

明 細 書

発明の名称： 研磨パッドおよびその製造方法

技術分野

[0001] 本発明は、半導体基板、半導体デバイス、化合物半導体基板、化合物半導体デバイス等の各種デバイスを研磨するための研磨パッドおよびその製造方法に関する。

背景技術

[0002] 近年、集積回路の高集積化および多層配線化に伴い、集積回路が形成される半導体ウエハ等には、高度の平坦性が求められている。そして、かかる半導体ウエハ等を研磨するための研磨方法として、ケミカルメカニカル研磨（CMP）が知られている。ケミカルメカニカル研磨は、砥粒のスラリーを滴下しながら、研磨パッドにより被加工物の表面を研磨する方法である。また、半導体ウエハ等を研磨する際、加工が困難であるため研磨時間が長くなり、加工コストが大きくなるという問題があった。

[0003] このような理由から、被加工物の優れた平坦性と高研磨レートとを実現可能な研磨パッドが求められている。また同時に、研磨パッドには、長寿命であることが求められている。

[0004] しかしながら、被加工物の優れた平坦性と高研磨レートとは相反する要求項目であり、両者を両立させることは極めて困難であった。すなわち、被加工物の優れた平坦性を実現するためには、柔らかく平滑な面を有する研磨パッドが有利である。一方、高研磨レートを実現するためには、硬く凹凸の大きい表面を有する研磨パッドが有利である。

[0005] 例えば、特許文献1では、極細繊維と高分子弾性体を用いた研磨パッドが提案されている。しかしながら、基材に高分子弾性体を含浸した後に海島型複合繊維を極細繊維にしているため、研磨パッド内に空隙が多く、柔らかすぎるといった問題があった。かかる研磨パッドは高硬度になりにくいため、被加工物の優れた平坦性や長寿命化を達成することが困難であった。

[0006] また、特許文献2には、極細繊維を用いて緻密な不織布と高分子弾性体からなる研磨パッドが提案されている。かかる研磨パッドでは、長繊維の極細繊維からなる繊維束により高い剛性を維持している。しかしながら、研磨パッドが緻密化されて空隙率が低いため、十分に研磨砥粒を溜めることが困難であり、高研磨レートを実現しにくいという問題があった。

先行技術文献

特許文献

[0007] 特許文献1：特開2012-071415号公報

特許文献2：特開2015-063782号公報

発明の概要

解決しようとする課題

[0008] 本発明は、長寿命でありながら、研磨レートが高く、被加工物の優れた平坦性を実現可能な研磨パッドおよびその製造方法を提供することにある。

課題を解決するための手段

[0009] 本発明者らは上記の課題を達成するため鋭意検討した結果、用いる繊維の種類や表面状態などを巧みに工夫することにより、長寿命でありながら、研磨レートが高く、被加工物の優れた平坦性を実現可能な研磨パッドが得られることを見出し、さらに鋭意検討を重ねることにより本発明を完成するに至った。

[0010] かくして、本発明によれば「研磨パッドであり、繊維径が10～2500nmの極細繊維と、バインダー繊維と、高分子弾性体とを含むことを特徴とする研磨パッド。」が提供される。

[0011] その際、空隙率が50%以上であり、かつ曲げ強度が5.0N/mm²以上であることが好ましい。また、表面が起毛していることが好ましい。また、前記極細繊維においてゼータ電位が-20mV以下であることが好ましい。また、前記極細繊維が、ポリアミドまたはポリエステルからなることが好ましい。また、前記バインダー繊維が芯鞘型複合繊維であることが好ましい。

また、前記極細繊維とバインダー繊維との重量比が(極細繊維／バインダー繊維) 50／50～97／3の範囲内であることが好ましい。

[0012] また、本発明によれば、「海成分と島径が10～2500nmの島成分からなる海島型複合繊維と、バインダー繊維とを含む不織布から、前記海成分を除去し、高分子弾性体を付与することを特徴とする研磨パッドの製造方法。」が提供される。

[0013] その際、前記海島型複合繊維とバインダー繊維との単繊維繊維度が(海島型複合繊維：バインダー繊維) 1：0.49～1：0.70の範囲内であることが好ましい。また、前記不織布がニードルパンチ不織布であることが好ましい。また、前記不織布の目付けが300～600g/m²の範囲内であることが好ましい。また、前記不織布においてタテまたはヨコ方向の引張強度が100N/cm以上であることが好ましい。また、さらに表面を起毛することが好ましい。

発明の効果

[0014] 本発明によれば、長寿命でありながら、研磨レートが高く、被加工物の優れた平坦性を実現可能な研磨パッドおよびその製造方法が提供される。

発明を実施するための形態

[0015] 本発明の研磨パッドは、極細繊維とバインダー繊維と高分子弾性体とを含む。ここで、前記極細繊維は、可溶性樹脂を海成分とした海島型複合繊維から海成分を溶解除去して得られるものであることが好ましい。

[0016] 前記極細繊維は、そのゼータ電位が、研磨剤がもつゼータ電位よりも、繊維のゼータ電位がマイナス側であることが好ましい。数値的には-20mV以下(より好ましくは-40～-80mV)のゼータ電位を有することが好ましい。研磨剤がもつゼータ電位としては-40～-80mVの範囲であることが好ましい。このような極細繊維を使用することで、研磨砥粒粒子の凝集を防ぎ、加工基板への作用砥粒数を上げ、高研磨レートと低表面粗さ(スクラッチレス)とを同時に達成することがより容易になる。極細繊維のゼータ電位が大きくなると、研磨剤と合わせた時に、研磨剤のゼータ電位がプラ

ス側にシフトし、研磨砥粒粒子の凝集が発生し、作用砥粒数が下がり、研磨レートが下がる傾向となる。また、表面粗さが悪くなり、スクラッチが発生し易くなるおそれがある。

[0017] 前記極細繊維を構成するポリマーとしては、いかなるポリマーであってもよい。なかでも、繊維形成性に優れた、ポリアミド(ナイロン)、ポリエステル、ポリオレフィン、ポリフェニレンサルファイドなどが好適な例として挙げられる。

