



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 102152233 B

(45) 授权公告日 2013. 10. 30

(21) 申请号 201110049840. 3

(22) 申请日 2007. 08. 16

(30) 优先权数据

2006-230805 2006. 08. 28 JP

2006-234060 2006. 08. 30 JP

2007-184658 2007. 07. 13 JP

2007-184644 2007. 07. 13 JP

(62) 分案原申请数据

200780027350. 5 2007. 08. 16

(73) 专利权人 东洋橡胶工业株式会社

地址 日本大阪府大阪市

(72) 发明人 中井良之 木村毅 数野淳

小川一幸 下村哲生

(74) 专利代理机构 中原信达知识产权代理有限

责任公司 11219

代理人 金龙河 樊卫民

(51) Int. Cl.

B24B 37/00 (2012. 01)

C08G 18/79 (2006. 01)

H01L 21/304 (2006. 01)

C08G 101/00 (2006. 01)

(56) 对比文件

JP 特开 2004-1169 A, 2004. 01. 08, 全文.

CN 1487965 A, 2004. 04. 07, 全文.

CN 1539598 A, 2004. 10. 27, 全文.

CN 1625575 A, 2005. 06. 08, 全文.

JP 特开 2005-68175 A, 2005. 03. 17, 权利要求 1-2、说明书第 [0025]-[0074] 段, 第 [0097] 段.

审查员 王锋

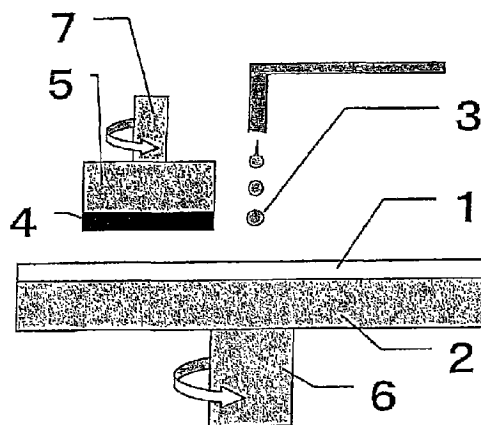
权利要求书1页 说明书14页 附图1页

(54) 发明名称

抛光垫

(57) 摘要

本发明的目的在于, 提供一种在吸湿或吸水时可以高度地维持尺寸稳定性的抛光垫及其制造方法。其中, 抛光垫的特征在于, 具有由具有微小气泡的聚氨酯发泡体构成的抛光层, 所述聚氨酯发泡体含有异氰酸酯封端的预聚物、多聚二异氰酸酯与增链剂的反应固化物, 其中, 所述异氰酸酯封端的预聚物含有异氰酸酯单体、高分子量多元醇及低分子量多元醇。



1. 一种抛光垫,其具有由具有微小气泡的聚氨酯发泡体构成的抛光层,其特征在于,

所述聚氨酯发泡体含有异氰酸酯封端的预聚物 A、异氰酸酯封端的预聚物 B 与增链剂的反应固化物,其中,所述异氰酸酯封端的预聚物 A 含有异氰酸酯单体、高分子量多元醇 a 及低分子量多元醇;所述异氰酸酯封端的预聚物 B 含有多聚二异氰酸酯和高分子量多元醇 b,

所述高分子量多元醇 a 为数均分子量 1000 ~ 2000 的聚四亚甲基醚二醇,异氰酸酯单体为甲苯二异氰酸酯和二环己基甲烷二异氰酸酯,

所述高分子量多元醇 b 为数均分子量 250 ~ 650 的聚四亚甲基醚二醇,多聚二异氰酸酯为异氰脲酸酯型和 / 或缩二脲型的多聚六亚甲基二异氰酸酯。

2. 根据权利要求 1 所述的抛光垫,其中,相对于异氰酸酯封端的预聚物 A100 重量份,异氰酸酯封端的预聚物 B 的添加量为 5 ~ 60 重量份。

3. 根据权利要求 1 所述的抛光垫,其中,聚氨酯发泡体的平均气泡直径为 20 ~ 70 μm 、吸水时的尺寸变化率为 0.8% 以下、且吸水率为 4% 以上。

4. 根据权利要求 1 所述的抛光垫,其中,聚氨酯发泡体的 ASKERD 硬度为 45 ~ 65 度。

5. 根据权利要求 1 所述的抛光垫,其中,聚氨酯发泡体含有 0.05 ~ 10 重量%的硅类非离子表面活性剂。

6. 一种制造抛光垫的方法,其包括通过将含有异氰酸酯封端的预聚物的第 1 成分和含有增链剂的第 2 成分混合、固化而制造聚氨酯发泡体的工序 (1),其特征在于,

所述工序 (1) 是如下工序:在含有异氰酸酯封端的预聚物的第 1 成分中添加硅类非离子表面活性剂,使其在聚氨酯发泡体中达到 0.05 ~ 10 重量%,进而,将所述第 1 成分与非反应性气体搅拌,制备所述非反应性气体以微小气泡分散的气泡分散液,然后在所述气泡分散液中混合含有增链剂的第 2 成分,并进行固化,制造聚氨酯发泡体,

所述异氰酸酯封端的预聚物是含有异氰酸酯单体、高分子量多元醇 a 及低分子量多元醇而形成的异氰酸酯封端的预聚物 A,以及含有多聚二异氰酸酯和高分子量多元醇 b 而形成的异氰酸酯封端的预聚物 B,其中,

所述高分子量多元醇 a 为数均分子量 1000 ~ 2000 的聚四亚甲基醚二醇,异氰酸酯单体为甲苯二异氰酸酯和二环己基甲烷二异氰酸酯,

所述高分子量多元醇 b 为数均分子量 250 ~ 650 的聚四亚甲基醚二醇,多聚二异氰酸酯为异氰脲酸酯型和 / 或缩二脲型的多聚六亚甲基二异氰酸酯。

抛光垫

[0001] 本申请是申请日为 2007 年 8 月 16 日、国际申请号为 PCT/JP2007/065934、国家阶段申请号为 200780027350.5、发明名称为“抛光垫”的发明专利的分案申请。

技术领域

[0002] 本发明涉及可以稳定且以高抛光效率进行透镜、反射镜等光学材料及硅晶片、硬盘用玻璃衬底、铝衬底及通常的金属抛光加工等要求高度表面平坦性的材料的平坦化加工的抛光垫的制造方法。本发明的抛光垫特别适用于对硅晶片及其上形成了氧化物层、金属层等的器件在进一步层压和形成这些氧化物层和金属层之前进行平坦化的工序。

背景技术

[0003] 作为要求高度表面平坦性的代表材料,可以列举出制造半导体集成电路(IC、LSI)的被称为硅晶片的单晶硅的圆盘。硅晶片在 IC、LSI 等的制造工序中,为了形成电路形成中使用的各种薄膜的可靠的半导体接合,在层压和形成氧化物层、金属层的工序中,要求将表面高精度地精加工至平坦。在这种抛光精加工工序中,通常抛光垫被固定在被称为台板的可旋转的支撑圆盘上,半导体晶片等加工物被固定在抛光垫上。然后,通过两者的运动,使台板和抛光垫之间产生相对速度,进而通过向抛光垫上连续供给含有磨粒的抛光浆料,进行抛光操作。

