

四、聲明事項：

主張專利法第二十二條第二項 第一款或 第二款規定之事實，其事實發生日期為： 年 月 日。

申請前已向下列國家（地區）申請專利：

【格式請依：受理國家（地區）、申請日、申請案號 順序註記】

有主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

1. 美國；2004 年 02 月 03 日；10/772,054

2.

無主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

1.

2.

主張專利法第二十九條第一項國內優先權：

【格式請依：申請日、申請案號 順序註記】

主張專利法第三十條生物材料：

須寄存生物材料者：

國內生物材料 【格式請依：寄存機構、日期、號碼 順序註記】

國外生物材料 【格式請依：寄存國家、機構、日期、號碼 順序註記】

不須寄存生物材料者：

所屬技術領域中具有通常知識者易於獲得時，不須寄存。

九、發明說明：

【發明所屬之技術領域】

此說明書係關於可用於拋光及平面化基材之拋光墊，特別是關於具有均勻拋光性之拋光墊。

【先前技術】

聚胺基甲酸酯拋光墊為主要墊類供各種要求精確拋光之應用。此等聚胺基甲酸酯拋光墊可有效用於拋光矽晶圓、帶花紋晶圓、平板顯示器及磁性儲存光碟。特別是，聚胺基甲酸酯拋光墊提供機械整合性及耐化學性供大部分用以製造積體電路之拋光操作。例如，聚胺基甲酸酯拋光墊具有抗拒撕裂之高強度；在拋光時避免撕裂問題之耐磨蝕性；及抗拒強酸與強苛性拋光溶液侵襲之穩定性。

半導體之製造通常涉及若干化學機械平面化(CMP)過程。在各CMP過程中，拋光墊與拋光溶液如含磨料拋光淤漿或無磨料反應性液體之組合可除去過量材料，其方式為平面化或保持平坦度供容納後續層。此等層之堆積以形成積體電路之方式組合。此等半導體之製造由於要求裝置具有較高操作速度、較低漏失電流及降低電力消耗變成更加複雜。根據裝置的結構，此轉換成較細緻外觀幾何形狀及增加的金屬化準位。此等增加的嚴格裝置設計要求驅使採納銅金屬化結合具有較低介電質常數之新穎介電質材料。通常與低k及超低k材料相關之降低的物理性結合裝置增加的複雜性導致對CMP消耗品如拋光墊及拋光溶液有較大要求。

明確而言，低k及超低k介電質較傳統介電質傾向具有較低機械強度及較差黏合力，使得平面化更加困難。此外，隨著積體電路外部尺寸之增加，CMP引起的缺陷如刮痕變成較大爭議。此外，積體電路降低的薄膜厚度需要改良缺陷，同時提供可接受的表面狀態至晶圓基材—此等表面狀態需要增加的嚴格平面性、凹陷及腐蝕規格。

經證實鑄造聚胺基甲酸酯成為餅狀物並將餅狀物切成若干薄拋光墊為有效方法供製造具有一致性可再製拋光性之拋光墊。Vishwanathan等人於PCT Pub.No.01.91971揭示一組特性供改良拋光性能包括在30°C與90°C下之E'(彈性儲存模數)及若干其他特性。然而，自鑄造與刮削法製成之聚胺基甲酸酯墊可具有自拋光墊的鑄造位置引起的拋光變異。例如，自底部鑄造位置與頂部鑄造位置切割之墊具有不同密度與孔隙度。此外，拋光墊在墊內之密度與孔隙度方面具有中心對邊緣變異。此等變異對大部分要求應用如低k帶花紋晶圓會不利地影響拋光。因此，有具有改良密度與孔隙度均勻性之聚胺基甲酸酯拋光墊之要求。

