

(19) RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
COURBEVOIE

(11) Nº de publication :
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

3 037 833

(21) Nº d'enregistrement national :

16 55963

(51) Int Cl⁸ : **B 24 B 29/00** (2016.01), **B 24 D 3/00**

(12)

BREVET D'INVENTION

B1

(54) PROCÈDE DE FABRICATION D'UN TAMPON DE POLISSAGE A POROSITE CONTROLEE.

(22) Date de dépôt : 27.06.16.

(30) Priorité : 26.06.15 US 14751328.

(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.

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

(45) Date de la mise à disposition du public du
brevet d'invention : 20.09.19 Bulletin 19/38.

(72) Inventeur(s) : TONG YUHUA, WANK ANDREW,
LUGO DIEGO, STACK MARC R., VENEZIALE DAVID
MICHAEL, DEGROOT MARTY, JACOB GEORGE C.
et MILLER JEFFREY B..

(56) Liste des documents cités dans le rapport de
recherche :

Se reporter à la fin du présent fascicule

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

(74) Mandataire(s) : CABINET BEAU DE LOMENIE.



ARRIERE-PLAN

[0001] La présente invention concerne un procédé de formation de tampons de polissage mécano-chimique. Plus particulièrement, la présente invention concerne un procédé de formation de tampons de polissage mécano-chimique utilisant des tensioactifs.

[0002] Dans la fabrication des circuits intégrés et d'autres dispositifs électroniques, de multiples couches de matériaux conducteurs, semi-conducteurs et diélectriques sont déposées sur ou retirées d'une surface d'une galette (« wafer » en anglais) semi-conductrice. Des couches minces de matériaux conducteurs, semi-conducteurs et diélectriques peuvent être déposées par un certain nombre de techniques de dépôt. Les techniques de dépôt courantes dans le traitement moderne des galettes incluent le dépôt physique en phase vapeur (PVD), connu aussi comme étant la pulvérisation cathodique, le dépôt chimique en phase vapeur (CVD), le dépôt chimique en phase vapeur assisté par plasma (PECVD) et le plaquage électrochimique (ECP), parmi d'autres. Les techniques de retrait courantes incluent la gravure isotrope et anisotrope humide et sèche, parmi d'autres.

[0003] Quand des couches de matériaux sont successivement déposées et retirées, la surface supérieure de la galette devient non plane. Du fait que le traitement subséquent des semi-conducteurs (par exemple la métallisation) exige que la galette ait une surface plane, la galette doit être planarisée. La planarisation est utile pour retirer une topographie de surface indésirable et les défauts de surface, comme les surfaces rugueuses, les matériaux agglomérés, les détériorations du réseau cristallin, les éraflures et les couches contaminées ou les matériaux contaminés.

[0004] La planarisation mécano-chimique, ou polissage mécano-chimique (CMP), est une technique courante utilisée pour planariser ou polir des pièces de travail, comme des galettes semi-conductrices. Dans

la CMP conventionnelle, un support de galette, ou tête de polissage, est monté sur un ensemble formant support. La tête de polissage maintient la galette et positionne la galette en contact avec une couche de polissage d'un tampon de polissage qui est monté sur une table ou plateau dans un appareil de CMP. L'ensemble formant support applique une pression réglable entre la galette et le tampon de polissage. En même temps, un milieu de polissage (par exemple une "suspension" ou "slurry") est distribué sur le tampon de polissage et est attiré dans l'intervalle entre la galette et la couche de polissage. Pour réaliser le polissage, le tampon de polissage et la galette typiquement tournent l'un par rapport à l'autre. Quand le tampon de polissage tourne sous la galette, la galette décrit typiquement une trajectoire de polissage annulaire, ou région de polissage, dans laquelle la surface de la galette se trouve directement en face de la couche de polissage. La surface de la galette est polie et rendue plane par l'action chimique et mécanique de la couche de polissage et du milieu de polissage sur la surface.

[0005] 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 pour fabriquer un tampon de polissage contenant des alvéoles sensiblement sphériques et ayant une grande précision de l'épaisseur, qui inclut la préparation d'une composition d'uréthane à alvéoles dispersés par un procédé de moussage mécanique; l'évacuation continue de la composition d'uréthane à alvéoles dispersés depuis un seul orifice d'évacuation dans une partie sensiblement centrale dans la direction de la largeur d'un matériau de face A, tout en introduisant le matériau de face A; la stratification d'un matériau de face B sur la composition d'uréthane à alvéoles dispersés; puis l'ajustement uniforme de l'épaisseur de la composition d'uréthane à alvéoles dispersés par des moyens d'ajustement de l'épaisseur; le durcissement de la composition d'uréthane à alvéoles dispersés ayant l'épaisseur ajustée

dans l'étape précédente sans appliquer une charge supplémentaire quelconque à la composition de sorte qu'une feuille de polissage incluant une mousse de polyuréthane est formée; et la découpe de la feuille de polissage. Ce procédé peut présenter des difficultés dans le réglage de la
5 taille des pores et de la distribution des tailles des pores. En outre, le procédé compliqué peut causer des problèmes de salissure qui peuvent réduire l'efficacité de la fabrication.

10 [0006] Néanmoins, il existe un besoin continu de procédés améliorés de fabrication de couches de polissage pour tampons de polissage mécano-chimique permettant un meilleur réglage de la taille des pores et de la distribution des tailles des pores, en particulier de procédés qui réduisent le nombre total d'étapes de procédé nécessaires et qui améliorent la qualité du tampon de polissage achevé. Ainsi, un procédé amélioré de production d'une couche de polissage pour un
15 tampon de polissage mécano-chimique ayant des performances de polissage et une aptitude à la fabrication améliorées est nécessaire.

EXPOSE DE L'INVENTION

20 [0007] Un aspect de l'invention fournit un procédé de fabrication d'un tampon de polissage approprié pour planariser au moins un substrat parmi les substrats semi-conducteurs, optiques et magnétiques, le procédé comprenant ce qui suit: l'application de gouttelettes d'un polymère liquide contre un substrat pour former une pluralité de pores dans le polymère liquide, le polymère liquide contenant un tensioactif non ionique, le tensioactif non ionique ayant une concentration suffisante pour faciliter la croissance de pores dans le polymère liquide et un tensioactif ionique ayant une concentration suffisante pour limiter la croissance des pores dans le polymère liquide; la solidification des gouttelettes de polymère liquide contre le substrat en un polymère solide
25 contenant une pluralité de pores; la répétition de l'application de
30

gouttelettes et de la solidification des gouttelettes de polymère liquide de multiples fois pour augmenter l'épaisseur du substrat solide; et le durcissement du polymère solide en un tampon de polissage ayant la taille finale de la pluralité de pores réglée par la concentration de tensioactif non ionique et de tensioactif ionique.

[0008] Un aspect supplémentaire de l'invention fournit un procédé de fabrication d'un tampon de polissage approprié pour planariser au moins un substrat parmi les substrats semi-conducteurs, optiques et magnétiques, le procédé comprenant ce qui suit: l'application de gouttelettes d'un polymère liquide contre un substrat pour former une pluralité de pores dans le polymère liquide, le polymère liquide contenant un tensioactif non ionique, le tensioactif non ionique ayant une concentration suffisante pour faciliter la croissance de pores dans le polymère liquide et un tensioactif ionique ayant une concentration suffisante pour limiter la croissance des pores dans le polymère liquide; la liaison des pores adjacents pour former un réseau de pores reliés entre eux dans le polymère liquide; la solidification des gouttelettes de polymère liquide contre le substrat en un polymère solide contenant une pluralité de pores; la répétition de l'application de gouttelettes, de la liaison des pores adjacents et de la solidification des gouttelettes de polymère liquide de multiples fois pour augmenter l'épaisseur du substrat solide; et le durcissement du polymère solide en un tampon de polissage ayant la taille finale de la pluralité de pores réglée par la concentration de tensioactif non ionique et de tensioactif ionique.

Selon une caractéristique particulière de la présente invention, les gouttelettes frappent un moule (10) pour former un motif de rainures (100) dans le tampon de polissage.

Selon une autre caractéristique particulière de la présente invention, le tensioactif non ionique est un tensioactif à base de silicium et le tensioactif ionique est un tensioactif cationique.

Selon une autre caractéristique particulière de la présente invention, le procédé de la présente invention inclut l'étape supplémentaire de réduction de la quantité de tensioactif cationique pour augmenter la taille des pores et former un sous-tampon.

- 5 Selon une autre caractéristique particulière de la présente invention, le durcissement forme le tampon de polissage avec une masse volumique de 0,3 à 0,9 g/cm³.
- 10 Selon une autre caractéristique particulière de la présente invention, le durcissement forme le tampon de polissage avec une masse volumique de 0,3 à 0,7 g/cm³.

DESCRIPTION DES DESSINS

- [0009] La figure 1 représente une vue en perspective d'un moule destiné à être utilisé dans le procédé de la présente invention.
- 15 [0010] La figure 2 représente une vue de côté d'un dispositif de mélange axial destiné à être utilisé dans le procédé de la présente invention.
- [0011] La figure 3 est une vue en coupe transversale suivant la ligne A-A de la figure 2.
- 20 [0012] La figure 4 représente une vue de côté d'une couche de polissage de tampon de polissage mécano-chimique formée dans un moule de la présente invention.
- [0013] La figure 5 représente une vue en perspective d'une couche de polissage de tampon de polissage mécano-chimique de la présente
- 25 invention.
- [0014] La figure 6 représente une vue de dessus d'un motif de rainures formé dans la surface de polissage d'une couche de polissage de tampon de polissage mécano-chimique.

[0015] La figure 7 représente une vue de dessus d'un motif de rainures formé dans la surface de polissage d'une couche de polissage de tampon de polissage mécano-chimique.

5 [0016] La figure 8 est une vue en coupe transversale suivant la ligne B-B de la figure 7.

[0017] La figure 9 représente une vue de dessus d'un motif de rainures formé dans la surface de polissage d'une couche de polissage de tampon de polissage mécano-chimique.

10 [0018] La figure 10 représente une vue de dessus d'un motif de rainures formé dans la surface de polissage d'une couche de polissage de tampon de polissage mécano-chimique.

[0019] La figure 11 est une vue en coupe transversale suivant la ligne B-B de la figure 2.

15 [0020] La figure 12 est une vue en coupe transversale au MEB d'un tampon de polissage formé avec une combinaison de tensioactifs non ionique et cationique de l'invention.

[0021] La figure 13 est une vue en coupe transversale au MEB d'un tampon de polissage formé avec une combinaison de tensioactifs non ionique et cationique de l'invention.

20 [0022] La figure 14 est une vue en coupe transversale au MEB d'un tampon de polissage formé avec un tensioactif non ionique.

[0023] La figure 15 est une vue en coupe transversale au MEB d'un tampon de polissage formé avec une combinaison de tensioactifs non ionique et cationique de l'invention.

25

DESCRIPTION DETAILLEE

30 [0024] Différents procédés conventionnels pour former des couches de polissage mécano-chimique, comme les procédés de coulée (c'est-à-dire la formation de gâteaux destinés à être découpés en multiples couches de polissage) et les procédés d'écumage exigent des temps de

gel suffisamment longs pour faciliter la mise en œuvre. Les procédés d'écumage et les procédés de coulée nécessitent tous l'usinage du motif de rainures final dans la surface des couches de polissage formées. Le procédé de la présente invention augmente largement la qualité du motif de rainures formé dans la surface de polissage de la couche de polissage et élimine la nécessité d'usiner le motif de rainures dans la couche de polissage finie comme cela est rendu nécessaire par de nombreux procédés de fabrication de couches de polissage conventionnels. Le procédé de la présente invention autorise aussi une gamme de compositions plus étendue que celle qui serait appropriée pour les procédés de fabrication de couches de polissage conventionnels étant donné les limitations inhérentes dans les techniques conventionnelles (c'est-à-dire les contraintes dues au temps de gel).

[0025] Le terme "**section droite sensiblement circulaire**" tel qu'il est utilisé ici et dans les revendications en référence à une cavité de moule (20) signifie que le plus grand rayon, 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_{axe} , (22) jusqu'à une limite interne verticale (18) d'une paroi périphérique (15) est $\leq 20\%$ plus long que le plus petit rayon, 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_{axe} , (22) jusqu'à la limite interne verticale (18). (Voir la figure 1).