[0004] 作为抛光垫的抛光特性,要求抛光对象物的平坦性(平面性)及面内均匀性优良、抛光速度大。通过使抛光层高弹性率化,能够一定程度地改善抛光对象物的平坦性、面内均匀性。另外,通过制造为含有气泡的发泡体来增加浆料的保持量,能够提高抛光速度。

[0005] 作为满足上述特性的抛光垫,提出了由聚氨酯发泡体构成的抛光垫(专利文献 1、2)。该聚氨酯发泡体可以通过使异氰酸酯封端的预聚物和增链剂(固化剂)反应来制造,作为异氰酸酯预聚物的高分子多元醇成分,从耐水解性、弹性特性、耐磨损性等观点出发,可以使用聚醚(数均分子量 500 ~ 1600 的聚四亚甲基二醇)及聚碳酸酯作为优选的材料。

[0006] 但是,上述抛光层在吸湿或吸水时,硬链段的凝聚力降低,从而抛光层的尺寸稳定性容易降低。更严重的是,抛光垫会产生翘曲及起伏,由此产生平坦化特性、面内均匀性等抛光特性逐渐变化的问题。

[0007] 专利文献 3 中,以提高浆料的保持性为目的,公开了在温度 23℃ 的水中浸渍 72 小时时的体积膨胀率为 20% 以下的抛光垫用聚合物组合物。但是,所述抛光垫用聚合物组合物使用热塑性聚合物作为抛光垫用聚合物,在吸湿或吸水时难以高度地维持抛光垫的尺寸稳定性。

[0008] 专利文献 1:日本特开 2000-17252 号公报

[0009] 专利文献 2:日本专利第 3359629 号

[0010] 专利文献 3:日本特开 2001-47355 号公报

发明内容

[0011] 本发明第一技术方案的目的,在于,提供在吸湿或吸水时能够高度维持尺寸稳定性的抛光垫及其制造方法。本发明第二技术方案的目的,在于,提供高吸水性且在吸湿或吸水时能够高度维持尺寸稳定性的抛光垫及其制造方法。本发明的目的还在于,提供使用了该抛光垫的半导体器件的制造方法。

[0012] 本发明人为了解决上述课题进行了深入研究,结果发现,利用以下所示的抛光垫可以达到上述目的,由此完成本发明。

[0013] 即,本发明的第一技术方案涉及一种抛光垫,其具有由具有微小气泡的聚氨酯发泡体构成的抛光层,其特征在于,所述聚氨酯发泡体含有异氰酸酯封端的预聚物(A)、多聚二异氰酸酯与增链剂的反应固化物,其中,所述异氰酸酯封端的预聚物(A)含有异氰酸酯单体、高分子量多元醇(a)及低分子量多元醇。

[0014] 现有的抛光层是具有仅通过物理交联而形成的硬链段的聚氨酯发泡体,因此认为在吸湿或吸水时硬链段的凝聚力容易降低。因此认为,抛光层越是吸湿或吸水,由拉伸或翘曲等引起的尺寸变化变得越大。

[0015] 本发明人发现,通过并用含有异氰酸酯单体、高分子量多元醇(a)及低分子量多元醇的异氰酸酯封端的预聚物(A)和多聚二异氰酸酯作为聚氨酯发泡体的原料,并利用它们与增链剂的反应在聚合物中部分地引入化学交联(部分地形成三维交联结构),能够提高吸湿或吸水时硬链段的凝聚力,高度维持抛光层的尺寸稳定性。而且,通过不在异氰酸酯封端的预聚物(A)中引入多聚二异氰酸酯,而直接使其与增链剂反应,能够在聚合物中引入规则的化学交联。由此,能够使抛光层整体的尺寸变化均匀,并且能够抑制抛光特性的不均。

[0016] 优选上述高分子量多元醇(a)为数均分子量500~5000的聚醚多元醇,上述异氰酸酯单体为甲苯二异氰酸酯和二环己基甲烷二异氰酸酯。而且,上述多聚二异氰酸酯优选为异氰脲酸酯型和/或缩二脲型的多聚六亚甲基二异氰酸酯。通过使用它们,能够操作性良好地制造聚氨酯发泡体,并且使本发明的效果更优良。

[0017] 优选相对于异氰酸酯封端的预聚物(A)100重量份,多聚二异氰酸酯的添加量为5~40重量份。多聚二异氰酸酯的添加量不足5重量份时,由于聚合物中的化学交联的比例变得不充分,因而在吸湿或吸水时的硬链段的凝聚力不足,可能变得难以高度维持抛光层的尺寸稳定性。另一方面,超过40重量份时,由于聚合物中的化学交联的比例过多,抛光层的硬度变得过高,因而被抛光材料的面内均匀性可能降低。而且,在被抛光材料的表面变得容易产生划痕。

[0018] 聚氨酯发泡体优选平均气泡直径为20~70 μm ,且吸水时的尺寸变化率为0.8%以下。平均气泡直径在上述范围外时,抛光速度可能降低,抛光后的被抛光材料的平面性(平坦性)可能降低。另外,吸水时的尺寸变化率超过0.8%时,抛光层在吸湿或吸水时,尺寸变化可能变大。

[0019] 另一方面,本发明的第二技术方案涉及一种抛光垫,其具有由具有微小气泡的聚氨酯发泡体构成的抛光层,其特征在于,所述聚氨酯发泡体含有异氰酸酯封端的预聚物(A)、异氰酸酯封端的预聚物(B)与增链剂的反应固化物,其中,所述异氰酸酯封端的预聚物(A)含有异氰酸酯单体、高分子量多元醇(a)及低分子量多元醇,所述异氰酸酯封端的预聚物(B)含有多聚二异氰酸酯和高分子量多元醇(b)。

[0020] 本发明人发现,通过并用含有异氰酸酯单体、高分子量多元醇(a)及低分子量多元醇的异氰酸酯封端的预聚物(A)和含有多聚二异氰酸酯和高分子量多元醇(b)的异氰酸酯封端的预聚物(B)作为聚氨酯发泡体的原料,并利用它们与增链剂的反应在聚合物中规则地引入化学交联(规则地形成三维交联结构),能够提高吸湿或吸水时硬链段的凝聚力,高度维持抛光层的尺寸稳定性。而且,通过使用上述2种预聚物,能够扩大化学交联网状结构,并且能够得到高吸水性的聚氨酯发泡体。结果能够提高浆料的保持性、并提高抛光速度。

[0021] 优选上述高分子量多元醇(a)是数均分子量500~5000的聚醚多元醇,上述异氰酸酯单体为甲苯二异氰酸酯和二环己基甲烷二异氰酸酯。而且,优选所述高分子量多元醇(b)是数均分子量200~1000的聚醚多元醇,所述多聚二异氰酸酯为异氰脲酸酯型和/或缩二脲型的多聚六亚甲基二异氰酸酯。通过使用它们,能够操作性良好地制造聚氨酯发泡体,并且使本发明的效果更优良。

