(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2015-189002 (P2015-189002A)

最終頁に続く

(43) 公開日 平成27年11月2日(2015.11.2)

| (51) Int.Cl. | | | FΙ | | | テーマコー | ド (参考) |
|--------------|---------------|-----------------|---------------|----------|-------------|----------------|--------|
| B24B | 37/11 | (2012.01) | B 2 4 B | 37/00 | C | 3C158 | |
| B24B | 37/013 | (2012.01) | B 2 4 B | 37/04 | K | 5F057 | |
| B24B | 37/24 | (2012.01) | B 2 4 B | 37/00 | P | | |
| B24B | <i>37/2</i> 6 | (2012.01) | B 2 4 B | 37/00 | T | | |
| B24B | 37/22 | (2012.01) | B 2 4 B | 37/00 | W | | |
| | | 審査請求 | 未請求 請求項 | の数 10 (| DL 外国語出願 | (全 46 頁) | 最終頁に続く |
| (21) 出願番号 | | 特願2015-66481 (P | 2015-66481) | (71) 出願ノ | √ 504089426 | | |
| (22) 出願日 | | 平成27年3月27日(| (2015. 3. 27) | | ローム アント | バース エ | レクトロニッ |
| (31) 優先権主 | 張番号 | 14/228,660 | | | ク マテリアル | レズ シーエム | ピー ホウル |
| (32) 優先日 | | 平成26年3月28日(| (2014. 3. 28) | | ディングスーク | インコーポレイ | テッド |
| (33) 優先権主 | 張国 | 米国 (US) | | | アメリカ合衆国 | ■ デラウェア | 州 1971 |
| | | | | | 3、ニューアー | -ク、ベルヴュ | ー・ロード |
| | | | | | 451 | | |
| | | | | (71) 出願ノ | ₹ 502141050 | | |
| | | | | | ダウ グローノ | バル テクノロ | ジーズ エル |
| | | | | | エルシー | | |
| | | | | | アメリカ合衆国 | 国 ミシガン州 | 48674 |
| | | | | | ,ミッドラント | ヾ, ダウ セン | ター 204 |
| | | | | | O | - | |
| | | | | (74) 代理 | √ 110001508 | | |
| | | | | | 特許業務法人 | 津国 | |

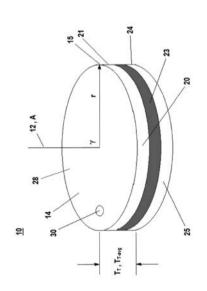
(54) 【発明の名称】研磨層及びウィンドウを有するケミカルメカニカル研磨パッド

(57)【要約】 (修正有)

【課題】低欠陥組成と対応する物性プロフィールと十分に相関する物性プロフィールを提供し、かつ高められたコンディショニング性を研磨層に付与したケミカルメカニカル研磨パッドおよび、改善されたポリマー終点検出ウィンドウ組成を提供する。

【解決手段】研磨層20及びケミカルメカニカル研磨パッド10に組み込まれた、嵌め込み型ウィンドウである終点検出ウィンドウを30有し、該終点検出ウィンドウが、ウィンドウプレポリマー並びに少なくとも5重量%のウィンドウニ官能硬化剤;少なくとも5重量%のウィンドウアミン開始ポリオール硬化剤;及び25~90重量%のウィンドウ高分子量ポリオール硬化剤を含むウィンドウ硬化剤系を含む成分の反応生成物を含む。

【選択図】図1



【特許請求の範囲】

【請求項1】

研磨面、ベース面及び前記研磨面に対して垂直な方向に前記研磨面から前記ベース面までで計測される平均厚さ T_{P-avg}を有する研磨層と、

ケミカルメカニカル研磨パッドに組み込まれた、嵌め込み型ウィンドウである終点検出 ウィンドウと

を含み、前記終点検出ウィンドウが、

2 ~ 6 . 5 重量 % の未反応 N C O 基を有する末端イソシアネート修飾ウレタンプレポリマーからなる群より選択されるウィンドウプレポリマーと、

ウィンドウニ官能硬化剤少なくとも5重量%、

1 分子あたり少なくとも 1 個の窒素原子を有し、 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ウィンドウアミン開始ポリオール硬化剤少なくとも 5 重量%、及び 2 , 0 0 0 ~ 1 0 0 , 0 0 0 数平均分子量 M N を有し、 1 分子あたり平均 3 ~ 1 0 個のヒドロキシル基を有するウィンドウ高分子量ポリオール硬化剤 2 5 ~ 9 0 重量%

を含むウィンドウ硬化剤系と

を含む成分の反応生成物を含む、ケミカルメカニカル研磨パッド。

【請求項2】

前記ウィンドウ硬化剤系が反応性水素部分濃度を有し、前記ウィンドウプレポリマーが未反応NCO部分濃度を有し、前記反応性水素部分濃度を前記未反応NCO部分濃度で割った比が0.7~1.2である、請求項1記載のケミカルメカニカル研磨パッド。

【請求項3】

前記終点検出ウィンドウが、 1 g/cm³の密度、0 . 1 容量%未満の気孔率、1 0 ~ 5 0 のショアーD硬さ、 4 0 0 %の破断点伸び、8 0 0 nmで5 0 ~ 1 0 0 %の光透過率及び4 0 0 nmで2 5 ~ 1 0 0 %の光透過率を示す、請求項2記載のケミカルメカニカル研磨パッド。

【請求項4】

前記研磨層が、

2~12重量%の未反応NCO基を有する末端イソシアネート修飾ウレタンプレポリマーからなる群より選択される研磨層プレポリマーと、

1分子あたり少なくとも1個の窒素原子を有し、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研磨層アミン開始ポリオール硬化剤少なくとも5重量%、

2 , 5 0 0 ~ 1 0 0 , 0 0 0 の数平均分子量 M_Nを有し、1 分子あたり平均 3 ~ 1 0 個のヒドロキシル基を有する研磨層高分子量ポリオール硬化剤 2 5 ~ 9 5 重量%、及び研磨層二官能硬化剤 0 ~ 7 0 重量%

を含む研磨層硬化剤系と

を含む研磨層成分の反応生成物を含み、

前記研磨層が、 0.6g/cm³の密度、5~40のショアーD硬さ、100~450%の破断点伸び及び25~150µm/hrの切削速度を示し、前記研磨面が、磁性基材、光学基材及び半導体基材から選択される基材を研磨するように適合されている、請求項1記載のケミカルメカニカル研磨パッド。

【請求項5】

前記研磨層がカウンタボア開口及び貫通孔を有し、

前記終点検出ウィンドウが、前記研磨面の平面に対して垂直な軸に沿って平均厚さT_{W-ava}を有し、

前記貫通孔が前記研磨層を前記研磨面から前記ベース面まで貫通し、

前記カウンタボア開口が前記研磨面上に開口し、前記貫通孔を拡大させ、棚状部を形成し、

前記カウンタボア開口が、前記研磨面の平面に対して垂直な方向に前記研磨面の平面から前記棚状部までで計測される平均深さDo-avgを有し、

前記平均深さ D_{O-avg}が 前記平均厚さ T_{W-avg}であり、

10

20

30

40

前記終点検出ウィンドウが前記カウンタボア開口内に配置され、

前記終点検出ウィンドウが前記研磨層に接着されている、請求項4記載のケミカルメカニカル研磨パッド。

【請求項6】

前記研磨層硬化剤系が、

1 分子あたり 2 個の窒素原子を有し、 1 分子あたり平均 4 個のヒドロキシル基を有し、 2 0 0 ~ 4 0 0 の数平均分子量 M_Nを有する研磨層アミン開始ポリオール硬化剤 5 ~ 2 0 重量 %、

1 0 , 0 0 0 ~ 1 2 , 0 0 0 の数平均分子量 M_Nを有し、1分子あたり平均 6 個のヒドロキシル基を有する研磨層高分子量ポリオール硬化剤 5 0 ~ 7 5 重量%、及び

4 , 4 - メチレン・ビス・(2 - クロロアニリン)(MBOCA)、4 , 4 - メチレン・ビス・(3 - クロロ・2 , 6 - ジエチルアニリン)(MCDEA)及びそれらの異性体からなる群より選択されるジアミン硬化剤である研磨層二官能硬化剤 1 0 ~ 3 0 重量%

を含有し、

前記研磨層硬化剤系が複数の反応性水素部分を有し、前記研磨層プレポリマーが複数の未反応NCO部分を有し、

前記研磨層プレポリマー中の未反応イソシアネート部分に対する前記研磨層硬化剤系中の前記反応性水素部分のモル比が0.95~1.05であり、

前記研磨層が、 0 . 7 5 ~ 1 . 0 g/cm³の密度、 5 ~ 2 0 のショアー D 硬さ、 1 5 0 ~ 3 0 0 % の破断点伸び及び 3 0 ~ 6 0 μ m/h r の切削速度を示す、請求項 5 記載のケミカルメカニカル研磨パッド。

【請求項7】

上面及び下面を有する硬質層と、

前記研磨層の前記ベース面と前記硬質層の前記上面との間に挿入されたホットメルト接着剤と

をさらに含み、前記ホットメルト接着剤が前記研磨層を前記硬質層に接着する、請求項 4 記載のケミカルメカニカル研磨パッド。

【請求項8】

前記硬質層の前記下面に配置される感圧プラテン接着剤と、

剥離ライナと

をさらに含み、前記感圧プラテン接着剤が前記硬質層の前記下面と前記剥離ライナとの間に挿入される、請求項7記載のケミカルメカニカル研磨パッド。

【請求項9】

基材を研磨する方法であって、

プラテン、光源及びフォトセンサを有するケミカルメカニカル研磨装置を提供する工程

少なくとも一つの基材を提供する工程、

請求項1記載のケミカルメカニカル研磨パッドを提供する工程、

前記ケミカルメカニカル研磨パッドを前記プラテンの上に設置する工程、

場合によっては、前記研磨面と前記基材との間の界面に研磨媒を提供する工程、

前記研磨面と前記基材との間に動的接触を生じさせて、少なくともいくらかの材料を前記基材から除去する工程、及び

前記光源からの光を終点検出ウィンドウに通して伝送し、前記基材の表面から反射して前記終点検出ウィンドウを反対に通過して前記フォトセンサに入射する光を分析することによって研磨終点を決定する工程

を含む方法。

【請求項10】

前記少なくとも一つの基材が、磁性基材、光学基材及び半導体基材の少なくとも一つからなる群より選択される、請求項9記載の方法。

10

20

30

40

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

[0001]

本発明は、ケミカルメカニカル研磨パッド及びそれを製造し、使用する方法に関する。より具体的には、本発明は、研磨層と、ケミカルメカニカル研磨パッドに組み込まれた、嵌め込み型ウィンドウである終点検出ウィンドウとを含み、終点検出ウィンドウが、ウィンドウプレポリマーと、ウィンドウニ官能硬化剤少なくとも5重量%、ウィンドウアミン開始ポリオール硬化剤少なくとも5重量%、及びウィンドウ高分子量ポリオール硬化剤25~90重量%を含むウィンドウ硬化剤系とを含む成分の反応生成物を含む、ケミカルメカニカル研磨パッドに関する。

【背景技術】

[0002]

集積回路及び他の電子装置の作製においては、導体、半導体及び誘電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、半導体及び誘電体の薄層は、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]

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

[0004]

ケミカルメカニカルプラナリゼーション又はケミカルメカニカルポリッシング(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に配する。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対して回転する。研磨パッドがウェーハの下で回転すると、ウェーハは一般に切の研磨トラック、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機械的作用によって研磨され、平坦化される。

[0005]

安定した研磨性能のために一貫した研磨面を維持するためにはパッド表面の「コンディショニング」又は「ドレッシング」が非常に重要である。時間とともに研磨パッドの研磨面はすり減って、研磨面のミクロテキスチャが均されてゆく(「グレージング」と呼ばれる現象)。研磨パッドコンディショニングは一般に、コンディショニングディスクによって達成される。コンディショニングディスクは、一般には埋め込まれたダイアモンドポイントで構成された粗いコンディショニング面を有する。コンディショニングディスクは、研磨が停止しているCMPエ程の間欠的な中断の間(「エクスサイチュー」)又はCMPエ程が進行中であるとき(「インサイチュー」)、研磨面と接触する。一般に、コンディショニングディスクは、研磨パッドの回転軸に対して固定される位置で回転し、研磨パッドが回転するとき環状のコンディショニング環境を掃き出す。上記のようなコンディショニング工程は、パッド材料を摩耗させ、掘り起

10

20

30

40

20

30

40

50

こし、研磨テキスチャを再生しながら、パッド表面に微視的な溝を切り込む。

[0006]

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

[0007]

一連の軟質ポリウレタン研磨層がJamesらによって米国特許第7,074,115号に開示されている。Jamesらは、末端イソシアネート修飾ウレタンプレポリマーと芳香族ジアミン又はポリアミン硬化剤との反応生成物であって、少なくとも0.1容量%の気孔率、40 及び1rad/secで385~750I/PaのKELエネルギー損失係数ならびに40及び1rad/secで100~400MPaの弾性率E を示す反応生成物を含む研磨パッドを開示している。

[00008]

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

[0009]

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

[0010]

ケミカルメカニカルポリッシングに関して呈示されるもう一つの難題は、基材が所望の程度まで研磨されたときを決定することである。研磨終点を決定するためのインサイチュー光学終点検出技術は、二つの基本カテゴリー:(1)単一波長の反射光学信号をモニタする技術、又は(2)複数の波長からの反射光学信号をモニタする技術、又は(2)複数の波長からの反射光学信号をモニタする技術に分類することができる。光学終点検出に使用される一般的な波長(しては、可視スペクトルの波長(たとえば400~700nm)、紫外スペクトルの波長(たとえば700~1000nm)がある。米国特許第5,433,651号において、Lustigらは、レーザ光源からの光をウェーハ表面に伝送し、反射した信号をモニタする、単一波長を使用するポリマー終点検出法を開示している。ウェーハ表面の組成が一つの金属から別の金属へと変化するにつれ、反射率が変化する。そして、この反射率の変化を使用して研磨終点を検出する。米国特許第6,106,662号において、Bibbyらは、分光計を使用して、光学スペクトルの可視範囲

における反射光の強度スペクトルを取得することを開示している。金属 CMP用途において、Bibby らは、スペクトル全体を使用して研磨終点を検出することを教示している。

[0011]

これらの光学終点検出技術を受け入れるために、ウィンドウを有するケミカルメカニカル研磨パッドが開発されている。たとえば、米国特許第5,605,760において、Robertsは、少なくとも一部分が一定範囲の波長のレーザ光に対して透過性である研磨パッドを開示している。開示された実施態様のいくつかにおいて、Robertsは、透明なウィンドウ片を含むが、そこ以外は不透明である研磨パッドを教示している。ウィンドウ片は、成形された研磨パッド中の透明なポリマーのロッド又はプラグであることができる。ロッド又はプラグは、研磨パッド内に成形されたインサートであることもできるし(すなわち「一体型ウィンドウ」)、成形作業後に研磨パッド中の切抜きの中に設置されることもできる(すなわち「嵌め込み型ウィンドウ」)。

[0012]

米国特許第6,984,163号に記載されているような脂肪族イソシアネート系のポリウレタン材料が、広い光スペクトルにかけて改善された光透過を提供した。残念ながら、これらの脂肪族ポリウレタンウィンドウは、とりわけ、厳しい研磨用途に求められる耐久性を欠く傾向にある。

[0013]

従来のポリマー系の終点検出ウィンドウは、多くの場合、330~425nmの波長を有する光に暴露されると、望まれない劣化を示す。しかし、より薄い材料層及びより小さな装置サイズを容易にするために、より短い波長の光を半導体研磨用途における終点検出目的に利用することがますます迫られている。

[0014]

加えて、より微細な形体及びより多くのメタライゼーション層とともに、半導体装置はますます複雑になっている。この傾向は、平坦さを維持し、研磨の欠陥を制限するために、研磨消耗品の改善された性能を要求する。研磨の欠陥は、半導体装置を機能不能にするであろう導線の電気的断絶又は短絡を生じさせるおそれがある。マイクロスクラッチ又はチャターマークのような研磨の欠陥を減らすための一つの手法が、より軟質な研磨層材料を使用することであることは一般に知られている。したがって、欠陥品率性能の改善を促進するために、より軟質な研磨層材料を使用しようとする傾向がある。それにもかかわらず、従来のウィンドウ組成は、そのようなより軟質の研磨層材料とでうまく適合せず、研磨欠陥品率の増大を招く傾向にある。

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

[0015]

したがって、低欠陥組成と対応する物性プロフィールと十分に相関する物性プロフィールを提供し、かつ高められたコンディショニング性を研磨層に付与する(すなわち、25~150μm/hrの切削速度を示す)ケミカルメカニカル研磨パッド及びそのようなケミカルメカニカル研磨パッドに使用するための改善されたポリマー終点検出ウィンドウ組成の必要性が絶えずある。特に、 50ショアーDの硬さを 400%の破断点伸びとともに示し、厳しい研磨用途に求められる耐久性を有するポリマー終点検出ウィンドウ組成の必要性が絶えずある。

【課題を解決するための手段】

[0016]

