



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 105014528 A

(43) 申请公布日 2015. 11. 04

(21) 申请号 201510188781. 6

(22) 申请日 2015. 04. 20

(30) 优先权数据

14/261893 2014. 04. 25 US

(71) 申请人 陶氏环球技术有限公司

地址 美国密歇根州

申请人 罗门哈斯电子材料 CMP 控股股份有限公司

(72) 发明人 B·钱 M·W·格鲁特

(74) 专利代理机构 上海专利商标事务所有限公司 31100

代理人 陈哲锋 江磊

(51) Int. Cl.

*B24B 37/24*(2012. 01)

*B24B 37/22*(2012. 01)

*B24B 37/10*(2012. 01)

*C08G 18/65*(2006. 01)

*C08G 18/40*(2006. 01)

*C08G 18/32*(2006. 01)

*C08G 18/10*(2006. 01)

权利要求书2页 说明书15页

(54) 发明名称

化学机械抛光垫

(57) 摘要

提供一种化学机械抛光垫,其含有具有抛光表面的抛光层,其中所述抛光层包含包括以下的成分的反应产物:异氰酸酯封端的氨基甲酸酯预聚物;和固化剂系统,其含有高分子量多元醇固化剂;和双官能固化剂。

1. 一种化学机械抛光垫,其包含:  
具有抛光表面的抛光层,其中所述抛光层包含包括以下的成分的反应产物:  
具有 8.5 到 9.5 重量%的未反应的 NCO 基团的异氰酸酯封端的氨基甲酸酯预聚物;和  
固化剂系统,其包含:  
10 到 60 重量%的高分子量多元醇固化剂,其中所述高分子量多元醇固化剂具有 2,500 到 100,000 的数量平均分子量  $M_n$ ;并且其中所述高分子量多元醇固化剂每分子具有平均 3 到 10 个羟基;和  
40 到 90 重量%的双官能固化剂。
2. 根据权利要求 1 所述的化学机械抛光垫,其中所述抛光表面适于抛光选自以下中的至少一者组成的群组的衬底:磁性衬底、光学衬底和半导体衬底。
3. 根据权利要求 1 所述的化学机械抛光垫,其中所述固化剂系统具有多个反应性氢基团并且所述异氰酸酯封端的氨基甲酸酯预聚物具有多个未反应的 NCO 基团;并且其中所述反应性氢基团与所述未反应的 NCO 基团的化学计量比是 0.85 到 1.15。
4. 根据权利要求 1 所述的化学机械抛光垫,其中所述抛光层展现大于  $0.6\text{g}/\text{cm}^3$  的密度;40 到 60 的肖氏 D(Shore D) 硬度;125 到 300%的断裂伸长率;1.5 到 4 的  $G'_{30/90}$  比;100 到 300 (MPa) 的拉伸模量;4 到  $10\ \mu\text{m}/\text{min}$  的湿式切割速率;和  $\geq 28$  的 300mm TEOS 去除速率比肖氏 D 硬度比 ( $\text{TEOS}_{300\ \text{RR}}/\text{肖氏 D 硬度}$ )。
5. 根据权利要求 4 所述的化学机械抛光垫,其中所述异氰酸酯封端的氨基甲酸酯预聚物具有 8.95 到 9.25 重量%的未反应的 NCO 基团。
6. 根据权利要求 2 所述的化学机械抛光垫,其中所述抛光表面具有螺旋槽图案形成于其中。
7. 一种制造根据权利要求 1 所述的化学机械抛光垫的方法,其包含:  
提供具有 8.5 到 9.5 重量%的未反应的 NCO 基团的异氰酸酯封端的氨基甲酸酯预聚物;和  
提供固化剂系统,其包含:  
10 到 60 重量%的高分子量多元醇固化剂,其中所述高分子量多元醇固化剂具有 2,500 到 100,000 的数量平均分子量  $M_n$ ;并且其中所述高分子量多元醇固化剂每分子具有平均 3 到 10 个羟基;和  
40 到 90 重量%的双官能固化剂;和  
将所述异氰酸酯封端的氨基甲酸酯预聚物和所述固化剂系统组合以形成组合;  
使所述组合反应以形成产物;  
由所述产物形成抛光层;和  
形成具有所述抛光层的所述化学机械抛光垫。
8. 根据权利要求 7 所述的方法,其进一步包含:  
提供多个微元件;  
其中所述多个微元件与所述异氰酸酯封端的氨基甲酸酯预聚物和所述固化剂系统组合以形成所述组合。
9. 一种抛光衬底的方法,其包含:  
提供化学机械抛光设备,其具有压板;

提供至少一个衬底；

提供根据权利要求 1 所述的化学机械抛光垫；

将所述化学机械抛光垫安装到所述压板上；

任选地在抛光表面与所述衬底之间的界面处提供抛光介质；

在所述抛光表面与所述衬底之间产生动态接触,其中至少某一材料由所述衬底去除。

10. 根据权利要求 9 所述的方法,其中所述至少一个衬底选自由以下中的至少一者组成的群组:磁性衬底、光学衬底和半导体衬底。

## 化学机械抛光垫

### 技术领域

[0001] 本发明涉及化学机械抛光垫以及制造和使用其的方法。更具体来说,本发明涉及一种化学机械抛光垫,其包含抛光层,其中所述抛光层展现大于  $0.6\text{g}/\text{cm}^3$  的密度;40 到 60 的肖氏 D(Shore D) 硬度;125 到 300% 的断裂伸长率;1.5 到 4 的  $G'_{30/90}$  比;100 到 300 (MPa) 的拉伸模量;4 到  $10\ \mu\text{m}/\text{min}$  的湿式切割速率; $\geq 28$  的 300mm TEOS 去除速率比肖氏 D 硬度比 (TEOS<sub>300 RR</sub>/肖氏 D 硬度);并且其中所述抛光层具有适于抛光衬底的抛光表面。

### 背景技术

[0002] 在集成电路和其它电子装置的制造中,多个导电、半导体和介电材料层沉积到半导体晶片的表面上并且由其去除。薄的导电、半导体和介电材料层可以使用多种沉积技术沉积。现代晶片加工中的常见沉积技术尤其包括也称为溅射的物理气相沉积 (PVD)、化学气相沉积 (CVD)、等离子体增强的化学气相沉积 (PECVD) 和电化学电镀 (ECP)。常见去除技术尤其包括湿式和干式各向同性和各向异性蚀刻。

[0003] 因为材料层依序沉积和去除,所以晶片的最上表面变得非平面的。因为后续半导体加工(例如,金属化)需要晶片具有平坦表面,所以晶片需要平面化。平面化适用于去除非所要表面形状和表面缺陷,例如粗糙表面、聚结材料、晶格损坏、刮痕和被污染的层或材料。

[0004] 化学机械平面化或化学机械抛光 (CMP) 是一种用以平面化或抛光工件(例如半导体晶片)的常见技术。在常规 CMP 中,将晶片载具或抛光头安装在载具组件上。抛光头固持晶片并且将晶片定位得与安装在 CMP 设备内的台子或压板上的抛光垫的抛光层接触。载具组件在晶片与抛光垫之间提供可控压力。同时,将抛光介质(例如,浆料)分配到抛光垫上并且抽取到晶片与抛光层之间的间隙中。为了实现抛光,抛光垫和晶片典型地相对于彼此旋转。随着抛光垫在晶片下面旋转,晶片扫除典型地环形的抛光轨迹或抛光区域,其中晶片的表面直接面对抛光层。通过对抛光层和表面上的抛光介质进行化学和机械作用对晶片表面抛光并且使其成平面。