[0018] ここで、ポリアミド系樹脂としては、6-アミノカプロン酸、11-アミノウンデカン酸、12-アミノドデカン酸、パラアミノメチル安息香酸などのアミノ酸や ϵ -カプロラクタム、 ω -ラウロラクタムなどのラクタムを主たる原料とするポリアミドのほか、コハク酸、グルタル酸、アジピン酸、セバシン酸、マロン酸、コハク酸、グルタル酸、ピメリン酸、スベリン酸、アゼライン酸、ウンデカン二酸、ドデカン二酸、テトラデカン二酸、ペンタデカン二酸、オクタデカン二酸等の脂肪族ジカルボン酸、さらにはテレフタル酸、イソフタル酸、ナフタレンジカルボン酸などの芳香族ジカルボン酸を主たる酸成分とし、テトラメチレンジアミン、ヘキサメチレンジアミン、1,5-ペンタンジアミン、2-メチルペンタメチレンジアミン、ノナメチレンジアミン、ウンデカメチレンジアミン、ドデカメチレンジアミン等をジアミン成分とする共重合ポリアミドなどが例示される。

[0019] またポリエステル樹脂としては、製糸性、極細繊維の物性の観点から、ポリエチレンテレフタレート、ポリエチレンナフタレート、ポリブチレンテレフタレートなどが好ましい。

[0020] 該ポリマー中には、本発明の目的を損なわない範囲内で、共重合成分が含まれていても良い。共重合可能な化合物は、酸成分として、例えば、イソフタル酸、シクロヘキサレンジカルボン酸、アジピン酸、ダイマー酸、セバシン酸、2,6-ナフタレンジカルボン酸などのジカルボン酸類、グリコール成分としては、例えば、エチレングリコール、ジエチレングリコール、ブタンジオール、ネオペンチルグリコール、シクロヘキサンジメタノール、ポリエ

チレングリコール、ポリプロピレングリコールなどが例示される。もちろん、これらに限定されるものではない。

[0021] ポリフェニレンサルファイド樹脂としては、その構成単位として、例えば p-フェニレンスルフィド単位、m-フェニレンスルフィド単位、o-フェニレンスルフィド単位、フェニレンスルフィドスルホン単位、フェニレンスルフィドケトン単位、フェニレンスルフィドエーテル単位、ジフェニレンスルフィド単位、置換基含有フェニレンスルフィド単位、分岐構造含有フェニレンスルフィド単位、等からなるものが例示される。なかでも、p-フェニレンスルフィド単位を70モル%以上（より好ましくは90モル%以上含有しているものが好ましい。さらには、ポリ（p-フェニレンスルフィド）がより好ましい。

[0022] 前記極細繊維において、繊維径が10～2500nmの範囲内であることが必要である。繊維径が10nm未満の場合は、単繊維あたりの強力が小さくなり、摩擦による単繊維切れが発生し使用困難になるおそれがある。一方、繊維径が2500nmを超えると、極細繊維特有の緻密性が低下し、被研磨物の表面粗さが大きくなり、近年要求されているレベルの性能が得られないおそれがある。極細繊維の繊維径としては200～1000nm（より好ましくは400～700nm）の範囲であることが好ましい。このような範囲では繊維間の空隙間隔が適切であり、砥粒を多く保持することが可能となる。繊維径が大きすぎると、繊維間の空隙間隔が広くなり、その結果、作用砥粒数が下がり研磨レートが低くなるおそれがある。逆に、繊維径が小さすぎると、繊維間空隙が小さくなり砥粒の保持性が低下するおそれがある。

[0023] 前記の繊維径は、透過型電子顕微鏡TEMで、倍率30000倍で単繊維の断面写真を撮影し測定することができる。その際、測長機能を有するTEMでは、測長機能を活用して測定することができる。また、測長機能の無いTEMでは、撮った写真を拡大コピーして、縮尺を考慮した上で定規にて測定すればよい。

[0024] その際、単繊維の横断面形状が丸断面以外の異型断面である場合には、単

繊維径は、単繊維の横断面の外接円の直径を用いるものとする。

- [0025] 本発明において、前記極細繊維が集合して繊維束の形状を取ることが好ましい。その際、一本の繊維束を構成する極細繊維の数としては200～2000本（より好ましくは400～1000本）であると、適度の柔軟性を確保しやすくなり好ましい。
- [0026] 前記極細繊維の長さとしては30～100mm（より好ましくは40～80mm）の範囲であると、極細繊維間やバインダー繊維との間に良好な絡み合いが生じやすくなり好ましい。
- [0027] さらに本発明の研磨パッドは、バインダー繊維を含むことが必要である。バインダー繊維の繊維径(単繊維径)としては、前記極細繊維よりも大きいことが好ましい。特に1～20 μ mの範囲内であることが好ましい。該繊維径が小さすぎると、引張強度が低く、製造工程においてシワ発生の原因となるおそれがある。逆に繊維径が大きすぎると、極細繊維とバインダー繊維とからなる構造体の地合いが悪くなるおそれがある。
- [0028] なお、バインダー繊維の単繊維の断面形状が丸断面以外の異型断面である場合には、本発明では外接円の直径を繊維径とする。また、このような繊維径は、透過型電子顕微鏡で繊維の横断面を撮影することにより測定できる。
- [0029] またバインダー繊維の長さとしては、極細繊維の長さと同等であることが好ましい。具体的には30～100mm（より好ましくは40～80mm）の範囲の長さであると、極細繊維間(極細繊維束間)やバインダー繊維との間に良好な絡み合いが起きやすくなり好ましい。
- [0030] 前記バインダー繊維としては、芯に高融点の熱可塑性樹脂が存在し、鞘部に低融点の熱可塑性樹脂が存在する芯鞘型繊維が好ましい。そのような樹脂の組み合わせとしては、芯を構成する樹脂としては、ポリエステル樹脂やポリアミド樹脂であることが好ましい。特にポリエチレンテレフタレート樹脂であることが好ましい。また鞘部の低融点の熱可塑性樹脂としては、ポレオレフィン樹脂であることが好ましい。なかでもポリエチレンが好ましく、高密度ポリエチレンがより好ましい。

