



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2018년05월28일
(11) 등록번호 10-1861372
(24) 등록일자 2018년05월18일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
B24D 18/00 (2006.01) B24D 3/14 (2006.01)
H01L 21/304 (2006.01)
(21) 출원번호 10-2011-0117501
(22) 출원일자 2011년11월11일
심사청구일자 2016년09월30일
(65) 공개번호 10-2012-0057518
(43) 공개일자 2012년06월05일
(30) 우선권주장
12/945,504 2010년11월12일 미국(US)
(56) 선행기술조사문헌
JP2009254938 A
JP2009208165 A

(73) 특허권자
롬 앤드 하스 일렉트로닉 머티리얼스 씨애플 홀딩스, 인코포레이티드
미국 19713 텔라웨어주 뉴워크 벨레뷰 로드 451
(72) 발명자
올덴 돈나 엠
미국 19701 텔라웨어주 베어 라이스 드라이브 111
헝크 앤드류 알
미국 펜실베이니아주 에이본데일 루즈벨트 웨이 18
(74) 대리인
장수길, 김영

전체 청구항 수 : 총 10 항

심사관 : 이준희

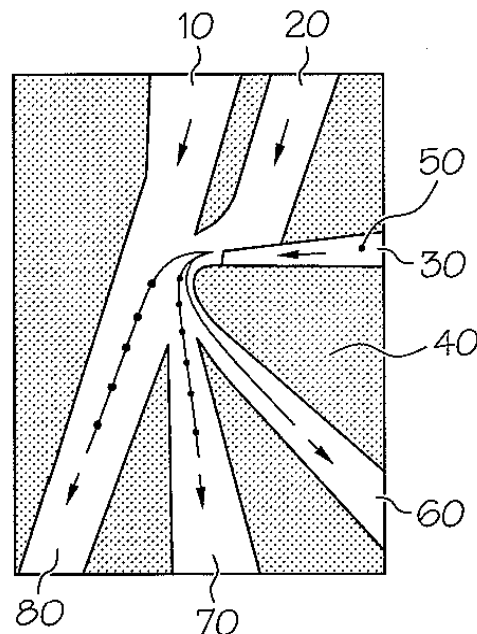
(54) 발명의 명칭 실리케이트 연마 패드의 제조 방법

(57) 요약

본 방법은 반도체 기관, 자성 기관 및 광학 기관 중 적어도 하나를 연마하는 데 유용한 실리케이트-함유 연마 패드의 제조 방법을 제공한다. 이 방법은 기체 충전된 중합체 미세요소의 공급 스트림을 기체 제트 내로 도입하는 것을 포함한다. 중합체 미세요소는 다양한 밀도, 다양한 벽 두께 및 다양한 입자 크기를 가진다. 기체 제트 내

(뒷면에 계속)

대표도 - 도1b



의 기체-충전된 미세요소를 코안다 블록에 접근하여 통과시키고, 코안다 블록은 코안다 효과, 관성 및 기체 유도 저항에 의해 중합체 미세요소를 분리하는 곡선형 벽을 가진다. 조립 중합체 미세요소를 코안다 블록의 곡선형 벽으로부터 분리하여 중합체 미세요소를 정화한다. 회수된 중합체 미세요소가 i) 5 μm 초과 입자 크기를 가지는 실리케이트 입자; ii) 중합체 미세요소의 외부 표면의 50% 초과를 피복하는 실리케이트 함유 영역들; 및 iii) 120 μm 초과 평균 클러스터 크기로 실리케이트 입자와 응집되는 중합체 미세요소와 연관된, 전체 중합체 미세요소의 0.1 중량% 미만을 함유한다. 정제된 중합체 미세요소를 중합체 매트릭스 내로 삽입하여 연마 패드를 형성한다.

(72) 발명자

가지온 로버트

미국 10709 텔라웨어주 미들타운 벙테일 드라이브 227

가제 마크 이

미국 19352 펜실베이니아주 링컨 유니버시티 켄싱턴 드라이브 623

소 조셉 케이

미국 19808 텔라웨어주 월링턴 케이맨 코트 216

드랍 데이빗

미국 19390 펜실베이니아주 웨스트 그로브 에드나 제인 레인 814

릴리 셴

미국 19808-1977 텔라웨어주 월링턴 스티플체이스 씨클 234

반 마이 튜

캐나다 엘6엠 4엑스2 온타리오주 오크빌 아즈텍 게이트 2429

명세서

청구범위

청구항 1

a. 기체-충전된 중합체 미세요소(microelement)의 공급 스트림을 기체 제트 내로 도입하고,

이때 중합체 미세요소는 다양한 밀도, 다양한 벽 두께 및 다양한 입자 크기를 갖고, 중합체 미세요소는 중합체 미세요소의 외부 표면 상에 분포된 실리케이트 함유 영역들을 가지며, 실리케이트 함유 영역들은 서로 이격되고 중합체 미세요소의 외부 표면의 1 내지 40%를 피복하며,

전체 중합체 미세요소의 0.1 중량% 초과가 하기 i) 내지 iii)의 특징 중 적어도 하나를 가짐:

i) 중합체 미세요소 상에 피복된 실리케이트 입자가 5 μm 초과 입자 크기를 가짐;

ii) 실리케이트 함유 영역들이 중합체 미세요소의 외부 표면의 50% 초과를 피복함; 및

iii) 중합체 미세요소들이 120 μm 초과 평균 클러스터 크기로 실리케이트 입자와 응집됨;

b. 기체 제트 내의 기체-충전된 미세요소를, 코안다 효과, 관성, 및 기체 유동 저항에 의해 중합체 미세요소를 분리하는 곡선형 벽을 갖는 코안다 블록(Coanda block)에 접근하여 통과시키고;

c. 조립(coarse) 중합체 미세요소를 코안다 블록의 곡선형 벽으로부터 분리하여 중합체 미세요소를 정제(clean)하고;

d. 중합체 미세요소를 회수하고,

이때 전체 중합체 미세요소의 0.1 중량% 미만이 하기 i) 내지 iii)의 특징 중 적어도 하나를 가짐:

i) 중합체 미세요소 상에 피복된 실리케이트 입자가 5 μm 초과 입자 크기를 가짐;

ii) 실리케이트 함유 영역들이 중합체 미세요소의 외부 표면의 50% 초과를 피복함; 및

iii) 중합체 미세요소들이 120 μm 초과 평균 클러스터 크기로 실리케이트 입자와 응집됨; 및

e. 중합체 미세요소를 중합체 매트릭스 내로 삽입하여 연마 패드를 형성하는 것을 포함하는, 반도체 기관, 자성 기관 및 광학 기관 중 적어도 하나의 연마에 유용한 실리케이트 함유 연마 패드의 제조 방법.

청구항 2

제1항에 있어서, 중합체 미세요소는 실리케이트 미립자(fine)를 포함하고, 중합체 미세요소를 코안다 블록의 벽으로부터 분리하는 추가의 단계를 포함하는 방법.

청구항 3

제2항에 있어서, 실리케이트 미립자 및 조립 중합체 미세요소를 분리하는 것이 단일 단계에서 실시되는 방법.

청구항 4

제1항에 있어서, 2개의 추가의 기체 스트림을 중합체 미세요소로 향하게 하여 중합체 미세요소를 조립 중합체 미세요소로부터 분리하는 것을 촉진하는 추가의 단계를 포함하는 방법.

청구항 5

제1항에 있어서, 중합체 미세요소를 중합체 매트릭스 내로 삽입하는 것은 중합체 미세요소를 액상 중합체 매트릭스 내로 혼합하는 것을 포함하는 것인 방법.

