

(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2006-320980

(P2006-320980A)

(43) 公開日 平成18年11月30日(2006.11.30)

(51) Int. Cl.	F I	テーマコード (参考)
<b>B 2 4 B 37/00 (2006.01)</b>	B 2 4 B 37/00 C	3 C 0 5 8
<b>C 0 8 G 18/10 (2006.01)</b>	C 0 8 G 18/10	4 J 0 3 4
<b>H 0 1 L 21/304 (2006.01)</b>	H 0 1 L 21/304 6 2 2 F	
<b>C 0 8 G 101/00 (2006.01)</b>	C 0 8 G 18/10	
	C 0 8 G 101:00	
審査請求 未請求 請求項の数 11 O L (全 18 頁)		

(21) 出願番号	特願2005-144292 (P2005-144292)	(71) 出願人	000003148 東洋ゴム工業株式会社 大阪府大阪市西区江戸堀1丁目17番18号
(22) 出願日	平成17年5月17日 (2005.5.17)	(74) 代理人	100092266 弁理士 鈴木 崇生
		(74) 代理人	100104422 弁理士 梶崎 弘一
		(74) 代理人	100105717 弁理士 尾崎 雄三
		(74) 代理人	100104101 弁理士 谷口 俊彦
		(72) 発明者	数野 淳 大阪府大阪市西区江戸堀1丁目17番18号 東洋ゴム工業株式会社内
			最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 研磨パッド

## (57) 【要約】

【課題】 研磨中に砥粒や研磨屑が溝に詰まり難く、長時間連続使用した場合でも研磨速度が低下し難い研磨パッドを提供することを目的とする。また、該研磨パッドを用いた半導体デバイスの製造方法を提供することを目的とする。

【解決手段】 微細気泡を有するポリウレタン樹脂発泡体からなり、研磨表面に凹凸構造を有する研磨層を含む研磨パッドにおいて、前記ポリウレタン樹脂発泡体は、アスカード硬度が45～55度、比重が0.8～0.86、及び引張破断伸びが120～150%であることを特徴とする研磨パッド。

【選択図】 なし

## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

微細気泡を有するポリウレタン樹脂発泡体からなり、研磨表面に凹凸構造を有する研磨層を含む研磨パッドにおいて、前記ポリウレタン樹脂発泡体は、アスカード硬度が45～55度、比重が0.8～0.86、及び引張破断伸びが120～150%であることを特徴とする研磨パッド。

## 【請求項 2】

ポリウレタン樹脂発泡体は、高分子量ポリオール成分とイソシアネート成分とを含有してなる1種又は2種以上のイソシアネート末端プレポリマーと、鎖延長剤との反応硬化体であり、かつ前記イソシアネート末端プレポリマーのNCO重量%（2種以上の場合には、平均NCO重量%）が9.3～10.5重量%である請求項1記載の研磨パッド。

10

## 【請求項 3】

高分子量ポリオール成分が、数平均分子量500～850の高分子量ポリオールAと数平均分子量900～1500の高分子量ポリオールBとであり、その含有比率がA/B = 5/95～35/65（重量%）である請求項2記載の研磨パッド。

## 【請求項 4】

ポリウレタン樹脂発泡体は、引張り強度が15～25MPaである請求項1～3のいずれかに記載の研磨パッド。

## 【請求項 5】

鎖延長剤が、芳香族ジアミンである請求項2～4のいずれかに記載の研磨パッド。

20

## 【請求項 6】

芳香族ジアミンが、3,5-ビス(メチルチオ)-2,4-トルエンジアミン及び/又は3,5-ビス(メチルチオ)-2,6-トルエンジアミンである請求項5記載の研磨パッド。

## 【請求項 7】

イソシアネート成分が、芳香族ジイソシアネート及び脂環式ジイソシアネートである請求項2～6のいずれかに記載の研磨パッド。

## 【請求項 8】

芳香族ジイソシアネートがトルエンジイソシアネートであり、脂環式ジイソシアネートがジシクロヘキシルメタンジイソシアネートである請求項7記載の研磨パッド。

30

## 【請求項 9】

ポリウレタン樹脂発泡体は、水酸基を有しないシリコン系ノニオン界面活性剤を0.05～10重量%含有する請求項1～8のいずれかに記載の研磨パッド。

## 【請求項 10】

ドレス速度が5～10μm/minである請求項1～9のいずれかに記載の研磨パッド。

## 【請求項 11】

請求項1～10のいずれかに記載の研磨パッドを用いて半導体ウエハの表面を研磨する工程を含む半導体デバイスの製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

40

## 【0001】

本発明はレンズ、反射ミラー等の光学材料やシリコンウエハ、ハードディスク用のガラス基板、アルミ基板、及び一般的な金属研磨加工等の高度の表面平坦性を要求される材料の平坦化加工を安定、かつ高い研磨効率で行うことが可能な研磨パッドに関するものである。本発明の研磨パッドは、特にシリコンウエハ並びにその上に酸化層、金属層等が形成されたデバイスを、さらにこれらの酸化層や金属層を積層・形成する前に平坦化する工程に好適に使用される。

## 【背景技術】

## 【0002】

高度の表面平坦性を要求される材料の代表的なものとしては、半導体集積回路（IC、

50

LSI)を製造するシリコンウエハと呼ばれる単結晶シリコンの円盤があげられる。シリコンウエハは、IC、LSI等の製造工程において、回路形成に使用する各種薄膜の信頼できる半導体接合を形成するために、酸化層や金属層を積層・形成する各工程において、表面を高精度に平坦に仕上げることが要求される。このような研磨仕上げ工程においては、一般的に研磨パッドはプラテンと呼ばれる回転可能な支持円盤に固着され、半導体ウエハ等の加工物は研磨ヘッドに固着される。そして双方の運動により、プラテンと研磨ヘッドとの間に相対速度を発生させ、さらに砥粒を含む研磨スラリーを研磨パッド上に連続供給することにより、研磨操作が実行される。

#### 【0003】

研磨パッドの研磨特性としては、研磨対象物の平坦性(プラナリティー)及び面内均一性に優れ、研磨速度が大きいことが要求される。研磨対象物の平坦性、面内均一性については研磨層を高弾性率化することによりある程度は改善できる。また、研磨速度については、気泡を含有する発泡体にしてスラリーの保持量を多くすることにより向上できる。

