、装填時間の途中で一回またはそれ以上の回数、一時的にゼロまで低下させることができる。好ましくは、硬化性混合物は、装填時間の全体にわたって本質的に一定の速度で型キャビティ に装填される。より好ましくは、硬化性混合物は、装填時間 CP の全体にわたって本質的に一定の速度で型キャビティ に装填され、その平均装填速度 CR_{avg} は 0.015 ~ 2 kg/sec (より好ましくは、0.015 ~ 1 kg/sec、最も好ましくは、0.08 ~ 0.4 kg/sec) である。

【0043】

装填時間 CP は、初期段階、転移段階および残段階として区別される三つの個別の段階に分割される。初期段階の開始は、装填時間 CP の開始に相当する。初期段階の終了後、直ちに転移段階の開始となる。転移段階の終了後、直ちに残段階の開始となる。残段階の

10

20

30

40

50

終了は、装填時間CPの終了に相当する。

【0044】

ノズルは、装填時間CPの間に、ノズル開口部の位置が三次元の全ての次元で場所を変えるように移動または変形（例えば、収縮）する。ノズル（60）は、ノズル開口部（62）の位置が、装填時間CPの間に、型キャビティの中心軸 C_{axis} （122）に沿って型基部（112）に対して移動し、その結果、硬化性混合物（70）が型キャビティ（120）内に溜められる際に、ノズル開口部（62）の位置が硬化性混合物（70）の上面（72）の上方に維持されるように、装填時間CPの間に移動または変形（例えば、収縮）する。（図4aおよび4b参照。）好ましくは、ノズル開口部（62）の位置は、装填時間CPの間に、型キャビティの中心軸 C_{axis} （122）に沿って型基部（112）に対して移動し、その結果、硬化性混合物（70）が型キャビティ（120）内に溜められる際に、硬化性混合物（70）の上面（72）の上方の高度（65）にノズル開口部（62）の位置が維持される。ここで、高度は、 $> 0 \sim 30$ mm（より好ましくは、 $> 0 \sim 20$ mm、最も好ましくは、 $5 \sim 10$ mm）である。（図4b参照。）型キャビティの中心軸 C_{axis} に沿ったノズル開口部の位置の移動（すなわち、z次元での移動）は、装填時間の間において一時的に停止してもよい。好ましくは、ノズル開口部の位置は、各転移段階転移点 TP_{TP} （そのような転移点がある場合）および各残段階転移点 TP_{RP} において、型キャビティの中心軸 C_{axis} に対するその動きを一時的に停止する（すなわち、ノズル開口部の位置のz次元での動きが一時的に停止する）。

【0045】

ノズル開口部の位置は、装填時間の初期段階の全体にわたって（すなわち、初期段階の継続する間）、型キャビティのドーナツ穴領域内にある。ノズル開口部の位置は、初期段階の全体にわたって固定させておくことができ、この場合、初期段階開始点 SP_{IP} および初期段階終点 EP_{IP} は、同じ位置である（すなわち、 $SP_{IP} = EP_{IP}$ ）。好ましくは、 $SP_{IP} = EP_{IP}$ の時、初期段階は、 $> 0 \sim 90$ 秒の長さ（より好ましくは、 $> 0 \sim 60$ 秒の長さ、最も好ましくは、 $5 \sim 30$ 秒の長さ）である。最も好ましくは、ノズル開口部の位置は、装填時間の初期段階の開始から、型キャビティ内の硬化性混合物の上面が上昇し始め、その時点で転移段階が開始されるまで固定された状態にある。ここで、初期段階開始点 SP_{IP} （80）および初期段階終点 EP_{IP} （81a）（この終点は、転移段階開始点 SP_{TP} （82a）と一致する）は、型キャビティ（220）のドーナツ穴領域（140）内にある、型キャビティの中心軸 C_{axis} （222）に沿った同じ位置である。好ましくは、ドーナツ穴領域（140）は、直円柱であり、ドーナツ穴の対称軸 DH_{axis} （142）は、型キャビティの中心軸 C_{axis} （222）およびz-軸と一致する。（図5a～5c参照。）ノズル開口部の位置は、初期段階の間において移動することができ、この場合、初期段階開始点 SP_{IP} は、初期段階終点 EP_{IP} とは異なる（すなわち、 $SP_{IP} \neq EP_{IP}$ ）。好ましくは、 $SP_{IP} \neq EP_{IP}$ の時、初期段階は、 $> 0 \sim (CP - 10.02)$ 秒の長さであり、ここで、CPは装填時間（秒）である。より好ましくは、 $SP_{IP} \neq EP_{IP}$ の時、初期段階は、 $> 0 \sim (CP - 30)$ 秒の長さであり、ここで、CPは装填時間（秒）である。最も好ましくは、装填時間の初期段階の際に型キャビティ（220）内の硬化性材料の上面が上昇する時、ノズル開口部の位置は、好ましくは、型キャビティ（220）のドーナツ穴領域（140）内を型キャビティの中心軸 C_{axis} （222）に沿って、初期段階開始点 SP_{IP} （80）から初期段階終点 EP_{IP} （81b）（この終点は、転移段階開始点 SP_{TP} （82b）と一致する）へと移動し、その結果、硬化性材料が型キャビティ（220）内に溜められる際に、ノズル開口部の位置は、装填時間の初期段階の全体にわたって硬化性材料の上面の上方の高度に維持される。（図5a～5c参照。）