청구항 6

a. 기체-충전된 중합체 미세요소의 공급 스트림을 기체 제트 내로 도입하고,

이때 중합체 미세요소는 다양한 밀도, 다양한 벽 두께 및 다양한 입자 크기를 갖고, 중합체 미세요소는 중합체 미세요소의 외부 표면 상에 분포된 실리케이트 함유 영역들을 가지며, 실리케이트 함유 영역들은 서로 이격되고 중합체 미세요소의 외부 표면의 50% 미만을 피복하며,

전체 중합체 미세요소의 0.2 중량% 초과가 하기 i) 내지 iii)의 특징 중 적어도 하나를 가짐:

- i) 중합체 미세요소 상에 피복된 실리케이트 입자가 5 μm 초과 입자 크기를 가짐;
 - ii) 실리케이트 함유 영역들이 중합체 미세요소의 외부 표면의 50% 초과를 피복함; 및
 - iii) 중합체 미세요소들이 120 μm 초과 평균 클러스터 크기로 실리케이트 입자와 응집됨;
- b. 기체 제트 내의 기체-충전된 미세요소를, 코안다 효과, 관성, 및 기체 유동 저항에 의해 중합체 미세요소를 분리하는 곡선형 벽을 갖는 코안다 블록에 접근하여 통과시키고;
- c. 조립 중합체 미세요소를 코안다 블록의 곡선형 벽으로부터 분리하여 중합체 미세요소를 정제하고;
- d. 중합체 미세요소를 회수하고,

이때 전체 중합체 미세요소의 0.1 중량% 미만이 하기 i) 내지 iii)의 특징 중 적어도 하나를 가짐:

- i) 중합체 미세요소 상에 피복된 실리케이트 입자가 5 μm 초과 입자 크기를 가짐;
 - ii) 실리케이트 함유 영역들이 중합체 미세요소의 외부 표면의 50% 초과를 피복함; 및
 - iii) 중합체 미세요소들이 120 μm 초과 평균 클러스터 크기로 실리케이트 입자와 응집됨; 및
- e. 중합체 미세요소를 중합체 매트릭스 내로 삽입하여 연마 패드를 형성하는 것을 포함하는, 반도체 기관, 자성 기관 및 광학 기관 중 적어도 하나의 연마에 유용한 실리케이트 함유 연마 패드의 제조 방법.

청구항 7

제6항에 있어서, 중합체 미세요소는 실리케이트 미립자를 포함하고, 중합체 미세요소를 코안다 블록의 벽으로부터 분리하는 추가의 단계를 포함하는 방법.

청구항 8

제7항에 있어서, 실리케이트 미립자 및 조립 중합체 미세요소를 분리하는 것이 단일 단계에서 실시되는 방법.

청구항 9

제6항에 있어서, 2개의 추가의 기체 스트림을 중합체 미세요소로 향하게 하여 중합체 미세요소를 조립 중합체 미세요소로부터 분리하는 것을 촉진하는 추가의 단계를 포함하는 방법.

청구항 10

제6항에 있어서, 중합체 미세요소를 중합체 매트릭스 내로 삽입하는 것은 중합체 미세요소를 액상 중합체 매트릭스 내로 혼합하는 것을 포함하는 것인 방법.

발명의 설명

기술 분야

배경 기술

[0001] 본 발명은 화학 기계적 연마(CMP)용 연마 패드에 관한 것이고, 특히 반도체 기관, 자성 기관 또는 광학 기관 중 하나 이상을 연마하는 데 적합한 중합체 복합 연마 패드에 관한 것이다.

[0002] 위에 집적 회로가 형성된 반도체 웨이퍼는 소정 평면에서 μm 의 몇 분의 1만큼 가변적인 초평활 및 편평면을 제공하도록 연마되어야 한다. 이러한 연마는 보통 화학-기계적 연마(CMP) 작업으로 달성된다. 이들 "CMP" 작업은 화학적-활성 슬러리를 이용하여 연마 패드에 의해 웨이퍼 표면을 버핑한다. 화학적-활성 슬러리와 연마 패

드는 조합되어 웨이퍼 표면을 연마 또는 평면화한다.

[0003] CMP 작업과 관련된 한 문제점은 웨이퍼 스크래칭이다. 특정 연마 패드는 웨이퍼의 홈 형성(gouging) 또는 스크래칭을 야기하는 이물질을 함유할 수 있다. 예를 들어, 이물질은 경질의 물질, 예를 들어 TEOS 유전체에 채터마크(chatter mark)를 생성시킬 수 있다. 본 명세서의 목적상, TEOS는 테트라에틸옥시실리케이트의 분해로부터 형성된 경질의 유리형 유전체를 나타낸다. 유전체의 손상은 웨이퍼 결함 및 더 낮은 웨이퍼 수율을 초래할 수 있다. 이물질과 관련된 다른 스크래칭 문제점은 비철 상호연결부(interconnect), 예를 들어 구리 상호연결부의 손상이다. 패드가 상호연결 라인 내로 너무 깊게 스크래칭되면, 라인의 저항은 반도체가 적절히 기능하지 않을 정도로 증가한다. 극단적인 경우, 이들 이물질은 전체 웨이퍼의 스크래핑을 초래할 수 있는 메가-스크래치를 생성한다.

[0004] 라인하르트(Reinhardt) 등은 미국 특허 제5,578,362호에서 유리구를 중합체 매트릭스 내에 기공을 생성하는 중공의 중합체 미세요소로 대체하는 연마 패드를 서술하고 있다. 이 디자인의 이점은 균일한 연마, 낮은 결함도 및 개선된 제거 속도를 포함한다. 라인하르트 등의 IC1000TM 연마 패드 디자인은 세라믹 유리상을 중합체 셀로 대체함으로써 스크래칭에 대한 종래의 IC60 연마 패드를 능가하였다. 추가적으로, 라인하르트 등은 경질의 유리구를 더 연질인 중합체 미세구로 대체하는 것과 관련된 연마 속도가 예기치 않게 증가함을 발견하였다. 라인하르트 등의 연마 패드는 CMP 연마에 대한 산업 표준으로 오랫동안 기여했고, 개선된 CMP 응용에서 중요한 역할을 지속하고 있다.

[0005] CMP 작업과 관련된 다른 세트의 문제점은 패드 대 패드 가변성, 예를 들어 밀도 변동 및 패드 내부 변동이다. 이러한 문제점들을 해결하기 위하여, 연마 패드의 제조자들은 제어된 경화 사이클을 갖는 신중한 캐스팅 기술에 의존하였다. 이러한 노력은 패드의 거시적-특성에 집중되었지만, 연마 패드 물질과 관련된 미시적-연마 측면은 해결하지 못했다.

[0006] 평면화, 제거 속도 및 스크래칭의 개선된 조합을 제공하는 연마 패드에 대한 산업적 필요가 있다. 추가적으로, 적은 패드 대 패드 가변성으로 이러한 특성을 연마 패드에 제공하는 연마 패드에 대한 요구가 남아있다.

발명의 내용

[0007] 발명의 서술

[0008] 본 발명의 양태는 기체-충전된 중합체 미세요소(microelement)의 공급 스트림을 기체 제트 내로 도입하고[중합체 미세요소는 다양한 밀도, 다양한 벽 두께 및 다양한 입자 크기를 가지며, 중합체 미세요소는 중합체 미세요소의 외부 표면 상에 분포된 실리케이트 함유 영역들을 가지며, 실리케이트 함유 영역들은 중합체 미세요소의 외부 표면의 1 내지 40%를 피복하도록 이격되며, 전체 중합체 미세요소의 0.1 중량% 초과가 하기 i) 내지 iii)과 연관됨: i) 5 μm 초과 입자 크기를 가지는 실리케이트 입자; ii) 중합체 미세요소의 외부 표면의 50% 초과를 피복하는 실리케이트 함유 영역들; 및 iii) 120 μm 초과 평균 클러스터 크기로 실리케이트 입자와 응집된 중합체 미세요소]; 기체 제트 내의 기체-충전된 미세요소를 코안다 블록(Coanda block)에 접근하여 통과시키고[코안다 블록은 코안다 효과, 관성, 및 기체 유도 저항에 의해 중합체 미세요소를 분리하는 곡선형 벽을 가짐]; 조립(coarse) 중합체 미세요소를 코안다 블록의 곡선형 벽으로부터 분리하여 중합체 미세요소를 정제(clean)하고; 중합체 미세요소를 회수하고[전체 중합체 미세요소의 0.1 중량% 미만인 하기 i) 내지 iii)와 연관됨: i) 5 μm 초과 입자 크기를 가지는 실리케이트 입자; ii) 중합체 미세요소의 외부 표면의 50% 초과를 피복하는 실리케이트 함유 영역들; 및 iii) 120 μm 초과 평균 클러스터 크기로 실리케이트 입자와 응집되는 중합체 미세요소]; 중합체 미세요소를 중합체 매트릭스 내로 삽입하여 연마 패드를 형성하는 것을 포함하는, 반도체 기판, 자성 기판 및 광학 기판 중 적어도 하나의 연마에 유용한 실리케이트 함유 연마 패드의 제조 방법을 포함한다.

