

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2010-53258

(P2010-53258A)

(43) 公開日 平成22年3月11日(2010.3.11)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
C 0 9 J 7/02 (2006.01)	C 0 9 J 7/02 Z	3 C 0 5 8
C 0 9 J 133/04 (2006.01)	C 0 9 J 133/04	4 J 0 0 4
B 2 4 B 37/04 (2006.01)	B 2 4 B 37/04 Y	4 J 0 4 0

審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 14 頁)

(21) 出願番号	特願2008-220267 (P2008-220267)	(71) 出願人	000002174
(22) 出願日	平成20年8月28日 (2008.8.28)		積水化学工業株式会社
			大阪府大阪市北区西天満2丁目4番4号
		(74) 代理人	100086586
			弁理士 安富 康男
		(74) 代理人	100119529
			弁理士 諸田 勝保
		(72) 発明者	永井 康晴
			大阪府三島郡島本町百山2-1 積水化学工業株式会社内
		(72) 発明者	戸田 智基
			大阪府三島郡島本町百山2-1 積水化学工業株式会社内

最終頁に続く

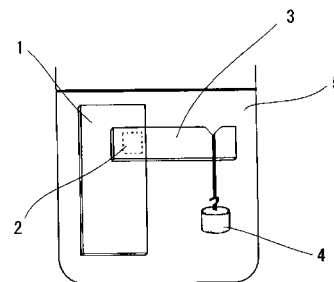
(54) 【発明の名称】 研磨布固定用両面テープ

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】酸やアルカリに対する耐性に優れ、かつ使用後には定盤から糊残りなく剥離できる定盤固定用粘着剤層を有する研磨布固定用両面テープを提供する。

【解決手段】酸性溶液を用いた研磨工程において、研磨布を研磨機の定盤に固定するための研磨布固定用両面テープであって、基材フィルムと、該基材フィルムの一側の面に形成された研磨布固定用粘着剤層と、該基材フィルムの他方の面に形成された感圧アクリル粘着剤からなる定盤固定用粘着剤層とからなる研磨布固定用両面テープであって、該両面テープ2により貼り合わされたガラス板1とアクリル板3との接合体を、23、pH1の塩化水素水溶液5中に浸漬するとき、前記ガラス板から前記アクリル板が前記両面テープごと剥離するまでにかかる剥離時間を測定することを骨子とするねじりせん断試験において、測定される剥離時間が2分30秒以上である研磨布固定用両面テープ。

【選択図】図1



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

酸性溶液を用いた研磨工程において、研磨布を研磨機の定盤に固定するための研磨布固定用両面テープであって、

基材フィルムと、該基材フィルムの一方向の面に形成された研磨布固定用粘着剤層と、該基材フィルムの他方の面に形成された感圧アクリル粘着剤からなる定盤固定用粘着剤層とからなり、

(A) 10 mm × 10 mm の大きさに切断した前記研磨布固定用両面テープを用いて、100 mm × 50 mm × 1.8 mm の大きさのガラス板と 50 mm × 15 mm × 2 mm の大きさのアクリル板とを、前記ガラス板の短辺の端から 20 mm かつ長辺の端から 20 mm の位置に前記研磨布固定用両面テープの定盤固定用粘着剤層側の中心がきて、前記アクリル板の短辺の端から 7.5 mm かつ長辺の端から 7.5 mm の位置に前記研磨布固定用両面テープの研磨布固定用粘着剤層側の中心がくるようにして貼り合わせる工程と、

(B) 前記アクリル板の前記研磨布固定用両面テープの中心から 30 mm の位置に 200 g の錘をぶら下げる工程と、

(C) 前記錘をぶら下げた状態で、23、pH 1 の塩化水素水溶液中に浸漬する工程と、

(D) 前記浸漬の開始から、前記ガラス板から前記アクリル板が前記研磨布固定用両面テープごと剥離するまでにかかる剥離時間を測定する工程とからなるねじりせん断試験において、測定される剥離時間が 2 分 30 秒以上である

ことを特徴とする研磨布固定用両面テープ。

【請求項 2】

定盤固定用粘着剤層を構成する感圧アクリル粘着剤は、重量平均分子量 20 万 ~ 40 万の(メタ)アクリル酸アルキルエステル共重合体含有し、ゲル分率が 30 ~ 70 %、かつ、厚みが 20 ~ 70 μm であることを特徴とする請求項 1 記載の研磨布固定用両面テープ。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、酸やアルカリに対する耐性に優れ、かつ、使用後には定盤から糊残りなく剥離できる定盤固定用粘着剤層を有する研磨布固定用両面テープに関する。

【背景技術】

【0002】

例えば、半導体ウエハを所定の厚さにまで研磨する工程においては、研磨機の定盤に固定された研磨布を用いて研磨が行われる。研磨布を研磨機の定盤に固定するためには、通常、両面テープが使用される。このような研磨布固定用両面テープには、研磨中に研磨布が剥離しない程度に十分な接着力を有するとともに、使用後には定盤から糊残りなく剥離できることが求められる。