[0026] Le terme "**cavité de moule**" tel qu'il est utilisé ici et dans les revendications désigne le volume défini par une base (12) et une limite interne verticale (18) d'une paroi périphérique (15). (Voir les figures 1 et 4).

[0027] Le terme "**sensiblement perpendiculaire**" tel qu'il est utilisé ici et dans les revendications en référence à une première caractéristique (par exemple une limite interne horizontale; une limite interne verticale) par rapport à une seconde caractéristique (par exemple

un axe, un plan x-y) signifie que la première caractéristique fait un angle de 80 à 100° avec la seconde caractéristique.

[0028] Le terme "**essentiellement perpendiculaire**" tel qu'il est utilisé ici et dans les revendications en référence à une première caractéristique (par exemple une limite interne horizontale; une limite interne verticale) par rapport à une seconde caractéristique (par exemple un axe, un plan x-y) signifie que la première caractéristique fait un angle de 85 à 95° avec la seconde caractéristique.

[0029] Le terme "**épaisseur moyenne, T_{P-moy}** " tel qu'il est utilisé ici et dans les revendications en référence à une couche de polissage de tampon de polissage mécano-chimique (90) ayant une surface de polissage (95) signifie l'épaisseur moyenne, T_P , de la couche de polissage de tampon de polissage mécano-chimique dans une direction perpendiculaire à la surface de polissage (95) depuis la surface de polissage (95) jusqu'à la surface inférieure (92) de la couche de polissage de tampon de polissage mécano-chimique (90). (Voir la figure 5).

[0030] Le terme "**section droite sensiblement circulaire**" tel qu'il est utilisé ici et dans les revendications en référence à une couche de polissage de tampon de polissage mécano-chimique (90) signifie que le plus grand rayon, r_p , de la section droite depuis l'axe central (98) de la couche de polissage de tampon de polissage mécano-chimique (90) jusqu'au périmètre externe (110) de la surface de polissage (95) de la couche de polissage de tampon de polissage mécano-chimique (90) est ≤ 20% plus long que le plus petit rayon, r_p , de la section droite depuis l'axe central (98) jusqu'au périmètre externe (110) de la surface de polissage (95). (Voir la figure 5).

[0031] La couche de polissage de tampon de polissage mécano-chimique (90) de la présente invention est de préférence adaptée pour la rotation 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 la rotation dans un plan (99) qui fait un angle, γ , de 85 à 95° avec l'axe central (98), de préférence, de 90° avec 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 droite sensiblement circulaire perpendiculaire à l'axe central (98). De préférence, le rayon, r_p , de la section droite de la surface de polissage (95) perpendiculaire à l'axe central (98) varie de $\leq 20\%$ pour la section droite, de préférence encore de $\leq 10\%$ pour la section droite.

[0032] Le terme "**temps de gel**" tel qu'il est utilisé ici et dans les revendications 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, signifie le temps de durcissement total pour cette combinaison déterminé au moyen d'un procédé de test standard selon ASTM D3795-00a (Reapproved 2006) (*Standard Test Method for Thermal Flow, Cure, and Behavior Properties of Pourable Thermosetting Materials by Torque Rheometer*).

[0033] Le terme "**poly(uréthane)**" tel qu'il est utilisé ici et dans les revendications englobe (a) les polyuréthanes formés par la réaction de (i) des isocyanates et (ii) des polyols (y compris des diols); et (b) les poly(uréthanes) formés par la réaction de (i) des isocyanates avec (ii) des polyols (y compris des diols) et (iii) de l'eau, des amines ou une combinaison d'eau et d'amines.

[0034] De préférence, le procédé de formation d'une couche de polissage de 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 négatif (14) d'un motif de rainures

(100) formé dans celle-ci; la fourniture d'un composant liquide de côté poly (P) comprenant au moins une substance parmi un polyol de côté (P), une polyamine de côté (P) et un aminoalcool de côté (P); la fourniture d'un composant liquide de côté iso (I) comprenant au moins un isocyanate multifonctionnel; la fourniture d'un gaz sous pression; la fourniture d'un dispositif de mélange axial (60) ayant une chambre cylindrique interne (65); où la chambre cylindrique interne (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 débouche dans la chambre cylindrique interne (65), au moins un orifice d'alimentation en liquide de côté (I) (80) qui débouche dans la chambre cylindrique interne (65), et au moins un (de préférence, au moins deux) orifice d'alimentation en gaz sous pression tangentiel (85) qui débouche dans la chambre 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 (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 sous pression tangentiel (85) est disposé suivant la circonférence (67) 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); où le composant liquide de côté poly (P) est introduit dans la chambre cylindrique interne (65) par le au moins un orifice d'alimentation en liquide de côté (P) (75) à une pression de charge de côté (P) de 6895 à 27600 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

pression de charge de côté (I) de 6895 à 27600 kPa; où le débit massique combiné du composant liquide de côté poly (P) et du composant liquide de côté iso (I) en direction de la chambre cylindrique interne (**65**) est 6 à 500 g/s (de préférence, 6 à 250 g/s; de préférence encore, 6 à 100 g/s; de manière particulièrement préférable, 6 à 25 g/s); où le composant liquide de côté poly (P), le composant liquide de côté iso (I) et le gaz sous pression sont mélangés dans la chambre cylindrique interne (**65**) pour former une combinaison; où le gaz sous pression est introduit dans la chambre cylindrique interne (**65**) par le au moins un (de préférence, au moins deux) orifice d'alimentation en gaz sous pression tangentiel (**85**) avec une pression d'apport de 150 à 1500 kPa; où la vitesse d'entrée dans la chambre cylindrique interne (**65**) du gaz sous pression est 90 à 600 m/s; l'évacuation de la combinaison 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; la solidification de la combinaison en un gâteau; la séparation du gâteau d'avec le moule (**10**); et l'obtention de la couche de polissage de tampon de polissage mécano-chimique (**90**) à partir du gâteau, où la couche de polissage de tampon de polissage mécano-chimique (**90**) a une surface de polissage (**95**) avec le motif de rainures (**100**) formé dans la surface de polissage (**95**), et où la surface de polissage (**95**) est adaptée pour polir un substrat.

[0035] De préférence, la base (**12**) du moule (**10**) utilisé dans le procédé de la présente invention définit un négatif (**14**) d'un motif de rainures; où le motif de rainures (**100**) est transféré à la surface de polissage (**95**) de la couche de polissage de tampon de polissage mécano-chimique (**90**). De préférence, la base (**12**) du moule (**10**) a une section droite sensiblement circulaire ayant un rayon moyen, r_c , (de préférence, où r_c est 20 à 100 cm; de préférence encore, où r_c est 25 à

65 cm; de manière particulièrement préférable, où r_c est 40 à 60 cm). (Voir les figures 1 et 4).

5 [0036] 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 limite interne verticale (18) de la cavité de moule (20) qui est sensiblement perpendiculaire au plan x-y (30). De préférence encore, la paroi périphérique définit une limite interne verticale (18) de la cavité de moule (20) qui est essentiellement perpendiculaire au plan x-y (30). (Voir les figures 1 et 4).

10 [0037] De préférence, la cavité de moule (20) a un axe central, C_{axe} , (22) qui coïncide avec l'axe z et qui rencontre la limite interne horizontale (ou négatif) (14) de la base (12) du moule (10) au niveau d'un point central (21). De préférence, le point central (21) est situé au centre géométrique de la section droite, C_{x-sect} , (24) de la cavité de moule (20) projetée sur le plan x-y (30). (Voir la figure 1).

15 [0038] De préférence, la section droite de la cavité de moule, C_{x-sect} , (24) projetée sur le plan x-y (30) peut avoir une forme bidimensionnelle régulière ou irrégulière quelconque. De préférence, la section droite de la cavité de moule, C_{x-sect} , (24) est choisie parmi un polygone et une ellipse. De préférence encore, la section droite de la cavité de moule, C_{x-sect} , (24) est une section droite sensiblement circulaire ayant un rayon moyen, r_c , (de préférence, où r_c est 20 à 100 cm; de préférence encore, où r_c est 25 à 65 cm; de manière particulièrement préférable, où r_c est 40 à 60 cm). De manière particulièrement préférable, la cavité de moule (20) se rapproche d'une région en forme de cylindre droit ayant une section droite sensiblement circulaire, C_{x-sect} ; où la cavité de moule a un axe de symétrie, C_{x-sym} (25) qui coïncide avec l'axe central de la cavité de moule, C_{axe} , (22); où la région en forme de cylindre droit a une aire en section droite, C_{x-aire} , définie comme suit:

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

où r_c est le rayon moyen de l'aire en section droite de la cavité de moule, $C_{x\text{-aire}}$, projetée sur le plan x-y (30); et où r_c est 20 à 100 cm (de préférence encore, 25 à 65 cm; de manière particulièrement préférable, 40 à 60 cm). (Voir les figures 1 et 4).

[0039] 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 l'axe de symétrie (70) de la chambre cylindrique interne (65). De préférence encore, l'extrémité fermée (62) et l'extrémité ouverte (68) sont chacune essentiellement perpendiculaires à l'axe de symétrie (70) de la chambre cylindrique interne (65). De manière particulièrement préférable, 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).

[0040] 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 préférence encore, 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 avec la chambre cylindrique interne (65). De manière particulièrement préférable, 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, 5 l'ouverture circulaire (69) a un diamètre de 1 à 10 mm (de préférence encore, de 1,5 à 7,5 mm; de préférence encore de 2 à 6 mm; de manière particulièrement préférable, de 2,5 à 3,5 mm). (Voir les figures 2, 3 et 11).

[0041] De préférence, le dispositif de mélange axial (60) utilisé 10 dans le procédé de la présente invention a au moins un orifice d'alimentation en liquide de côté (P) (75) qui débouche dans la chambre cylindrique interne (65). De préférence encore, 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 débouchent 15 dans la chambre cylindrique interne (65). De préférence, quand 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 débouchent dans la chambre cylindrique interne (65), les au moins deux orifices d'alimentation en liquide de côté (P) (75) sont 20 disposés uniformément suivant une circonférence (67) de la chambre cylindrique interne (65). De préférence encore, quand 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 débouchent dans la chambre cylindrique interne (65), les au moins deux 25 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 une même 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) débouche dans la chambre 30 cylindrique interne (65) par un orifice ayant un diamètre interne de 0,05

à 3 mm (de préférence, de 0,1 à 1 mm; de préférence encore, de 0,15 à 0,5 mm). De préférence, le au moins un orifice d'alimentation en liquide de côté (P) débouche dans la chambre cylindrique interne (65) et est dirigé vers l'axe de symétrie (70) de la chambre cylindrique interne (65).

5 De préférence encore, le au moins un orifice d'alimentation en liquide de côté (P) débouche dans la chambre cylindrique interne (65) et est dirigé vers et est essentiellement perpendiculaire à l'axe de symétrie (70) de la chambre cylindrique interne (65). De manière particulièrement préférable, le au moins un orifice d'alimentation en liquide de côté (P)

10 débouche dans la chambre cylindrique interne (65) et est dirigé vers et est perpendiculaire à l'axe de symétrie (70) de la chambre cylindrique interne (65).