10

#### 【0004】

スラリーの保持量をより多くする方法としては、研磨パッド自体を親水性にする方法が挙げられ、具体的には(1)水酸基等の親水性基をマトリクス材料に導入する方法、(2)マトリクス材料と親水性物質とを混合する方法が挙げられる。例えば、(A)架橋エラストマーと、(B)ヒドロキシル基等の官能基を有する物質とを含有する研磨パッド用組成物が開示されている(特許文献1)。また、研磨工具を構成する材料に、更に親水性物質を加えたり、親水性基を付加(変性)した研磨工具が開示されている(特許文献2)。

また、親水性であって、かつ実質的に水に不溶のシート状物を含有する熱硬化性高分子マトリクス樹脂からなる研磨パッドが開示されている(特許文献3)。さらに、親水性基を有する化合物が共重合されたウレタン樹脂を含有し、かつ親水剤を含有するポリウレタン組成物よりなる研磨パッドが開示されている(特許文献4)。

20

#### 【0005】

しかし、(1)の方法ではマトリクス材料がポリウレタンの場合、水酸基等の活性水素を含む親水性基がポリウレタン合成の際にイソシアネート基と反応し、その結果未反応のポリオール成分が材料中に残存する恐れがある。そして、この残存ポリオール成分が可塑的効果をもたらすため研磨パッドの物性低下が起こる傾向にある。また、(2)の方法では親水性物質をマトリクス材料中に均一に混合させることが困難であり、物性の均一な研磨パッドを得ることができない。

30

#### 【0006】

一方、研磨速度が、使用直後から使用を終了するまでの間に変動すると、研磨条件を調整しなくてはならず、研磨効率が悪いという問題もあった。

#### 【0007】

例えば、半導体ウエハを効率よく研磨でき、かつ平坦性に優れる非発泡ウレタン研磨材を提供することを目的として、イソシアネート末端ウレタンプレポリマーと活性水素含有化合物とからなり、イソシアネート末端ウレタンプレポリマーがポリイソシアネートとして芳香族系ジイソシアネートを用い、かつ高分子ポリオールと低分子ポリオールからなるポリオール成分中の低分子ポリオールが、ジエチレングリコール、1,3-ブチレングリ

40

#### 【0008】

また、研磨布自体にドレッシング性を持たせ、研磨寿命を長くすることを目的として、ポリウレタン組成物よりなり、テーバー摩耗試験による摩耗量が150~350mgである研磨布について開示されている(特許文献6)。

#### 【0009】

しかし、特許文献5記載の研磨材は非発泡ウレタンからなり、このような非発泡系研磨材は、研磨速度が低いため研磨面に溝が形成されるが、スラリー中の砥粒や研磨屑等が局部的に存在等することにより、研磨速度を安定化することが非常に困難である。また、特

50

許文献6記載の研磨布は摩耗しやすく、硬度が低い(気泡が均一でなく、気泡径が大きいことによる)ため、平坦性及び面内均一性が十分でなく、さらに研磨速度の変化が大きくなることは避けられない。

【0010】

さらに、従来の溝付き研磨パッドは、研磨中に砥粒や研磨屑が溝に詰まり、使用するにつれて研磨速度が低下するという問題があった。

【0011】

また、特許文献7~9には、破壊伸度が500%以下である研磨材からなる研磨パッドが開示されている。しかしながら、破壊伸度が500%以下である研磨材を用いる技術的意義が全く記載されていない。

10

【0012】

【特許文献1】特開2002-134445号公報

【特許文献2】特開2003-11066号公報

【特許文献3】特開2002-59358号公報

【特許文献4】特開2003-128910号公報

【特許文献5】特開2000-17252号公報

【特許文献6】特開2001-277101号公報

【特許文献7】特表2001-513450号公報

【特許文献8】特表2001-518852号公報

【特許文献9】特表2002-535843号公報

20

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0013】

本発明は、研磨中に砥粒や研磨屑が溝に詰まり難く、長時間連続使用した場合でも研磨速度が低下し難い研磨パッドを提供することを目的とする。また、該研磨パッドを用いた半導体デバイスの製造方法を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0014】

本発明者らは、前記課題を解決すべく鋭意検討を重ねた結果、以下に示す研磨パッドにより上記目的を達成できることを見出し本発明を完成するに至った。

30

【0015】

すなわち、微細気泡を有するポリウレタン樹脂発泡体からなり、研磨表面に凹凸構造を有する研磨層を含む研磨パッドにおいて、前記ポリウレタン樹脂発泡体は、アスカード硬度が45~55度、比重が0.8~0.86、及び引張破断伸びが120~150%であることを特徴とする研磨パッド、に関する。

【0016】

従来の溝付き研磨パッドを用いた場合において、研磨操作を行うにつれて研磨速度が次第に低下する理由としては以下の理由が考えられる。溝付き研磨パッドの表面には、研磨スラリーの保持・更新を行うため、及び発生した研磨屑を除去するために溝や微細孔が設けられている。しかし、従来の研磨パッドは、研磨スラリー中の砥粒や研磨屑が溝や微細孔に目詰まりしやすい。そのため、ドレッシングにより研磨パッド表面を頻繁に研削して新しい表面に更新する必要がある。従来の研磨パッドが目詰まりしやすい理由としては、1)研磨層の比重が高い、2)研磨層の材料自体に「ねばり」があることが挙げられる。特に、研磨層の材料自体に「ねばり」があると、研磨時に発生する研磨層の研磨屑が大きくなり、その研磨屑が溝や微細孔に詰まって目詰まりが発生しやすくなると考えられる。単に研磨層の比重を下げると平坦化特性が悪化したり、研磨層の表面摩耗が必要以上に大きくなって研磨パッドの寿命が短くなったり、ドレッシング後の研磨層表面の毛羽立ちがウエハ研磨時にすぐに除去され研磨速度が小さくなるため好ましくない。

40

【0017】

本発明者らは、研磨層の形成材料であるポリウレタン樹脂発泡体のアスカード硬度を4

50

5 ~ 55 度、比重を 0.8 ~ 0.86、及び引張破断伸びを 120 ~ 150 % に調整することにより、研磨層の比重を低下させることなく低硬度化し、かつポリウレタン樹脂の「ねばり」を適度に低減して研磨屑を小さくし、それにより目詰まりを抑制することができることを見出した。

【0018】

ポリウレタン樹脂発泡体のアスカード硬度が 45 度未満の場合には、被研磨材の平坦性が低下する。一方、55 度より大きい場合は、平坦性は良好であるが、被研磨材の面内均一性が低下する傾向にある。前記ポリウレタン樹脂発泡体のアスカード硬度は、49 ~ 54 度であることが好ましい。