[0005] 垫表面“调整”或“修整”对于维持一致抛光表面以获得稳定抛光性能来说是关键的。随时间推移,抛光垫的抛光表面磨损,消除抛光表面的巨纹理,一种称为“上光”的现象。抛光垫调整典型地通过用调整圆盘机械地研磨抛光表面而实现。调整圆盘具有典型地包含内嵌的金刚石点的粗糙调整表面。在 CMP 工艺中当抛光暂停时的间歇中断期间(“非原位”)或在 CMP 工艺在进行的同时(“原位”),使调整圆盘与抛光表面接触。典型地,调整圆盘在相对于抛光垫的旋转轴固定的位置旋转,并且随着抛光垫旋转而扫除环形调整区域。如所描述的调整工艺向垫表面中切割微观槽沟,研磨并且犁出垫材料并且更新抛光纹理。

[0006] 半导体装置变得日益复杂,具有更精细特征和更多金属化层。这种趋势需要抛光消费品有改进的性能以便维持平面度并且限制抛光缺陷。后者可能会引起导电线的电断路或短路,这将致使半导体装置非功能性。通常已知一种减少抛光缺陷(例如微刮痕或颤振

痕迹)的方法将使用更软的抛光垫。

[0007] 软的聚氨基甲酸酯抛光层家族由詹姆斯 (James) 等人公开于美国专利第 7, 074, 115 号中。詹姆斯等人公开一种抛光垫, 其包含异氰酸酯封端的氨基甲酸酯预聚物与芳香族二胺或多胺固化剂的反应产物, 其中所述反应产物展现至少 0.1 体积%的孔隙率; 385 到 7501/Pa 的 40°C 并且 1 拉德 / 秒下 KEL 能量损耗因数; 和 100 到 400MPa 的 40°C 并且 1 拉德 / 秒下模量  $E'$ 。

[0008] 如上文所描述, 有必要金刚石调整化学机械抛光垫的表面以产生对于最优抛光性能有利的巨纹理。然而, 难以在常规抛光层材料 (例如詹姆斯等人描述的材料) 中产生此类纹理, 因为这些材料展现高延展性, 如通过拉伸断裂伸长率值所测量。因此, 当这些材料经历用金刚石调整圆盘的调整而非向垫表面中切割槽沟时, 调整圆盘中的金刚石仅将垫材料向旁边推动而不切割。因此, 在这些常规材料的表面由于用金刚石调整圆盘调整而产生极小的纹理。

[0009] 这些常规化学机械抛光垫材料的另一个相关问题在加工工艺期间出现以在垫表面形成巨型凹槽图案。常规化学机械抛光垫典型地具备切入其抛光表面中的凹槽图案以促进浆料流动并且由垫 - 晶片界面去除抛光碎片。此类凹槽经常使用车床或通过 CNC 铣床切入抛光垫的抛光表面中。然而, 在软垫材料的情况下, 发生类似于金刚石调整的问题, 使得在切割钻头通过之后, 垫材料仅回弹并且形成的凹槽围住自身。因此, 凹槽品质不良, 并且更难以成功地用此类软材料制造商业上可接受的垫。这个问题随着垫材料的硬度降低而恶化。

[0010] 因此, 持续需要如下化学机械抛光垫, 其提供与低缺陷调配物所相关的概况充分相关的物理性质概况, 但其还赋予抛光层以增强的可调整性 (即, 展现 25 到 150  $\mu\text{m/hr}$  的切割速率)。

## 发明内容

[0011] 本发明提供一种化学机械抛光垫, 其包含: 具有抛光表面的抛光层, 其中所述抛光层包含包括以下的成分的反应产物: 具有 8.5 到 9.5 重量%的未反应的 NCO 基团的异氰酸酯封端的氨基甲酸酯预聚物; 和固化剂系统, 其包含: 10 到 60 重量%的高分子量多元醇固化剂, 其中所述高分子量多元醇固化剂具有 2, 500 到 100, 000 的数量平均分子量  $M_n$ ; 并且其中所述高分子量多元醇固化剂每分子具有平均 3 到 10 个羟基; 和 40 到 90 重量%的双官能固化剂。

[0012] 本发明提供一种化学机械抛光垫, 其包含: 具有抛光表面的抛光层, 其中所述抛光层包含包括以下的成分的反应产物: 具有 8.5 到 9.5 重量%的未反应的 NCO 基团的异氰酸酯封端的氨基甲酸酯预聚物; 和固化剂系统, 其包含: 10 到 60 重量%的高分子量多元醇固化剂, 其中所述高分子量多元醇固化剂具有 2, 500 到 100, 000 的数量平均分子量  $M_n$ ; 其中所述高分子量多元醇固化剂每分子具有平均 3 到 10 个羟基; 和 40 到 90 重量%的双官能固化剂; 并且其中所述抛光表面适于抛光选自以下中的至少一者组成的群组的衬底: 磁性衬底、光学衬底和半导体衬底。

[0013] 本发明提供一种化学机械抛光垫, 其包含: 具有抛光表面的抛光层, 其中所述抛光层包含包括以下的成分的反应产物: 具有 8.5 到 9.5 重量%的未反应的 NCO 基团的异氰酸

酯封端的氨基甲酸酯预聚物；和固化剂系统，其包含：10 到 60 重量%的高分子量多元醇固化剂，其中所述高分子量多元醇固化剂具有 2,500 到 100,000 的数量平均分子量 $M_n$ ；并且其中所述高分子量多元醇固化剂每分子具有平均 3 到 10 个羟基；和 40 到 90 重量%的双官能固化剂；其中所述固化剂系统具有多个反应性氢基团并且所述异氰酸酯封端的氨基甲酸酯预聚物具有多个未反应的 NCO 基团；并且其中所述反应性氢基团与所述未反应的 NCO 基团的化学计量比是 0.85 到 1.15。

[0014] 本发明提供一种化学机械抛光垫，其包含：具有抛光表面的抛光层，其中所述抛光层包含包括以下的成分的反应产物：具有 8.5 到 9.5 重量%的未反应的 NCO 基团的异氰酸酯封端的氨基甲酸酯预聚物；和固化剂系统，其包含：10 到 60 重量%的高分子量多元醇固化剂，其中所述高分子量多元醇固化剂具有 2,500 到 100,000 的数量平均分子量 $M_n$ ；其中所述高分子量多元醇固化剂每分子具有平均 3 到 10 个羟基；和 40 到 90 重量%的双官能固化剂；并且其中所述抛光层展现大于 0.6g/cm<sup>3</sup>的密度；40 到 60 的肖氏 D 硬度；125 到 300%的断裂伸长率；1.5 到 4 的 G' 30/90 比；100 到 300 (MPa) 的拉伸模量；4 到 10  $\mu$ m/min 的湿式切割速率；和  $\geq 28$  的 300mm TEOS 去除速率比肖氏 D 硬度比 (TEOS<sub>300 RR</sub>/ 肖氏 D 硬度)。