[0009] 본 발명의 다른 양태는 기체-충전된 중합체 미세요소의 공급 스트림을 기체 제트 내로 도입하고[중합체 미세요소는 다양한 밀도, 다양한 벽 두께 및 다양한 입자 크기를 가지며, 중합체 미세요소는 중합체 미세요소의 외부 표면 상에 분포된 실리케이트 함유 영역들을 가지며, 실리케이트 함유 영역들은 중합체 미세요소의 외부 표면의 50% 미만을 피복하도록 이격되며, 전체 중합체 미세요소의 0.2 중량% 초과가 하기 i) 내지 iii)와 연관됨: i) 5 μm 초과 입자 크기를 가지는 실리케이트 입자; ii) 중합체 미세요소의 외부 표면의 50% 초과를 피복하는 실리케이트 함유 영역들; 및 iii) 120 μm 초과 평균 클러스터 크기로 실리케이트 입자와 응집된 중합체 미세요소]; 기체 제트 내의 기체-충전된 미세요소를 코안다 블록에 접근하여 통과시키고[코안다 블록은 코안다 효과, 관성, 및 기체 유도 저항에 의해 중합체 미세요소를 분리하는 곡선형 벽을 가짐]; 조립 중합체 미세요소

를 코안다 블록의 곡선형 벽으로부터 분리하여 중합체 미세요소를 정제하고; 중합체 미세요소를 회수하고[전체 중합체 미세요소의 0.1 중량% 미만이 하기 i) 내지 iii)와 연관됨: i) 5 μm 초과 입자 크기를 가지는 실리케이트 입자; ii) 중합체 미세요소의 외부 표면의 50% 초과를 피복하는 실리케이트 함유 영역들; 및 iii) 120 μm 초과 평균 클러스터 크기로 실리케이트 입자와 응집되는 중합체 미세요소]; 중합체 미세요소를 중합체 매트릭스 내로 삽입하여 연마 패드를 형성하는 것을 포함하는, 반도체 기판, 자성 기판 및 광학 기판 중 적어도 하나의 연마에 유용한 실리케이트 함유 연마 패드의 제조 방법을 포함한다.

도면의 간단한 설명

- [0010] 도 1a는 코안다 블록 공기 분류기의 개략적인 측 단면도를 나타낸 것이다.
- 도 1b는 코안다 블록 공기 분류기의 개략적인 전방 단면도를 나타낸 것이다.
- 도 2는 코안다 블록 공기 분류기에 의해 분리된 미세 실리케이트 함유 입자의 SEM 현미경 사진을 나타낸 것이다.
- 도 3은 코안다 블록 공기 분류기에 의해 분리된 조립 실리케이트 함유 입자의 SEM 현미경 사진을 나타낸 것이다.
- 도 4는 실리케이트 입자가 매립되고 코안다 블록 공기 분류기에 의해 분리된 정제된 중공의 중합체 미세요소의 SEM 현미경 사진을 나타낸 것이다.
- 도 5는 코안다 블록 공기 분류기에 의해 분리된 미세 실리케이트 함유 입자로부터 물이 분리된 잔류물의 SEM 현미경 사진을 나타낸 것이다.
- 도 6은 코안다 블록 공기 분류기에 의해 분리된 조립 실리케이트 함유 입자로부터 물이 분리된 잔류물의 SEM 현미경 사진을 나타낸 것이다.
- 도 7은 실리케이트 입자가 매립되고 코안다 블록 공기 분류기에 의해 분리된 정제된 중공의 중합체 미세요소로부터 물이 분리된 잔류물의 SEM 현미경 사진을 나타낸 것이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0011] 본 발명은 반도체 기판의 연마에 유용한 복합 실리케이트 연마 패드를 제공한다. 연마 패드는 중합체 매트릭스, 중공의 중합체 미세요소, 및 중합체 미세요소 내에 매립된 실리케이트 입자를 포함한다. 놀랍게도, 이들 실리케이트 입자는 중합체 미세요소와 관련된 특정 구조로 분류될 때 개선된 CMP 응용에서 과도한 스크래칭 또는 흠 형성을 초래하는 경향이 없다. 흠 형성 및 스크래칭은 중합체 매트릭스가 그의 연마 표면에 실리케이트 입자를 가짐에도 불구하고 제한된다.
- [0012] 통상적인 중합체 연마 패드 매트릭스 물질은 폴리카르보네이트, 폴리술폰, 나일론, 에틸렌 공중합체, 폴리에테르, 폴리에스테르, 폴리에테르-폴리에스테르 공중합체, 아크릴산 중합체, 폴리메틸 메타크릴레이트, 폴리비닐 클로라이드, 폴리카르보네이트, 폴리에틸렌 공중합체, 폴리부타디엔, 폴리에틸렌 이민, 폴리우레탄, 폴리에테르술폰, 폴리에테르 이미드, 폴리케톤, 에폭시, 실리콘, 이들의 공중합체 및 이들의 혼합물을 포함한다. 바람직하게는, 중합체 물질은 폴리우레탄이고, 가교된 또는 비가교된 폴리우레탄일 수 있다. 본 명세서의 목적상, "폴리우레탄"은 이관능성 또는 다관능성 이소시아네이트, 예를 들어 폴리에테르우레아, 폴리이소시아누레이트, 폴리우레탄, 폴리우레아, 폴리우레탄우레아, 이들의 공중합체 및 이들의 혼합물로부터 유래된 생성물이다.
- [0013] 바람직하게는, 중합체 물질은 공중합체의 하나 이상의 블록 또는 세그먼트에서 농후한 상으로 분리될 수 있는 블록 또는 세그먼트화된 공중합체이다. 가장 바람직하게는, 중합체 물질은 폴리우레탄이다. 캐스팅된 폴리우레탄 매트릭스 물질은 반도체 기판, 광학 기판 및 자성 기판을 평면화하는 데 특히 적합하다. 패드의 연마 특성의 제어를 위한 한 방법은 그의 화학적 조성을 변경시키는 것이다. 추가적으로, 원료 및 제조 공정의 선택은 중합체 형상 및 연마 패드를 제조하는 데 사용되는 물질의 최종 특성에 영향을 준다.
- [0014] 바람직하게는, 우레탄 제조는 다관능성 방향족 이소시아네이트 및 예비 중합체 폴리올로부터 이소시아네이트-종결 우레탄 예비 중합체의 생성을 포함한다. 본 명세서의 목적상, "예비 중합체 폴리올"이라는 용어는 디올, 폴리올, 폴리올-디올, 이들의 공중합체 및 이들의 혼합물을 포함한다. 바람직하게는, 예비 중합체 폴리올은 폴리테트라메틸렌 에테르 글리콜[PTMEG], 폴리프로필렌 에테르 글리콜[PPG], 에스테르계 폴리올, 예를 들어 에틸렌 또는 부틸렌 아디페이트, 이들의 공중합체 및 이들의 혼합물을 포함하는 군으로부터 선택된다. 다관능성 방향

족 이소시아네이트의 예는 2,4-톨루엔 디이소시아네이트, 2,6-톨루엔 디이소시아네이트, 4,4'-디페닐메탄 디이소시아네이트, 나프탈렌-1,5-디이소시아네이트, 톨리딘 디이소시아네이트, 파라-페닐렌 디이소시아네이트, 크실릴렌 디이소시아네이트 및 이들의 혼합물을 포함한다. 다관능성 방향족 이소시아네이트는 20 중량% 미만의 지방족 이소시아네이트, 예를 들어 4,4'-디시클로헥실메탄 디이소시아네이트, 이소포론 디이소시아네이트 및 시클로헥산 디이소시아네이트를 함유한다. 바람직하게는, 다관능성 방향족 이소시아네이트는 15 중량% 미만의 지방족 이소시아네이트 및 더 바람직하게는 12 중량% 미만의 지방족 이소시아네이트를 함유한다.