【0003】

特許文献 1 には、プラスチックフィルムの一方の面にニトリルゴム系粘着剤からなる接着剤層を設け、他方の面に再剥離性の粘着剤層を設けてなる研磨パッド固定用両面テープが記載されている。そして、ニトリルゴム系粘着剤層からなる接着剤層側を研磨布に接着し、再剥離性の粘着剤層側を定盤に接着して使用することが記載されている。特許文献 1 の実施例では、再剥離性の粘着剤層を構成する粘着剤として、アクリル酸と、アクリル酸ブチルと、酢酸ビニルとを共重合させた重合体を使用している。そして、実施例で得られた両面接着テープは、両面をアクリル粘着剤とした場合に比べて、酸化セリウム微粉末の 20 % 溶液に 50 で 5 日間浸漬した後も高い接着力を維持できることが記載されている。

【0004】

特許文献 2 には、プラスチックフィルム支持体の一方の面にアクリル系ポリマーを主成分

10

20

30

40

50

とする粘着剤層と該接着剤層上にポリエステル又はポリウレタンからなる熱活性接着剤層が積層一体化された層を設け、他方の面に再剥離性の粘着剤層を設けてなる研磨材固定用両面接着テープが記載されている。そして、熱活性接着剤層を研磨材に接着させて使用することが記載されている。特許文献2の実施例では、熱活性接着剤層を設けた両面テープは、両面ともアクリル粘着剤層を用いた場合と比べて、水酸化カリウムでpH10に調整した50の水溶液に5日間浸漬した場合にも、高い粘着力が維持できることが記載されている。

【0005】

しかしながら、近年、半導体ウエハ等を研磨する際に強酸性のスラリー液や強アルカリ性スラリー液を使用するところ、特許文献1及び2に記載された研磨材固定用両面テープでは、定盤側の粘着剤層が酸やアルカリの影響で劣化しやすく、研磨中に剥離してしまうことがあるという問題があった。仮に特許文献1及び2に記載されている研磨布固定側の粘着剤層を定盤側にも使用した場合には、酸やアルカリに対する耐性は優れる。しかしながら、このような接着剤層を用いた場合には、使用後に定盤から剥離することができなくなる。酸やアルカリに対する耐性に優れ、かつ、使用後には定盤から糊残りなく剥離できる定盤固定用粘着剤層を有する研磨布固定用両面テープが求められていた。

【特許文献1】特開平6-145611号公報

【特許文献2】特開平6-172721号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

本発明は、酸やアルカリに対する耐性に優れ、かつ、使用後には定盤から糊残りなく剥離できる定盤固定用粘着剤層を有する研磨布固定用両面テープを提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0007】

本発明は、酸性溶液を用いた研磨工程において、研磨布を研磨機の定盤に固定するための研磨布固定用両面テープであって、基材フィルムと、該基材フィルムの一方向面に形成された研磨布固定用粘着剤層と、該基材フィルムの他方の面に形成された感圧アクリル粘着剤からなる定盤固定用粘着剤層とからなり、(A)10mm×10mmの大きさに切断した前記研磨布固定用両面テープを用いて、100mm×50mm×1.8mmの大きさのガラス板と50mm×15mm×2mmの大きさのアクリル板とを、前記ガラス板の短辺の端から20mmかつ長辺の端から20mmの位置に前記研磨布固定用両面テープの定盤固定用粘着剤層側の中心がきて、前記アクリル板の短辺の端から7.5mmかつ長辺の端から7.5mmの位置に前記研磨布固定用両面テープの研磨布固定用粘着剤層側の中心がくるようにして貼り合わせる工程と、(B)前記アクリル板の前記研磨布固定用両面テープの中心から30mmの位置に200gの錘をぶら下げる工程と、(C)前記錘をぶら下げた状態で、23、pH1の塩化水素水溶液中に浸漬する工程と、(D)前記浸漬の開始から、前記ガラス板から前記アクリル板が前記研磨布固定用両面テープごと剥離するまでにかかる剥離時間を測定する工程とからなるねじりせん断試験において、測定される剥離時間が2分30秒以上である研磨布固定用両面テープである。

以下に本発明を詳述する。

【0008】

本発明者らは、研磨中の剥がれは、平板に対する粘着力や、耐剥離応力だけに着目して粘着剤を設計しても、改善が困難であることを見出した。そして、薬液中での研磨布の回転に対する耐性を有する粘着テープであれば、剥がれが起こりにくいことを見出した。そして、特定のねじりせん断試験において測定される剥離時間が一定以上である場合にのみ、薬液中での研磨布の回転に対する強い耐性を発揮できることを見出し、本発明を完成させた。

【0009】

本発明の研磨布固定用両面テープ（以下、単に「両面テープ」ともいう。）は、ねじりせん断試験において、測定される剥離時間が2分30秒以上である。剥離時間が2分30秒未満であると、酸やアルカリ中で研磨を行ったときに剥がれが発生する。剥離時間の好ましい下限は5分、より好ましい下限は10分である。

【0010】

なお、クリープ現象によりアクリル板が水平状態から60度以上回転しても両面テープが剥離しない場合、又は、アクリル板のみが両面テープを伴わずに若しくは両面テープの一部のみとともに剥離した場合は、剥離までの時間の長さに関わらず、本発明に含まないものとする。