【發明內容】

本發明提供一種拋光墊，其適合平面化至少一個半導體、光學及磁性基材，此拋光墊包括自預聚合物多元醇與多官能芳香族異氰酸酯之預聚合物反應所形成之異氰酸酯封端的反應產物形成之經鑄造聚胺基甲酸酯聚合材料，多官能芳香族異氰酸酯具有低於8重量%脂肪族異氰酸酯而異氰酸酯封端的反應產物具有4.5至8.7重量%未反應

NCO，異氰酸酯封端的反應產物係用選自包括固化性聚胺、固化性多元醇、固化性醇胺及其混合物之群的固化劑固化；及此拋光墊含有至少0.1體積%填充料或孔隙度。

在本發明之另一態樣中，本發明提供一種拋光墊，其適合平面化半導體基材，此拋光墊包括自選自聚伸丁醚二醇、聚酯多元醇、聚伸丙醚二醇、其共聚物及其混合物之群之預聚合物多元醇與多官能芳香族異氰酸酯之預聚合物反應所形成之異氰酸酯封端的反應產物形成之經鑄造聚胺基甲酸酯聚合材料，多官能芳香族異氰酸酯具有低於5重量%脂肪族異氰酸酯而異氰酸酯封端的反應產物具有4.5至8.7重量%未反應NCO，異氰酸酯封端的反應產物係用具有可膨脹聚合小球體之固化劑固化，固化劑選自包括固化性聚胺、固化性多元醇、固化性醇胺及其混合物之群；及此拋光墊包含至少0.1體積%之孔隙度。

在本發明之另一態樣中，本發明提供一種形成適合平面化半導體基材之拋光墊之方法，其包括自預聚合物多元醇與多官能芳香族異氰酸酯之預聚合物反應形成異氰酸酯封端的反應產物來鑄造聚胺基甲酸酯聚合材料，多官能芳香族異氰酸酯具有低於8重量%脂肪族異氰酸酯而異氰酸酯封端的反應產物具有4.5至8.7重量%未反應NCO，異氰酸酯封端的反應產物係用選自包括固化性聚胺、固化性多元醇、固化性醇胺及其混合物之群的固化劑固化；及此拋光墊含有至少0.1體積%填充料或孔隙度。

【實施方式】

經鑄造聚胺基甲酸酯拋光墊適合平面化半導體、光學及磁性基材。此墊之特殊拋光特性局部自預聚合物多元醇與多官能異氰酸酯之預聚合物反應產物所造成。預聚合物產物係用選自包括固化性聚胺、固化性多元醇、固化性醇胺及其混合物之群的固化劑固化以形成拋光墊。頃發現控制未反應NCO於預聚合物反應產物內之量可改良多孔墊的均勻性遍及聚胺基甲酸酯鑄造。

明確而言，控制預聚合物的重量%未反應NCO顯示限制自鏈伸長反應之放熱。此限制在鑄造材料內之溫度增加並可改良密度跨越墊之均勻性並通過"如此鑄造"餅狀物。早期經鑄造聚胺基甲酸酯拋光墊之較低墊均勻性自用以製造自Rohm and Haas Electronic Materials CMP Technologies之ICTM墊之Adiprene L325之高重量% NCO引起(Adiprene®為Crompton/Uniroyal之胺基甲酸酯預聚合物產物)。然而，由於大部分可行性NCO於Adiprene L325內為較低反應性之脂肪族4,4'-二環己甲烷二異氰酸酯而非所有TDI，此放熱並非如所有芳香族異氰酸酯系統般大。控制預聚合物反應產物的反應性重量% NCO藉控制反應之放熱改良在製造過程時溫度之均勻性。若重量% NCO太高時，拋光墊之中間與頂部會過熱，尤其對於自經鑄造聚胺基甲酸酯餅狀物刮削之拋光墊。若重量% NCO太低時，聚胺基甲酸酯之凝結時間會太長而導致不均勻性，如在延長凝結過程中高密度顆粒之下沉或高密度顆粒及孔隙之漂浮。控制預聚合物的重量%未反應NCO在4.5與8.7重量%之間提供具有均勻特性之經

