

⑫

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②2 Date de dépôt : 27.06.16.

③0 Priorité : 26.06.15 US 14751423; 24.05.16 US 15163213.

④3 Date de mise à la disposition du public de la demande : 30.12.16 Bulletin 16/52.

⑤6 Liste des documents cités dans le rapport de recherche préliminaire : *Ce dernier n'a pas été établi à la date de publication de la demande.*

⑥0 Références à d'autres documents nationaux apparentés :

○ Demande(s) d'extension :

⑦1 Demandeur(s) : ROHM AND HAAS ELECTRONIC MATERIALS CMP HOLDINGS, INC. — US et DOW GLOBAL TECHNOLOGIES LLC — US.

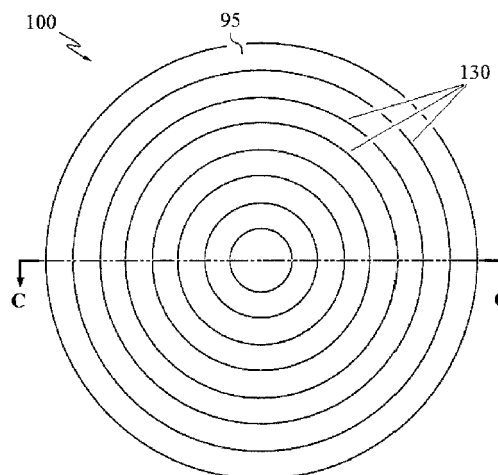
⑦2 Inventeur(s) : VENEZIALE DAVID MICHAEL, QIAN BAINIAN, BRUGAROLAS BRUFAU TERESA, KOZHUKH JULIA, TONG YUHUA, MILLER JEFFREY B., LUGO DIEGO, JACOB GEORGE C., DEGROOT MARTY, WANK ANDREW et YEH FENGJI.

⑦3 Titulaire(s) : ROHM AND HAAS ELECTRONIC MATERIALS CMP HOLDINGS, INC., DOW GLOBAL TECHNOLOGIES LLC.

⑦4 Mandataire(s) : CABINET BEAU DE LOMENIE.

⑤4 PROCÉDE DE PRODUCTION D'UNE COUCHE DE POLISSAGE POUR UN TAMPON DE POLISSAGE MECANO-CHIMIQUE.

⑤7 Un procédé de formation d'une couche de polissage d'un tampon de polissage mécano-chimique est fourni, comprenant: la fourniture d'un moule ayant une base présentant un motif de rainure en négatif; la fourniture d'un composant liquide de côté poly (P); la fourniture d'un composant liquide de côté iso (I); la fourniture d'un gaz pressurisé; la fourniture d'un dispositif de mélange axial; l'introduction du composant liquide de côté poly (P), du composant liquide de côté iso (I) et du gaz pressurisé dans le dispositif de mélange axial pour former une combinaison; l'évacuation de la combinaison depuis le dispositif de mélange axial à une vitesse de 5 à 1000 m/s en direction de la base; la solidification de la combinaison en un gâteau; l'obtention de la couche de polissage d'un tampon de polissage mécano-chimique à partir du gâteau; où la couche de polissage d'un tampon de polissage mécano-chimique a une surface de polissage présentant un motif de rainure formé dans la surface de polissage; et où la surface de polissage est adaptée pour polir un substrat.



PROCEDE DE PRODUCTION D'UNE COUCHE DE POLISSAGE POUR UN TAMPON  
DE POLISSAGE MECANO-CHIMIQUE

La présente invention concerne un procédé de formation  
5 d'une couche de polissage d'un tampon de polissage mécano-  
chimique. Plus particulièrement, la présente invention  
concerne un procédé de formation d'une couche de polissage  
d'un tampon de polissage mécano-chimique en utilisant un  
dispositif de mélange axial.

10 Dans la fabrication de circuits intégrés et autres  
dispositifs électroniques, de multiples couches de matériaux  
conducteurs, semi-conducteurs et diélectriques sont déposées  
et retirées d'une surface d'une galette (« wafer » en anglais)  
de semi-conducteur. De fines couches de matériaux conducteurs,  
15 semi-conducteurs et diélectriques peuvent être déposées en  
utilisant un certain nombre de techniques de dépôt. Les  
techniques de dépôt classiques dans le traitement moderne de  
galettes comprennent le dépôt physique en phase vapeur (PVD),  
connu également sous le nom de pulvérisation cathodique, le  
20 dépôt chimique en phase vapeur (CVD), le dépôt chimique en  
phase vapeur assisté par plasma (PECVD) et le plaquage  
électrochimique, entre autres. Les techniques de retrait  
courantes comprennent la gravure isotrope et anisotrope à  
l'état mouillé et sec, entre autres.

25 Comme les couches de matériaux sont déposées et enlevées  
séquentiellement, la surface supérieure de la galette devient  
non plane. Comme le traitement subséquent de semi-conducteur  
(par ex., la métallisation) nécessite que la galette ait une  
surface plane, la galette doit être planarisée. La  
30 planarisation est utile pour éliminer une topographie de  
surface indésirable et des défauts de surface, tels que des  
surfaces rugueuses, des matériaux agglomérés, des dommages du  
réseau cristallin, des rayures et des couches contaminées ou  
matériaux contaminés.

35 La planarisation mécano-chimique ou le polissage mécano-  
chimique (CMP), est une technique courante utilisée pour  
rendre planes ou polir des pièces à usiner telles que des

galettes de semi-conducteur. Dans un CMP classique, un support de galette ou une tête de polissage est monté(e) sur un ensemble formant support. La tête de polissage maintient la galette et la place en contact avec une couche de polissage d'un tampon de polissage qui est monté sur une table ou un plateau dans un appareil de CMP. L'ensemble formant support assure une pression contrôlable entre la galette et le tampon de polissage. Simultanément, un milieu de polissage (par ex., suspension) est distribué sur le tampon de polissage et est attiré dans l'espace entre la galette et la couche de polissage. Pour effectuer le polissage, le tampon de polissage et la galette tournent habituellement l'un par rapport à l'autre. Lorsque le tampon de polissage tourne sous la galette, la galette balaie une trajectoire de polissage habituellement annulaire, ou une région de polissage où la surface de la galette se trouve directement en face de la couche de polissage. La surface de la galette est polie et planarisée par l'action chimique et mécanique de la couche de polissage et le milieu de polissage sur la surface.

Hirose et al. décrivent un procédé de production de couches de polissage dans le brevet U.S. n° 8 314 029. Spécifiquement, Hirose et al. décrivent un procédé de production d'un tampon de polissage contenant des alvéoles sensiblement sphériques et ayant une grande précision d'épaisseur, qui comprend la préparation d'une composition d'uréthane à alvéoles dispersées par un procédé de moussage mécanique ; l'évacuation continue de la composition d'uréthane à alvéoles dispersées depuis un orifice d'évacuation unique dans une partie sensiblement centrale dans la direction de la largeur d'un matériau de face A, tout en chargeant le matériau de face A ; la stratification d'un matériau de face B sur la composition d'uréthane à alvéoles dispersées ; puis l'ajustement uniforme de l'épaisseur de la composition d'uréthane à alvéoles dispersées par des moyens d'ajustement de l'épaisseur ; le durcissement de la composition d'uréthane à alvéoles dispersées, ayant l'épaisseur ajustée à l'étape précédente sans appliquer de charge supplémentaire à la

composition de sorte qu'une feuille de polissage comprenant une mousse de polyuréthane soit formée ; et la découpe de la feuille de polissage.

Néanmoins, il existe un besoin constant d'améliorer les  
5 procédés de production de couches de polissage pour des tampons de polissage mécano-chimiques. En particulier, il existe un besoin de disposer de procédés qui réduisent le nombre total d'étapes de processus nécessaires pour fournir le tampon de polissage terminé. Par conséquent, il est nécessaire  
10 de disposer d'un procédé amélioré pour fournir une couche de polissage pour un tampon de polissage mécano-chimique.

La présente invention fournit un procédé de formation d'une couche de polissage d'un tampon de polissage mécano-chimique, comprenant : la fourniture d'un moule ayant une  
15 base, où la base a un motif de rainure en négatif formé dans celui-ci ; la fourniture d'un composant liquide de côté poly (P), comprenant au moins l'un parmi un polyol de côté (P), une polyamine de côté (P) et un alcool amine de côté (P) ; la fourniture d'un composant liquide de côté iso (I), comprenant  
20 au moins un isocyanate polyfonctionnel ; la fourniture d'un gaz pressurisé ; la fourniture d'un dispositif de mélange axial ayant une chambre cylindrique interne ; où la chambre cylindrique interne a une extrémité fermée, une extrémité ouverte, un axe de symétrie, au moins un orifice  
25 d'alimentation en liquide de côté (P) qui s'ouvre dans la chambre cylindrique interne, au moins un orifice d'alimentation en liquide de côté (I) qui s'ouvre dans la chambre cylindrique interne, et au moins un orifice d'alimentation en gaz pressurisé tangentiel qui s'ouvre dans  
30 la chambre cylindrique interne ; où l'extrémité fermée et l'extrémité ouverte sont perpendiculaires à l'axe de symétrie ; où le au moins un orifice d'alimentation en liquide de côté (P) et le au moins un orifice d'alimentation en liquide de côté (I) sont disposés suivant une circonférence de  
35 la chambre cylindrique interne à proximité de l'extrémité fermée ; où le au moins un orifice d'alimentation en gaz pressurisé tangentiel est disposé suivant une circonférence de

la chambre cylindrique interne en aval du au moins un orifice d'alimentation en liquide de côté (P) et du au moins un orifice d'alimentation en liquide de côté (I) depuis l'extrémité fermée ; où le composant liquide de côté poly (P) est introduit dans la chambre cylindrique interne par le au moins un orifice d'alimentation en liquide de côté (P) à une pression de charge de côté (P) de 6 895 à 27 600 kPa ; où le composant liquide de côté iso (I) est introduit dans la chambre cylindrique interne par le au moins un orifice d'alimentation en liquide de côté (I) à une pression de charge latérale (I) de 6 895 à 27 600 kPa ; où un débit massique combiné du composant liquide de côté poly (P) et du composant liquide de côté iso (I) dans la chambre cylindrique interne est de 1 à 500 g/s, tel que, de préférence, de 2 à 40 g/s ou, de manière davantage préférée, de 2 à 25 g/s ; où le composant liquide de côté poly (P), le composant liquide de côté iso (I) et le gaz pressurisé sont mélangés dans la chambre cylindrique interne pour former une combinaison ; où le gaz pressurisé est introduit dans la chambre cylindrique interne par le au moins un orifice d'alimentation en gaz pressurisé tangentiel avec une pression d'alimentation de 150 à 1 500 kPa ; où la vitesse d'entrée dans la chambre cylindrique interne du gaz pressurisé est de 50 à 600 m/s calculée sur la base de conditions de gaz parfait à 20 °C et à une pression de 1 atm, ou de préférence, de 75 à 350 m/s ; l'évacuation de la combinaison depuis l'extrémité ouverte de la chambre cylindrique interne en direction de la base à une vitesse de 5 à 1 000 m/s, ou de préférence, de 10 à 600 m/s ou de manière davantage préférée, de 15 à 450 m/s, ; la solidification de la combinaison en un gâteau ; la séparation du gâteau du moule ; et l'obtention de la couche de polissage de tampon de polissage mécano-chimique à partir du gâteau, où la couche de polissage de tampon de polissage mécano-chimique a une surface de polissage présentant le motif de rainures formé dans la surface de polissage ; et où la surface de polissage est adaptée pour polir un substrat.

Selon un aspect particulier de la présente invention, le composant liquide de côté poly (P) comprend 25 à 95 % en poids d'un polyol de côté (P) ; où le polyol de côté (P) est un polyéther polyol de haut poids moléculaire ; où le polyéther polyol de haut poids moléculaire a un poids moléculaire moyen en nombre,  $M_N$ , de 2500 à 100 000 et une moyenne de 4 à 8 groupes hydroxyle par molécule.

Selon un autre aspect particulier de la présente invention, le composant liquide de côté iso (I) comprend un isocyanate polyfonctionnel ayant une moyenne de deux groupes isocyanate réactifs par molécule.

Selon un autre aspect particulier de la présente invention, le gaz pressurisé est choisi dans le groupe constitué de  $CO_2$ ,  $N_2$ , air et argon.

Selon un autre aspect particulier de la présente invention, le gaz pressurisé a une teneur en eau de  $\leq 10$  ppm.

Selon un autre aspect particulier de la présente invention, la chambre cylindrique interne a une section transversale circulaire dans un plan perpendiculaire à l'axe de symétrie de la chambre cylindrique interne.

Selon un autre aspect particulier de la présente invention, l'extrémité ouverte de la chambre cylindrique interne a une ouverture circulaire perpendiculaire à l'axe de symétrie de la chambre cylindrique interne ; où l'ouverture circulaire est concentrique avec la section transversale circulaire.

Selon un autre aspect particulier de la présente invention, l'ouverture circulaire a un diamètre interne de 2,5 à 6 mm.

Selon un autre aspect particulier de la présente invention, l'ouverture circulaire a un diamètre interne de 3 mm.

Selon un autre aspect particulier de la présente invention, la surface de polissage est adaptée pour polir une galette semi-conductrice.

La **Figure 1** est une représentation d'une vue en perspective d'un moule destiné à être utilisé dans le procédé de la présente invention.

La **Figure 2** est une représentation d'une vue de côté d'un  
5 dispositif de mélange axial destiné à être utilisé dans le procédé de la présente invention.