【0011】

上記ねじりせん断試験について説明する。

上記ねじりせん断試験は、以下の（A）～（D）の工程により行う。

（A）10mm×10mmの大きさに切断した両面テープを用いて、100mm×50mm×1.8mmの大きさのガラス板と50mm×15mm×2mmの大きさのアクリル板とを、ガラス板の短辺の端から20mmかつ長辺の端から20mmの位置に両面テープの定盤固定用粘着剤層側の中心がきて、アクリル板の短辺の端から7.5mmかつ長辺の端から7.5mmの位置に両面テープの研磨布固定用粘着剤層側の中心がくるようにして貼り合わせる工程。

【0012】

（B）アクリル板の両面テープの中心から30mmの位置に200gの錘をぶら下げる工程。

（C）錘をぶら下げた状態で、23℃、pH1の塩化水素水溶液中に浸漬する工程。（図1に工程（C）において、錘をぶら下げた状態で塩化水素水溶液中に浸漬した様子を示す模式図を示した。）

（D）浸漬の開始から、ガラス板からアクリル板が両面テープごと剥離するまでにかかる剥離時間を測定する工程。

【0013】

本発明の両面テープは、基材フィルムと、該基材フィルムの一方向の面に形成された研磨布固定用粘着剤層と、該基材フィルムの他方の面に形成された定盤固定用粘着剤層とからなる。

【0014】

上記基材フィルムとしては特に限定されず、例えば、ポリエステル系樹脂、ポリプロピレン系樹脂等からなる合成樹脂フィルムや、ポリウレタン系樹脂、ポリプロピレン系樹脂等のポリオレフィン系樹脂等からなる発泡シート等が挙げられる。なかでも、平坦であり、厚みのぶれが小さく、一定の強度を有することから、ポリエステル系樹脂からなる合成樹脂フィルムが好適である。

【0015】

上記基材フィルムの厚みとしては特に限定されないが、非発泡体である場合には、好ましい下限は15μm、好ましい上限は70μmである。上記基材フィルムの厚みが15μm未満であると、両面テープを研磨機の定盤から剥離させる際に基材フィルムが破断して綺麗に剥離させることができないことがあり、70μmを超えると、研磨布と両面テープとを積層一体化させる際の圧着圧力の調整が困難となり、研磨布と研磨布用粘着剤層との接着強度が低下することがある。上記基材フィルムの厚みのより好ましい下限は20μm、より好ましい上限は50μmである。

【0016】

上記定盤固定用粘着剤層は、感圧アクリル粘着剤からなる。感圧アクリル粘着剤を用いることにより、使用後に本発明の両面テープを定盤から剥離しやすくなる。

上記感圧アクリル粘着剤としては特に限定されないが、（メタ）アクリル酸アルキルエステル共重合体を主成分とするものが好適である。

なお、本明細書において（メタ）アクリル酸とは、アクリル酸又はメタクリル酸を意味す

10

20

30

40

50

る。

【0017】

上記(メタ)アクリル酸アルキルエステル共重合体としては特に限定されないが、アクリル酸、アルキル基の炭素数が1~12である(メタ)アクリル酸アルキルエステルモノマーを含むモノマー混合物を共重合してなるものが好適である。

【0018】

上記アルキル基の炭素数が1~12である(メタ)アクリル酸アルキルエステルモノマーとしては、例えば、(メタ)アクリル酸メチル、(メタ)アクリル酸エチル、(メタ)アクリル酸プロピル、(メタ)アクリル酸イソプロピル、(メタ)アクリル酸-n-ブチル、(メタ)アクリル酸-t-ブチル、(メタ)アクリル酸-2-エチルヘキシル、(メタ)アクリル酸オクチル等が挙げられる。これらの(メタ)アクリル酸アルキルエステルモノマーは、単独で用いてもよく、2種以上を併用してもよい。なかでも、安価で粘着特性にも優れていることから、(メタ)アクリル酸-n-ブチルを含有することが好ましい。

10

【0019】

上記モノマー混合物が(メタ)アクリル酸-n-ブチルを含有する場合、その含有量の好ましい下限は90重量%、好ましい上限は94重量%である。(メタ)アクリル酸-n-ブチルの含有量が90重量%未満であると、得られる定盤固定用粘着剤層の高温域における接着力が劣り、研磨中の過熱で剥離してしまうことがあり、94重量%を超えると、180°剥離力が低下し研磨時に剥離してしまうことがある。

20

【0020】

上記モノマー混合物は、必要に応じて、他のビニルモノマーを含有してもよい。上記他のビニルモノマーとしては特に限定されず、例えば、シクロヘキシル(メタ)アクリレート、2-メチルシクロヘキシル(メタ)アクリレート、ジシクロペンタニル(メタ)アクリレート、ジシクロペンタニルオキシエチル(メタ)アクリレート、イソボルニル(メタ)アクリレート等の(メタ)アクリル酸環状アルキルエステルや、フェニル(メタ)アクリレート、ベンジル(メタ)アクリレート等の(メタ)アクリル酸アリールエステルや、2-ヒドロキシエチルメタクリレート、2-ヒドロキシプロピルメタクリレート等のヒドロキシアルキルエステルや、マレイン酸ジエチル、フマル酸ジエチル、イタコン酸ジエチル等のジカルボン酸ジエステルや、(メタ)アクリル酸グリシジル、アリルグリシジリエーテル、スチレン、 α -メチルスチレン、m-メチルスチレン、p-メチルスチレン、ビニルトルエン、p-メトキシスチレン、アクリロニトリル、メタクリロニトリル、塩化ビニル、塩化ビニリデン、酢酸ビニル等が用いられてもよい。これらは、単独で用いられてよく、2種以上を併用してもよい。