[0015] 本发明提供一种化学机械抛光垫，其包含：具有抛光表面的抛光层，其中所述抛光层包含包括以下的成分的反应产物：具有 8.95 到 9.25 重量%的未反应的 NCO 基团的异氰酸酯封端的氨基甲酸酯预聚物；和固化剂系统，其包含：10 到 60 重量%的高分子量多元醇固化剂，其中所述高分子量多元醇固化剂具有 2,500 到 100,000 的数量平均分子量 $M_n$ ；其中所述高分子量多元醇固化剂每分子具有平均 3 到 10 个羟基；和 40 到 90 重量%的双官能固化剂；并且其中所述抛光层展现大于 0.6g/cm<sup>3</sup>的密度；40 到 60 的肖氏 D 硬度；125 到 300%的断裂伸长率；1.5 到 4 的 G' 30/90 比；100 到 300 (MPa) 的拉伸模量；4 到 10  $\mu$ m/min 的湿式切割速率；和  $\geq 28$  的 300mm TEOS 去除速率比肖氏 D 硬度比 (TEOS<sub>300 RR</sub>/ 肖氏 D 硬度)。

[0016] 本发明提供一种化学机械抛光垫，其包含：具有抛光表面的抛光层，其中所述抛光层包含包括以下的成分的反应产物：具有 8.5 到 9.5 重量%的未反应的 NCO 基团的异氰酸酯封端的氨基甲酸酯预聚物；和固化剂系统，其包含：10 到 60 重量%的高分子量多元醇固化剂，其中所述高分子量多元醇固化剂具有 2,500 到 100,000 的数量平均分子量 $M_n$ ；其中所述高分子量多元醇固化剂每分子具有平均 3 到 10 个羟基；和 40 到 90 重量%的双官能固化剂；并且其中所述抛光表面具有螺旋槽图案形成于其中；其中所述抛光表面适于抛光选自自由以下中的至少一者组成的群组的衬底：磁性衬底、光学衬底和半导体衬底。

[0017] 本发明提供一种制造根据本发明的化学机械抛光垫的方法，其包含：提供具有 8.5 到 9.5 重量%的未反应的 NCO 基团的异氰酸酯封端的氨基甲酸酯预聚物；和提供固化剂系统，其包含：10 到 60 重量%的高分子量多元醇固化剂，其中所述高分子量多元醇固化剂具有 2,500 到 100,000 的数量平均分子量 $M_n$ ；并且其中所述高分子量多元醇固化剂每分子具有平均 3 到 10 个羟基；和 40 到 90 重量%的双官能固化剂；和将所述异氰酸酯封端的氨基甲酸酯预聚物和所述固化剂系统组合以形成组合；使所述组合反应以形成产物；由所述产物形成抛光层；和形成具有所述抛光层的所述化学机械抛光垫。

[0018] 本发明提供一种制造根据本发明的化学机械抛光垫的方法，其包含：提供具有 8.5 到 9.5 重量%的未反应的 NCO 基团的异氰酸酯封端的氨基甲酸酯预聚物；提供多个微元件；和提供固化剂系统，其包含：10 到 60 重量%的高分子量多元醇固化剂，其中所述高分

子量多元醇固化剂具有 2,500 到 100,000 的数量平均分子量  $M_n$ ; 并且其中所述高分子量多元醇固化剂每分子具有平均 3 到 10 个羟基; 和 40 到 90 重量%的双官能固化剂; 和将所述异氰酸酯封端的氨基甲酸酯预聚物、所述多个微元件和所述固化剂系统组合以形成组合; 使所述组合反应以形成产物; 由所述产物形成抛光层; 和形成具有所述抛光层的所述化学机械抛光垫。

[0019] 本发明提供一种抛光衬底的方法, 其包含: 提供化学机械抛光设备, 其具有压板; 提供至少一个衬底; 提供根据本发明的化学机械抛光垫; 将所述化学机械抛光垫安装到所述压板上; 任选地在抛光表面与所述衬底之间的界面处提供抛光介质; 在所述抛光表面与所述衬底之间产生动态接触, 其中至少某一材料由所述衬底去除。

[0020] 本发明提供一种抛光衬底的方法, 其包含: 提供化学机械抛光设备, 其具有压板; 提供至少一个衬底, 其中所述至少一个衬底选自由以下中的至少一者组成的群组: 磁性衬底、光学衬底和半导体衬底; 提供根据本发明的化学机械抛光垫; 将所述化学机械抛光垫安装到所述压板上; 任选地在抛光表面与所述衬底之间的界面处提供抛光介质; 在所述抛光表面与所述衬底之间产生动态接触, 其中至少某一材料由所述衬底去除。

### 具体实施方式

[0021] 本发明的化学机械抛光垫具有抛光层, 其展现物理性质的与低缺陷抛光性能充分相关的所要平衡和可调整性两者以促进使用金刚石调整圆盘形成巨纹理, 同时维持高抛光速率。因此, 通过本发明的抛光层实现的性质平衡使得能够例如以高效速率抛光半导体晶片, 而不会因产生可能会危害半导体装置的电完整性的微观刮痕缺陷而损伤晶片表面。

[0022] 如本文中中和所附权利要求书中所用, 术语“抛光介质”涵盖含颗粒的抛光溶液和不含颗粒的抛光溶液, 例如无磨料并且反应性的液体抛光溶液。

[0023] 如本文中中和所附权利要求书中所用, 术语“TEOS<sub>300 RR</sub>/肖氏 D 硬度”是既定抛光层的 TEOS 去除速率与肖氏 D 硬度的比率, 定义如下:

[0024]  $\text{TEOS}_{300 \text{ RR}}/\text{肖氏 D 硬度} = (\text{TEOS}_{300 \text{ RR}}) \div \text{肖氏 D 硬度}$

[0025] 其中  $\text{TEOS}_{300 \text{ RR}}$  是抛光层的根据本文中如下在抛光实例中阐述的程序测量的以  $\text{\AA}/\text{min}$  为单位的 TEOS 去除速率; 并且肖氏 D 硬度是抛光层的根据 ASTM D2240 测量的硬度。

[0026] 如本文中中和所附权利要求书中所用, 术语“G' 30/90 比”是既定抛光层的剪切模量 (在 30°C 下)  $G'_{30}$  与剪切模量 (在 90°C 下)  $G'_{90}$  的比率, 定义如下:

[0027]  $G'_{30}/90 \text{ 比} = G'_{30} \div G'_{90}$

[0028] 其中抛光层的  $G'_{30}$  和  $G'_{90}$  分别在 30°C 和 90°C 下根据 ASTM D5279-13 测量。

[0029] 本发明的化学机械抛光垫包含: 具有抛光表面的抛光层, 其中所述抛光层包含包括以下的成分的反应产物: 具有 8.5 到 9.5 重量% (优选地 8.75 到 9.5 重量%; 更优选地 8.75 到 9.25; 最优选地 8.95 到 9.25 重量%) 的未反应的 NCO 基团的异氰酸酯封端的氨基甲酸酯预聚物; 和固化剂系统, 其包含: 10 到 60 重量% (优选地 15 到 50 重量%; 更优选地 20 到 40 重量%; 最优选地 20 到 30 重量%) 的高分子量多元醇固化剂, 其具有 2,500 到 100,000 (优选地 5,000 到 50,000; 更优选地 7,500 到 25,000; 最优选地 10,000 到 12,000) 的数量平均分子量  $M_n$ , 并且每分子具有平均三到十个 (优选地四到八个; 更优选地五到七个; 最优选地六个) 羟基; 和 40 到 90 重量% (优选地 50 到 85 重量%; 更优选地 60 到 80