- [0031] また、前記バインダー繊維は未延伸繊維でもよい。かかる未延伸繊維としては、紡糸速度が600～1500m／分で紡糸された未延伸ポリエステル繊維が好ましい。ポリエステルとは、ポリエチレンテレフタレート、ポリトリメチレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレートが挙げられる。好ましくは、生産性、水への分散性などの理由から、ポリエチレンテレフタレートやそれを主成分とする共重合ポリエステルが好ましい。
- [0032] そして本発明の研磨パッドでは、極細繊維がバインダー繊維により拘束されていることが好ましい。特に極細繊維からなる繊維束がその形状のまま、バインダー繊維により拘束されていることが好ましい。バインダー繊維により点接着することにより、柔軟性に優れながら形態保持性にも優れる研磨パッドとなる。
- [0033] 本発明の研磨パッドに用いられる極細繊維とバインダー繊維との重量比は、50／50～97／3であることが好ましい。このように極細繊維の比率を50％以上にすることによって、極細繊維とバインダー繊維とから構成される構造体の厚みや硬さが保持されやすくなり、工程でのシワ発生を抑制でき、研磨パッド内の繊維の密度分布が安定する効果がある。極細繊維の重量割合が小さすぎる場合、砥粒の保持性が不十分となるおそれがある。逆に、極細繊維の重量割合が大きすぎると、繊維構造体が柔らかくなりすぎ、途中工程でのシワの発生の誘因となるおそれがある。
- [0034] 本発明の研磨パッドにおいて、繊維のみの密度(嵩密度)としては0.09g／cm³以上（より好ましくは0.10～0.15g／cm³）の範囲であることが好ましい。該密度が小さすぎる場合には、研磨パッド表面への極細繊維の露出が少なくなり、砥粒の保持量が少なくなる傾向にあり、研磨レートが低下するおそれがある。
- [0035] 本発明の研磨パッドにおいて、少なくともどちらかの表面(好ましくは両面)が起毛していることが好ましい。起毛は主に極細繊維に由来するものである。このような極細繊維を使用することで、研磨砥粒粒子の凝集を防ぎ、加工基板への作用砥粒数を上げ、高研磨レートと、被加工物の優れた平滑性（低

表面粗さ、スクラッチレス）とを同時に達成することがさらに容易になる。

[0036] また本発明の研磨パッドにおいて空隙率が50%以上（より好ましくは50～65%、特に好ましくは55～60%）であることが好ましい。このような空隙率であることで、研磨パッド内に、スラリーを多く含むため、被加工物に与えるケミカル反応が大きくなり、研磨レートが向上する。

[0037] なお、空隙率（%）は下記式により算出する。

$$\text{空隙率（\%）} = (1 - (\text{嵩密度} / \text{理論密度})) \times 100$$

ただし、理論密度とは、構成材料の加重平均密度であり、下記式により算出する。

$$\text{理論密度（g / cm}^3\text{）} = 1 \div ((\text{樹脂比率（\%）} / 100 / \text{樹脂密度}) + (\text{繊維比率（\%）} / 100 / \text{繊維密度}))$$

さらに本発明の研磨パッドにおいて、曲げ強度(曲げ強さ)が5.0 N/mm² (0.51 kgf/mm²) 以上であることが好ましい。5.9～19.6 N/mm² (0.6～2.0 kgf/mm²) であることがより好ましく、7.8～15.7 N/mm² (0.8～1.6 kgf/mm²) であることが特に好ましい。曲げ強度が5.0 N/mm²より小さいと、研磨時の加工圧により研磨パッドが変形し空隙が潰れ、また、研磨パッドと被加工物間の隙間が小さくなり、スラリーが入り難くなることから、研磨レートが低下し、さらには被加工物の平坦性も悪くなるおそれがある。一方、曲げ強度(曲げ強さ)が19.6 N/mm²より大きいと、研磨パッドが硬過ぎることから、研磨パッドと被加工物の接触面積が低下し、研磨レートが低下すると共に、被加工物の表面粗さも悪くなるおそれがある。なお、曲げ強度(曲げ強さ)はJIS K 6911により測定する。

[0038] さらに本発明の研磨パッドは、上記の極細繊維やバインダー繊維とともに高分子弾性体を含むことを必須とする。

[0039] 高分子弾性体としては、ポリウレタンエラストマー、アクリロニトリル、ブタジエンラバー、天然ゴム、ポリ塩化ビニルなどを使用することができる。なかでも、ポリウレタンエラストマーが加工性の上から好ましい。かかる

高弾性体の付与方法としては、該高弾性体を塗布あるいは含浸後、湿式または乾式で凝固させる方法、あるいはエマルジョン、ラテックス状で塗布あるいは含浸して乾式で乾燥、固着させる方法など種々の方法を採用することができる。

[0040] 本発明の研磨パッドでは、その樹脂比率は研磨パッド重量対比40～80重量%であることが好ましい。樹脂比率が少なすぎると、研磨パッドの硬度が低くなり、被加工物を研磨したときの、平坦性が悪くなる傾向にある。逆に樹脂比率が大きくなりすぎると、研磨パッドの空隙率が小さくなり、被加工物を研磨する際に、砥粒の入れ替わりが悪くなり、研磨レートが低くなる傾向にある。

[0041] また高弾性体は極細繊維が構成する繊維束の内部にも存在すると、形状保持性が向上するため好ましい。

[0042] さらに研磨パッドの表面粗さ（KES表面粗さSMD）は1～10 μ mであることが好ましい。表面粗さが小さすぎると、研磨の際に、研磨パッドと加工基板との間に砥粒が入り難く、作用砥粒数が下がり、研磨レートが下がり、被加工物の表面粗さも悪くなるおそれがある。逆に該表面粗さが大きすぎると、研磨後の被加工物の平坦性が悪くなるおそれがある。

[0043] また、前記研磨パッドの硬度が、タイプAデュロメータで測定した際に70度以上であることが好ましい。さらには80～95度の範囲であることが好ましい。該硬度が小さすぎると、被加工物を研磨したときの、被加工物の平坦性が悪くなるおそれがある。

[0044] 本発明の研磨パッドは、例えば、以下の製造方法により得ることができる。すなわち、海成分と島径が10～2500nmの島成分からなる海島型複合繊維と、バインダー繊維とを含む不織布から、前記海成分を除去し、高弾性体を付与することを特徴とする研磨パッドの製造方法である。