30

【0021】

上記(メタ)アクリル酸アルキルエステル系共重合体の重量平均分子量の好ましい下限は20万、好ましい上限は40万である。重量平均分子量が20万未満であると、凝集力が低下し再剥離性の際に凝集破壊して糊残りが発生することがあり、40万を超えると、接着力が低下し、研磨時に剥離してしまうことがある。

なお、上記(メタ)アクリル酸アルキルエステル系共重合体の重量平均分子量は、ゲルパーミエーションクロマトグラフィー(GPC)法により、ポリスチレン換算分子量として測定された値を意味する。具体的には、例えば、上記(メタ)アクリル酸アルキルエステル系共重合体をテトラヒドロフラン(THF)により100倍希釈して得られた希釈液をフィルターで濾過し、得られた濾液を、カラム(例えば、Water社の商品名「2690 Separations Model」等)を用いてGPC法により測定することができる。

40

【0022】

上記(メタ)アクリル酸アルキルエステル共重合体を調製する方法としては特に限定されず、例えば、上記モノマー混合物を重合開始剤の存在下にてラジカル重合させる方法等が挙げられる。上記ラジカル重合の方法としては特に限定されず、例えば、溶液重合、乳化重合、懸濁重合、塊状重合等の従来公知の重合方法を用いることができる。

50

【 0 0 2 3 】

上記重合開始剤としては特に限定されず、例えば、1, 1 - ビス (t - ヘキシルパーオキシ) - 3, 3, 5 - トリメチルシクロヘキサン、t - ヘキシルパーオキシピバレート、t - ブチルパーオキシピバレート、2, 5 - ジメチル - 2, 5 - ビス (2 - エチルヘキサノイルパーオキシ) ヘキサン、t - ヘキシルパーオキシ - 2 - エチルヘキサノエート、t - ブチルパーオキシ - 2 - エチルヘキサノエート、t - ブチルパーオキシイソブチレート、t - ブチルパーオキシ - 3, 5, 5 - トリメチルヘキサノエート、t - ブチルパーオキシラウレート等が挙げられる。これらの重合開始剤は、単独で用いられてもよく、2 種以上が併用されてもよい。なかでも、t - ヘキシルパーオキシピバレートが好適である。

【 0 0 2 4 】

上記感圧アクリル粘着剤中における上記 (メタ) アクリル酸アルキルエステル系共重合体の含有量の好ましい下限は 5 0 重量 % である。上記 (メタ) アクリル酸アルキルエステル系共重合体の含有量が 5 0 重量 % 未満であると、接着力が低くなり、研磨時に剥離が発生することがある。上記 (メタ) アクリル酸アルキルエステル系共重合体の含有量の上限としては特に限定されず、全量が上記 (メタ) アクリル酸アルキルエステル系共重合体であってもよい。

【 0 0 2 5 】

上記定盤固定用粘着剤層は、更に、粘着付与樹脂を含有してもよい。上記粘着付与樹脂としては特に限定されず、例えば、キシレン樹脂、フェノール樹脂、ロジン系樹脂、テルペン系樹脂等が挙げられる。これらの粘着付与樹脂は、単独で用いられてもよく、2 種以上が併用されてもよい。

【 0 0 2 6 】

上記定盤固定用粘着剤層が上記粘着付与樹脂を含有する場合、上記感圧アクリル粘着剤 1 0 0 重量部に対する配合量の好ましい上限は 1 0 0 重量部である。上記粘着付与樹脂の含有量が 1 0 0 重量部を超えると、得られる定盤固定用粘着剤層が硬くなって、粘着力やタックが低下することがある。

【 0 0 2 7 】

上記定盤固定用粘着剤層は、更に、架橋剤を含有することが好ましい。架橋剤を含有することにより、粘着剤層を構成する樹脂の主鎖間に架橋構造を形成することができる。上記架橋剤の種類や量を適宜調整することによって、上記定盤固定用粘着剤層のゲル分率を後述する所望の範囲に調整することが容易になる。

【 0 0 2 8 】

上記架橋剤としては特に限定されず、例えば、イソシアネート系架橋剤、アジリジン系架橋剤、エポキシ系架橋剤、金属キレート型架橋剤等が挙げられる。なかでも、耐熱性及び耐久性等の性能を発現しやすいことから、イソシアネート系架橋剤が好適である。

【 0 0 2 9 】

上記定盤固定用粘着剤層が上記架橋剤を含有する場合、上記感圧アクリル粘着剤 1 0 0 重量部に対する配合量の好ましい下限は 0 . 5 重量部、好ましい上限は 2 重量部である。上記架橋剤の含有量が 0 . 5 重量部未満であると、得られる定盤固定用粘着剤層の凝集力が劣り、再剥離の際に凝集破壊することがあり、2 重量部を超えると、得られる定盤固定用粘着剤層の粘着力やタックが低下することがある。上記架橋剤の含有量のより好ましい下限は 0 . 7 重量部、より好ましい上限は 1 . 5 重量部である。