La **Figure 3** est une vue en coupe transversale suivant la ligne **A-A** de la **Figure 2**.

La **Figure 4** est une représentation d'une vue de côté  
10 d'une couche de polissage de tampon de polissage mécano-chimique formée dans un moule de la présente invention.

La **Figure 5** est une représentation d'une vue en perspective d'une couche de polissage de tampon de polissage mécano-chimique de la présente invention.

15 La **Figure 6** est une représentation d'une vue de dessus d'un motif de rainure formé dans la surface de polissage d'une couche de polissage de tampon de polissage mécano-chimique.

La **Figure 7** est une représentation d'une vue de dessus d'un motif de rainure formé dans la surface de polissage d'une  
20 couche de polissage de tampon de polissage mécano-chimique.

La **Figure 8** est une vue en coupe transversale suivant la ligne **C-C** de la **Figure 7**.

La **Figure 9** est une représentation d'une vue de dessus d'un motif de rainure formé dans la surface de polissage d'une  
25 couche de polissage de tampon de polissage mécano-chimique.

La **Figure 10** est une représentation d'une vue de dessus d'un motif de rainure formé dans la surface de polissage d'une couche de polissage de tampon de polissage mécano-chimique.

La **Figure 11** est une vue en coupe transversale suivant la  
30 ligne **B-B** de la **Figure 2**.

#### DESCRIPTION DETAILLEE

Divers procédés classiques de formation de couches de polissage mécano-chimiques, tels que des procédés de coulée  
35 (c'est-à-dire la formation de gâteaux destiné à être aminci en multiples couches de polissage) et l'écumage nécessitent des temps de gel suffisamment longs pour faciliter le processus.

Les procédés d'écumage et de coulée nécessitent tous deux l'usinage du motif de rainure final dans la surface des couches de polissage formées. Le procédé de la présente invention augmente largement la qualité du motif de rainure formée dans la surface de polissage et élimine la nécessité d'usinage du motif de rainure dans la couche de polissage finie comme le nécessitent de nombreux procédés de production d'une couche de polissage classiques. Le procédé de la présente invention offre également une plage de compositions plus étendue qui serait appropriée pour les procédés de production de couche de polissage classiques compte tenu des limitations intrinsèques des techniques classiques (à savoir les contraintes de temps de gel).

Le terme « **section transversale sensiblement circulaire** » tel qu'il est utilisé ici et dans les revendications en annexe en référence à une cavité de moule (20) signifie que le rayon le plus long,  $r_c$ , de la cavité de moule (20) projeté sur le plan **x-y** (30) depuis l'axe central de la cavité de moule,  $C_{axis}$ , (22) jusqu'à une frontière verticale interne (18) d'une paroi périphérique (15) est  $\leq 20\%$  plus long que le rayon le plus court,  $r_c$ , de la cavité de moule (20) projeté sur le plan **x-y** (30) depuis l'axe central de la cavité de moule,  $C_{axis}$ , (22) jusqu'à la frontière verticale interne. (18). (Voir la **Figure 1**).

Le terme « **cavité de moule** » tel qu'il est utilisé ici et dans les revendications en annexe désigne le volume défini par une base (12) et une frontière verticale interne (18) d'une paroi périphérique (15). (Voir les **Figures 1 et 4**).

Le terme « **sensiblement perpendiculaire** » tel qu'il est utilisé ici et dans les revendications en annexe en référence à une première caractéristique (par ex., une frontière interne horizontale ; une frontière interne verticale) par rapport à une deuxième caractéristique (par ex., un axe, un plan **x-y**) signifie que la première caractéristique est à un angle de  $80^\circ$  à  $100^\circ$  par rapport à la deuxième caractéristique.

Le terme « **essentiellement perpendiculaire** » telle qu'il est utilisé ici et dans les revendications en annexe par



rapport à une première caractéristique (par ex., une frontière interne horizontale ; une frontière interne verticale) par rapport à une deuxième caractéristique (par ex., un axe, un plan x-y) signifie que la première caractéristique est à un angle de 85 à 95° par rapport à la deuxième caractéristique.

Le terme « **épaisseur moyenne,  $T_{p-avg}$**  » tel qu'il est utilisé ici et dans les revendications en annexe en référence à une couche de polissage d'un tampon de polissage mécano-chimique (90) ayant une surface de polissage (95) désigne l'épaisseur moyenne  $T_p$ , de la couche de polissage de tampon de polissage mécano-chimique dans une direction perpendiculaire par rapport à la surface de polissage (95) de la surface de polissage (95) à la surface inférieure (92) de la couche de polissage de tampon de polissage mécano-chimique (90). (voir la **Figure 5**).

Le terme « **section transversale sensiblement circulaire** » tel qu'il est utilisé ici et dans les revendications en annexe en référence à une couche de polissage d'un tampon de polissage mécano-chimique (90) signifie que le rayon le plus long,  $r_p$ , de la section transversale depuis l'axe central (98) de la couche de polissage de tampon de polissage mécano-chimique (90) jusqu'au périmètre extérieur (110) de la surface de polissage (95) de la couche de polissage de tampon de polissage mécano-chimique (90) est  $\leq 20$  % plus long que le rayon le plus court,  $r_p$ , de la section transversale depuis l'axe central (98) jusqu'au périmètre extérieur (110) de la surface de polissage (95). (voir la **Figure 5**).

La couche de polissage de tampon de polissage mécano-chimique (90) de la présente invention est de préférence adaptée pour tourner autour d'un axe central (98). (voir la **Figure 5**). De préférence, la surface de polissage (95) de la couche de polissage de tampon de polissage mécano-chimique (90) est dans un plan (99) perpendiculaire à l'axe central (98). De préférence, la couche de polissage de tampon de polissage mécano-chimique (90) est adaptée pour tourner dans un plan (99) qui est à un angle,  $\gamma$ , de 85 à 95° par rapport à

l'axe central (98), de préférence, de 90° par rapport à l'axe central (98). De préférence, la couche de polissage de tampon de polissage mécano-chimique (90) a une surface de polissage (95) qui a une section transversale sensiblement circulaire (98). De préférence, le rayon  $r_p$ , de la section transversale de la surface de polissage (95) perpendiculaire à l'axe central (98) varie de  $\leq 20 \%$  pour la section transversale, de manière davantage préférée, de  $\leq 10 \%$  pour la section transversale.

Le terme « **temps de gel** » tel qu'il est utilisé ici et dans les revendications en annexe en référence à une combinaison d'un composant liquide de côté poly (P) et d'un composant liquide de côté iso (I) formée dans un dispositif de mélange axial de la présente invention, désigne le temps de durcissement total pour cette combinaison, déterminé en utilisant un procédé de test standard selon l'ASTM D3795-00a (Ré-approuvé en 2006) (*Standard Test Method for Thermal Flow, Cure, and Behavior Properties of Pourable Thermosetting Materials by Torque Rheometer*).

Le terme « **poly(uréthane)** » tel qu'il est utilisé ici et dans les revendications en annexe comprend (a) des polyuréthanes formés par la réaction d'(i) isocyanates et de (ii) polyols (comprenant des diols) ; et (b) un poly(uréthane) formé par la réaction d'(i) isocyanates avec des (ii) polyols (comprenant des diols) et (iii) de l'eau, des amines ou une combinaison d'eau et d'amines.

De préférence, le procédé de formation d'une couche de polissage d'un tampon de polissage mécano-chimique de la présente invention comprend : la fourniture d'un moule (10) ayant une base (12), où la base (12) du moule (10) a un motif de rainure (100) en négatif (14) formé dans celui-ci ; la fourniture d'un composant liquide de côté poly (P), comprenant au moins un polyol de côté (P), une polyamine de côté (P) et un alcool amine de côté (P) ; la fourniture d'un composant liquide de côté iso (I), comprenant au moins un isocyanate polyfonctionnel ; la fourniture d'un gaz pressurisé ; la fourniture d'un dispositif de mélange axial (60) ayant une

chambre interne cylindrique (65) ; où la chambre interne cylindrique (65) a une extrémité fermée (62), une extrémité ouverte (68), un axe de symétrie (70), au moins un orifice d'alimentation en liquide de côté (P) (75) qui s'ouvre dans  
5 la chambre interne cylindrique (65), au moins un orifice d'alimentation en liquide de côté (I) (80) qui s'ouvre dans la chambre interne cylindrique (65), et au moins un (de préférence, au moins deux) orifice d'alimentation en gaz pressurisé tangentiel (85) qui s'ouvre dans la chambre  
10 cylindrique interne (65) ; où l'extrémité fermée (62) et l'extrémité ouverte (68) sont perpendiculaires à l'axe de symétrie (70) de la chambre cylindrique interne (65) ; où le au moins un orifice d'alimentation en liquide de côté (P) (75) et le au moins un orifice d'alimentation en liquide de côté  
15 (I) (80) sont disposés suivant une circonférence (67) de la chambre cylindrique interne (65) à proximité de l'extrémité fermée (62) ; où le au moins un (de préférence, au moins deux) orifice d'alimentation en gaz pressurisé tangentiel (85) est disposé suivant une circonférence (67) de la chambre  
20 cylindrique interne (65) en aval du au moins un orifice d'alimentation en liquide de côté (P) (75) et du au moins un orifice d'alimentation en liquide de côté (I) (80) depuis l'extrémité fermée (62) ; où le composant liquide de côté poly (P) est introduit dans la chambre cylindrique interne (65) par  
25 le au moins un orifice d'alimentation en liquide de côté (P) (75) à une pression de charge de côté (P) de 6 895 à 27 600 kPa ; où le composant liquide de côté iso (I) est introduit dans la chambre cylindrique interne (65) par le au moins un orifice d'alimentation en liquide de côté (I) (80) à une  
30 pression de charge de côté (I) de 6 895 à 27 600 kPa ; où un débit massique combiné du composant liquide de côté poly (P) et du composant liquide de côté iso (I) dans la chambre cylindrique interne (65) est de 1 à 500 g/s (de préférence, de 2 à 40 g/s ; de manière davantage préférée, de 2 à 25 g/s) ;  
35 où le composant liquide de côté poly (P), le composant liquide de côté iso (I) et le gaz pressurisé sont mélangés dans la chambre cylindrique interne (65) pour former une combinaison ;

où le gaz pressurisé est introduit dans la chambre cylindrique interne (65) par le au moins un (de préférence, au moins deux) orifice d'alimentation en gaz pressurisé tangentiel(85) avec une pression d'alimentation de 150 à 1 500 kPa ; où une  
5 vitesse d'entrée dans la chambre cylindrique interne (65) du gaz pressurisé est de 50 à 600 m/s calculée sur la base de conditions de gaz parfait à 20 °C et à une pression de 1 atm, ou de préférence, de 75 à 350 m/s ; l'évacuation de la combinaison depuis l'extrémité ouverte (68) de la chambre  
10 cylindrique interne (65) en direction de la base (12) du moule (10) à une vitesse de 5 à 1 000 m/s, ou de préférence, de 10 à 600 m/s ou, de manière davantage préférée, de 15 à 450 m/s ; la solidification de la combinaison en un gâteau ; la séparation du gâteau du moule (10) ; et l'obtention de la  
15 couche de polissage de tampon de polissage mécano-chimique (90) à partir du gâteau, où la couche de polissage composite du tampon de polissage mécano-chimique (90) a une surface de polissage (95) présentant le motif de rainure (100) formé dans la surface de polissage (95), et où la surface de polissage  
20 (95) est adaptée pour polir un substrat.

De préférence, la base (12) du moule (10) utilisé dans le procédé de la présente invention définit un motif de rainure en négatif (14), où le motif de rainure (100) est transféré à la surface de polissage (95) de la couche de polissage de  
25 tampon de polissage mécano-chimique (90). De préférence, la base (12) du moule (10) a une section transversale sensiblement circulaire ayant un rayon moyen,  $r_c$ , (de préférence, où  $r_c$  est de 20 à 100 cm ; de manière davantage préférée, où  $r_c$  est de 25 à 65 cm ; de manière davantage  
30 préférée, où  $r_c$  est de 40 à 60 cm). (Voir les **Figures 1 et 4**).

De préférence, le moule (10) utilisé dans le procédé de la présente invention peut avoir une paroi périphérique (15). De préférence, la paroi périphérique définit une frontière  
35 interne verticale (18) de la cavité de moule (20) qui est sensiblement perpendiculaire au plan x-y (30). De manière davantage préférée, la paroi périphérique définit une

frontière interne verticale (18) de la cavité de moule (20) qui est essentiellement perpendiculaire au plan x-y (30). (Voir les **Figures 1 et 4**).

De préférence, la cavité de moule (20) a un axe central,  $C_{axis}$ , (22) qui coïncide avec l'axe z et qui croise la frontière interne horizontale (14) de la base (12) du moule (10) sur un point central (21). De préférence, le point central (21) est situé au centre géométrique de la section transversale,  $C_{x-sect}$ , (24) de la cavité du moule (20) projeté sur le plan x-y (30). (Voir la **Figure 1**).