重量% ;最优选地 70 到 80 重量%) 的双官能固化剂。

[0030] 本发明的化学机械抛光垫的抛光层的抛光表面适于抛光衬底。优选地,抛光表面适于抛光选自以下中的至少一者的衬底:磁性衬底、光学衬底和半导体衬底。更优选地,抛光表面适于抛光半导体衬底。最优选地,抛光表面适于抛光半导体衬底的 TEOS 氧化物表面。

[0031] 优选地,抛光表面具有选自穿孔和凹槽中的至少一者的巨纹理。穿孔可以从抛光表面延伸部分或全部通过抛光层的厚度。优选地,凹槽配置在抛光表面上,使得在抛光期间旋转化学机械抛光垫后,至少一个凹槽向被抛光的衬底的表面扩展。优选地,抛光表面具有包括至少一个选自由以下组成的群组的凹槽的巨纹理:曲面凹槽、线性凹槽和其组合。

[0032] 优选地,本发明的化学机械抛光垫的抛光层具有具备包含凹槽图案形成于其中的巨纹理的抛光表面。优选地,凹槽图案包含多个凹槽。更优选地,凹槽图案选自凹槽设计。优选地,凹槽设计选自由以下组成的群组:同心凹槽(其可以是圆形或螺旋形的)、曲面凹槽、交叉影线凹槽(例如,配置为垫表面上的 X-Y 网格)、其它规则设计(例如,六角形、三角形)、轮胎面型图案、不规则设计(例如,分形图案)和其组合。更优选地,凹槽设计选自由以下组成的群组:随机凹槽、同心凹槽、螺旋形凹槽、交叉影线凹槽、X-Y 网格凹槽、六角形凹槽、三角形凹槽、分形凹槽和其组合。最优选地,抛光表面具有螺旋槽图案形成于其中。凹槽形态优选地选自具有直式侧壁的矩形或凹槽截面可以是“V”形、“U”形、锯齿和其组合。

[0033] 用于形成本发明的化学机械抛光垫的抛光层的异氰酸酯封端的氨基甲酸酯预聚物优选地包含包括以下的成分的反应产物:多官能异氰酸酯和预聚物多元醇。

[0034] 优选地,多官能异氰酸酯选自由以下组成的群组:脂肪族多官能异氰酸酯、芳香族多官能异氰酸酯和其混合物。更优选地,多官能异氰酸酯是选自由以下组成的群组的二异氰酸酯:2,4- 甲苯二异氰酸酯;2,6- 甲苯二异氰酸酯;4,4' - 二苯基甲烷二异氰酸酯;萘-1,5- 二异氰酸酯;联甲苯胺二异氰酸酯;对苯二异氰酸酯;亚二甲苯二异氰酸酯;异佛尔酮二异氰酸酯;六亚甲基二异氰酸酯;4,4' - 二环己基甲烷二异氰酸酯;环己烷二异氰酸酯;和其混合物。

[0035] 优选地,预聚物多元醇优选地选自由以下组成的群组:二醇、多元醇、多元醇二醇、其共聚物和其混合物。更优选地,预聚物多元醇选自由以下组成的群组:聚醚多元醇(例如,聚(氧基四亚甲基)二醇、聚(氧丙烯)二醇、聚(氧乙烯)二醇);聚碳酸酯多元醇;聚酯多元醇;聚己内酯多元醇;其混合物;和其与一或多种选自由以下组成的群组的低分子量多元醇的混合物:乙二醇;1,2- 丙二醇;1,3- 丙二醇;1,2- 丁二醇;1,3- 丁二醇;2- 甲基-1,3- 丙二醇;1,4- 丁二醇;新戊二醇;1,5- 戊二醇;3- 甲基-1,5- 戊二醇;1,6- 己二醇;二乙二醇;二丙二醇;和三丙二醇。更优选地,预聚物多元醇选自由以下中的至少一者组成的群组:聚四亚甲基醚二醇 (PTMEG);聚丙烯醚二醇 (PPG) 和聚乙烯醚二醇 (PEG);任选地与至少一种选自由以下组成的群组的低分子量多元醇混合:乙二醇;1,2- 丙二醇;1,3- 丙二醇;1,2- 丁二醇;1,3- 丁二醇;2- 甲基-1,3- 丙二醇;1,4- 丁二醇;新戊二醇;1,5- 戊二醇;3- 甲基-1,5- 戊二醇;1,6- 己二醇;二乙二醇;二丙二醇;和三丙二醇。最优选地,预聚物多元醇主要是(即, $\geq 90$  重量%)PTMEG。

[0036] 优选地,异氰酸酯封端的氨基甲酸酯预聚物具有 8.5 到 9.5 重量%(更优选地 8.75 到 9.5 重量%;更优选地 8.75 到 9.25 ;最优选地 8.95 到 9.25 重量%)的未反应的异



氰酸酯 (NCO) 浓度。可商购的异氰酸酯封端的氨基甲酸酯预聚物的实例包括 Imuthane® 预聚物 (获自美国 COIM 公司 (COIM USA, Inc.)), 例如 PET-80A、PET-85A、PET-90A、PET-93A、PET-95A、PET-60D、PET-70D、PET-75D); Adiprene® 预聚物 (获自科聚亚 (Chemtura), 例如 LF 800A、LF 900A、LF 910A、LF 930A、LF 931A、LF 939A、LF 950A、LF 952A、LF 600D、LF 601D、LF 650D、LF 667、LF 700D、LF750D、LF751D、LF752D、LF753D 和 L325); Andur® 预聚物 (获自安德森发展公司 (Anderson Development Company), 例如 70APLF、80APLF、85APLF、90APLF、95APLF、60DPLF、70APLF、75APLF)。

[0037] 优选地, 异氰酸酯封端的氨基甲酸酯预聚物是具有小于 0.1 重量%的游离甲苯二异氰酸酯 (TDI) 单体含量的低游离异氰酸酯封端的氨基甲酸酯预聚物。

[0038] 用于形成本发明的化学机械抛光垫的抛光层的固化剂系统优选地含有: 10 到 60 重量% (优选地 15 到 50 重量%; 更优选地 20 到 40 重量%; 最优选地 20 到 30 重量%) 的高分子量多元醇固化剂; 和 40 到 90 重量% (优选地 50 到 85 重量%; 更优选地 60 到 80 重量%; 最优选地 70 到 80 重量%) 的双官能固化剂。

[0039] 优选地, 高分子量多元醇固化剂具有 2,500 到 100,000 的数量平均分子量  $M_n$ 。更优选地, 所用高分子量多元醇固化剂具有 5,000 到 50,000 (更优选地 7,500 到 25,000; 最优选地 10,000 到 12,000) 的数量平均分子量  $M_n$ 。

[0040] 优选地, 高分子量多元醇固化剂每分子具有平均三到十个羟基。更优选地, 所用高分子量多元醇固化剂每分子具有平均四到八个 (更优选地五到七个; 最优选地六个) 羟基。