[0022] 优选相对于异氰酸酯封端的预聚物(A)100重量份,异氰酸酯封端的预聚物(B)的添加量为5~60重量份。异氰酸酯封端的预聚物(B)的添加量不足5重量份时,由于聚合物中的化学交联的比例变得不充分,因而吸湿或吸水时硬链段的凝聚力不足,可能变得难以高度维持抛光层的尺寸稳定性。并且,可能变得难以得到高吸水性的聚氨酯发泡体。另一方面,超过60重量份时,由于聚合物中的化学交联的比例变得过多,抛光层的硬度变得过高,因而被抛光材料的面内均匀性可能降低。并且,被抛光材料的表面变得容易产生划痕。

[0023] 聚氨酯发泡体的平均气泡直径优选为20~70 μm 、吸水时的尺寸变化率为0.8%以下、且吸水率为4%以上。平均气泡直径在上述范围外时,抛光速度可能降低,抛光后的被抛光材料的平面性(平坦性)也可能降低。另外,吸水时的尺寸变化率超过0.8%时,抛光层在吸湿或吸水时尺寸变化可能变大。另外,吸水率不足4%时,浆料的保持性不充分,因此可能变得难以提高抛光速度。

[0024] 本发明的第一技术方案及第二技术方案中,聚氨酯发泡体的ASKER D硬度优选为45~65度。ASKER D硬度不足45度时,被抛光材料的平坦性可能降低。另一方面,ASKER D硬度大于65度时,虽然平坦性良好,但被抛光材料的面内均一性可能降低。并且,被抛光材料的表面容易产生划痕。

[0025] 本发明的第一技术方案及第二技术方案中,聚氨酯发泡体优选含有0.05~10重量%的硅类非离子表面活性剂。硅类非离子表面活性剂的量不足0.05重量%时,可能不能得到微小气泡的发泡体。另一方面,硅类非离子表面活性剂的量超过10重量%时,由于该表面活性剂的增塑效果,可能难以得到高硬度的聚氨酯发泡体。

[0026] 另外,本发明的第一技术方案涉及一种制造抛光垫的方法,其包括通过将含有异氰酸酯封端的预聚物的第1成分和含有增链剂的第2成分混合、固化而制造聚氨酯发泡体的工序(1),其特征在于,上述工序(1)是如下工序:在含有异氰酸酯封端的预聚物的第1成分中添加硅类非离子表面活性剂,使其在聚氨酯发泡体中达到0.05~10%,进而,将上述第1成分与非反应性气体搅拌,制备所述非反应性气体以微小气泡分散的气泡分散液,然后在所述气泡分散液中混合含有增链剂的第2成分,并进行固化,制造聚氨酯发泡体,上述异氰酸酯封端的预聚物是含有异氰酸酯单体、高分子量多元醇(a)及低分子量多元醇的异氰酸酯封端的预聚物(A),所述第1成分还含有多聚二异氰酸酯。

[0027] 另外,本发明的第二技术方案涉及一种制造抛光垫的方法,其包括通过将含有异氰酸酯封端的预聚物的第1成分和含有增链剂的第2成分混合、固化而制造聚氨酯发泡体的工序(1),其特征在于,上述工序(1)是如下工序:在含有异氰酸酯封端的预聚物的第1成分中添加硅类非离子表面活性剂,使其在聚氨酯发泡体中达到0.05~10重量%,进而,将所述第1成分与非反应性气体搅拌,制备上述非反应性气体以微小气泡分散的气泡分散液,然后在所述气泡分散液中混合含有增链剂的第2成分,并进行固化,制造聚氨酯发泡体,上述异氰酸酯封端的预聚物是含有异氰酸酯单体、高分子量多元醇(a)及低分子量多元醇的异氰酸酯封端的预聚物(A),以及含有多聚二异氰酸酯和高分子量多元醇(b)的异氰酸酯封端的预聚物(B)。

[0028] 而且,本发明还涉及一种制造半导体器件的方法,其包括使用上述抛光垫对半导体晶片的表面进行抛光的工序。

附图说明

[0029] 图1是表示CMP抛光中使用的抛光装置的一例的简略构成图。

[0030] 图2是表示晶片上的25点膜厚测定位置的示意图。

[0031] 标号说明

[0032] 1:抛光垫(抛光层)

[0033] 2:抛光平台

[0034] 3:抛光剂(浆料)

[0035] 4:被抛光材料(半导体晶片)

[0036] 5:支撑台(抛光头)

[0037] 6、7:旋转轴

具体实施方式

[0038] 本发明的抛光垫具有由具有微小气泡的聚氨酯发泡体构成的抛光层。本发明的抛光垫可以仅为上述抛光层,也可以为抛光层和其它层(例如缓冲层等)的层压体。

[0039] 聚氨酯树脂由于耐磨损性优良、通过多样地改变原料组成能够容易地得到具有期望的物性的聚合物,因此,是特别优选用作抛光层的形成材料。

[0040] 本发明的第一技术方案中,上述聚氨酯树脂含有异氰酸酯封端的预聚物(A)、多聚二异氰酸酯与增链剂的反应固化物,其中,所述异氰酸酯封端的预聚物(A)含有异氰酸酯单体、高分子量多元醇(a)及低分子量多元醇。

[0041] 本发明的第二技术方案中,所述聚氨酯树脂含有异氰酸酯封端的预聚物(A)、异氰酸酯封端的预聚物(B)与增链剂的反应固化物,其中,所述异氰酸酯封端的预聚物(A)含有异氰酸酯单体、高分子量多元醇(a)及低分子量多元醇,所述异氰酸酯封端的预聚物(B)含有多聚二异氰酸酯及高分子量多元醇(b)。

[0042] 作为异氰酸酯单体,可以没有特别限制地使用聚氨酯领域中公知的化合物。例如可以列举出2,4-甲苯二异氰酸酯、2,6-甲苯二异氰酸酯、2,2'-二苯基甲烷二异氰酸酯、2,4'-二苯基甲烷二异氰酸酯、4,4'-二苯基甲烷二异氰酸酯、1,5-萘二异氰酸酯、对苯二异氰酸酯、间苯二异氰酸酯、对亚二甲苯基二异氰酸酯、间亚二甲苯基二异氰酸酯等芳香族二

异氰酸酯；亚乙基二异氰酸酯、2,2,4-三甲基亚己基二异氰酸酯、1,6-亚己基二异氰酸酯等脂肪族二异氰酸酯；1,4-环己烷二异氰酸酯、4,4'-二环己基甲烷二异氰酸酯、异佛尔酮二异氰酸酯、降冰片烷二异氰酸酯等脂环式二异氰酸酯等。这些物质可以使用1种，也可以混合2种以上使用。其中，优选并用甲苯二异氰酸酯和二环己基甲烷二异氰酸酯。

[0043] 另一方面，本发明的多聚二异氰酸酯是3个以上的二异氰酸酯通过加成进行多聚化而得到的异氰酸酯改性体或它们的混合物。作为上述异氰酸酯改性体，例如可以列举出：1) 三羟甲基丙烷加合物型、2) 缩二脲型、3) 异氰脲酸酯型等，特别优选异氰脲酸酯型和缩二脲型。

[0044] 本发明中，作为形成多聚二异氰酸酯的二异氰酸酯，优选使用脂肪族二异氰酸酯，特别优选使用1,6-亚己基二异氰酸酯。另外，多聚二异氰酸酯还可以为经过氨基甲酸酯改性、脲基甲酸酯改性及缩二脲改性等改性化而得到的多聚二异氰酸酯。