De préférence, la section transversale de la cavité de moule,  $C_{x-sect}$ , (24) projetée sur le plan x-y (30) peut être de toute forme bidimensionnelle régulière ou irrégulière. De préférence, la section transversale de la cavité du moule,  $C_{x-sect}$ , (24) est choisie parmi un polygone et une ellipse. De manière davantage préférée, la section transversale de la cavité du moule,  $C_{x-sect}$ , (24) est une section transversale sensiblement circulaire ayant un rayon moyen,  $r_c$ , (de préférence, où  $r_c$  est de 20 à 100 cm ; de manière davantage préférée, où  $r_c$  est de 25 à 65 cm ; de manière préférée entre toutes, où  $r_c$  est de 40 à 60 cm). De manière préférée entre toutes, la cavité du moule (20) s'approche d'une région en forme de cylindre droit ayant une section transversale sensiblement circulaire,  $C_{x-sect}$ , où la cavité de moule a un axe de symétrie,  $C_{x-sym}$ , (25) qui coïncide avec l'axe centrale de la cavité de moule,  $C_{axis}$ , (22) ; où la région de forme cylindrique appropriée a une surface de section transversale,  $C_{x-area}$ , définie comme suit :

$$C_{x-area} = \pi r_c^2,$$

où  $r_c$  est le rayon moyen de la surface de section transversale de la cavité du moule,  $C_{x-area}$ , projetée sur le plan x-y (30) ; et où  $r_c$  est de 20 à 100 cm (de manière davantage préférée, de 25 à 65 cm ; de manière préférée entre toutes, de 40 à 60 cm). (Voir les **Figures 1 et 4**).

De préférence, le dispositif de mélange axial (60) utilisé dans le procédé de la présente invention a une chambre cylindrique interne (65). De préférence, la chambre

cylindrique interne (65) a une extrémité fermée (62) et une extrémité ouverte (68). De préférence, l'extrémité fermée (62) et l'extrémité ouverte (68) sont chacune sensiblement perpendiculaires à un axe de symétrie (70) de la chambre cylindrique interne (65). De manière davantage préférée, l'extrémité fermée (62) et l'extrémité ouverte (68) sont essentiellement perpendiculaires à un axe de symétrie (70) de la chambre cylindrique interne (65). De manière préférée entre toutes, l'extrémité fermée (62) et l'extrémité ouverte (68) sont chacune perpendiculaires à un axe de symétrie (70) de la chambre cylindrique interne (65). (Voir les **Figures 2-3 et 11**).

De préférence, le dispositif de mélange axial (60) utilisé dans le procédé de la présente invention a une chambre cylindrique interne (65) avec un axe de symétrie (70), où l'extrémité ouverte (68) a une ouverture circulaire (69). De manière davantage préférée, le dispositif de mélange axial (60) utilisé dans le procédé de la présente invention a une chambre cylindrique interne (65) avec un axe de symétrie (70) ; où l'extrémité ouverte (68) a une ouverture circulaire (69) ; et où l'ouverture circulaire (69) est concentrique par rapport à la chambre cylindrique interne (65). De manière préférée entre toutes, le dispositif de mélange axial (60) utilisé dans le procédé de la présente invention a une chambre cylindrique interne (65) avec un axe de symétrie (70) ; où l'extrémité ouverte (68) a une ouverture circulaire (69) ; où l'ouverture circulaire (69) est concentrique avec la chambre cylindrique interne (65) ; et où l'ouverture circulaire (69) est perpendiculaire à l'axe de symétrie (70) de la chambre cylindrique interne (65). De préférence, l'ouverture circulaire (69) a un diamètre de 1 à 10 mm (de manière davantage préférée, de 1,5 à 7,5 mm ; de manière encore davantage préférée, de 2 à 6 mm ; de manière préférée entre toutes, de 2,5 à 3,5 mm). (Voir les **Figures 2-3 et 11**).

De préférence, le dispositif de mélange axial (60) utilisé dans le procédé de la présente invention a au moins un orifice d'alimentation en liquide de côté (P) (75) qui s'ouvre

dans la chambre cylindrique interne (65). De manière davantage préférée, le dispositif de mélange axial (60) utilisé dans le procédé de la présente invention a au moins deux orifices d'alimentation en liquide de côté (P) (75) qui s'ouvrent dans la chambre cylindrique interne (65). De préférence, lorsque le dispositif de mélange axial (60) utilisé dans le procédé de la présente invention a au moins deux orifices d'alimentation en liquide de côté (P) (75) qui s'ouvrent dans la chambre cylindrique interne (65), les au moins deux orifices d'alimentation en liquide de côté (P) (75) sont disposés uniformément suivant une circonférence (67) de la chambre cylindrique interne (65). De manière davantage préférée, lorsque le dispositif de mélange axial (60) utilisé dans le procédé de la présente invention a au moins deux orifices d'alimentation en liquide de côté (P) (75) qui s'ouvrent dans la chambre cylindrique interne (65), les au moins deux orifices d'alimentation en liquide de côté (P) (75) sont disposés uniformément suivant une circonférence (67) de la chambre cylindrique interne (65) et sont à égale distance de l'extrémité fermée (62) de la chambre cylindrique interne (65). De préférence, le au moins un orifice d'alimentation en liquide de côté (P) s'ouvre dans la chambre cylindrique interne (65) par un orifice ayant un diamètre interne de 0,05 à 3 mm (de préférence, de 0,1 à 0,1 mm ; de manière davantage préférée, de 0,15 à 0,5 mm). De préférence, le au moins un orifice d'alimentation en liquide de côté (P) s'ouvre dans la chambre cylindrique interne (65) et est dirigé vers l'axe de symétrie (70) de la chambre cylindrique interne (65). De manière davantage préférée, le au moins un orifice d'alimentation en liquide de côté (P) s'ouvre dans la chambre cylindrique interne (65) et est dirigé vers et de façon essentiellement perpendiculaire à l'axe de symétrie (70) de la chambre cylindrique interne (65). De manière préférée entre toutes, le au moins un orifice d'alimentation en liquide de côté (P) s'ouvre dans la chambre cylindrique interne (65) et est dirigé vers et de façon perpendiculaire à l'axe de symétrie (70) de la chambre cylindrique interne (65).

De préférence, le dispositif de mélange axial (60) utilisé dans le procédé de la présente invention a au moins un orifice d'alimentation en liquide de côté (I) (80) qui s'ouvre dans la chambre cylindrique interne (65). De manière davantage  
5 préférée, le dispositif de mélange axial (60) utilisé dans le procédé de la présente invention a au moins deux orifices d'alimentation en liquide de côté (I) (80) qui s'ouvrent dans la chambre cylindrique interne (65). De préférence, lorsque le  
10 dispositif de mélange axial (60) utilisé dans le procédé de la présente invention a au moins deux orifices d'alimentation en liquide de côté (I) (80) qui s'ouvrent dans la chambre cylindrique interne (65), les au moins deux orifices d'alimentation en liquide de côté (I) (80) sont disposés  
15 uniformément suivant une circonférence (67) de la chambre cylindrique interne (65). De manière davantage préférée, lorsque le dispositif de mélange axial (60) utilisé dans le procédé de la présente invention a au moins deux orifices d'alimentation en liquide de côté (I) (80) qui s'ouvrent dans la chambre cylindrique interne (65), les au moins deux  
20 orifices d'alimentation en liquide de côté (I) (80) sont disposés uniformément suivant une circonférence (67) de la chambre cylindrique interne (65) et sont à une égale distance de l'extrémité fermée (62) de la chambre cylindrique interne (65). De préférence, le au moins un orifice d'alimentation en  
25 liquide de côté (I) s'ouvre dans la chambre cylindrique interne (65) par un orifice ayant un diamètre interne de 0,05 à 3 mm (de préférence, de 0,1 à 0,1 mm ; de manière davantage préférée, de 0,15 à 0,5 mm). De préférence, le au moins un orifice d'alimentation en liquide de côté (I) s'ouvre dans la  
30 chambre cylindrique interne (65) et est dirigé vers l'axe de symétrie (70) de la chambre cylindrique interne (65). De manière davantage préférée, le au moins un orifice d'alimentation en liquide de côté (I) s'ouvre dans la chambre cylindrique interne (65) et est dirigé vers et de façon  
35 essentiellement perpendiculaire à l'axe de symétrie (70) de la chambre cylindrique interne (65). De manière préférée entre toutes, le au moins un orifice d'alimentation en liquide de



côté (I) s'ouvre dans la chambre cylindrique interne (65) et est dirigé vers et de façon perpendiculaire à l'axe de symétrie (70) de la chambre cylindrique interne (65).

De préférence, le dispositif de mélange axial (60) utilisé dans le procédé de la présente invention a au moins un orifice d'alimentation en liquide de côté (P) (75) qui s'ouvre dans la chambre cylindrique interne (65) et au moins un orifice d'alimentation en liquide de côté (I) (80) qui s'ouvre dans la chambre cylindrique interne (65) ; où le au moins un orifice d'alimentation en liquide de côté (P) (75) et le au moins un orifice d'alimentation en liquide de côté (I) (80) sont disposés uniformément suivant une circonférence (67) de la chambre cylindrique interne (65). De manière davantage préférée, le dispositif de mélange axial (60) utilisé dans le procédé de la présente invention a au moins un orifice d'alimentation en liquide de côté (P) (75) qui s'ouvre dans la chambre cylindrique interne (65) et au moins un orifice d'alimentation en liquide de côté (I) (80) qui s'ouvre dans la chambre cylindrique interne (65) ; où le au moins un orifice d'alimentation en liquide de côté (P) (75) et le au moins un orifice d'alimentation en liquide de côté (I) (80) sont disposés uniformément suivant une circonférence (67) de la chambre cylindrique interne (65) et sont à une égale distance de l'extrémité fermée (62) de la chambre cylindrique interne (65).

De préférence, le dispositif de mélange axial (60) utilisé dans le procédé de la présente invention a au moins deux orifices d'alimentation en liquide de côté (P) (75) qui s'ouvrent dans la chambre cylindrique interne (65) et au moins deux orifices d'alimentation en liquide de côté (I) (80) qui s'ouvrent dans la chambre cylindrique interne (65). De préférence, lorsque le dispositif de mélange axial (60) utilisé dans le procédé de la présente invention a au moins deux orifices d'alimentation en liquide de côté (P) (75) qui s'ouvrent dans la chambre cylindrique interne (65) et au moins deux orifices d'alimentation en liquide de côté (I) (80) qui s'ouvrent dans la chambre cylindrique interne (65), les au

moins deux orifices d'alimentation en liquide de côté (P) (75) sont disposés uniformément suivant une circonférence (67) de la chambre cylindrique interne (65) et les au moins deux orifices d'alimentation en liquide de côté (I) (80) sont  
5 disposés uniformément suivant une circonférence (67) de la chambre cylindrique interne (65). De préférence, lorsque le dispositif de mélange axial (60) utilisé dans le procédé de la présente invention a au moins deux orifices d'alimentation en liquide de côté (P) (75) qui s'ouvrent dans la chambre  
10 cylindrique interne (65) et au moins deux orifices d'alimentation en liquide de côté (I) (80) qui s'ouvrent dans la chambre cylindrique interne (65), les orifices d'alimentation en liquide de côté (P) (75) et les orifices d'alimentation en liquide de côté (I) (80) alternent suivant  
15 une circonférence (67) de la chambre cylindrique interne (65). De manière davantage préférée, lorsque le dispositif de mélange axial (60) utilisé dans le procédé de la présente invention a au moins deux orifices d'alimentation en liquide de côté (P) (75) qui s'ouvrent dans la chambre cylindrique  
20 interne (65) et au moins deux orifices d'alimentation en liquide de côté (I) (80) qui s'ouvrent dans la chambre cylindrique interne (65), les orifices d'alimentation en liquide de côté (P) (75) et les orifices d'alimentation en liquide de côté (I) (80) alternent et sont espacés  
25 uniformément suivant une circonférence (67) de la chambre cylindrique interne (65). De manière préférée entre toutes, lorsque le dispositif de mélange axial (60) utilisé dans le procédé de la présente invention a au moins deux orifices d'alimentation en liquide de côté (P) (75) qui s'ouvrent dans  
30 la chambre cylindrique interne (65) et au moins deux orifices d'alimentation en liquide de côté (I) (80) qui s'ouvrent dans la chambre cylindrique interne (65); les orifices d'alimentation en liquide de côté (P) (75) et les orifices d'alimentation en liquide de côté (I) (80) alternent et sont  
35 uniformément espacés suivant une circonférence (67) de la chambre cylindrique interne (65); et les orifices d'alimentation en liquide de côté (P) (75) et les orifices

d'alimentation en liquide de côté (I) (80) sont tous à une égale distance de l'extrémité fermée (62) de la chambre cylindrique interne (65).