【 0 0 3 0 】

上記定盤固定用粘着剤層は、必要に応じて、着色剤、充てん剤、老化防止剤等の従来公知の添加剤を含有してもよい。

【 0 0 3 1 】

上記定盤固定用粘着剤層は、ゲル分率の好ましい下限が 3 0 %、好ましい上限が 7 0 % である。ゲル分率が 3 0 % 未満であると、上記定盤固定用粘着剤層の凝集力が劣り、再剥離の際に凝集破壊することがあり、7 0 % を超えると、粘着力やタックが低下することがある。上記定盤固定用粘着剤層のゲル分率のより好ましい下限は 5 0 % である。

10

20

30

40

50

【0032】

なお、上記ゲル分率は、下記の方法により測定することができる。

本発明の粘着テープを50mm×25mmの平面長方形に裁断し、該両面テープから定盤固定用粘着剤層を削り取って試験片を作製する。得られた試験片を酢酸エチル中に23にて24時間浸漬した後、200メッシュのステンレスメッシュを介して試験片を酢酸エチルから取り出して、110の条件下で1時間乾燥させる。そして、乾燥後の試験片の重量を測定し、下記式を用いてゲル分率を算出する。なお、両面テープには、後述のような離型フィルムは積層されていないものとする。

$$\text{ゲル分率(重量\%)} = 100 \times W_2 / W_1$$

(ここで、 W_1 は浸漬前の試験片の重量を表し、 W_2 は浸漬し乾燥した後の試験片の重量を表す。)

10

【0033】

上記定盤固定用粘着剤層の厚みとしては特に限定されないが、好ましい下限は20μm、好ましい上限は60μmである。上記定盤固定用粘着剤層の厚みが20μm未満であると、粘着力が劣り、剥離しやすいことがある。また、従来一般的には、粘着剤層の厚みが厚い方が粘着力に優れており剥離しにくいと考えられてきたが、上記定盤固定用粘着剤層の厚みが60μmを超えると、粘着層のクリープ現象によるずれが大きくなり、ねじりモーメントに対する耐性が低くなって上述のねじりせん断試験における剥離時間を達成できないことがある。上記定盤固定用粘着剤層の厚みのより好ましい上限は40μmである。

20

【0034】

上記定盤固定用粘着剤層は、本発明の両面テープを100mm×25mmに切り取って、定盤固定用粘着剤層をガラス板に貼着け、pH1の塩化水素水溶液に23で24時間浸漬した後の、JIS Z0237に準拠して測定したガラスに対する180°粘着力の好ましい下限が10N/25mm、好ましい上限が18N/25mmである。酸処理後のガラスに対する180°粘着力が10N/25mm未満であると、研磨中に定盤から剥離してしまうことがあり、18N/25mmを超えると、使用後に剥離することが困難となることがある。

【0035】

上記定盤固定用粘着剤層は、本発明の両面テープを100mm×25mmに切り取って、定盤固定用粘着剤層をガラス板に貼着け、JIS Z0237に準拠した定荷重試験を、pH1の塩化水素水溶液にて、23、50gの錘を用いて行った場合、4cm進む場合に必要時間が5分以上であることが好ましい。なお、両面テープは端から20mmを剥離しておき、端部に50gの荷重を垂下させて測定すればよい。

30

【0036】

上記研磨布固定用粘着剤層を構成する粘着剤としては特に限定されず、上記定盤固定用粘着剤層と同一であってもよいし、異なってもよい。上記研磨布固定用粘着剤層には、上記定盤固定用粘着剤層のように使用後の剥離性が求められないことから、粘着力の強い粘着剤を種々選択して使用することができる。また、感圧タイプに限られず、ホットメルト型等の感熱タイプも使用することができる。

上記研磨布固定用粘着剤層を構成する粘着剤としては、具体的には例えば、ゴム系粘着剤、アクリル粘着剤、シリコン系粘着剤等が挙げられる。なかでも、強固に接着できることから、ゴム系粘着剤又はアクリル粘着剤が好適である。

40

【0037】

上記研磨布固定用粘着剤層に用いるアクリル粘着剤としては、(メタ)アクリル酸ブチル及び(メタ)アクリル酸2-エチルヘキシルを含有する共重合体と、粘着付与樹脂とを含有するものが好ましい。

【0038】

上記共重合体中における上記(メタ)アクリル酸ブチルの配合量は、全共重合成分の合計100重量部中における好ましい下限が10重量部、好ましい上限が50重量部である。上記(メタ)アクリル酸ブチルの配合量が10重量部未満であると、得られる研磨布固定

50

用粘着剤層が耐熱性に劣るものとなることがあり、50重量部を超えると、得られる研磨布固定用粘着剤層が固くなって、研磨布のうねりに追従できなくなることがある。

【0039】

上記共重合体中における上記(メタ)アクリル酸2-エチルヘキシルの配合量は、全共重合成分の合計100重量部における好ましい下限が50重量部、好ましい上限が80重量部である。上記(メタ)アクリル酸2-エチルヘキシルの配合量が50重量部未満であると、得られる研磨布固定用粘着剤層が固くなって、研磨布のうねりに追従できなくなることがあり、80重量部を超えると、得られる研磨布固定用粘着剤層が耐熱性に劣るものとなることがある。

【0040】

上記粘着付与樹脂としては特に限定されず、例えば、キシレン樹脂、フェノール樹脂、ロジン系樹脂、テルペン系樹脂等が挙げられる。これらの粘着付与樹脂は、単独で用いられてもよく、2種以上が併用されてもよい。なかでも、キシレン樹脂が好ましく、キシレン樹脂のアルキルフェノール反応物がより好ましい。