[0045] 海島型複合繊維を構成する島成分の樹脂は、前記の極細繊維を構成する樹脂と同一であり、いかなるポリマーであってもよい。特に、繊維形成性に優れた、ポリアミド、ポリエステル、ポリオレフィン、ポリフェニレンサルフ

アイドなどが好適な例として挙げられる。

- [0046] 一方、海成分を構成する可溶性樹脂としては、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、炭酸ナトリウム、炭酸カリウムのようなアルカリ金属化合物水溶液や、トルエンやトリクロロエチレンなどの有機溶剤で溶出可能なポリマーを用いることができる。ただし、本発明の製造方法ではこのような海島型複合繊維とバインダー繊維とを用いて不織布を得た後、高分子弾性体を付与する前に、海島型複合繊維の海成分を除去する。高分子弾性体を付与する前の不織布は、単に絡合とバインダー繊維との結合のみでその形態を保っているために、緩やかな条件の抽出処理であることが好ましい。特に、アルカリ減量法や熱水抽出法で海成分を溶解除去する方法が好ましい。
- [0047] そのため、海成分としては、5-ナトリウムスルホイソフタル酸およびイソフタル酸を特定量共重合した共重合ポリエステル、5-ナトリウムイソフタル酸、イソフタル酸およびポリアルキレングリコールもしくはその誘導体を特定量共重合した共重合ポリエステル、5-ナトリウムスルホイソフタル酸、イソフタル酸および脂肪族ジカルボン酸を特定量共重合した共重合ポリエステルなどが好ましい。さらには、海成分を形成する成分にポリエチレングリコールを共重合することも好ましい。
- [0048] かかる海島型複合繊維は、国際公開第2005/095686号パンフレットや国際公開第2008/130019号パンフレットに開示された方法により製造することができる。すなわち、熔融紡糸に用いられる口金としては、島成分を形成するための中空ピン群や微細孔群（ピンレス）を有するものなど任意のものを用いることができる。例えば、中空ピンや微細孔より押し出された島成分とその間を埋める形で流路を設計されている海成分流とを合流し、これを圧縮することにより海島断面が形成されるといった紡糸口金でもよい。吐出された海島型複合繊維は冷却風により固化され、所定の引き取り速度に設定した回転ローラーあるいはエジェクターにより引き取られ未延伸糸（複屈折率 Δn が0.05以下であることが好ましい。）を得る。この引き取り速度は特に限定されないが、200～5000m/分であること

が好ましい。200m/分以下では生産性が低下するおそれがある。また、5000m/分以上では紡糸安定性が低下するおそれがある。

[0049] 得られた未延伸糸は、必要に応じてそのままカット工程あるいはその後の抽出工程（アルカリ減量加工）に供してもよいし、延伸工程や熱処理工程を経由して延伸糸とした後、カット工程あるいはその後の抽出工程（アルカリ減量加工）に供してもよい。その際、延伸工程は紡糸と延伸を別ステップで行う別延方式でもよいし、一工程内で紡糸後直ちに延伸を行う直延方式を用いてもよい。カット工程と抽出工程の順番は逆にしてもよい。

[0050] かかるカットは、未延伸糸または延伸糸をそのまま、または数十本～数百万本単位に束ねたトウにしてギロチンカッターやロータリーカッターなどでカットすることが好ましい。

[0051] 次いで、かかる海島型複合繊維と前記のようなバインダー繊維を用いて、不織布を得る。その際、前記海島型複合繊維とバインダー繊維との単繊維繊維度が（海島型複合繊維：バインダー繊維）1：0.49～1：0.70の範囲内であると、不織布の密度斑を低減することができ好ましい。

[0052] また、絡合方法はニードルパンチや水流等公知の方法を使用することができる。特に、物理的な絡み合いが生じやすいニードルパンチによる機械絡合を行う方法であることが好ましい。

[0053] かかる不織布において、不織布の目付けが300～600g/m²の範囲内であることが好ましい。

[0054] また、前記不織布においてタテまたはヨコ方向の引張強度が100N/cm以上（好ましくはタテおよびヨコ方向の引張強度が130～200N/cm）であることが好ましい。この引張強度が低い場合には、減量工程等でシワ発生の原因となりやすい。また研磨時に極細繊維が脱離し易く、研磨パッドの寿命が短くなるおそれがある。

[0055] 次いで、不織布から、海島型複合繊維に含まれる海成分を除去する。海成分を抽出する方法は、特に制限はないが、バインダー繊維を傷つけないマイルドなアルカリ減量処理や熱水抽出処理であることが好ましい。

- [0056] かかる処理により、不織布に含まれる海島型複合繊維は極細繊維となる。
かかる不織布(含浸処理前)において、熱処理を行って繊維の嵩密度を 0.09 g/cm^3 以上とすることが好ましい。さらには $0.10\sim 0.15\text{ g/cm}^3$ の繊維密度であることが好ましい。
- [0057] 次いで、不織布に高分子弾性体を付与する。かかる高分子弾性体としては、ポリウレタンエラストマー、アクリロニトリル、ブタジエンラバー、天然ゴム、ポリ塩化ビニルなどを使用することができる。なかでも、ポリウレタンエラストマーが加工性の上から好ましい。かかる高分子弾性体の付与方法としては、該高分子弾性体を塗布あるいは含浸後、湿式または乾式で凝固させる方法、あるいはエマルジョン、ラテックス状で塗布あるいは含浸して乾式で乾燥、固着させる方法など種々の方法を採用することができる。
- [0058] 高分子弾性体の付与方法としては、２段階の付与であることが好ましい。特に１段目に柔らかい樹脂を付着させ、２段目に硬い樹脂を付着させて、表面に高いモジュラスを有する高分子弾性体を付与することが好ましい。あるいは、１段目に多孔質となる湿式含浸ポリウレタン等を付与し、２段目に充実層となる乾式高分子弾性体処理を行うことが好ましい。
- [0059] 次いで、少なくともどちらかの表面(好ましくは両面)を研磨することにより極細繊維の立毛を形成させることが好ましい。
- [0060] かくして得られた研磨パッドは、研磨レートが高く、長寿命でありながら、低表面粗さを同時に有する研磨パッドとなる。そしてこの研磨パッドによれば、被加工物(例えば、半導体基板、半導体デバイス、化合物半導体基板、化合物半導体デバイス等の各種デバイス)を高研磨レートで高度の平坦性かつ低表面粗さを有するものに研磨することが可能となる。