[0045] 作为高分子量多元醇(a)和(b)，例如可以列举出以聚四亚甲基醚二醇为代表的聚醚多元醇；以聚己二酸丁二醇酯为代表的聚酯多元醇；聚己内酯多元醇、聚己内酯之类的聚酯二醇与碳酸亚烷基酯的反应物等聚酯聚碳酸酯多元醇；使碳酸亚乙酯与多元醇反应，然后使得到的反应混合物与有机二元羧酸反应而得到的聚酯聚碳酸酯多元醇；以及通过多羟基化合物与碳酸芳酯的酯交换反应得到的聚碳酸酯多元醇等。这些物质可以单独使用，也可以2种以上组合使用。

[0046] 高分子量多元醇(a)的数均分子量没有特别限制，从所得聚氨酯树脂的弹性特性等观点出发，优选为500～5000，更加优选为1000～2000。数均分子量不足500时，使用了该高分子多元醇的聚氨酯树脂没有充分的弹性特性，成为脆的聚合物。因此，由该聚氨酯树脂制得的抛光垫变得过硬，成为晶片表面产生划痕的原因。而且，由于变得容易磨损，因此从垫寿命的观点出发，并不优选。另一方面，数均分子量超过5000时，使用了该高分子多元醇的聚氨酯树脂变得过软，因此由该聚氨酯树脂制得的抛光垫的平面化特性可能变差。

[0047] 高分子量多元醇(b)的数均分子量没有特别限制，从所得聚氨酯树脂吸水时的尺寸变化及吸水率的观点出发，优选为200～1000，更加优选为250～650。数均分子量不足200时，交联间距离变短，因此可能变得难以保持住水分。另一方面，数均分子量超过1000时，交联间距离变长，因此吸水性变高，吸水时的尺寸变化可能变大。

[0048] 作为低分子量多元醇，例如可以列举出乙二醇、1,2-丙二醇、1,3-丙二醇、1,2-丁二醇、1,3-丁二醇、1,4-丁二醇、2,3-丁二醇、1,6-己二醇、新戊二醇、1,4-环己烷二甲醇、3-甲基-1,5-戊二醇、二乙二醇、三乙二醇、1,4-双(2-羟基乙氧基)苯、三羟甲基丙烷、甘油、1,2,6-己三醇、季戊四醇、四羟甲基环己烷、甲基葡萄糖苷、山梨糖醇、甘露醇、卫矛醇、蔗糖、2,2,6,6-四(羟甲基)环己醇、二乙醇胺、N-甲基二乙醇胺及三乙醇胺等。这些物质可以单独使用，也可以2种以上组合使用。另外，作为异氰酸酯封端的预聚物(B)的原料，还可以适当使用低分子量多元醇。

[0049] 另外，作为异氰酸酯封端的预聚物(A)及(B)的原料成分，可以并用乙二胺、甲苯二胺、二苯基甲烷二胺及二亚乙基三胺等低分子量多元胺。另外，还可以并用单乙醇胺、2-(2-氨基乙基氨基)乙醇及单丙醇胺等醇胺。这些物质可以单独使用，也可以2种以上组合使用。

[0050] 本发明的第一技术方案中，低分子量多元醇和低分子量多元胺等的混合量没有特

别限制,可以根据要制造的抛光垫(抛光层)所要求的特性来适当决定,但优选为作为异氰酸酯封端的预聚物(A)的原料成分的全部含活性氢化合物的20~70摩尔%。

[0051] 本发明的第二技术方案中,低分子量多元醇和低分子量多元胺等的混合量没有特别限制,可以根据要制造的抛光垫(抛光层)所要求的特性来适当决定,优选为作为异氰酸酯封端的预聚物(A)的原料成分的含全活性氢化合物的10~25摩尔%。

[0052] 在制备异氰酸酯封端的预聚物(B)时,优选以NCO指数为3~5的方式混合多聚二异氰酸酯和高分子量多元醇(b),更加优选NCO指数为3~4。

[0053] 在通过预聚物法制造聚氨酯发泡体时,在预聚物的固化中使用增链剂。增链剂是至少具有2个以上的活性氢基团的有机化合物,作为活性氢基团,例如可以列举出羟基、伯氨基或仲氨基、巯基(SH)等。具体而言,例如可以列举出4,4'-亚甲基双(邻氯苯胺)(MOCA)、2,6-二氯-对苯二胺、4,4'-亚甲基双(2,3-二氯苯胺)、3,5-双(甲硫基)-2,4-甲苯二胺、3,5-双(甲硫基)-2,6-甲苯二胺、3,5-二乙基甲苯-2,4-二胺、3,5-二乙基甲苯-2,6-二胺、三乙二醇二对氨基苯甲酸、聚四氢呋喃-二对氨基苯甲酸、4,4'-二氨基-3,3',5,5'-四乙基二苯基甲烷、4,4'-二氨基-3,3'-二异丙基-5,5'-二甲基二苯基甲烷、4,4'-二氨基-3,3',5,5'-四异丙基二苯基甲烷、1,2-双(2-氨基苯基硫基)乙烷、4,4'-二氨基-3,3'-二乙基-5,5'-二甲基二苯基甲烷、N,N'-二仲丁基-4,4'-二氨基二苯基甲烷、3,3'-二乙基-4,4'-二氨基二苯基甲烷、间苯二甲胺、N,N'-二仲丁基对苯二胺、间苯二胺及对亚二甲苯基二胺等例示的多元胺类,或者上述低分子量多元醇及低分子量多元胺。这些物质可以使用1种,也可以混合使用2种以上。

[0054] 本发明的第一技术方案中的异氰酸酯封端的预聚物(A)、多聚二异氰酸酯及增链剂的比可以根据各自的分子量和抛光垫所期望的物性等进行各种变化。多聚二异氰酸酯的添加量优选相对于异氰酸酯封端的预聚物(A)100重量份为5~40重量份,更加优选为10~20重量份。另外,为了得到具有所期望的抛光特性的抛光垫,异氰酸酯成分的异氰酸酯基数与增链剂的活性氢基(羟基、氨基)数之比优选为0.80~1.20,更加优选为0.99~1.15。异氰酸酯基数在上述范围外时,发生固化不良从而不能得到所要求的比重和硬度,抛光特性可能降低。

[0055] 本发明的第二技术方案中的异氰酸酯封端的预聚物(A)、异氰酸酯封端的预聚物(B)及增链剂的比可以根据各自的分子量和抛光垫所期望的物性等进行各种变化。异氰酸酯封端的预聚物(B)的添加量优选相对于异氰酸酯封端的预聚物(A)100重量份为5~60重量份,更加优选为10~40重量份。此外,为了得到具有所期望的抛光特性的抛光垫,上述预聚物的异氰酸酯基数与增链剂的活性氢基(羟基、氨基)数之比优选为0.8~1.2,更优选为0.99~1.15。异氰酸酯基数在上述范围外时,发生固化不良从而不能得到所要求的比重和硬度,抛光特性可能降低。