本発明は、研磨面、ベース面及び研磨面に対して垂直な方向に研磨面からベース面までで計測される平均厚さ T_{P-avg}を有する研磨層と、ケミカルメカニカル研磨パッドに組み込まれた、嵌め込み型ウィンドウである終点検出ウィンドウとを含み、終点検出ウィンドウが、2~6.5 重量%の未反応NCO基を有する末端イソシアネート修飾ウレタンプレポリマーからなる群より選択されるウィンドウプレポリマーと、ウィンドウニ官能硬化剤少なくとも5 重量%、1分子あたり少なくとも1個の窒素原子を有し、1分子あたり平均

10

20

30

40

40

少なくとも3個のヒドロキシル基を有するウィンドウアミン開始ポリオール硬化剤少なくとも5重量%、及び2,000~100,000数平均分子量M_Nを有し、1分子あたり平均3~10個のヒドロキシル基を有するウィンドウ高分子量ポリオール硬化剤25~90重量%を含むウィンドウ硬化剤系とを含む成分の反応生成物を含む、ケミカルメカニカル研磨パッドを提供する。

[0017]

本発明は、研磨面、ベース面及び研磨面に対して垂直な方向に研磨面からベース面までで計測される平均厚さ T P-a v g を有する研磨層と、ケミカルメカニカル研磨パッドに組み込まれた、嵌め込み型ウィンドウである終点検出ウィンドウとを含み、終点検出ウィンドウが、2~6.5 重量%の未反応NCO基を有する末端イソシアネート修飾ウレタンプレポリマーからなる群より選択されるウィンドウプレポリマーと、ウィンドウニ官能硬化剤少なくとも5 重量%、1分子あたり少なくとも1個の窒素原子を有し、1分子あたり少なくとも3個のヒドロキシル基を有するウィンドウアミン開始ポリオール硬化剤少とも5重量%、及び2,000~100,000数平均分子量パリオール硬化剤25~10平均3~10個のヒドロキシル基を有するウィンドウ高分子量ポリオール硬化剤25~10重量%を含むウィンドウ硬化剤系とを含む成分の反応生成物を含み、ウィンドウ硬化剤系が反応性水素部分濃度を有し、ウィンドウプレポリマーが未反応NCO部分濃度を有し、反応性水素部分濃度を未反応NCO部分濃度で割った比が0.7~1.2である、ケミカルメカニカル研磨パッドを提供する。

[0018]

本発明は、研磨面、ベース面及び研磨面に対して垂直な方向に研磨面からベース面まで で計測される平均厚さT_{Р-аvg}を有する研磨層と、ケミカルメカニカル研磨パッドに組み 込まれた、嵌め込み型ウィンドウである終点検出ウィンドウとを含み、終点検出ウィンド ウが、 2 ~ 6 . 5 重量 % の 未 反 応 N C O 基 を 有 す る 末 端 イ ソ シ ア ネ ー ト 修 飾 ウ レ タ ン プ レ ポリマーからなる群より選択されるウィンドウプレポリマーと、ウィンドウニ官能硬化剤 少なくとも5重量%、1分子あたり少なくとも1個の窒素原子を有し、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 ウ ィ ン ド ウ ア ミ ン 開 始 ポ リ オ ー ル 硬 化 剤 少 な く とも 5 重量 % 、 及び 2 , 0 0 0 ~ 1 0 0 , 0 0 0 の数平均分子量 M_Nを有し、 1 分子あた リ平均3~10個のヒドロキシル基を有するウィンドウ高分子量ポリオール硬化剤25~ 9 0 重量 % を 含 む ウィ ン ド ウ 硬 化 剤 系 と を 含 む 成 分 の 反 応 生 成 物 を 含 み 、 ウィ ン ド ウ 硬 化 剤 系 が 反 応 性 水 素 部 分 濃 度 を 有 し 、 ウ ィ ン ド ウ プ レ ポ リ マ ー が 未 反 応 N C O 部 分 濃 度 を 有 し、反応性水素部分濃度を未反応NCO部分濃度で割った比が0.7~1.2であり、終 点検出ウィンドウが、 1 g/cm³の密度、0 . 1 容量 % 未満の気孔率、1 0 ~ 5 0 のショ アーD硬さ、 4 0 0 % の 破 断 点 伸 び 及 び 8 0 0 nmで 5 0 ~ 1 0 0 % の 光 透 過 率 を 示 す 、 ケミカルメカニカル研磨パッドを提供する。

[0019]

本発明は、研磨面、ベース面及び研磨面に対して垂直な方向に研磨面からベース面までで計測される平均厚さ Tp-avgを有する研磨層と、ケミカルメカニカル研磨パッドに組み込まれた、嵌め込み型ウィンドウである終点検出ウィンドウとを含み、終点検出ウィンドウが、2~6.5 重量%の未反応NCO基を有する末端イソシアネート修飾ウレタンプレポリマーからなる群より選択されるウィンドウプレポリマーと、ウィンドウニ官能でです。1分子あたり少なくとも1個のアミン開始ポリオール硬化剤少なくとも3個のヒドロキシル基を有するウィンドウアミン開始ポリオール硬化剤少なくとも5重量%、及び2,000~100の数平均分子量ポリオール硬化剤25~10平均3~10個のヒドロキシル基を有するウィンドウラール硬化剤25~10重量%を含むウィンドウ硬化剤系とを含む成分の反応生成物を含み、ウィンドウプレポリマーが未反応NCO部分濃度を有し、ウィンドウプレポリマーが未反応NCO部分濃度を有し、た比が0.7~1.2であり、終出ウィンドウが、1g/cm3の密度、0.1容量%未満の気孔率、10~50のショアーD硬さ、400%の破断点伸び、800mで50~100%の光透過率及び400

10

20

30

40

nmで25~100%の光透過率を示す、ケミカルメカニカル研磨パッドを提供する。

[0020]

本発明は、研磨面、ベース面及び研磨面に対して垂直な方向に研磨面からベース面まで で計測される平均厚さTP-avgを有する研磨層と、ケミカルメカニカル研磨パッドに組み 込まれた、嵌め込み型ウィンドウである終点検出ウィンドウとを含み、終点検出ウィンド ウが、 2 ~ 6 . 5 重量 % の 未 反 応 N C O 基 を 有 す る 末 端 イ ソ シ ア ネ ー ト 修 飾 ウ レ タ ン プ レ ポリマーからなる群より選択されるウィンドウプレポリマーと、ウィンドウニ官能硬化剤 少なくとも5重量%、1分子あたり少なくとも1個の窒素原子を有し、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 ウ ィ ン ド ウ ア ミ ン 開 始 ポ リ オ ー ル 硬 化 剤 少 な く とも 5 重量 % 、 及 び 2 , 0 0 0 ~ 1 0 0 , 0 0 0 の数 平均 分子量 M _Nを有 し 、 1 分子 あた り平均3~10個のヒドロキシル基を有するウィンドウ高分子量ポリオール硬化剤25~ 9 0 重量 % を 含 む ウ ィ ン ド ウ 硬 化 剤 系 と を 含 む 成 分 の 反 応 生 成 物 を 含 み 、 ウ ィ ン ド ウ 硬 化 剤 系 が 反 応 性 水 素 部 分 濃 度 を 有 し 、 ウィン ド ウ プ レ ポ リ マ ー が 未 反 応 N C O 部 分 濃 度 を 有 し、反応性水素部分濃度を未反応NCO部分濃度で割った比が0.7~1.2であり、研 磨層が、 2 ~ 1 2 重量 % の 未 反 応 N C O 基 を 有 す る 末 端 イ ソ シ ア ネ ー ト 修 飾 ウ レ タ ン プ レ ポリマーからなる群より選択される研磨層プレポリマーと、1分子あたり少なくとも1個 の窒素原子を有し、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研磨層ア ミン開始ポリオール硬化剤少なくとも 5 重量 % 、 2 , 5 0 0 ~ 1 0 0 , 0 0 の数平均分 子量 M _Nを有し、1分子あたり平均3~10個のヒドロキシル基を有する研磨層高分子量 ポリオール硬化剤 2 5 ~ 9 5 重量 % 、及び研磨層二官能硬化剤 0 ~ 7 0 重量 % を含む研磨 層硬化剤系とを含む研磨層成分の反応生成物を含み、研磨層が、 0 . 6 a/cm³の密度、 5 ~ 4 0のショアーD硬さ、100~ 4 50%の破断点伸び及び25~150 μm/hrの切 削速度を示し、研磨面が、磁性基材、光学基材及び半導体基材から選択される基材を研磨 するように適合されている、ケミカルメカニカル研磨パッドを提供する。

[0021]

本発明は、基材を研磨する方法であって、プラテン、光源及びフォトセンサを有するケミカルメカニカル研磨装置を提供する工程、少なくとも一つの基材を提供する工程、本発明のケミカルメカニカル研磨パッドを提供する工程、ケミカルメカニカル研磨パッドをプラテンの上に設置する工程、場合によっては、研磨面と基材との間の界面に研磨媒を提供する工程、研磨面と基材との間に動的接触を生じさせて、少なくともいくらかの材料を前記基材から除去する工程、及び光源からの光を終点検出ウィンドウに通して伝送し、基材の表面から反射して終点検出ウィンドウを反対に通過してフォトセンサに入射する光を分析することによって研磨終点を決定する工程を含む方法を提供する。

【図面の簡単な説明】

[0022]

- 【図1】本発明のケミカルメカニカル研磨パッドの斜視図である。
- 【 図 2 】 本 発 明 の ケ ミ カ ル メ カ ニ カ ル 研 磨 パ ッ ド の 断 面 切 欠 き 図 で あ る 。
- 【図3】本発明のケミカルメカニカル研磨パッドの平面図である。
- 【図4】本発明の研磨層の側方斜視図である。
- 【図5】本発明のケミカルメカニカル研磨パッドの断面の側面図である。
- 【図6】本発明の嵌め込み型終点検出ウィンドウブロックの側面図である。
- 【図7】本発明のケミカルメカニカル研磨パッドの断面切欠き図である。
- 【図8】本発明のケミカルメカニカル研磨パッドの断面切欠き図である。
- 【図9】本発明のケミカルメカニカル研磨パッドの断面切欠き図である。
- 【図10】本発明のケミカルメカニカル研磨パッドの断面切欠き図である。
- 【図11】本発明のケミカルメカニカル研磨パッドの断面切欠き図である。
- 【図12】本発明のケミカルメカニカル研磨パッドの断面切欠き図である。
- 【図13】本発明のケミカルメカニカル研磨パッドの断面切欠き図である。
- 【図14】本発明のケミカルメカニカル研磨パッドの断面切欠き図である。
- 【図15】本発明のケミカルメカニカル研磨パッドの断面切欠き図である。

10

20

30

40

【発明を実施するための形態】

[0023]

詳細な説明

4 0 未満のショアーD硬さを示す従来の研磨層は一般に、非常に高い破断点伸び値(すなわち > 6 0 0 %)を有する。そのような高い判断点伸び値を示す材料は、機械加工処理に付されたとき可逆的に変形し、それが、許容不可能に粗末である溝形成及び不十分であるダイアモンドコンディショニング中のテキスチャ創造を招く。本発明のケミカルメカニカル研磨パッドは、好ましくは、低欠陥研磨性能を提供するための低い硬さ(すなわちショアーD 4 0)と、研磨層中の溝の形成を容易にするための機械加工性及びダイアモンドコンディショニングディスクを使用するミクロテキスチャの形成を容易にするためのドコンディショニング性の両方を提供する高にい引張り伸び(すなわち破断点伸び 4 5 0 %)との他に類のない組み合わせを示す研磨層を有する。加えて、本発明の研磨層によって可との他に類のない組み合わせを示す研磨層を有する。加えて、本発明の研磨層によって可えの地に類のがランスは、たとえば、半導体装置の電気的完全性を損ないかねないマイクロスクラッチ欠陥を創造することによってウェーハ表面を損傷することなく、半導体ウェーハを研磨する能力を提供する。

[0024]

本発明のケミカルメカニカル研磨パッド(10)はまた、低欠陥研磨性能を提供するための低い硬さ(すなわちショアーD 50)及び低い引張り伸び(すなわち破断点伸び400%)と、研磨終点検出を容易にするための良好な光学的性質との他に類のない組み合わせを示し、厳しい研磨用途に求められる耐久性を有する終点検出ウィンドウ(30)を有する。

[0025]

明細書及び特許請求の範囲の中で研磨面(14)を有するケミカルメカニカル研磨パッド(10)を参照して使用される「平均全厚さT_{T-avg}」とは、研磨面(14)に対して垂直な方向に研磨面(14)から硬質層(25)の下面(27)までで計測されるケミカルメカニカル研磨パッドの平均厚さT_Tをいう(図1、2、5及び7~15を参照)。

[0026]

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(10)を参照して使用される「実質的に円形の断面」とは、研磨層(20)の研磨面(14)の中心軸(12)から外周(15)までの断面の最長半径rが研磨面(14)の中心軸(12)から外周(15)までの断面の最短半径rよりも 20%しか長くないことをいう(図1を参照)

[0027]

明細書及び特許請求の範囲の中で使用される「研磨媒」とは、砥粒含有研磨溶液及び非砥粒含有研磨溶液、たとえば無砥粒及び反応液研磨溶液を包含する。

[0028]

明細書及び特許請求の範囲の中で終点検出ウィンドウを参照して使用される「ダブルパス透過率」又は「DPT」は、以下の式を使用して決定される。

 $DPT = (IW_{Si} - IW_{D}) \div (IA_{Si} - IA_{D})$

式中、 IW_{Si} 、 IW_D 、 IA_{Si} 及び IA_D は、 SD1024F分光器、キセノン閃光ランプ及び 3m m光ファイバケーブルを含むVerity SP2006スペクトル干渉計を使用して、 3mm光ファイバケーブルの発光面を原点で終点検出ウィンドウの第一面に対して(垂直に)配置し、光をウィンドウの厚さ T_W に通して送り(図 6 、 1 1 、 1 2 、 1 4 及び 1 5 を参照)、第一の面に対して実質的に平行な終点検出ウィンドウの第二の面に対して配置された面から反射してウィンドウの厚さ T_W を反対に通過する光の強さを原点で計測することによって計測され、 IW_{Si} は、原点からウィンドウを通過し、ウィンドウの第二の面に対して配置されたシリコンブランケットウェーハの表面から反射してウィンドウを反対に通過して原点に戻る光の強さの計測値であり、 IW_D は、原点からウィンドウを通過し、 IW_D は、原点からウィンドウを通過し、 IW_D は、 IW_D は、 IW_D は、 IW_D は、 IW_D 0 に IW_D 1 に IW_D 1 に IW_D 1 に IW_D 1 に IW_D 2 に IW_D 3 に IW_D 4 に IW_D 5 に IW_D 6 に IW_D 7 に IW_D 8 に IW_D 9 に

10

20

30

40

20

30

40

50

ブルの発光面に対して垂直に配置されたシリコンブランケットウェーハの表面から反射して空気の厚さを反対に通過して原点に戻る光の強さの計測値であり、IA_Dは、 3 mm光ファイバケーブルの発光面で黒体から反射する光の強さの計測値である。

[0029]

明細書及び特許請求の範囲の中で使用される「DPT₄₀₀」とは、400nmの波長を有する光の場合に終点検出ウィンドウによって示されるDPTである。

[0030]

明細書及び特許請求の範囲の中で使用される「DPT₈₀₀」とは、800nmの波長を有する光の場合に終点検出ウィンドウによって示されるDPTである。

[0031]

本発明のケミカルメカニカル研磨パッド(10)は、好ましくは、中心軸(12)を中心に回転するように適合されている(図1、9及び10を参照)。好ましくは、研磨層(20)の研磨面(14)は、中心軸(12)に対して垂直な平面(28)にある。ケミカルメカニカル研磨パッド(10)は、場合によっては、中心軸(12)に対して85~95°、好ましくは中心軸(12)に対して90°の角度 にある平面(28)において回転するように適合されている。好ましくは、研磨層(20)は、中心軸(12)に対して垂直な実質的に円形の断面を有する研磨面(14)を有する。好ましくは、中心軸(12)に対して垂直な研磨面(14)の断面の半径r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。

[0032]

本発明のケミカルメカニカル研磨パッド(10)は、好ましくは、磁性基材、光学基材及び半導体基材の少なくとも一つから選択される基材の研磨を容易にするように設計されている。

[0033]