【0019】

また、ポリウレタン樹脂発泡体の比重が 0.8 未満の場合には、平坦化特性が悪化したり、研磨層の表面摩耗が必要以上に大きくなって研磨パッドの寿命が短くなったり、ドレッシング後の研磨層表面の毛羽立ちがウエハ研磨時にすぐに除去され研磨速度が小さくなる。一方、比重が 0.86 を超える場合には、ドレッシングしたときのドレス屑が大きくなり、そのドレス屑が溝や微細孔に詰まって目詰まりが起こり、研磨速度が低下する。前記ポリウレタン樹脂発泡体の比重は、0.8 ~ 0.83 であることが好ましい。

【0020】

また、ポリウレタン樹脂発泡体の引張破断伸びが 120 % 未満の場合には、研磨層の表面摩耗が必要以上に大きくなって研磨パッドの寿命が短くなったり、ドレッシング後の研磨層表面の毛羽立ちがウエハ研磨時にすぐに除去され研磨速度が小さくなる。一方、150 % を超える場合には、ポリウレタン樹脂自体の「ねばり」が大きくなりすぎるため、ドレッシングしたときのドレス屑が大きくなる。その結果、ドレス屑が溝や微細孔に詰まって目詰まりが起こり、研磨速度が小さくなる。前記ポリウレタン樹脂発泡体の引張破断伸びは、125 ~ 145 % であることが好ましい。

【0021】

前記ポリウレタン樹脂発泡体は、高分子量ポリオール成分とイソシアネート成分とを含有してなる 1 種又は 2 種以上のイソシアネート末端プレポリマーと、鎖延長剤との反応硬化体であり、かつ前記イソシアネート末端プレポリマーの NCO 重量% (2 種以上の場合には、平均 NCO 重量%) が 9.3 ~ 10.5 重量% であることが好ましい。プレポリマー法によって得られるポリウレタン樹脂発泡体は研磨特性に優れるため好ましい。

【0022】

NCO 重量% が大きくなれば引張破断伸びは小さくなり、NCO 重量% が小さくなれば引張破断伸びは大きくなる傾向にある。上記のように NCO 重量% を特定範囲に調整することにより、ポリウレタン樹脂発泡体の引張破断伸びを前記範囲内に容易に調整することができる。前記イソシアネート末端プレポリマーの NCO 重量% は、9.4 ~ 10 重量% であることがより好ましい。

【0023】

本発明においては、前記高分子量ポリオール成分が、数平均分子量 500 ~ 850 の高分子量ポリオール A と数平均分子量 900 ~ 1500 の高分子量ポリオール B とであり、その含有比率が A / B = 5 / 95 ~ 35 / 65 (重量%) であることが好ましい。高分子量ポリオール A の含有比率が 5 重量% 未満の場合には、ポリウレタン樹脂自体の「ねばり」が大きくなりすぎるため、ドレッシングしたときのドレス屑が大きくなる。その結果、ドレス屑が溝や微細孔に詰まって目詰まりが起こり、研磨速度が不安定になる。一方、35 重量% を超える場合には、ポリウレタン樹脂の脆性が高くなり、研磨パッドの寿命特性が悪化する。また、スクラッチが発生しやすくなる。

【0024】

また、ポリウレタン樹脂発泡体は、引張り強度が 15 ~ 25 MPa であることが好ましい。引張り強度が 15 MPa 未満の場合には平坦化特性が低下し、一方 25 MPa を超える場合にはスクラッチが発生しやすくなる傾向にある。

【0025】

10

20

30

40

50

本発明において、鎖延長剤は芳香族ジアミンであることが好ましく、特に3,5-ビス(メチルチオ)-2,4-トルエンジアミン及び/又は3,5-ビス(メチルチオ)-2,6-トルエンジアミンであることが好ましい。鎖延長剤として芳香族ジアミンを用いることにより反応性を十分確保でき、さらに研磨層を高弾性率化することができるため、被研磨材の平坦性、面内均一性が向上する。3,5-ビス(メチルチオ)-2,4-トルエンジアミンや3,5-ビス(メチルチオ)-2,6-トルエンジアミンは、塩素を含有しない芳香族ジアミンであり、廃棄時の環境面の観点から特に好ましい材料である。

**【0026】**

前記イソシアネート末端プレポリマーは、さらに低分子量ポリオール成分を含有してなるものであることが好ましい。また、イソシアネート成分が、芳香族ジイソシアネート及び脂環式ジイソシアネートであることが好ましい。さらに、芳香族ジイソシアネートがトルエンジイソシアネートであり、脂環式ジイソシアネートがジシクロヘキシルメタンジイソシアネートであることが好ましい。上記原料を用いるとポリウレタン樹脂発泡体の硬度、比重、及び引張破断伸びを調整し易くなるだけでなく、研磨特性に優れる研磨パッドを得ることができる。

10

**【0027】**

また、本発明においては、前記ポリウレタン樹脂発泡体が、水酸基を有しないシリコン系ノニオン界面活性剤を0.05~10重量%含有することが好ましく、より好ましくは0.5~10重量%である。シリコン系ノニオン界面活性剤の量が0.05重量%未満の場合には、微細気泡の発泡体を得られない傾向にある。一方、10重量%を超える場合には発泡体中の気泡数が多くなりすぎ、目的とするポリウレタン樹脂発泡体を得にくい傾向にある。

20

**【0028】**

また、本発明の研磨パッドのドレス速度は、5~10 $\mu\text{m}/\text{min}$ であることが好ましく、より好ましくは6~8 $\mu\text{m}/\text{min}$ である。ドレス速度が5 $\mu\text{m}/\text{min}$ 未満の場合には、ドレッシングしたときのドレス屑が大きくなり、そのドレス屑が溝や微細孔に詰まって目詰まりが起こり、研磨速度が低下する傾向にある。一方、ドレス速度が10 $\mu\text{m}/\text{min}$ を超える場合には、研磨層の表面摩耗が必要以上に大きくなって研磨パッドの寿命が短くなったり、ドレッシング後の研磨層表面の毛羽立ちがウエハ研磨時にすぐに除去され研磨速度が小さくなる傾向にある。

30

**【0029】**

さらに本発明は、前記研磨パッドを用いて半導体ウエハの表面を研磨する工程を含む半導体デバイスの製造方法、に関する。

**【発明を実施するための最良の形態】****【0030】**

本発明の研磨パッドは、微細気泡を有するポリウレタン樹脂発泡体からなり、研磨表面に凹凸構造を有する研磨層を有する。本発明の研磨パッドは、前記研磨層のみであってもよく、研磨層と他の層(例えばクッション層など)との積層体であってもよい。