【0046】

ノズル開口部の位置は、装填時間の転移段階の間に、型キャビティのドーナツ穴領域内の地点からドーナツ穴領域内の地点へと移動する。好ましくは、転移段階は、 $0.02 \sim 30$ 秒の長さ（より好ましくは、 $0.2 \sim 5$ 秒の長さ、最も好ましくは、 $0.6 \sim 2$ 秒の長

10

20

30

40

50

さ)である。好ましくは、ノズル開口部の位置は、転移段階の間に、型キャビティの中心軸 C_{axis} に対して $10 \sim 70 \text{ mm/sec}$ (より好ましくは、 $15 \sim 35 \text{ mm/sec}$ 、最も好ましくは、 $20 \sim 30 \text{ mm/sec}$) の平均速度で移動する。好ましくは、ノズル開口部の位置は、各転移段階転移点 TP_{TP} (そのような転移点がある場合) および転移段階終点 EP_{TP} において、型キャビティの中心軸 C_{axis} に対するその動きを一時的に停止する (すなわち、 x および y 次元での動きが一時的に停止する)。好ましくは、ノズル開口部の位置は、転移段階の間に、転移段階開始点 SP_{TP} から、いずれかの転移段階転移点 TP_{TP} を通って、転移段階終点 EP_{TP} へと 型キャビティの中心軸 C_{axis} に対して一定の速度で移動する。好ましくは、転移段階の間に、ノズル開口部の位置は、転移段階開始点 SP_{TP} から、複数の転移段階転移点 TP_{TP} を通って、転移段階終点 EP_{TP} へと移動し、この場合、 $x - y$ 面上に投影される転移段階の経路は、略曲線の形状である (より好ましくは、転移段階の経路は、略螺旋状緩和曲線の形状である)。最も好ましくは、転移段階の間に、ノズル開口部の位置は、転移段階開始点 SP_{TP} から転移段階終点 EP_{TP} へと直接移動し、この場合、 $x - y$ 面上に投影される転移段階の経路は、直線である。

10

【0047】

図5a~5cは、中心軸 C_{axis} (222) ; 対称軸 DH_{axis} (142) を有する直円柱形状のドーナツ穴領域 (140) ; および対称軸 D_{axis} (152) を有するトロイド形状のドーナツ領域 (150) を有する 型キャビティ (220) 内での三つの異なる転移段階の経路を示す図であり、型キャビティの中心軸 C_{axis} (222)、ドーナツ穴の対称軸 DH_{axis} (142) およびドーナツ領域の対称軸 D_{axis} (152) は、それぞれ z 軸に一致する。図5a~5cに示される転移段階の第1の経路は、型キャビティ (220) のドーナツ穴領域 (140) 内の転移段階開始点 SP_{TP} (82a) から始まり、型キャビティ (220) のドーナツ領域 (150) 内の転移段階終点 EP_{TP} (89) へと直接進行する。この場合、転移段階の経路83aは、単一直線 (84) として $x - y$ 面 (130) 上に投影される。図5a~5cに示される転移段階の第2の経路は、型キャビティ (220) のドーナツ穴領域 (140) 内の転移段階開始点 SP_{TP} (82b) から始まり、型キャビティ (220) のドーナツ領域 (150) 内の転移段階終点 EP_{TP} (89) へと直接進行する。この場合、転移段階の経路83bは、単一直線 (84) として $x - y$ 面 (130) 上に投影される。図5a~5cに示される転移段階の第3の経路は、ドーナツ穴領域 (140) 内の転移段階開始点 SP_{TP} (82a) から始まり、ドーナツ穴領域 (140) 内の転移段階転移点 TP_{TP} (88) を通って転移し、ドーナツ領域 (150) 内に位置する転移段階終点 EP_{TP} (89) へと進行する。この場合、転移段階の経路 (85) は、一对の接続線 (87) として $x - y$ 面 (130) 上に投影される。なお、転移段階終点 EP_{TP} (89) は、残段階開始点 SP_{RP} (90) に相当する (すなわち、これらは同じ位置である)。