[0041] 可商购的高分子量多元醇固化剂的实例包括 Specflex® 多元醇、Voranol® 多元醇和 Voralux® 多元醇 (获自陶氏化学公司 (The Dow Chemical Company)); Multranol® 专用多元醇和 Ultracel® 柔性多元醇 (获自拜耳材料科技有限责任公司 (Bayer MaterialScience LLC)); 和 Pluracol® 多元醇 (获自巴斯夫 (BASF))。多种优选的高分子量多元醇固化剂列于表 1 中。

[0042] 表 1

[0043]

高分子量多元醇固化剂	OH 基团数 /molecule	$M_n$	羟基数 (mg KOH/g)
Multranol® 3901 多元醇	3.0	6,000	28
Pluracol® 1385 多元醇	3.0	3,200	50
Pluracol® 380 多元醇	3.0	6,500	25
Pluracol® 1123 多元醇	3.0	7,000	24
ULTRACEL® 3000 多元醇	4.0	7,500	30
SPECFLEX® NC630 多元醇	4.2	7,602	31
SPECFLEX® NC632 多元醇	4.7	8,225	32
VORALUX® HF 505 多元醇	6.0	11,400	30
MULTRANOL® 9185 多元醇	6.0	3,366	100
VORANOL® 4053 多元醇	6.9	12,420	31

[0044] 优选地, 双官能固化剂选自二醇和二胺。更优选地, 所用双官能固化剂是选自由以下组成的群组的二胺: 伯胺和仲胺。更优选地, 所用双官能固化剂选自由以下组成的群

组：二乙基甲苯二胺 (DETDA)；3,5-二甲基硫基-2,4-甲苯二胺和其异构体；3,5-二乙基甲苯-2,4-二胺和其异构体（例如，3,5-二乙基甲苯-2,6-二胺）；4,4'-双-(仲丁基氨基)-二苯基甲烷；1,4-双-(仲丁基氨基)-苯；4,4'-亚甲基-双-(2-氯苯胺)；4,4'-亚甲基-双-(3-氯-2,6-二乙基苯胺) (MCDEA)；聚环丁烷氧化物-二-对氨基苯甲酸酯；N,N'-二烷基二氨基二苯基甲烷；p,p'-亚甲基二苯胺 (MDA)；间苯二胺 (MPDA)；4,4'-亚甲基-双-(2-氯苯胺) (MBOCA)；4,4'-亚甲基-双-(2,6-二乙基苯胺) (MDEA)；4,4'-亚甲基-双-(2,3-二氯苯胺) (MDCA)；4,4'-二氨基-3,3'-二乙基-5,5'-二甲基二苯基甲烷；2,2',3,3'-四氯二氨基二苯基甲烷；丙二醇二-对氨基苯甲酸酯；和其混合物。最优选地，所用二胺固化剂选自由以下组成的群组：4,4'-亚甲基-双-(2-氯苯胺) (MBOCA)；4,4'-亚甲基-双-(3-氯-2,6-二乙基苯胺) (MCDEA)；和其异构体。

[0045] 优选地，固化剂系统的组分（即，高分子量多元醇固化剂和双官能固化剂）中所含有的反应性氢基团的总和（即，胺 ( $\text{NH}_2$ ) 基团和羟基 (OH) 基团的总和）除以用于形成本发明的化学机械抛光垫的抛光层的异氰酸酯封端的氨基甲酸酯预聚物中的未反应的异氰酸酯 (NCO) 基团（即，化学计量比）优选地是 0.85 到 1.15（更优选地 0.85 到 1.05；最优选地 0.85 到 1.0）。

[0046] 本发明的化学机械抛光垫的抛光层任选地进一步包含多个微元件。优选地，多个微元件均匀地分散遍及抛光层。优选地，多个微元件选自包埋气泡、中空核心聚合材料、液体填充的中空核心聚合材料、水溶性材料和不溶性相材料（例如，矿物油）。更优选地，多个微元件选自均匀地分布遍及抛光层的包埋气泡和中空核心聚合材料。优选地，多个微元件具有小于  $150\ \mu\text{m}$ （更优选地小于  $50\ \mu\text{m}$ ；最优选地 10 到  $50\ \mu\text{m}$ ）的重量平均直径。优选地，多个微元件包含具有聚丙烯腈或聚丙烯腈共聚物壳壁的聚合微气球（例如，来自阿克苏诺贝尔 (Akzo Nobel) 的 **Expancel**<sup>®</sup> 微球）。优选地，多个微元件以 0 到 35 体积%孔隙率（更优选地 10 到 25 体积%孔隙率）并入到抛光层中。

[0047] 本发明的化学机械抛光垫的抛光层可以按多孔和无孔（即，未填充的）构型提供。优选地，本发明的化学机械抛光垫的抛光层展现  $\geq 0.6\text{g}/\text{cm}^3$  的密度，如根据 ASTM D1622 所测量。更优选地，本发明的化学机械抛光垫的抛光层展现 0.7 到  $1.1\text{g}/\text{cm}^3$ （更优选地 0.75 到 1.0；最优选地 0.75 到 0.95）的密度，如根据 ASTM D1622 所测量。

[0048] 优选地，本发明的化学机械抛光垫的抛光层展现 40 到 60 的肖氏 D 硬度，如根据 ASTM D2240 所测量。更优选地，本发明的化学机械抛光垫的抛光层展现 45 到 55（最优选地 50 到 55）的肖氏 D 硬度，如根据 ASTM D2240 所测量。

[0049] 优选地，本发明的化学机械抛光垫的抛光层展现 125 到 300%（更优选地 140 到 300%；最优选地 150 到 200%）的断裂伸长率，如根据 ASTM D412 所测量。

[0050] 优选地，本发明的化学机械抛光垫的抛光层展现 4 到  $10\ \mu\text{m}/\text{min}$  的湿式切割速率，如使用本文中实例中所描述的方法测量。更优选地，本发明的化学机械抛光垫的抛光层展现 4.5 到  $7\ \mu\text{m}/\text{min}$ （更优选地 4.5 到  $6\ \mu\text{m}/\text{min}$ ；最优选地 4.5 到  $5.5\ \mu\text{m}/\text{min}$ ）的湿式切割速率，如使用本文中实例中所描述的方法测量。

[0051] 优选地，本发明的化学机械抛光垫的抛光层展现 50 到 250MPa（更优选地 50 到 200MPa；最优选地 100 到 200MPa）的剪切模量（在  $30^\circ\text{C}$  下） $G'_{30}$ ，如根据 ASTM D5279-13 所测量。

[0052] 优选地,本发明的化学机械抛光垫的抛光层展现 45 到 200MPa 的剪切模量(在 40°C 下)  $G'_{40}$ ,如根据 ASTM D5279-13 所测量。

[0053] 优选地,本发明的化学机械抛光垫的抛光层展现 3 到 20MPa 的剪切损耗模量(在 40°C 下)  $G''_{40}$ ,如根据 ASTM D5279-13 所测量。

[0054] 优选地,本发明的化学机械抛光垫的抛光层展现 1.5 到 4(更优选地 2 到 4)的  $G'_{30/90}$  比,如根据 ASTM D5279-13 所测量。