[0042] 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 débouche dans la chambre cylindrique interne (65). De préférence encore, 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 débouchent dans la chambre cylindrique interne (65). De préférence, quand 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 débouchent dans la chambre cylindrique interne (65), les au moins deux orifices d'alimentation en liquide de côté (I) (80) sont disposés uniformément suivant une circonférence (67) de la chambre cylindrique interne (65). De préférence encore, quand 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 débouchent dans la chambre cylindrique interne (65), les au moins deux orifices d'alimentation en liquide de côté (I) (80) sont disposés uniformément suivant une circonférence (67) de la chambre cylindrique

15

20

25

30

interne (65) et sont à une même 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 (I) débouche dans la chambre cylindrique interne (65) par un orifice ayant un diamètre interne de 0,05
5 à 3 mm (de préférence, de 0,1 à 1 mm; de préférence encore, de 0,15 à 0,5 mm). De préférence, le au moins un orifice d'alimentation en liquide de côté (I) débouche dans la chambre cylindrique interne (65) par un orifice ayant un diamètre interne de 0,05 à 1 mm (de préférence, de 0,1 à 0,75 mm; de préférence encore, de 0,15 à 0,5 mm). De préférence, le
10 au moins un orifice d'alimentation en liquide de côté (I) débouche dans la chambre cylindrique interne (65) et est dirigé vers l'axe de symétrie (70) de la chambre cylindrique interne (65). De préférence encore, le au moins un orifice d'alimentation en liquide de côté (I) débouche dans la chambre cylindrique interne (65) et est dirigé vers et est
15 essentiellement perpendiculaire à l'axe de symétrie (70) de la chambre cylindrique interne (65). De manière particulièrement préférable, le au moins un orifice d'alimentation en liquide de côté (I) débouche dans la chambre cylindrique interne (65) et est dirigé vers et est perpendiculaire
à l'axe de symétrie (70) de la chambre cylindrique interne (65).
20 [0043] 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 débouche dans la chambre cylindrique interne (65) et au moins un orifice d'alimentation en liquide de côté (I) (80) qui débouche dans la chambre cylindrique interne (65);
25 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 la circonférence (67) de la chambre cylindrique interne (65). De préférence encore, 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 débouche dans la
30

chambre cylindrique interne (65) et au moins un orifice d'alimentation en liquide de côté (I) (80) qui débouche 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)

5 (80) sont disposés uniformément suivant une circonférence (67) de la chambre cylindrique interne (65) et sont à une même distance de l'extrémité fermée (62) de la chambre cylindrique interne (65).

[0044] De préférence, le dispositif de mélange axial (60) utilisé dans le procédé de la présente invention a au moins deux orifices 10 d'alimentation en liquide de côté (P) (75) qui débouchent dans la chambre cylindrique interne (65) et au moins deux orifices d'alimentation en liquide de côté (I) (80) qui débouchent dans la chambre cylindrique interne (65). De préférence, quand le dispositif de mélange axial (60) utilisé dans le procédé de la présente invention a au 15 moins deux orifices d'alimentation en liquide de côté (P) (75) qui débouchent dans la chambre cylindrique interne (65) et au moins deux orifices d'alimentation en liquide de côté (I) (80) qui débouchent dans la chambre cylindrique interne (65), les au moins deux orifices d'alimentation en liquide de côté (P) (75) sont disposés uniformément suivant la circonférence (67) de la chambre cylindrique interne (65) et les au moins deux orifices d'alimentation en liquide de côté (I) (80) sont 20 disposés uniformément suivant la circonférence (67) de la chambre cylindrique interne (65). De préférence, quand 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 débouchent dans la chambre cylindrique interne (65) et au moins deux orifices 25 d'alimentation en liquide de côté (I) (80) qui débouchent 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 la circonférence (67) de la chambre cylindrique interne

30

(65). De préférence encore, quand 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 débouchent dans la chambre cylindrique interne (65) et au moins deux orifices d'alimentation en liquide de côté (I) (80) qui débouchent 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 uniformément espacés suivant la circonférence (67) de la chambre cylindrique interne (65). De manière particulièrement préférable, quand 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 débouchent dans la chambre cylindrique interne (65) et au moins deux orifices d'alimentation en liquide de côté (I) (80) qui débouchent 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 uniformément espacés suivant la 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 même distance de l'extrémité fermée (62) de la chambre cylindrique interne (65).

[0045] 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 sous pression tangentiel (85) qui débouche dans la chambre cylindrique interne (65). De préférence encore, le dispositif de mélange axial (60) utilisé dans le procédé de la présente invention a au moins un orifice d'alimentation en gaz sous pression tangentiel (85) qui débouche dans la chambre cylindrique interne (65); où le au moins un orifice d'alimentation en gaz sous pression tangentiel (85) est disposé suivant la 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 préférence encore, le dispositif de mélange axial (60) utilisé dans le procédé de la présente invention a au moins deux orifices d'alimentation en gaz sous pression tangentiels (85) qui débouchent dans la chambre cylindrique interne (65); où les au moins deux orifices d'alimentation en gaz sous pression tangentiels (85) sont disposés suivant la circonférence de la chambre cylindrique interne (65) en aval du au moins un orifice d'alimentation en liquide de côté (P) (75) 5 et du au moins un orifice d'alimentation en liquide de côté (I) (80) depuis l'extrémité fermée (62). De préférence encore, le dispositif de mélange axial (60) utilisé dans le procédé de la présente invention a au moins deux orifices d'alimentation en gaz sous pression tangentiels (85) qui débouchent dans la chambre cylindrique interne (65); où les au moins deux orifices d'alimentation en gaz sous pression tangentiels (85) sont disposés suivant la circonférence de la chambre cylindrique interne (65) 10 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 préférence encore, le dispositif de mélange axial (60) utilisé dans le procédé de la présente invention a au moins deux orifices d'alimentation en gaz sous pression tangentiels (85) qui débouchent dans la chambre cylindrique interne (65); où les au moins deux orifices d'alimentation en gaz sous pression tangentiels (85) sont disposés suivant la circonférence de la chambre cylindrique interne (65) 15 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 sous pression tangentiels (85) sont disposés uniformément suivant une circonférence (67) de la chambre cylindrique 20 interne (65). De manière particulièrement préférable, le dispositif de mélange axial (60) utilisé dans le procédé de la présente invention a au moins deux orifices d'alimentation en gaz sous pression tangentiels (85) qui débouchent dans la chambre cylindrique interne (65); où les au moins deux orifices d'alimentation en gaz sous pression tangentiels (85) sont disposés suivant la circonférence de la chambre cylindrique interne (65) 25 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 30

d'alimentation en gaz sous pression tangentiels (85) sont disposés uniformément suivant une circonférence (67) de la chambre cylindrique interne (65) et sont à une même distance de l'extrémité fermée (62) de la chambre cylindrique interne (65). De préférence, le au moins un orifice d'alimentation en gaz sous pression tangentiel débouche dans la 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 préférence encore, de 0,5 à 2 mm). De préférence, le au moins un orifice d'alimentation en gaz sous pression tangentiel débouche dans la chambre cylindrique interne (65) et est dirigé tangentiallement suivant une circonférence interne de la chambre cylindrique interne (65). De préférence encore, le au moins un orifice d'alimentation en gaz sous pression tangentiel débouche dans la chambre cylindrique interne (65) et est dirigé tangentiallement suivant une circonférence interne de la chambre cylindrique interne et dans un plan qui est essentiellement perpendiculaire à l'axe de symétrie (70) de la chambre cylindrique interne (65). De manière particulièrement préférable, le au moins un orifice d'alimentation en gaz sous pression tangentiel débouche dans la chambre cylindrique interne (65) et est dirigé tangentiallement suivant une circonférence interne de la chambre cylindrique interne et dans un plan qui est perpendiculaire à l'axe de symétrie (70) de la chambre cylindrique interne (65).

[0046] De préférence, dans le procédé de la présente invention, le composant liquide de côté poly (P) comprend au moins une substance parmi un polyol de côté (P), un composé amino de côté (P) comme agents de durcissement ou d'allongement de chaîne, les composés ayant des groupes fonctionnels amino et des groupes fonctionnels hydroxyle sont inclus aussi.

[0047] De préférence, le polyol de côté (P) est choisi dans le groupe consistant en les diols, les triols, les polyols multifonctionnels, leurs

copolymères et leurs mélanges. De préférence encore, le polyol de côté (P) est choisi dans le groupe consistant en les polyéther polyols (par exemple poly(oxytétraméthylène)glycol, poly(oxypropylène)glycol et leurs mélanges); les polycarbonate polyols; les polyester polyols; leurs mélanges; et leurs mélanges avec un ou plusieurs polyols de faible masse moléculaire choisis dans le groupe consistant en l'éthylèneglycol; le 1,2-propylèneglycol; le 1,3-propylèneglycol; le 1,2-butanediol; le 1,3-butanediol; le 2-méthyl-1,3-propanediol; le 1,4-butanediol; le néopentylglycol; le 1,5-pantanediol; le 3-méthyl-1,5-pantanediol; le 1,6-hexanediol; le diéthylèneglycol; le dipropylèneglycol; et le tripropylèneglycol. De préférence encore, le au moins un polyol de côté (P) est choisi dans le groupe consistant en le polytétraméthylène éther glycol (PTMEG); les polyols à base d'esters (comme le poly(éthylène adipate), les poly(butylène adipate) polyols); les polypropylène éther glycols (PPG); les polycaprolactone polyols; les polycarbonate polyols, leurs copolymères; et leurs mélanges.

[0048] 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) inclut un polyol de haute masse moléculaire ayant une masse moléculaire moyenne en nombre, M_N , de 2500 à 100000. De préférence encore, le polyol de haute masse moléculaire utilisé a une masse moléculaire moyenne en nombre, M_N , de 5000 à 50000 (de préférence encore de 7500 à 25000; de manière particulièrement préférable de 10000 à 12000).

[0049] 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) inclut un polyol de haute masse moléculaire ayant une moyenne de trois à dix groupes hydroxyle par molécule. De préférence encore, le polyol de haute masse moléculaire utilisé a une moyenne de quatre à huit (de préférence

encore de cinq à sept; de manière particulièrement préférable six) groupes hydroxyle par molécule.

[0050] Les exemples de polyols de haute masse moléculaire disponibles dans le commerce incluent les polyols Specflex®, les polyols 5 Voranol® et les polyols Voralux® (disponibles auprès de The Dow Chemical Company); les polyols de spécialité Multranol® et les polyols flexibles Ultracel® (disponibles auprès de Bayer MaterialScience LLC); et les polyols Pluracol® (disponibles auprès de BASF). Un certain nombre de polyols de haute masse moléculaire préférés sont présentés dans le 10 tableau 1.

TABLEAU 1

Polyol de haute masse moléculaire	Nombre de groupes OH par molécule	M_N	Indice d'hydroxyle (mg de KOH/g)
Polyol Multranol® 3901	3,0	6000	28
Polyol Pluracol® 1385	3,0	3200	50
Polyol Pluracol® 380	3,0	6500	25
Polyol Pluracol® 1123	3,0	7000	24
Polyol ULTRACEL® 3000	4,0	7500	30
Polyol SPECFLEX® NC630	4,2	7602	31
Polyol SPECFLEX® NC632	4,7	8225	32
Polyol VORALUX® HF 505	6,0	11400	30
Polyol MULTRANOL® 9185	6,0	3366	100
Polyol VORANOL® 4053	6,9	12420	31

[0051] De préférence, le composé amino de côté (P) est choisi dans le groupe consistant en les diamines et autres amines multifonctionnelles. De préférence encore, le composé amino de côté (P) est choisi dans le groupe consistant en les diamines aromatiques et autres amines aromatiques multifonctionnelles; comme, par exemple, la 4,4'-méthylène-bis-o-chloroaniline ("MbOCA"); la 4,4'-méthylène-bis-(3-chloro-2,6-diéthylaniline) ("MCDEA"); la diméthylthiotoluènediamine; 5 le triméthylèneglycol di-p-aminobenzoate; le polytétraméthylèneoxyde di-p-aminobenzoate; le polytétraméthylèneoxyde mono-p-aminobenzoate; le polypropylèneoxyde di-p-aminobenzoate; le polypropylèneoxyde mono-p-aminobenzoate; le 1,2-bis(2-aminophénylthio)éthane; la 4,4'-méthylène-bis-aniline; la diéthyltoluènediamine; la 10 5-tert-butyl-2,4-toluènediamine; la 3-tert-butyl-2,6-toluènediamine; la 15

5-tert-amyl-2,4-toluènediamine; la 3-tert-amyl-2,6-toluènediamine et la chlorotoluènediamine.