De préférence, le dispositif de mélange axial (60) utilisé dans le procédé de la présente invention a au moins un orifice d'alimentation en gaz pressurisé tangentiel (85) qui s'ouvre dans la chambre cylindrique interne (65). De manière davantage préférée, le dispositif de mélange axial (60) utilisé dans le procédé de la présente invention a au moins un orifice d'alimentation en gaz pressurisé tangentiel (85) qui s'ouvre dans la chambre cylindrique interne (65) ; où le au moins un orifice d'alimentation en gaz pressurisé tangentiel (85) est disposé suivant une circonférence de la chambre cylindrique interne (65) en aval du au moins un orifice d'alimentation en liquide de côté (P) (75) et le au moins un orifice d'alimentation en liquide de côté (I) (80) depuis l'extrémité fermée (62). De manière encore davantage préférée, le dispositif de mélange axial (60) utilisé dans le procédé de la présente invention a au moins deux orifices d'alimentation en gaz pressurisé tangentiels (85) qui s'ouvrent dans la chambre cylindrique interne (65) ; où les au moins deux orifices d'alimentation en gaz pressurisé tangentiels (85) sont disposés suivant une circonférence de la chambre cylindrique interne (65) en aval du au moins un orifice d'alimentation en liquide de côté (P) (75) et du au moins un orifice d'alimentation en liquide de côté (I) (80) depuis l'extrémité fermée (62). De manière encore davantage préférée, le dispositif de mélange axial (60) utilisé dans le procédé de la présente invention a au moins deux orifices d'alimentation en gaz pressurisé tangentiels (85) qui s'ouvrent dans la chambre cylindrique interne (65) ; où les au moins deux orifices d'alimentation en gaz pressurisé tangentiels (85) sont disposés suivant une circonférence de la chambre cylindrique interne (65) en aval du au moins un orifice d'alimentation en liquide de côté (P) (75) et du au moins un orifice d'alimentation en liquide de côté (I) (80) depuis l'extrémité fermée (62) ; et où les au moins deux orifices

d'alimentation en gaz pressurisé tangentiels (85) sont disposés uniformément suivant une circonférence (67) de la chambre cylindrique interne (65). De manière préférée entre toutes, le dispositif de mélange axial (60) utilisé dans le

5 procédé de la présente invention a au moins deux orifices d'alimentation en gaz pressurisé tangentiels (85) qui s'ouvrent dans la chambre cylindrique interne (65) ; où les au moins deux orifices d'alimentation en gaz pressurisé tangentiels (85) sont disposés suivant une circonférence de la

10 chambre cylindrique interne (65) en aval du au moins un orifice d'alimentation en liquide de côté (P) (75) et du au moins un orifice d'alimentation en liquide de côté (I) (80) depuis l'extrémité fermée (62) ; et où le au moins deux orifices d'alimentation en gaz pressurisé tangentiels (85)

15 sont disposés uniformément suivant une circonférence (67) de la chambre cylindrique interne (65) et sont à égale distance depuis l'extrémité fermée (62) de la chambre cylindrique interne (65). De préférence, le au moins un orifice d'alimentation en gaz pressurisé tangentiel s'ouvre dans la

20 chambre cylindrique interne (65) par un orifice ayant une dimension critique de 0,1 à 5 mm (de préférence, de 0,3 à 3 mm ; de manière davantage préférée, de 0,5 à 2 mm). De préférence, le au moins un orifice d'alimentation en gaz pressurisé tangentiel s'ouvre dans la chambre cylindrique

25 interne (65) et est dirigé tangentiellement suivant une circonférence interne de la chambre cylindrique interne (65). De manière davantage préférée, le au moins un orifice d'alimentation en gaz pressurisé tangentiel s'ouvre dans la chambre cylindrique interne (65) et est dirigé sur le plan

30 tangentiel suivant une circonférence interne de la chambre cylindrique interne et sur un plan qui est essentiellement perpendiculaire à l'axe de symétrie (70) de la chambre cylindrique interne (65). De manière préférée entre toutes, le au moins un orifice d'alimentation en gaz pressurisé

35 tangentiel s'ouvre dans la chambre cylindrique interne (65) et est dirigé tangentiellement suivant une circonférence interne de la chambre cylindrique interne et sur un plan qui est

perpendiculaire à l'axe de symétrie (70) de la chambre cylindrique interne (65).

De préférence, dans le procédé de la présente invention, le composant liquide de côté poly (P) comprend au moins l'un  
5 parmi un polyol de côté (P), une polyamine de côté (P) et un alcool amine de côté (P).

De préférence, le polyol de côté (P) est choisi dans le groupe constitué de diols, de polyols, de polyol diols, de leurs copolymères et leurs mélanges. De manière davantage  
10 préférée, le polyol de côté (P) est choisi dans le groupe constitué des polyols de polyéther (par ex., poly(oxytétraméthylène)glycol, poly(oxypropylène)glycol et leurs mélanges) ; des polyols de polycarbonate ; des polyols de polyester ; des polyols de polycaprolactone ; leurs  
15 mélanges et des mélanges de ceux-ci avec un ou plusieurs polyols de bas poids moléculaire choisis dans le groupe constitué d'éthylène glycol ; de 1,2-propylène glycol ; de 1,3-propylène glycol ; de 1,2-butanediol ; de 1,3-butanediol ; de 2-méthyl-1,3-propanediol ; de 1,4-butanediol ; de néopentyl  
20 glycol ; de 1,5-pentanediol ; de 3-méthyl-1,5-pentanediol ; de 1,6-hexanediol ; de diéthylène glycol ; de dipropylène glycol ; et de tripropylène glycol. De manière encore davantage préférée, le au moins un polyol de côté (P) est choisi dans le groupe constitué de polytétraméthylène éther  
25 glycol (PTMEG) ; de polyols à base d'esters (tels qu'éthylène adipates, butylène adipates) ; de polypropylène éther glycols (PPG) ; de polyols de polycaprolactone ; leurs copolymères et leurs mélanges.

De préférence, dans le procédé de la présente invention,  
30 le composant liquide de côté poly (P) utilisé contient au moins un polyol de côté (P) ; où le au moins un polyol de côté (P) comprend un polyol de haut poids moléculaire ayant un poids moléculaire moyen en nombre,  $M_N$ , de 2 500 à 100 000. De manière davantage préférée, le polyol de haut poids  
35 moléculaire utilisé a un poids moléculaire moyen en nombre,  $M_N$ , de 5 000 à 50 000 (de manière encore davantage préférée,

de 7 500 à 25 000 ; de manière préférée entre toutes, de 10 000 à 12 000).

De préférence, dans le procédé de la présente invention, le composant liquide de côté poly (P) utilisé contient au moins un polyol de côté (P) ; où le au moins un polyol de côté (P) comprend un polyol de haut poids moléculaire ayant en moyenne trois à dix groupes hydroxyle par molécule. De manière davantage préférée, le polyol de haut poids moléculaire utilisé a en moyenne quatre à huit (de manière encore davantage préférée, cinq à sept ; de manière préférée entre toutes six) groupes hydroxyle par molécule.

Les exemples de polyols de haut poids moléculaire disponibles dans le commerce comprennent les polyols Specflex®, les polyols Voranol® et les polyols Voralux® (disponibles auprès de The Dow Chemical Company) ; des polyols de spécialité Multranol® et des polyols flexibles Ultracel® (disponibles auprès de Bayer MaterialScience LLC) ; et des polyols Pluracol® (disponibles auprès de BASF). Plusieurs polyols de haut poids moléculaire préférés sont présentés dans le TABLEAU 1.

**TABLEAU 1**

<b>Polyol de haut poids moléculaire</b>	<b>Nombre de groupes OH par molécule</b>	<b>M<sub>N</sub></b>	<b>Nombre de groupes hydroxyle (mg KOH/g)</b>
Multranol® 3901 Polyol	3,0	6 000	28
Pluracol® 1385 Polyol	3,0	3 200	50
Pluracol® 380 Polyol	3,0	6 500	25
Pluracol® 1123 Polyol	3,0	7 000	24
ULTRACEL® 3000 Polyol	4,0	7 500	30
SPECFLEX® NC630 Polyol	4,2	7 602	31
SPECFLEX® NC632 Polyol	4,7	8 225	32
VORALUX® HF 505 Polyol	6,0	11 400	30
MULTRANOL® 9185 Polyol	6,0	3 366	100
VORANOL® 4053 Polyol	6,9	12 420	31

De préférence, la polyamine de côté (P) est choisie dans le groupe constitué de diamines et d'autres amines multifonctionnelles. De manière davantage préférée, la polyamine de côté (P) est choisie dans le groupe constitué de diamines aromatiques et d'autres amines aromatiques multifonctionnelles telles que, par exemple, la 4,4'-méthylène-bis-o-chloroaniline (« MbOCA ») ; la 4,4'-méthylène-bis-(3-chloro-2,6-diéthylaniline) (« MCDEA ») ; la diméthylthiotoluènediamine ; le di-p-aminobenzoate de triméthylèneglycol ; le di-p-aminobenzoate de polytétraméthylèneoxyde ; le mono-p-aminobenzoate de polytétraméthylèneoxyde ; le di-p-aminobenzoate de polypropylèneoxyde ; le mono-p-aminobenzoate de polypropylèneoxyde ; le 1,2-bis(2-aminophénylthio)éthane ; la 4,4'-méthylène-bis-aniline ; la diéthyltoluènediamine ; la 5-tert-butyl-2,4-toluènediamine ; la 3-tert-butyl-2,6-toluènediamine ; la 5-tert-amyl-2,4-toluènediamine ; et la 3-tert-amyl-2,6-toluènediamine et la chlorotoluènediamine.

De préférence, l'alcool amine de côté (P) est choisie dans le groupe constitué de polyols à l'initiateur amine. De

manière davantage préférée, l'alcool amine de côté (P) est choisie dans le groupe constitué de polyols à l'initiateur amine contenant un à quatre (de manière encore davantage préférée, deux à quatre ; de manière préférée entre toutes, 5 deux) atomes d'azote par molécule. De préférence, l'alcool amine de côté (P) est choisie dans le groupe constitué de polyols à l'initiateur amine qui ont en moyenne au moins trois groupes hydroxyle par molécule. De manière davantage préférée, l'alcool amine de côté (P) est choisie dans le groupe 10 constitué de polyols à l'initiateur amine qui ont en moyenne de trois à six (de manière encore davantage préférée, trois à cinq ; de manière préférée entre toutes, quatre) groupes hydroxyle par molécule. Les polyols à l'initiateur amine particulièrement préférés ont un poids moléculaire moyen en 15 nombre  $M_N$ , de  $\leq 700$  (de préférence, de 150 à 650 ; de manière davantage préférée, de 200 à 500 ; de manière préférée entre toutes, de 250 à 300) et ont un indice hydroxyle (déterminé par le procédé de test ASTM Test Method D4274-11) de 350 à 1 200 mg KOH/g. De manière davantage préférée, le polyol à 20 l'initiateur amine utilisé a un indice hydroxyle de 400 à 1 000 mg KOH/g (de manière préférée entre toutes 600 à 850 mg KOH/g). Les exemples de polyols à l'initiateur amine disponibles dans le commerce comprennent la famille de polyols à l'initiateur amine Voranol® (disponibles auprès de The Dow 25 Chemical Company) ; les polyols de spécialité Quadrol® (N,N,N',N'-tétrakis(2-hydroxypropyl-éthylène-diamine))(disponibles auprès de BASF) ; les polyols à base d'amine Pluracol® (disponibles auprès de BASF) ; les polyols à base d'amine Multranol® (disponibles auprès de Bayer 30 MaterialScience LLC) ; la triisopropanolamine (TIPA) (disponible auprès de The Dow Chemical Company) ; et la triéthanolamine (TEA) (disponible auprès de Mallinckrodt Baker Inc.). Plusieurs polyols à l'initiateur amine préférés sont présentés dans le **TABLEAU 2**.



TABLEAU 2

<b>Polyol à l'initiateur amine</b>	<b>Nombre de groupes OH groupes <u>par</u> <u>molécule</u></b>	<b>M<sub>N</sub></b>	<b>Indice d'hydroxyle (mg KOH/g)</b>
Triéthanolamine	3	149	1130
Triisopropanolamine	3	192	877
MULTRANOL® 9138 Polyol	3	240	700
MULTRANOL® 9170 Polyol	3	481	350
VORANOL® 391 Polyol	4	568	391
VORANOL® 640 Polyol	4	352	638
VORANOL® 800 Polyol	4	280	801
QUADROL® Polyol	4	292	770
MULTRANOL® 4050 Polyol	4	356	630
MULTRANOL® 4063 Polyol	4	488	460
MULTRANOL® 8114 Polyol	4	568	395
MULTRANOL® 8120 Polyol	4	623	360
MULTRANOL® 9181 Polyol	4	291	770
VORANOL® 202 Polyol	5	590	475

De préférence, dans le procédé de la présente invention,  
5 le composant liquide de côtéé poly (P) est introduit dans la  
chambre cylindrique interne (65) par le au moins un (P)  
orifice d'alimentation en liquide de côtéé (75) à une pression  
de charge de côtéé (P) de 6 895 à 27 600 kPa. De manière  
davantage préférée, le composant liquide de côtéé poly (P) est  
10 introduit dans la chambre cylindrique interne (65) par le au  
moins un orifice d'alimentation en liquide de côtéé (P) (75) à  
une pression de charge de côtéé (P) de 8 000 à 20 000 kPa. De  
manière préférée entre toutes, le composant liquide de côtéé  
poly (P) est introduit dans la chambre cylindrique interne  
15 (65) par le au moins un orifice d'alimentation en liquide de  
côtéé (P) (75) à une pression de charge de côtéé (P) de 10 000 à  
17 000 kPa.

De préférence, dans le procédé de la présente invention,  
le composant liquide de côtéé iso (I) comprend au moins un

isocyanate polyfonctionnel. De préférence, le au moins un isocyanate polyfonctionnel contient deux groupes isocyanate réactifs (à savoir, NCO).

De préférence, le au moins un isocyanate polyfonctionnel  
5 est choisi dans le groupe constitué d'un isocyanate polyfonctionnel aliphatique, d'un isocyanate polyfonctionnel aromatique et d'un mélange de ceux-ci. De manière davantage préférée, l'isocyanate polyfonctionnel est un diisocyanate  
10 choisi dans le groupe constitué du 2,4-toluène diisocyanate ; du 2,6-toluène diisocyanate ; du 4,4'-diphénylméthane diisocyanate ; du naphthalène-1,5-diisocyanate ; du tolidine diisocyanate ; du para-phénylène diisocyanate ; du xylylene diisocyanate ; de l'isophorone diisocyanate ; de l'hexaméthylène diisocyanate ; du 4,4'-dicyclohexylméthane  
15 diisocyanate ; du cyclohexanediisocyanate ; et leurs mélanges. De manière encore davantage préférée, le au moins un isocyanate polyfonctionnel est un prépolymère d'uréthane à terminaison isocyanate formé par la réaction d'un diisocyanate avec un polyol prépolymère.