20

30

【0048】

装填時間の残段階の間において、ノズル開口部の位置は、ドーナツ領域内にある (すなわち、装填時間の残段階の一部の間においては、ノズル開口部の位置はドーナツ穴領域を通過してもよく、ドーナツ穴領域内にあってもよい)。好ましくは、ノズル開口部の位置は、装填時間の残段階の全体にわたって (すなわち、残段階の継続する間) ドーナツ領域内にある。好ましくは、残段階は、 10 秒の長さである。より好ましくは、残段階は、 $10 < (CP - 0.2)$ 秒の長さであり、ここで、 CP は装填時間 (秒) である。さらに好ましくは、残段階は、 $30 < (CP - 0.2)$ 秒の長さであり、ここで、 CP は装填時間 (秒) である。最も好ましくは、残段階は、 $0.66 * CP < (CP - 0.2)$ 秒の長さであり、ここで、 CP は装填時間 (秒) である。好ましくは、ノズル開口部の位置は、残段階の間において、型キャビティの中心軸 C_{axis} に対して $10 \sim 70 \text{ mm/sec}$ (より好ましくは、 $15 \sim 35 \text{ mm/sec}$ 、最も好ましくは、 $20 \sim 30 \text{ mm/sec}$) の平均速度で移動する。好ましくは、ノズル開口部の位置は、各残段階転移点 TP_{RP} において、型キャビティの中心軸 C_{axis} に対するその動きを一時的に停止することができる (

40

50

すなわち、 x および y 次元でのノズル開口部の位置の動きが一時的に停止してもよい)。好ましくは、ノズル開口部の位置は、残段階の間において、残段階開始点 SP_{RP} から、各残段階転移点 TP_{RP} を通して、型キャビティの中心軸 C_{axis} に対して一定の速度で移動する。好ましくは、残段階の間において、ノズル開口部の位置は、残段階開始点 SP_{RP} から、複数の残段階転移点 TP_{RP} を通して移動し、この場合、残段階の経路は、連続した接続線として $x-y$ 面上に投影される。好ましくは、残段階転移点 TP_{RP} は、全て型キャビティのドーナツ領域内に位置している。好ましくは、残段階の経路によって $x-y$ 面上に投影される連続した接続線は、円形、または型キャビティの中心軸 C_{axis} からの距離が変化していく二次元の略螺旋形の形状である。好ましくは、残段階の経路によって $x-y$ 面上に投影される連続した接続線は、二次元の略螺旋形の形状であり、ここで、連続した残段階転移点 TP_{RP} は、型キャビティの中心軸 C_{axis} からの距離を増加または減少させながら $x-y$ 面上に投影される。より好ましくは、残段階の経路によって $x-y$ 面上に投影される連続した接続線は、略円形の形状であり、ここで、連続した残段階転移点 TP_{RP} は、型キャビティの中心軸 C_{axis} からの距離を均等にして $x-y$ 面上に投影され、残段階の経路によって $x-y$ 面上に投影される連続した接続線は、規則的(すなわち、等辺および等角)多角形である。好ましくは、上記規則的多角形は、5個の辺(より好ましくは、8個の辺、最も好ましくは、10個の辺;好ましくは、100個の辺、より好ましくは、50個の辺、最も好ましくは、20個の辺)を有する。最も好ましくは、残段階の経路は、略ヘリックス(三次元螺旋)の形状である。すなわち、残段階の間において、型キャビティ内に溜められている硬化性混合物の上面から上方に所望の高度を維持するために、ノズル開口部の位置が型キャビティの中心軸 C_{axis} に沿って移動を続け、一方、それと同時にノズル開口部の位置が辿る経路は、 $x-y$ 面上に規則的多角形を投影する(好ましくは、この規則的多角形は、5~100個の辺、より好ましくは、5~50個の辺、さらに好ましくは、8~25個の辺、最も好ましくは、8~15個の辺を有する)。