[0055] 优选地,本发明的化学机械抛光垫的抛光层展现 20 到 70MPa(更优选地 20 到 50MPa;最优选地 25 到 40MPa)的韧性,如根据 ASTM D1708-10 所测量。

[0056] 优选地,本发明的化学机械抛光垫的抛光层展现 10 到 35MPa(更优选地 15 到 30MPa;最优选地 15 到 25MPa)的拉伸强度,如根据 ASTM D1708-10 所测量。

[0057] 展现高断裂伸长率值的抛光层材料当经历加工操作时倾向于可逆地变形,这在不充足的金刚石调整期间导致不可接受地不良的凹槽形成和纹理产生。用于形成本发明的化学机械抛光垫的抛光层的独特固化剂系统提供 40 到 60 的肖氏 D 硬度结合 125 到 300% 的断裂伸长率,如根据 ASTM D412 所测量。优选地,本发明的化学机械抛光垫的抛光层展现 40 到 60(优选地 45 到 55;更优选地 50 到 55)的肖氏 D 硬度和 140 到 300%(优选地 150 到 300%;更优选地 150 到 200%)的断裂伸长率,如根据 ASTM D412 所测量。

[0058] 更软的抛光层材料倾向于以比更硬的抛光层材料更低的速率抛光衬底。尽管如此,更软的抛光层材料倾向于产生比更硬的抛光层材料更少的抛光缺陷。用于形成本发明的化学机械抛光垫的抛光层的独特固化剂系统提供  $\geq 28$ (优选地 28 到 100;更优选地 30 到 60;最优选地 30 到 50)的改进的 TEOS<sub>300 RR</sub>/肖氏 D 硬度,其中 TEOS<sub>300 RR</sub>/肖氏 D 硬度在本文中实例中阐述的条件下测量。

[0059] 优选地,抛光层具有 20 到 150 密耳的平均厚度。更优选地,抛光层具有 30 到 125 密耳(更优选地 40 到 120 密耳;最优选地 50 到 100 密耳)的平均厚度。

[0060] 优选地,本发明的化学机械抛光垫适于与抛光机的压板介接。优选地,化学机械抛光垫适于附着到抛光机的压板。优选地,化学机械抛光垫可以使用压敏性粘合剂和真空中的至少一者附着到压板。

[0061] 本发明的化学机械抛光垫任选地进一步包含至少一个与抛光层介接的额外层。优选地,化学机械抛光垫任选地进一步包含粘附于抛光层的可压缩基层。可压缩基层优选地改进抛光层与被抛光的衬底的表面的顺应性。

[0062] 衬底抛光操作中的重要步骤是确定工艺的端点。一种用于端点检测的常用就地方法包括提供具有窗的抛光垫,所述窗对于选择波长的光是透明的。在抛光期间,光束被引导通过窗到衬底表面,其中其反射并且回通过窗到检测器(例如,分光光度计)。基于返回信号,可以测定衬底表面的性质(例如,其上的膜的厚度)以用于端点检测目的。为了促进此类基于光的端点方法,本发明的化学机械抛光垫任选地进一步包含端点检测窗。优选地,端点检测窗选自并入到抛光层中的整体窗;和封闭并入到化学机械抛光垫中的塞就位端点检测窗。本领域的普通技术人员将知晓选择用于适用于预期抛光工艺中的端点检测窗的适当构造材料。

[0063] 优选地,制造本发明的化学机械抛光垫的方法包含:提供具有 8.5 到 9.5 重量%(优选地 8.75 到 9.5 重量%;更优选地 8.75 到 9.25;最优选地 8.95 到 9.25 重量%)的未

反应的 NCO 基团的异氰酸酯封端的氨基甲酸酯预聚物 ; 和提供固化剂系统, 其包含 : (i) 提供 10 到 60 重量% ( 优选地 15 到 50 重量% ; 更优选地 20 到 40 重量% ; 最优选地 20 到 30 重量% ) 的高分子量多元醇固化剂, 其中高分子量多元醇固化剂具有 2,500 到 100,000 ( 优选地 5,000 到 50,000 ; 更优选地 7,500 到 25,000 ; 最优选地 10,000 到 12,000 ) 的数量平均分子量  $M_n$ ; 并且其中高分子量多元醇固化剂每分子具有平均三到十个 ( 优选地四到八个 ; 更优选地五到七个 ; 最优选地六个 ) 羟基 ; 并且 (ii) 提供 40 到 90 重量% ( 优选地 50 到 85 重量% ; 更优选地 60 到 80 重量% ; 最优选地 70 到 80 重量% ) 的双官能固化剂 ; 将所述异氰酸酯封端的氨基甲酸酯预聚物和所述固化剂系统组合以形成组合 ; 使所述组合反应以形成产物 ; 由所述产物形成抛光层 ; 和形成具有所述抛光层的所述化学机械抛光垫。

[0064] 制造本发明的化学机械抛光垫的方法任选地进一步包含 : 提供多个微元件 ; 并且其中所述多个微元件与所述异氰酸酯封端的氨基甲酸酯预聚物和所述固化剂系统组合以形成所述组合。

[0065] 制造本发明的化学机械抛光垫的方法任选地进一步包含 : 提供模具 ; 将组合倾注到模具中 ; 和使组合在模具中反应以形成经固化的饼状物 ; 其中抛光层来源于经固化的饼状物。优选地, 经固化的饼状物被切削以由单一经固化的饼状物得到多个抛光层。任选地, 所述方法进一步包含加热经固化的饼状物以促进切削操作。优选地, 在切削操作期间使用红外加热灯加热经固化的饼状物, 其中将经固化的饼状物切削成多个抛光层。

[0066] 制造本发明的化学机械抛光垫的方法任选地进一步包含 : 提供至少一个额外层 ; 和使至少一个额外层与抛光层介接以形成化学机械抛光垫。优选地, 至少一个额外层与抛光层通过已知技术、例如通过使用粘合剂 ( 例如, 压敏性粘合剂、热熔性粘合剂、接触粘合剂 ) 介接。

[0067] 制造本发明的化学机械抛光垫的方法任选地进一步包含 : 提供端点检测窗 ; 和将端点检测窗并入到化学机械抛光垫中。

[0068] 本发明的化学机械抛光衬底的方法优选地包含 : 提供化学机械抛光设备, 其具有压板 ; 提供至少一个待抛光的衬底 ( 优选地, 其中衬底选自由以下中的至少一者组成的群组 : 磁性衬底、光学衬底和半导体衬底 ; 更优选地, 其中衬底是半导体衬底 ; 最优选地, 其中衬底是具有暴露的 TEOS 表面的半导体晶片 ) ; 提供本发明的化学机械抛光垫 ; 将所述化学机械抛光垫安装到所述压板上 ; 任选地在化学机械抛光垫的抛光表面与衬底之间的界面处提供抛光介质 ( 优选地, 其中抛光介质选自由以下组成的群组 : 抛光浆料和不含磨料的反应性液体调配物 ) ; 在所述抛光表面与所述衬底之间产生动态接触, 其中至少某一材料由所述衬底去除 ; 和任选地用磨料调整器调整抛光表面。优选地, 在本发明的方法中, 所提供的化学机械抛光设备进一步包括光源和光传感器 ( 优选地多传感器摄谱仪 ) ; 并且所提供的化学机械抛光垫进一步包括端点检测窗 ; 并且所述方法进一步包含 : 通过以下方式确定抛光端点 : 使来自所述光源的光透射通过端点检测窗, 并且分析反射出所述衬底的表面、回通过所述端点检测窗入射到所述光传感器的所述光。