本発明のケミカルメカニカル研磨パッド(10)は、研磨面(14)、ベース面(17)及び研磨面(14)に対して垂直な方向に研磨面(14)からベース面(17)までで 計 測 さ れ る 平 均 厚 さ T _{Р - a v ɑ} を 有 す る 研 磨 層 (2 0) と 、 ケ ミ カ ル メ カ ニ カ ル 研 磨 パ ッ ド (1 0)に組み込まれた、嵌め込み型ウィンドウである終点検出ウィンドウ(3 0)とを 含み(好ましくは、これらからなり)、終点検出ウィンドウ(30)は、2~6.5重量 % (好ましくは3~6重量%、より好ましくは5~6重量%、もっとも好ましくは5.5 ~ 6 重 量 %) の 未 反 応 N C O 基 を 有 す る 末 端 イ ソ シ ア ネ ー ト 修 飾 ウ レ タ ン プ レ ポ リ マ ー か らなる群より選択されるウィンドウプレポリマーと、ウィンドウニ官能硬化剤少なくとも 5 重量 % (好ましくは 5 ~ 7 0 重量 % 、より好ましくは 1 0 ~ 6 0 重量 % 、もっとも好ま しくは 2 0 ~ 4 0 重量 %) 、 1 分子あたり少なくとも 1 個の窒素原子(好ましくは 1 ~ 4 個の窒素原子、より好ましくは2~4個の窒素原子、もっとも好ましくは2個の窒素原子)を有し、1分子あたり平均少なくとも3個(好ましくは3~6個、より好ましくは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 ウ ィ ン ド ウ ア ミ ン 開 始 ポ リ オ ール硬化剤少なくとも 5 重量 % (好ましくは 5 ~ 2 5 重量 % 、より好ましくは 5 ~ 2 0 重 量 % 、 もっとも好ましくは 5 ~ 1 5重量 %) 、及び 2 , 0 0 0 ~ 1 0 0 , 0 0 0 (好まし くは2,500~100,000、より好ましくは5,000~50,000、もっとも 好ましくは 7 , 5 0 0 ~ 1 5 , 0 0 0)の数平均分子量 M _Nを有し、 1 分子あたり平均 3 ~ 1 0 個 (好ましくは 4 ~ 8 個、より好ましくは 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ウィンドウ高分子量ポリオール硬化剤 2 5 ~ 9 0 重量 % (好まし くは 3 5 ~ 9 0 重量 % 、より好ましくは 4 0 ~ 7 5 重量 % 、もっとも好ましくは 5 0 ~ 6 5 重量 %)を含むウィンドウ硬化剤系とを含む成分の反応生成物を含み、研磨層(20) - 0.6g/cm³(好ましくは0.6~1.2g/cm³、より好ましくは0.7~1.1g/ cm³、もっとも好ましくは0.75~1.0g/cm³)の密度、5~40(好ましくは5~3 0、より好ましくは5~20、もっとも好ましくは5~15)のショアーD硬さ、100 ~ 4 5 0 % (好ましくは 1 2 5 ~ 4 2 5 %、より好ましくは 1 5 0 ~ 3 0 0 %、もっとも 好ましくは150~200%)の破断点伸び及び25~150μm/hr(好ましくは30~

20

30

40

50

1 2 5 μ m/hr、より好ましくは3 0 ~ 1 0 0 μ m/hr、もっとも好ましくは3 0 ~ 6 0 μ m/hr)の切削速度を示す。

[0034]

ケミカルメカニカル研磨パッド(10)は、好ましくは、0.6g/cm³より高い密度と、低欠陥研磨性能を提供するための低い硬さ(すなわちショアーD 40)と、低い引張り伸び(すなわち破断点伸び 450%)と、25~150μm/hrの切削速度との他に類のない組み合わせを示す研磨層(20)を有し、この性質の組み合わせが、研磨層中の溝の形成を容易にするための機械加工性及びダイアモンドコンディショニングディスクを使用するミクロテキスチャの形成を容易にするコンディショニング性の両方を提供する。加えて、本発明の研磨層によって可能になる性質のバランスは、たとえば、半導体装置の電気的完全性を損ないかねないマイクロスクラッチ欠陥を創造することによってウェーハ表面を損傷することなく、半導体ウェーハを研磨する能力を提供する。

[0035]

好ましくは、研磨層(20)は、2~12重量%の未反応NCO基を有する末端イソシ アネート修飾ウレタンプレポリマーからなる群より選択される研磨層プレポリマーと、 1 分子あたり少なくとも1個の窒素原子(好ましくは1~4個の窒素原子、より好ましくは 2~4個の窒素原子、もっとも好ましくは2個の窒素原子)を有し、1分子あたり平均少 なくとも3個(好ましくは3~6個、より好ましくは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研磨層アミン開始ポリオール硬化剤少なくとも5重量%(好 ましくは 5 ~ 3 0 重量 % 、より好ましくは 5 ~ 2 5 重量 % 、もっとも好ましくは 5 ~ 2 0 重量%)、2,500~100,000(好ましくは5,000~50,000、より好 ましくは7,500~25,000、もっとも好ましくは10,000~15,000) の数平均分子量MNを有し、1分子あたり平均3~10個(好ましくは4~8個、より好 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研磨層高分子量 ポリオール硬化剤 2 5 ~ 9 5 重量%(好ましくは 3 5 ~ 9 0 重量%、より好ましくは 5 0 ~ 75重量%、もっとも好ましくは60~75重量%)、及び研磨層二官能硬化剤0~7 0 重量 % (好ましくは 5 ~ 6 0 重量 % 、より好ましくは 1 0 ~ 5 0 重量 % 、さらに好まし くは10~30重量%、もっとも好ましくは10~20重量%)を含む研磨層硬化剤系と を含む研磨層成分の反応生成物を含む。

[0036]

研磨層プレポリマー及びウィンドウプレポリマーとして使用するための末端イソシアネート修飾ウレタンプレポリマーは、好ましくは、多官能イソシアネート類及びプレポリマーポリオール類を含む成分の反応生成物を含む。

[0037]

末端イソシアネート修飾ウレタンプレポリマーの調製に使用される多官能イソシアネートは、好ましくは、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より選択される。より好ましくは、多官能イソシアネートは、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-ジンス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より選択されるジイソシアネート、2,6-トルエンジイソシアネート及びそれらの混合物からなる群より選択されるジイソシアネート類である。

[0038]

末端イソシアネート修飾ウレタンプレポリマーの調製に使用されるプレポリマーポリオールは、好ましくは、ジオール類、ポリオール類、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より選択される。より好ましくは、プレポリマーポリオールは、ポリエーテルポリオール類(たとえばポリ(オキシテトラメチレン)グリコ

20

30

40

50

ール、ポリ(オキシプロピレン)グリコール、ポリ(オキシエチレン)グリコール)、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 ールからなる群より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 なる群より選択される。さらに好ましくは、プレポリマーポリオールは、場合によっては エチレングリコール、1,2-プロピレングリコール、1,3-プロピレングリコール、 1 , 2 - ブタンジオール、1 , 3 - ブタンジオール、2 - メチル - 1 , 3 - プロパンジオ ール、1,4‐ブタンジオール、ネオペンチルグリコール、1,5‐ペンタンジオール、 3.メチル-1,5.ペンタンジオール、1,6.ヘキサンジオール、ジエチレングリコ ール、ジプロピレングリコール及びトリプロピレングリコールからなる群より選択される 少 な く と も 一 つ の 低 分 子 量 ポ リ オ ー ル 類 と 混 合 し た ポ リ テ ト ラ メ チ レ ン エ ー テ ル グ リ コ ー ル (PTMEG)、ポリプロピレンエーテルグリコール類 (PPG)及びポリエチレンエ ーテルグリコール類(PEG)の少なくとも一つからなる群より選択される。もっとも好 ましくは、プレポリマーポリオールは、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 ングリコールの少なくとも一つと混合したPPGを含む。

[0039]

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もの、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もの、たとえばLF800A、LF90 OA、LF910A、LF930A、LF931A、LF939A、LF950A、LF952A、LF600D、LF601D、LF650D、LF66 7、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もの、たとえば70APLF、80APLF、85APLF、90APLF、95APLF、60DPLF、70APLF、75APLF)を含む。

[0040]

市販されている P P G 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、Imut hane (登録商標) プレポリマー (COIM USA, Inc.から市販されているもの、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 (Che mturaから市販されているもの、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もの、たとえば8000APLF、9500APLF、6500DPLF、7501DPLF)を含む。

[0041]

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使用することもできる。たとえば、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末端イソシアネート修飾ウレタンプレポリマーが許容可能である。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。このカテゴリー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もの、たとえば27-85A、27-90A、27-95A)、Andur(登録商標)プレポリマー(Anderson

20

30

40

50

Development Companyから市販されているもの、たとえばIE75AP、IE80AP、IE85AP、IE90AP、IE95AP、IE98AP)及びVibrathane(登録商標)プレポリマー(Chemturaから市販されているもの、たとえばB625、B635、B821)を含む。

[0042]

研磨層プレポリマー及びウィンドウプレポリマーは、好ましくは、 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末端イソシアネート修飾ウレタンプレポリマーから選択される。

[0043]

研磨層プレポリマー及びウィンドウプレポリマーは、好ましくは、 1 分子あたり平均 2 個の反応性イソシアネート基(すなわちNCO)を有する末端イソシアネート修飾ウレタンプレポリマーから選択される。

[0044]

研磨層二官能硬化剤及びウィンドウニ官能硬化剤は、好ましくは、それぞれ独立して、 二官能ジオール硬化剤及び二官能ジアミン硬化剤からなる群より選択される。より好まし くは、研磨層二官能硬化剤及びウィンドウニ官能硬化剤は、それぞれ独立して、ジエチル トルエンジアミン(D E T D A)、 3 , 5 - ジメチルチオ - 2 , 4 - トルエンジアミン及 びその異性体、3,5-ジエチルトルエン-2,4-ジアミン及びその異性体(たとえば 3 , 5 - ジエチルトルエン - 2 , 6 - ジアミン) 、 4 , 4 - ビス - (sec - ブチルアミ ノ) - ジフェニルメタン、 1 , 4 - ビス - (sec - ブチルアミノ) - ベンゼン、 4 , 4 - メチレン - ビス - (2 - クロロアニリン)、4,4 - メチレン - ビス - (3 - クロロ - 2 , 6 - ジエチルアニリン)(MCDEA)、ポリテトラメチレンオキシド - ジ - p -アミノベンゾエート、N,N -ジアルキルジアミノジフェニルメタン、p,p -メチ レンジアニリン(MDA)、m-フェニレンジアミン(MPDA)、4,4 -メチレン - ビス - (2 - クロロアニリン)(M B O C A)、4 , 4 - メチレン - ビス - (2 , 6 - ジエチルアニリン)(MDEA)、4 , 4 - メチレン - ビス - (2 , 3 - ジクロロア ニリン) (MDCA)、4,4 - ジアミノ-3,3 - ジエチル-5,5 - ジメチル ジフェニルメタン、2,2 ,3,3 -テトラクロロジアミノジフェニルメタン、トリ メチレングリコールジ - p - アミノベンゾエート及びそれらの混合物からなる群より選択 される。さらに好ましくは、研磨層二官能硬化剤及びウィンドウニ官能硬化剤は、それぞ れ独立して、 4 , 4 - メチレン・ビス・(2 - クロロアニリン)(MBOCA)、 4 , 4 - メチレン - ビス - (3 - クロロ - 2,6 - ジエチルアニリン)(MCDEA)及び それらの異性体からなる群より選択される。もっとも好ましくは、研磨層二官能硬化剤及 びウィンドウニ官能硬化剤は、それぞれ4,4 - メチレン・ビス・(2-クロロアニリ ン) (MBOCA) である。

[0 0 4 5]

研磨層アミン開始硬化剤及びウィンドウアミン開始硬化剤は、好ましくは、それぞれ独立して、1分子あたり少なくとも1個の窒素原子(好ましくは1~4個の窒素原子、より好ましくは2~4個の窒素原子、もっとも好ましくは2個の窒素原子)を有し、1分子あたり平均少なくとも3個(好ましくは3~6個、より好ましくは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硬化剤からなる群より選択される。研磨層アミン開始硬化剤及びウィンドウアミン開始硬化剤が選択されるアミン開始ポリオール硬化剤は、好ましくは、700(より好ましくは150~650、さらに好ましくは200~500、もっとも好ましくは250~300)の数平均分子量M_Nを有する。

[0046]

研磨層アミン開始硬化剤及びウィンドウアミン開始硬化剤が選択されるアミン開始ポリオール硬化剤は、好ましくは、 $350\sim1$, $200\,mgKOH/g$ (より好ましくは $400\sim1$, $00\,mgKOH/g$ 、もっとも好ましくは $600\sim850\,mgKOH/g$) のヒドロキシル価を有する(ASTM試験法D4274-11によって測定)。

[0047]

市販されているアミン開始ポリオール硬化剤の例は、Voranol(登録商標)ファミリーのアミン開始ポリオール類(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 , 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)及びトリエタノールアミン(TEA)(Mallinckrodt Baker Inc.から市販)を含む。いくつかの好ましいアミン開始ポリオール硬化剤を表1に掲げる。

[0048]

【表1】

表 1

| <u>表 I</u> | 1 // -/ | | 2. 20 3. 2 . Am |
|---------------------------------|---------|-------|-----------------|
| | 1分子あたり | | ヒドロキシル価 |
| アミン開始ポリオール硬化剤 | OH 基の数 | M_N | (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 (登録商標) 9138 ポリオール | 3 | 240 | 700 |
| MULTRANOL (登録商標) 9170 ポリオール | 3 | 481 | 350 |
| VORANOL (登録商標) 391 ポリオール | 4 | 568 | 391 |
| VORANOL (登録商標) 640 ポリオール | 4 | 352 | 638 |
| VORANOL (登録商標) 800 ポリオール | 4 | 280 | 801 |
| QUADROL (登録商標) ポリオール | 4 | 292 | 770 |
| MULTRANOL (登録商標) 4050 ポリオール | 4 | 356 | 630 |
| MULTRANOL (登録商標) 4063 ポリオール | 4 | 488 | 460 |
| MULTRANOL (登録商標) 8114 ポリオール | 4 | 568 | 395 |
| MULTRANOL (登録商標) 8120 ポリオール | 4 | 623 | 360 |
| MULTRANOL (登録商標) 9181 ポリオール | 4 | 291 | 770 |
| VORANOL (登録商標) 202 ポリオール | 5 | 590 | 475 |

[0049]

研磨層高分子量ポリオール硬化剤及びウィンドウ高分子量ポリオール硬化剤は、好ましくは、それぞれ独立して、1分子あたり平均3~10個(より好ましくは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高分子量ポリオール硬化剤からなる群より選択される。

[0050]

研磨層高分子量ポリオール硬化剤が選択される高分子量ポリオール硬化剤は、好ましくは、研磨層硬化剤系中に使用される研磨層アミン開始ポリオール硬化剤の数平均分子量 M_N を有し、好ましくは、研磨層硬化剤系中に使用される研磨層アミン開始硬化剤のヒドロキシル価よりも低いヒドロキシル価を有する。好ましくは、研磨層(20)の形成に使用される研磨層高分子量ポリオール硬化剤は、2,500~100,000(より好ましくは5,000~50,000、さらに好ましくは7,500~25,0000、もっとも好ましくは10,000~15,000)の数平均分子量 M_N を有する。

[0051]

ウィンドウ高分子量ポリオール硬化剤が選択される高分子量ポリオール硬化剤は、好ましくは、ウィンドウ硬化剤系中に使用されるウィンドウアミン開始ポリオール硬化剤の数平均分子量 M N を有し、好ましくは、ウィンドウ硬化剤系中に使用されるウィンドウアミン開始硬化剤のヒドロキシル価よりも低いヒドロキシル価を有する。好ましくは、ウィンドウ(30)の形成に使用されるウィンドウ高分子量ポリオール硬化剤は、2,000~100,000(より好ましくは2,500~100,000、さらに好ましくは5,000~50,000、もっとも好ましくは7,500~15,

20

10

30

40

000)の数平均分子量 M N を有する。

[0052]

市販されている高分子量ポリオール硬化剤の例は、Specflex(登録商標)ポリオール類、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Ultracel(登録商標)フレキシブルポリオール(Bayer Material Science 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硬化剤を表 2 に掲げる。

[0053]

【表2】

表 2

| <u>X 2</u> | | | |
|-----------------------------|---------------|---------------------------|------------|
| | 1分子あたり | | ヒドロキシル価 |
| 高分子量ポリオール硬化剤 | <u>OH 基の数</u> | $\mathbf{M}_{\mathbf{N}}$ | (mg KOH/g) |
| Multranol (登録商標) 3901 ポリオール | 3.0 | 6,000 | 28 |
| Pluraco l(登録商標) 1385 ポリオール | 3.0 | 3,200 | 50 |
| Pluracol (登録商標) 380 ポリオール | 3.0 | 6,500 | 25 |
| Pluracol (登録商標) 1123 ポリオール | 3.0 | 7,000 | 24 |
| ULTRACEL (登録商標) 3000 ポリオール | 4.0 | 7,500 | 30 |
| SPECFLEX (登録商標) NC630 ポリオール | 4.2 | 7,602 | 31 |
| SPECFLEX (登録商標) NC632 ポリオール | 4.7 | 8,225 | 32 |
| VORALUX (登録商標) HF 505 ポリオール | 6.0 | 11,400 | 30 |
| MULTRANOL (登録商標) 9185 ポリオール | 6.0 | 3,366 | 100 |
| VORANOL (登録商標) 4053 ポリオール | 6.9 | 12,420 | 31 |

[0054]

好ましくは、本発明のケミカルメカニカル研磨パッド(10)の終点検出ウィンドウ(30)の形成に使用される、ウィンドウ硬化剤系の成分に含まれる反応性水素基の合計(すなわち、アミン(NH₂)基とヒドロキシル(OH)基との合計)を、ウィンドウプレポリマー中の未反応イソシアネート(NCO)基で割った比(すなわち化学量論比)は、0.7~1.2(より好ましくは0.8~1.10、さらに好ましくは0.95~1.05、もっとも好ましくは0.98~1.02)である。

[0055]