[0052] Dans de nombreux cas, les composés contenant des groupes amino et des groupes hydroxyle peuvent être utiles pour conférer aux tampons de polissage mécano-chimique des propriétés uniques. De préférence, l'aminoalcool de côté (P) est choisi dans le groupe consistant en les polyols à initiateur amine. De préférence encore, l'aminoalcool de côté (P) est choisi dans le groupe consistant en les polyols à initiateur amine contenant un à quatre (de préférence encore, deux à quatre; de manière particulièrement préférable, deux) atomes d'azote par molécule. De préférence, l'aminoalcool de côté (P) est choisi dans le groupe consistant en les polyols à initiateur amine qui ont une moyenne d'au moins trois groupes hydroxyle par molécule. De préférence encore, l'aminoalcool de côté (P) est choisi dans le groupe consistant en les polyols à initiateur amine qui ont une moyenne de trois à six (de préférence encore, trois à cinq; de manière particulièrement préférable, quatre) groupes hydroxyle par molécule. Les polyols à initiateur amine particulièrement préférés ont une masse moléculaire moyenne en nombre, M_N , ≤ 700 (de préférence, de 150 à 650; de préférence encore, de 200 à 500; de manière particulièrement préférable de 250 à 300) et ont un indice d'hydroxyle (tel qu'il est déterminé par ASTM Test Method D4274-11) de 350 à 1200 mg de KOH/g. De préférence encore, le polyol à initiateur amine utilisé a un indice d'hydroxyle de 400 à 1000 mg de KOH/g (de manière particulièrement préférable 600 à 850 mg de KOH/g). Les exemples de polyols à initiateur amine disponibles dans le commerce incluent la famille Voranol® de polyols à initiateur amine (disponibles auprès de The Dow Chemical Company); les polyols de spécialité Quadrol® (*N,N,N',N'-tétrakis(2-hydroxypropyléthylènediamine)*) (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 MaterialScience LLC); la triisopropanolamine (TIPA) (disponible auprès de The Dow Chemical Company); l'éthanolamine, la diéthanolamine, la diisopropanolamine, et la triéthanolamine (TEA) (disponibles auprès de Mallinckrodt Baker Inc.).
- 5 Un certain nombre de polyols à initiateur amine préférés sont présentés dans le tableau 2.

TABLEAU 2

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

- 10 [0053] De préférence, dans le procédé de la présente invention, le composant liquide de côté poly (P) est introduit dans la chambre

cylindrique interne (65) par le au moins un orifice d'alimentation en liquide de côté (P) (75) à une pression de charge côté (P) de 6895 à 27600 kPa. De préférence encore, le composant liquide de côté poly (P) est introduit dans la chambre cylindrique interne (65) par le au moins un orifice d'alimentation en liquide de côté (P) (75) à une pression de charge côté (P) de 8000 à 20000 kPa. De manière particulièrement préférable, le composant liquide de côté poly (P) est introduit dans la chambre cylindrique interne (65) par le au moins un orifice d'alimentation en liquide de côté (P) (75) à une pression de charge côté (P) de 10000 à 17000 kPa.

10 [0054] De préférence, dans le procédé de la présente invention, le composant liquide de côté iso (I) comprend au moins un isocyanate multifonctionnel. De préférence, le au moins un isocyanate multifonctionnel contient deux groupes isocyanate (c'est à dire NCO) réactifs.

15 [0055] De préférence, le au moins un isocyanate multifonctionnel est choisi dans le groupe consistant en un isocyanate multifonctionnel aliphatique, un isocyanate multifonctionnel aromatique et un mélange de ceux-ci. De préférence encore, l'isocyanate multifonctionnel est un diisocyanate choisi dans le groupe consistant en le 2,4-toluène diisocyanate; le 2,6-toluène diisocyanate; le 4,4'-diphényleméthane diisocyanate; le naphtalène-1,5-diisocyanate; le tolidine diisocyanate; le para-phénylène diisocyanate; le xylylène diisocyanate; l'isophorone diisocyanate; l'hexaméthylène diisocyanate; le 4,4'-dicyclohexylméthane diisocyanate; le cyclohexanediisocyanate; et leurs mélanges. De préférence encore, le au moins un isocyanate multifonctionnel est un prépolymère d'uréthane à terminaison isocyanate formé par la réaction d'un diisocyanate avec un polyol prépolymère.

20 [0056] De préférence, le au moins un isocyanate multifonctionnel 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 (NCO) n'ayant pas réagi. De préférence encore, le prépolymère d'uréthane à terminaison isocyanate utilisé dans le procédé de la présente invention a 2 à 10 % en poids (de préférence encore 4 à 5 8 % en poids; de manière particulièrement préférable 5 à 7 % en poids) de groupes isocyanate (NCO) n'ayant pas réagi.

[0057] De préférence, le prépolymère d'uréthane à terminaison isocyanate utilisé est le produit de la réaction d'un diisocyanate avec un polyol prépolymère; où le polyol prépolymère est choisi dans le groupe 10 consistant en les diols, les triols, les polyols, les polyol diols, leurs copolymères et leurs mélanges. De préférence encore, le polyol prépolymère est choisi dans le groupe consistant en les polyéther polyols (par exemple poly(oxytétraméthylène)glycol, poly(oxypropylène)glycol et leurs mélanges); les polycarbonate polyols; les polyester polyols; les 15 polycaprolactone polyols; leurs mélanges; et leurs mélanges avec un ou plusieurs polyols de faible masse moléculaire choisis dans le groupe consistant en l'éthylèneglycol; le 1,2-propylèneglycol; le 1,3-propylène-glycol; le 1,2-butanediol; le 1,3-butanediol; le 2-méthyl-1,3-propanediol; le 1,4-butanediol; le néopentylglycol; le 1,5-pantanediol; le 20 3-méthyl-1,5-pantanediol; le 1,6-hexanediol; le diéthylèneglycol; le dipropylèneglycol; et le tripropylèneglycol. De préférence encore, le polyol prépolymère est choisi dans le groupe consistant en le polytétraméthylène éther glycol (PTMEG); les polyols à base d'esters (comme le poly(éthylène adipate), les poly(butylène adipate) polyols; les 25 polypropylène éther glycols (PPG); les polyéthylène éther glycols, les polycaprolactone polyols; leurs copolymères; et leurs mélanges. De manière particulièrement préférable, le polyol prépolymère est choisi dans le groupe consistant en le PTMEG et les PPG.

[0058] De préférence, quand le polyol prépolymère est le PTMEG, le prépolymère d'uréthane à terminaison isocyanate a une concentration en 30

- isocyanate (NCO) n'ayant pas réagi de 2 à 10 % en poids (de préférence encore de 4 à 8 % en poids; de manière particulièrement préférable de 6 à 7 % en poids). Les exemples de prépolymères d'uréthane à terminaison isocyanate à base de PTMEG disponibles dans le commerce incluent les prépolymères Imuthane® (disponibles auprès de COIM USA, Inc., comme PET-80A, PET-85A, PET-90A, PET-93A, PET-95A, PET-60D, PET-70D, PET-75D); les prépolymères Adiprene® (disponibles auprès de Chemtura, comme 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 de Anderson Development Company, comme 70APLF, 80APLF, 85APLF, 90APLF, 95APLF, 60DPLF, 70APLF, 75APLF).
- [0059]** De préférence, quand le polyol prépolymère est un PPG, le prépolymère d'uréthane à terminaison isocyanate a une concentration en isocyanate (NCO) n'ayant pas réagi de 3 à 9 % en poids (de préférence encore de 4 à 8 % en poids, de manière particulièrement préférable de 5 à 6 % en poids). Les exemples de prépolymères d'uréthane à terminaison isocyanate à base de PPG disponibles dans le commerce incluent les prépolymères Imuthane® (disponibles auprès de COIM USA, Inc., comme PPT-80A, PPT-90A, PPT-95A, PPT-65D, PPT-75D); les prépolymères Adiprene® (disponibles auprès de Chemtura, comme LFG 963A, LFG 964A, LFG 740D); et les prépolymères Andur® (disponibles auprès de Anderson Development Company, comme 8000APLF, 9500APLF, 6500DPLF, 7501DPLF).
- [0060]** 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.

[0061] Des prépolymères d'uréthane à terminaison isocyanate non à base de TDI peuvent aussi être utilisés dans le procédé de la présente invention. Par exemple, les prépolymères d'uréthane à terminaison isocyanate incluant ceux formés par la réaction du 4,4'-diphénylméthane diisocyanate (MDI) et de polyols comme le polytétraméthylèneglycol (PTMEG) avec des diols facultatifs comme le 1,4-butanediol (BDO) sont acceptables. Quand de tels prépolymères d'uréthane à terminaison isocyanate sont utilisés, la concentration en isocyanate (NCO) n'ayant pas réagi est de préférence de 4 à 10 % en poids (de préférence encore de 4 à 8 % en poids, de manière particulièrement préférable de 5 à 7 % en poids). Les exemples de prépolymères d'uréthane à terminaison isocyanate disponibles dans le commerce dans cette catégorie incluent les prépolymères Imuthane® (disponibles auprès de COIM USA, Inc. comme 27-85A, 27-90A, 27-95A); les prépolymères Andur® (disponibles auprès de Anderson Development Company, comme IE75AP, IE80AP, IE 85AP, IE90AP, IE95AP, IE98AP); les prépolymères Vibrathane® (disponibles auprès de Chemtura, comme B625, B635, B821); les prépolymères modifiés Isonate® (disponibles auprès de The Dow Chemical Company, comme Isonate® 240 avec 18,7% de NCO, Isonate® 181 avec 23% de NCO, Isonate® de 143L avec 29,2% de NCO); et les MDI polymériques (disponibles auprès de The Dow Chemical Company, comme PAPI® 20, 27, 94, 95, 580N, 901).

[0062] 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 6895 à 27600 kPa. De préférence encore, 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 8000 à 20000 kPa. De manière particulièrement

préférable, 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 10000 à 17000 kPa.

5 **[0063]** De préférence, dans le procédé de la présente invention, au moins un composant parmi le composant liquide de côté poly (P) et le composant liquide de côté iso (I) peut éventuellement contenir des substances liquides supplémentaires. Par exemple, au moins un composant parmi le composant liquide de côté poly (P) et le composant 10 liquide de côté iso (I) peut contenir des substances liquides choisies dans le groupe consistant en les agents moussants (par exemple agents moussants de type carbamate comme le produit d'addition CO₂/amine aliphatique Specflex™ NR 556 disponible auprès de The Dow Chemical Company); un catalyseur (par exemple catalyseurs de type amines 15 tertiaires comme le catalyseur Dabco® 33LV disponible auprès de Air Products, Inc.); et des tensioactifs (par exemple tensioactif siloxane-polyéther Niax de Momentive; et tensioactif silicone Tegostab® de Evonik). De préférence, dans le procédé de la présente invention, le composant liquide de côté iso (I) contient une substance liquide supplémentaire. De préférence encore, dans le procédé de la présente 20 invention, le composant liquide de côté iso (I) contient une substance liquide supplémentaire; où la substance liquide supplémentaire est au moins une substance parmi un catalyseur et un tensioactif. De manière particulièrement préférable, dans le procédé de la présente invention, le 25 composant liquide de côté iso (I) contient un catalyseur et un tensioactif non ionique et le liquide de côté poly (P) contient un tensioactif ionique. Le tensioactif non ionique augmente la taille des pores; et il améliore la distribution des pores en disséminant la croissance des pores. Le tensioactif ionique limite la croissance des pores pour le réglage de la 30 porosité. La mise en équilibre des niveaux de tensioactifs non ionique et

ionique permet de régler la taille des pores et les structures des pores dans les tampons de polissage mécano-chimique.

[0064] De préférence, le tensioactif non ionique est au moins un tensioactif choisi parmi les polyoxyéthylèneglycol alkyléthers, les 5 polyoxypropylèneglycol alkyléthers, les polyoxyéthylèneglycol octylphénol-éthers; les polyoxyéthylèneglycol alkylphénoléthers; les alkylesters de polyoxyéthylèneglycol sorbitan; les copolymères séquencés de polyéthylèneglycol et de polypropylèneglycol; les glucoside alkyléthers; les alkylesters de glycérol ; les copolymères 10 siloxane-polyéther. De manière particulièrement préférable, le tensioactif non ionique est un tensioactif siloxane-polyéther. De préférence le tensioactif siloxane-polyéther est Dabco DC192, Dabco DC 193, Dabco DC_2525; Dabco DC 2584; Dabco DC 3042; Dabco DC 5098; Dabco DC 5105; Dabco DC 5987 de Air Product; Tegostab B8155; Tegostab B8245; 15 Tegostab B8239; Tegostab B8244 de Evonik; Niax L-580; Niax L-5345; Niax L-6915; Niax L-6638; Niax L-6895 de Momentive.