[0069] 本发明的一些实施例现将详细地描述于以下实例中。

[0070] 比较实例 C1-C9 和实例 1-14

[0071] 根据表 2 中提供的调配物细节制备抛光层。具体来说, 通过在 51°C 下将异氰酸酯封端的氨基甲酸酯预聚物与固化剂系统的组分受控混合, 来制备聚氨基甲酸酯饼状物。将

除了 MBOCA 的所有原料维持在 51°C 的预混合温度下。将 MBOCA 维持在 116°C 的预混合温度下。异氰酸酯封端的氨基甲酸酯预聚物与固化剂系统的比率被设定,使得如由固化剂系统的固化剂中的活性氢基团(即, -OH 基团和 -NH<sub>2</sub>基团的总和)与异氰酸酯封端的氨基甲酸酯预聚物中的未反应的异氰酸酯(NCO)基团的比率定义的化学计量如表 2 中所指示。

[0072] 通过在与固化剂系统组合之前添加 Expancel<sup>®</sup>微球到异氰酸酯封端的氨基甲酸酯预聚物将孔隙率引入到抛光层中以实现所要孔隙率和垫密度。比较实例 C1-C9 和实例 1-14 中的每一者中添加的 Expancel<sup>®</sup>微球的等级连同所添加的成孔剂的以重量%为单位的量一起指示于表 2 中。Expancel<sup>®</sup>微球获自阿克苏诺贝尔。

[0073] 使用高剪切混合头将具有并入的 Expancel<sup>®</sup>微球的异氰酸酯封端的氨基甲酸酯预聚物与固化剂系统混合在一起。在离开混合头之后,将组合经 2 到 5 分钟的时间分配到 86.4cm(34 英寸)直径的圆形模具中,得到 7 到 10cm 的总灌注厚度。使所分配的组合胶凝 15 分钟,随后将模具放置在固化烘箱中。然后将模具在固化烘箱中使用以下循环固化:30 分钟从环境温度匀变到 104°C 的设定点,然后保持在 104°C 下 15.5 小时,并且然后 2 小时从 104°C 匀变到 21°C。

[0074] 然后将经固化的聚氨基甲酸酯饼状物由模具移出,并且在 30 到 80°C 的温度下切削(使用可动叶片切割)成约四十个单独的 2.0mm(80 密耳)厚薄片。从每个饼状物的顶部起始切削。丢弃任何不完整的薄片。

[0075] 表 2

[0076]

实例编号	异氰酸酯封端的氨基甲酸酯预聚物	(%NCO)	固化剂系统			化学计量 (活性H/NCO)	Expancel® 成孔剂	成孔剂(重量%)	孔隙率 (体积%)
			双官能 固化剂 (DC)	DC (重量%)	Voralux® HF 505 (重量%)				
C1	Adiprene® L325	9.1	MbOCA	100	--	0.87	551DE40d42	1.70	32
C2	Adiprene® LF750D	8.9	MbOCA	100	--	1.05	551DE20d60	1.10	19
C3	Adiprene® LFG740D	8.9	MbOCA	100	--	0.91	551DE40d42	0.19	9
C4	以下的 50/50 重量%掺合物: Adiprene® LF750D Adiprene® LFG963A	7.3	MbOCA	100	--	0.97	551DE20d60	2.00	31
C5	以下的 80/20 重量%掺合物: Adiprene® LF750D Adiprene® LFG963A	8.3	MbOCA	100	--	0.89	461DE20d70	2.59	31
C6	以下的 70/30 重量%掺合物: Adiprene® LF750D Adiprene® LFG963A	7.9	MbOCA	100	--	0.89	461DE20d70	2.59	31
C7	以下的 50/50 重量%掺合物: Adiprene® LF750D Adiprene® LFG963A	7.3	MbOCA	100	--	0.87	461DE20d70	2.85	32
C8	Adiprene® LFG963A	5.7	MCDEA	100	--	1.03	461DE20d70	2.06	27

[0077]

C9	Adiprene <sup>®</sup> LFG963A	5.7	MbOCA	100	--	0.90	551DE40d42	1.25	25
1	Adiprene <sup>®</sup> L325	9.1	MbOCA	42.2	57.8	0.87	461DE20d70	2.48	30
2	Adiprene <sup>®</sup> L325	9.1	MbOCA	42.5	57.5	0.87	461DE20d70	1.38	21
3	Adiprene <sup>®</sup> L325	9.1	MbOCA	49.6	50.4	0.87	461DE20d70	2.58	31
4	Adiprene <sup>®</sup> L325	9.1	MbOCA	50.0	50.0	0.87	461DE20d70	1.41	23
5	Adiprene <sup>®</sup> L325	9.1	MbOCA	53.5	46.5	1.05	461DE20d70	2.48	29
6	Adiprene <sup>®</sup> L325	9.1	MbOCA	53.9	46.1	1.05	461DE20d70	1.42	20
7	Adiprene <sup>®</sup> L325	9.1	MbOCA	58.6	41.4	0.87	461DE20d70	2.69	30
8	Adiprene <sup>®</sup> L325	9.1	MbOCA	59.0	41.0	0.87	461DE20d70	1.45	19
9	Adiprene <sup>®</sup> L325	9.1	MbOCA	62.3	37.7	1.05	461DE20d70	2.59	31

[0078] 表 2 续表

[0079]

实例编号	异氰酸酯封端的氨基甲酸酯预聚物	(%NC O)	固化剂系统			化学计量 (活性 H/NC O)	Expancex I <sup>®</sup> 成孔剂	成孔剂 (重量 %)	孔隙率 (体积 %)
			双官能固化剂 (DC)	DC (重量 %)	Voralux <sup>®</sup> HF 505 (重量 %)				
10	Adiprene <sup>®</sup> L325	9.1	MbOCA	62.6	37.4	1.05	461DE20d70	1.47	24
11	Adiprene <sup>®</sup> L325	9.1	MbOCA	75.0	25.0	0.87	461DE20d70	2.85	32
12	Adiprene <sup>®</sup> L325	9.1	MbOCA	77.7	22.3	1.05	461DE20d70	2.74	30
13	Adiprene <sup>®</sup> L325	9.1	MbOCA	77.9	22.1	1.05	461DE20d70	1.50	23
14	Adiprene <sup>®</sup> L325	9.1	MbOCA	86.2	13.8	0.87	461DE20d70	2.94	33

[0080] Adiprene<sup>®</sup> L325 异氰酸酯封端的氨基甲酸酯预聚物获自科聚亚公司 (Chemtura Corporation)。

[0081] Adiprene<sup>®</sup> LF750D 异氰酸酯封端的氨基甲酸酯预聚物获自科聚亚公司。

[0082] Adiprene<sup>®</sup> LFG740D 异氰酸酯封端的氨基甲酸酯预聚物获自科聚亚公司。

[0083] Adiprene<sup>®</sup> LFG963A 异氰酸酯封端的氨基甲酸酯预聚物获自科聚亚公司。

[0084] 具有 11,400 的数量平均分子量  $M_n$  并且每分子具有平均六个羟基的

Voralux® HF505 高分子量多元醇固化剂获自陶氏化学公司。分析来自比较实例 C1-C9 和实例 1-14 中的每一者的未开槽的抛光层材料以测定其如表 3 中报告的物理性质。注意,根据 ASTM D1622 测定所报告的密度数据;根据 ASTM D2240 测定所报告的肖氏 D 硬度数据;并且根据 ASTM D412 测定所报告的断裂伸长率数据。