【0049】

図6a~6cは、中心軸 C_{axis} (222);対称軸 DH_{axis} (142)を有する直円柱形状のドーナツ穴領域(140);および対称軸 D_{axis} (152)を有するトロイド形状のドーナツ領域(150)を有する型キャビティ(220)内において略ヘリックス(三次元螺旋)の形状で表される、好ましい残段階の経路(95)の一部を示す図である。ここで、型キャビティの中心軸 C_{axis} (222)、ドーナツ穴の対称軸 DH_{axis} (142)およびドーナツの対称軸 D_{axis} (152)は、それぞれ z 軸に一致する。残段階の経路(95)は、型キャビティ(220)のドーナツ領域(150)内の残段階開始点 SP_{RP} (90)から始まり、型キャビティ(220)のドーナツ領域(150)内の複数の残段階転移点 TP_{RP} (92)を通して進行する。ここで、全ての残段階転移点 TP_{RP} は、型キャビティの中心軸 C_{axis} (222)から均等の距離にあり、残段階の経路(95)は、規則的十面体(100)を形成する十本の等しい長さの線(97)として $x-y$ 面(130)上に投影される。なお、残段階開始点 SP_{RP} (90)は、転移段階終点 EP_{TP} (89)に相当する(すなわち、それらは同じ位置である)。

【0050】

好ましくは、硬化性混合物は、液体プレポリマー材料および複数の微小成分を含み、ここで複数の微小成分は、液体プレポリマー材料中に均一に分散している。

【0051】

液体プレポリマー材料は、好ましくは、重合(すなわち硬化)して、ポリ(ウレタン)、ポリスルホン、ポリエーテルスルホン、ナイロン、ポリエーテル、ポリエステル、ポリスチレン、アクリル系ポリマー、ポリ尿素、ポリアミド、ポリ塩化ビニル、ポリフッ化ビニル、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリブタジエン、ポリエチレンイミン、ポリアクリロニトリル、ポリエチレンオキサイド、ポリオレフィン、ポリアクリル酸アルキル、ポリメタクリル酸アルキル、ポリアミド、ポリエーテルイミド、ポリケトン、エポキシ、シ

10

20

30

40

50

リコーン、エチレン プロピレン ジエン単量体から形成されたポリマー、タンパク質、多糖、ポリアセテート、およびこれらのうちの少なくとも二つの組み合わせから選択される材料を形成する。好ましくは、液体プレポリマー材料は、重合によりポリ(ウレタン)を含む材料を形成する。より好ましくは、液体プレポリマー材料は、重合によりポリウレタンを含む材料を形成する。最も好ましくは、液体プレポリマー材料は、重合(硬化)によりポリウレタンを形成する。

【0052】

好ましくは、液体プレポリマー材料は、ポリイソシアネート含有材料を含む。より好ましくは、液体プレポリマー材料は、ポリイソシアネート(例えば、ジイソシアネート)と水酸基含有材料との反応生成物を含む。

10

【0053】

好ましくは、ポリイソシアネートは、メチレンビス4,4'-シクロヘキシル-イソシアネート;シクロヘキシルジイソシアネート;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;プロピレン-1,2-ジイソシアネート;テトラメチレン-1,4-ジイソシアネート;1,6-ヘキサメチレン-ジイソシアネート;ドデカン-1,12-ジイソシアネート;シクロブタン-1,3-ジイソシアネート;シクロヘキサン-1,3-ジイソシアネート;シクロヘキサン-1,4-ジイソシアネート;1-イソシアナト-3,3,5-トリメチル-5-イソシアナトメチルシクロヘキサン;メチルシクロヘキシ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のトリイソシアネート;2,4,4-トリメチル-1,6-ヘキサレンジイソシアネートのトリイソシアネート;ヘキサメチレンジイソシアネートのウレトジオン;エチレンジイソシアネート;2,2,4-トリメチルヘキサメチレンジイソシアネート;2,4,4-トリ-メチルヘキサメチレンジイソシアネート;ジシクロヘキシルメタンジイソシアネート;およびこれらの組み合わせから選択される。最も好ましくは、ポリイソシアネートは脂肪族であり、14パーセント未満の未反応イソシアネート基を有する。