[0056] 聚氨酯发泡体可以利用熔融法、溶液法等公知的氨基甲酸酯化技术来进行制造,但是考虑到成本、操作环境等时,优选以熔融法来进行制造。

[0057] 本发明的聚氨酯发泡体的制造通过预聚物法来进行。由预聚物法得到的聚氨酯树脂的物理特性优良,因此优选。

[0058] 另外,由于异氰酸酯封端的预聚物(A)及(B)在分子量为约800~约5000时的加工性、物理特性等优良,因此优选。

[0059] 本发明的第一技术方案中,上述聚氨酯发泡体是通过将含有异氰酸酯封端的预聚物(A)和多聚二异氰酸酯的第1成分、以及含有增链剂的第2成分混合,并使其固化来制造的。

[0060] 本发明的第二技术方案中,上述聚氨酯发泡体是通过将含有异氰酸酯封端的预聚物(A)和(B)的第1成分、以及含有增链剂的第2成分混合,并使其固化来制造的。

[0061] 作为聚氨酯发泡体的制造方法,可以列举出添加中空微球的方法、机械发泡法、化学发泡法等。另外,可以组合使用各方法,但特别优选使用了作为聚烷基硅氧烷和聚醚的共聚物的硅类非离子表面活性剂的机械发泡法。作为该硅类非离子表面活性剂,例示出了SH-192、L-5340(東レダウコーニングシリコン制)等作为优选化合物。

[0062] 此外,根据需要还可以添加抗氧化剂等稳定剂、润滑剂、颜料、填充剂、防静电剂以及其它的添加剂。

[0063] 以下对构成抛光垫(抛光层)的微小气泡类型的聚氨酯发泡体的制造方法的例子进行说明。所述聚氨酯发泡体的制造方法具有以下工序。

[0064] 1) 制备气泡分散液的发泡工序

[0065] 本发明的第一技术方案中,在含有异氰酸酯封端的预聚物(A)和多聚二异氰酸酯的第1成分中添加硅类非离子表面活性剂,以使硅类非离子表面活性剂在聚氨酯发泡体中达到0.05~10重量%,在非反应性气体的存在下进行搅拌,使非反应性气体以微小气泡分散,制成气泡分散液。

[0066] 本发明的第二技术方案中,在含有异氰酸酯封端的预聚物(A)及(B)的第1成分中添加硅类非离子表面活性剂,以使硅类非离子表面活性剂在聚氨酯发泡体中达到0.05~10重量%,在非反应性气体的存在下进行搅拌,使非反应性气体以微小气泡分散,制成气泡分散液。

[0067] 将上述预聚物在常温、固体的状态下预热至适宜的温度,熔融后使用。

[0068] 2) 固化剂(增链剂)混合工序

[0069] 在上述气泡分散液中添加含有增链剂的第2成分,进行混合、搅拌,成为发泡反应液。

[0070] 3) 注模工序

[0071] 将上述发泡反应液注入模具中。

[0072] 4) 固化工序

[0073] 将注入模具中的发泡反应液加热,使其固化。

[0074] 作为用于形成上述微小气泡的非反应性气体,优选非可燃性气体,具体而言,可以例示氮气、氧气、二氧化碳、氢气和氩气等稀有气体、以及它们的混合气体,从成本方面考虑,最优选使用经干燥除去水分后的空气。

[0075] 作为使非反应性气体以微小气泡状分散于含有硅类非离子表面活性剂的第1成分中的搅拌装置,可以不受限制地使用公知的搅拌装置,具体而言,可以例示均质器、溶解器、双螺杆行星式混合器(planetary mixer)等。搅拌装置的搅拌叶片的形状没有特别地限制,但使用漏斗型搅拌叶片时可以得到微小气泡,因此优选。

[0076] 另外,在发泡工序中制备气泡分散液的搅拌和在混合工序中添加混合增链剂的搅拌,优选的方式是使用不同的搅拌装置。特别是混合工序中的搅拌可以不是形成气泡的搅

拌,优选使用不卷入大气泡的搅拌装置。作为这样的搅拌装置,优选行星式混合器。发泡工序和混合工序的搅拌装置也可以使用相同的搅拌装置,优选根据需要进行搅拌叶片的旋转速度调节等搅拌条件的调节后使用。

[0077] 在聚氨酯发泡体的制造方法中,将通过发泡反应液注入模具中并反应至不流动的发泡体加热和后固化,具有使发泡体的物理特性提高的效果,因此是非常优选的。也可以作为将发泡反应液注入模具之后立即放入加热烘箱中进行后固化的条件,在这样的条件下,热不会立即传导至反应成分中,因此气泡直径不会变大。固化反应在常压下进行气泡形状稳定,因此优选。

[0078] 在聚氨酯发泡体中,还可以使用叔胺类等公知的促进聚氨酯反应的催化剂。催化剂的种类、添加量考虑混合工序之后注入规定形状的模具的流动时间进行选择。

[0079] 聚氨酯发泡体的制造,即可以是在容器中计量投入并搅拌各成分的间歇方式,也可以是将各成分和非反应性气体连续地供给到搅拌装置并搅拌,送出气泡分散液而制造成形品的连续生产方式。

[0080] 此外,将作为聚氨酯发泡体原料的预聚物装入反应容器中,其后投入增链剂,进行搅拌,之后将其注入指定大小的注模中,制成块状,之后使用刨状或带锯状的切片机将该块状物进行切片的方法、或可以在上述注模阶段将其做成薄片状。此外,还可以将作为原料的树脂熔解,从 T- 形模挤出并成形,直接得到片状的聚氨酯发泡体。

[0081] 所述聚氨酯发泡体的平均气泡直径优选为 $20 \sim 70 \mu\text{m}$,更优选为 $30 \sim 60 \mu\text{m}$ 。而且,上述聚氨酯发泡体在吸水时的尺寸变化率优选为 0.8% 以下,更优选为 0.5% 以下。另外,尺寸变化率的测定方法如实施例所述。此外,所述聚氨酯发泡体的吸水率优选为 4% 以上,更优选为 4.5% 以上。吸水率的测定方法如实施例所述。

[0082] 上述聚氨酯发泡体的 ASKER D 硬度优选为 45 ~ 65 度,更优选为 55 ~ 65 度。

[0083] 本发明的抛光垫(抛光层)的与被抛光材料接触的抛光表面具有用于保持和更新浆料的凹凸结构。由发泡体构成的抛光层在抛光表面具有多个开口,具有保持和更新浆料的作用,但是通过在抛光表面形成凹凸结构,可以更有效地进行浆料的保持和更新,并且,可以防止与被抛光材料的吸附所造成的被抛光材料的破坏。凹凸结构只要是可以保持和更新浆料的形状即可,没有特别限制,例如可以列举出 XY 格子沟、同心圆状沟、贯通沟、非贯通孔、多角棱柱、圆柱、螺旋状沟、偏心圆状沟、放射状沟及这些沟组合成的形状。另外,这些凹凸结构通常具有规则性,但是为了保持和更新浆料,可以在各一定范围内改变沟间距、沟宽度、沟深等。