[0065] Le tensioactif ionique peut être anionique ou cationique. Des exemples préférables de tensioactifs anioniques incluent au moins 20 un tensioactif choisi parmi les suivants: laurylsulfate de sodium; dioctylsulfosuccinate de sodium; perfluorooctanesulfonate; perfluorobutanesulfonate et les alkylbenzènesulfonates linéaires. Les tensioactifs cationiques préférables incluent au moins un tensioactif choisi parmi les suivants: bromure de cétyltriméthylammonium; bromure d'hexadécyltriméthylammonium; chlorure de cétyltriméthylammonium; chlorure de cétylpyridinium; chlorure de benzalkonium ; chlorure de benzéthonium; chlorure de diméthyldioctadécylammonium; bromure de dioctadécyldiméthylammonium. De manière particulièrement préférable, le tensioactif cationique est Maquat MC 5815; Maquat MC 1416; Maquat MC 25 1412; Maquat MQ 624M; Maquat PQ 230, et Maquat® SL-5 de Pilot 30 Chemical.

[0066] Le procédé applique des gouttelettes d'un polymère liquide contre un substrat pour former une pluralité de pores dans le polymère liquide. Le polymère liquide contient un tensioactif non ionique ayant une concentration suffisante pour faciliter la croissance de pores dans le polymère liquide. De manière particulièrement préférable, il relie les pores adjacents pour former un réseau de pores reliés entre eux dans le polymère liquide. De préférence, le tensioactif non ionique a une concentration de 0,01 à 10 pourcent en poids. De manière particulièrement préférable, le tensioactif non ionique a une concentration de 0,05 à 5 pourcent en poids. Le tensioactif ionique a une concentration suffisante pour limiter la croissance des pores dans le polymère liquide. De préférence, le tensioactif ionique a une concentration de 0,01 à 10 pourcent en poids. De manière particulièrement préférable, le tensioactif ionique a une concentration de 0,05 à 5 pourcent en poids. De manière particulièrement préférable le tensioactif ionique est cationique.

[0067] Les gouttelettes de polymère liquide se solidifient contre la surface en un substrat solide contenant une pluralité de pores. De préférence, les gouttelettes frappent un moule pour former un motif de rainures dans le tampon de polissage. Ensuite la répétition de l'application de gouttelettes et de la solidification des gouttelettes de polymère liquide de multiples fois forme de multiple couches pour augmenter l'épaisseur d'un polymère solide poreux. Puis le durcissement du polymère solide poreux forme un tampon de polissage dont la taille finale de la pluralité de pores est réglée par la concentration de tensioactif non ionique et de tensioactif ionique. De préférence, le tampon de polissage a une masse volumique de 0,3 à 0,9 g/cm³. De manière particulièrement préférable, le tampon de polissage a une masse volumique de 0,3 à 0,7 g/cm³.

[0068] De préférence le procédé inclut l'étape supplémentaire de réduction de la quantité de tensioactif cationique pour augmenter la taille des pores pour appliquer et former un sous-tampon directement sur le tampon de polissage. Ensuite le durcissement du tampon de polissage et du sous-tampon dans une étape simultanée forme le produit final. De préférence, le tampon et le sous-tampon incluent le même polymère, mais des volumes poreux différents.

[0069] De préférence, dans le procédé de la présente invention, le gaz sous pression utilisé est choisi dans le groupe consistant en le dioxyde de carbone, l'azote, l'air et l'argon. De préférence encore, le gaz sous pression utilisé est choisi dans le groupe consistant en le dioxyde de carbone, l'azote et l'air. De préférence encore, le gaz sous pression utilisé est choisi dans le groupe consistant en l'azote et l'air. De manière particulièrement préférable, le gaz sous pression utilisé est l'air.

[0070] De préférence, dans le procédé de la présente invention, le gaz sous pression utilisé a une teneur en eau ≤ 10 ppm. De préférence encore, le gaz sous pression utilisé a une teneur en eau ≤ 1 ppm. De préférence encore, le gaz sous pression utilisé a une teneur en eau $\leq 0,1$ ppm. De manière particulièrement préférable, le gaz sous pression utilisé a une teneur en eau $\leq 0,01$ ppm.

[0071] De préférence, dans le procédé de la présente invention, le gaz sous pression est introduit dans la chambre cylindrique interne (65) par les au moins deux orifices d'alimentation en gaz sous pression tangentiels (85) avec une vitesse d'entrée, où la vitesse d'entrée est 90 à 600 m/s calculée sur la base de conditions d'un gaz idéal à 20°C et une pression de 10^5 Pa (1 atm). Sans souhaiter être lié par une théorie, il est noté que quand la vitesse d'entrée est trop faible, la couche de polissage déposée dans le moule a une plus grande probabilité de développer des fissures indésirables.

[0072] De préférence, dans le procédé de la présente invention, le gaz sous pression est introduit dans la chambre cylindrique interne (65) par les au moins deux orifices d'alimentation en gaz sous pression tangentiels (85) avec une pression d'apport de 150 à 1500 kPa. De préférence encore, le gaz sous pression est introduit dans la chambre cylindrique interne (65) par les au moins deux orifices d'alimentation en gaz sous pression tangentiels (85) avec une pression d'apport de 350 à 1000 kPa. De manière particulièrement préférable, le gaz sous pression est introduit dans la chambre cylindrique interne (65) par les au moins deux orifices d'alimentation en gaz sous pression tangentiels (85) avec une pression d'apport de 550 à 830 kPa.

[0073] De préférence, le procédé de formation d'une couche de polissage de tampon de polissage mécano-chimique de la présente invention comprend: la fourniture d'un composant liquide de côté poly (P) et d'un composant liquide de côté iso (I); où le composant liquide de côté poly (P) et le composant liquide de côté iso (I) sont fournis à un rapport stœchiométrique des groupes à hydrogène réactif (c'est à dire la somme des groupes amine (NH_2) et des groupes hydroxyle (OH)) dans les composants du composant liquide de côté poly (P) aux groupes isocyanate (NCO) n'ayant pas réagi dans le composant liquide de côté iso (I) de 0,85 à 1,15 (de préférence encore de 0,90 à 1,10; de manière particulièrement préférable de 0,95 à 1,05).

[0074] De préférence, dans le procédé de la présente invention, le 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 6 à 500 g/s (de préférence, 6 à 250 g/s; de préférence encore, 6 à 100 g/s; de manière particulièrement préférable, 6 à 25 g/s).

[0075] De préférence, dans le procédé de la présente invention, 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 préférence encore, la combinaison est évacuée depuis l'ouverture (69) à l'extrémité ouverte (68) du dispositif de mélange axial (60) avec une vitesse ayant une composante z dans une direction 5 parallèle à l'axe z (Z) en direction de la base (12) du moule (10) de 10 à 300 m/s.

[0076] De préférence, dans le procédé de la présente invention, la combinaison est évacuée depuis l'extrémité ouverte (68) du dispositif de mélange axial (60) à une distance, **D**, suivant la dimension z de la 10 surface inférieure (92) de la couche de polissage de tampon de polissage mécano-chimique (90) formée dans le moule (10). De préférence encore, la combinaison est évacuée depuis l'extrémité ouverte (68) du dispositif de mélange axial (60) à une distance, **D**, suivant la dimension z de la surface inférieure (92) de la couche de polissage de tampon de 15 polissage mécano-chimique (90) formée dans le moule (10); où la distance moyenne, **D_{moy}**, est 2,5 à 125 cm (de préférence encore, 7,5 à 75 cm; de manière particulièrement préférable, 12,5 à 50 cm).

[0077] De préférence, dans le procédé de la présente invention, la combinaison formée dans le dispositif de mélange axial a un temps de 20 gel de 5 à 900 secondes. De préférence encore, la combinaison formée dans le dispositif de mélange axial a un temps de gel de 10 à 600 secondes. De manière particulièrement préférable, la combinaison formée dans le dispositif de mélange axial a un temps de gel de 15 à 120 secondes.

[0078] De préférence, la couche de polissage de tampon de polissage mécano-chimique préparée au moyen du procédé de la 25 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 au moyen du procédé de la 30

présente invention est amenée à former une interface avec un sous-tampon compressible (non représenté); où le sous-tampon compressible est amené à former une interface avec la couche de polissage (90) au moyen d'un adhésif d'empilement; où l'adhésif d'empilement est disposé entre la surface inférieure (92) de la couche de polissage (90) et le sous-tampon compressible. Le sous-tampon améliore de préférence l'adaptation 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 consistant en les adhésifs sensibles à la pression, les adhésifs thermofusibles réactifs, les adhésifs par contact et leurs combinaisons. De préférence encore, l'adhésif d'empilement utilisé est choisi dans le groupe consistant en les adhésifs thermofusibles réactifs et les adhésifs sensibles à la pression. De manière particulièrement préférable, l'adhésif d'empilement utilisé est un adhésif thermofusible réactif.

[0079] De préférence, la couche de polissage de tampon de polissage mécano-chimique préparée au moyen du procédé de la présente invention est incorporée dans un tampon de polissage mécano-chimique, où le tampon de polissage mécano-chimique est adapté pour former une interface avec le plateau d'une machine de polissage. De préférence, le tampon de polissage mécano-chimique est adapté pour former une interface avec le plateau à l'aide d'au moins un moyen choisi parmi le vide et un adhésif de plateau sensible à la pression.

[0080] De préférence, la couche de polissage de tampon de polissage mécano-chimique préparée au moyen du procédé de la présente invention est adaptée pour polir un substrat; où le substrat est au moins un substrat parmi un substrat magnétique, un substrat optique et un substrat semi-conducteur. De préférence encore, la couche de polissage de tampon de polissage mécano-chimique préparée au moyen du procédé de la présente invention est adaptée pour polir un substrat;

où le substrat est un substrat semi-conducteur. De manière particulièrement préférable, la couche de polissage de tampon de polissage mécano-chimique préparée au moyen du procédé de la présente invention est adaptée pour polir un substrat; où le substrat est
5 une galette semi-conductrice.

[0081] De préférence, dans le procédé de la présente invention, la couche de polissage de tampon de polissage mécano-chimique obtenue à partir du gâteau a une surface de polissage avec un motif de rainures (100) formé dans la surface de polissage (95). De préférence, le motif de rainures comprend un ou plusieurs rainures disposées sur la surface de polissage de sorte que, lors de la rotation de la couche de polissage de tampon de polissage mécano-chimique pendant le polissage, la une ou plusieurs rainures balaiennent la surface du substrat en cours de polissage. De préférence, la une ou plusieurs rainures consistent en rainures incurvées, rainures linéaires et leurs combinaisons.
10
15

[0082] De préférence, le motif de rainures comprend une pluralité de rainures. De préférence encore, le motif de rainures est choisi dans une configuration de rainures. De préférence, la configuration de rainures est choisie dans le groupe consistant en les rainures concentriques (qui peuvent être circulaires ou en spirale), les rainures radiales, les rainures incurvées, les rainures croisées (par exemple disposées sous forme d'une grille X-Y sur la surface du tampon), d'autres configurations régulières (par exemple hexagones, triangles), les motifs de type bande de roulement de pneumatique, les configurations irrégulières (par exemple motifs de fractales), et leurs combinaisons. De préférence encore, la configuration de rainures est choisie dans le groupe consistant en les rainures aléatoires, les rainures concentriques, les rainures radiales, les rainures en spirale, les rainures croisées, les rainures en grille X-Y, les rainures hexagonales, les rainures triangulaires,
20
25
30 les rainures de type fractales et leurs combinaisons. De manière

particulièrement préférable, la surface de polissage a un motif combiné de rainures radiales et de rainures circulaires formé dans celle-ci. Le profil des rainures est de préférence choisi parmi les profils rectangulaires avec des parois latérales rectilignes, ou bien la section droite des rainures peut être en forme de "V", en forme de "U", en dents de scie, et leurs combinaisons.

5 [0083] De préférence, le motif de rainures (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 sont des rainures incurvées (120). (Voir la figure 10 6).

[0084] De préférence, le motif de rainures (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 15 la pluralité de rainures sont des rainures circulaires concentriques (130). (Voir les figures 7-8).

[0085] De préférence, le motif de rainures (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 20 la pluralité de rainures sont des rainures X-Y linéaires (140). (Voir la figure 9).

[0086] De préférence, le motif de rainures (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 25 la pluralité de rainures comprend des rainures circulaires concentriques (130) et des rainures X-Y linéaires (140). (Voir la figure 10).