好ましくは、本発明のケミカルメカニカル研磨パッド(10)の研磨層(20)の形成に使用される、研磨層硬化剤系の成分に含まれる反応性水素基の合計(すなわち、アミン(NH₂)基とヒドロキシル(OH)基との合計)を、研磨層プレポリマー中の未反応イソシアネート(NCO)基で割った比(すなわち化学量論比)は、0.85~1.15(より好ましくは0.90~1.10、もっとも好ましくは0.95~1.05)である。【0056】

本発明のケミカルメカニカル研磨パッド(10)の終点検出ウィンドウ(30)は、好ましくは、 1g/cm³ (好ましくは1.05~1.2g/cm³、より好ましくは1.1~1.2g/cm³、もっとも好ましくは1.1~1.15g/cm³)の密度、0.1容量%未満の気孔率、10~50(好ましくは15~45、より好ましくは20~40、もっとも好ましくは25~35)のショアーD硬さ及び 400%(好ましくは150~400%、より好ましくは200~400%、もっとも好ましくは250~400%)の破断点伸びを示す

[0057]

本発明のケミカルメカニカル研磨パッド(10)の終点検出ウィンドウ(30)は、好ましくは、本明細書の実施例に記載される条件の下で計測して、800nmで30~100%(好ましくは30~85%、より好ましくは50~85%、もっとも好ましくは60~80%)のダブルパス透過率DPT₈₀₀を示す。好ましくは、本発明のケミカルメカニカ

20

10

30

40

20

30

40

50

ル研磨パッド(10)の終点検出ウィンドウ(30)は、本明細書の実施例に記載される条件の下で計測して、30~100%(好ましくは30~85%、より好ましくは50~85%、もっとも好ましくは60~85%)のDPT $_{800}$ を示し、本明細書の実施例に記載される条件の下で計測して、400nmで25~100%(好ましくは25~85%、より好ましくは40~85%、もっとも好ましくは45~85%)のダブルパス透過率DPT $_{400}$ を示す。

[0 0 5 8]

好ましくは、本発明のケミカルメカニカル研磨パッド(10)に組み込まれる終点検出ウィンドウ(30)は嵌め込み型ウィンドウである(図7~9及び11~15を参照)。 嵌め込み型終点検出ウィンドウ(30)は、研磨面(14)の平面(28)に対して垂直な軸 B に沿って計測される厚さ T Wを有する。(図6、11、12、14及び15を参照)。

[0059]

場合によっては、終点検出ウィンドウ(30)は研磨層(20)に組み込まれる(図7 ~ 9 及び 1 3 を 参照) 。 嵌 め 込 み 型 終 点 検 出 ウィン ド ウ (3 0) が 研 磨 層 (2 0) に 組 み 込まれるとき、研磨層(20)はさらに、研磨層(20)の厚さT。を貫通する貫通路(35)を拡大するカウンタボア開口(40)を含み、このカウンタボア開口が、研磨面(1 4)上に開口し、カウンタボア開口(4 0)と貫通路(3 5)との間の深さ D ○の界面 に、軸Aと平行かつ研磨面(14)の平面(28)に対して垂直な軸Bに沿って棚状部(4 5) を形成する。好ましくは、棚状部(4 5) は研磨面(1 4) と平行である。好まし くは、カウンタボア開口は、軸Aに対して平行である軸を有する円柱形容積を画定する。 好ましくは、カウンタボア開口は非円柱形の容積を画定する。好ましくは、嵌め込み型終 点検出ウィンドウ(30)はカウンタボア開口(40)内に配置される。好ましくは、嵌 め 込 み 型 終 点 検 出 ウ ィ ン ド ウ (3 0) は 、 カ ウ ン タ ボ ア 開 口 (4 0) 内 に 配 置 さ れ 、 研 磨 層(20)に接着される。好ましくは、嵌め込み型終点検出ウィンドウブロック(30) は、超音波溶接及び接着剤の少なくとも一つを使用して研磨層(20)に接着される。好 ま し く は 、 軸 A と 平 行 か つ 研 磨 面 (1 4) の 平 面 (2 8) に 対 し て 垂 直 な 軸 B に 沿 う カ ウ ンタボア開口の平均深さ D _{O - a v g} は 5 ~ 7 5 ミル(好ましくは 1 0 ~ 6 0 ミル、より好ま しくは15~50ミル、もっとも好ましくは20~40ミル)である。好ましくは、カウ ンタボア開口の平均深さ D _{O - a v g}は 嵌め込み型終点検出ウィンドウ(30)の平均厚さ Tw-avgである。より好ましくは、カウンタボア開口の平均深さ Do-avgは以下の式を満た す。

 $0.90*D_{O-avg}$ T_{W-avg} D_{O-avg} より好ましくは、カウンタボア開口の平均深さ D_{O-avg} は以下の式を満たす。 $0.95*D_{O-avg}$ T_{W-avg} D_{O-avg}

[0060]

研磨層(20)は、場合によっては、複数の微小要素をさらに含む。好ましくは、複数の微小要素は研磨層(20)全体に均一に分散している。好ましくは、複数の微小要素は、閉じ込められた気泡、中空コアポリマー材料、液体充填中空コアポリマー材料、水溶性材料及び不溶相材料(たとえば鉱油)から選択される。より好ましくは、複数の微小要素は、研磨層(20)全体に均一に分散している閉じ込められた気泡及び中空コアポリマー材料から選択される。好ましくは、複数の微小要素は、150μm未満(より好ましくは50μm未満、もっとも好ましくは10~50μm)の重量平均直径を有する。好ましくは、複数の微小要素は、ポリアクリロニトリル又はポリアクリロニトリルコポリマーのシェル壁を有するポリマーマイクロバルーン(たとえば、Akzo NobelのExpancel(登録商標))を含む。好ましくは、複数の微小要素は、0~35容量%の気孔率(より好ましくは10~25容量%の気孔率)で研磨層(20)に組み込まれる。

[0061]

研磨層(20)は、多孔構造及び無孔(すなわち非充填)構造の両方で提供されることができる。好ましくは、研磨層(20)は、ASTM D1622にしたがって計測して

20

30

40

50

 $0.6g/cm^3$ の密度を示す。より好ましくは、研磨層(20)は、ASTM D1622にしたがって計測して0.6~1.2 g/cm^3 (さらに好ましくは0.7~1.1 g/cm^3 、もっとも好ましくは0.75~1.0 g/cm^3)の密度を示す。

[0062]

好ましくは本発明のケミカルメカニカル研磨パッド(10)の研磨層(20)の形成に使用される他に類のない研磨層硬化剤系は、低い硬さを、ASTM D412にしたがって計測して100~450%の破断点伸びとともに提供する。好ましくは、研磨層(20)は、ASTM D412にしたがって計測して125~425%(さらに好ましくは150~300%)の破断点伸びを示す。

[0063]

[0064]

好ましくは、研磨層(20)は、本明細書の実施例に記載される方法を使用して計測して25~150 μ m/hrの切削速度を示す。より好ましくは、研磨層(20)は、本明細書の実施例に記載される方法を使用して計測して30~125 μ m/hr(さらに好ましくは30~100 μ m/hr、もっとも好ましくは30~60 μ m/hr)の切削速度を示す。

[0065]

当業者は、所与の研磨作業のためのケミカルメカニカル研磨パッド(10)における使用に適した厚さ T_P を有する研磨層(20)を選択することを理解するであろう。好ましくは、研磨層(20)は、研磨面(14)の平面(28)に対して垂直な軸(A)に沿って平均厚さ T_{P-avg} を示す。より好ましくは、平均厚さ T_{P-avg} は20~150ミル(より好ましくは30~125ミル、もっとも好ましくは40~120ミル)である(図2、5及び7~15を参照)。

[0066]

好ましくは、研磨層(20)の研磨面(14)は、基材を研磨するように適合されている。好ましくは、研磨面(14)は、磁性基材、光学基材及び半導体基材の少なくとも一つから選択される基材(より好ましくは半導体基材、もっとも好ましくは半導体ウェーハ)を研磨するように適合されている。研磨層(20)の研磨面(14)は、好ましくは、基材の研磨を促進するためのマクロテキスチャ及びミクロテキスチャの少なくとも一つを示す。好ましくは、研磨面(14)はマクロテキスチャを示し、そのマクロテキスチャは、(i)ハイドロプレーニングを緩和すること、(ii)研磨媒の流れに影響すること、(ii)研磨層の剛性を変化させること、(iv)エッジ効果を減らすこと、及び(v)研磨面(14)と研磨される基材との間の区域からの研磨くずの運び出しを促進することの少なくとも一つを実行するように設計されている。

[0067]

研磨面(14)は、好ましくは、穿孔及び溝の少なくとも一つから選択されるマクロテキスチャを示す。好ましくは、穿孔は、研磨面(14)から研磨層(20)の厚さの途中まで又は全部に延びることができる。好ましくは、溝は、研磨中にパッド(10)が回転すると、少なくとも一つの溝が基材の上を掃くように研磨面(14)上に配設される。好ましくは、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選択される。溝は、 10ミル(好ましくは10~150ミル)の深さを示す。好ましくは、溝は、 10ミル、 15ミル及び15~150ミルから選択される深さ、 10ミル及び10~10ミルから選択される幅ならびに 30ミル、50~200ミル、70~200ミル及び90~200ミルから選択されるピッチの組み合わせを有する少なくともこつの溝を含む溝パターンを形成する。

[0068]

好ましくは、研磨層(20)は、その中に組み込まれた砥粒を<1ppm含有する。

20

30

40

50

[0069]

好ましくは、本発明のケミカルメカニカル研磨パッド(10)はさらに、上面(26)及び下面(27)を有する硬質層と、研磨層(20)のベース面(17)と硬質層(25)の上面(26)との間に挿入されたホットメルト接着剤(23)とを含み、このホットメルト接着剤(23)が研磨層(20)を硬質層(25)に接着する(図2、5及び7~15を参照)。

[0070]

好ましくは、研磨終点検出を容易にするために、貫通路(35)が硬質層(25)を貫通する(図8及び10~15を参照)。

[0071]

好ましくは、硬質層(25)は、ポリマー、金属、強化ポリマー及びそれらの組み合わせからなる群より選択される材料でできている。より好ましくは、硬質層(25)はポリマー製である。もっとも好ましくは、硬質層(25)は、ポリエステル類、ナイロン類、エポキシ類、ガラス繊維強化エポキシ類及びポリカーボネート類からなる群より選択されるポリマー(より好ましくはポリエステル類、さらに好ましくはポリエチレンテレフタレートポリエステル類、もっとも好ましくは二軸延伸ポリエチレンテレフタレートポリエステル類)でできている。

[0072]

場合によっては、終点検出を容易にするために、硬質層(25)は、本発明のケミカルメカニカル研磨パッド(10)が設計されている光の検出波長の光に対して透過性である材料から選択される。硬質層(25)がそのような透過性材料で構成されている場合、貫通路(35)は、場合によっては、硬質層(25)を貫通しない(図7及び9を参照)。

[0073]

好ましくは、硬質層(25)は、>5~60ミル(より好ましくは6~30ミル、さらに好ましくは6~15ミル、もっとも好ましくは6~10ミル)の平均厚さを有する。

[0074]

好ましくは、硬質層(25)の上面(26)及び下面(27)はいずれも溝を有しない。より好ましくは、上面(26)及び下面(27)はいずれも滑らかである。もっとも好ましくは、上面(26)及び下面(27)は、光学プロフィルメータを使用して測定して1~500mm(好ましくは1~100mm、より好ましくは10~50nm、もっとも好ましくは20~40nm)の粗さRaを有する。

[0075]

好ましくは、硬質層(25)は、ASTM D882-12にしたがって計測して 1 00MPa(より好ましくは1,000~10,000MPa、さらに好ましくは2,500~ 7,500MPa、もっとも好ましくは3,000~7,000MPa)のヤング率を示す。

[0076]

好ましくは、硬質層(25)は<0.1容量%(より好ましくは<0.01容量%)の ボイド率を示す。

[0077]

好ましくは、硬質層(25)は、>5~60ミル(好ましくは6~30ミル、より好ましくは6~15ミル、もっとも好ましくは6~10ミル)の平均厚さ及びASTM D882-12にしたがって計測して 100MPa(好ましくは1,000~10,000MPa、より好ましくは2,500~7,500MPa、もっとも好ましくは3,000~7,000MPa)のヤング率を有する二軸延伸ポリエチレンテレフタレート類でできている。

[0078]

当業者は、ケミカルメカニカル研磨パッド(10)における使用に適切なホットメルト接着剤(23)を選択する方法を知るであろう。好ましくは、ホットメルト接着剤(23)は硬化反応性ホットメルト接着剤である。より好ましくは、ホットメルト接着剤(23)は、その非硬化状態で50~150 、好ましくは115~135 の融解温度を示し、融解後 90分のポットライフを示す硬化反応性ホットメルト接着剤である。もっとも

20

30

40

50

好ましくは、その非硬化状態のホットメルト接着剤(23)はポリウレタン樹脂(たとえば、Rohm and Haas Companyから市販されているMor-Melt(商標)R5003)を含む。

[0079]

ケミカルメカニカル研磨パッド(10)は、好ましくは、研磨機のプラテンと対面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(10)は、研磨機のプラテンに固定されるように適合されている。ケミカルメカニカル研磨パッド(10)は、感圧接着剤及び真空の少なくとも一つを使用してプラテンに固定することができる。

[0800]

好ましくは、ケミカルメカニカル研磨パッド(10)は、硬質層(25)の下面(27)に適用された感圧プラテン接着剤(70)を含む。当業者は、感圧プラテン接着剤層(70)としての使用に適切な感圧接着剤を選択する方法を知るであろう。好ましくは、ケミカルメカニカル研磨パッド(10)はまた、感圧プラテン接着剤層(70)の上に適用される剥離ライナ(75)を含み、感圧プラテン接着剤層(70)は硬質層(25)の下面(27)と剥離ライナ(75)との間に挿入される(図2、5、7、8及び11~15を参照)。

[0081]

場合によっては、ケミカルメカニカル研磨パッド(10)はさらに、スタック面(52)及びプラテン面(55)を有するサブパッド(50)と、硬質層(25)の下面(27)とサブパッド(50)のスタック面(52)との間に挿入されたスタック接着剤(60)とを含み、このスタック接着剤(60)が硬質層(25)をサブパッド(50)に接着し、感圧プラテン接着剤層(70)がサブパッド(50)のプラテン面(55)に適用される。好ましくは、ケミカルメカニカル研磨パッド(10)はまた、感圧プラテン接着剤層(70)の上に適用された剥離ライナ(75)を含み、感圧プラテン接着剤層(70)はサブパッド(50)のプラテン面(72)と剥離ライナ(75)との間に挿入される(図5及び12~15を参照)。

[0082]

本発明のケミカルメカニカル研磨パッド(10)への任意選択のサブパッド(50)の組み込みは所与の研磨用途の場合に望ましいことがある。当業者は、所期の研磨加工に使用するためのサブパッド(50)に適切な構成材料及びサブパッド厚さT_Sを選択することを知るであろう。好ましくは、サブパッド(50)は、 15ミル(より好ましくは30~100ミル、もっとも好ましくは30~75ミル)の平均サブパッド厚さT_{S-avg}を有する。

[0083]

ケミカルメカニカル研磨パッド(10)がサブパッド(50)を含む場合、終点検出を容易にするために、好ましくは貫通路(35)がサブパッド(50)を貫通する。そのような構成において、サブパッド(50)への嵌め込み型終点検出ウィンドウの据付けを容易にするために、場合によっては、貫通路(35)はサブパッド(50)のところで狭められる(図12を参照)。そのような構成において、プラテン表面又は感圧プラテン接着剤層(70)のスタック側(78)への嵌め込み型終点検出ウィンドウの据付けを容易にするために、場合によっては、貫通路(35)は、研磨面(14)の平面(28)に対して平行な実質的に均一な断面を有する(図14を参照)。

[0084]

好ましくは、スタック接着剤(60)は、感圧接着剤、ホットメルト接着剤、コンタクト接着剤及びそれらの組み合わせからなる群より選択される。より好ましくは、スタック接着剤(60)は、感圧接着剤及びホットメルト接着剤からなる群より選択される。もっとも好ましくは、スタック接着剤(60)は反応性ホットメルト接着剤である。

[0085]

場合によっては、本発明の多層ケミカルメカニカル研磨パッド(10)はさらに、研磨層(20)及び感圧プラテン接着剤層(70)と対面し、それらの間に挿入された少なくとも一つのさらなる層を含む。少なくとも一つのさらなる層(図示せず)は、さらなる層

接着剤(図示せず)を使用して、研磨パッド(10)に組み込むことができる。さらなる層接着剤は、感圧接着剤、ホットメルト接着剤、コンタクト接着剤及びそれらの組み合わせから選択することができる。好ましくは、さらなる層接着剤はホットメルト接着剤又は感圧接着剤である。より好ましくは、さらなる層接着剤はホットメルト接着剤である。

[0086]