20

【0054】

好ましくは、本発明で用いられる水酸基含有材料は、ポリオールである。ポリオールの例としては、例えば、ポリエーテルポリオール、(部分的および完全に水素化された誘導体を含む)水酸基末端ポリブタジエン、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、ポリカーボネートポリオール、およびこれらの混合物が挙げられる。

30

【0055】

好ましいポリオールとしては、ポリエーテルポリオールが挙げられる。ポリエーテルポリオールの例としては、ポリテトラメチレンエーテルグリコール("PTMEG")、ポリエチレンプロピレングリコール、ポリオキシプロピレングリコール、およびこれらの混合物が挙げられる。炭化水素鎖は、飽和または不飽和結合、および置換または無置換の芳香族および環状基を有していてもよい。好ましくは、本発明のポリオールは、PTMEGを含む。好適なポリエステルポリオールとしては、ポリエチレンアジペートグリコール;ポリブチレンアジペートグリコール;ポリエチレンプロピレンアジペートグリコール;o-フタレート-1,6-ヘキサジオール;ポリ(ヘキサメチレンアジペート)グリコール;およびこれらの混合物が挙げられるが、これらに限定されるものではない。炭化水素鎖は、飽和もしくは不飽和結合、または置換もしくは無置換の芳香族および環状基を有していてもよい。好適なポリカプロラクトンポリオールとしては、1,6-ヘキサジオール開始ポリカプロラクトン;ジエチレングリコール開始ポリカプロラクトン;トリメチロールプロパン開始ポリカプロラクトン;ネオペンチルグリコール開始ポリカプロラクトン;1,4-ブタンジオール開始ポリカプロラクトン;PTMEG開始ポリカプロラクトン;およびこれらの混合物が挙げられるが、これらに限定されるものではない。炭化水素鎖は、飽和もしくは不飽和結合、または置換もしくは無置換の芳香族および環状基を有していてもよい。好適なポリカーボネートとしては、ポリフタレートカーボネートおよびポリ(ヘキサメチレンカーボネート)グリコールが挙げられるが、これらに限定されるものではない。

40

50

【 0 0 5 6 】

好ましくは、複数の微小成分は、封入気泡、中空ポリマー材料（すなわち、微小球）、液体充填中空ポリマー材料、水溶性材料（例えば、シクロデキストリン）および不溶相材料（例えば、鉱物油）から選択される。好ましくは、複数の微小成分は、ポリビニルアルコール、ペクチン、ポリビニルピロリドン、ヒドロキシエチルセルロース、メチルセルロース、ヒドロプロピルメチルセルロース、カルボキシメチルセルロース、ヒドロキシプロピルセルロース、ポリアクリル酸、ポリアクリルアミド、ポリエチレングリコール、ポリヒドロキシエーテルアクリライト、デンプン、マレイン酸共重合体、ポリエチレンオキサイド、ポリウレタン、シクロデキストリンおよびこれらの組み合わせ（例えば、Sundsvall、SwedenのAkzo Nobelから入手可能なExpancel（商標））などの微小球である。微小球は、例えば、分岐化、ブロッキングおよび架橋により化学的に修飾することにより、溶解性、膨潤性および他の物性を変化させることができる。好ましくは、微小球は150 μm未満の平均径、より好ましくは、50 μm未満の平均径を有する。最も好ましくは、微小球48は、15 μm未満の平均径を有する。なお、微小球の平均径は異なってもよく、サイズの異なる微小球、または異なる微小球48の混合物を使用することができる。最も好ましい微小球の材料は、アクリロニトリルおよび塩化ビニリデンの共重合体（例えば、Akzo Nobelより入手可能なExpancel（登録商標））である。