**【0031】**

ポリウレタン樹脂は耐摩耗性に優れ、原料組成を種々変えることにより所望の物性を有するポリマーを容易に得ることができるため、研磨層の形成材料として特に好ましい材料である。

40

**【0032】**

前記ポリウレタン樹脂は、イソシアネート成分、ポリオール成分(高分子量ポリオール成分、低分子量ポリオール成分)、及び鎖延長剤からなるものである。

**【0033】**

イソシアネート成分としては、ポリウレタンの分野において公知の化合物を特に限定なく使用できる。イソシアネート成分としては、2,4-トルエンジイソシアネート、2,6-トルエンジイソシアネート、2,2'-ジフェニルメタンジイソシアネート、2,4'-ジフェニルメタンジイソシアネート、4,4'-ジフェニルメタンジイソシアネート

50

、 1, 5 - ナフタレンジイソシアネート、 p - フェニレンジイソシアネート、 m - フェニレンジイソシアネート、 p - キシリレンジイソシアネート、 m - キシリレンジイソシアネート等の芳香族ジイソシアネート、 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、 1, 6 - ヘキサメチレンジイソシアネート等の脂肪族ジイソシアネート、 1, 4 - シクロヘキサンジイソシアネート、 4, 4' - ジシクロヘキシルメタンジイソシアネート、 イソホロンジイソシアネート、 ノルボルナンジイソシアネート等の脂環式ジイソシアネートが挙げられる。これらは 1 種で用いても、 2 種以上を混合しても差し支えない。

【 0 0 3 4 】

イソシアネート成分としては、上記ジイソシアネート化合物の他に、 3 官能以上の多官能ポリイソシアネート化合物も使用可能である。多官能のイソシアネート化合物としては、デスモジュール - N (パイエル社製) や商品名デュラネート (旭化成工業社製) として一連のジイソシアネートアダクト体化合物が市販されている。

10

【 0 0 3 5 】

上記のイソシアネート成分のうち、芳香族ジイソシアネートと脂環式ジイソシアネートを併用することが好ましく、特にトルエンジイソシアネートとジシクロヘキシルメタンジイソシアネートを併用することが好ましい。

【 0 0 3 6 】

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

20

【 0 0 3 7 】

高分子量ポリオール成分の数平均分子量は特に限定されるものではないが、得られるポリウレタン樹脂の弾性特性等の観点から 500 ~ 2000 であることが好ましい。数平均分子量が 500 未満であると、これを用いたポリウレタン樹脂は十分な弾性特性を有さず、脆いポリマーとなる。そのためこのポリウレタン樹脂から製造される研磨パッドは硬くなりすぎ、ウエハ表面のスクラッチの原因となる。また、摩耗しやすくなるため、パッド寿命の観点からも好ましくない。一方、数平均分子量が 2000 を超えると、これを用いたポリウレタン樹脂は軟らかくなりすぎるため、このポリウレタン樹脂から製造される研磨パッドは平坦化特性に劣る傾向にある。

30

【 0 0 3 8 】

特に、数平均分子量 500 ~ 850 の高分子量ポリオール A と数平均分子量 900 ~ 1500 の高分子量ポリオール B とを併用することが好ましい。さらに、両高分子量ポリオールは疎水性であることが好ましい。両高分子量ポリオールを併用することにより、ポリウレタン樹脂発泡体の硬度、比重、及び引張破断伸びを目的の範囲内に調整しやすくなる。高分子量ポリオール A と高分子量ポリオール B の配合比率は、 $A / B = 5 / 95 \sim 35 / 65$  (重量%) であることが好ましく、より好ましくは  $A / B = 10 / 90 \sim 30 / 70$  (重量%)、特に好ましくは  $A / B = 20 / 80 \sim 30 / 70$  (重量%) である。

40

【 0 0 3 9 】

ポリオール成分として上述した高分子量ポリオール成分の他に、エチレングリコール、 1, 2 - プロピレングリコール、 1, 3 - プロピレングリコール、 1, 4 - ブタンジオール、 1, 6 - ヘキサジオール、ネオペンチルグリコール、 1, 4 - シクロヘキサジメタノール、 3 - メチル - 1, 5 - ペンタンジオール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、 1, 4 - ビス (2 - ヒドロキシエトキシ) ベンゼン等の低分子量ポリオール

50

ル成分を併用することが好ましい。エチレンジアミン、トリレンジアミン、ジフェニルメタンジアミン、ジエチレントリアミン等の低分子量ポリアミン成分を用いてもよい。低分子量ポリオール成分や低分子量ポリアミン成分の(数平均)分子量は500未満であり、好ましくは250以下である。

#### 【0040】

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

#### 【0041】

ポリウレタン樹脂発泡体をプレポリマー法により製造する場合において、プレポリマーの硬化には鎖延長剤を使用する。鎖延長剤は、少なくとも2個以上の活性水素基を有する有機化合物であり、活性水素基としては、水酸基、第1級もしくは第2級アミノ基、チオール基(SH)等が例示できる。具体的には、4,4'-メチレンビス(o-クロロアニリン)(MOCA)、2,6-ジクロロ-p-フェニレンジアミン、4,4'-メチレンビス(2,3-ジクロロアニリン)、3,5-ビス(メチルチオ)-2,4-トルエンジアミン、3,5-ビス(メチルチオ)-2,6-トルエンジアミン、3,5-ジエチルトルエン-2,4-ジアミン、3,5-ジエチルトルエン-2,6-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、1,2-ビス(2-アミノフェニルチオ)エタン、4,4'-ジアミノ-3,3'-ジエチル-5,5'-ジメチルジフェニルメタン、N,N'-ジ-sec-ブチル-4,4'-ジアミノジフェニルメタン、3,3'-ジエチル-4,4'-ジアミノジフェニルメタン、m-キシリレンジアミン、N,N'-ジ-sec-ブチル-p-フェニレンジアミン、m-フェニレンジアミン、及びp-キシリレンジアミン等に例示されるポリアミン類、あるいは、上述した低分子量ポリオール成分や低分子量ポリアミン成分を挙げることができる。これらは1種で用いても、2種以上を混合しても差し支えない。特に、3,5-ビス(メチルチオ)-2,4-トルエンジアミンや3,5-ビス(メチルチオ)-2,6-トルエンジアミンなどの非ハロゲン系芳香族ジアミンを用いることが好ましい。