鑄造聚胺基甲酸酯拋光墊。較佳的是，預聚合物的重量%未反應NCO在4.7與8.5之間。

聚合物可有效形成多孔與填充拋光墊。為了此說明書之目的起見，拋光墊之填充料包括在拋光期間移除或溶解之固態顆粒及液體填充的顆粒或球體。為了此說明書之目的起見，孔隙度包括自其他手段形成之氣體填充的顆粒、氣體填充的球體及空隙，例如，以機械方式將氣體起泡入黏性系統內、將氣體注入聚胺基甲酸酯熔物內、使用與氣體產物之化學反應就地導入氣體或降低壓力以使溶解的氣體形成氣泡。拋光墊包含孔隙度或填充料濃度為至少0.1體積%。此孔隙度或填充料促進拋光墊之能力以在拋光期間轉移流體。較佳的是，拋光墊具有孔隙度或填充料濃度為至少0.2至70體積%。最佳的是，拋光墊具有孔隙度或填充料濃度為至少0.25至60體積%。較佳的是，孔隙或填充料顆粒具有重量平均直徑為10至100微米。最佳的是，孔隙或填充料顆粒具有重量平均直徑為15至90微米。膨脹的中空聚合小球體的重量平均直徑之公稱範圍為15至50微米。

控制未反應NCO濃度對控制直接或間接地用填充料氣體形成之孔隙之孔隙均勻性特別有效。此乃因為氣體在太大速率下容易受到膨脹並較固體及液體更大程度。例如，此法對由鑄造就地預膨脹或膨脹之中空小球體形成之孔隙；由使用化學起泡劑；由氣體內之機械方式起泡；及使用溶解的氣體如氫氣、二氧化碳、氮氣、氧氣及空氣或超臨界流體如超臨界二氧化碳或就地形成之氣體作為反應產物特

別有效。

關於拋光含有氣體孔隙或氣體填充的小球體之拋光墊，拋光墊的不均勻性顯示由以下驅動：1)反應系統之溫度輪廓；2)所得孔隙面積之膨脹性，其中溫度增加在孔隙膨脹溫度之溫度以上，而周圍聚合基質仍未如此鎖定於位置俾可回應；及3)由於反應及各種局部加熱與冷卻功效之結果反應或固化聚合物基質之黏度輪廓。在透過聚合中空小球體加入之孔隙之情況下，其Tg係關於回應之臨界溫度。在此溫以上之聚合小球體傾向生長及變形。當用中空聚合小球體及用經控制重量%未反應NCO之鑄造時，小球體的預鑄造體積與小球體的最後體積較佳仍在8%平均預鑄造體積內，遍及經鑄造聚胺基甲酸酯材料。最佳的是，小球體的最後體積在7%平均預鑄造體積內，遍及經鑄造聚胺基甲酸酯材料。

習知文件顯示體積減少作為對在高溫下保持之預膨脹Expancel小球體之時間函數。然而，經膨脹小球體之進一步膨脹可促進拋光墊之增加的不均勻性。藉由限制重量%未反應NCO控制製造過程中之熱經歷，可產生具有更均勻密度遍及各個墊及餅狀物之拋光墊。具有更均勻密度之墊調配物可提供較未經控制之墊調配物更一致性移除速率及表面狀態控制，實用上可得更大CMP加工控制。

關於Adiprene L325預聚合物，尖峰放熱溫度到達高至264°F (129°C)。此等溫度即在膨脹開始溫度以上並完全接近最大膨脹之溫度供Expancel小球體551DU40-自其產生

551DE40d42之未膨脹小球體-275-289°F (135-143°C)。通常，由於較大加熱及所得較大孔隙膨脹，經鑄造餅狀物中心之密度較低。拋光墊的孔隙度變異亦傾向隨著增加最初孔隙體積、增加材料溫度及增加鑄造材料之質量而增加。