基材をケミカルメカニカル研磨するための本発明の方法は、好ましくは、プラテン、光 源及びフォトセンサ(好ましくはマルチセンサ分光器)を有するケミカルメカニカル研磨 装置を提供する工程、研磨される少なくとも一つの基材を提供する工程(好ましくは、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からなる群より選択され、よ り好ましくは、基材は半導体基材であり、もっとも好ましくは、基材は半導体ウェーハで ある)、本発明のケミカルメカニカル研磨パッドを提供する工程、ケミカルメカニカル研 磨パッドをプラテンの上に設置する工程、場合によっては、ケミカルメカニカル研磨パッ ドの研磨面と基材との間の界面に研磨媒を提供する工程(好ましくは、研磨媒は、研磨ス ラリー及び非砥粒含有反応性液剤からなる群より選択される)、研磨面と基材との間に動 的接触を生じさせて、少なくともいくらかの材料を基材から除去する工程、及び光源から の光を終点検出ウィンドウに通して伝送し、基材の表面から反射して終点検出ウィンドウ を反対に通過してフォトセンサに入射する光を分析することによって研磨終点を決定する 工程を含む。好ましくは、研磨終点は、基材の表面から反射し、終点検出ウィンドウを通 過して伝送される光の波長の分析に基づいて決定され、光の波長は>370nm~800nm の波長を有する。より好ましくは、研磨終点は、基材の表面から反射し、終点検出ウィン ド ウ を 通 過 し て 伝 送 さ れ る 光 の 複 数 の 波 長 の 分 析 に 基 づ い て 決 定 さ れ 、 分 析 さ れ る 波 長 の 一つは>370nm~800nmの波長を有する。

[0087]

本発明の基材を研磨する方法は、場合によっては、砥粒コンディショナによって研磨面(14)を定期的にコンディショニングする工程をさらに含む。

[0088]

ここで、以下の実施例において本発明のいくつかの実施態様を詳細に説明する。

[0089]

研磨層:比較例A及びBならびに実施例1~19

表3に提供された組成詳細にしたがって研磨層を作製した。具体的には、5 1 で、研磨層プレポリマー(すなわち、比較例 A 及び実施例 1 ~ 9 の場合にはAdiprene(登録商標)LFG963A、いずれもChemtura Corporationから市販)と研磨層硬化剤系の成分との制御された混合によってポリウレタンケーキを調製した。アミン開始ポリオール硬化剤(すなわち、The Dow Chemical Companyから市販されているVoranol(登録商標)800)及び高分子量ポリオール硬化剤(すなわち、The Dow Chemical Companyから市販されているVoralux(登録商標)HF505)を予備混合したのち、他の原料に配合した。MBOCAを除くすべての原料を5 1 の予備混合温度に維持した。MBOCAは、116 の予備混合温度に維持した。研磨層硬化剤系と研磨層プレポリマーとの比は、研磨層プレポリマー中の未反応イソシアネート(NCO)基に対する硬化剤中の活性水素基(すなわち、・OH基と・NH2基との合計)の比として定義される化学量論比が表3に記される比になるように設定した。

研磨層硬化剤系と合わせる前に、Expancel(登録商標)微小球を研磨層プレポリマーに加えることによって研磨層に気孔を導入して、所望の気孔率及び密度を達成した。

[0091]

高剪断混合ヘッドを使用して、配合されたExpanceI(登録商標)微小球を含む研磨層プレポリマーと研磨層硬化剤系とを混合した。混合ヘッドから出たのち、混合物を直径86.4cm(34インチ)の円形型の中に5分かけて計量分配して、約10cm(4インチ)の全注入厚さを得た。計量分配された混合物を15分かけてゲル化させたのち、型を硬化オープンに入れた。そして、型を、硬化オープン中、以下のサイクルを使用して硬化させた

10

20

30

40

。周囲温度から104 の設定点まで30分間ランプ、次いで104 で15.5時間保持、次いで104 から21 まで2時間ランプ。

[0092]

その後、硬化ポリウレタンケーキを型から取り出し、30~80 の温度で、約40個の別々の厚さ2.0mm(80ミル)のシートにスカイビング(可動ブレードを使用して切断)した。スカイビングは、各ケーキの頂部から開始した。不備なシートがあるならば廃棄した。

[0093]

実施例に使用されたAdiprene(登録商標)LF667は、Chemturaから市販されているAdiprene(登録商標)LF950AとAdiprene(登録商標)LF600Dとの 5 0 / 5 0 重量%ブレンドを含む P T M E G 系の末端イソシアネート修飾ウレタンプレポリマーであることに留意すること。また、Adiprene(登録商標)LFG963Aは、Chemturaから市販されている P P G 系の末端イソシアネート修飾ウレタンプレポリマーであることに留意すること。

[0094]

【表3】

| | | | 研磨 | 研磨層硬化剤系 (重 | (重量%) | 化学量 | | | |
|-----|-------------------------|--------|------------|------------|---------------------------|---------------------------|------------|-------|-------|
| | | 7 | | Voranol | Voralux | 뽧灹 | Expancel | 気孔 | |
| 実施例 | | ポリマー | | (登録商標) | (登録商標) | (活性 | (登録商標) | 形成剤 | 気孔率 |
| 番号 | 研磨層プレポリマー | (%NCO) | MBOCA | 800 | $\overline{	ext{HF} 505}$ | $\overline{\text{H/NCO}}$ | 気孔形成剤 | (重量%) | (容量%) |
| А | Adiprene (登録商標) LF667 | 6.7 | 100 | 0 | 0 | 0.85 | 551DE40d42 | 1.8 | 35 |
| В | Adiprene (登録商標) LFG963A | 5.8 | 100 | 0 | 0 | 6.0 | 551DE40d42 | 1.3 | 23 |
| - | Adiprene (登録商標) LF667 | 6.7 | 0 | 25 | 75 | 0.97 | 920DE40d30 | 1.3 | 34 |
| 2 | Adiprene (登録商標) LF667 | 6.7 | <i>L</i> 9 | 8 | 25 | 16.0 | 920DE40d30 | 1.3 | 34 |
| 3 | Adiprene (登録商標) LF667 | 6.7 | 0 | 14 | 98 | 1.0 | 551DE40d42 | 1.4 | 29 |
| 4 | Adiprene (登録商標) LF667 | 6.7 | 14 | 12 | 74 | 1.0 | 551DE40d42 | 1.4 | 29 |
| 5 | Adiprene (登録商標) LF667 | 6.7 | 25 | 11 | 64 | 1.0 | 551DE40d42 | 1.4 | 28 |
| 9 | Adiprene (登録商標) LF667 | 6.7 | 25 | 11 | 64 | 1.0 | 551DE40d42 | 9.0 | 15 |
| 7 | Adiprene (登録商標) LF667 | 6.7 | 40 | 6 | 51 | 1.0 | 551DE40d42 | 1.4 | 28 |
| 8 | Adiprene (登録商標) LF667 | 6.7 | 50 | <i>L</i> | 43 | 1.0 | 551DE40d42 | 1.6 | 32 |
| 6 | Adiprene (登録商標) LF667 | 6.7 | 50 | L | 43 | 1.0 | 551DE40d42 | 0.7 | 18 |
| 10 | Adiprene (登録商標) LFG963A | 5.8 | 14 | 12 | 74 | 1.0 | 551DE20d60 | 2.0 | 28 |
| 11 | Adiprene (登録商標) LFG963A | 5.8 | 33 | 10 | 57 | 1.0 | 551DE20d60 | 2.0 | 28 |
| 12 | Adiprene (登録商標) LFG963A | 5.8 | 14 | 12 | 74 | 1.0 | 551DE20d60 | 1.4 | 22 |
| 13 | Adiprene (登録商標) LFG963A | 5.8 | 33 | 10 | 57 | 1.0 | 551DE20d60 | 1.5 | 23 |
| 14 | Adiprene (登録商標) LFG963A | 5.8 | 41 | 8 | 51 | 1.0 | 551DE20d60 | 1.4 | 22 |
| 15 | Adiprene (登録商標) LFG963A | 5.8 | 33 | 10 | 57 | 1.0 | 1 | ł | ł |
| 16 | Adiprene (登録商標) LFG963A | 5.8 | 0 | 25 | 75 | 1.0 | 551DE20d60 | 2.0 | 28 |
| 17 | Adiprene (登録商標) LFG963A | 5.8 | 0 | 14 | 98 | 1.0 | 551DE20d60 | 1.8 | 26 |
| 18 | Adiprene (登録商標) LFG963A | 5.8 | 25 | 61 | 99 | 1.0 | 551DE40d42 | 1.6 | 32 |
| 16 | Adiprene (登録商標) LFG963A | 5.8 | 25 | 61 | 99 | 1.0 | 551DE40d42 | 0.7 | 17 |

10

20

30

40

11/4

比較例 A 及び B ならびに実施例 1 ~ 1 9 それぞれからの溝なし研磨層材料を分析して、表 4 に報告するようなそれらの物性を測定した。報告する密度データは A S T M D 1 6 2 2 にしたがって測定したものであり、報告するショアー D 硬さデータは A S T M D 2 4 0 にしたがって測定したものであり、報告するショアー A 硬さデータは A S T M D 4 1 2 にしたがって測定したものであることに留意すること。

[0096]

表 4 に報告する切削速度データは、Applied Materialsからの 2 0 0 mm Mirra(登録商標)研磨ツールを使用して計測したものである。この研磨ツールは、5 1 cm(2 0 インチ)の呼び径を有する円形のケミカルメカニカル研磨パッドを受け入れるように設計されている。本明細書の実施例に記載されるようにして、円形の断面を有する研磨層を作製した。そして、これらの研磨層を溝削り加工して、ピッチ 1 2 0 ミル(3 . 0 5 mm)、幅 2 0 ミル(0 . 5 1 mm)及び深さ 3 0 ミル(0 . 7 6 mm)の寸法を有する複数の同心円形の溝を含む溝パターンを研磨面に提供した。そして、研磨層をフォームサブパッド層(Rohm and Haas Electronic Materials CMP Inc.から市販されているSP2310)に貼り合わせた。

[0097]

ダイアモンドコンディショニングディスク(Kinik Company製のDiaGrid(登録商標)AD 3CL-150843-3パッドコンディショナ)を使用して、以下の加工条件を使用して溝付き研磨層の研磨面を磨耗させた。研磨層の研磨面を、100rpmのプラテン速度、150cm³/minの脱イオン水流量及び48.3kPa(7psi)のコンディショニングディスクダウンフォースで2時間、ダイアモンドコンディショニングディスクによる連続磨耗に付した。平均溝深さの変化を経時的に計測することによって切削速度を測定した。Zaber Technologiesの電動スライドに取り付けたMTI InstrumentsのMicrotrack IIレーザ三角測量センサを使用して溝深さを計測して(μm/hr単位)、各研磨層の研磨面を中心から外縁までプロファイリングした。スライド上のセンサの掃引速度は0.732mm/sであり、センサのサンプリング速度(計測数 / 掃引 1 mm)は6.34点 / mmであった。表4に報告する切削速度は、研磨層の研磨面上の>2,000の点において収集された厚さ計測値に基づく、溝深さの経時的算術平均減少である。

[0098]