10

20

#### 【0042】

本発明におけるイソシアネート成分、ポリオール成分、及び鎖延長剤の比は、各々の分子量や研磨パッドの所望物性などにより種々変え得る。所望する研磨特性を有する研磨パッドを得るためには、ポリオール成分と鎖延長剤の合計活性水素基(水酸基+アミノ基)数に対するイソシアネート成分のイソシアネート基数は、0.80~1.20であることが好ましく、さらに好ましくは0.99~1.15である。イソシアネート基数が前記範囲外の場合には、硬化不良が生じて要求される比重、硬度、及び引張破断伸びが得られず、研磨特性が低下する傾向にある。

30

#### 【0043】

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

#### 【0044】

ポリウレタン樹脂発泡体の製造は、プレポリマー法、ワンショット法のどちらでも可能であるが、事前にイソシアネート成分とポリオール成分からイソシアネート末端プレポリマーを合成しておき、これに鎖延長剤を反応させるプレポリマー法が、得られるポリウレタン樹脂の物理的特性が優れており好適である。

40

#### 【0045】

なお、イソシアネート末端プレポリマーは、分子量が800~5000程度のものが加工性、物理的特性等が優れており好適である。

#### 【0046】

前記ポリウレタン樹脂発泡体の製造は、イソシアネート基含有化合物を含む第1成分、及び活性水素基含有化合物を含む第2成分を混合して硬化させるものである。プレポリマー法では、イソシアネート末端プレポリマーがイソシアネート基含有化合物となり、鎖延

50

長剤が活性水素基含有化合物となる。ワンショット法では、イソシアネート成分がイソシアネート基含有化合物となり、鎖延長剤及びポリオール成分が活性水素基含有化合物となる。

【0047】

ポリウレタン樹脂発泡体の製造方法としては、中空ビーズを添加させる方法、機械的発泡法、化学的発泡法などが挙げられる。

【0048】

特に、ポリアルキルシロキサンとポリエーテルの共重合体であって活性水素基を有しないシリコン系界面活性剤を使用した機械的発泡法が好ましい。かかるシリコン系ノニオン界面活性剤としては、L5340（日本ユニカ製）等が好適な化合物として例示される。

10

【0049】

なお、必要に応じて、酸化防止剤等の安定剤、滑剤、顔料、充填剤、帯電防止剤、その他の添加剤を加えてもよい。

【0050】

研磨パッド（研磨層）を構成する微細気泡タイプのポリウレタン樹脂発泡体を製造する方法の例について以下に説明する。かかるポリウレタン樹脂発泡体の製造方法は、以下の工程を有する。

1) イソシアネート末端プレポリマーの気泡分散液を作製する発泡工程

イソシアネート末端プレポリマー（第1成分）にシリコン系ノニオン界面活性剤を添加し、非反応性気体の存在下で攪拌し、非反応性気体を微細気泡として分散させて気泡分散液とする。前記プレポリマーが常温で固体の場合には適宜の温度に予熱し、溶解して使用する。

20

2) 硬化剤（鎖延長剤）混合工程

上記の気泡分散液に鎖延長剤（第2成分）を添加、混合、攪拌して発泡反応液とする。

3) 注型工程

上記の発泡反応液を金型に流し込む。

4) 硬化工程

金型に流し込まれた発泡反応液を加熱し、反応硬化させる。

【0051】

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

30

【0052】

非反応性気体を微細気泡状にしてシリコン系ノニオン界面活性剤を含む第1成分に分散させる攪拌装置としては、公知の攪拌装置は特に限定なく使用可能であり、具体的にはホモジナイザー、ディゾルバー、2軸遊星型ミキサー（プラネタリーミキサー）等が例示される。攪拌装置の攪拌翼の形状も特に限定されないが、ホイッパー型の攪拌翼の使用にて微細気泡が得られ好ましい。

【0053】

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

40

【0054】

ポリウレタン樹脂発泡体の製造方法においては、発泡反応液を型に流し込んで流動しなくなるまで反応した発泡体を、加熱、ポストキュアすることは、発泡体の物理的特性を向上させる効果があり、極めて好適である。金型に発泡反応液を流し込んで直ちに加熱オーブン中に入れてポストキュアを行う条件としてもよく、そのような条件下でもすぐに反応

50

成分に熱が伝達されないので、気泡径が大きくなることはない。硬化反応は、常圧で行うことが気泡形状が安定するために好ましい。

【0055】

ポリウレタン樹脂発泡体において、第3級アミン系等の公知のポリウレタン反応を促進する触媒を使用してもかまわない。触媒の種類、添加量は、混合工程後、所定形状の型に流し込む流動時間を考慮して選択する。

【0056】

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

10

【0057】

また、ポリウレタン樹脂発泡体の原料となるプレポリマーを反応容器に入れ、その後鎖延長剤を投入、攪拌後、所定の大きさの注型に流し込みブロックを作製し、そのブロックを鮑状、あるいはバンドソー状のスライサーを用いてスライスする方法、又は前述の注型の段階で、薄いシート状にしても良い。また、原料となる樹脂を溶解し、Tダイから押し出し成形して直接シート状のポリウレタン樹脂発泡体を得ても良い。

【0058】

前記ポリウレタン樹脂発泡体の平均気泡径は、30～80 $\mu\text{m}$ であることが好ましく、より好ましくは30～60 $\mu\text{m}$ である。この範囲から逸脱する場合は、研磨速度が低下したり、研磨後の被研磨材（ウエハ）のプラナリティ（平坦性）が低下する傾向にある。

20

【0059】

本発明の研磨パッド（研磨層）の被研磨材と接触する研磨表面は、スラリーを保持・更新するための凹凸構造を有する。発泡体からなる研磨層は、研磨表面に多くの開口を有し、スラリーを保持・更新する働きを持っているが、研磨表面に凹凸構造を形成することにより、スラリーの保持と更新をさらに効率よく行うことができ、また被研磨材との吸着による被研磨材の破壊を防ぐことができる。凹凸構造は、スラリーを保持・更新する形状であれば特に限定されるものではなく、例えば、XY格子溝、同心円状溝、貫通孔、貫通していない穴、多角柱、円柱、螺旋状溝、偏心円状溝、放射状溝、及びこれらの溝を組み合わせたものが挙げられる。また、これらの凹凸構造は規則性のあるものが一般的であるが、スラリーの保持・更新性を望ましいものにするため、ある範囲ごとに溝ピッチ、溝幅、溝深さ等を変化させることも可能である。

30

【0060】

前記凹凸構造の作製方法は特に限定されるものではないが、例えば、所定サイズのバイトのような治具を用い機械切削する方法、所定の表面形状を有した金型に樹脂を流しこみ、硬化させることにより作製する方法、所定の表面形状を有したプレス板で樹脂をプレスし作製する方法、フォトリソグラフィを用いて作製する方法、印刷手法を用いて作製する方法、炭酸ガスレーザーなどを用いたレーザー光による作製方法などが挙げられる。