De préférence, le au moins un isocyanate polyfonctionnel  
20 est un prépolymère d'uréthane à terminaison isocyanate ; où le prépolymère d'uréthane à terminaison isocyanate a 2 à 12 % en poids de groupes isocyanate n'ayant pas réagi (NCO). De manière davantage préférée, le prépolymère d'uréthane à  
25 terminaison isocyanate utilisé dans le procédé de la présente invention a 2 à 10 % en poids (de manière encore davantage préférée, 4 à 8 % en poids ; de manière préférée entre toutes, 5 à 7 % en poids) de groupes isocyanate n'ayant pas réagi (NCO).

De préférence, le prépolymère d'uréthane à terminaison  
30 isocyanate utilisé est le produit réactionnel d'un diisocyanate avec un polyol prépolymère; où le polyol prépolymère est choisi dans le groupe constitué de diols, de polyols, de polyol diols, leurs copolymères et leurs mélanges.  
35 De manière davantage préférée, le polyol prépolymère est choisi dans le groupe constitué de polyols de polyéther (par ex., poly(oxytétraméthylène)glycol, poly(oxypropylène)glycol

et leurs mélanges) ; de polyols de polycarbonate ; de polyols de polyester ; de polyols de polycaprolactone ; de leurs mélanges et des mélanges de ceux-ci avec un ou plusieurs polyols de bas poids moléculaire choisis dans le groupe  
5 constitué d'éthylène glycol ; de 1,2-propylène glycol ; de 1,3-propylène glycol ; de 1,2-butanediol ; de 1,3-butanediol ; de 2-méthyl-1,3-propanediol ; de 1,4-butanediol ; de néopentyl glycol ; de 1,5-pentanediol ; de 3-méthyl-1,5-pentanediol ; de 1,6-hexanediol ; de diéthylène glycol ; de dipropylène  
10 glycol ; et de tripropylène glycol. De manière encore davantage préférée, le polyol prépolymère est choisi dans le groupe constitué de polytétraméthylène éther glycol (PTMEG) ; de polyols à base d'ester (tels que les éthylène adipates, butylène adipates) ; de polypropylène éther glycols (PPG) ; de  
15 polycaprolactone polyols ; de leurs copolymères ; et leurs mélanges. De manière préférée entre toutes, le polyol prépolymère est choisi dans le groupe constitué de PTMEG et de PPG.

De préférence, lorsque le polyol prépolymère est le  
20 PTMEG, le prépolymère d'uréthane à terminaison isocyanate a une concentration en groupes isocyanate n'ayant pas réagi (NCO) de 2 à 10 % en poids (de manière davantage préférée, de 4 à 8 % en poids ; de manière préférée entre toutes, de 6 à 7 % en poids). Les exemples de prépolymères d'uréthane à  
25 terminaison isocyanate à base de PTMEG disponibles dans le commerce comprennent les prépolymères Imuthane® (disponibles auprès de COIM USA, Inc., tels que PET-80A, PET-85A, PET-90A, PET-93A, PET-95A, PET-60D, PET-70D, PET-75D) ; les  
prépolymères Adiprene® (disponibles auprès de Chemtura, such  
30 as, 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 et L325) ; les prépolymères Andur® (disponibles auprès d'Anderson Development Company, tels que 70APLF, 80APLF, 85APLF, 90APLF, 95APLF, 60DPLF,  
35 70APLF, 75APLF).

De préférence, lorsque le polyol prépolymère est le PPG, le prépolymère d'uréthane à terminaison isocyanate a une

concentration en groupes isocyanate n'ayant pas réagi (NCO) de 3 à 9 % en poids (de manière davantage préférée, de 4 à 8 % en poids, de manière préférée entre toutes, de 5 à 6 % en poids). Les exemples de prépolymères d'uréthane à terminaison isocyanate à base de PPG disponible dans le commerce comprennent les prépolymères Imuthane® (disponibles auprès de COIM USA, Inc., tels que PPT-80A, PPT-90A, PPT-95A, PPT-65D, PPT-75D) ; les prépolymères Adiprene® (disponibles auprès de Chemtura, tels que LFG 963A, LFG 964A, LFG 740D) ; et les prépolymères Andur® (disponibles auprès d'Anderson Development Company, tels que 8000APLF, 9500APLF, 6500DPLF, 7501DPLF).

De préférence, le prépolymère d'uréthane à terminaison isocyanate utilisé dans le procédé de la présente invention est un prépolymère d'uréthane à terminaison isocyanate à faible teneur en monomère libre ayant moins de 0,1 % en poids de teneur en monomère toluène diisocyanate (TDI) libre.

Les prépolymères d'uréthane à terminaison isocyanate non à base de TDI peuvent également être utilisés dans le procédé de la présente invention. Par exemple, les prépolymères d'uréthane à terminaison isocyanate comprennent ceux formés par la réaction de 4,4'-diphénylméthane diisocyanate (MDI) et de polyols tels que le polytétraméthylène glycol (PTMEG) avec des diols éventuels tels que le 1,4-butanediol (BDO) sont acceptables. Lorsque ces prépolymères d'uréthane à terminaison isocyanate sont utilisés, la concentration en groupes isocyanate n'ayant pas réagi (NCO) est de préférence de 4 à 10 % en poids (de manière davantage préférée, de 4 à 8 % en poids, de manière préférée entre toutes, de 5 à 7 % en poids). Les exemples de prépolymères d'uréthane à terminaison isocyanate disponibles dans le commerce dans cette catégorie comprennent les prépolymères Imuthane® (disponibles auprès de COIM USA, Inc. tels que 27-85A, 27-90A, 27-95A) ; les prépolymères Andur® (disponibles auprès d'Anderson Development Company, tels que IE75AP, IE80AP, IE85AP, IE90AP, IE95AP, IE98AP) ; les prépolymères Vibrathane® (disponibles auprès de Chemtura, tels que B625, B635, B821) ; les prépolymères modifiés Isonate® (disponibles auprès de The Dow Chemical

Company, tels que Isonate<sup>®</sup> 240 avec 18,7 % de NCO, Isonate<sup>®</sup> 181 avec 23 % de NCO, Isonate<sup>®</sup> 143L avec 29,2 % de NCO) ; et le MDI polymère (disponibles auprès de The Dow Chemical Company, tel que PAPI<sup>®</sup> 20, 27, 94, 95, 580N, 901).

5 De préférence, dans le procédé de la présente invention, le composant liquide de côté iso (I) est introduit dans la chambre cylindrique interne (65) par le au moins un orifice d'alimentation en liquide de côté (I) (80) à une pression de charge de côté (I) de 6 895 à 27 600 kPa. De manière davantage  
10 préférée, le composant liquide de côté iso (I) est introduit dans la chambre cylindrique interne (65) par le au moins un orifice d'alimentation en liquide de côté (I) (80) à une pression de charge de côté (I) de 8 000 à 20 000 kPa. De manière préférée entre toutes, le composant liquide de côté  
15 iso (I) est introduit dans la chambre cylindrique interne (65) par le au moins un orifice d'alimentation en liquide de côté (I) (80) à une pression de charge de côté (I) de 10 000 à 17 000 kPa.

De préférence, dans le procédé de la présente invention,  
20 au moins l'un du composant liquide de côté poly (P) et du composant liquide de côté iso (I) peut contenir éventuellement des matériaux liquides supplémentaires. Par exemple, au moins l'un du composant liquide de côté poly (P) et du composant liquide de côté iso (I) peut contenir des matériaux liquides  
25 choisis dans le groupe constitué d'agents moussants (par ex., agents moussants à base de carbamate tels que Specflex<sup>™</sup> NR 556 CO<sub>2</sub>/adduit d'amine aliphatique disponibles auprès de The Dow Chemical Company) ; de catalyseurs (par ex., catalyseurs amines tertiaires tels que Dabco<sup>®</sup> 33LV disponibles auprès  
30 d'Air Products, Inc. ; et le catalyseur étain tel que Fomrez<sup>®</sup> tin catalyst de Momentive) ; et de tensioactifs (par ex., Tegostab<sup>®</sup> silicon surfactant d'Evonik). De préférence, dans le procédé de la présente invention, le composant liquide de côté poly (P) contient un matériau liquide supplémentaire. De  
35 manière davantage préférée, dans le procédé de la présente invention, le composant liquide de côté poly (P) contient un matériau liquide supplémentaire ; où le matériau liquide

supplémentaire est au moins l'un parmi un catalyseur et un tensioactif. De manière préférée entre toutes, dans le procédé de la présente invention, le composant liquide de côté poly (P) contient un catalyseur et un tensioactif.

5 De préférence, dans le procédé de la présente invention, le gaz pressurisé utilisé est choisi dans le groupe constitué de dioxyde de carbone, d'azote, d'air et d'argon. De manière davantage préférée, le gaz pressurisé utilisé est choisi dans le groupe constitué de dioxyde de carbone, d'azote et d'air.  
10 De manière encore davantage préférée, le gaz pressurisé utilisé est choisi dans le groupe constitué d'azote et d'air. De manière préférée entre toutes, le gaz pressurisé utilisé est l'air.

De préférence, dans le procédé de la présente invention,  
15 le gaz pressurisé utilisé a une teneur en eau de  $\leq 10$  ppm. De manière davantage préférée, le gaz pressurisé utilisé a une teneur en eau de  $\leq 1$  ppm. De manière encore davantage préférée, le gaz pressurisé utilisé a une teneur en eau de  $\leq 0,1$  ppm. De manière préférée entre toutes, le gaz pressurisé  
20 utilisé a une teneur en eau de  $\leq 0,01$  ppm.

De préférence, dans le procédé de la présente invention, le gaz pressurisé est introduit dans la chambre cylindrique interne (65) par les au moins deux orifices d'alimentation en gaz pressurisé tangentiels (85) avec une vitesse d'entrée, la  
25 vitesse d'entrée étant de 50 à 600 m/s calculé sur la base de conditions de gaz parfait à 20 °C et à une pression de 1 atm, ou de préférence, de 75 à 350 m/s. Sans souhaiter être lié par une théorie, il est à noter que lorsque la vitesse d'entrée est trop faible, la couche de polissage déposée dans le moule  
30 a une probabilité accrue de développer des craquelures indésirables.

De préférence, dans le procédé de la présente invention, le gaz pressurisé est introduit dans la chambre cylindrique interne (65) par les au moins deux orifices d'alimentation en  
35 gaz pressurisé tangentiels (85) avec une pression d'alimentation de 150 à 1 500 kPa. De manière davantage préférée, le gaz pressurisé est introduit dans la chambre

cylindrique interne (65) par les au moins deux orifices d'alimentation en gaz pressurisé tangentiels (85) avec une pression d'alimentation de 350 à 1 000 kPa. De manière préférée entre toutes, le gaz pressurisé est introduit dans la  
5 chambre cylindrique interne (65) par les au moins deux orifices d'alimentation en gaz pressurisé tangentiels (85) avec une pression d'alimentation de 550 à 830 kPa.

De préférence, le procédé de formation d'une couche de polissage de tampon de polissage mécano-chimique de la  
10 présente invention, comprend : la fourniture d'un composant liquide de côtéé poly (P) et d'un composant liquide de côtéé iso (I) ; où le composant liquide de côtéé poly (P) et le composant liquide de côtéé iso (I) sont fournis en un rapport stœchiométrique des groupes hydrogène réactifs (c'est-à-dire  
15 le total des groupes amine ( $\text{NH}_2$ ) et des groupes hydroxyle (OH)) dans les composants du composant liquide de côtéé poly (P) aux groupes isocyanate n'ayant pas réagi (NCO) dans le composant liquide de côtéé iso (I) de 0,85 à 1,15 (de manière davantage préférée, de 0,90 à 1,10 ; de manière préférée entre  
20 toutes, de 0,95 à 1,05).

De préférence, dans le procédé de la présente invention, le débit massique combiné du composant liquide de côtéé poly (P) et du composant liquide de côtéé iso (I) dans la chambre cylindrique interne (65) est de 1 à 500 g/s (de préférence, 2  
25 à 40 g/s ; de manière davantage préférée, de 2 à 25 g/s).

De préférence, dans le procédé de la présente invention, le rapport du (a) total du débit massique combiné du composant liquide de côtéé poly (P) et du composant liquide de côtéé iso (I) dans la chambre cylindrique interne (65) au (b) débit  
30 massique du gaz pressurisé dans la chambre cylindrique interne (65) (calculé sur la base de conditions de gaz parfait à 20 °C et à une pression de 1 atm) est de  $\leq 46$  à 1 (de manière davantage préférée,  $\leq 30$  à 1).

De préférence, dans le procédé de la présente invention,  
35 la combinaison formée dans le dispositif de mélange axial (60) est évacuée depuis l'extrémité ouverte (68) de la chambre cylindrique interne (65) en direction de la base (12) du moule

(10) à une vitesse de 10 à 300 m/s. De manière davantage préférée, la combinaison est évacuée depuis l'ouverture (69) à l'extrémité ouverte (68) du dispositif de mélange axial (60) à une vitesse ayant un composant z dans une direction parallèle à l'axe z (Z) vers la base (12) du moule (10) de 10 à 300 m/s.