[0015] 예비 중합체 폴리올의 예는 폴리에테르 폴리올, 예를 들어 폴리(옥시테트라메틸렌)글리콜, 폴리(옥시프로필렌)글리콜 및 이들의 혼합물, 폴리카르보네이트 폴리올, 폴리에스테르 폴리올, 폴리카프로락톤 폴리올 및 이들의 혼합물을 포함한다. 이러한 폴리올은 에틸렌 글리콜, 1,2-프로필렌 글리콜, 1,3-프로필렌 글리콜, 1,2-부탄디올, 1,3-부탄디올, 2-메틸-1,3-프로판디올, 1,4-부탄디올, 네오펜틸 글리콜, 1,5-펜탄디올, 3-메틸-1,5-펜탄디올, 1,6-헥산디올, 디에틸렌 글리콜, 디프로필렌 글리콜, 트리프로필렌 글리콜 및 이들의 혼합물을 비롯한 저분자량 폴리올과 혼합될 수 있다.

[0016] 바람직하게는, 예비 중합체 폴리올은 폴리에테트라메틸렌 에테르 글리콜, 폴리에스테르 폴리올, 폴리프로필렌 에테르 글리콜, 폴리카프로락톤 폴리올, 이들의 공중합체 및 이들의 혼합물이면, 이소시아네이트-종결 반응 생성물은 바람직하게는 8.0 내지 20.0 중량% 범위의 중량% 미반응 NCO 범위를 가진다. PTMEG 또는 PPG와 블렌딩된 PTMEG로 형성된 폴리우레탄의 경우, 바람직한 중량% NCO는 8.75 내지 12.0 및 가장 바람직하게는 8.75 내지 10.0이다. PTMEG군 폴리올의 특정 예는 이하와 같다: 인비스타(Invista)로부터의 테라탄(Terathane)[®] 2900, 2000, 1800, 1400, 1000, 650 및 250; 라이온델(Lyondell)로부터의 폴리맥(Polymeg)[®] 2900, 2000, 1000, 650; 바스프(BASF)로부터의 PolyTHF[®] 650, 1000, 2000, 및 더 낮은 분자량 중, 예를 들어 1,2-부탄디올, 1,3-부탄디올 및 1,4-부탄디올. 예비 중합체 폴리올이 PPG, 이들의 공중합체 또는 이들의 혼합물이면, 이소시아네이트-종결 반응 생성물은 가장 바람직하게는 7.9 내지 15.0 중량% 범위의 중량% 미반응 NCO 범위를 가진다. PPG 폴리올의 특정 예는 이하와 같다: 바이엘(Bayer)로부터의 아르콜(Arcol)[®] PPG-425, 725, 1000, 1025, 2000, 2025, 3025 및 4000; 다우(Dow)로부터의 보라놀(Voranol)[®] 1010L, 2000L 및 P400; 양쪽 생성물 라인 모두 바이엘로부터의 데스모펜(Desmophen)[®] 1110BD, 액클레임(Acclaim)[®] 폴리올 12200, 8200, 6300, 4200, 2200. 예비 중합체 폴리올이 에스테르, 이들의 공중합체 또는 이들의 혼합물이면, 이소시아네이트-종결 반응 생성물은 가장 바람직하게는 6.5 내지 13.0 범위의 중량% 미반응 NCO 범위를 가진다. 에스테르 폴리올의 특정 예는 이하와 같다: 폴리우레탄 스페셜티스 컴퍼니 인코포레이티드(Polyurethane Specialties Company, Inc.)로부터의 밀에스테르(Millester)[®] 1, 11, 2, 23, 132, 231, 272, 4, 5, 510, 51, 7, 8, 9, 10, 16, 253; 바이엘로부터의 데스모펜[®] 1700, 1800, 2000, 2001KS, 2001K², 2500, 2501, 2505, 2601, PE65B; 바이엘로부터의 루코플렉스(Rucoflex)[®] S-1021-70, S-1043-46, S-1043-55.

[0017] 통상, 예비 중합체 반응 생성물은 경화성 폴리올, 폴리아민, 알코올 아민 또는 이들의 혼합물과 함께 반응 또는 경화될 수 있다. 본 명세서의 목적상, 폴리아민은 디아민 및 다른 다관능성 아민을 포함한다. 경화성 폴리아민의 예는 방향족 디아민 또는 폴리아민, 예를 들어 4,4'-메틸렌-비스-o-클로로아닐린[MBCA], 4,4'-메틸렌-비스-(3-클로로-2,6-디에틸아닐린)[MCDEA]; 디메틸티오톨루엔디아민; 트리메틸렌글리콜 디-p-아미노벤조에이트; 폴리에테트라메틸렌옥시드 디-p-아미노벤조에이트; 폴리에테트라메틸렌옥시드 모노-p-아미노벤조에이트; 폴리프로필렌옥시드 디-p-아미노벤조에이트; 폴리프로필렌옥시드 모노-p-아미노벤조에이트; 1,2-비스(2-아미노페닐티오)에탄; 4,4'-메틸렌-비스-아닐린; 디에틸톨루엔디아민; 5-tert-부틸-2,4- 및 3-tert-부틸-2,6-톨루엔디아민; 5-tert-아밀-2,4- 및 3-tert-아밀-2,6-톨루엔디아민 및 클로로톨루엔디아민을 포함한다. 선택적으로, 예비 중합체의 사용을 회피하는 단일 혼합 단계에 의해 연마 패드용 우레탄 중합체를 제조하는 것이 가능하다.

[0018] 연마 패드를 제조하는 데 사용된 중합체의 성분은 바람직하게는 생성된 패드 형상이 안정적이고 쉽게 재현 가능하도록 선택된다. 예를 들어, 4,4'-메틸렌-비스-o-클로로아닐린[MBCA]과 디이소시아네이트를 혼합하여 폴리우레탄 중합체를 형성할 때, 모노아민, 디아민 및 트리아민의 수준을 조절하는 것이 흔히 유리하다. 모노아민, 디아민 및 트리아민의 비율을 조절하는 것은 화학적 비율 및 생성된 중합체 분자량을 일정 범위 내에 유지하는 데 기여한다. 추가적으로, 일정한 제조를 위해 첨가제, 예를 들어 항산화제 및 불순물, 예를 들어 물을 조절하

는 것이 종종 중요하다. 예를 들어, 물은 이소시아네이트와 반응하여 기상 이산화탄소를 형성하기 때문에, 물 농도를 조절하는 것은 중합체 매트릭스 내에 기공을 형성하는 이산화탄소 기포의 농도에 영향을 줄 수 있다. 우발적인 물과 이소시아네이트의 반응은 또한 왜 연장제와 반응하기 위한 이용 가능한 이소시아네이트를 감소시켜서, 가교(과잉의 이소시아네이트기가 존재한다면) 및 생성된 중합체 분자량의 수준과 함께 화학량론을 변화시킨다.