[0084] 所述凹凸结构的制造方法没有特别地限定,例如可以列举出使用规定尺寸的车刀等夹具进行机械切削的方法、将树脂注入具有规定表面形状的模具并使其固化进行制造的方法、使用具有规定表面形状的压板按压树脂进行制造的方法、使用光刻法进行制造的方法、使用印刷法进行制造的方法以及通过使用二氧化碳激光等激光进行制造的方法等。

[0085] 抛光层的厚度没有特别地限定,通常为约 0.8 ~ 约 4mm,优选为 1.5 ~ 2.5mm。作为制造上述厚度的抛光层的方法,例如可以列举出使用带锯方式或刨机方式的切片机将上述微小发泡体块切成规定厚度的方法、将树脂注入具有规定厚度腔室的模具中并使其固化的方法及使用涂敷技术或片材成形技术的方法等。

[0086] 另外,所述抛光层的厚度偏差优选为 $100 \mu\text{m}$ 以下。厚度偏差超过 $100 \mu\text{m}$ 时,抛光

层具有大的起伏,出现与被抛光材料的接触状态不同的部分,对抛光特性造成不良的影响。此外,为了消除抛光层的厚度偏差,通常在抛光初期,使用将金刚石磨粒电沉积或熔合而形成的修饰剂对抛光层表面进行修饰,但是,超过上述范围时,修饰时间延长,从而导致生产效率下降。

[0087] 作为抑制抛光层厚度偏差的方法,例如可以列举出对切成规定厚度的抛光片表面进行抛光的方法。此外,在进行抛光时,优选以粒度等不同的抛光材料分阶段地进行。

[0088] 本发明的抛光垫可以为所述抛光层与缓冲片贴合而成的抛光垫。

[0089] 所述缓冲片(缓冲层)补充抛光层的特性的。缓冲片在CMP中必须同时满足处于权衡关系的平面性和均匀性两者。平面性是指对具有图案形成时产生的微小凹凸的被抛光材料进行抛光时图案部的平坦性,均匀性是指被抛光材料整体的均匀性。通过抛光层的特性改善平面性,通过缓冲片的特性改善均匀性。本发明的抛光垫中,优选使用比抛光层更柔软的缓冲片。

[0090] 作为上述缓冲片,例如可以列举出聚酯无纺布、尼龙无纺布、丙烯酸无纺布等纤维无纺布及浸渗聚氨酯的聚酯无纺布等树脂浸渗无纺布;聚氨酯泡沫、聚乙烯泡沫等高分子树脂发泡体;丁二烯橡胶、异戊二烯橡胶等橡胶性树脂;以及感光性树脂等。

[0091] 作为将抛光层和缓冲片贴合的方法,例如可以列举用双面胶带夹持并挤压抛光层和缓冲片的方法。

[0092] 上述双面胶带是在无纺布或薄膜等基材的双面设有粘合层的一般结构。从防止浆料向缓冲片渗透等出发,优选使用薄膜作为基材。另外,作为粘合层的组成,例如可以列举出橡胶类粘合剂或丙烯酸类粘合剂等。从金属离子的含量出发,由于丙烯酸类粘合剂金属离子的含量少,因此优选。另外,有时抛光层和缓冲片由于组成不同,因此可以使双面胶带的各粘合层的组成不同,并使各层的粘合力适当。

[0093] 本发明的抛光垫也可以在与台板粘接的面上设置双面胶带。作为该双面胶带,与上述相同,可以使用具有在基材的两面设置有粘合层的一般结构的双面胶带。作为基材,例如可以列举出无纺布和薄膜等。如果考虑到在抛光垫使用后从台板的剥离,基材优选使用薄膜。另外,作为粘合层的组成,例如可以列举出橡胶类粘合剂和丙烯酸类粘合剂等。从金属离子的含量出发,由于丙烯酸类粘合剂的金属离子含量少,因此优选。

[0094] 半导体器件是经使用所述抛光垫对半导体晶片的表面进行抛光的工序进行制造的。半导体晶片通常是指在硅晶片上层压布线金属及氧化膜。半导体晶片的抛光方法、抛光装置没有特别地限制,例如,可以使用如图1所示具有支撑抛光垫(抛光层)1的抛光平台2、支撑半导体晶片4的支撑台(抛光头)5和用于对晶片进行均匀加压的背衬材料、和抛光剂3的供给机构的抛光装置等进行。抛光垫1例如通过用双面胶带粘贴而安装在抛光平台2上。抛光平台2和支撑台5,以使各自支撑的抛光垫1和半导体晶片4相对的方式设置,分别具有旋转轴6、7。另外,支撑台5侧设置有助于将半导体晶片4压在抛光垫1上的加压机构。抛光时,使抛光平台2和支撑台5旋转的同时将半导体晶片4压在抛光垫1上,一边供给浆料一边进行抛光。浆料的流量、抛光载荷、抛光平台转速、以及晶片转速没有特别限制,可以适当进行调节。

[0095] 由此,将半导体晶片4的表面的突出部分除去而抛光为平坦状。之后,通过切片、焊接、包装等制作半导体器件。半导体器件可以用于运算处理装置及存储器等。

[0096] 实施例

[0097] 以下,列举实施例对本发明进行说明,但是,本发明不限于这些实施例。

[0098] [测定、评价方法]

[0099] (数均分子量的测定)

[0100] 数均分子量使用 GPC(凝胶渗透色谱法)进行测定,以标准聚苯乙烯换算。

[0101] GPC 装置:岛津制作所制、LC-10A

[0102] 色谱柱:将 Polymer Laboratories 公司制造的 (PLgel、5 μ m、500Å)、(PLgel、5 μ m、100Å)、及 (PLgel、5 μ m、50Å) 3 根色谱柱连接使用

[0103] 流量:1.0ml/分钟

[0104] 浓度:1.0g/l

[0105] 注入量:40 μ l

[0106] 柱温:40℃

[0107] 洗脱液:四氢呋喃

[0108] (平均气泡直径的测定)

[0109] 用切片机关尽可能薄地平行切割所得聚氨酯发泡体为厚度 1mm 以下的试样,并将其作为平均气泡直径测定用试样。将试样固定在载玻片上,使用 SEM(S-3500N、日立サイエンスシステムズ(株))在 100 倍下进行观察。使用图像分析软件(WinRoof、三谷商事(株))对所得图像进行任意范围的总气泡直径的测定,并计算平均气泡直径。

[0110] (比重测定)

[0111] 根据 JIS Z8807-1976 进行。将制得的聚氨酯发泡体切割为 4cm×8.5cm 的短条带状(厚度:任意),将其作为比重测定用试样,在温度 23℃±2℃、湿度 50%±5%的环境中静置 16 小时。使用比重计(ザルトリウス公司制造),测定比重。

[0112] (硬度测定)

[0113] 根据 JIS K6253-1997 进行。将制得的聚氨酯发泡体切割为 2cm×2cm(厚度:任意)大小,并将其作为硬度测定用试样,在温度 23℃±2℃、湿度 50%±5%的环境中静置 16 小时。测定时将试样重叠,使厚度达到 6mm 以上。使用硬度计(高分子计器公司制造,ASKER D 型硬度计)测定硬度。

[0114] (吸水时尺寸变化率的测定)

[0115] 根据 JIS K7312 进行。将制得的聚氨酯发泡体切成宽 20mm×长 50mm×厚 1.27mm 大小,并将其作为试样。将该试样在 25℃的蒸馏水中浸渍 48 小时,将浸渍前后的长度代入下述式中,计算尺寸变化率。