10

【表4】

| | | | | | ı | | ı | | ı | | | | | | | | | | 1 | | | |
|---------|--|---|---|--|---|--|---|---|---|---|---|---|---|---|--|---|---|--|---|---------------------------------------|---|------|
| 速度 | (mm/hr) | 34 | 26 | ŀ | ł | 72 | 41 | ł | ł | 30 | 29 | 1 | 46 | ŀ | ł | 1 | 43 | : | ł | ł | ŀ | ŀ |
| 勒件 | (MPa) | 24 | 62 | 3 | 23 | 2 | 6 | 15 | 16 | 22 | 26 | 34 | 5 | 13 | 4 | 15 | 18 | 18 | 3 | 2 | 7 | 11 |
| 單性率 | (MPa) | 9 | 95 | 4 | 46 | 3 | 5 | 13 | 7 | 26 | 36 | 40 | 9 | 31 | 8 | 24 | 33 | 23 | 4 | 4 | 23 | 23 |
| 毎び | (%) | 191 | 293 | 161 | 250 | 160 | 294 | 360 | 414 | 346 | 332 | 351 | 189 | 256 | 164 | 288 | 291 | 293 | 162 | 143 | 173 | 232 |
| 想 | (MPa) | 17 | 15 | 3 | 16 | 2 | 5 | 7 | 8 | 11 | 12 | 16 | 4 | 7 | 4 | 7 | 6 | 10 | 3 | 3 | 5 | 7 |
| G'@90°C | (MPa) | 1.4 | 1.9 | 1.0 | 1.4 | 1.1 | 1.5 | 1.3 | 1.1 | 1.3 | 1.4 | 1.2 | 2.8 | 0.9 | 3.1 | 5.1 | 5.2 | 4.7 | 2.0 | 1.7 | 4.7 | 5.4 |
| | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 40°C | (MPa) | 44.0 | 49.0 | 3.1 | 24.2 | 2.2 | 3.8 | 8.2 | 4.6 | 15.6 | 19.7 | 21.5 | 4.5 | 13.4 | 6.4 | 13.8 | 18.7 | 15.6 | 4.5 | 4.0 | 13.3 | 12.5 |
| 30°C | (MPa) | 1 | : | 3.2 | 27.8 | 2.2 | 4.6 | 0.6 | 5.0 | 16.8 | 21.4 | 23.2 | 0.9 | 18.6 | 8.2 | 18.1 | 23.6 | 21.2 | 5.6 | 4.6 | 18.0 | 17.9 |
| と | | 43 | 41 | 10 | 35 | 7 | | 18 | 17 | 23 | 27 | 31 | 10 | 23 | 14 | 21 | 25 | 27 | 10 | Ξ | 19 | 20 |
| 便 | A | 93 | 91 | 99 | 83 | 48 | 57 | 62 | 61 | 75 | 62 | 83 | 99 | 75 | 19 | 72 | 77 | 28 | 55 | 57 | 70 | 73 |
| 密庚 | (g/cm^3) | 0.78 | 0.88 | 92.0 | 92.0 | 0.81 | 0.81 | 0.82 | 0.98 | 0.82 | 0.79 | 0.95 | 0.83 | 0.82 | 06.0 | 0.88 | 0.89 | 1.14 | 0.83 | 0.85 | 0.78 | 96.0 |
| 実施例 | 番号 | Y | В | 1 | 2 | n | 4 | 5 | 9 | 7 | 8 | 6 | 10 | 11 | 12 | 13 | 14 | 15 | 91 | 17 | 18 | 61 |
| | 密度 硬さ 30°C 40°C 40°C G'@90°C 強さ 伸び | 密度 硬き 30°C 40°C 40°C G'@90°C 強き 伸び 弾性率 靱性 (Z/cm ²) <u>A D (MPa) (MPa)</u> | 密度 硬き 30°C 40°C 40°C G'@90°C 強き 伸び 弾性率 軟性 速度 (g/cm³) A D (MPa) (MPa)< | 密度 硬き 30°C 40°C 40°C G'@90°C 強き 伸び 弾性拳 軟性 速度 (g/cm³) A D (MPa) (MPa) | 密度 種 30°C 40°C 40°C G'@90°C 強差 伸び 弾性拳 軟性拳 軟性 速度 (g/cm³) A D (MPa) (MPa) <th>密度 硬き 30°C 40°C 40°C G'@90°C 強き 伸び 弾性拳 軟性 速度 (g/cm³) A D (MPa) (MPa)</th> <th>密度 種 30°C 40°C 40°C G'@90°C 強さ 伸び 単性拳 軟性 速度 (g/cm³) A D (MPa) (MPa)<!--</th--><th>密度 硬 30°C 40°C 40°C G'@90°C 強 伸び 単性拳 軟性 速度 (g/cm³) A D (MPa) (MPa)<th>密度 種 30°C 40°C 40°C G'@90°C 強差 伸び 弾性拳 軟性 速度 0.78 93 43 44.0 2.6 1.4 17 191 65 24 34 0.78 93 43 44.0 2.6 1.4 17 191 65 24 34 0.88 91 41 49.0 3.2 1.9 15 293 95 62 26 0.76 56 10 3.2 1.9 1.6 3 161 4 3 0.76 83 35 27.8 24.2 2.7 1.4 16 250 46 23 0.81 48 7 2.2 2.2 0.1 1.1 2 160 3 2 7 0.81 57 11 4.6 3.8 0.5 1.5 5 294 5 <</th><th>密度 種 30°C 40°C 40°C G'00°C MPa) (MPa) (MPa)<th>密度 硬き 30°C 40°C 40°C G" G" MPa) (MPa) (MPa)</th><th>密度 通き 30°C 40°C G'@90°C 強之 何Pa) (MPa) (MPa)<th>密度 種き 30°C 40°C G'(0)90°C 強き 伸び 弾性拳 軟性 速度 (2cm³) A D (MPa) (MPa</th><th>密度 確全 30°C 40°C G'@90°C 強さ 何Paj (MPaj (MPaj<th> 機能 (機) (MPa) (</th><th>密度 硬き 30°C 40°C G'(0.90°C) 強き 伸び 解性率 物性 速度 (9.88) 4 D (MPa) (MP</th><th>密度 競き 30°C 40°C G(0)90°C 強き 伸び 解性率 軟性率 軟性率 軟性率 軟性 速度 0.78 43 44.0 2.6 1.4 17 191 65 24 34 0.78 93 43 44.0 2.6 1.4 17 191 65 24 34 0.88 91 41 44.0 2.6 1.9 15 293 95 62 26 0.76 56 10 3.2 2.7 1.4 16 250 46 23 0.76 83 3.5 2.78 2.2 2.7 1.4 16 250 46 23 0.81 6.82 0.9 8.2 0.9 1.3 7 360 1.5 41 0.82 6.2 1.8 0.5 1.3 1.3 1.4 1.4 1.6</th><th>密度 硬き 30°C 40°C 40°C G(0) (MPa) (MPa)<th>密度 硬き 30°C 40°C G'@90°C 強き 伸び (MPa) (MPa)</th><th> 機能 機性 機性 機性 機性 機性 機性 機性</th><th>密度 硬き 30°C 40°C 40°C G'090°C 強さ 伸び 解性率 軟性 域性 0.78 93 43 44.0 2.6 1.4 17 191 65 24 34 0.78 93 43 44.0 2.6 1.4 17 191 65 24 34 0.88 91 41 49.0 3.2 1.9 15 293 95 62 26 26 0.81 48 7 2.2 2.2 1.9 1.6 250 46 23 0.81 48 7 2.2 2.2 1.4 1.6 250 46 23 0.81 57 11 4.6 3.8 0.5 1.5 1.5 1.5 2.0 41 1.0 0.82 6.2 10 8.2 0.9 1.3 1.5 2.0 4.0 2.0<</th><th> (A)</th></th></th></th></th></th></th> | 密度 硬き 30°C 40°C 40°C G'@90°C 強き 伸び 弾性拳 軟性 速度 (g/cm³) A D (MPa) (MPa) | 密度 種 30°C 40°C 40°C G'@90°C 強さ 伸び 単性拳 軟性 速度 (g/cm³) A D (MPa) (MPa) </th <th>密度 硬 30°C 40°C 40°C G'@90°C 強 伸び 単性拳 軟性 速度 (g/cm³) A D (MPa) (MPa)<th>密度 種 30°C 40°C 40°C G'@90°C 強差 伸び 弾性拳 軟性 速度 0.78 93 43 44.0 2.6 1.4 17 191 65 24 34 0.78 93 43 44.0 2.6 1.4 17 191 65 24 34 0.88 91 41 49.0 3.2 1.9 15 293 95 62 26 0.76 56 10 3.2 1.9 1.6 3 161 4 3 0.76 83 35 27.8 24.2 2.7 1.4 16 250 46 23 0.81 48 7 2.2 2.2 0.1 1.1 2 160 3 2 7 0.81 57 11 4.6 3.8 0.5 1.5 5 294 5 <</th><th>密度 種 30°C 40°C 40°C G'00°C MPa) (MPa) (MPa)<th>密度 硬き 30°C 40°C 40°C G" G" MPa) (MPa) (MPa)</th><th>密度 通き 30°C 40°C G'@90°C 強之 何Pa) (MPa) (MPa)<th>密度 種き 30°C 40°C G'(0)90°C 強き 伸び 弾性拳 軟性 速度 (2cm³) A D (MPa) (MPa</th><th>密度 確全 30°C 40°C G'@90°C 強さ 何Paj (MPaj (MPaj<th> 機能 (機) (MPa) (</th><th>密度 硬き 30°C 40°C G'(0.90°C) 強き 伸び 解性率 物性 速度 (9.88) 4 D (MPa) (MP</th><th>密度 競き 30°C 40°C G(0)90°C 強き 伸び 解性率 軟性率 軟性率 軟性率 軟性 速度 0.78 43 44.0 2.6 1.4 17 191 65 24 34 0.78 93 43 44.0 2.6 1.4 17 191 65 24 34 0.88 91 41 44.0 2.6 1.9 15 293 95 62 26 0.76 56 10 3.2 2.7 1.4 16 250 46 23 0.76 83 3.5 2.78 2.2 2.7 1.4 16 250 46 23 0.81 6.82 0.9 8.2 0.9 1.3 7 360 1.5 41 0.82 6.2 1.8 0.5 1.3 1.3 1.4 1.4 1.6</th><th>密度 硬き 30°C 40°C 40°C G(0) (MPa) (MPa)<th>密度 硬き 30°C 40°C G'@90°C 強き 伸び (MPa) (MPa)</th><th> 機能 機性 機性 機性 機性 機性 機性 機性</th><th>密度 硬き 30°C 40°C 40°C G'090°C 強さ 伸び 解性率 軟性 域性 0.78 93 43 44.0 2.6 1.4 17 191 65 24 34 0.78 93 43 44.0 2.6 1.4 17 191 65 24 34 0.88 91 41 49.0 3.2 1.9 15 293 95 62 26 26 0.81 48 7 2.2 2.2 1.9 1.6 250 46 23 0.81 48 7 2.2 2.2 1.4 1.6 250 46 23 0.81 57 11 4.6 3.8 0.5 1.5 1.5 1.5 2.0 41 1.0 0.82 6.2 10 8.2 0.9 1.3 1.5 2.0 4.0 2.0<</th><th> (A)</th></th></th></th></th></th> | 密度 硬 30°C 40°C 40°C G'@90°C 強 伸び 単性拳 軟性 速度 (g/cm³) A D (MPa) (MPa) <th>密度 種 30°C 40°C 40°C G'@90°C 強差 伸び 弾性拳 軟性 速度 0.78 93 43 44.0 2.6 1.4 17 191 65 24 34 0.78 93 43 44.0 2.6 1.4 17 191 65 24 34 0.88 91 41 49.0 3.2 1.9 15 293 95 62 26 0.76 56 10 3.2 1.9 1.6 3 161 4 3 0.76 83 35 27.8 24.2 2.7 1.4 16 250 46 23 0.81 48 7 2.2 2.2 0.1 1.1 2 160 3 2 7 0.81 57 11 4.6 3.8 0.5 1.5 5 294 5 <</th> <th>密度 種 30°C 40°C 40°C G'00°C MPa) (MPa) (MPa)<th>密度 硬き 30°C 40°C 40°C G" G" MPa) (MPa) (MPa)</th><th>密度 通き 30°C 40°C G'@90°C 強之 何Pa) (MPa) (MPa)<th>密度 種き 30°C 40°C G'(0)90°C 強き 伸び 弾性拳 軟性 速度 (2cm³) A D (MPa) (MPa</th><th>密度 確全 30°C 40°C G'@90°C 強さ 何Paj (MPaj (MPaj<th> 機能 (機) (MPa) (</th><th>密度 硬き 30°C 40°C G'(0.90°C) 強き 伸び 解性率 物性 速度 (9.88) 4 D (MPa) (MP</th><th>密度 競き 30°C 40°C G(0)90°C 強き 伸び 解性率 軟性率 軟性率 軟性率 軟性 速度 0.78 43 44.0 2.6 1.4 17 191 65 24 34 0.78 93 43 44.0 2.6 1.4 17 191 65 24 34 0.88 91 41 44.0 2.6 1.9 15 293 95 62 26 0.76 56 10 3.2 2.7 1.4 16 250 46 23 0.76 83 3.5 2.78 2.2 2.7 1.4 16 250 46 23 0.81 6.82 0.9 8.2 0.9 1.3 7 360 1.5 41 0.82 6.2 1.8 0.5 1.3 1.3 1.4 1.4 1.6</th><th>密度 硬き 30°C 40°C 40°C G(0) (MPa) (MPa)<th>密度 硬き 30°C 40°C G'@90°C 強き 伸び (MPa) (MPa)</th><th> 機能 機性 機性 機性 機性 機性 機性 機性</th><th>密度 硬き 30°C 40°C 40°C G'090°C 強さ 伸び 解性率 軟性 域性 0.78 93 43 44.0 2.6 1.4 17 191 65 24 34 0.78 93 43 44.0 2.6 1.4 17 191 65 24 34 0.88 91 41 49.0 3.2 1.9 15 293 95 62 26 26 0.81 48 7 2.2 2.2 1.9 1.6 250 46 23 0.81 48 7 2.2 2.2 1.4 1.6 250 46 23 0.81 57 11 4.6 3.8 0.5 1.5 1.5 1.5 2.0 41 1.0 0.82 6.2 10 8.2 0.9 1.3 1.5 2.0 4.0 2.0<</th><th> (A)</th></th></th></th></th> | 密度 種 30°C 40°C 40°C G'@90°C 強差 伸び 弾性拳 軟性 速度 0.78 93 43 44.0 2.6 1.4 17 191 65 24 34 0.78 93 43 44.0 2.6 1.4 17 191 65 24 34 0.88 91 41 49.0 3.2 1.9 15 293 95 62 26 0.76 56 10 3.2 1.9 1.6 3 161 4 3 0.76 83 35 27.8 24.2 2.7 1.4 16 250 46 23 0.81 48 7 2.2 2.2 0.1 1.1 2 160 3 2 7 0.81 57 11 4.6 3.8 0.5 1.5 5 294 5 < | 密度 種 30°C 40°C 40°C G'00°C MPa) (MPa) (MPa) <th>密度 硬き 30°C 40°C 40°C G" G" MPa) (MPa) (MPa)</th> <th>密度 通き 30°C 40°C G'@90°C 強之 何Pa) (MPa) (MPa)<th>密度 種き 30°C 40°C G'(0)90°C 強き 伸び 弾性拳 軟性 速度 (2cm³) A D (MPa) (MPa</th><th>密度 確全 30°C 40°C G'@90°C 強さ 何Paj (MPaj (MPaj<th> 機能 (機) (MPa) (</th><th>密度 硬き 30°C 40°C G'(0.90°C) 強き 伸び 解性率 物性 速度 (9.88) 4 D (MPa) (MP</th><th>密度 競き 30°C 40°C G(0)90°C 強き 伸び 解性率 軟性率 軟性率 軟性率 軟性 速度 0.78 43 44.0 2.6 1.4 17 191 65 24 34 0.78 93 43 44.0 2.6 1.4 17 191 65 24 34 0.88 91 41 44.0 2.6 1.9 15 293 95 62 26 0.76 56 10 3.2 2.7 1.4 16 250 46 23 0.76 83 3.5 2.78 2.2 2.7 1.4 16 250 46 23 0.81 6.82 0.9 8.2 0.9 1.3 7 360 1.5 41 0.82 6.2 1.8 0.5 1.3 1.3 1.4 1.4 1.6</th><th>密度 硬き 30°C 40°C 40°C G(0) (MPa) (MPa)<th>密度 硬き 30°C 40°C G'@90°C 強き 伸び (MPa) (MPa)</th><th> 機能 機性 機性 機性 機性 機性 機性 機性</th><th>密度 硬き 30°C 40°C 40°C G'090°C 強さ 伸び 解性率 軟性 域性 0.78 93 43 44.0 2.6 1.4 17 191 65 24 34 0.78 93 43 44.0 2.6 1.4 17 191 65 24 34 0.88 91 41 49.0 3.2 1.9 15 293 95 62 26 26 0.81 48 7 2.2 2.2 1.9 1.6 250 46 23 0.81 48 7 2.2 2.2 1.4 1.6 250 46 23 0.81 57 11 4.6 3.8 0.5 1.5 1.5 1.5 2.0 41 1.0 0.82 6.2 10 8.2 0.9 1.3 1.5 2.0 4.0 2.0<</th><th> (A)</th></th></th></th> | 密度 硬き 30°C 40°C 40°C G" G" MPa) (MPa) (MPa) | 密度 通き 30°C 40°C G'@90°C 強之 何Pa) (MPa) (MPa) <th>密度 種き 30°C 40°C G'(0)90°C 強き 伸び 弾性拳 軟性 速度 (2cm³) A D (MPa) (MPa</th> <th>密度 確全 30°C 40°C G'@90°C 強さ 何Paj (MPaj (MPaj<th> 機能 (機) (MPa) (</th><th>密度 硬き 30°C 40°C G'(0.90°C) 強き 伸び 解性率 物性 速度 (9.88) 4 D (MPa) (MP</th><th>密度 競き 30°C 40°C G(0)90°C 強き 伸び 解性率 軟性率 軟性率 軟性率 軟性 速度 0.78 43 44.0 2.6 1.4 17 191 65 24 34 0.78 93 43 44.0 2.6 1.4 17 191 65 24 34 0.88 91 41 44.0 2.6 1.9 15 293 95 62 26 0.76 56 10 3.2 2.7 1.4 16 250 46 23 0.76 83 3.5 2.78 2.2 2.7 1.4 16 250 46 23 0.81 6.82 0.9 8.2 0.9 1.3 7 360 1.5 41 0.82 6.2 1.8 0.5 1.3 1.3 1.4 1.4 1.6</th><th>密度 硬き 30°C 40°C 40°C G(0) (MPa) (MPa)<th>密度 硬き 30°C 40°C G'@90°C 強き 伸び (MPa) (MPa)</th><th> 機能 機性 機性 機性 機性 機性 機性 機性</th><th>密度 硬き 30°C 40°C 40°C G'090°C 強さ 伸び 解性率 軟性 域性 0.78 93 43 44.0 2.6 1.4 17 191 65 24 34 0.78 93 43 44.0 2.6 1.4 17 191 65 24 34 0.88 91 41 49.0 3.2 1.9 15 293 95 62 26 26 0.81 48 7 2.2 2.2 1.9 1.6 250 46 23 0.81 48 7 2.2 2.2 1.4 1.6 250 46 23 0.81 57 11 4.6 3.8 0.5 1.5 1.5 1.5 2.0 41 1.0 0.82 6.2 10 8.2 0.9 1.3 1.5 2.0 4.0 2.0<</th><th> (A)</th></th></th> | 密度 種き 30°C 40°C G'(0)90°C 強き 伸び 弾性拳 軟性 速度 (2cm³) A D (MPa) (MPa | 密度 確全 30°C 40°C G'@90°C 強さ 何Paj (MPaj (MPaj <th> 機能 (機) (MPa) (</th> <th>密度 硬き 30°C 40°C G'(0.90°C) 強き 伸び 解性率 物性 速度 (9.88) 4 D (MPa) (MP</th> <th>密度 競き 30°C 40°C G(0)90°C 強き 伸び 解性率 軟性率 軟性率 軟性率 軟性 速度 0.78 43 44.0 2.6 1.4 17 191 65 24 34 0.78 93 43 44.0 2.6 1.4 17 191 65 24 34 0.88 91 41 44.0 2.6 1.9 15 293 95 62 26 0.76 56 10 3.2 2.7 1.4 16 250 46 23 0.76 83 3.5 2.78 2.2 2.7 1.4 16 250 46 23 0.81 6.82 0.9 8.2 0.9 1.3 7 360 1.5 41 0.82 6.2 1.8 0.5 1.3 1.3 1.4 1.4 1.6</th> <th>密度 硬き 30°C 40°C 40°C G(0) (MPa) (MPa)<th>密度 硬き 30°C 40°C G'@90°C 強き 伸び (MPa) (MPa)</th><th> 機能 機性 機性 機性 機性 機性 機性 機性</th><th>密度 硬き 30°C 40°C 40°C G'090°C 強さ 伸び 解性率 軟性 域性 0.78 93 43 44.0 2.6 1.4 17 191 65 24 34 0.78 93 43 44.0 2.6 1.4 17 191 65 24 34 0.88 91 41 49.0 3.2 1.9 15 293 95 62 26 26 0.81 48 7 2.2 2.2 1.9 1.6 250 46 23 0.81 48 7 2.2 2.2 1.4 1.6 250 46 23 0.81 57 11 4.6 3.8 0.5 1.5 1.5 1.5 2.0 41 1.0 0.82 6.2 10 8.2 0.9 1.3 1.5 2.0 4.0 2.0<</th><th> (A)</th></th> | 機能 (機) (MPa) (| 密度 硬き 30°C 40°C G'(0.90°C) 強き 伸び 解性率 物性 速度 (9.88) 4 D (MPa) (MP | 密度 競き 30°C 40°C G(0)90°C 強き 伸び 解性率 軟性率 軟性率 軟性率 軟性 速度 0.78 43 44.0 2.6 1.4 17 191 65 24 34 0.78 93 43 44.0 2.6 1.4 17 191 65 24 34 0.88 91 41 44.0 2.6 1.9 15 293 95 62 26 0.76 56 10 3.2 2.7 1.4 16 250 46 23 0.76 83 3.5 2.78 2.2 2.7 1.4 16 250 46 23 0.81 6.82 0.9 8.2 0.9 1.3 7 360 1.5 41 0.82 6.2 1.8 0.5 1.3 1.3 1.4 1.4 1.6 | 密度 硬き 30°C 40°C 40°C G(0) (MPa) (MPa) <th>密度 硬き 30°C 40°C G'@90°C 強き 伸び (MPa) (MPa)</th> <th> 機能 機性 機性 機性 機性 機性 機性 機性</th> <th>密度 硬き 30°C 40°C 40°C G'090°C 強さ 伸び 解性率 軟性 域性 0.78 93 43 44.0 2.6 1.4 17 191 65 24 34 0.78 93 43 44.0 2.6 1.4 17 191 65 24 34 0.88 91 41 49.0 3.2 1.9 15 293 95 62 26 26 0.81 48 7 2.2 2.2 1.9 1.6 250 46 23 0.81 48 7 2.2 2.2 1.4 1.6 250 46 23 0.81 57 11 4.6 3.8 0.5 1.5 1.5 1.5 2.0 41 1.0 0.82 6.2 10 8.2 0.9 1.3 1.5 2.0 4.0 2.0<</th> <th> (A)</th> | 密度 硬き 30°C 40°C G'@90°C 強き 伸び (MPa) (MPa) | 機能 機性 機性 機性 機性 機性 機性 機性 | 密度 硬き 30°C 40°C 40°C G'090°C 強さ 伸び 解性率 軟性 域性 0.78 93 43 44.0 2.6 1.4 17 191 65 24 34 0.78 93 43 44.0 2.6 1.4 17 191 65 24 34 0.88 91 41 49.0 3.2 1.9 15 293 95 62 26 26 0.81 48 7 2.2 2.2 1.9 1.6 250 46 23 0.81 48 7 2.2 2.2 1.4 1.6 250 46 23 0.81 57 11 4.6 3.8 0.5 1.5 1.5 1.5 2.0 41 1.0 0.82 6.2 10 8.2 0.9 1.3 1.5 2.0 4.0 2.0< | (A) |

[0099]

表 5 に提供する組成詳細にしたがって終点検出ウィンドウを作製した。具体的には、ボ

10

20

30

40

.