[0019] 폴리우레탄 중합체 물질은 바람직하게는 톨루엔 디이소시아네이트 및 폴리테트라메틸렌 에테르 글리콜과 방향족 디아민의 예비 중합체 반응 생성물로부터 형성된다. 가장 바람직하게는, 방향족 디아민은 4,4'-메틸렌-비스-*o*-클로로아닐린 또는 4,4'-메틸렌-비스-(3-클로로-2,6-디에틸아닐린)이다. 바람직하게는, 예비 중합체 반응 생성물은 6.5 내지 15.0 중량% 미반응 NCO를 가진다. 이 미반응 NCO 범위 내의 적합한 예비 중합체의 예는 이하를 포함한다: 에어 프로덕츠 앤드 케미컬스 인코포레이티드(Air Products and Chemicals, Inc.)로부터 제조된 에어탄(Airthane)[®] 예비 중합체 PET-70D, PHP-70D, PET-75D, PHP-75D, PPT-75D, PHP-80D 및 켐투라(Chemtura)로부터 제조된 아디프렌(Adiprene)[®] 예비 중합체 LFG740D, LF700D, LF750D, LF751D, LF753D, L325. 추가적으로, 위에 열거된 것들 외에 다른 예비 중합체의 블렌드가 블렌딩의 결과로서 적절한 %의 미반응 NCO 수준에 도달하는 데 사용될 수 있다. 위에서 열거된 다수의 예비 중합체, 예를 들어 LFG740D, LF700D, LF750D, LF751D 및 LF753D는 0.1 중량% 미만의 자유 TDI 단량체를 가지고 통상의 예비 중합체보다 더 일정한 예비 중합체 분자량 분포를 가져서 우수한 연마 특성을 갖는 연마 패드를 형성하는 것을 촉진하는 낮은 자유 이소시아네이트 예비 중합체이다. 이 개선된 예비 중합체 분자량 일관성 및 낮은 자유 이소시아네이트 단량체는 더 규칙적인 중합체 구조를 제공하고 연마 패드 일관성 개선에 기여한다. 대부분의 예비 중합체의 경우, 낮은 자유 이소시아네이트 단량체는 바람직하게는 0.5 중량% 미만이다. 더욱이, 통상 더 높은 수준의 반응(즉, 각 단부 상에 디이소시아네이트에 의해 개광된 1 초과 폴리에테르) 및 더 높은 수준의 자유 톨루엔 디이소시아네이트 예비 중합체를 갖는 "통상적인" 예비 중합체는 유사한 결과를 생성해야 한다. 추가적으로, 낮은 분자량의 폴리에테르 첨가제, 예를 들어 디에틸렌 글리콜, 부탄디올 및 트리프로필렌 글리콜은 예비 중합체 반응 생성물의 중량% 미반응 NCO의 조절을 촉진한다.

[0020] 중량% 미반응 NCO의 조절에 더하여, 경화제 및 예비 중합체 반응 생성물은 통상 85 내지 115%, 바람직하게는 90 내지 110%의 OH 또는 NH₂ 대 미반응 NCO 화학량론적 비를 가지고, 가장 바람직하게는 95 초과 내지 109%의 OH 또는 NH₂ 대 미반응 NCO 화학량론적 비를 가진다. 예를 들어, 101 내지 108% 범위의 미반응 NCO로 형성된 폴리우레탄은 우수한 결과를 제공하는 것으로 보인다. 이 화학량론은 직접적으로는 원료의 화학량론적 수준을 제공함으로써 또는 간접적으로는 고의로 NCO의 일부를 물과 반응시키거나 또는 우발적인 수분에 노출시킴으로써 달성될 수 있다.

[0021] 중합체 매트릭스는 중합체 매트릭스 내에 및 중합체 매트릭스의 연마 표면에 분포된 중합체 미세요소를 함유한다. 중합체 미세요소는 외부 표면을 가지고, 연마 표면에 텍스처를 생성하기 위해 유체-충전된다. 매트릭스에 충전되는 유체는 액체 또는 기체일 수 있다. 유체가 액체이면, 바람직한 유체는 물, 예를 들어 단지 부수적인 불순물을 함유하는 증류수이다. 유체가 기체이면, 공기, 질소, 아르곤, 이산화탄소 또는 이들의 조합이 바람직하다. 일부 미세요소의 경우, 기체는 유기 기체, 예를 들어 이소부탄일 수 있다. 기체-충전된 중합체 미세요소는 통상 5 내지 200 μm의 평균 크기를 가진다. 바람직하게는, 기체-충전된 중합체 미세요소는 통상 10 내지 100 μm의 평균 크기를 가진다. 가장 바람직하게는, 기체-충전된 중합체 미세요소는 통상 10 내지 80 μm의 평균 크기를 가진다. 필수적이지는 않지만, 중합체 미세요소는 바람직하게는 구 형상을 갖거나 미세구를 나타낸다. 따라서, 미세요소가 구형일 때, 평균 크기 범위는 또한 직경 범위를 나타낸다. 예를 들어, 평균 직경 범위는 5 내지 200 μm, 바람직하게는 10 내지 100 μm 및 가장 바람직하게는 10 내지 80 μm이다.

[0022] 연마 패드는 각 중합체 미세요소 내에 분포된 실리케이트 함유 영역을 함유한다. 이들 실리케이트 영역은 입자일 수 있거나 또는 긴 실리케이트 구조를 가질 수 있다. 통상, 실리케이트 영역은 중합체 미세요소에 매립 또는 부착된 입자를 나타낸다. 실리케이트의 평균 입자 크기는 통상 0.01 내지 3 μm이다. 바람직하게는, 실리케이트의 평균 입자 크기는 0.01 내지 2 μm이다. 이들 실리케이트 함유 영역은 중합체 미세요소의 외부 표면의 50% 미만을 피복하도록 이격된다. 바람직하게는, 실리케이트 함유 영역은 중합체 미세요소의 표면적의 1 내지 40%를 피복한다. 가장 바람직하게는, 실리케이트 함유 영역은 중합체 미세요소의 표면적의 2 내지 30%를 피복한다. 실리케이트 함유 미세요소는 5 g/ℓ 내지 200 g/ℓ의 밀도를 가진다. 통상, 실리케이트 함유 미세요소는 10 g/ℓ 내지 100 g/ℓ의 밀도를 가진다.