若周圍聚合物仍充分移動，其可隨著小壓力再排列時，因為僅孔隙可膨脹，所以亦重要的是，系統之重量%未反應NCO及聚合物主鏈調配之能力不太低，或孔隙或填充料可因密度緩慢地膨脹或分離，以得較寬密度分佈。

較佳的是，聚合材料為聚胺基甲酸酯。為了本說明書起見，"聚胺基甲酸酯"為自二官能或多官能異氰酸酯如聚醚脲、聚酯脲、聚異氰酸酯、聚胺基甲酸酯、聚脲、聚胺基甲酸酯脲、其共聚物及其混合物衍生之產物。一種控制墊拋光性之方式為改變其化學組合物。此外，原料及製程之選擇會影響聚合物表面狀態及用以製造拋光墊之材料的最終特性。

較佳的是，胺基甲酸酯部分涉及異氰酸酯封端的胺基甲酸酯預聚合物自多官能芳香族異氰酸酯及預聚合物多元醇之製備。為了本說明書起見，術語預聚合物多元醇包括二醇、多元醇、多元醇-二醇、其共聚物及其混合物。較佳的是，預聚合物多元醇係選自聚伸甲醚二醇[PTMEG]、聚伸丙醚二醇[PPG]、以酯為主多元醇如己二酸伸乙酯或伸丁酯、其共聚物及其混合物之群。多官能芳香族異氰酸酯之例包括二異氰酸2,4-甲苯酯、二異氰酸2,6-甲苯酯、二異氰酸4,4'-二苯基甲烷酯、萘-1,5-二異氰酸酯、二異氰酸聯甲

苯胺酯、二異氰酸對伸苯酯、二異氰酸二甲苯酯及其混合物。多官能芳香族異氰酸酯包含低於8重量%脂肪族異氰酸酯，如二異氰酸4,4'-二環己基甲烷酯、二異氰酸異佛爾酮及環己烷二異氰酸酯。通常，脂肪族異氰酸酯較芳香族異氰酸酯反應性更低且更加逐漸地將熱釋放入系統內。較佳的是，多官能芳香族異氰酸酯包含低於5重量%脂肪族異氰酸酯，更佳的是，低於1重量%脂肪族異氰酸酯。

預聚合物多元醇之例包括聚醚多元醇，如聚(氧四伸甲基)二醇、聚(氧伸丙基)二醇及其混合物、聚碳酸酯多元醇、聚酯多元醇、聚己內酯多元醇及其混合物。實例多元醇可與低分子量多元醇，包括乙二醇、1,2-丙二醇、1,3-丙二醇、1,2-丁二醇、1,3-丁二醇、2-甲基-1,3-丙二醇、1,4-丁二醇、新戊二醇、1,5-戊二醇、3-甲基-1,5-戊二醇、1,6-己二醇、二乙二醇、二丙二醇及其混合物混合。

較佳的是，預聚合物係選自聚伸丁醚二醇、聚酯多元醇、聚伸丙醚二醇、聚己內酯多元醇、其共聚物及其混合物之群。若預聚合物多元醇為PTMEG、其共聚物或其混合物時，異氰酸酯封端反應產物最佳為具有重量%未反應NCO範圍為5.8至8.7。PTMEG屬多元醇之特定實例如下：Terathane®2900、2000、1800、1400、1000、650及250獲自DuPont公司；Polymeg®2000、1000、1500、650獲自Lyondell公司；PolyTHF®650、1000、1800、2000獲自BASF公司；及低分子量類型如1,2-丁二醇、1,3-丁二醇及1,4-丁二醇。若預聚合物多元醇為PPG、其共聚物或其混合物時，異氰