[0116] 尺寸变化率(%) = ((浸渍后的长度 - 浸渍前的长度) / 浸渍前的长度) × 100

[0117] (吸水率的测定)

[0118] 根据 JIS K7312 进行。将制得的聚氨酯发泡体切成宽 20mm×长 50mm×厚 1.27mm 大小,将其作为试样。将该试样在 25℃的蒸馏水中浸渍 48 小时,将浸渍前后的重量代入下述式中,计算吸水率。

[0119] 吸水率(%) = ((浸渍后的重量 - 浸渍前的重量) / 浸渍前的重量) × 100

[0120] (抛光特性的评价)

[0121] 使用 SPP600S(冈本工作机械公司制)作为抛光装置、使用制得的抛光垫来评价

抛光速度。抛光速度是对每 1 片在 8 英寸的硅晶片上成膜有 $1\mu\text{m}$ 的热氧化膜的晶片抛光 $0.5\mu\text{m}$ ，由此时的时间而计算出的。将晶片第 100 片、第 300 片及第 500 片的抛光速度示出于表 2。氧化膜的膜厚测定使用干涉式膜厚测定装置（大冢电子公司制）。作为抛光条件，在抛光中以流量 150ml/分钟 添加硅浆料（SS12、キヤボット公司制）作为浆料。将抛光载荷设为 350g/cm^2 、抛光平台转速设为 35rpm 、晶片转速设为 30rpm 。

[0122] 平坦化特性的评价中，在 8 英寸的硅晶片上堆积 $0.5\mu\text{m}$ 的热氧化膜后进行规定的图案形成，然后以 p-TEOS 堆积 $1\mu\text{m}$ 的氧化膜，制造初期阶差为 $0.5\mu\text{m}$ 的带有图案的晶片。在上述条件下对该晶片进行抛光。

[0123] 作为平坦化特性，测定切削量。在宽 $270\mu\text{m}$ 的线 (Line) 以 $30\mu\text{m}$ 的间隔 (Space) 排列而成的图案、和宽 $30\mu\text{m}$ 的线以 $270\mu\text{m}$ 的间隔排列而成的图案中，测定上述 2 种图案的线上部的阶差为 $2000\text{\AA}$ 以下时 $270\mu\text{m}$ 的间隔的切削量。间隔的切削量少时，不想切削的部分的切削量少，显示出高的平坦性。将晶片第 100 片、第 300 片及第 500 片的切削量示出于表 1 和表 2。

[0124] 面内均匀性的评价可以通过如下方法计算：使用在 8 英寸硅晶片上堆积了 $1\mu\text{m}$ 热氧化膜而得到的晶片，在上述抛光条件下抛光 2 分钟，如图 2 所示，由晶片上的 25 点特定位置的抛光前后的膜厚测定值，求出抛光速度最大值和抛光速度最小值，将这些值代入下述式中进行计算。将晶片第 100 片、第 300 片及第 500 片的面内均匀性示出于表 1 及表 2。另外，面内均匀性的值越小，表示晶片表面的均匀性越高。

[0125] 面内均匀性 (%) = $\{(\text{抛光速度最大值} - \text{抛光速度最小值}) / (\text{抛光速度最大值} + \text{抛光速度最小值})\} \times 100$

[0126] [本发明的第一技术方案]

[0127] 实施例 1

[0128] 在容器装入甲苯二异氰酸酯 (2,4- 体 / 2,6- 体 = 80/20 的混合物) 1229 重量份、4,4'-二环己基甲烷二异氰酸酯 272 重量份、数均分子量为 1018 的聚四亚甲基醚二醇 1901 重量份和二乙二醇 198 重量份，在 70°C 下反应 4 小时，得到异氰酸酯封端的预聚物 (A)。

[0129] 向聚合容器中加入该预聚物 (A) 100 重量份、多聚 1,6- 六亚甲基二异氰酸酯（住化バイエルウレタン社制、スミジユール N-3300、异氰脲酸酯型）20 重量份及硅类非离子表面活性剂（東レダウコーニングシリコン社制、SH-192）3 重量份，并进行混合，将温度调节为 80°C ，进行减压脱泡。其后，使用搅拌叶片以转速 900rpm 进行约 4 分钟的剧烈搅拌，以使反应体系中混入气泡。向其中添加预先在 120°C 下熔融的 4,4'-亚甲基双（邻氯苯胺）39 重量份。将该混合液搅拌约 70 秒钟，之后注入到盘型的敞口模具（注模容器）中。在该混合液的流动性消失的时刻，将其放入烘箱内，于 100°C 下进行 16 小时的后固化，得到聚氨酯发泡体块。

[0130] 使用切片机（アミテック公司制造、VGW-125）将加热到约 80°C 的上述聚氨酯发泡体块进行切片，得到聚氨酯发泡体薄片。然后，使用磨光机（アミテック公司制造）对该薄片进行表面磨光处理，直至其厚度成为 1.27mm ，得到厚度精度调节后的薄片。将该磨光处理后的薄片以直径 61cm 进行冲裁，并使用沟加工机（テクノ公司制造）对薄片表面进行沟宽 0.25mm 、沟间距 1.50mm 、沟深 0.40mm 的同心圆状的沟加工，得到抛光薄片（抛光层）。使用层压机将双面胶带（积水化学工业社制、ダブルタックテープ）粘贴在与该抛光薄片的沟

加工面相反侧的面。进而,对电晕处理后的缓冲片(東レ社制、聚乙烯泡沫、トーレペフ、厚度 0.8mm)的表面进行磨光处理,并使用层压机将其粘贴在所述双面胶带上。然后,使用层压机在缓冲片的另一面粘贴双面胶带,制造抛光垫。

[0131] 实施例 2

[0132] 除使用多聚 1,6-六亚甲基二异氰酸酯(住化バイエルウレタン社制、スミジュール N-3200、缩二脲型)20 重量份作为多聚二异氰酸酯之外,使用与实施例 1 相同的方法制作抛光垫。

[0133] 实施例 3

[0134] 除将实施例 1 中スミジュール N-3300 的添加量由 20 重量份改为 10 重量份之外,使用与实施例 1 相同的方法制作抛光垫。

[0135] 比较例 1

[0136] 除在实施例 1 中不添加スミジュール N-3300 之外,使用与实施例 1 相同的方法,制作抛光垫。

[0137] 表 1

[0138]

	平均气泡 直径(μm)	比重	D 硬度 (度)	尺寸 变化率(%)	切削量(A)			面内均匀性		
					100 片	300 片	500 片	100 片	300 片	500 片
实施例 1	52	0.86	61	0.40	2700	2700	2750	5.5	6.0	7.0
实施例 2	54	0.87	62	0.43	2700	2750	2800	5.5	6.2	7.1
实施例 3	51	0.86	55	0.45	2900	2950	3000	5.5	6.5	7.5
比较例 1	51	0.86	52	0.90	3200	3350	3550	7.5	10.0	20.0

[0139] 由表 1 的结果可知,本发明的抛光垫在吸湿或吸水时的尺寸稳定性高,且平坦化特性及面内均匀特性的不均匀得到了抑制。

[0140] [本发明的第二技术方案]