[0087] De préférence, la couche de polissage de tampon de polissage mécano-chimique (90) préparée au moyen du procédé de la présente invention a une épaisseur moyenne, T_{P-moy} , de 0,51 à 3,81 mm 30 (20 à 150 mils). De préférence encore la couche de polissage de tampon

de polissage mécano-chimique (**90**) préparée au moyen du procédé de la présente invention a une épaisseur moyenne, $T_{P\text{-}moy}$, de 0,76 à 3,17 mm (30 à 125 mils) (de préférence encore de 1,00 à 3,05 mm (40 à 120 mils); de manière particulièrement préférable de 1,27 à 2,54 mm (50 à 100 mils). (Voir la figure 5).

Exemples

Exemple 1 (Grande concentration de tensioactif cationique)

[0088] Dans une ligne de procédé à deux composants, le réservoir A (côté iso) contenait 98,04 parties en poids d'isocyanate Isonate™ 181 prépolymère de diphenylméthane diisocyanate (MDI) (45 à 55 % en poids de copolymère de diphenylméthane diisocyanate, dipropylèneglycol, tripropylèneglycol et 45 à 55 % en poids d'isomère 4,4'-diphenylméthane diisocyanate). De plus, le réservoir A contenait un complément de 1,96 parties en poids de tensioactif Niax L5345 tensioactif de type silicone non ionique. Le tensioactif contenait un copolymère de polyalkylèneoxyde méthylsiloxane; et le copolymère avait 30 à 50 % en poids de poly(oxyde d'alkylène) et 0,1 à 1 % en poids d'octaméthylcyclotérasiloxane. Les substances ont été agitées et chauffées à 48,9°C (120 °F).

[0089] Dans le réservoir B (côté poly), 13,95 parties en poids d'agent de durcissement de type amine Ethacure 300 (80 % en poids de 4-méthyl-2,6-bis(méthylthio)-1,3-benzènediamine et 20 % en poids de 2-méthyl-4,6-bis(méthylthio)-1,3-benzènediamine) ont été mélangées avec 81,77 parties en poids de polyéther PolyTHF 650 (masse moléculaire moyenne en nombre 650) (≥99,5 % en poids). De plus, le réservoir B contenait 1,95 parties en poids de tensioactif Dabco 5103 (polyéther au siloxane—polymère greffé éthoxylé de 35 % en poids de siloxane et 65 % en poids d'oxyde d'éthylène avec une coiffe terminale hydroxyle); 1,95 parties en poids de tensioactif cationique Maquat SL-5

38-42 % en poids de chlorure de (poly(oxy-1,2-éthanediyl) α,α' -[(9Z,12Z)-(2,3-dihydroxy-propyl)-9,12-octadécadién-1-yliminodi-2,1-éthanediyl]bis[ω -hydroxy-] () et le complément d'eau) et 0,39 parties en poids de catalyseur Dabco 33LV (dipropylèneglycol 67 % en poids et triéthylènediamine (TEDA) 33 % en poids).

[0090] Les substances ont été agitées et chauffées à 48,9°C (120°F). Le rapport des débits sortants du réservoir A et du réservoir B était 0,99. La pression d'air pour le polymère liquide était 758 kPa (110 psi). La feuille provenant du procédé a été durcie à la température ambiante pendant 2 minutes, puis durcie à 100 °C pendant 16 heures. Les tampons obtenus avaient une masse volumique de 0,48 g/cm³ et une dureté Shore D de 36,5. En se référant à la figure 12, les images au MEB montraient qu'il y avait de grandes quantités de pores reliés entre eux et de pores fermés. Les pores avaient une distribution uniforme, la majorité de ces pores ayant une forme ovale.

Exemple 2 (faible concentration de tensioactif cationique)

[0091] Dans une ligne de procédé à deux composants, le réservoir A (côté iso) contenait 98,04 parties en poids d'isocyanate Isonate™ 181 prépolymère de diphenylméthane diisocyanate (MDI) (45 à 55 % en poids de copolymère de diphenylméthane diisocyanate, dipropylèneglycol, tripropylèneglycol et 45 à 55 % en poids d'isomère 4,4'-diphenylméthane diisocyanate). De plus, le réservoir A contenait un complément de 1,96 parties en poids de tensioactif Niax L5345 tensioactif de type silicone non ionique. Le tensioactif contenait un copolymère de polyalkylèneoxyde méthylsiloxane; et le copolymère avait 30 à 50 % en poids de poly(oxyde d'alkylène) et 0,1 à 1 % en poids d'octaméthylcyclotérasiloxane. Les substances ont été agitées et chauffées à 48,9°C (120 °F).

[0092] Dans le réservoir B (côté poly), 16,43 parties en poids d'agent de durcissement de type amine Ethacure 300 (80 % en poids de 4-méthyl-2,6-bis(méthylthio)-1,3-benzènediamine et 20 % en poids de 2-méthyl-4,6-bis(méthylthio)-1,3-benzènediamine) ont été mélangées avec 5 80,78 parties en poids de polyéther PolyTHF 650 ($\geq 99,5\%$ en poids). De plus, le réservoir B contenait un complément de 1,95 parties en poids de tensioactif Dabco 5103 (polyéther au siloxane—polymère greffé éthoxylé de 35 % en poids de siloxane et 65 % en poids d'oxyde d'éthylène avec une coiffe terminale hydroxyle); 0,48 parties en poids de 10 tensioactif cationique Maquat SL-5 38-42 % en poids de chlorure de (poly(oxy-1,2-éthanediyl) $\alpha,\alpha'-(9Z,12Z)-(2,3\text{-dihydroxypropyl})$ -9,12-octadécadién-1-yliminodi-2,1-éthanediyl]bis[ω -hydroxy-] () et le complément d'eau) et 0,37 parties en poids de catalyseur Dabco 33LV 15 (dipropylèneglycol 67 % en poids et triéthylènediamine (TEDA) 33 % en poids).

[0093] Les substances ont été agitées et chauffées à 48,9°C (120 °F). Le rapport des débits sortants en volume du réservoir A et du réservoir B était 0,84. La pression d'air pour le polymère liquide était 758 kPa (110 psi). La feuille provenant du procédé a été durcie à la température ambiante pendant 2 minutes, puis durcie à 100 °C pendant 20 16 heures. Les tampons durcis avaient une masse volumique de 0,70 g/cm³ et une dureté Shore D de 22,3. En se référant à la figure 13, les images MEB montraient qu'il y avait plusieurs pores reliés entre eux et plusieurs pores fermés. Les pores avaient une distribution uniforme, la majorité de ces pores ayant une forme ovale.

Exemple 3 (pas de tensioactif cationique)

[0094] Dans une ligne de procédé à deux composants, le réservoir A (côté iso) contenait 98,04 parties en poids d'isocyanate Isonate 181 30 prépolymère de diphenylméthane diisocyanate (MDI) (45 à 55 % en

poids de copolymère de diphenylméthane diisocyanate, dipropylèneglycol, tripropylèneglycol et 45 à 55 % en poids d'isomère 4,4'-diphenylméthane diisocyanate). De plus, le réservoir A contenait un complément de 1,96 parties en poids de tensioactif Niax L5345 5 tensioactif de type silicone non ionique. Le tensioactif contenait un copolymère de polyalkylèneoxyde méthylsiloxane; et le copolymère avait 30 à 50 % en poids de poly(oxyde d'alkylène) et 0,1 à 1 % en poids d'octaméthylcyclotérasiloxane. Les substances ont été agitées et chauffées à 48,9 °C (120 °F).

10 [0095] Dans le réservoir B (côté poly), 10,19 parties en poids d'agent de durcissement de type amine Ethacure 300 (80 % en poids de 4-méthyl-2,6-bis(méthylthio)-1,3-benzènediamine et 20 % en poids de 2-méthyl-4,6-bis(méthylthio)-1,3-benzènediamine) ont été mélangées avec 87,05 parties en poids de polyéther PolyTHF 650 ($\geq 99,5\%$ en poids); 15 1,95 parties en poids de tensioactif Dabco 5103 (polyéther au siloxane-polymer greffé éthoxylé de 35 % en poids de siloxane et 65 % en poids d'oxyde d'éthylène avec une coiffe terminale hydroxyle). De plus, le réservoir B contenait 1,95 parties en poids de tensioactif Dabco 5103 (polyéther au siloxane—polymère greffé éthoxylé de 35 % en poids de 20 siloxane et 65 % en poids d'oxyde d'éthylène avec une coiffe terminale hydroxyle) avec un complément de 0,46 parties en poids d'eau désionisée et 0,35 parties en poids de catalyseur Dabco 33LV (dipropylèneglycol 67 % en poids et triéthylènediamine (TEDA) 33 % en poids).

25 [0096] Les substances ont été agitées et chauffées à 48,9 °C (120 °F). Le rapport des débits sortants en volume du réservoir A et du réservoir B était 0,79. La pression d'air pour le polymère liquide était 758 kPa (110 psi). La feuille provenant du procédé a été durcie à la température ambiante pendant 2 minutes, puis durcie à 100 °C pendant 30 16 heures. Les tampons durcis avaient une masse volumique de 0,71

g/cm³; une dureté Shore D de 16,8. En se référant à la figure 14, Les images MEB montraient que la plupart des pores avaient une forme ronde, mais la distribution des tailles des pores était plus étendue que celle des exemples 1 et 2 avec une distribution des tailles non uniforme.

5

Exemple 4 (grande concentration de tensioactif cationique et de prépolymère de TDI)

[0097] Dans une ligne de procédé à deux composants, le réservoir A (côté iso) contenait 98,04 parties d'isocyanate prépolymère LF 750 D prépolymère d'uréthane de Chemtura (un mélange de prépolymères de toluène diisocyanate (TDI) et de polytétraméthylène éther glycol (PTMEG) avec un % en poids de NCO de 8,75-9,05 % en poids). De plus, le réservoir A contenait un complément de 1,96 parties en poids de tensioactif Niax L5345 tensioactif de type silicone non ionique. Le tensioactif contenait un copolymère de polyalkylèneoxyde méthylsiloxane; et le copolymère avait 30 à 50 % en poids de poly(oxyde d'alkylène) et 0,1 à 1 % en poids d'octaméthylcyclotérasiloxane. Les substances ont été agitées et chauffées à 57,2 °C (135 °F).

[0098] Dans le réservoir B (côté poly), 86,72 part d'agent de durcissement de type amine Ethacure 300 (80 % en poids de 4-méthyl-2,6-bis(méthylthio)-1,3-benzènediamine et 20 % en poids de 2-méthyl-4,6-bis(méthylthio)-1,3-benzènediamine) ont été mélangées avec 1,95 parties en poids de tensioactif Dabco 5103 (polyéther au siloxane-polymère greffé éthoxylé de 35 % en poids de siloxane et 65 % en poids d'oxyde d'éthylène avec une coiffe terminale hydroxyle) et 11,03 parties en poids de tensioactif cationique Maquat SL-5 38-42 % en poids de chlorure de (poly(oxy-1,2-éthanediyl) α,α' -[(9Z,12Z)-(2,3-dihydroxypropyl)-9,12-octadécadién-1-yliminodi-2,1-éthanediyl]bis[ω -hydroxy-] (ou chlorure de dihydroxypropyl PEG-5 linoleammonium) et le complément d'eau) et 0,30 parties en poids de catalyseur Dabco 33LV

(dipropylèneglycol 67 % en poids et triéthylènediamine (TEDA) 33 % en poids). Les substances ont été agitées et chauffées à 23,9 °C (75 °F). Le rapport des débits sortants en volume du réservoir A et du réservoir B était 8,88. La pression d'air était 758 kPa (110 psi). La feuille provenant du procédé a été durcie à la température ambiante pendant 10 minutes, puis durcie à 100°C pendant 16 heures. Les tampons durcis avaient une masse volumique de 0,43 g/cm³ et une dureté Shore D de 17,5. En se référant à la figure 15, Les images MEB montraient que la plupart des pores avait une forme ovale avec une distribution uniforme.