実施例

- [0061] 以下実施例により、本発明を具体的に説明する。しかしながら本発明はこれによって限定されるものではない。なお、以下の実施例における評価および特性値は、以下の測定法により求めた。

(１) 不織布の物性

目付け (g/m^2) および強伸度 (N/cm 、%) は J I S L 1 9 1 3 に
より求めた。厚さ (mm) は J I S L 1 0 8 5 により求めた。これらの値
から目付け/厚さである嵩密度 (g/cm^3) を計算した。さらに通気度 ($\text{cm}^3/\text{cm}^2 \cdot \text{sec}$) については J I S L 1 0 9 6 - A により求めた。

(2) 研磨パッドの物性

不織布の物性と同様に、目付け (g/m^2) は J I S L 1 9 1 3 により求
めた。厚さ (mm) は J I S L 1 0 8 5 により求めた。これらの値から目
付け/厚さである嵩密度 (g/cm^3) を計算した。

[0062] 空隙率 (%) は下記式により算出した。

$$\text{空隙率 (\%)} = (1 - (\text{嵩密度} / \text{理論密度})) \times 100$$

ただし、理論密度とは、構成材料の加重平均密度であり、下記式により算出
した。

$$\text{理論密度 (\text{g}/\text{cm}^3)} = 1 \div ((\text{樹脂比率 (\%)} / 100 / \text{樹脂密度}) + (\text{繊維比率 (\%)} / 100 / \text{繊維密度}))$$

なお、ナイロン6繊維の密度を $1.222 \text{ g}/\text{cm}^3$ 、ポリウレタン樹脂の
密度を $1.180 \text{ g}/\text{cm}^3$ とした。

[0063] 研磨パッドの硬度は、J I S K 6 2 5 3 に従い、高分子計器株式会社製
DD2-A型を用いて測定した。圧縮・弾性率 (%) は J I S L 1 0 9 6
により求めた。接触角 (°) は J I S R 3 2 5 7 により求めた。曲げ強度
は、試験片をサンプル1枚の高さとし、試験幅は25mm幅で、J I S K
6 9 1 1 により求めた。

(3) KES表面粗さSMD (μm)

0.5mm径5mm幅のピアノ線を10gf (9.8cN) で試料に圧着
し、0.1cm/secの速度で試料を動かした際の表面粗さの平均偏差と
して求めた。

(4) 研磨性能

(4-1) 研磨レート ($\mu\text{m}/\text{h}$)

直径380mmの研磨パッドを使用し、3inch (7.62cm) サフ

アイアウエハの1時間当たりの研磨量を、片面研磨機を用いて下記条件にて測定した。

- [0064] スラリー濃度：20wt%
スラリー量：500ml/min
圧力：350g/cm²
研磨時間：60min
回転数：ヘッド/プラテン（定盤）=50rpm/49rpm
使用スラリー：シリカ（フジインコーポレーテッド社製「コンポール80」）

（4-2）ウエハの表面粗さRa（nm）

原子間力顕微鏡にて基板中心部10μm角の表面粗さを測定した。該表面粗さRaが小さいほど優れた平坦性を有する。

（5）ゼータ電位（mV）

測定対象の繊維を0.2mm長にカットし、繊維/精製水=1g/1000gの濃度に調整し、ミキサーで十分に分散するまで攪拌し、繊維用の測定試料（以下、「ナノファイバー分散液」あるいは「NF分散液」という）とした。

- [0065] 一方、固形分で、研磨剤(原液)/NF分散液=2/3になるように測定用サンプルを調整してキャピラリーに封入し、繊維・研磨剤混合物用のゼータ電位の測定試料とした。値はそれぞれ3回測定の平均値とした。

[0066] [実施例1]

島成分としてナイロン（Ny）6、海成分として5-ナトリウムスルホイソフタル酸を共重合したポリエチレンテレフタレートを用い、紡糸、延伸して、海：島=30：70、島数=836、単繊維繊度5.6dtexの海島型複合繊維を得た後、44mmの長さに切断した。

- [0067] この海島型複合繊維70wt%と、単繊維径11.1μm、長さ44mmのポリエチレンテレフタレート（PET）/融点130℃の高密度ポリエチレン（PE）（芯/鞘重量比=50/50）のバインダー短繊維30wt%

とをニードルパンチにて機械的に絡合した後、熱処理（150℃、1分）を行って海島型複合繊維がバインダー繊維にて保持されたシートを得た。

[0068] その後、濃度5 g/Lの水酸化ナトリウム溶液中にて90℃で60分間処理（アルカリ減量処理）し、海島型複合繊維の海成分を抽出除去し、ナイロン6からなるナノファイバー短繊維束（単繊維径0.7 μm×836本）62 wt %とその繊維束を固定するバインダー短繊維38 wt %とからなる、目付け330 g/m²の不織布を作製した。

[0069] 次に、得られた不織布にポリウレタン樹脂（100%モジュラス 20 MPa）を湿式工程にて1次含浸を実施し、引き続き、両面をスライスして厚みを1.30 mmとした。さらに、ポリウレタン樹脂（100%モジュラス 15 MPa）を乾式工程にて2次含浸した。この時の空隙率を54.3%に調整した。最後に両面をバフ加工して立毛を形成する（起毛）と同時に表面を平滑にし、裏面に粘着テープを貼付けて研磨パッドとした。この研磨パッドの構成および研磨性能を表1に示した。

[0070] [実施例2]

実施例1の研磨パッドの空隙率を58.9%に変更した以外は、実施例1と同様にして、研磨パッドを得た。この研磨パッドの構成および研磨性能を表1に示した。

[0071] [実施例3]

実施例1の研磨パッドの空隙率を46.5%に変更した以外は、実施例1と同様にして、研磨パッドを得た。この研磨パッドの構成および研磨性能を表1に示した。

[0072] [実施例4]

実施例1の研磨パッドの空隙率を61.8%に変更した以外は、実施例1と同様にして、研磨パッドを得た。この研磨パッドの構成および研磨性能を表1に示した。

[0073]

[表1]