- [0023] 스크래칭 또는 홈 형성을 회피하기 위해서는, 실리케이트 입자가 불리한 구조 또는 형상을 갖는 것을 회피하는 것이 중요하다. 이들 불리한 실리케이트는 전체 중합체 미세요소의 총 0.1 중량% 미만이어야 한다. 바람직하게는, 이들 불리한 실리케이트는 전체 중합체 미세요소의 총 0.05 중량% 미만이어야 한다. 제1 유형의 불리한 실리케이트는 5 μm 초과 입자 크기를 갖는 실리케이트 입자이다. 이들 실리케이트 입자는 TEOS 내에 채터 결함, 및 구리 내의 스크래치 및 홈(gouge) 결함을 초래하는 것으로 알려져 있다. 제2 유형의 불리한 실리케이트는 중합체 미세요소의 외부 표면의 50% 초과를 피복하는 실리케이트 함유 영역이다. 큰 실리케이트 표면적을 함유하는 이들 미세요소는 또한 웨이퍼를 스크래치하거나 또는 미세요소가 위치 이탈하게 하여 TEOS 내에 채터 결함을 및 구리 내에 스크래치 및 홈을 초래할 수 있다. 제3 유형의 불리한 실리케이트는 응집체이다. 구체적으로는, 중합체 미세요소는 120 μm 초과 평균 클러스터 크기로 실리케이트 입자와 응집한다. 120 μm 의 응집 크기는 약 40 μm 의 평균 직경을 갖는 미세요소에 대해서는 통상적이다. 더 큰 미세요소는 더 큰 응집체를 형성할 것이다. 이러한 형상을 갖는 실리케이트는 민감한 연마 작업에서 가시적인 결함 및 스크래칭 결함을 초래할 수 있다.
- [0024] 공기 분류는 최소한의 불리한 실리케이트 종을 갖는 복합 실리케이트 함유 중합체 미세요소를 생성하는 데 유용할 수 있다. 불행히도, 실리케이트 함유 중합체 미세요소는 흔히 다양한 밀도, 다양한 벽 두께 및 다양한 입자 크기를 가진다. 추가적으로, 중합체 미세요소는 그의 외부 표면 상에 분포된 가변적 실리케이트 함유 영역을 가진다. 따라서, 다양한 벽 두께, 입자 크기 및 밀도를 갖는 중합체 미세요소를 분리하는 것은 원심 분리 공기 분류 및 입자 체질(screening)에서 다수 도전 및 다수 시도를 실패하게 하였다. 이들 공정은 기껏 공급 원료로부터 한 불리한 성분, 예를 들어 미립자를 제거하는 데 유용하다. 예를 들어, 실리케이트 함유 미세요소의 대부분은 원하는 실리케이트 복합체와 동일한 크기를 가지기 때문에, 체질 방법을 사용하여 이들을 분리하는 것은 어렵다. 그러나, 관성, 기체 또는 공기 유동 저항 및 코안다 효과(Coanda effect)의 조합으로 작동하는 분리는 효과적인 결과를 제공할 수 있음을 발견하였다. 코안다 효과는, 벽이 제트의 일 측에 위치하면 제트가 벽을 따라 유동하는 경향이 있음을 기술한다. 구체적으로는, 기체 제트 내의 기체-충전된 미세요소를 코안다 블록의 곡선형 벽에 접근하여 통과시키는 것은 중합체 미세요소를 분리한다. 조립 중합체 미세요소는 코안다 블록의 곡선형 벽으로부터 2방향 분리에서 분리되어 중합체 미세요소를 정제한다. 공급 원료가 실리케이트 미립자(fine)를 포함하는 경우, 공정은 코안다 블록을 따르는 미립자와 함께 코안다 블록의 벽으로부터 중합체 미세요소를 분리하는 추가의 단계를 포함할 수 있다. 3방향 분리 시, 조립 중합체 미세요소는 코안다 블록으로부터 최대 거리에서 분리되고, 중간 또는 정제된 컷(cut)은 중간 거리에서 분리되고, 미립자는 코안다 블록을 따른다. 마쯔보 코포레이션(Matsubo Corporation)은 효과적인 입자 분리를 위해 이러한 특징을 이용하는 엘보우-제트(elbow-jet) 공기 분류기를 제조하였다. 공급 원료 제트에 더하여, 마쯔보 분리는 2개의 추가의 기체 스트림을 중합체 미세요소로 향하게 하는 추가의 단계를 제공하여 조립 중합체 미세요소로부터 중합체 미세요소의 분리를 촉진한다.
- [0025] 실리케이트 미립자와 조립 중합체 미세요소를 분리하는 것은 유리하게는 단일 단계에서 실시된다. 단일 통과가 조립 물질 및 미립자 물질 모두를 제거하는 데 효과적이지만, 다양한 순서, 예를 들어 제1 조립 통과, 제2 조립 통과 후 제1 미립자 통과 및 제2 미립자 통과는 통해 분리를 반복할 수 있다. 그러나, 통상, 가장 깔끔한 결과는 2방향 또는 3방향 분리에서 나온다. 추가의 3방향 분리의 단점은 수율 및 비용이다. 공급 원료는 통상 0.1 중량% 초과 불리한 실리케이트 미세요소를 함유한다. 더욱이, 0.2 중량% 초과 및 1 중량% 초과 불리한 실리케이트 공급 원료를 갖는 것이 효과적이다.
- [0026] 중합체 미세요소를 완전히 분리 또는 정제한 후, 중합체 미세요소를 액체 중합체 매트릭스에 삽입함으로써 연마 패드를 형성한다. 중합체 미세요소를 패드에 삽입한다는 것의 통상적인 의미는 캐스팅, 압출, 수성 용매 치환 및 수성 중합체를 의미한다. 혼합은 액체 중합체 매트릭스 중 중합체 미세요소의 분포를 개선시킨다. 혼합 후, 중합체 매트릭스를 건조 또는 경화시키는 것은 홈 가공(grooving), 천공 또는 다른 연마 패드 마무리 작업에 적합한 연마 패드를 형성한다.
- [0027] 도 1a 및 1b를 참조하면, 엘보우-제트 공기 분류기는 2개의 측벽들 사이에 폭 "w"를 가진다. 공기 또는 다른 적합한 기체, 예를 들어 이산화탄소, 질소 또는 아르곤은 개구부(10, 20, 30)를 통해 유동하여 코안다 블록(40) 주위에 제트-유동을 생성시킨다. 공급기(50), 예를 들어 펌프 또는 진동식 공급기로 중합체 미세요소를 주입하는 것은 제트 스트림 내에서 중합체 미세요소를 분류한다. 제트 스트림 내에서, 관성력, 항력(또는 기체 유동 저항) 및 코안다 효과가 합쳐져 입자를 3개의 분획으로 분리한다. 미립자(60)는 코안다 블록을 따른다. 중간 크기의 실리케이트 함유 입자는 정제된 생성물(70)로서 수집되기 위해 코안다 효과를 극복하기에 충분한 관성을 가진다. 최종적으로, 조립 입자(80)는 중간 입자로부터 분리하기 위해 최대 거리를 진행한다. 조립 입자는 i)

5 μm 초과 입자 크기를 가지는 실리케이트 입자; ii) 중합체 미세요소의 외부 표면의 50% 초과를 피복하는 실리케이트 함유 영역; 및 iii) 120 μm 초과 평균 클러스터 크기로 실리케이트 입자와 응집되는 중합체 미세요소의 조합을 함유한다. 이들 조립 입자는 웨이퍼 연마 및 특히 개선된 노드를 위한 패턴식 웨이퍼 연마에 대해 부정적인 영향을 주는 경향이 있다. 분리의 간격 또는 폭은 각 분획으로 분리된 분율을 결정한다. 대안적으로, 중합체 미세요소를 2개의 분획, 조립 분획 및 정제된 분획으로 분리하기 위해 미립자 수집기를 폐쇄할 수 있다.

실시예

실시예 1

마쓰보 코포레이션의 엘보우-제트 모델 라보(Elbow-Jet Model Labo) 공기 분류기로 평균 직경이 40 μm 이고 밀도가 42 g/l 인 폴리아크릴로니트릴과 폴리비닐리덴클로라이드의 이소부탄-충전된 공중합체의 샘플을 분리하였다. 이들 중공 미세구는 공중합체에 매립된 알루미늄 및 마그네슘 실리케이트 입자를 함유하였다. 실리케이트는 미세구의 외부 표면적의 약 10 내지 20%를 피복하였다. 또한, 샘플은 5 μm 초과 입자 크기를 가지는 실리케이트 입자; ii) 중합체 미세요소의 외부 표면의 50% 초과를 피복하는 실리케이트-함유 영역들; 및 iii) 120 μm 초과 평균 클러스터 크기로 실리케이트 입자와 응집된 중합체 미세요소와 연관된 공중합체 미세요소를 함유하였다. 엘보우-제트 모델 라보는 도 1a 및 1b의 코안다 블록 및 구조를 함유하였다. 중합체 미세구를 진동형 공급기를 통해 기체 체트 내로 공급하는 것은 표 1의 결과를 생성하였다.

표 1

실험 번호	이젝터 공기 압력	공급 시간	공급 형태	공급 속도	에지 위치		공기 유량:	중간:M 수율	그릴:G 수율		
				[lbs/hr]	FAR[mm]	MAR[mm]				(g)	(g)
					[m3/분]	[m3/분]					
1	[MPa]	[분]	[-]	[kg/h]	패쇄됨	25.0		2560	8		
	0.30	270	6.25	0.6	0.05	0.85	0.56	94.0%	0.3%		
2			VF	2.0	패쇄됨	25.0		3058	6		
	0.30	210	6.25	0.9	0.05	0.85	0.56	97.4%	0.2%		
3			VF	2.0	패쇄됨	25.0		3212	6		
	0.30	215	6.25	0.9	0.05	0.85	0.56	98.4%	0.2%		

표 1의 데이터는 0.2 내지 0.3 중량%의 조립 물질의 효과적 제거를 나타낸다. 조립 물질은 5 μm 초과 입자 크기를 가지는 실리케이트 입자; ii) 중합체 미세요소의 외부 표면의 50% 초과를 피복하는 실리케이트-함유 영역들; 및 iii) 120 μm 초과 평균 클러스터 크기로 실리케이트 입자와 응집된 중합체 미세요소와 연관된 공중합체 미세구를 함유하였다.

엘보우-제트 모델 15-3S 공기 분류기로 실시예 1의 실리케이트 공중합체의 추가의 로트(lot)를 분리하였다. 이 일련의 실험에서는, 미립자 수집기를 완전히 폐쇄하였다. 중합체 미세구를 펌프 공급기를 통해 기체 체트 내로 공급한 것은 표 2의 결과를 생성하였다.