De préférence, dans le procédé de la présente invention, la combinaison est évacuée de l'extrémité ouverte (68) du dispositif de mélange axial (60) à une distance D, suivant la dimension z depuis la surface inférieure (92) de la couche de polissage de tampon de polissage mécano-chimique (90) formée dans le moule (10). De manière davantage préférée, la combinaison est évacuée de l'extrémité ouverte (68) du dispositif de mélange axial (60) à une distance D, suivant la dimension z depuis la surface inférieure (92) de la couche de polissage de tampon de polissage mécano-chimique (90) formée dans le moule (10) ; où la distance moyenne,  $D_{avg}$ , est de 2,5 à 125 cm (de manière davantage préférée, de 7,5 à 75 cm ; de manière préférée entre toutes, de 12,5 à 50 cm).

De préférence, dans le procédé de la présente invention, la combinaison formée dans le dispositif de mélange axial a un temps de gel de 5 à 900 secondes. De manière davantage préférée, la combinaison formée dans le dispositif de mélange axial a un temps de gel de 10 à 600 secondes. De manière préférée entre toutes, la combinaison formée dans le dispositif de mélange axial a un temps de gel de 15 à 120 secondes.

De préférence, la couche de polissage de tampon de polissage mécano-chimique préparé selon le procédé de la présente invention peut être amenée à former une interface avec au moins une couche supplémentaire pour former un tampon de polissage mécano-chimique. De préférence, la couche de polissage de tampon de polissage mécano-chimique préparée selon le procédé de la présente invention est amenée à former une interface avec un sous-tampon compressible (non représenté) ; où le sous-tampon compressible est amenée à former une interface avec la couche de polissage (90) en utilisant un adhésif d'empilement ; l'adhésif d'empilement



étant interposé entre la surface inférieure (92) de la couche de polissage (90) et le sous-tampon compressible. Le sous-tampon améliore de préférence la conformation de la couche de polissage à la surface du substrat qui est poli. De préférence, l'adhésif d'empilement utilisé est un adhésif choisi dans le groupe constitué des adhésifs sensibles à la pression, des adhésifs thermofusibles réactifs, des adhésifs par contact et leurs combinaisons. De manière davantage préférée, l'adhésif d'empilement utilisé est choisi dans le groupe constitué des adhésifs thermofusibles réactifs et des adhésifs sensibles à la pression. De manière préférée entre toutes, l'adhésif d'empilement utilisé est un adhésif thermofusible réactif.

De préférence, la couche de polissage de tampon de polissage mécano-chimique préparée selon le procédé de la présente invention est incorporée dans un tampon de polissage mécano-chimique, le tampon de polissage mécano-chimique étant adapté pour être amené à former une interface avec le plateau d'une machine de polissage. De préférence, le tampon de polissage mécano-chimique est adapté pour être amené à former une interface avec le plateau en utilisant au moins un vide et un adhésif de plateau sensible à la pression.

De préférence, la couche de polissage de tampon de polissage mécano-chimique préparée selon le procédé de la présente invention est adaptée pour le polissage d'un substrat ; le substrat étant au moins un substrat magnétique, un substrat optique et un substrat semi-conducteur. De manière davantage préférée, la couche de polissage de tampon de polissage mécano-chimique préparée selon le procédé de la présente invention est adaptée pour le polissage d'un substrat ; le substrat étant un substrat semi-conducteur. De manière préférée entre toutes, la couche de polissage de tampon de polissage mécano-chimique préparée selon le procédé de la présente invention est adaptée pour le polissage d'un substrat ; le substrat étant une galette de semi-conducteur.

De préférence, dans le procédé de la présente invention, la couche de polissage de tampon de polissage mécano-chimique

provenant du gâteau a une surface de polissage présentant un motif à rainure (100) formé dans la surface de polissage (95). De préférence, le motif de rainure comprend une ou plusieurs rainures disposées sur la surface de polissage de sorte que  
5 par rotation de la couche de polissage de tampon de polissage mécano-chimique pendant le polissage, l'une ou plusieurs rainures balayent la surface du substrat qui est polie. De préférence, l'une ou plusieurs rainure(s) sont constituées de rainures courbes, de rainures linéaires et leurs combinaisons.

10 De préférence, le schéma de rainure comprend une pluralité de rainures. De manière davantage préférée, le motif de rainure est choisi parmi une configuration de rainures. De préférence, le motif de rainure est choisi dans le groupe constitué de rainures concentriques (qui peuvent être  
15 circulaires ou spiralées), de rainures courbes, de rainures croisées (par ex., disposées comme une grille X-Y sur la surface du tampon), d'autres motifs réguliers (par ex., hexagones, triangles), de motifs de type bande de roulement pneumatique, de motifs irréguliers (par ex., un motif  
20 fractal), et leurs combinaisons. De manière davantage préférée, le motif de rainure est choisi dans le groupe constitué de rainures aléatoires, de rainures concentriques, de rainures spiralées, de rainures croisées, de rainures quadrillées en X-Y, de rainures hexagonales, de rainures  
25 triangulaires, de rainures fractales et leurs combinaisons. De manière préférée entre toutes, la surface de polissage a un motif de rainure spiralée formée dans celui-ci. Le profil de la rainure est choisi de préférence parmi un profil rectangulaire avec des parois latérales droites ou la section  
30 transversale de la rainure peut être en forme de « V », en forme de « U », en dents de scie et leurs combinaisons.

De préférence, le motif de rainure (100) comprend une pluralité de rainures formées dans la surface de polissage (95) d'une couche de polissage de tampon de polissage mécano-  
35 chimique (90), où la pluralité des rainures est constituée de rainures courbes (120). (Voir la **Figure 6**).

De préférence, le motif de rainure (100) comprend une pluralité de rainures formées dans la surface de polissage (95) d'une couche de polissage de tampon de polissage mécano-chimique (90), où la pluralité de rainures est constituée de rainures circulaires concentriques (130). (Voir les **Figures 7-8**).

De préférence, le motif de rainure (100) comprend une pluralité de rainures formées dans la surface de polissage (95) d'une couche de polissage de tampon de polissage mécano-chimique (90), où la pluralité des rainures est constituée de rainures linéaires X-Y (140). (Voir la **Figure 9**).

De préférence, le motif de rainure (100) comprend une pluralité de rainures formées dans la surface de polissage (95) d'une couche de polissage de tampon de polissage mécano-chimique (90), où la pluralité de rainures comprend de rainures circulaires concentriques (130) et des rainures linéaires X-Y (140). (Voir la **Figure 10**).

De préférence, la couche de polissage de tampon de polissage mécano-chimique (90) préparé selon le procédé de la présente invention a une épaisseur moyenne,  $T_{P-avg}$ , de 0,51 à 3,81 mm (20 à 150 mils). De manière davantage préférée, la couche de polissage de tampon de polissage mécano-chimique (90) préparé selon le procédé de la présente invention a une épaisseur moyenne,  $T_{P-avg}$ , de 0,76 à 3,17 mm (30 à 125 mils) (de manière encore davantage préférée, de 1,00 à 3,05 mm (40 à 120 mils) ; de manière préférée entre toutes, de 1,27 à 2,50 mm (50 à 100 mils)). (Voir la **Figure 5**).

Certains modes de réalisation de la présente invention seront à présent décrits en détail dans les **exemples** suivants.

#### **Exemple 1 : couche de polissage de tampon de polissage mécano-chimique**

Un composant liquide de côté poly (P) a été fourni, contenant : 77,62 % en poids de polyéther polyol de haut poids moléculaire (Voralux<sup>®</sup> HF 505 polyol disponible auprès de The Dow Chemical Company) ; 21,0 % en poids de monoéthylène glycol ; 1,23 % en poids d'un tensioactif silicone (Tegostab<sup>®</sup>

B8418 surfactant disponibles auprès d'Evonik) ; 0,05 % en poids d'un catalyseur à l'étain (Fomrez<sup>®</sup> UL-28 disponibles auprès de Momentive) ; et 0,10 % en poids d'un catalyseur amine tertiaire (Dabco<sup>®</sup> 33LV catalyst disponibles auprès d'Air Products, Inc.). Un composant liquide de côté iso (I) a été fourni, contenant : 100 % en poids d'un diphénylméthane diisocyanate modifié (Isonate<sup>™</sup> 181 MDI prépolymère disponible auprès de The Dow Chemical Company.) Un gaz pressurisé (air sec) a été fourni.

Un dispositif de mélange axial a été fourni (MicroLine 45 CSM, disponible auprès d'Hennecke GmbH) ayant un orifice d'alimentation en liquide de côté (P), un orifice d'alimentation en liquide de côté (I) et quatre orifices d'alimentation en gaz pressurisé tangentiels. Le composant liquide de côté poly (P) et le composant liquide de côté iso (I) ont été chargés dans le dispositif de mélange axial par leurs orifices d'alimentation respectifs avec une pression de charge de côté (P) de 10 500 kPa, une pression de charge de côté (I) de 14 600 kPa et à un rapport en poids de (I)/(P) de 1,36 (en donnant un rapport stœchiométrique de groupes hydrogène réactifs aux groupes NCO de 0,95). Le gaz pressurisé a été chargé par les orifices d'alimentation en gaz pressurisé tangentiels avec une pression d'alimentation de 830 kPa pour donner un rapport des débits massiques des composants liquides combinés au gaz dans le dispositif de mélange axial de 3,7 à 1 pour former une combinaison. La combinaison est évacuée depuis le dispositif de mélange axial en direction d'une base de moule ayant un motif de rainure en négatif formé dans celui-ci (un motif en négatif de type K7 de rainures circulaires concentriques) à une vitesse de 254 m/s pour former un gâteau sur la base de moule. On a laissé le gâteau durcir pendant 16 heures à 100 °C. On a ensuite laissé le gâteau refroidir à température ambiante avant sa séparation de la base du moule. La surface inférieure du gâteau a été usinée à plat sur un tour pour donner une couche de polissage. La couche de polissage a ensuite été couplée à un sous-tampon Suba IV en utilisant un adhésif thermofusible pour donner un

tampon de polissage mécano-chimique avec une couche de polissage mécano-chimique ayant un motif de rainure de type K7 (rainures circulaires concentriques de 0,51 (20 mils) de largeur, 0,76 mm (30 mils) de profondeur et 1,78 mm (70 mils) d'espacement).

La couche de polissage de l'**Exemple 1** a été analysée pour déterminer ses propriétés physiques telles que rapportées dans le **TABLEAU 3**. Il est à noter que les données de densité rapportées ont été déterminées selon la norme ASTM D1622 ; les données de dureté Shore D rapportées ont été déterminées selon la norme ASTM D2240 ; et les données d'allongement à la rupture ont été déterminées selon la norme ASTM D412. Les valeurs rapportées pour les propriétés physiques du matériau de la couche de polissage IC1000<sup>TM</sup> sont également rapportées dans le **TABLEAU 3** aux fins de comparaison.

**TABLEAU 3**

<b><u>Propriété</u></b>	<b><u>Exemple</u></b>	
	<b><u>Ex. C1</u></b>	<b><u>Ex. 1</u></b>
Densité (g/cm <sup>3</sup> )	0,76	0,72
Dureté Shore D, @ 2s	56	48
G'-40 °C (MPa)	118	77
G"-40 °C (MPa)	11,0	8,8
G'-30 °C/G'-90°C	3,6	2,7
Résistance à la traction (MPa)	22	14
Allongement à la rupture (%)	124	171
Module de traction (MPa)	260,0	113,5
Solidité (MPa)	23,7	19,4

#### 20 **Exemples comparatifs PC1 et exemple P1**

##### **Expériences sur la vitesse de retrait du polissage mécano-chimique**

Des tests de polissage sur la vitesse de retrait par polissage de dioxyde de silicium ont été réalisés avec le tampon de polissage mécano-chimique préparé selon l'**exemple 1** et comparé avec ceux obtenus dans l'**exemple comparatif PC1** en

utilisant un tampon de polissage de polyuréthane IC1000™ avec des rainures K7 (disponible dans le commerce auprès de Rohm and Haas Electronic Materials CMP Inc.). Spécifiquement, la vitesse de retrait du dioxyde de silicium pour chacun des tampons de polissage est présentée dans le **TABLEAU 4**. Les expériences de la vitesse de retrait par polissage ont été réalisées sur des galettes en feuille TEOS S15KTEN de couverture de 200 mm de Novellus Systems, Inc. Un polisseur de 200 mm Mirra® Applied Materials a été utilisé. Toutes les expériences de polissage ont été réalisées avec une force d'appui de 20,7 kPa (3 psi), un débit de suspension de 200 ml/min (suspension Klebosol™ 1730 disponible auprès de Rohm and Haas Electronic Materials CMP Inc), une vitesse de rotation de table de 93 t/m et une vitesse de rotation de support de 87 t/m. Un conditionneur à tampon diamanté Saesol 8031C (disponible dans le commerce auprès de Saesol Diamond Ind. Co., Ltd.) a été utilisé pour conditionner les tampons de polissage. Les tampons de polissage ont chacun été rodés avec le conditionneur en utilisant une force d'appui de 31,1 N pendant 30 minutes. Les tampons de polissage ont été encore conditionnés à 100 % *in situ* pendant le polissage à raison de 10 balayages/min de 1,7 à 9,2 depuis le centre du tampon de polissage avec une force d'appui de 31,1 N. Les vitesses de retrait ont été déterminées par la mesure de l'épaisseur du film avant et après le polissage en utilisant un outil de métrologie KLA-Tencor FX200 appliquant un balayage en spiral de 49 points avec une exclusion de bord de 3 mm. Chacune des expériences de vitesse de retrait a été réalisée trois fois. La vitesse moyenne de retrait pour les expériences de retrait en triple pour chacun des tampons de polissage est présentée dans le **TABLEAU 4**.