10

【 0 0 5 7 】

液体プレポリマー材料は、必要に応じて、さらに硬化剤を含むこともできる。好ましい硬化剤としては、ジアミンが挙げられる。好適なポリジアミンの例としては、1級および2級アミンが挙げられる。好ましいポリジアミンとしては、ジエチルトルエンジアミン（“DETDA”）；3,5-ジメチルチオ-2,4-トルエンジアミンおよびその異性体；3,5-ジエチルトルエン-2,4-ジアミンおよびその異性体（例えば、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サイド-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'-メチレンジアニン（“MDA”）；m-フェレンジアミン（“MPDA”）；メチレン-ビス2-クロロアニリン（“MBOCA”）；4,4'-メチレン-ビス-（2-クロロアニリン）（“MOCA”）；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；およびこれらの混合物が挙げられるが、これらに限定されるものではない。好ましくは、ジアミン硬化剤は、3,5-ジメチルチオ-2,4-トルエンジアミンおよびその異性体から選択される。

20

30

【 0 0 5 8 】

硬化剤としては、ジオール、トリオール、テトラオール、および水酸基末端硬化剤を含むこともできる。好適なジオール、トリオールおよびテトラオール基としては、エチレングリコール；ジエチレングリコール；ポリエチレングリコール；プロピレングリコール；ポリプロピレングリコール；低分子量ポリテトラメチレンエーテルグリコール；1,3-ビス（2-ヒドロキシエトキシ）ベンゼン；1,3-ビス-〔2-（2-ヒドロキシエトキシ）エトキシ〕ベンゼン；1,3-ビス-〔2-〔2-（2-ヒドロキシエトキシ）エトキシ〕エトキシ〕ベンゼン；1,4-ブタンジオール；1,5-ペンタンジオール；1,6-ヘキサジオール；レゾルシノール-ジ-（ベータ-ヒドロキシエチル）エーテル；ヒドロキノン-ジ-（ベータ-ヒドロキシエチル）エーテル；およびこれらの混合物が挙げられる。好ましい水酸基末端硬化剤の例としては、1,3-ビス（2-ヒドロキシエトキシ）ベンゼン；1,3-ビス-〔2-（2-ヒドロキシエトキシ）エトキシ〕ベンゼン

40

50

ン；1，3-ビス-〔2-〔2-（2-ヒドロキシエトキシ）エトキシ〕エトキシ〕ベンゼン；1，4-ブタンジオール；およびこれらの混合物が挙げられる。水酸基末端硬化剤およびジアミン硬化剤は、飽和、不飽和の芳香族および環状基を一つ以上含むことができる。さらに、水酸基末端硬化剤およびジアミン硬化剤は、ハロゲン基を一つ以上含むことができる。

【0059】

好ましくは、ケーキを薄く切り出し、または同様に薄片化して、所望の厚さを有する複数の研磨層を形成する。

【0060】

好ましくは、本発明のケミカルメカニカルポリッシングパッド用の研磨層の形成方法は、窓用ブロックを準備し、その窓用ブロックを型キャビティ内に設置する工程をさらに含む。窓用ブロックは、硬化性混合物が型キャビティに添加される前または後に型キャビティ内に設置することができる。好ましくは、窓用ブロックは、硬化性混合物が型キャビティに添加される前に型キャビティ内に設置される。好ましくは、本発明の方法は、窓用ブロックを型基部（好ましくは、型基部の水平内部境界）に固定する工程をさらに含む。好ましくは、本発明の方法は、窓用ブロック接着剤を準備し、窓用ブロックを型基部（好ましくは、型基部の水平内部境界）に固定する工程をさらに含む。窓用ブロックを型基部に固定することにより、ケーキを複数の研磨層へ薄片化する（例えば、薄く切り出す）際の窓の変形（例えば、窓が研磨層から外側に向かって膨らむ変形）の発生が軽減されると考えられる。