【0061】

研磨層の厚みは特に限定されるものではないが、通常0.8～4mm程度であり、1.0～2.5mmであることが好ましい。前記厚みの研磨層を作製する方法としては、前記微細発泡体のブロックをバンドソー方式やカナ方式のスライサーを用いて所定厚みにする方法、所定厚みのキャピティーを持った金型に樹脂を流し込み硬化させる方法、及びコーティング技術やシート成形技術を用いた方法などが挙げられる。

40

【0062】

また、前記研磨層の厚みバラツキは100 $\mu\text{m}$ 以下であることが好ましい。厚みバラツキが100 $\mu\text{m}$ を越えるものは、研磨層に大きなうねりを持ったものとなり、被研磨材に対する接触状態が異なる部分ができ、研磨特性に悪影響を与える。また、研磨層の厚みバラツキを解消するため、一般的には、研磨初期に研磨層表面をダイヤモンド砥粒を電着、融着させたドレッサーを用いてドレッシングするが、上記範囲を超えたものは、ドレッシング時間が長くなり、生産効率を低下させるものとなる。

50

## 【0063】

研磨層の厚みのバラツキを抑える方法としては、所定厚みにスライスした研磨シート表面をバフイングする方法が挙げられる。また、バフイングする際には、粒度などが異なる研磨材で段階的に行うことが好ましい。

## 【0064】

本発明の研磨パッドは、前記研磨層とクッションシートとを貼り合わせたものであってよい。

## 【0065】

前記クッションシート（クッション層）は、研磨層の特性を補うものである。クッションシートは、CMPにおいて、トレードオフの関係にあるプラナリティとユニフォーミティの両者を両立させるために必要なものである。プラナリティとは、パターン形成時に発生する微小凹凸のある被研磨材を研磨した時のパターン部の平坦性をいい、ユニフォーミティとは、被研磨材全体の均一性をいう。研磨層の特性によって、プラナリティを改善し、クッションシートの特性によってユニフォーミティを改善する。本発明の研磨パッドにおいては、クッションシートは研磨層より柔らかいものを用いることが好ましい。

10

## 【0066】

前記クッションシートとしては、例えば、ポリエステル不織布、ナイロン不織布、アクリル不織布などの繊維不織布やポリウレタンを含浸したポリエステル不織布のような樹脂含浸不織布、ポリウレタンフォーム、ポリエチレンフォームなどの高分子樹脂発泡体、ブタジエンゴム、イソプレンゴムなどのゴム性樹脂、感光性樹脂などが挙げられる。

20

## 【0067】

研磨層とクッションシートとを貼り合わせる手段としては、例えば、研磨層とクッションシートとを両面テープで挟みプレスする方法が挙げられる。

## 【0068】

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

30

## 【0069】

本発明の研磨パッドは、プラテンと接着する面に両面テープが設けられていてもよい。該両面テープとしては、上述と同様に基材の両面に接着層を設けた一般的な構成を有するものを用いることができる。基材としては、例えば不織布やフィルム等が挙げられる。研磨パッドの使用後のプラテンからの剥離を考慮すれば、基材にフィルムを用いることが好ましい。また、接着層の組成としては、例えば、ゴム系接着剤やアクリル系接着剤等が挙げられる。金属イオンの含有量を考慮すると、アクリル系接着剤は、金属イオン含有量が少ないため好ましい。

## 【0070】

半導体デバイスは、前記研磨パッドを用いて半導体ウエハの表面を研磨する工程を経て製造される。半導体ウエハとは、一般にシリコンウエハ上に配線金属及び酸化膜を積層したものである。半導体ウエハの研磨方法、研磨装置は特に制限されず、例えば、図1に示すように研磨パッド（研磨層）1を支持する研磨定盤2と、半導体ウエハ4を支持する支持台（ポリシングヘッド）5とウエハへの均一加圧を行うためのバックング材と、研磨剤3の供給機構を備えた研磨装置などを用いて行われる。研磨パッド1は、例えば、両面テープで貼り付けることにより、研磨定盤2に装着される。研磨定盤2と支持台5とは、それぞれに支持された研磨パッド1と半導体ウエハ4が対向するように配置され、それぞれに回転軸6、7を備えている。また、支持台5側には、半導体ウエハ4を研磨パッド1に押し付けるための加圧機構が設けてある。研磨に際しては、研磨定盤2と支持台5とを回

40

50

転させつつ半導体ウエハ4を研磨パッド1に押し付け、スラリーを供給しながら研磨を行う。スラリーの流量、研磨荷重、研磨定盤回転数、及びウエハ回転数は特に制限されず、適宜調整して行う。

【0071】

これにより半導体ウエハ4の表面の突出した部分が除去されて平坦状に研磨される。その後、ダイシング、ボンディング、パッケージング等することにより半導体デバイスが製造される。半導体デバイスは、演算処理装置やメモリー等に用いられる。

【実施例】

【0072】

以下、本発明を実施例を上げて説明するが、本発明はこれら実施例に限定されるものではない。 10

【0073】

[測定、評価方法]

(数平均分子量の測定)

ポリオール成分の数平均分子量は、GPC(ゲル・パーミエーション・クロマトグラフィ)にて測定し、標準ポリスチレンにより換算した。

GPC装置：島津製作所製、LC-10A

カラム：Polymer Laboratories社製、(PLgel、5 $\mu$ m、500)、(PLgel、5 $\mu$ m、100)、及び(PLgel、5 $\mu$ m、50)の3つのカラムを連結して使用 20

流量：1.0ml/min

濃度：1.0g/l

注入量：40 $\mu$ l

カラム温度：40

溶離液：テトラヒドロフラン

【0074】

(硬度測定)

JIS K6253-1997に準拠して行った。作製したポリウレタン樹脂発泡体を2cm $\times$ 2cm(厚み：任意)の大きさに切り出したものを硬度測定用試料とし、温度23 $\pm$ 2、湿度50% $\pm$ 5%の環境で16時間静置した。測定時には、試料を重ね合わせ、厚み6mm以上とした。硬度計(高分子計器社製、アスカ-D型硬度計)を用い、硬度を測定した。 30

【0075】

(比重測定)

JIS Z8807-1976に準拠して行った。作製したポリウレタン樹脂発泡体を4cm $\times$ 8.5cmの短冊状(厚み：任意)に切り出したものを比重測定用試料とし、温度23 $\pm$ 2、湿度50% $\pm$ 5%の環境で16時間静置した。測定には比重計(ザルトリウス社製)を用い、比重を測定した。