표 2

실험 번호	에지 유형	이젝터 공기 압력	공급 속도	에지 위치		수율		
				FAR	MAR	F [g]	M [g]	G [g]
				[mm]	[mm]	[%]	[%]	[%]
4	LE 50G	0.3	15.12	0	25	0 0.0%	3,005 99.4%	18 0.6%
5	LE 50G	0.3	14.89	0	25	0.0% 0.0%	2,957 99.3%	20 0.7%

이 물질 로트는 0.6 내지 0.7 중량%의 조립 물질의 분리를 가져 왔다. 상기와 같이, 조립 물질은 5 μm 초과 입자 크기를 가지는 실리케이트 입자; ii) 중합체 미세요소의 외부 표면의 50% 초과를 피복하는 실리케이트-함

유 영역들; 및 iii) 120 μm 초과와 평균 클러스터 크기로 실리케이트 입자와 응집된 중합체 미세요소와 연관된 공중합체 미세구를 함유하였다.

[0036] 엘보우-제트 모델 15-3S 공기 분류기로 실시예 1의 추가의 실리케이트 공중합체를 분리하였다. 이 일련의 실험에서는, 미립자 수집기를 개방하여 미립자를 제거하거나(실험 6 내지 8) 또는 폐쇄하여 미립자를 보유시켰다(실험 9 내지 11). 중합체 미세구를 펌프를 통해 기체 제트 내로 공급하는 것은 표 3의 결과를 생성하였다.

표 3

실험 번호	공급 속도	이젝터 공기 압력	에지 위치		수율			
			F Δ R	M Δ R	F [g]	M [g]	G [g]	Total[g]
	[kg/h]	[MPa]	[mm]	[mm]	[%]	[%]	[%]	[%]
6	13.5	0.30	9.0	25.0	39.5 4.4%	860.0 95.4%	2.1 0.2%	901.6 100.0%
7	14.2	0.30	12.0	25.0	196.6 20.7%	750 79.1%	1.1 0.1%	947.7 100.0%
8	14.2	0.30	10.5	25.0	95.1 10.0%	850 89.8%	1.7 0.2%	946.8 100.0%
9	13.5	0.30	0.00	25.0	0.0 0.0%	3310 99.5%	17.9 0.5%	3327.9 100.0%
10	13.2	0.30	0.00	25.0	0.0 0.0%	3070 99.3%	21.5 0.7%	3091.5 100.0%
11	12.4	0.30	0.00	25.0	0.0 0.0%	3000 98.8%	37.3 1.2%	3037.3 100.0%

[0037]

[0038] 데이터는 공기 분류기가 분류 간에 2 또는 3개의 세그먼트(segment)로 쉽게 전환될 수 있음을 나타낸다. 도 2 내지 4를 참조하면, 도 2는 미립자[F]를 보여주며, 도 3은 조립자[G]를 보여주며, 도 4는 정제된 실리케이트 중합체 미세구[M]를 보여준다. 미립자는 중간-크기의 중합체 미세요소를 단지 작은 분율로만 함유하는 크기 분포를 가지는 것으로 나타난다. 조립자 컷(cut)은, 가시적인 미세요소 응집체 및 외부 표면의 50% 초과를 피복하는 실리케이트-함유 영역들을 가지는 중합체 미세요소를 함유한다. [5 μm 초과와 크기를 가지는 실리케이트 입자들은 더 높은 배율 및 도 6에서 관찰 가능하다.] 중간 컷은 미세 및 조립 중합체 미세요소의 대부분이 제거된 것으로 나타난다. 이들 SEM 현미경 사진은 3개의 세그먼트로의 분류에 의해 달성되는 극적인 차이를 보여준다.

[0039] 실시예 2

[0040] 하기 시험으로 연소 후의 잔류물을 측정하였다.

[0041] 조립, 중간 및 미세 컷의 샘플을 칭량된 Vicor 세라믹 도가니에 넣었다. 이어서 도가니를 150 $^{\circ}\text{C}$ 로 가열하여 실리케이트 함유 조성물의 분해를 개시하였다. 130 $^{\circ}\text{C}$ 에서 중합체 미세구는 붕괴되어 함유된 발포제를 방출하는 경향이 있었다. 중간 및 미세 컷은 예상한 바와 같이 거동하여, 30분 후의 그의 부피는 현저히 감소하였다. 그러나 이와 대조적으로, 조립 컷은 그의 초기 부피의 6배를 넘도록 팽창하였으나, 분해의 조직은 거의 보이지 않았다.

[0042] 이들 관찰 결과는 2가지 차이점을 나타낸다. 첫째, 조립 컷에서의 2차 팽창의 정도는 발포제의 상대 중량 백분율이 나머지 두 컷에서보다 훨씬 더 높았음에 틀림 없음을 나타냈다. 둘째, 실리케이트-농후 중합체 조성물은 동일 온도에서 분해되지 않았으므로 실질적으로 상이했을 수 있다.

[0043] 표 4에 제공된 미가공 데이터는 조립 컷이 가장 낮은 잔류물 함량을 가짐을 보여준다. 이 결과는 입자를 충전하는 발포제 또는 이소부텐 함량의 큰 차이에 의해 변화되었다. 2차 팽창의 정도에 대한 이소부텐 함량의 조정은 보다 높은 백분율의 잔류물이 조립 컷에 존재하게 하였다.

표 4

	샘플 중량 (g)	기체 중량 (g)	150℃ 후 팽창 부피		샘플-기체 중량 (g)	간류물 중량 (g)	간류물 (%)	기체를 제외한 간류물 (%)
중간 컷	0.97	0.12125	1.4X	이론치	0.84875	0.0354	3.65	4.17
미세 컷	1.35	0.16875	1.4X	이론치	1.18125	0.091	6.74	7.70
조립 컷	1.147	0.143375	1.4X	이론치	1.003625	0.0323	2.82	3.22
수정된 조립	1.147	0.716875	6.0X	*관찰치	0.430125	0.0323	2.82	7.51

*5배 내지 6배 더 높은 초기 기체 중량을 암시함

[0044]

[0045]

팽창 경향을 갖는 조립 분획을 제거하는 것은, 제어된 비중 및 보다 낮은 패드간 편차를 갖는 연마 패드의 캐스팅을 용이하게 한다.

[0046]

실시예 3

[0047]

엘보우 제트 장치로 분류한 후, 가공된 미세요소 함유 실리케이트 중합체의 3개의 0.25 g 컷을 초순수 40 ml 중에 담갔다. 샘플을 잘 혼합하고 3일 동안 방치하였다. 조립 컷은 수분 후에 가시적인 침전물이 생겼고, 미세 컷은 수시간 후에 가시적인 침전물이 있었으며, 중간 컷은 24시간 후에 침전물이 보였다. 부유하는 중합체 미세요소 및 물을 제거하고, 침전물 슬러그 및 소량의 물을 남겼다. 샘플을 밤새 건조시켰다. 건조 후, 용기 및 침전물을 칭량하고, 침전물을 제거하고 용기를 세척하고 건조시키고 재칭량하여 침전물의 중량을 측정하였다. 도 5 내지 7은 분류 기술을 통해 획득되는 실리케이트 크기 및 모폴로지의 극적인 차이를 보여준다. 도 5는 침전 공정에서 가라앉은 미세 중합체 및 실리케이트 입자의 집합을 보여준다. 도 6은 큰 실리케이트 입자(5 μm 초과), 및 외부 표면의 50% 초과가 실리케이트 입자로 피복된 중합체 미세요소를 보여준다. 도 7은, 다른 현미경 사진보다 약 10배 더 높은 배율에서, 미세 실리케이트 입자 및 파괴된 중합체 미세요소를 보여준다. 파괴된 중합체 미세요소는 가방 같은 모양을 가지며, 침전 공정에서 가라앉았다.