**TABLEAU 4**

<b>Ex #</b>	<b>Tampon de polissage <u>mécano-</u> chimique</b>	<b>Vitesse de retrait TEOS (Å/min)</b>
-------------	--	--

PC1	Tampon IC1000™ w/rainures K7	2 460
P1	Ex. 1	2 850

REVENDICATIONS

1. Procédé de formation d'une couche de polissage d'un tampon de polissage mécano-chimique, comprenant :

5 la fourniture d'un moule ayant une base, où la base a un motif de rainure en négatif formé dans celle-ci ;

la fourniture d'un composant liquide de côtéé poly (P), comprenant au moins l'un parmi un polyol de côtéé (P), une polyamine de côtéé (P) et une alcool amine de côtéé (P) ;

10 la fourniture d'un composant liquide de côtéé iso (I), comprenant au moins un isocyanate polyfonctionnel ;

la fourniture d'un gaz pressurisé ;

la fourniture d'un dispositif de mélange axial ayant une chambre cylindrique interne ;

15 où la chambre cylindrique interne a une extrémité fermée, une extrémité ouverte, un axe de symétrie, au moins un orifice d'alimentation en liquide de côtéé (P) qui s'ouvre dans la chambre cylindrique interne, au moins un orifice d'alimentation en liquide de côtéé (I) qui s'ouvre dans la  
20 chambre cylindrique interne, et au moins un orifice d'alimentation en gaz pressurisé tangentiel qui s'ouvre dans la chambre cylindrique interne ;

où l'extrémité fermée et l'extrémité ouverte sont perpendiculaires à l'axe de symétrie ;

25 où le au moins un orifice d'alimentation en liquide de côtéé (P) et le au moins un orifice d'alimentation en liquide de côtéé (I) sont disposés suivant une circonférence de la chambre cylindrique interne à proximité de l'extrémité fermée ;

30 où le au moins un orifice d'alimentation en gaz pressurisé tangentiel est disposé suivant une circonférence de la chambre cylindrique interne en aval du au moins un orifice d'alimentation en liquide de côtéé (P) et du au moins un orifice d'alimentation en liquide de côtéé (I) de l'extrémité  
35 fermée ;

où le composant liquide de côtéé poly (P) est introduit dans la chambre cylindrique interne par le au moins un orifice



d'alimentation en liquide de côté (P) à une pression de charge de côté (P) de 6895 à 27 600 kPa ;

où le composant liquide de côté iso (I) est introduit dans la chambre cylindrique interne par le au moins un orifice d'alimentation en liquide de côté (I) à une pression de charge de côté (I) de 6895 à 27 600 kPa ;

où un débit massique combiné du composant liquide de côté poly (P) et du composant liquide de côté iso (I) dans la chambre cylindrique interne est de 1 à 500 g/s ;

où le composant liquide de côté poly (P), le composant liquide de côté iso (I) et le gaz pressurisé sont mélangés dans la chambre cylindrique interne pour former une combinaison ;

où le gaz pressurisé est introduit dans la chambre cylindrique interne par le au moins un orifice d'alimentation en gaz pressurisé tangentiel avec une pression d'alimentation de 150 à 1500 kPa ;

où une vitesse d'entrée dans la chambre cylindrique interne de gaz pressurisé est de 50 à 600 m/s calculée sur la base de conditions de gaz parfait à 20 °C et à une pression de 1 atm ;

l'évacuation de la combinaison depuis l'extrémité ouverte de la chambre cylindrique interne en direction de la base à une vitesse de 5 à 1000 m/s ;

la solidification de la combinaison en un gâteau ;

la séparation du gâteau du moule ; et

l'obtention de la couche de polissage de tampon de polissage mécano-chimique, où la couche de polissage d'un tampon de polissage mécano-chimique a une surface de polissage avec le motif de rainure formé dans la surface de polissage et où la surface de polissage est adaptée pour le polissage d'un substrat.

2. Procédé selon la revendication 1, où le composant liquide de côté poly (P) comprend 25 à 95 % en poids d'un polyol de côté (P) ; où le polyol de côté (P) est un polyéther polyol de haut poids moléculaire ; où le polyéther polyol de

haut poids moléculaire a un poids moléculaire moyen en nombre,  $M_N$ , de 2500 à 100 000 et une moyenne de 4 à 8 groupes hydroxyle par molécule.

5           3. Procédé selon la revendication 1, où le composant liquide de côté iso (I) comprend un isocyanate polyfonctionnel ayant une moyenne de deux groupes isocyanate réactifs par molécule.

10           4. Procédé selon la revendication 1, où le gaz pressurisé est choisi dans le groupe constitué de  $CO_2$ ,  $N_2$ , air et argon.

15           5. Procédé selon la revendication 4, où le gaz pressurisé a une teneur en eau de  $\leq 10$  ppm.

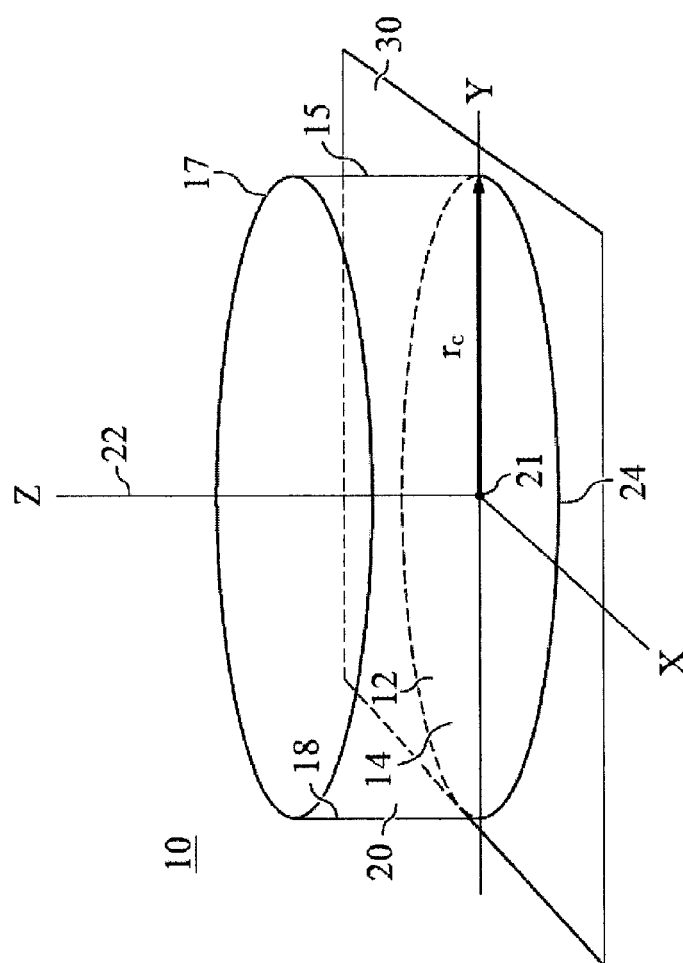
20           6. Procédé selon la revendication 1, où la chambre cylindrique interne a une section transversale circulaire dans un plan perpendiculaire à l'axe de symétrie de la chambre cylindrique interne.

25           7. Procédé selon la revendication 6, où l'extrémité ouverte de la chambre cylindrique interne a une ouverture circulaire perpendiculaire à l'axe de symétrie de la chambre cylindrique interne ; où l'ouverture circulaire est concentrique avec la section transversale circulaire.

30           8. Procédé selon la revendication 7, où l'ouverture circulaire a un diamètre interne de 2,5 à 6 mm.

          9. Procédé selon la revendication 7, où l'ouverture circulaire a un diamètre interne de 3 mm.

35           10. Procédé selon la revendication 1, où la surface de polissage est adaptée pour polir une galette semi-conductrice.



### Figure 1

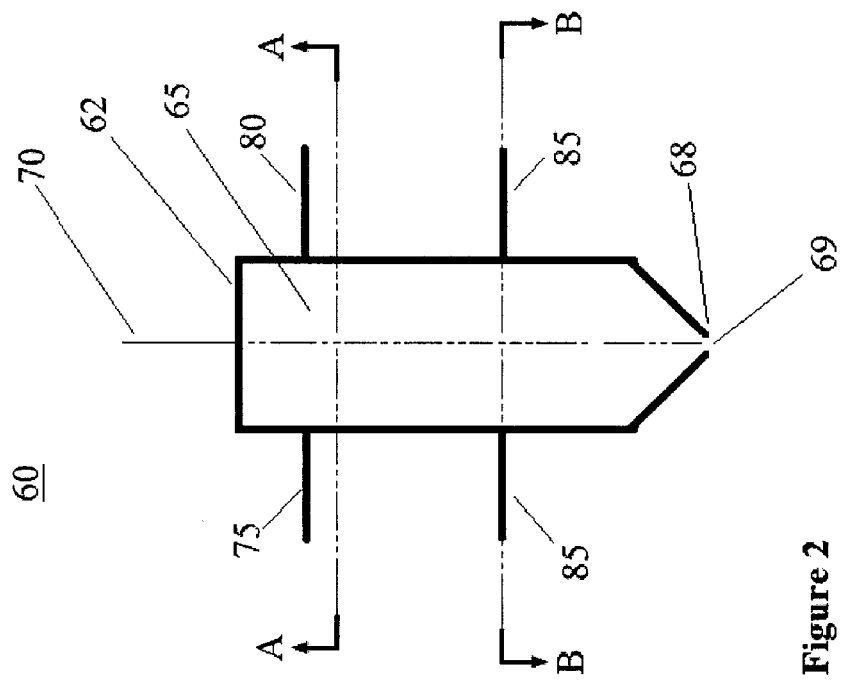
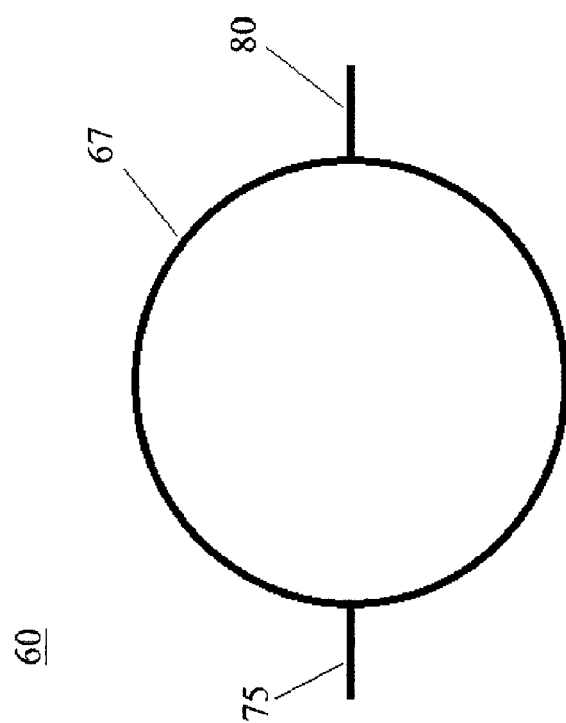
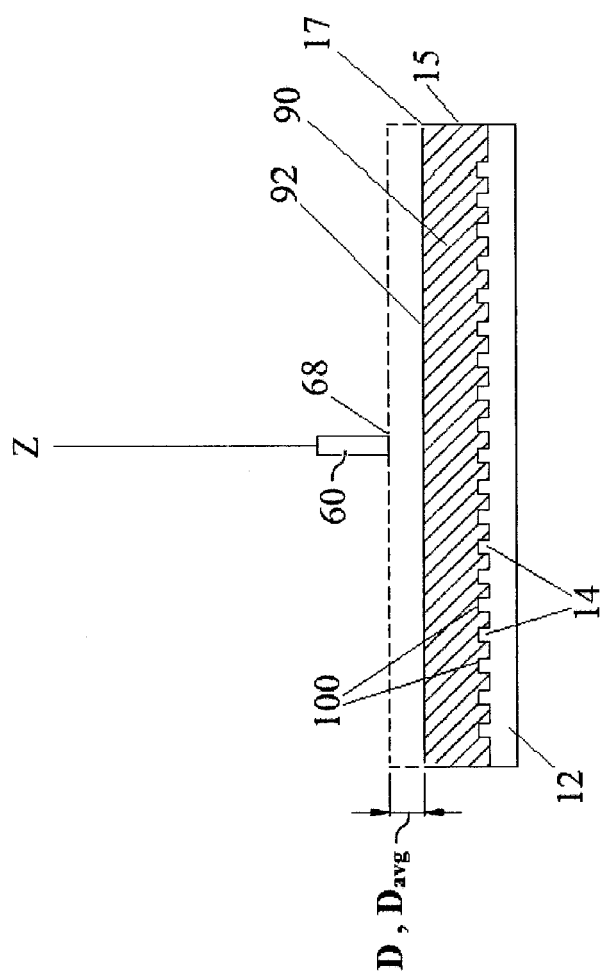