単位			実施例1	実施例2	実施例3	実施例4
原綿構成	主原綿	繊維種	NYナノ	NYナノ	NYナノ	NYナノ
		繊維径	0.7	0.7	0.7	0.7
		比率	62	62	62	62
	バインダー	繊維種	PE/PET	PE/PET	PE/PET	PE/PET
樹脂含浸構成		繊維径	11.1	11.1	11.1	11.1
		比率	38	38	38	38
	1次含浸工程		湿式	湿式	湿式	湿式
	不織布目付け	g/m2	179	189	186	199
研磨パッド物性	樹脂目付け	g/m2	454	413	583	387
	合計目付け	g/m2	633	602	769	586
	厚さ	mm	1.18	1.25	1.23	1.31
	理論密度	g/cm3	1.17	1.17	1.17	1.17
	高密度	g/cm3	0.534	0.482	0.625	0.448
	空隙率	%	54.3	58.9	46.5	61.8
	樹脂比率	wt%	72	69	76	66
	硬度	度	90	87	87	83
	圧縮	圧縮率	5.5	4.5	5.4	4.0
		弾性率	78.6	83.2	71.3	76.8
	摩擦係数		0.343	0.319	0.315	0.375
	KES表面粗さ	μm	3.34	2.15	2.60	4.04
研磨性能	接触角	°	132	131	132	130
	曲げ強度	kgf/mm2	0.81	0.66	0.81	0.48
	研磨レート	μm/h	1.16	1.23	1.02	0.93
	表面粗さ	nm	0.10	0.13	0.14	0.17

[0074] 実施例1、2の研磨パッドでは、適度な硬さをもちつつ高空隙であることから、スラリーを多く含むことができ、ケミカル作用が大きくなり、高研磨レートを達成することができた。さらには、ナノファイバー繊維が束で存在することで繊維間空隙に砥粒を多く保持することができ、作用効率が上がり、被加工物の優れた平坦性と高研磨レートを実現できた。

[0075] [参考例1]

島成分としてナイロン6、海成分として5-ナトリウムスルホイソフタル酸を共重合したポリエチレンテレフタレートを用い、紡糸、延伸して、海：島＝30：70、島数＝836、織度5.6 d t e xの海島型複合繊維を得て44 mmの長さに切断した。

[0076] この海島型複合繊維70 wt %と、単繊維径14.4 μ m、長さ44 mmのポリエチレンテレフタレート／高密度ポリエチレン（融点130℃）（芯／鞘重量比＝50／50）のバインダー短繊維30 wt %とをニードルパンチにて機械的に絡合し、熱処理（150℃、1分）を行って海島型複合繊維がバインダー繊維にて保持されたシートを得た。

[0077] その後、濃度5 g／Lの水酸化ナトリウム溶液中にて90℃で60分間処理（アルカリ減量処理）し、海島型複合繊維の海成分を抽出除去し、ナイロン6からなるナノファイバー短繊維束（単繊維径0.7 μ m×836本）62 wt %とその繊維束を固定するバインダー短繊維38 wt %とからなる、目付け319 g／m²の不織布を作製した。この研磨パッド用不織布の物性を表2に示した。

[0078] [参考例2]

参考例1のバインダー繊維を単繊維径15.1 μ mに変更した以外は参考例1と同様にして、不織布を作製した。この研磨パッド用不織布の物性を表2に示した。

[0079] [参考例3]

参考例1の島成分をナイロン6からポリエチレンテレフタレート（PET）に変更した海島複合繊維を用いた以外は、参考例1と同様にして不織布を作製した。この研磨パッド用不織布の物性を表2に示した。

[0080] [参考例4]

ポリエチレンテレフタレートを用い、紡糸、延伸して、単繊維径18.5 μ mで長さ51 mmに切断した。この短繊維をニードルパンチにて機械的に絡合し、目付け308 g／m²の不織布を作製した。この研磨パッド用不織布の物性を表2に示した。

[0081] [参考例 5]

参考例 1 のバインダー繊維を単繊維径 $11.2\ \mu\text{m}$ に変更した以外は参考例 1 と同様にして不織布を作製した。この研磨パッド用不織布の物性を表 2 に示した。

[0082] [参考例 6]

参考例 5 の島成分をナイロン 6 からポリエチレンテレフタレート (PET) に変更した海島複合繊維を用いた以外は、参考例 5 と同様にして、不織布を作製した。この研磨パッド用不織布の物性を表 2 に示した。

[0083]

[表2]

項目	単位	参考例1	参考例2	参考例3	参考例4	参考例5	参考例6
主原綿	—	ナイロン6	ナイロン6	PET	PET	ナイロン6	PET
主原綿繊維径	μm	22.8	22.8	22.8	18.5	22.8	22.8
繊維長	mm	44	44	44	51	44	44
主原綿繊維比率	%	70%	70%	70%	100%	70%	70%
バインダー原綿(芯/鞘)	—	PET/PE	PET/PE	PET/PE	—	PET/PE	PET/PE
バインダー原綿繊維径	μm	14.4	15.1	14.4	—	11.2	11.2
バインダー原綿比率	%	30%	30%	30%	—	30%	30%
目付け	g/m ²	461	404	414	308	463	447
厚さ	mm	3.65	4.20	3.86	3.64	3.48	3.76
密度	g/cm ³	0.126	0.096	0.109	0.085	0.133	0.119
密度のR	g/cm ³	0.003	0.002	0.003	0.003	0.013	0.006
密度変動率	%	2.4	2.1	3.2	3.1	10.0	5.2
好強度	N/cm	192	188	104	124	184	139
好伸度	%	110	113	70	95	124	82
ヨコ強度	N/cm	145	146	138	153	182	170
ヨコ伸度	%	146	132	89	109	135	87
圧縮率	%	28.8	43.1	30.1	36.8	22.0	25.9
弾性率	%	83.3	75.3	84.1	81.3	81.3	82.7
通気度	cm ³ /cm ² ・s	77	125	108	129	62	72
曲げ硬さ	cN	95	65	111	78	111	161
目付け	g/m ²	319	325	314	—	322	325
厚さ	mm	2.52	2.64	2.67	—	2.50	2.41
密度	g/cm ³	0.126	0.123	0.118	—	0.129	0.135
密度のR	g/cm ³	0.003	0.002	0.002	—	0.015	0.005
密度変動率	%	2.1	2.0	1.9	—	12.0	3.5
タテ強度	N/cm	191	180	183	—	200	177
タテ伸度	%	80	62	67	—	83	74
ヨコ強度	N/cm	151	133	186	—	155	161
ヨコ伸度	%	117	91	78	—	112	82
通気度	cm ³ /cm ² ・se	40	74	73	—	39	48