10 [0099] L'invention est efficace pour former des tampons de polissage poreux pour des applications de planarisation mécano-chimique. En particulier, l'ajustement de la concentration en tensioactif non ionique en combinaison avec la concentration en tensioactif ionique permet de régler finement la taille des pores. De plus, il est possible d'ajuster encore les concentrations en tensioactifs pour former un sous-tampon ayant une structure polymérique solide contiguë avec une taille de pores différente. Ce changement dans la taille des pores permet au tampon dans son intégralité de flétrir pour recevoir une galette et permet un ajustement pour réduire les effets de bord.

REVENDICATIONS

1. Procédé de fabrication d'un tampon de polissage approprié pour planariser au moins un substrat parmi les substrats semi-conducteurs, optiques et magnétiques, caractérisé en ce qu'il comprend:
 - a. l'application de gouttelettes d'un polymère liquide contre un substrat pour former une pluralité de pores dans le polymère liquide, le polymère liquide contenant un tensioactif non ionique, le tensioactif non ionique ayant une concentration suffisante pour faciliter la croissance de pores dans le polymère liquide et un tensioactif ionique ayant une concentration suffisante pour limiter la croissance des pores dans le polymère liquide;
 - b. la solidification des gouttelettes de polymère liquide contre le substrat en un polymère solide contenant une pluralité de pores;
 - c. la répétition de l'application de gouttelettes et de la solidification des gouttelettes de polymère liquide de multiples fois pour augmenter l'épaisseur du substrat solide;
 - d. la réduction de la quantité de tensioactif cationique pour augmenter la taille des pores et former un sous-tampon ; et
 - e. le durcissement du polymère solide en un tampon de polissage ayant la taille finale de la pluralité de pores réglée par la concentration de tensioactif non ionique et de tensioactif ionique.
2. Procédé de fabrication d'un tampon de polissage approprié pour planariser au moins un substrat parmi les substrats semi-conducteurs, optiques et magnétiques, caractérisé en ce qu'il comprend:
 - a. l'application de gouttelettes d'un polymère liquide contre un substrat pour former une pluralité de pores dans le polymère liquide, le polymère liquide contenant un tensioactif non ionique, le tensioactif non ionique ayant une concentration suffisante

- pour faciliter la croissance de pores dans le polymère liquide et un tensioactif ionique ayant une concentration suffisante pour limiter la croissance des pores dans le polymère liquide;
- b. la liaison des pores adjacents pour former un réseau de pores reliés entre eux dans le polymère liquide;
 - c. la solidification des gouttelettes de polymère liquide contre le substrat en un polymère solide contenant une pluralité de pores;
 - d. la répétition de l'application de gouttelettes, de liaison des pores adjacents et de solidification des gouttelettes de polymère liquide de multiples fois pour augmenter l'épaisseur du substrat solide; et
 - e. le durcissement du polymère solide en un tampon de polissage ayant la taille finale de la pluralité de pores réglée par la concentration de tensioactif non ionique et de tensioactif ionique.

3. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 et 2 caractérisé en ce que les gouttelettes frappent un moule (10) pour former un motif de rainures (100) dans le tampon de polissage.

4. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes caractérisé en ce que le tensioactif non ionique est un tensioactif à base de silicone et le tensioactif ionique est un tensioactif cationique.

5. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes caractérisé en ce que le durcissement forme le tampon de polissage avec une masse volumique de 0,3 à 0,9 g/cm³.

6. Procédé selon la revendication 5 caractérisé en ce que le durcissement forme le tampon de polissage avec une masse volumique de 0,3 à 0,7 g/cm³.