[0141] 实施例 1

[0142] 向容器中装入甲苯二异氰酸酯(2,4-体/2,6-体=80/20的混合物)1229 重量份、4,4'-二环己基甲烷二异氰酸酯 272 重量份、数均分子量为 1018 的聚四亚甲基醚二醇 1901 重量份和二乙二醇 198 重量份,在 70℃下反应 4 小时,得到异氰酸酯封端的预聚物(A)。

[0143] 另外,向容器中装入多聚 1,6-六亚甲基二异氰酸酯(住化バイエルウレタン社制、スミジュール N-3300、异氰脲酸酯型)100 重量份和及数均分子量为 250 的聚四亚甲基醚二醇 16.3 重量份(NCO 指数:4),使其在 100℃下反应 3 小时,得到异氰酸酯封端的预聚物(B1)。

[0144] 向聚合容器中加入上述预聚物(A)100 重量份、上述预聚物(B1)23.3 重量份及硅类非离子表面活性剂(東レタウコーニングシリコン制造、SH-192)3.7 重量份,并进行混合,将温度调节为 70℃,进行减压脱泡。其后,使用搅拌叶片以转速 900rpm 进行约 4 分钟的剧烈搅拌,以使反应体系中混入气泡。此时,向其中添加预先在 120℃下熔融的 4,4'-亚甲基双(邻氯苯胺)36.1 重量份(NCO 指数:1.1)。将该混合液搅拌约 70 秒钟后,注入到盘型

的敞口模具（注模容器）中。在该混合液的流动性消失的时刻，将其放入烘箱内，于 100℃ 下进行 16 小时的后固化，得到聚氨酯发泡体块。

[0145] 使用切片机（アミテック公司制造、VGW-125）将加热到约 80℃ 的上述聚氨酯发泡体块进行切片，得到聚氨酯发泡体薄片。然后，使用磨光机（アミテック公司制造）对该薄片进行表面磨光处理，直至其厚度成为 1.27mm，得到厚度精度调节后的薄片。将该磨光处理后的薄片以直径 61cm 的大小进行冲裁，使用沟加工机（テクノ公司制造）对薄片表面进行沟宽 0.25mm、沟间距 1.50mm、沟深 0.40mm 的同心圆状的沟加工，得到抛光薄片（抛光层）。使用层压机将双面胶带（积水化学工业公司制造、ダブルタックテープ）粘贴在与该抛光薄片的沟加工面相反侧的面。然后，对电晕处理后的缓冲片（東レ公司制造、聚乙烯泡沫、トーレペフ、厚度 0.8mm）的表面进行磨光处理，并使用层压机将其粘贴在上双面胶带上。其后，使用层压机在缓冲薄片的另一面粘贴双面胶带，制造抛光垫。

[0146] 实施例 2

[0147] 向容器中装入多聚 1,6-六亚甲基二异氰酸酯（住化バイエルウレタン公司制造、スミジュール N-3300、异氰脲酸酯型）100 重量份和数均分子量为 650 的聚四亚甲基醚二醇 42.4 重量份（NCO 指数：4），使其在 100℃ 下反应 3 小时，得到异氰酸酯封端的预聚物（B2）。

[0148] 除使用预聚物（B2）28.5 重量份代替实施例 1 中的预聚物（B1）23.3 重量份，将 SH-192 的添加量由 3.7 重量份改为 4.3 重量份，并将 4,4'-亚甲基双（邻氯苯胺）的添加量由 36.1 重量份改为 36.0 重量份之外，使用与实施例 1 相同的方法制作抛光垫。

[0149] 实施例 3

[0150] 除将实施例 1 中预聚物（B1）的添加量由 23.3 重量份改为 11.7 重量份，将 SH-192 的添加量由 3.7 重量份改为 3.3 重量份，并将 4,4'-亚甲基双（邻氯苯胺）的添加量由 36.1 重量份更换为 31.3 重量份之外，使用与实施例 1 相同的方法制作抛光垫。

[0151] 比较例 1

[0152] 除在实施例 1 中，不添加预聚物（B1），将 SH-192 的添加量由 3.7 重量份改为 3.0 重量份，并将 4,4'-亚甲基双（邻氯苯胺）的添加量由 36.1 重量份改为 26.6 重量份之外，使用与实施例 1 相同的方法制作抛光垫。

[0153]

表 2

	平均气泡 直径(μm)	比重	D 硬度 (度)	尺寸变 化率(%)	吸水率 (%)	抛光速度($\text{\AA}/\text{分钟}$)			切削量($\text{\AA}$)			面内均匀性(%)		
						100 片	300 片	500 片	100 片	300 片	500 片	100 片	300 片	500 片
实施例 1	52	0.86	59	0.41	5.5	2500	2500	2500	2700	2700	2750	5.5	6.0	7.0
实施例 2	54	0.87	57	0.42	5.0	2350	2350	2350	2800	2850	2900	5.5	6.3	7.5
实施例 3	51	0.86	57	0.45	4.8	2300	2300	2300	2850	2900	3000	5.5	6.5	7.5
比较例 1	51	0.86	52	0.90	3.5	2000	1800	1600	3200	3350	3550	7.5	10.0	20.0

[0154] 由表 2 的结果可知,本发明的抛光垫具有高吸水性的同时,吸湿或吸水时的尺寸稳定性高,抛光速度、平坦化特性及面内均匀特性优良,该特性的不均匀也得到了抑制。

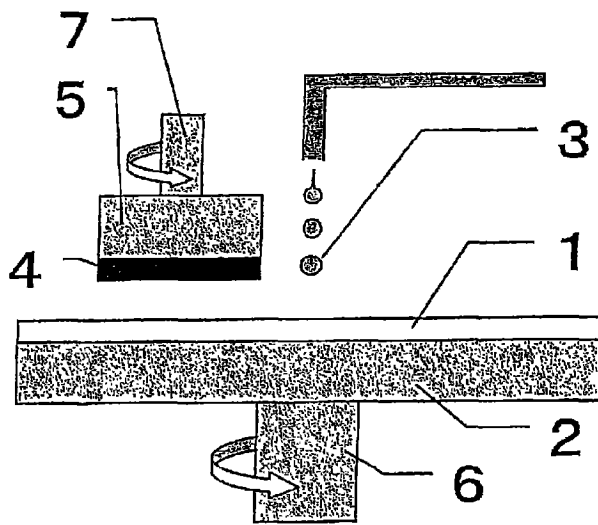


图 1

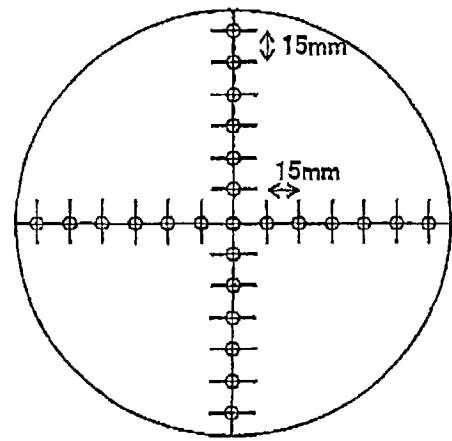


图 2