[0085] 根据 ASTM D5279-13 使用具有扭转夹具的 TA Instruments ARES 流变仪测量抛光层的剪切模量 G' 和剪切损耗模量 G''。将连接到仪器的液氮用于子环境温度控制。在 1Hz 的测试频率下以 3°C /min 从 -100°C 到 200°C 的温度匀变测量样品的线性粘弹性响应。使用 47.5mm×7mm 模具在 Indusco 液压摆臂切割机上将测试样品冲压出产物抛光层,并且然后使用剪刀切割到约 35mm 长度。

[0086] 使用配备有 Automet® 2 动力头的 Buehler Ecomet® 4 抛光机测量表 3 中报告的切割速率数据。抛光工具经设计以适应具有 22.86cm(9 英寸)的标称直径的圆形化学机械抛光垫。如本文中实例中所述来制备具有圆形截面的抛光层。将抛光层使用双侧压敏性粘合剂膜安装到抛光机的抛光压板。

[0087] 将 LPX-AR3B66(LPX-W) 金刚石调整圆盘(可商购自塞索尔金刚石工业有限公司(Saesol Diamond Ind. Co.,Ltd.)) 和 AM02BSL8031C1-PM(AK45) 金刚石调整圆盘(也可商购自塞索尔金刚石工业有限公司)用以使用以下工艺条件研磨如表 3 中报告的抛光层的抛光表面:使抛光层的抛光表面经历来自金刚石调整圆盘的连续研磨 99 分钟的时段,压板速度是 180rpm,去离子水流速是 280mL/min 并且调整圆盘下压力是 55.16kPa(8psi)。通过测量抛光层厚度随时间推移的变化测定切割速率。使用安装在 Zaber Technologies 机动滑道上的 MTI Instruments Microtrack II 激光三角测量传感器测量抛光层厚度变化(以 μm/min 为单位)以从中心到外缘描每个抛光层的抛光表面的轮廓。传感器在滑道上的扫描速度是 0.732mm/s 并且传感器的取样率(测量/mm 扫描)是 6.34 个点/mm。表 3 中报告的切割速率是抛光层厚度随时间推移的算术平均减小,基于在抛光层的抛光表面上视为 > 2,000 个点的所收集的厚度测量。

[0088] 表 3

[0089]

实例编号	密度 (g/cm <sup>3</sup> )	肖氏 D 硬度 (15s)	在 30°C 下的 G' (MPa)	在 40°C 下的 G' (MPa)	在 40°C 下的 G'' (MPa)	在 30°C 下的 G'/在 90°C 下的 G'	拉伸强度 (MPa)	拉伸强度 (MPa)	拉伸模量 (MPa)	韧性 (MPa)	湿式切割速率 (μm/min)	
											LPX-W	AK45
C1	0.80	59	153	130	13.0	3.4	22.1	124	206	24	---	---
C2	0.95	60	153	122	15.0	3.3	30.6	199	303	---	3.7	2.8

[0090]



C3	1.07	63	230	199	17.0	2.2	---	---	---	---	3.9	2.8
C4	0.82	50	105	92	8.6	2.7	18.8	230	185	35	4.9	---
C5	0.82	58	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---
C6	0.82	53	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---
C7	0.80	51	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---
C8	0.86	46	87	81	5.5	1.7	17.9	470	172	63	---	---
C9	0.88	41	64	49	3.2	1.9	14.9	293	95	32	2.5	3.2
1	0.83	44	73	64	6.1	2.3	15.3	223	129	42	6.7	6.3
2	0.93	49	80	69	7.1	2.2	19.8	290	138	26	---	---
3	0.82	47	88	77	6.8	2.6	17.6	238	149	33	6.2	---
4	0.91	52	99	86	7.8	2.4	22.3	247	164	41	---	---
5	0.84	49	103	89	9.3	2.7	17.2	231	188	33	---	---
6	0.94	54	123	106	10.6	2.7	22.7	294	207	52	---	---
7	0.83	50	105	92	8.7	2.6	19.5	211	173	33	5.9	6.7
8	0.95	54	126	107	10.2	2.6	23.6	237	193	43	5.1	---
9	0.82	51	182	155	13.0	3.3	19.0	243	192	37	---	---
10	0.90	53	144	123	12.2	3.1	23.5	280	230	51	---	---
11	0.80	52	140	119	12.0	3.0	20.7	184	199	31	4.9	6.6
12	0.93	53	174	148	15.5	3.3	20.3	205	223	35	---	---
13	0.91	57	165	136	15.4	3.8	25.0	259	272	52	---	---
14	0.79	54	154	131	12.6	3.1	21.8	147	222	26	5.0	5.7

[0091] 抛光实验

[0092] 使用如表 4 中指示的根据实例制备的抛光层构筑化学机械抛光垫。然后将这些抛光层机器开槽以在抛光表面中提供凹槽图案,其包含多个尺寸如下的同心圆形凹槽:70 密耳 (1.78mm) 节距、20 密耳 (0.51mm) 宽度和 30 密耳 (0.76mm) 深度。然后将抛光层层压到泡沫子垫层 (获自罗姆与哈斯电子材料 CMP 公司 (Rohm and Haas Electronic Materials CMP Inc.) 的 FSP 350)。

[0093] 将 Applied Materials Reflexion LK<sup>®</sup> CMP 抛光平台用以用指示的化学机械抛光垫抛光获自诺发系统公司 (Novellus Systems, Inc.) 的 300mm 3S20KTEN TEOS (氧化物) 毯覆式晶片。用于抛光实验的抛光介质是 CES333F 抛光浆料 (与去离子水 1 : 2 稀释比) (可商购自朝日玻璃公司 (Asahi Glass Company))。用于所有抛光实验的抛光条件包括 92rpm 的压板速度 ;93rpm 的载具速度 ;250ml/min 的抛光介质流速 ;和 20.7kPa 的下压力。将 I-PDA31G-3N 金刚石调整圆盘 (可商购自基尼卡公司 (Kinik Company)) 用以调整化学机械抛光垫。使用 7.51bs (3.40kg) 的下压力用调整器非原位将化学机械抛光垫各自打断 40 分钟。将抛光垫进一步非原位调整,随后使用 7.51bs (3.40kg) 的下压力抛光 18 秒。通过使用 KLA-Tencor FX200 计量工具测量使用 49 点螺旋形扫描、3mm 边缘排除地抛光前后的膜厚度来测定去除速率。去除速率实验的结果提供于表 4 中。

[0094] 表 4

[0095]

抛光层 实例编号	TEOS 去除速率 (Å/min)	TEOS <sub>300-RR</sub> /肖氏 D 硬度 (Å/min)
C1	1518	25.73
C7	1401	27.47
5	2365	48.27
6	1696	31.41
9	2149	42.14
10	1495	28.21
11	1780	34.23
12	2633	49.68
13	1986	34.84