上記キシレン樹脂のアルキルフェノール反応物の市販品としては、例えば、フドー社製の「ニカノールTシリーズ」等が挙げられる。

【0041】

上記研磨布固定用粘着剤層の厚みとしては特に限定されないが、好ましい下限は30 μ m、好ましい上限は100 μ mである。上記研磨布固定用粘着剤層の厚みが30 μ m未満であると、粘着力が不十分となり、研磨中に研磨布が剥離してしまうことがあり、100 μ mを超えると、凝集力が低下してしまうことがある。上記研磨布固定用粘着剤層の厚みのより好ましい下限は40 μ m、より好ましい上限は80 μ mであり、更に好ましい下限は50 μ m、更に好ましい上限は70 μ mである。

【0042】

上記研磨布固定用粘着剤層は、JIS Z0237に準拠して測定されたステンレス板に対する180°ピール力の好ましい下限が10N/25mmである。上記180°ピール力が10N/25mm未満であると、研磨中に研磨布が剥離してしまうことがある。上記180°ピール力のより好ましい下限は、15N/25mmである。

【0043】

本発明の両面テープの製造方法としては、例えば、以下のような方法が挙げられる。

まず、一方の粘着剤に溶剤を加えて粘着剤溶液を作製して、この粘着剤溶液を基材の表面に塗布し、粘着剤溶液中の溶剤を完全に乾燥除去して粘着剤層を形成する。次に、形成された粘着剤層の上に離型フィルムをその離型処理面が粘着剤層に対向した状態に重ね合わせる。

次いで、上記離型フィルムとは別の離型フィルムを用意し、この離型フィルムの離型処理面に他方の粘着剤の溶液を塗布し、粘着剤溶液中の溶剤を完全に乾燥除去することにより、離型フィルムの表面に粘着剤層が形成された積層フィルムを作製する。

得られた積層フィルムを上記粘着剤層が形成された基材の裏面に、粘着剤層が基材の裏面に対向した状態に重ね合わせて積層体を作製する。

そして、上記積層体をゴムローラなどによって加圧することによって、基材の両面に粘着剤層が積層一体化され、かつ、粘着剤層の表面に離型フィルムが剥離可能に積層されてなる両面テープを得ることができる。

【0044】

また、同様の要領で積層フィルムを2組作製し、これらの積層フィルムを基材の両面のそれぞれに、積層フィルムの粘着剤層を基材に対向させた状態に重ね合わせて積層体を作製し、この積層体をゴムローラなどによって加圧することによって、基材の両面に粘着剤層が積層一体化され、かつ、粘着剤層の表面に離型フィルムが剥離可能に積層されてなる両面テープを製造してもよい。

【発明の効果】

【0045】

本発明によれば、酸やアルカリに対する耐性に優れ、かつ、使用後には定盤から糊残りなく剥離できる定盤固定用粘着剤層を有する研磨布固定用両面テープを提供することができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0046】

以下に実施例を挙げて本発明の態様を更に詳しく説明するが、本発明はこれら実施例にのみ限定されるものではない。

【0047】

(実施例1)

温度計、攪拌機、冷却管を備えた反応器に、アクリル酸8重量部、アクリル酸-n-ブチル91.7重量部、アクリル酸-2-ヒドロキシエチル0.3重量部、及び、酢酸エチル80重量部を加えた後、反応器を加熱して還流を開始した。続いて、上記反応器内に、重合開始剤としてt-ヘキシルパーオキシピバレート0.1重量部を添加した。70、5時間還流させて、固形分43%の(メタ)アクリル酸アルキルエステル共重合体の溶液を得た。

得られた(メタ)アクリル酸アルキルエステル共重合体について、カラムとしてWater社製「2690 Separations Model」を用いてGPC法により重量平均分子量を測定したところ、22.7万であった。

【0048】

得られた(メタ)アクリル酸アルキルエステル共重合体溶液に、固形分100重量部に対して、酢酸エチル(不二化学薬品社製)125重量部、イソシアネート系架橋剤(積水フーラー社製「硬化剤UA」)1.0重量部を添加し、攪拌して、感圧アクリル粘着剤溶液を得た。

【0049】

厚み23μmのポリエチレンテレフタレート(PET)フィルムの表面に、得られた感圧アクリル粘着剤溶液を塗布し、100で5分間乾燥させることにより、厚さ30μmの定盤固定用粘着剤層を形成した。形成された定盤固定用粘着剤層上に、離型処理が施された厚み50μmのPETフィルムをその離型処理面が定盤固定用粘着剤層に対向するように重ね合わせた。

一方、別の離型処理が施された厚み50μmのPETフィルムを用意し、このPETフィルムの離型処理面に得られた感圧アクリル粘着剤溶液を塗布し、100で5分間乾燥させることにより、厚み50μmの研磨布固定用粘着剤層を形成した。

【0050】

研磨布固定用粘着剤層が形成されたPETフィルムを、定盤固定用粘着剤層が形成されたPETフィルムの裏面に、研磨布固定用粘着剤層が対向するように重ね合わせて積層体を作製した。この積層体上に300mm/分の速度で2kgのゴムローラを一往復させた後、23で7日間養生することにより、基材の両面に定盤固定用粘着剤層と研磨布固定用粘着剤層とが積層一体化された両面テープを得た。