【0061】

ケミカルメカニカルポリッシングパッドに用いるのに適した窓用ブロックの構成は、この分野において公知である。

【0062】

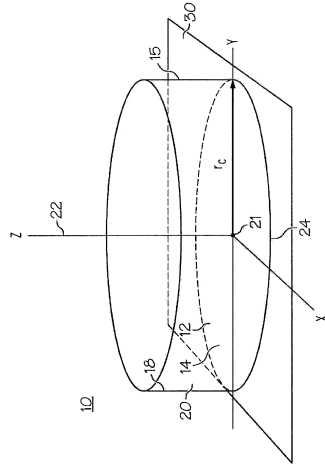
好ましくは、本発明の方法を用いて製造されたケーキは、ノズル開口部の位置が装填時間CPの全体にわたって型キャビティの中心軸 C_{axis} に沿って一次元でのみ移動する（すなわち、硬化性材料が型キャビティ内に溜められる際に、硬化性材料の上面の上方に設定された高度にノズル開口部の位置を維持する目的のみで移動する）以外は本発明と同様のプロセスで製造されたケーキと比較して少ない数の密度欠陥を含む。より好ましくは、本発明の方法を用いて製造されたケーキによれば、密度欠陥を有さない研磨層が、ケーキ当たり少なくとも50%（より好ましくは、少なくとも75%、最も好ましくは、少なくとも100%）多い割合で提供される。さらに好ましくは、型キャビティは、平均半径 r_c を有する実質的に円形の断面を有し、ここで r_c は40～60cmであり、本発明の方法を用いて製造されたケーキは、ノズル開口部の位置が装填時間CPの全体にわたって型キャビティの中心軸 C_{axis} に沿って一次元でのみ移動する以外は本発明と同様のプロセスで製造されたケーキと比較した場合、密度欠陥を有さない研磨層の数が2倍に増加（より好ましくは、3倍に増加）する。