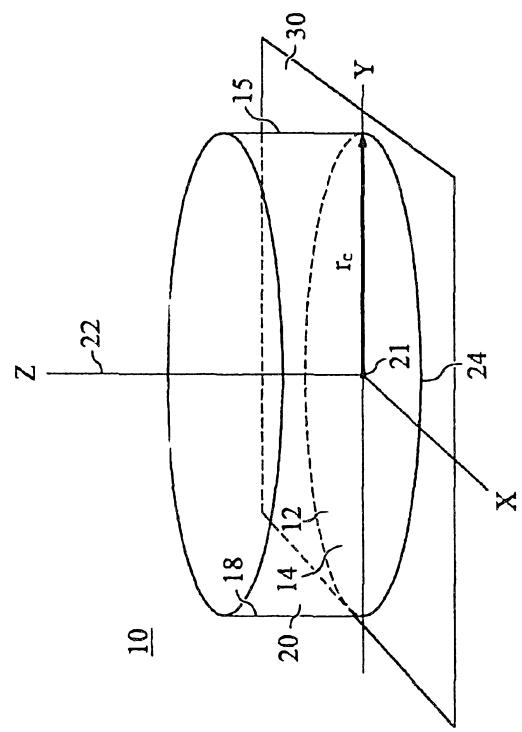


Figure 1

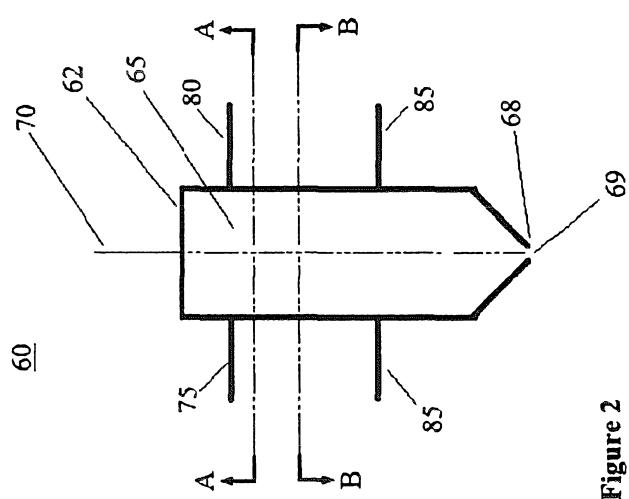


Figure 2

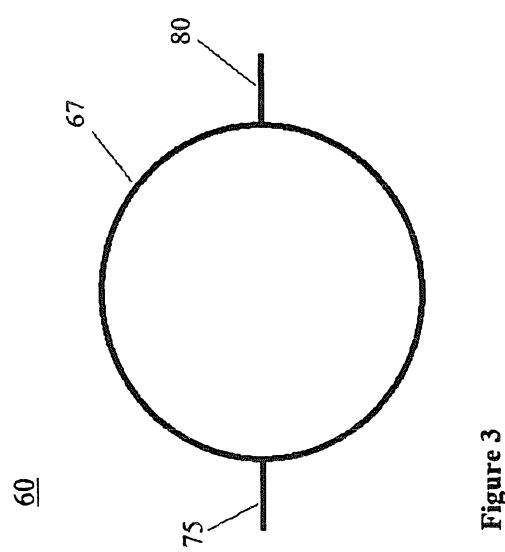


Figure 3

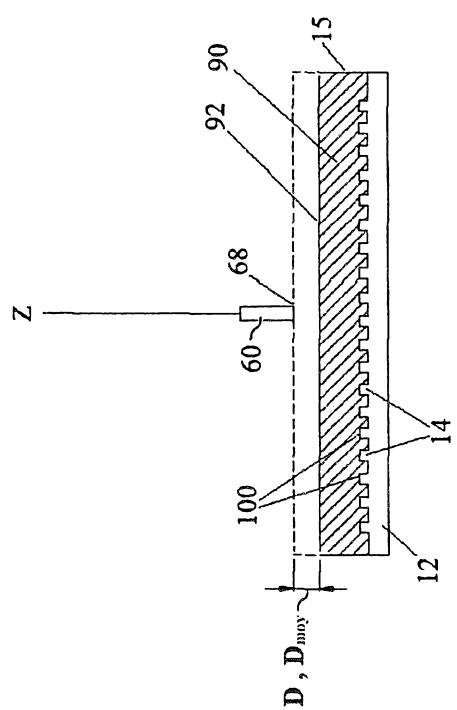


Figure 4

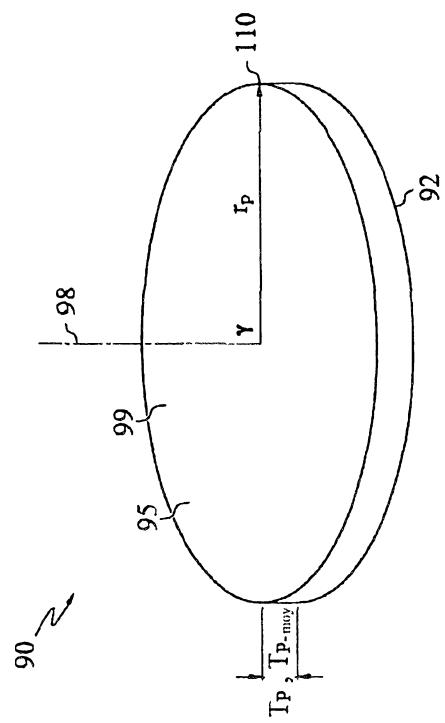


Figure 5

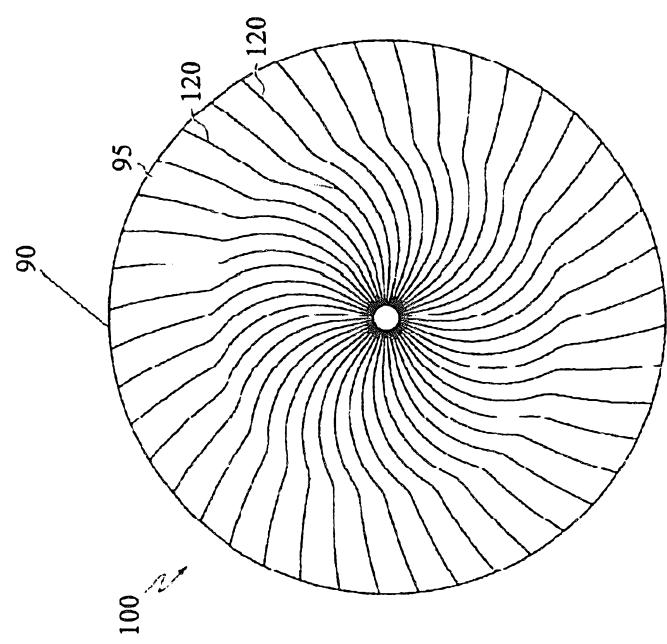


Figure 6

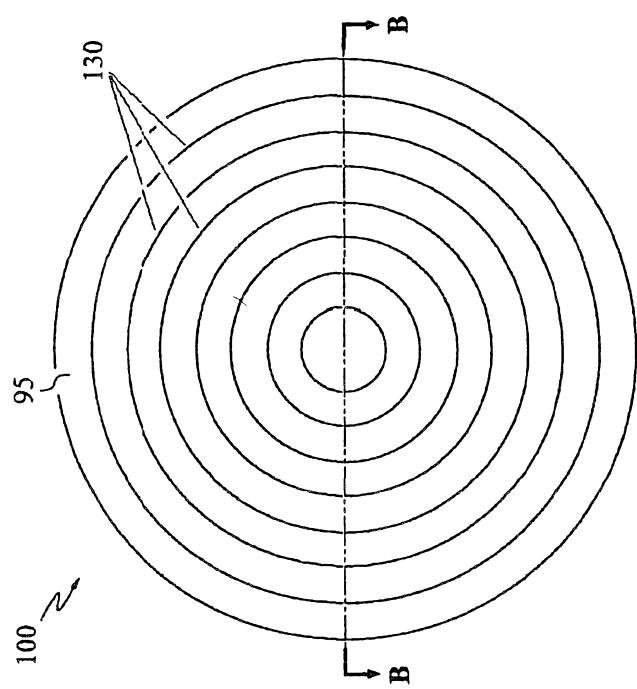


Figure 7

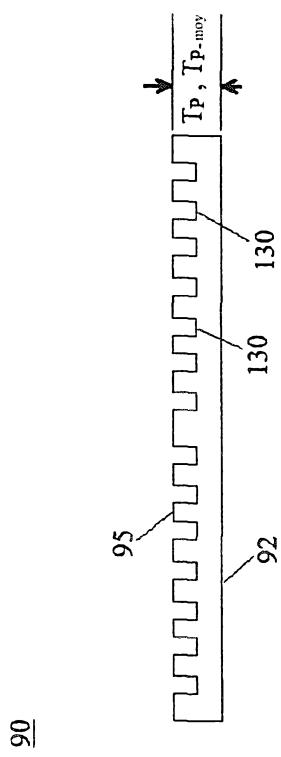


Figure 8

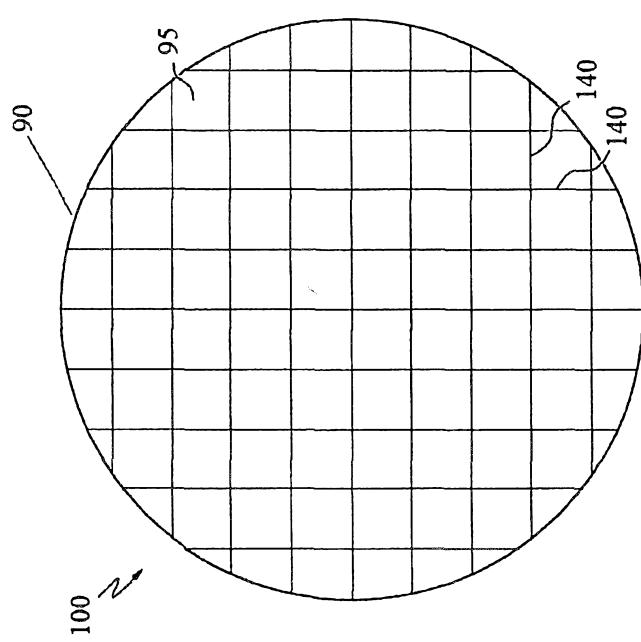


Figure 9

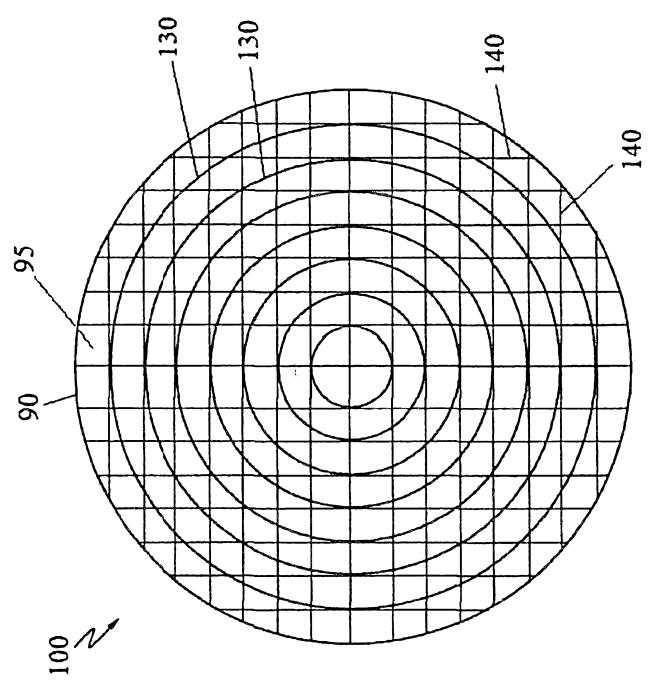


Figure 10

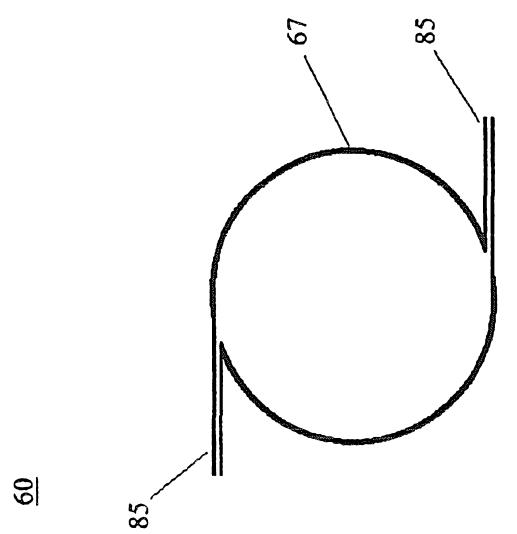


Figure 11

12/15

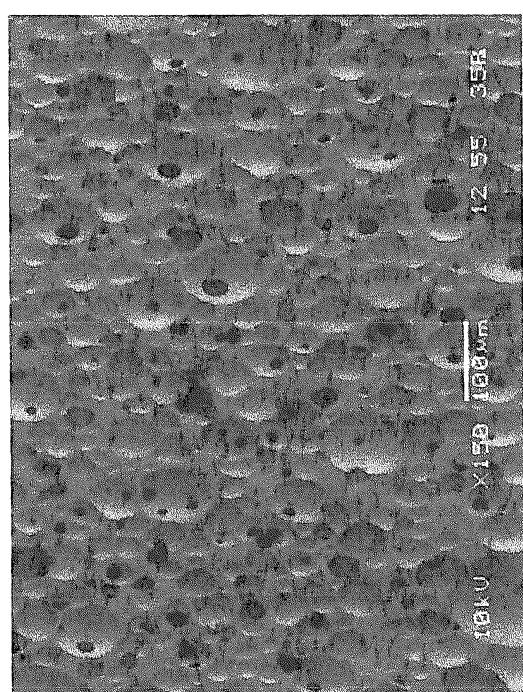


Figure 12

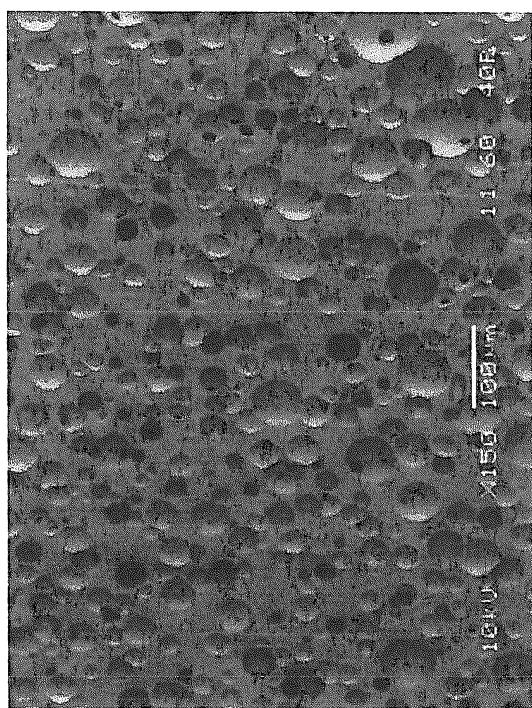


Figure 13

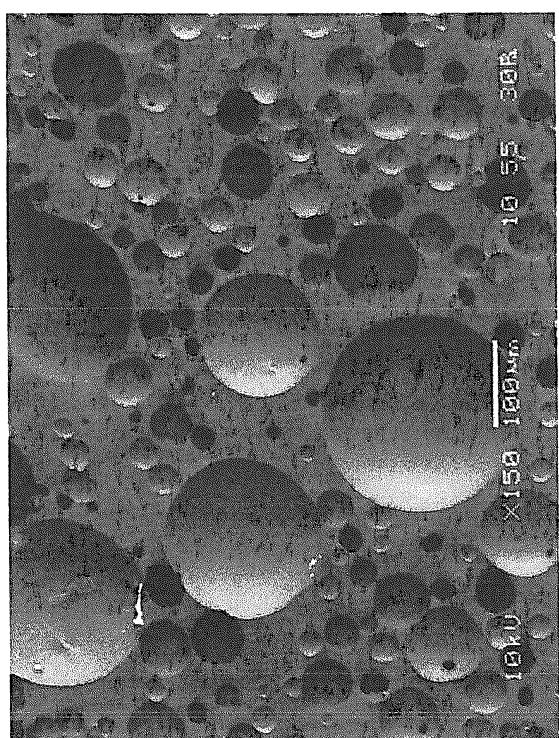


Figure 14

15/15

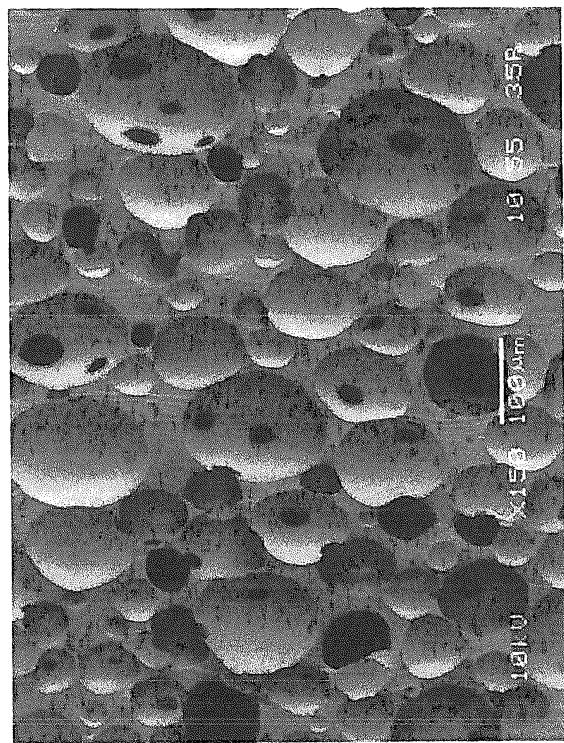


Figure 15

RAPPORT DE RECHERCHE

articles L.612-14, L.612-53 à 69 du code de la propriété intellectuelle

OBJET DU RAPPORT DE RECHERCHE

L'I.N.P.I. annexe à chaque brevet un "RAPPORT DE RECHERCHE" citant les éléments de l'état de la technique qui peuvent être pris en considération pour apprécier la brevetabilité de l'invention, au sens des articles L. 611-11 (nouveauté) et L. 611-14 (activité inventive) du code de la propriété intellectuelle. Ce rapport porte sur les revendications du brevet qui définissent l'objet de l'invention et délimitent l'étendue de la protection.

Après délivrance, l'I.N.P.I. peut, à la requête de toute personne intéressée, formuler un "AVIS DOCUMENTAIRE" sur la base des documents cités dans ce rapport de recherche et de tout autre document que le requérant souhaite voir prendre en considération.

CONDITIONS D'ETABLISSEMENT DU PRESENT RAPPORT DE RECHERCHE

[x] Le demandeur a présenté des observations en réponse au rapport de recherche préliminaire.

□ Le demandeur a maintenu les revendications.

[x] Le demandeur a modifié les revendications.

□ Le demandeur a modifié la description pour en éliminer les éléments qui n'étaient plus en concordance avec les nouvelles revendications.

□ Les tiers ont présenté des observations après publication du rapport de recherche préliminaire.

□ Un rapport de recherche préliminaire complémentaire a été établi.

DOCUMENTS CITES DANS LE PRESENT RAPPORT DE RECHERCHE

La répartition des documents entre les rubriques 1, 2 et 3 tient compte, le cas échéant, des revendications déposées en dernier lieu et/ou des observations présentées.

[x] Les documents énumérés à la rubrique 1 ci-après sont susceptibles d'être pris en considération pour apprécier la brevetabilité de l'invention.

□ Les documents énumérés à la rubrique 2 ci-après illustrent l'arrière-plan technologique général.

□ Les documents énumérés à la rubrique 3 ci-après ont été cités en cours de procédure, mais leur pertinence dépend de la validité des priorités revendiquées.

□ Aucun document n'a été cité en cours de procédure.

**1. ELEMENTS DE L'ETAT DE LA TECHNIQUE SUSCEPTIBLES D'ETRE PRIS EN
CONSIDERATION POUR APPRECIER LA BREVETABILITE DE L'INVENTION**

US 2001046834 A1 (RAMANA ANURADHA [US] ET AL.) 29 novembre 2001 (2001-11-29)

US 2006052040 A1 (PRASAD ABANESHWAR [US]) 09 mars 2006 (2006-03-09)

US 2013012108 A1 (LI NAICHAO [US] ET AL.) 10 janvier 2013 (2013-01-10)

US 2012064326 A1 (KIM NA-RI [KR] ET AL.) 15 mars 2012 (2012-03-15)

FR 2950557 A1 (ROHM & HAAS ELECT MATERIALS [US]) 01 avril 2011 (2011-04-01)

**2. ELEMENTS DE L'ETAT DE LA TECHNIQUE ILLUSTRANT L'ARRIERE-PLAN
TECHNOLOGIQUE GENERAL**

NEANT

**3. ELEMENTS DE L'ETAT DE LA TECHNIQUE DONT LA PERTINENCE DEPEND
DE LA VALIDITE DES PRIORITES**

NEANT