【0051】

(実施例2)

定盤固定用粘着剤層の厚みを60μmにした以外は実施例1と同様にして両面テープを得た。

【0052】

(比較例1)

定盤固定用粘着剤層の厚みを80μmにした以外は実施例1と同様にして両面テープを得た。

【0053】

(比較例2)

温度計、攪拌機、冷却管を備えた反応器に、アクリル酸3重量部、アクリル酸-n-ブチル38重量部、アクリル酸-2-エチルヘキシルアクリレート59重量部、及び、酢酸エ

10

20

30

40

50

チル 80 重量部を加えた後、反応器を加熱して還流を開始した。続いて、上記反応器内に、重合開始剤として t - ヘキシルパーオキシピバレート 0 . 1 重量部を添加した。70

、5 時間還流させて、(メタ)アクリル酸アルキルエステル共重合体の溶液を得た。得られた(メタ)アクリル酸アルキルエステル共重合体について、カラムとして W a t e r 社製「2690 Separations Model」を用いて G P C 法により重量

平均分子量を測定したところ、21 . 3 万であった。得られた(メタ)アクリル酸アルキルエステル共重合体を用いた以外は実施例 2 と同様に

して、両面テープを得た。

【0054】

(評価)

実施例 1、2 及び比較例 1、2 で得られた両面テープについて、以下のように評価を行った。

結果を表 1 に示した。

【0055】

(1) 分散度の測定

得られた(メタ)アクリル酸アルキルエステル系共重合体をテトラヒドロフラン(T H F)により 100 倍希釈して得られた希釈液をフィルターで濾過し、得られた濾液を、カラムとして W a t e r 社の商品名「2690 Separations Model」を用いて G P C 法により重量平均分子量(M w)及び数平均分子量(M n)を得た。得られた重量平均分子量(M w)を数平均分子量(M n)で除することにより分散度を求めた。

【0056】

(2) ゲル分率の測定

得られた両面テープを 50 mm × 25 mm の平面長形状に裁断して試験片を作製し、この重量 W₁ を測定した。試験片を酢酸エチル中に 23 にて 24 時間浸漬した後、200 メッシュのステンレスメッシュを介して試験片を酢酸エチルから取り出して、110 の条件下で 1 時間乾燥させた。乾燥後の試験片の重量 W₂ を測定した。基材として用いた P E T フィルムの重量 W₀ を用いて、下記式によりゲル分率を算出した。

$$\text{ゲル分率(重量\%)} = 100 \times (W_2 - W_0) / (W_1 - W_0)$$

【0057】

(3) 180°剥離粘着力の測定

両面テープの研磨布用粘着剤層上に厚み 38 μ m の P E T フィルムを裏打ちした後、縦 100 mm × 横 25 mm の平面長形状の試験片を切り出した。この試験片の研磨布用粘着剤層をステンレス板上に重ね合わせて 2 k g のローラで押圧し、試験片をステンレス板上に貼着した。温度 23 、相対湿度 50 % の雰囲気下にて 30 分間放置した後、引張試験機を用いて J I S Z 0237 に準拠して 180°剥離粘着力(対 S U S)を測定した。また、同様の方法により 180°剥離粘着力(対ガラス)を測定した。

【0058】

(4) 保持力の測定

両面テープのアクリル系粘着剤層上に 38 μ m 厚みの P E T フィルムを裏打ちし、一辺 20 mm の平面正形状の試験片を切り出し、粘着剤層をステンレス板上に貼着させた後、40 で 60 分間養生させた。

P E T フィルムの下面に試験片が水平に位置した状態となるように配設し、試験片の長さ方向の端部に 1 k g f の荷重を垂直方向に付加し、試験片に荷重を付加してから、40

、1 時間後の剥離長さをルーペを用いて測定した。また、同様の試験を、試験片に荷重を付加してから、60 、1 時間後の剥離長さをルーペを用いて測定した。

【0059】

(5) 糊残りの評価

上記(3)に書かれた 180°剥離粘着力の測定において、剥離後のステンレス板状に糊が付着していないか目視にて観察した。

10

20

30

40

50

【 0 0 6 0 】

(6) 酸浸漬試験後の 1 8 0 ° 剥離粘着力の測定

両面テープの研磨布用粘着剤層上に厚み 3 8 μ m の P E T フィルムを裏打ちした後、縦 1 0 0 m m × 横 2 5 m m の平面長方形の試験片を切り出した。

この試験片の定盤固定用粘着剤層をガラス板上に重ね合わせて 2 k g のローラで押圧し、試験片をガラス板上に貼着した。この状態で、温度 2 3 °、相対湿度 5 0 % の雰囲気下にて 0 . 1 m o l / l 塩化水素水溶液に 2 4 時間浸漬した。浸漬後、試料を取り出し、引張試験機を用いて J I S Z 0 2 3 7 に準拠して 1 8 0 ° 剥離粘着力 (対ガラス) を測定した。

【 0 0 6 1 】

10

(7) 薬液中での定荷重剥離試験

両面テープの研磨布用粘着剤層上に厚み 3 8 μ m の P E T フィルムを裏打ちした後、縦 1 0 0 m m × 横 2 5 m m の平面長方形の試験片を切り出した。