[0084] 参考例1～3の不織布では、不織布の長さ方向の密度斑が小さくなった。
 この不織布を使用した研磨パッドは、繊維密度が均一であることから、研磨
 パッド表層から下層まで同じ繊維密度であり、研磨パッドを使用して厚みが

減少しても、研磨性能が変化することが無く、長寿命であった。またこの優れた研磨性能を有する研磨パッドを安定して生産し提供できるものであった。

。

[0085] [参考例 7]

以下の実施例にて用いる材料についてゼータ電位を測定したところ、それぞれのゼータ電位は、ナイロン（Ny 6）ナノファイバー「 -66.9 mV 」、ポリエステル（PET）ナノファイバー「 -25.1 mV 」であった。

[0086] さらに、上記の研磨レート測定用のシリカスラリー（１）（フジミインコーポレーテッド社製「コンポール 80」、粒径 72 nm ）のゼータ電位は「 -57.7 mV 」であった。また、シリカスラリー（２）（フジミインコーポレーテッド社製「DSC-0902」）のゼータ電位は「 -58.4 mV 」であった。また、試験後のスラリーの粒径を測定したところ、シリカスラリー（１）は「 122 nm 」、シリカスラリー（２）は「 125 nm 」であった、

次いで、ナノファイバーとシリカスラリーとの混合物について、ゼータ電位と試験後の粒径を測定したところ、下記の表 3 の結果となった。

[0087] 使用したスラリーよりもゼータ電位の小さい（マイナス側に大きい）ナイロンナノファイバーでは、スラリー（研磨剤）と混合した場合においてもゼータ電位がプラス側に変化することはなく、試験後の砥粒粒子の凝集が抑えられている。それに対して使用したスラリーよりもゼータ電位の大きい（プラス側にある）ポリエステルナノファイバーでは、スラリー（研磨剤）と混合した場合において、研磨剤本来のゼータ電位よりもプラス側に変化し、わずかながら砥粒粒子の凝集が起こっている。

[0088] [表 3]

	スラリー（１） ゼータ電位 mV ／粒径 nm	スラリー（２） ゼータ電位 mV ／粒径 nm
繊維無し	$-57.7 / 122$	$-58.4 / 125$
Ny 6 ナノファイバー	$-66.0 / 118$	$-73.4 / 129$
PET ナノファイバー	$-43.4 / 158$	$-56.7 / 182$

[0089] [実施例 5]

島成分としてナイロン 6 (N y 6)、海成分として 5-ナトリウムスルホイソフタル酸を共重合したポリエチレンテレフタレートを用い、紡糸、延伸して、海：島＝30：70、島数＝836、単繊維繊度 5.6 d t e x の海島型複合繊維を得た後、44 mm の長さに切断した。

[0090] この海島型複合繊維 70 w t % と、単繊維径 11.1 μ m、長さ 44 mm のポリエチレンテレフタレート／高密度ポリエチレン（融点 130℃）（芯／鞘重量比＝50／50）のバインダー短繊維 30 w t % とをニードルパンチにて機械的に絡合し、熱処理（150℃、1 分）を行って海島型複合繊維がバインダー繊維にて保持されたシートを得た。

[0091] その後、濃度 5 g / L の水酸化ナトリウム溶液中にて 90℃ で 60 分間処理（アルカリ減量処理）し、海島型複合繊維の海成分を抽出除去し、ナイロン 6 からなるナノファイバー短繊維束（単繊維径 0.7 μ m × 836 本） 62 w t % とその繊維束を固定するバインダー短繊維 38 w t % とからなる、目付け 330 g / m² の不織布を作製した。

[0092] 次に、得られた不織布にポリウレタン樹脂（100%モジュラス 35 MP a）を乾式工程にて 1 次含浸を実施し、引き続き、両面をスライスして厚さを 1.3 mm とした。さらにポリウレタン樹脂（100%モジュラス 100 MP a）を乾式工程にて 2 次含浸した。最後に両面をバフ加工（起毛加工）して立毛を形成すると同時に、表面を平滑にし、裏面に粘着テープを貼付けて研磨パッドとした。この研磨パッドの構成および研磨性能を表 4 に示した。

[0093] [実施例 6]

実施例 5 の島成分をナイロン 6 からポリエチレンテレフタレート（P E T）に変更した海島複合繊維を用いた以外は、実施例 5 と同様にして、研磨パッドを作製した。この研磨パッドの構成および研磨性能を表 4 に示した。

[0094] [実施例 7]

実施例 5 と同じ、ナイロン 6 極細繊維束とバインダー繊維からなる、目付

け 320 g/m²の不織布を作製した。

[0095] 次いで、乾式工程での1次含浸に代えて、得られた不織布にポリウレタン樹脂（100%モジュラス 80MPa）を湿式工程にて1次含浸を実施した以外は、実施例5と同様にして、スライス、2次樹脂含浸、バフ加工等を行い研磨パッドとした。この研磨パッドの構成および研磨性能を表4に示した。

[0096] [実施例8]

実施例6と同じ、ポリエチレンテレフタレート極細繊維束とバインダー繊維からなる、目付け320 g/m²の不織布を作製した。

[0097] 次いで実施例5において、乾式工程での1次含浸に代えて、得られた不織布にポリウレタン樹脂（100%モジュラス 80MPa）を湿式工程にて1次含浸を実施した以外は、実施例5と同様にして、スライス、2次樹脂含浸、バフ加工等を行い研磨パッドとした。この研磨パッドの構成および研磨性能を表4に併せて示した。

[0098] [比較例1、2]

実施例5の海島複合繊維に代えて、単繊維径18.5 μm、長さ51mmのナイロン6短繊維を用い、アルカリ減量処理を行わなかった以外は、実施例5と同様にして、目付け300 g/m²の不織布を作製した。