ウィンドウ:比較例C1~C23及び実施例20~31

ルテックスミキサを 1 , 0 0 0 rpmで 3 0 秒間使用して、ウィンドウプレポリマーをウィンドウ硬化剤系の成分と混合した。二官能芳香族硬化剤(すなわち M B O C A 及び M C D E A) を除くすべての原料は 6 0 の予備混合温度に維持した。 M B O C A 及び M C D E A は、使用時、 1 2 0 の予備混合温度に維持した。

[0100]

終点検出ウィンドウに使用されるウィンドウプレポリマーとウィンドウ硬化剤系との間の化学量論比は、ウィンドウプレポリマー中の未反応イソシアネート(NCO)基に対するウィンドウ硬化剤系中の反応性水素基(すなわち、 - OH基と - NH₂基との合計)の比として表 5 に提供されている。

[0101]

実施例 C 1 ~ C 2 3 及び実施例 2 0 ~ 3 1 それぞれにおいて、高剪断混合ヘッドを使用して、ウィンドウプレポリマーとウィンドウ硬化剤系とを混合した。混合ヘッドを出たのち、混合物を、2 mm× 1 2 5 mm× 1 8 5 mmの寸法のポケット金型の中に計量分配した。次いで、計量分配された混合物を含むポケット金型をオーブン中で 1 8 時間硬化させた。オーブンの設定値温度は、はじめ 2 0 分間は 9 3 であり、その後 1 5 時間 4 0 分間は 1 0 であり、最後の 2 時間は 2 1 に下げた。その後、ポケット金型及びその内容物をオーブンから取り出し、生成物終点検出ウィンドウをポケット金型から取り出した。

[0102]

【表5】

| _ | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
|----------|-------|-------|--------|-------|-------|----------------|-------|-------|------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|--------------|--------------|-------|-------|-------|--------------|-------|-------|
| | 化学量論比 | (活性 | H/NCO) | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 |
| | | P4 | (重量%) | ; | : | ; | : | ; | 1 | : | ; | ; | - | ; | ; | | 1 | 1 | 1 | : | 12.18 | 69.6 | 1 | | 12.11 | 69.6 | : | : |
| | オアミン | 硬化剤 | (P4) | | : | | : | | | | | | | - | | | | | | | \mathbf{K} | \mathbf{K} | | | K | \mathbf{K} | - | - |
| | | P3 | (重量%) | 12.39 | 12.39 | 12.35 | 9.42 | 14.38 | 14.22 | 14.16 | 14.32 | 14.18 | 14.41 | 14.32 | | | + | | | | | | | | | | 12.25 | 12.31 |
| インドウ硬化剤系 | アミン開 | 始硬化剤 | (P3) | ſ | ſ | ſ | ſ | ſ | ſ | ſ | ſ | ſ | ſ | ſ | : | | + | - | + | - | | | 1 | | - | | J | J |
| ウィンドヴ | | P2 | (重量%) | 73.41 | 75.22 | 73.49 | 57.25 | 85.62 | 85.78 | 85.84 | 85.68 | 85.82 | 85.59 | 85.68 | : | | + | + | 85.74 | 85.75 | 73.44 | 56.98 | 85.71 | 85.71 | 73.52 | 57.09 | 73.51 | 73.54 |
| | 高分子量 | 硬化剤 | (P2) | Н | Н | Н | Н | Н | I | Н | Н | Ι | Ι | Н | : | | + | ; | Н | I | H | Н | Н | I | H | Н | H | H |
| | | P1 | (重量%) | 14.20 | 12.39 | 14.16 | 33.33 | 1 | 1 | - | 1 | 1 | - | 1 | 100 | 100 | 100 | 100 | 14.26 | 14.25 | 14.38 | 33.33 | 14.29 | 14.29 | 14.37 | 33.22 | 14.24 | 14.15 |
| | 芳香族 | 硬化剤 | (P1) | MbOCA | MbOCA | MbOCA | MbOCA | MbOCA | MbOCA | MbOCA | MbOCA | MbOCA | MCDEA | MbOCA | MbOCA | MbOCA | MbOCA | MbOCA | MbOCA | MbOCA | MbOCA |
| | | | (%NCO) | 6.67 | 6.67 | 6.70 | 6.70 | 88.88 | 88.88 | 5.72 | 8.94 | 8.94 | 29'9 | 6.70 | 4.15 | 5.83 | 2.86 | 3.80 | 5.83 | 5.83 | 5.72 | 5.72 | 29.9 | 6.67 | 6.70 | 6.70 | 5.83 | 5.83 |
| | | ウィンドウ | プレポリマー | A | A | A | A | C | C | В | D | D | A | A | G | В | E | F | В | В | В | В | A | A | A | A | В | В |
| | | 実施例 | 番号 | Cl | C2 | \mathbb{C}^3 | C4 | CS | 9) | C2 | 83 | 63 | C10 | C11 | C12 | C13 | C14 | C15 | C16 | C17 | C18 | C19 | C20 | C21 | C22 | C23 | 20 | 21 |

10

20

30

40

表5

5. 熱み 表

| 芳香族硬 南分子量 アミン開 化剤 P1 硬化剤 P2 始硬化剤 MbOCA 14.38 H 73.24 J MbOCA 14.24 H 77.32 J MbOCA 14.24 H 77.15 J MbOCA 14.29 H 79.12 J MbOCA 31.76 H 58.43 J MbOCA 43.67 H 48.47 J MbOCA 58.33 H 35.78 J MbOCA 58.33 H 79.14 J | | | | | | | ウィンド | ウィンドウ硬化剤系 | | | | |
|---|-------------------|------------------|--------|------------------|-------------|-------------|-------------|-----------|-------------|-----------------|-------------|---------------|
| | 1 | 4 2 2 4 | | 芳香族硬 | Ä | 高分子量 | \$ | アミン開 | } | 非アミン | 2 | 化学量輸出 |
| B 5.72 MbOcA 14.38 H 73.24 J 12.38 B 5.72 MbOcA 14.24 H 73.51 J 9.35 B 5.83 MbOcA 14.24 H 77.15 J 8.61 B 5.83 McDEA 14.29 H 79.12 J 6.59 B 5.83 MbOcA 21.94 H 66.91 J 11.15 B 5.83 MbOcA 43.67 H 48.47 J 7.86 B 5.83 MbOcA 58.33 H 55.78 J 5.89 B 5.83 MbOcA 14.24 H 79.14 J 6.62 | 养圈 约 种中 | レインドレルフポッター | (O)N%) | 会 至 至 至 | PI (重量%) | 象行 多 | F2 (重量%) | 路硬化剂(P3) | F3 (無量%) | 象行绝 (P4) | P4 (看量%) | 型 ENN H |
| B 5.72 MbOCA 33.33 H 57.32 J 9.35 B 5.83 MbOCA 14.24 H 77.15 J 8.61 B 5.83 MbOCA 21.94 H 66.91 J 6.59 B 5.83 MbOCA 21.94 H 66.91 J 11.15 B 5.83 MbOCA 31.76 H 48.47 J 7.86 B 5.83 MbOCA 58.33 H 35.78 J 5.89 B 5.83 MbOCA 58.33 H 79.14 J 6.62 | 22 | B | 5.72 | Mboca | 14.38 | H | 73.24 | j r | 12.38 | - | - | 1.0 |
| B 5.83 MbOcA 14.24 H 73.51 J B 5.83 MbOcA 14.24 H 77.15 J B 5.83 MbOcA 21.94 H 66.91 J B 5.83 MbOcA 31.76 H 48.47 J B 5.83 MbOcA 58.33 H 48.47 J B 5.83 MbOcA 58.33 H 79.14 J B 5.83 MbOCA 14.24 H 79.14 J | 23 | B | 5.72 | MbOCA | 33.33 | Ħ | 57.32 | ſ | 9.35 | 1 | ŀ | 1.0 |
| B 5.83 MbOcA 14.24 H 77.15 J B 5.83 McDEA 14.29 H 79.12 J B 5.83 MbOcA 21.94 H 66.91 J B 5.83 MbOcA 43.67 H 48.47 J B 5.83 MbOCA 58.33 H 79.14 J B 5.83 MbOCA 14.24 H 79.14 J | 24 | B | 5.83 | MbOCA | 14.24 | Ħ | 73.51 | ſ | 12.25 | 1 | 1 | 1.0 |
| B 5.83 MCDEA 14.29 H 79.12 J B 5.83 MbOCA 21.94 H 66.91 J B 5.83 MbOCA 31.76 H 58.43 J B 5.83 MbOCA 43.67 H 48.47 J B 5.83 MbOCA 58.33 H 79.14 J | 25 | B | 5.83 | MbOCA | 14.24 | Ħ | 77.15 | ſ | 8.61 | 1 | : | 0.84 |
| B 5.83 MbOCA 21.94 H 66.91 J B 5.83 MbOCA 31.76 H 58.43 J B 5.83 MbOCA 43.67 H 48.47 J B 5.83 MbOCA 58.33 H 35.78 J B 5.83 MbOCA 14.24 H 79.14 J | 26 | B | 5.83 | MCDEA | 14.29 | Ħ | 79.12 | ſ | 6.59 | 1 | 1 | 1.0 |
| B 5.83 MbOCA 31.76 H 58.43 J B 5.83 MbOCA 43.67 H 48.47 J B 5.83 MbOCA 58.33 H 79.14 J | 27 | B | 5.83 | MbOCA | 21.94 | Ħ | 66.91 | ſ | 11.15 | 1 | 1 | 1.0 |
| B 5.83 MbOCA 43.67 H 48.47 J B 5.83 MbOCA 58.33 H 79.14 J B 5.83 MbOCA 14.24 H 79.14 J | 28 | В | 5.83 | MbOCA | 31.76 | Ħ | 58.43 | ſ | 9.81 | 1 | 1 | 1.0 |
| B 5.83 MbOCA 58.33 H 35.78 J B 5.83 MbOCA 14.24 H 79.14 J | 29 | B | 5.83 | MbOCA | 43.67 | Ħ | 48.47 | ſ | 7.86 | 1 | 1 | 1.0 |
| B 5.83 MbOCA 14.24 H 79.14 J | 30 | В | 5.83 | MbOCA | 58.33 | Ħ | 35.78 | ſ | 5.89 | 1 | ŀ | 1.0 |
| | 31 | В | 5.83 | MbOCA | 14.24 | H | 79.14 | ſ | 6.62 | ! | 1 | 0.76 |

Adiprene (登録商標) LF950A と Adiprene (登録商標) LF600D との 50/50 重量%ブレンドを含む Adiprene 登録商標) LF667 末端イソシアネート修飾ウレタンプレポリマーである。 Chemturaから市販されている、 A II,

Chemtura Corporation から市販されている Adiprene (登録商標) LFG963A 末端イソシアネート修飾ウレタンプレポリマーである。 ¥ ₩

Chemtura Corporation から市販されている Adiprene (登録商標) LFG740D 末端イソシアネート修飾ウレタンプレポリマーである。

Chemtura Corporation から市販されている Adiprene (登録商標) LFG750D 末端イソシアネート修飾ウレタンプレポリマーである。 Chemtura Corporation から市販されている Adiprene (登録商標) LF800A 末端イソシアネート修飾ウレタンプレポリマーである。 D TY 田は、

Chemtura Corporation から市販されている Adiprene (登録商標) LF900A 末端イソシアネート修飾ウレタンプレポリマーである。 Chemtura Corporation から市販されている Vibrathane (登録商標) B628 ポリエーテル系未端 TDI 修飾プレポリマーである。 F Ct € E

The Dow Chemical Company から市販されている、11,400の数平均分子量 M_Nを有し、1分子あたり平均 6個のヒドロキシル基を有する Sigma-Aldrich から市販されている、2000の数平均分子量 Mnを有し、1分子あたり平均2個のヒドロキシル基を有するポリテトラメチ Voralux (登録商標) HF505 高分子量ポリオール硬化剤である。 H 法、 I IÇ

The Dow Chemical Company から市販されている、280 の数平均分子量 M_N を有し、1分子あたり平均 4個のヒドロキシル基を有する Voranol (登録商標) 800 アミン開始ポリオール硬化剤である。 ンエーテルグリコールである。 ź T

255の数平均分子量 M_N を有し、1分子あたり平均3個のヒドロキシル基を有する Voranol (登録商標) 230-660 非アミン含有ポリオール硬化剤である。 Kは、The Dow Chemical Companyから市販されている、

[0103]

比較例C1 ~ C 2 3 及び実施例 2 0 ~ 3 1 それぞれにしたがって作製した終点検出ウィ ンドウを分析して、表6に報告するような物性を測定した。

10

20

30

[0104]

終点検出ウィンドウに関して報告するDPT₄₀₀及びDPT₈₀₀透過率データは、以下の式を使用して決定したものである。

 $DPT = (IW_{Si} - IW_{D}) \div (IA_{Si} - IA_{D})$

式中、 IW_{Si} 、 IW_D 、 IA_{Si} 及び IA_D は、 SD1024F分光器、キセノン閃光ランプ及び 3mm光ファイバケーブルを含む Verity SP2006スペクトル干渉計を使用して、 3mm光ファイバケーブルを含む Verity SP2006スペクトル干渉計を使用して、 3mm光ファイバケーブルの発光面を原点で終点検出ウィンドウの第一面に対して(垂直に)配置し、所与の波長(すなわち、それぞれ 400mm及び 800mm) の光をウィンドウの厚さ T_w に通して送り、第一の面に対して実質的に平行な終点検出ウィンドウの第二の面に対して配置された面から反対に通過する所与の波長の光の強さを原点で計測することによって計測され、 IW_{Si} は、 原点からウィンドウを通過し、 ウィンドウを通過し、 IW_D は、 原点から反射してから反射してから反射に通過して原点に戻る所与の波長の光の強さの計測値であり、 IW_D は、 原点から終点検出ウィンドウを通過して原点に戻る所与の波長の光の強さの計測値であり、 IA_{Si} は、 原点から終点検出ウィンドウの厚されたシリコンプランケットウェーハの表面から反射して空気の厚さを反対に通過して原点に戻る所与の波長の光の強さの計測値であり、 IA_D は、 IM_D 0 の形の強きの形の強きの計測値である。

[0105]

終点検出ウィンドウに関して報告する密度データはASTM D1622にしたがって 測定したものである。

[0106]

[0107]

終点検出ウィンドウの引張り特性(すなわち引張り強さ及び破断点伸び)は、ASTMD1708-10にしたがって、MTS Systems Corporationから市販されているAlliance RT/5メカニカルテスタを2.54cm/minのクロスヘッド速度で使用して計測したものである。すべての引張り特性試験は、23 及び相対湿度50%に設定された温度及び湿度制御された実験室内で実施した。試験を実施する前に、すべての試料を前記実験室条件下で5日間コンディショニングした。各終点検出ウィンドウ材料に関して報告する引張り強さ(MPa)及び破断点伸び(%)は、四つの反復試験試料の応力ひずみ曲線から決定したものである。

[0108]