【0076】

(引張破断伸び及び引張り強度の測定) 40

作製したポリウレタン樹脂発泡体をJIS K7312-1996に準拠してダンベル3号の形状で打ち抜いてサンプルを得た。該サンプルを22、66%RHの条件下で24時間養成し、その後引張り試験を行った。引張破断伸び及び引張り強度を計測した。引張り試験機としてはインストロン万能試験機(4300型、インストロン社製)を用い、ソフトはシリーズIXで制御されるビデオ伸び計を用いた。

【0077】

(平均気泡径測定)

作製したポリウレタン樹脂発泡体を厚み1mm以下になるべく薄くカミソリ刃で平行に切り出したものを平均気泡径測定用試料とした。試料をスライドガラス上に固定し、SEM(S-3500N、日立サイエンスシステムズ(株))を用いて100倍で観察した。 50

得られた画像を画像解析ソフト(WinRoof、三谷商事(株))を用いて、任意範囲の全気泡径を測定し、平均気泡径を算出した。

【0078】

(研磨特性の評価)

研磨装置としてSPP600S(岡本工作機械社製)を用い、作製した研磨パッドを用いて、研磨速度の評価を行った。初期研磨速度は、8インチのシリコンウエハに熱酸化膜を $1\mu\text{m}$ 製膜したものを、1枚だけ約 $0.5\mu\text{m}$ 研磨して、このときの時間から算出した。また、同様の方法で研磨を繰り返し、累積して10時間研磨を行い、10時間後の研磨速度を測定した。酸化膜の膜厚測定には、干渉式膜厚測定装置(大塚電子社製)を用いた。研磨条件としては、スラリーとして、シリカスラリー(SS12 キャボット社製)を研磨中に流量 $150\text{ml}/\text{min}$ 添加した。研磨荷重としては $350\text{g}/\text{cm}^2$ 、研磨定盤回転数 $35\text{rpm}$ 、ウエハ回転数 $30\text{rpm}$ とした。

10

また、平坦性の評価は、8インチシリコンウエハに熱酸化膜を $0.5\mu\text{m}$ 堆積させた後、 $L/S$ (ライン・アンド・スペース) $=25\mu\text{m}/5\mu\text{m}$ 及び、 $L/S=5\mu\text{m}/25\mu\text{m}$ のパターンニングを行い、さらに酸化膜(TEOS)を $1\mu\text{m}$ 堆積させて、初期段差 $0.5\mu\text{m}$ のパターン付きウエハを製作した。このウエハを上述研磨条件にて研磨を行って、グローバル段差が $2000$ 以下になる時の、 $25\mu\text{m}$ スペースの底部分の削れ量を測定することで評価した。平坦性は値が小さいほど優れていると言える。

【0079】

(ドレス速度の測定)

作製した研磨パッドの表面をダイヤモンドドレッサー(旭ダイヤモンド社製、Mタイプ #100、 $20\text{cm}$ 円形)を用いて回転させながら均一にドレッシングした。この時のドレッサー荷重は $450\text{g}/\text{cm}^2$ 、研磨定盤回転数は $30\text{rpm}$ 、ドレッサー回転数は $15\text{rpm}$ 、ドレス時間は $100\text{min}$ とした。そして、ドレス前後の研磨パッドの厚さからドレス速度を算出した。

20

【0080】

(目詰まりの評価)

上記10時間研磨後の研磨パッド表面の溝に目詰まりがあるか否かを目視にて確認し、下記基準で評価した。

：目詰まりの割合が、全溝の10%未満である。

：目詰まりの割合が、全溝の10%以上20%未満である。

x：目詰まりの割合が、全溝の20%以上である。

30

【0081】

実施例1

反応容器にトルエンジイソシアネート(三井武田ケミカル社製、2,4-体/2,6-体 $=80/20$ の混合物)35重量部、4,4'-ジシクロヘキシルメタンジイソシアネート15.75重量部、ポリテトラメチレングリコール(三菱化学社製、数平均分子量650)44.3重量部、及び1,3-ブチレングリコール(ナカライ社製)4.95重量部を入れ、80で120分間加熱攪拌し、イソシアネート末端プレポリマーA(NCO重量%:11.6重量%)を得た。

40

【0082】

また、反応容器にトルエンジイソシアネート(三井武田ケミカル社製、2,4-体/2,6-体 $=80/20$ の混合物)31.9重量部、4,4'-ジシクロヘキシルメタンジイソシアネート8.5重量部、ポリテトラメチレングリコール(三菱化学社製、数平均分子量1000)53.9重量部、及びジエチレングリコール(三菱化学社製)5.7重量部を入れ、80で120分間加熱攪拌し、イソシアネート末端プレポリマーB(NCO重量%:9.2重量%)を得た。

【0083】

そして、反応容器にイソシアネート末端プレポリマーA35重量部、イソシアネート末端プレポリマーB65重量部、及びシリコン系ノニオン界面活性剤L5340(日本ユニ

50

カ製) 10重量部(ポリウレタン樹脂中に7.19重量%)を入れ、温度を80に調整した。なお、ポリテトラメチレングリコールA/ポリテトラメチレングリコールB = 30/70(重量%)である。その後、攪拌翼を用いて、回転数900rpmで反応系内に気泡を取り込むように約4分間激しく攪拌を行った。そこへ予め120で溶融した4,4'-メチレンビス(o-クロロアニリン)(イハラケミカル社製、イハラキュアミンMT) 29重量部を添加した。約1分間攪拌を続けた後に、パン型のオープンモールドへ反応溶液を流し込んだ。この反応溶液の流動性がなくなった時点でオープン内に入れ、110で6時間ポストキュアを行い、ポリウレタン樹脂発泡体ブロックを得た。このポリウレタン樹脂発泡体ブロックをバンドソータイプのスライサー(フェッケン社製)を用いてスライスし、ポリウレタン樹脂発泡体シートを得た。次にこのシートをバフ機(アミテック社製)を使用して、所定厚さになるように表面バフをし、厚み精度を整えたシートとした(シート厚み: 1.27mm)。このバフ処理をしたシートを所定の直径(61cm)に打ち抜き、溝加工機(東邦鋼機社製)を用いてシート表面に溝幅0.25mm、溝ピッチ1.50mm、溝深さ0.40mmの同心円状の溝加工を行って研磨層を作製した。その後、該研磨層の裏面に市販の不織布にポリウレタンを含浸させたクッション材(クッション層)を積層して研磨パッドを作製した。