[0099] 次いで実施例5と同様に乾式1次樹脂含浸、スライス、乾式2次樹脂含浸、バフ加工等を行い研磨パッドとし、比較例1とした。

[0100] 一方、実施例7と同様に湿式1次樹脂含浸、スライス、乾式2次樹脂含浸、バフ加工等を行い研磨パッドとし、比較例2とした。

[0101] これらの研磨パッドの構成および研磨性能を表4に示した。

[0102] [比較例3、4]

実施例5の海島複合繊維に代えて、単繊維径18.5 μm、長さ51mmのポリエチレンテレフタレート短繊維を用い、アルカリ減量処理を行わなかった以外は、実施例5と同様にして、目付け300 g/m²の不織布を作製した。

- [0103] 次いで実施例 5 と同様に乾式 1 次樹脂含浸、スライス、乾式 2 次樹脂含浸、バフ加工等を行い研磨パッドとし、比較例 3 とした。
- [0104] 一方、実施例 7 と同様に湿式 1 次樹脂含浸、スライス、乾式 2 次樹脂含浸、バフ加工等を行い研磨パッドとし、比較例 4 とした。
- [0105] これらの研磨パッドの構成および研磨性能を表 4 に示した。
- [0106]

[表4]

	実施例 5	実施例 6	実施例 7	実施例 8	比較例 1	比較例 2	比較例 3	比較例 4
使用繊維	Ny 6	PET	Ny 6	PET	Ny 6	Ny 6	PET	PET
単繊維径 μm	0. 7	0. 7	0. 7	0. 7	18. 5	18. 5	18. 5	18. 5
一次樹脂含浸方法	乾式	乾式	湿式	湿式	乾式	湿式	乾式	湿式
繊維目付け	189	189	189	189	172	172	172	172
樹脂目付け	402	391	538	496	485	682	510	759
樹脂含浸比率 wt %	68. 0	67. 4	74. 0	72. 4	73. 8	79. 9	74. 8	81. 5
厚さ mm	1. 3	1. 3	1. 3	1. 3	1. 3	1. 3	1. 3	1. 3
表面粗さ μm	2. 9	3. 1	3. 6	3. 4	2. 8	3. 8	2. 6	5. 2
硬度	77	84	86	90	78	77	85	84
圧縮率 %	6. 4	5. 3	8. 6	7. 4	7. 2	6. 9	6. 5	6. 0
弾性率 %	81. 0	76. 5	75. 0	71. 2	82. 5	81. 2	79. 1	78. 3
接触角 °	103	98	67	71	87	59	80	57
研磨性能								
研磨レート $\mu\text{m/h}$	5. 16	4. 59	4. 49	4. 10	3. 95	3. 91	3. 82	3. 89
表面粗さ Ra nm	0. 32	0. 45	0. 25	0. 33	0. 25	0. 34	0. 30	0. 40

[0107] 実施例5、7はスラリーよりも使用繊維が高ゼータ電位（マイナス側）である、ナイロンナノファイバー繊維を使用した不織布に、ポリウレタン樹脂を含浸した研磨パッドである。実施例6、8は、ナイロンナノファイバー繊維に代えてポリエステルナノファイバー繊維を用いた研磨パッドである。比較例1、2はナイロンレギュラー繊維、比較例3、4はポリエステルレギュラー繊維を使用した研磨パッドである。

[0108] これらの実施例の研磨パッドでは、ナノファイバー繊維が束で存在することで繊維間空隙に砥粒を多く保持することができ、作用効率が上がり、被加工物の優れた平坦性と高研磨レートを実現できた。研磨パッド物性は高硬度で低圧縮率かつ低表面粗さであった。

[0109] なかでも、実施例5、7のナイロンナノファイバー繊維使い品のサファイア研磨性能が特に優れている。これらの研磨パッドは、高ゼータ電位（マイナス側）を有する、ナイロンナノファイバー繊維を使用することで、砥粒粒子の凝集を防ぎ、低表面粗さ（スクラッチレス）を実現したものであると考えられる。

産業上の利用可能性

[0110] 本発明によれば、長寿命でありながら、研磨レートが高く、被加工物の優れた平坦性を実現可能な研磨パッドおよびその製造方法が提供され、その工業的価値は極めて大である。

請求の範囲

- [請求項1] 研磨パッドであり、繊維径が $10 \sim 2500 \text{ nm}$ の極細繊維と、バインダー繊維と、高分子弾性体とを含むことを特徴とする研磨パッド。
- [請求項2] 空隙率が 50% 以上であり、かつ曲げ強度が 5.0 N/mm^2 以上である、請求項1に記載の研磨パッド。
- [請求項3] 表面が起毛している、請求項1または請求項2に記載の研磨パッド。
- [請求項4] 前記極細繊維においてゼータ電位が -20 mV 以下である、請求項1～3のいずれかに記載の研磨パッド。
- [請求項5] 前記極細繊維が、ポリアミドまたはポリエステルからなる、請求項1～4のいずれかに記載の研磨パッド。
- [請求項6] 前記バインダー繊維が芯鞘型複合繊維である、請求項1～5のいずれかに記載の研磨パッド。
- [請求項7] 前記極細繊維とバインダー繊維との重量比が(極細繊維／バインダー繊維) $50/50 \sim 97/3$ の範囲内である、請求項1～6のいずれかに記載の研磨パッド。
- [請求項8] 海成分と島径が $10 \sim 2500 \text{ nm}$ の島成分からなる海島型複合繊維と、バインダー繊維とを含む不織布から、前記海成分を除去し、高分子弾性体を付与することを特徴とする研磨パッドの製造方法。
- [請求項9] 前記海島型複合繊維とバインダー繊維との単繊維繊維度比が(海島型複合繊維：バインダー繊維) $1:0.49 \sim 1:0.70$ の範囲内である、請求項8に記載の研磨パッドの製造方法。
- [請求項10] 前記不織布がニードルパンチ不織布である、請求項8または請求項9に記載の研磨パッドの製造方法。
- [請求項11] 前記不織布の目付けが $300 \sim 600 \text{ g/m}^2$ の範囲内である、請求項8～10のいずれかに記載の研磨パッドの製造方法。
- [請求項12] 前記不織布においてタテまたはヨコ方向の引張強度が 100 N/c

m以上である、請求項8～11のいずれかに記載の研磨パッドの製造方法。

[請求項13] さらに表面を起毛する、請求項8～12のいずれかに記載の研磨パッドの製造方法。