10

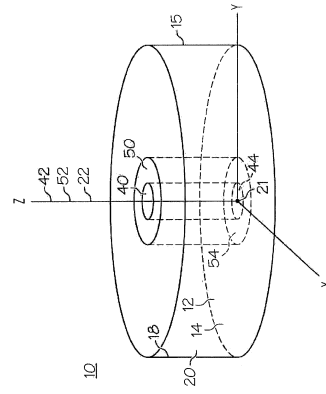
20

30

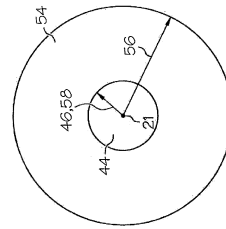
【 図 1 】



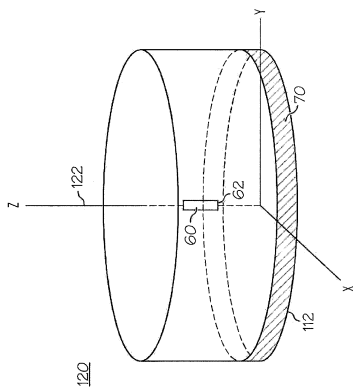
【 図 2 】



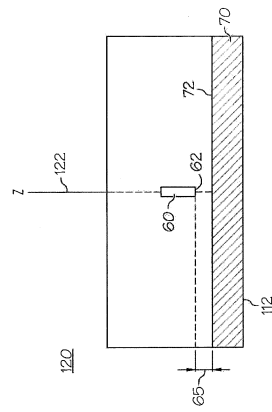
【 図 3 】



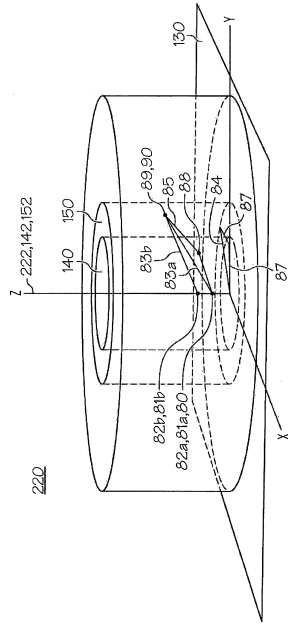
【 図 4 a 】



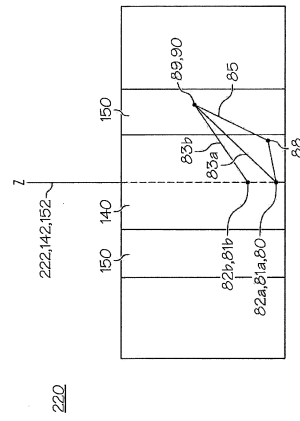
【 図 4 b 】



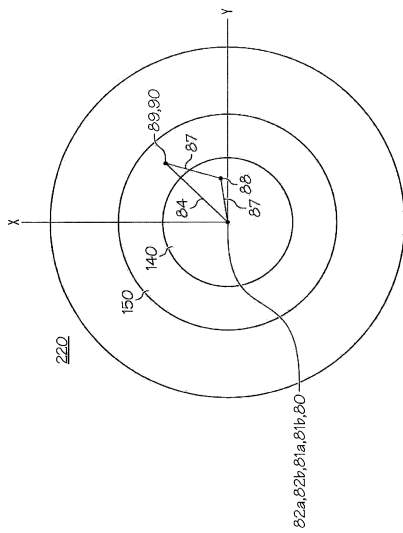
【 図 5 a 】



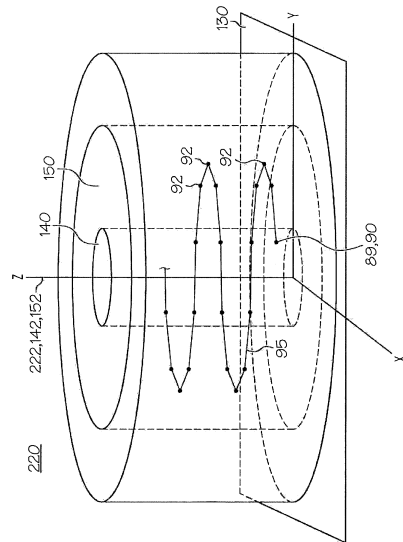
【 図 5 b 】



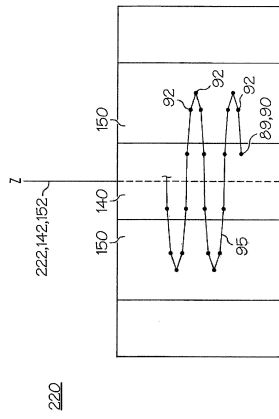
【 図 5 c 】



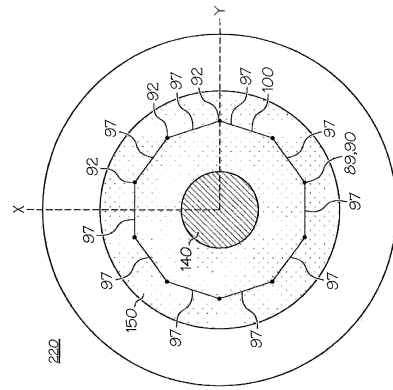
【 図 6 a 】



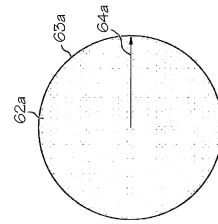
【 図 6 b 】



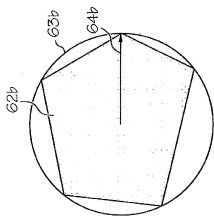
【 図 6 c 】



【 図 7 a 】



【 図 7 b 】



フロントページの続き

- (72)発明者 ジェームズ・ティーン・ムルナン
アメリカ合衆国，ペンシルバニア州・19428，コンショホッケン，ニュー・エルム・ストリート・472
- (72)発明者 ジョージ・エイチ・マックレイン
アメリカ合衆国，デラウェア州・19709，ミドルタウン，シュガー・パイン・ドライブ・257
- (72)発明者 デュロン・エイ・ハット
アメリカ合衆国，デラウェア州・19801，ウィルミントン，テイラー・ストリート・506
- (72)発明者 ロバート・エイ・ブレイディ
アメリカ合衆国，ペンシルバニア州・19320，コーツヴィル，ハーベイズ・ブリッジ・ロード・631
- (72)発明者 クリストファー・エイ・ヤング
アメリカ合衆国，デラウェア州・19702，ニューアーク，ワイルドフラワー・サークル・4
- (72)発明者 ジェフリー・ピー・ミラー
アメリカ合衆国，ペンシルバニア州・19382，ウェスト・チェスター，レッド・ハーク・トレイル・2

審査官 亀田 貴志

- (56)参考文献 米国特許第6428586 (US, B1)
特開2002-192538 (JP, A)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
- | | |
|------|--------|
| B24B | 37/11 |
| C08J | 5/14 |
| H01L | 21/304 |