[0048]

최종 중량은 다음과 같았다:

[0049]

조립: 0.018 g

[0050]

정제(중간): 0.001 g

[0051]

미세: 0.014 g

[0052]

이 실시예는 코안다 블록 공기 분류기에서 30 대 1이 넘는 분리 효율을 나타냈다. 특히, 조립 분획은 구형, 반구형 및 면체(faceted) 모양을 가지는 입자와 같은 큰 실리케이트 입자의 백분율을 포함하였다. 중간 또는 정제 분획은, 큰 것(평균 크기가 3 μm 초과인 것)과 작은 것(평균 크기가 1 μm 미만인 것) 둘 다에서 최소량의 실리케이트를 함유하였다. 미립자는 실리케이트 입자의 최대량을 함유했지만, 이들 입자는 1 μm 미만의 평균을 가진다.

[0053]

실시예 4

[0054]

일련의 3개의 캐스팅된 연마 패드를 제조하고, 구리에 대한 연마성 비교를 행했다.

[0055]

표 5는 3개의 캐스팅된 폴리우레탄 연마 패드의 요약이다.

표 5

설명	비중 (g/cm ³)	중합체 미세요소 (중량%)	경도 (쇼어 D)
공칭	0.782	1.9	55
정화	0.787	1.9	55
스파이크형(조대)	0.788	2.1	54

[0056]

[0057] 실시예 1과 동일하게, 공칭 연마 패드는 평균 직경이 40 μm 이고 밀도가 42 g/ℓ인 폴리아크릴니트릴 및 폴리비닐리덴클로라이드의 이소부탄-충전된 공중합체를 함유하였다. 이들 중공 미세구는 공중합체에 매립된 알루미늄 및 마그네슘 실리케이트 입자를 함유하였다. 실리케이트는 미세구의 외부 표면적의 약 10 내지 20%를 피복하였다. 또한, 샘플은 5 μm 초과와 입자 크기를 가지는 실리케이트 입자; ii) 중합체 미세요소의 외부 표면의 50% 초과를 피복하는 실리케이트-함유 영역들; 및 iii) 120 μm 초과와 평균 클러스터 크기로 실리케이트 입자와 응집된 중합체 미세요소와 연관된 공중합체 미세구를 함유하였다. 정제된 패드는 엘보우-제트 모델 15-3S 공기 분류기를 이용한 공기 분류 후 상기 항목 i) 내지 iii)을 0.1 중량% 미만으로 함유하였다. 마지막으로, 스파이크형 패드는 상기 항목 i) 내지 iii)의 조립 물질 1.5 중량% 및 나머지 함량의 공칭 물질을 함유하였다.

[0058] 다우 일렉트로닉 머티리얼스(Dow Electronic Materials)의 무연마제 연마 용액 RL 3200을 이용하여 블랭크 구리 웨이퍼에 대해 패드를 연마하여 홈 및 결점에 대한 비교 연마 데이터를 얻었다. 연마 조건으로는, 200 mm 웨이퍼를 어플라이드 미라(Applied Mirra) 공구 상에서 61 rpm의 정반 속력 및 59 rpm의 캐리어 속력을 사용하였다. 하기 표 6은 비교 연마 데이터를 제공한다.

표 6

연마 패드	웨이퍼 수	홈 (% 결함)	스크래치 (% 결함)	합계 (% 결함)
공칭	84	16	49	65
공칭	110	19	NA	NA
정제	84	5	6	11
정제	110	9	1	10
스�파이크형	84	10	2	12
스�파이크형	110	19	13	32

NA = 입수 불가능

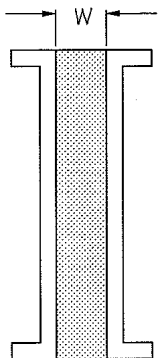
[0059]

[0060] 표 6의 데이터는 균일한 실리케이트-함유 중합체에 있어서의 퍼센트 홈 결함에 대한 연마 향상을 예시한다. 또한, 이들 데이터는 구리 스크래치에 대한 향상을 나타낼 수도 있으나 추가의 연마가 필요하다.

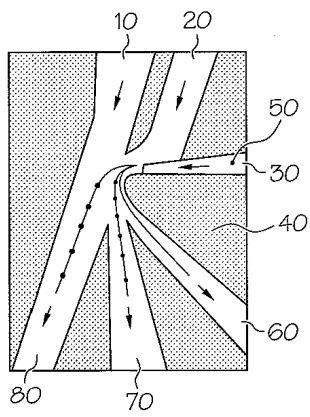
[0061] 본 발명의 연마 패드는 일관되고 균일한 구조로 분포된 실리케이트를 포함하여 연마 결함을 감소시킨다. 특히, 청구된 발명의 실리케이트 구조는 캐스팅된 폴리우레탄 연마 패드를 이용한 구리 연마에 있어서 홈 및 스크래치 결함을 감소시킬 수 있다. 또한, 공기 분류는 보다 낮은 밀도 및 내부 패드 변동으로 보다 일관된 제품을 제공할 수 있다.

도면

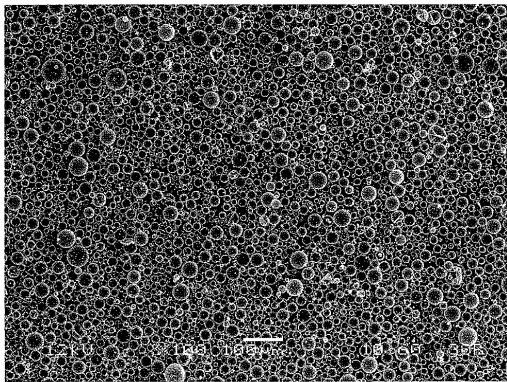
도면1a



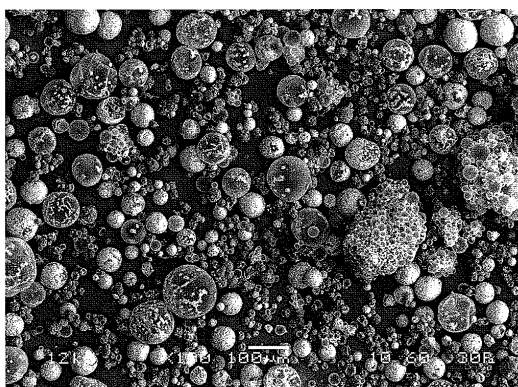
도면1b



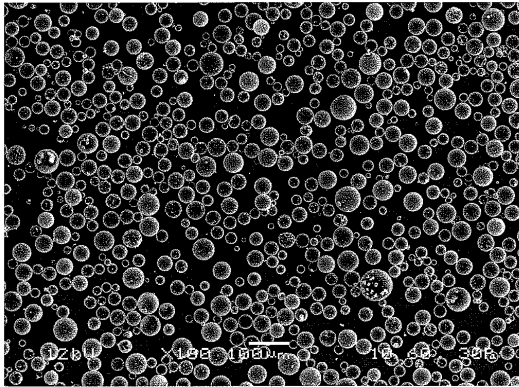
도면2



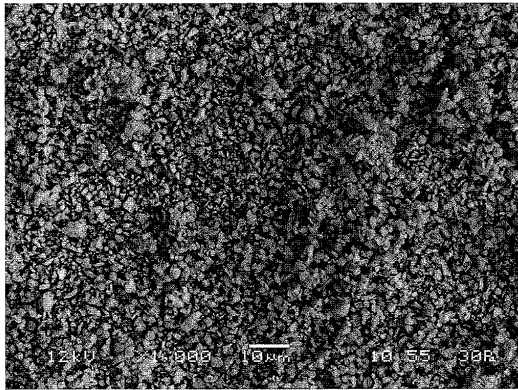
도면3



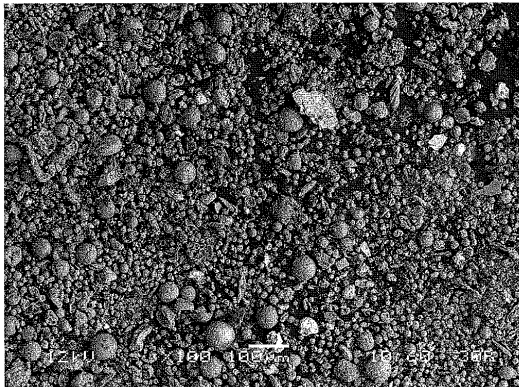
도면4



도면5



도면6



도면7