10

20

30

40

50

#### 【0084】

##### 実施例2

実施例1において、4,4'-メチレンビス(o-クロロアニリン) 29重量部の代わりに、エタキュア300(アルベマール社製、3,5-ビス(メチルチオ)-2,6-トルエンジアミンと3,5-ビス(メチルチオ)-2,4-トルエンジアミンとの混合物) 23重量部を用いた以外は実施例1と同様の方法で研磨パッドを作製した。

#### 【0085】

##### 実施例3

反応容器にイソシアネート末端プレポリマーA 25重量部、イソシアネート末端プレポリマーB 75重量部、及びシリコン系ノニオン界面活性剤L5340(日本ユニカ製) 6重量部(ポリウレタン樹脂中に4.48重量%)を入れ、温度を80に調整した。なお、ポリテトラメチレングリコールA/ポリテトラメチレングリコールB = 21/79(重量%)である。その後、攪拌翼を用いて、回転数900rpmで反応系内に気泡を取り込むように約4分間激しく攪拌を行った。そこへ予め120で溶融した4,4'-メチレンビス(o-クロロアニリン)(イハラケミカル社製、イハラキュアミンMT) 28重量部を添加した。その後、実施例1と同様の方法で研磨パッドを作製した。

#### 【0086】

##### 比較例1

反応容器にイソシアネート末端プレポリマーA 100重量部、及びシリコン系ノニオン界面活性剤L5340(日本ユニカ製) 20重量部(ポリウレタン樹脂中に12.9重量%)を入れ、温度を80に調整した。その後、攪拌翼を用いて、回転数900rpmで反応系内に気泡を取り込むように約4分間激しく攪拌を行った。そこへ予め120で溶融した4,4'-メチレンビス(o-クロロアニリン)(イハラケミカル社製、イハラキュアミンMT) 35重量部を添加した。その後、実施例1と同様の方法で研磨パッドを作製した。

#### 【0087】

##### 比較例2

反応容器にイソシアネート末端プレポリマーB 100重量部、及びシリコン系ノニオン界面活性剤L5340(日本ユニカ製) 6重量部(ポリウレタン樹脂中に4.54重量%)を入れ、温度を80に調整した。その後、攪拌翼を用いて、回転数900rpmで反応系内に気泡を取り込むように約4分間激しく攪拌を行った。そこへ予め120で溶融した4,4'-メチレンビス(o-クロロアニリン)(イハラケミカル社製、イハラキュアミンMT) 26.2重量部を添加した。その後、実施例1と同様の方法で研磨パッドを作製した。

## 【 0 0 8 8 】

## 比較例 3

反応容器にイソシアネート末端プレポリマー B 1 0 0 重量部、及びシリコン系ノニオン界面活性剤 S H - 1 9 2 ( 東レダウコーニングシリコン製 ) 3 重量部 ( ポリウレタン樹脂中に 2 . 3 2 重量 % ) を入れ、温度を 8 0 に調整した。その後、攪拌翼を用いて、回転数 9 0 0 r p m で反応系内に気泡を取り込むように約 4 分間激しく攪拌を行った。そこへ予め 1 2 0 で溶融した 4 , 4 ' - メチレンビス ( o - クロロアニリン ) ( イハラケミカル社製、イハラキュアミン M T ) 2 6 . 2 重量部を添加した。その後、実施例 1 と同様の方法で研磨パッドを作製した。

## 【 0 0 8 9 】

実施例及び比較例にて得られた研磨パッドを使用して研磨試験を行い、研磨特性を評価した。その結果を表 1 に示す。なお、比較例 1 の場合、研磨 8 時間後にパッド表面の溝が磨耗によりなくなった。

## 【 0 0 9 0 】

【表 1】

	界面活性剤 (重量%)	平均NCO (重量%)	平均気泡径 ( $\mu\text{m}$ )	比重	アスカード硬度 (度)	引張り強度 (MPa)	引張破断伸び (%)	初期研磨速度 ( $\text{\AA}/\text{min}$ )	10時間後の研磨速度 ( $\text{\AA}/\text{min}$ )	ドレス速度 ( $\mu\text{m}/\text{min}$ )	目詰まり
実施例1	7.19	10	51	0.82	53	23	141	2300	2250	7.5	O
実施例2	7.52	10	50	0.83	54	22.1	129	2400	2310	7.2	O
実施例3	4.48	9.8	51	0.8	53	22.3	145	2350	2280	6.9	O
比較例1	12.90	11.6	52	0.55	42	19.2	54	2200	—	23.3	—
比較例2	4.54	9.2	53	0.7	41	16.3	155	2150	1350	4.8	x
比較例3	2.32	9.2	53	0.92	56	23.8	181	1900	1430	3.2	x

10

20

30

40

50

表 1 の結果より、アスカード硬度が 45 ~ 55 度、比重が 0.8 ~ 0.86、及び引張破断伸びが 120 ~ 150 % であるポリウレタン樹脂発泡体を用いることにより、研磨中に砥粒や研磨屑が溝に詰まり難く、長時間連続使用した場合でも研磨速度がほとんど低下しない研磨パッドを得ることができる。

【図面の簡単な説明】

【0092】

【図 1】CMP 研磨で使用する研磨装置の一例を示す概略構成図

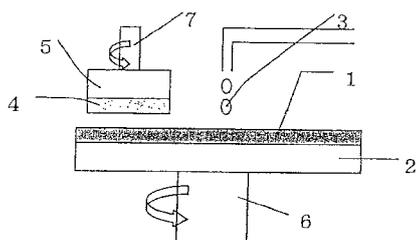
【符号の説明】

【0093】

- 1：研磨パッド（研磨層）
- 2：研磨定盤
- 3：研磨剤（スラリー）
- 4：被研磨材（半導体ウエハ）
- 5：支持台（ポリシングヘッド）
- 6、7：回転軸

10

【図 1】



---

フロントページの続き

(72)発明者 小川 一幸  
大阪府大阪市西区江戸堀1丁目17番18号 東洋ゴム工業株式会社内

(72)発明者 中森 雅彦  
滋賀県大津市堅田二丁目1番1号 東洋紡績株式会社総合研究所内

(72)発明者 山田 孝敏  
滋賀県大津市堅田二丁目1番1号 東洋紡績株式会社総合研究所内

(72)発明者 下村 哲生  
大阪府大阪市西区江戸堀1丁目17番18号 東洋ゴム工業株式会社内

Fターム(参考) 3C058 AA07 AA09 CB03

4J034 BA08 CA01 CA03 CA04 CB02 CC03 DB03 DF01 DF03 DF12

DG06 HA07 HC12 JA42 NA01 QA03 QB15 QC01 RA00 RA03

RA10 RA11 RA19