Figure 2

**Figure 3**

**Figure 4**

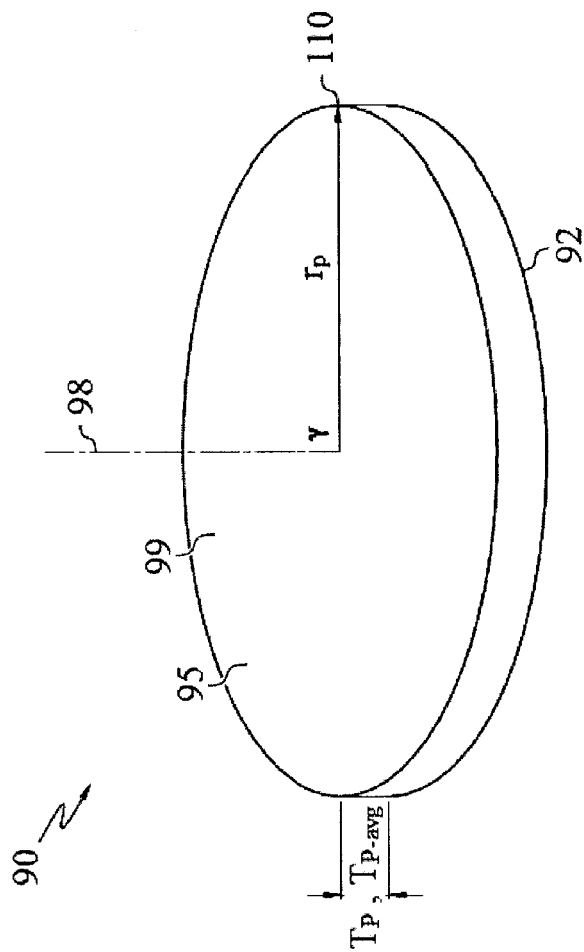


Figure 5

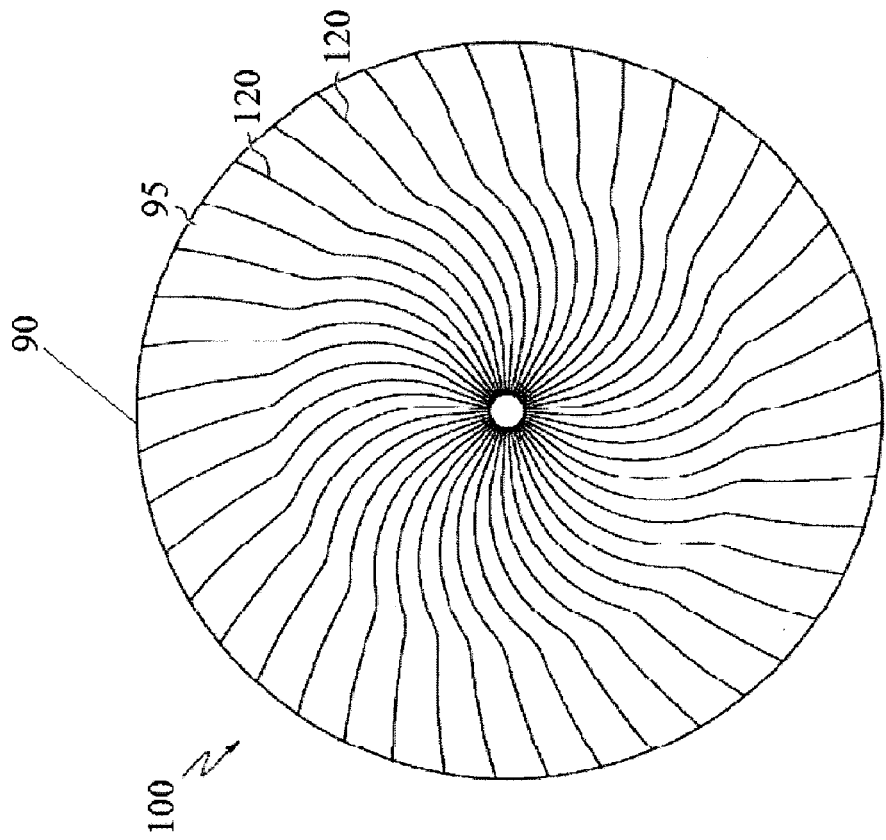


Figure 6



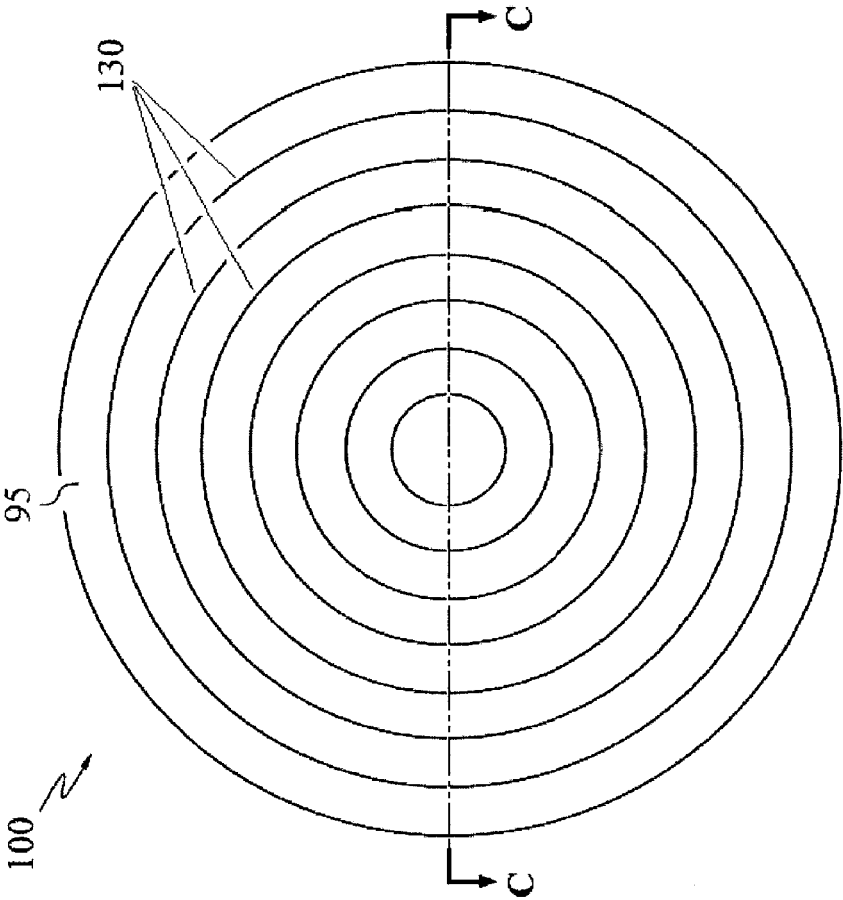


Figure 7

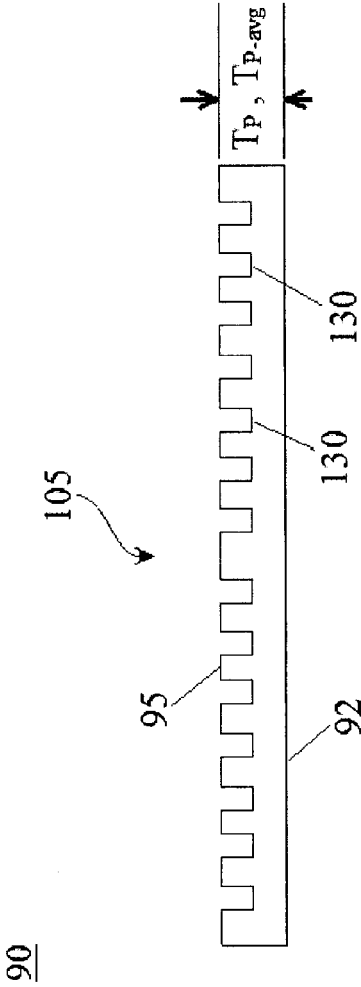


Figure 8

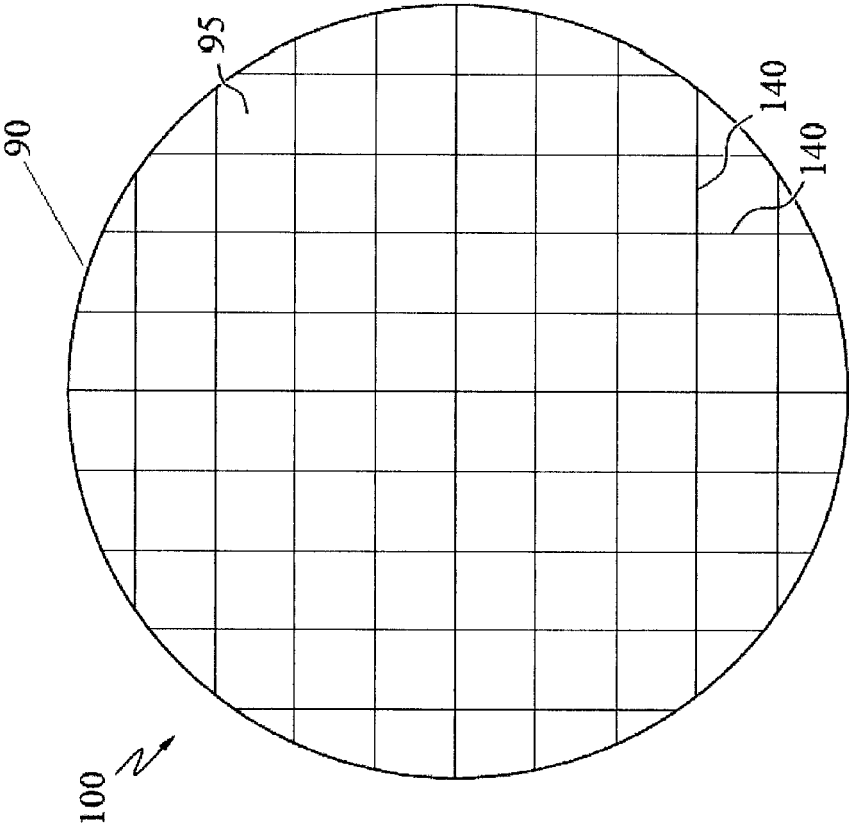


Figure 9

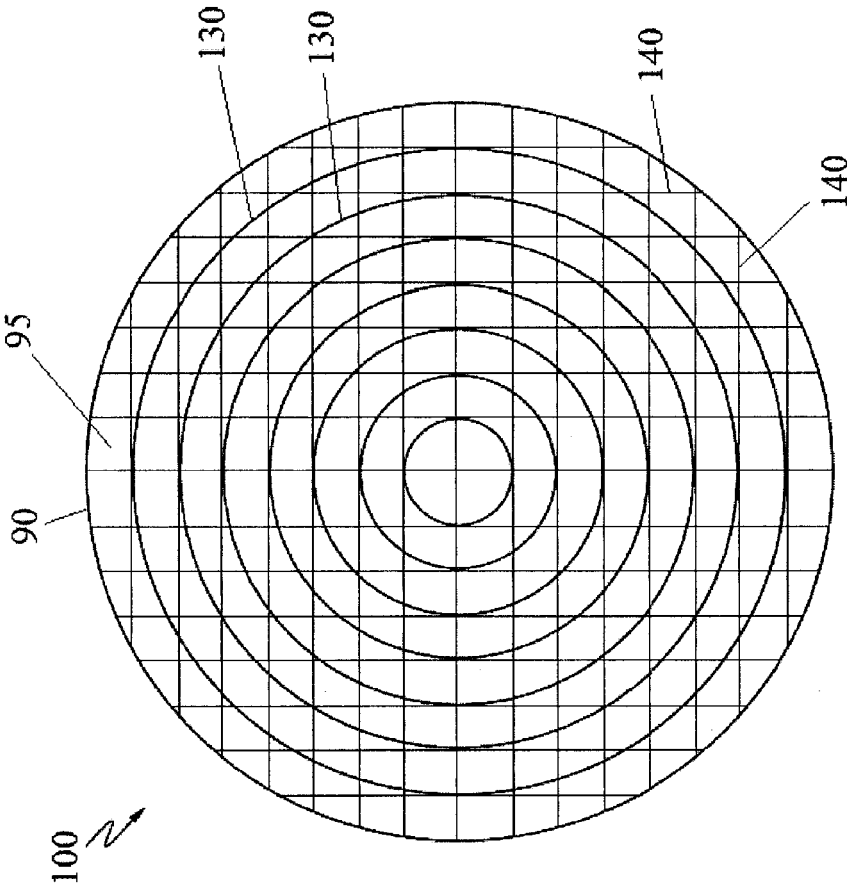
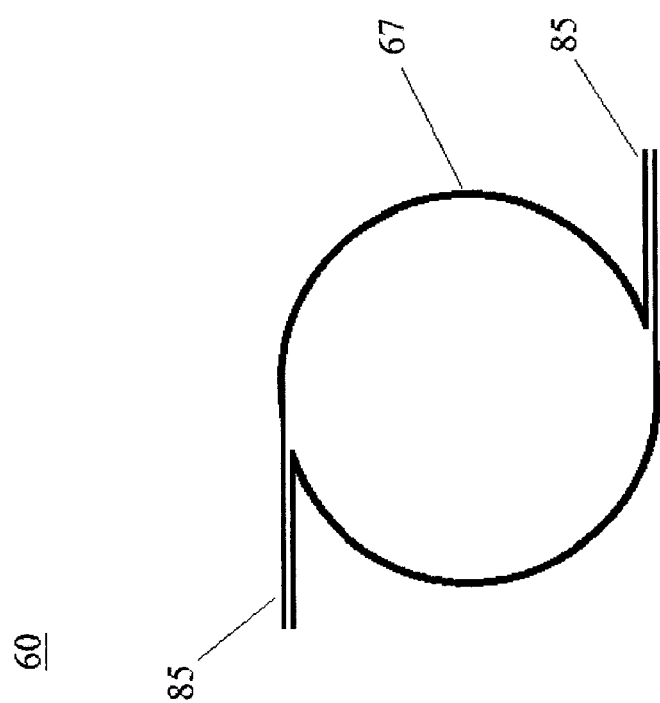


Figure 10

**Figure 11**