10

20

【表6】

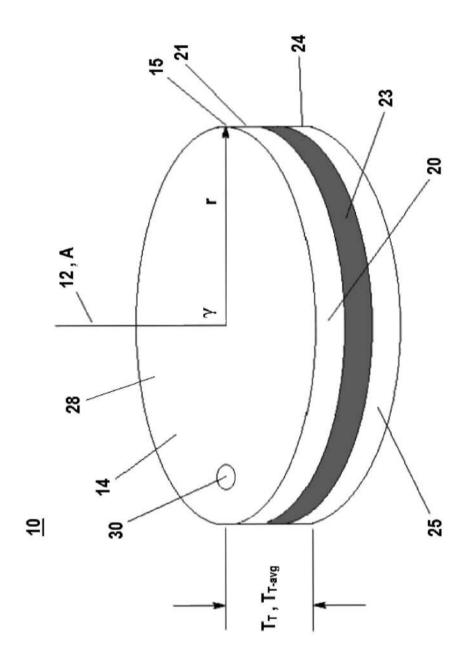
<u>表 6</u>

| | | | | 性質 | | |
|------------|---------------|--------|------------|--------------|--------------|------------|
| | DF | PT | | ショアーD | 引張り | |
| 実施例 | (%耳 | 单位) | 密度 | 硬さ | 強さ | 破断点伸び |
| 番号 | <u>400 nm</u> | 800 nm | (g/cm^3) | <u>(15s)</u> | <u>(MPa)</u> | <u>(%)</u> |
| C1 | 0 | 0 | 1.11 | 17 | 8.38 | 426 |
| C2 | 0 | 0 | 1.10 | 24 | 8.56 | 279 |
| C3 | 2 | 1 | 1.09 | 6 | 3.55 | 287 |
| C4 | 0 | 18 | 1.08 | 22 | 9.78 | 306 |
| C5 | 0 | 0 | 1.07 | 10 | 2.81 | 131 |
| C6 | 0 | 0 | 1.08 | 14 | 6.70 | 223 |
| C 7 | 16 | 41 | 1.08 | 14 | 2.48 | 160 |
| C8 | 0 | 0 | 1.11 | 12 | 6.02 | 199 |
| C9 | 0 | 0 | 1.07 | 10 | 8.18 | 345 |
| C10 | 0 | 9 | 1.06 | 17 | 2.17 | 146 |
| C11 | 1 | 0 | 1.07 | 6 | 2.91 | 262 |
| C12 | 38 | 68 | 1.13 | 32 | 18.68 | 807 |
| C13 | 8 | 64 | 1.13 | 55 | 24.94 | 492 |
| C14 | 48 | 70 | 1.06 | 28 | 12.22 | 768 |
| C15 | 26 | 53 | 1.08 | 38 | 27.32 | 860 |
| C16 | 0 | 0 | 1.10 | 24 | 7.58 | 362 |
| C17 | 0 | 0 | 1.07 | 9 | 1.82 | 145 |
| C18 | 0 | 4 | 1.10 | 23 | 6.30 | 284 |
| C19 | 0 | 31 | 1.11 | 32 | 12.22 | 404 |
| C20 | 0 | 0 | 1.08 | 29 | 8.96 | 337 |
| C21 | 0 | 0 | 1.07 | 14 | 2.89 | 517 |
| C22 | 0 | 10 | 1.09 | 28 | 7.08 | 247 |
| C23 | 0 | 8 | 1.09 | 36 | 15.08 | 353 |
| 20 | 55 | 70 | 1.12 | 21 | 6.30 | 242 |
| 21 | 38 | 61 | 1.07 | 26 | 6.63 | 196 |
| 22 | 44 | 70 | 1.10 | 15 | 5.19 | 281 |
| 23 | 37 | 66 | 1.10 | 25 | 11.05 | 390 |
| 24 | 42 | 59 | 1.11 | 24 | 7.21 | 248 |
| 25 | 25 | 68 | 1.12 | 29 | 6.98 | 152 |
| 26 | 50 | 61 | 1.13 | 23 | 6.88 | 243 |
| 27 | 51 | 70 | 1.11 | 28 | 6.30 | 255 |
| 28 | 50 | 75 | 1.12 | 34 | 9.77 | 328 |
| 29 | 47 | 74 | 1.13 | 38 | 12.98 | 379 |
| 30 | 32 | 68 | 1.13 | 42 | 14.50 | 356 |
| 31 | 22 | 54 | 1.12 | 28 | 5.79 | 146 |

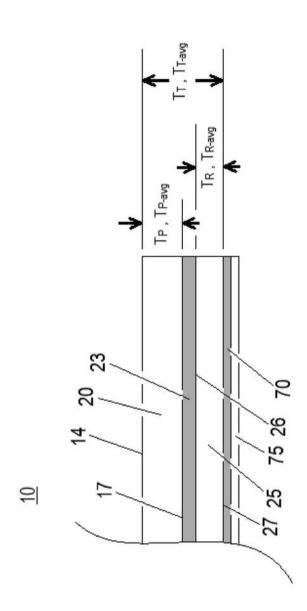
10

20

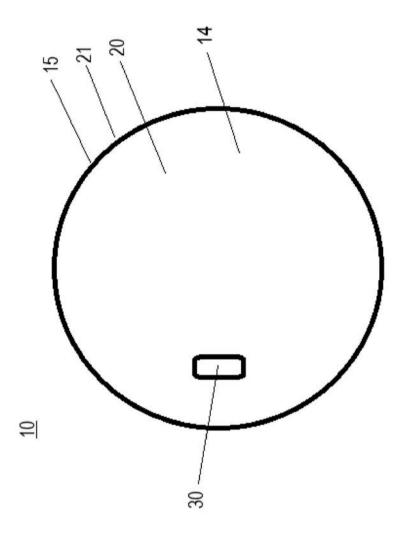
【図1】



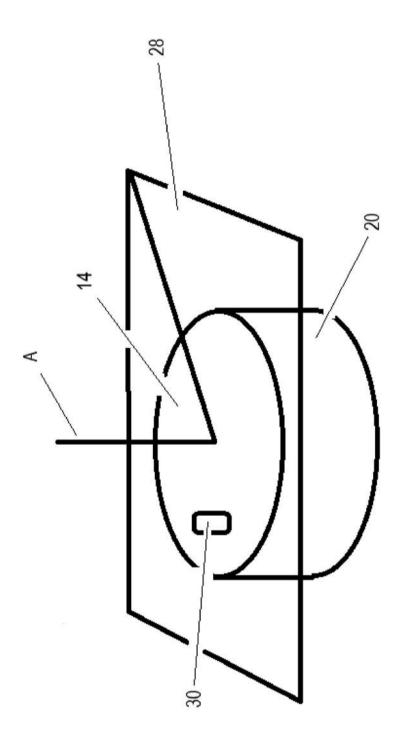
【図2】



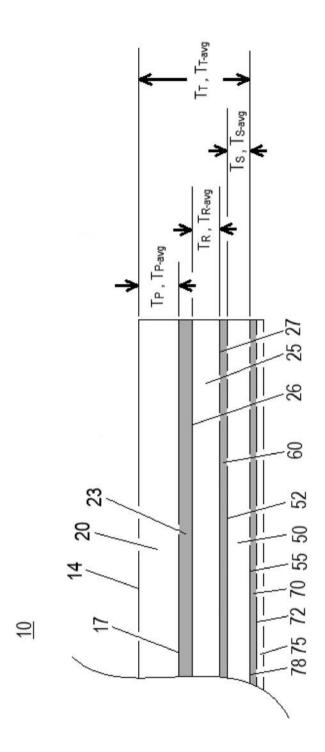
【図3】



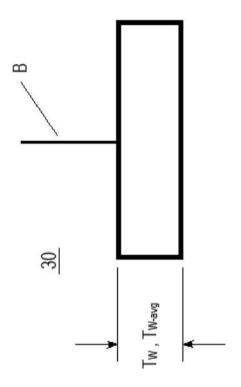
【図4】

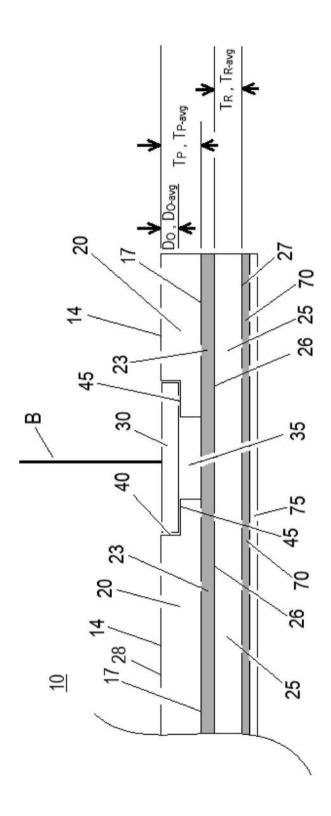


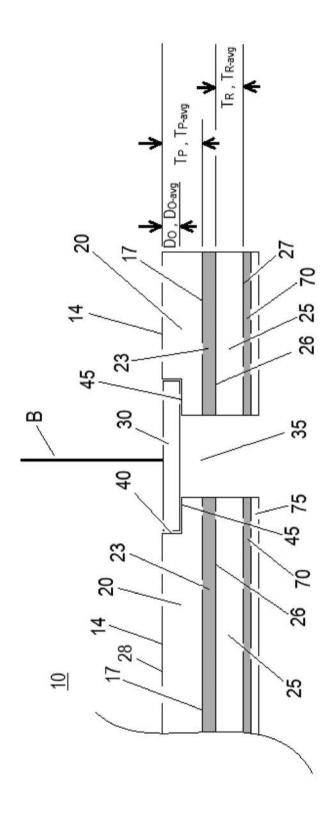
【図5】



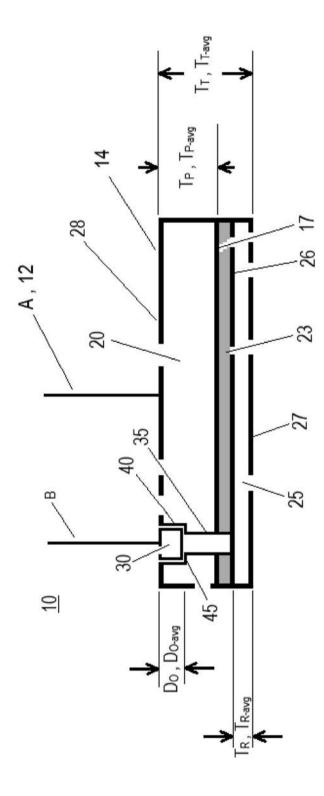
【図6】



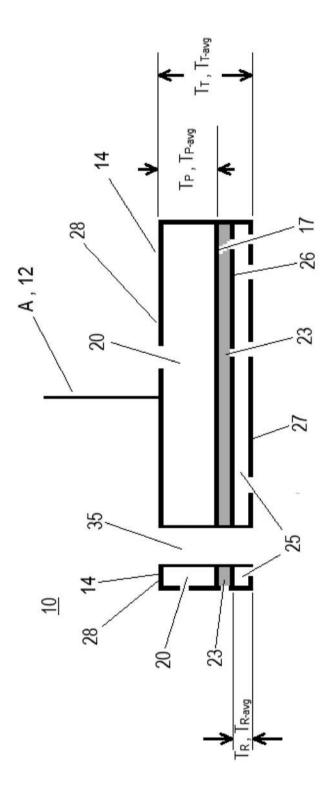




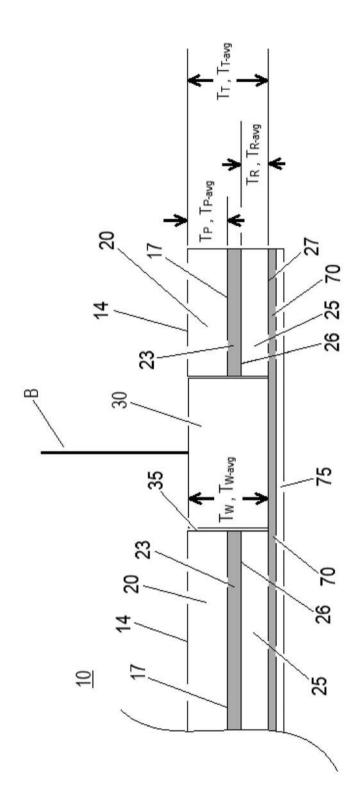
【図9】



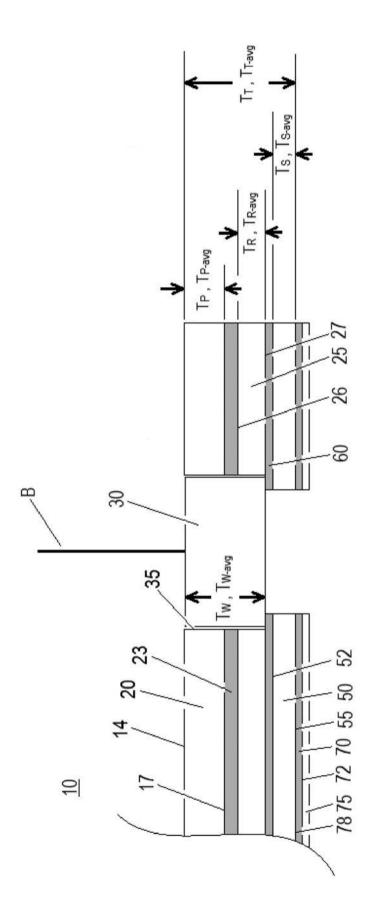
【図10】



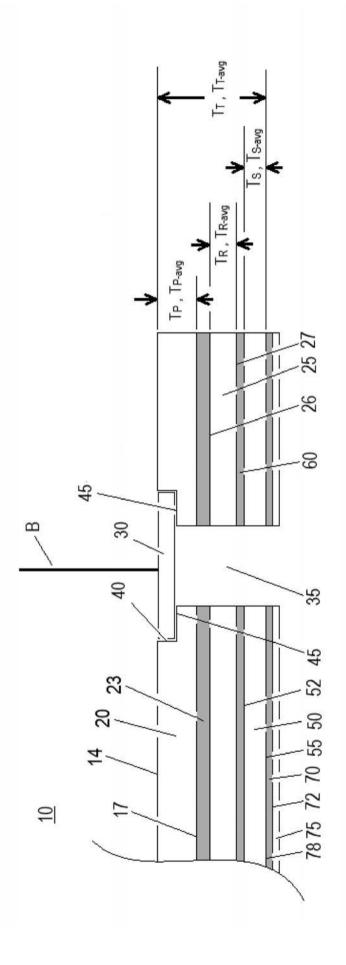
【図11】



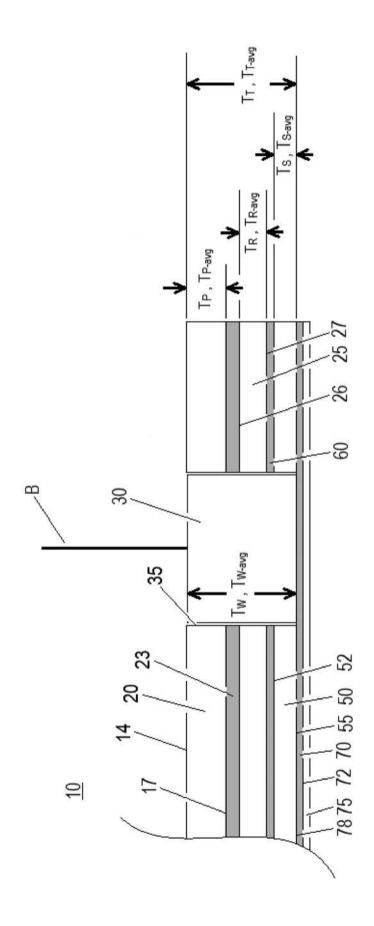
【図12】



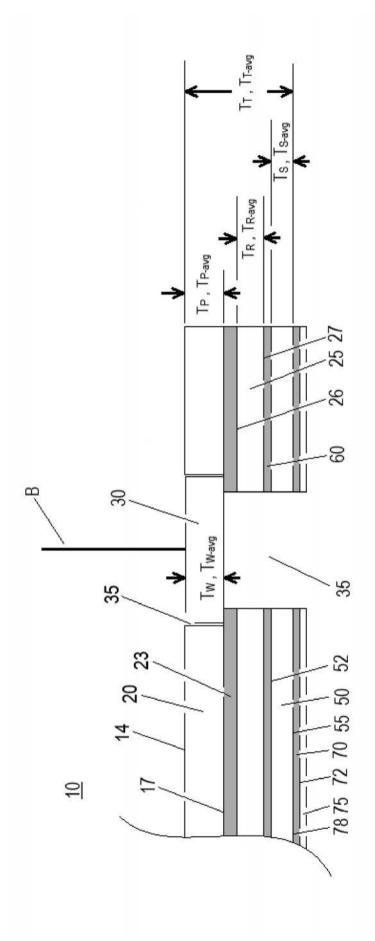
【図13】



【図14】



【図15】



フロントページの続き

(51) Int.CI. F I テーマコード (参考)

H 0 1 L 21/304 (2006.01)

H 0 1 L 21/304 6 2 2 F

(72)発明者 バイニャン・チャン

アメリカ合衆国、デラウェア 19711、ニューアーク、イー・ペリウィンクル・レーン 46

(72)発明者 マーティー・ダブリュ・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 ジェームズ・ムルナン

アメリカ合衆国、ペンシルベニア 19403、ノリスタウン、マグノリア・レーン 1701

(72)発明者 アンガス・レッパー

アメリカ合衆国、ペンシルベニア 19352、リンカーン・ユニバーシティ、チャーチ・ロード 291

(72)発明者 ミッシェル・ケイ・ジェンセン

アメリカ合衆国、デラウェア 19702、ニューアーク、ダルトン・ドライブ 21

(72)発明者 ジェフリー・ジェイ・ヘンドロン

アメリカ合衆国、メリーランド 21921、エルクトン、ローズ・コート 17

(72)発明者 ジョン・ジー・ノーランド

アメリカ合衆国、メリーランド 21921、エルクトン、テレグラフ・ロード 4889

(72)発明者 デイビッド・ビー・ジェームズ

アメリカ合衆国、デラウェア 19711、ニューアーク、アロニミンク・ドライブ 221

(72)発明者 フェンジィ・イエ

アメリカ合衆国、デラウェア 19808、ウィルミントン、クレストライン・ロード 5409

F ターム(参考) 3C158 AA07 AA09 AA19 BA01 BA09 BC03 CA01 CB01 DA12 DA17

EA11 EB01 EB15 EB20

5F057 AA03 AA20 AA24 BA11 CA11 DA03 EB03 EB06 EB07 EB12

EB13 GA12 GB02

【外国語明細書】 2015189002000001.pdf