この試験片の定盤固定用粘着剤層をガラス板上に重ね合わせて 2 k g のローラで押圧し、試験片をガラス板上に貼着した。

試験片の端から 2 0 m m を剥離し、5 0 g の錘を取り付けた。錘を取り付けた状態で、2 3 °、p H 1 の塩化水素水溶液中に浸漬し、4 c m 進むまでの時間を計測して、速度を計算した。

【 0 0 6 2 】

20

(8) ねじりせん断試験

両面テープを 1 0 m m × 1 0 m m の大きさに切断し、1 0 0 m m × 5 0 m m × 1 . 8 m m の大きさのガラス板と 5 0 m m × 1 5 m m × 2 m m の大きさの亚克力板とを、ガラス板の短辺の端から 2 0 m m かつ長辺の端から 2 0 m m の位置に両面テープの定盤固定用粘着剤層側の中心がきて、亚克力板の短辺の端から 7 . 5 m m かつ長辺の端から 7 . 5 m m の位置に両面テープの研磨布固定用粘着剤層側の中心がくるようにして貼り合わせた。次いで、亚克力板の両面テープの中心から 3 0 m m の位置に 2 0 0 g の錘をぶら下げた。錘をぶら下げた状態で、2 3 °、p H 1 の塩化水素水溶液中に浸漬した。浸漬の開始から、ガラス板から亚克力板が両面テープごと剥離するまでにかかる剥離時間を測定した。

【 0 0 6 3 】

30

(9) 研磨中剥がれの有無の評価

得られた両面テープの、研磨布固定用粘着剤層に研磨布を積層し、ゴムロールを用いて貼り合せた。これを、研磨布側からゴムロールを押し当てることにより、研磨装置の定盤に固定した。

ガラス板を被研磨試験体とし、研磨スラリーとして C a b o t M i c r o e l e c t r o n i c s 社製 W 2 0 0 0 (p H 2 . 3) を使い、研磨圧力 4 9 . 0 k P a 、回転数 1 0 0 r p m で 5 分間研磨パッドを稼動させた。その後、両面テープと定盤の界面について、剥離状態を目視観察した。上述操作を 1 0 回行った結果、1 0 回中、1 回も剥がれがなかった場合を「○」と、1 0 回中、1 回も剥がれがなかったものの、ふくれが発生した場合を「△」と、1 0 回中、1 回以上剥がれが見られた場合を「×」と評価した。

【 0 0 6 4 】

40

【表 1】

		実施例1	実施例2	比較例1	比較例2
両面テープ	定盤固定用粘着剤層の厚み	μm	60	80	60
	研磨布固定用粘着剤層の厚み	μm	50	50	50
	粘着剤の重量平均分子量	-	22.7万	22.7万	21.3万
	分散度	-	4.5	4.5	5.5
	粘着剤層のゲル分率	%	53	53	46
一般物性	180° 剥離粘着力(対SUS)	N/25mm	19.4	22.2	11.3
	180° 剥離粘着力(対ガラス)	N/25mm	18.5	21.3	8.1
	保持力(40°C×1時間)	mm	0.0	0.4	0.1
	保持力(60°C×1時間)	mm	0.2	0.8	0.1
	糊残り	-	none	none	none
耐酸試験	180° 剥離粘着力(対ガラス)	N/25mm	15.4	17.4	7.9
	定荷重測定(対ガラス)	mm/min.	6.4	8.2	16.3
	ねじりせん断力	min.	2.7	1.8	1.5
評価		○	△	×	×
研磨時のはがれ					

【0065】

表1より、定盤固定用粘着剤層の厚みが80 μmである比較例1では、ねじりせん断力が大幅に低下し、結果として研磨時の剥がれが生じた。また、比較例2より、分子量及びゲル分率がほぼ同等でも、(メタ)アクリル酸-n-ブチルを90～94重量部含有しない場合には、ねじりせん断力が大幅に低下し、結果として研磨時の剥がれが生じた。

【産業上の利用可能性】

【0066】

本発明によれば、酸やアルカリに対する耐性に優れ、かつ、使用後には定盤から糊残りなく剥離できる定盤固定用粘着剤層を有する研磨布固定用両面テープを提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【 0 0 6 7 】

【図 1】ねじりせん断試験の工程（Ｃ）において、錘をぶら下げた状態で塩化水素水溶液中に浸漬した様子を示す模式図である。

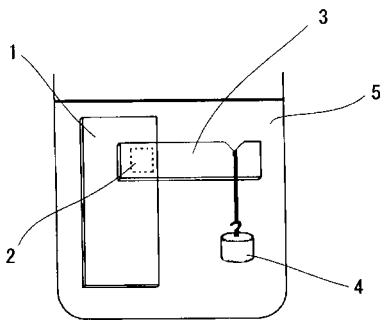
【符号の説明】

【 0 0 6 8 】

- 1 ガラス板
- 2 両面テープ
- 3 アクリル板
- 4 錘
- 5 塩化水素水溶液

10

【 図 1 】



フロントページの続き

(72)発明者 井上 孝徳

大阪府三島郡島本町百山 2 - 1 積水化学工業株式会社内

F ターム(参考) 3C058 AA07 AA14 CB03 DA17

4J004 AA10 AB01 CC02 EA05 FA05 FA08

4J040 DF021 JB09 KA16 NA20 PA23