酸酯封端反應產物最佳為具有重量%未反應NCO範圍為5至8。PPG屬多元醇之特定實例如下:Arcol®PPG-425、725、1000、1025、2000、2025、3025及4000獲自Bayer公司；Voranol®220-028、220-094、220-110N、220-260、222-029、222-056、230-056獲自Dow公司；Desmophen®1110BD、Acclaim®Polyol 4200均獲自Bayer公司。若預聚合物多元醇為酯、其共聚物或其混合物時，異氰酸酯封端反應產物最佳為具有重量%未反應NCO範圍為4.5至7。酯多元醇之特定實例如下:Millester 1、11、2、23、132、231、272、4、5、510、51、7、8、9、10、16、253獲自Polyurethane Specialties公司；Desmophen® 1700、1800、2000、2001KS、2001K²、2500、2501、2505、2601、PE65B獲自Bayer公司；Rucoflex S-1021-70、S-1043-46獲自Bayer公司。

通常，預聚合物反應產物係用可固化多元醇、乙醇胺或其混合物反應或固化。為了此說明書之目的起見，聚胺類包括二胺及其他多官能胺。可固化據安之例包括芳香族二胺或聚胺，如4,4'-伸甲-雙-鄰氯苯胺[MBCA]、4,4'-伸甲-雙-(3-氯-2,6-二乙基苯胺[MCDEA]；二甲基硫代甲苯二胺；三伸甲二醇二-對胺基苯甲酸酯；聚四伸甲氧化物二-對胺基苯甲酸酯；聚四伸甲氧化物單-對胺基苯甲酸酯；聚伸丙氧化物二-對胺基苯甲酸酯；聚伸丙氧化物單-對胺基苯甲酸酯；1,2-雙(2-胺基苯基硫代)乙烷；4,4'-伸甲-雙-苯胺；二乙基甲苯二胺；5-第三丁基-2,4-及3-第三丁基-2,6-甲苯二胺；5-第三戊基-2,4-及3-第三戊基-2,6-甲苯二胺及氯甲苯二

胺。視需要而定，可使用避免使用預聚合物之單一混合步驟製造拋光墊用之胺基甲酸酯聚合物。

較佳選擇使所得墊表面狀態隱定且容易再製造之用以製造拋光墊之聚合物之成份。例如，當將4,4'-伸甲-雙-鄰氯苯胺[MBCA]與二異氰酸酯混合以形成聚胺基甲酸酯聚合物時，通常最好控制單胺、二胺及三胺之準位。控制單胺、二胺及三胺之比例可促進保持一致性範圍內之交聯。此外，通常控制添加劑如抗氧化劑以及雜質如一致性製造用水亦很重要。例如，因為水與異氰酸酯反應以形成氣態二氧化碳，所以控制水濃度會影響形成孔隙於聚合基質內之二氧化碳氣泡之濃度。

聚胺基甲酸酯材料較佳自二異氰酸甲苯酯及聚伸丁醚二醇與4,4'-伸甲-雙-鄰氯苯胺之預聚合物反應產物形成。較佳的是，預聚合物反應產物具有4.55至8.7重量%未反應NCO。在此未反應NCO範圍內之適當預聚合物之例包括：Airthane®預聚合物PET-70D、PHP-70D、PET-60D、PET-95A、PET-93A、PST-95A、PPT-95A、Versathane®預聚合物STE-95A、STE-P95、Versathane®-C預聚合物1050、1160、D-5QM、D-55、D-6，由Air Products and Chemicals公司製造，及Adiprene®預聚合物LF600D、LF601D、LF700D、LF950A、LF952A、LF939A、LFG963A、LF1930A、LF1950A、LF1600A、L167、L367，由Crompton Corporation之Uniroyal Chemical Products 分公司製造。此外，除了上述例示以外之其他預聚合物之摻合物由於摻合結果亦可用以到達適當

%未反應NCO準位。許多上述例示之預聚合物如LF600D、LF601D、LF700D及LFG963A為低游離異氰酸酯預聚合物，其具有低於0.1重量%游離TDI單體並較傳統預聚合物具有更一致性預聚合物分子量分布，而便利形成具有優異拋光特性之拋光墊。此改良預聚合物分子量一致性及低游離異氰酸酯單體提供最初較低黏度預聚合物，其傾向更快速凝結、便利黏度控制，其可進一步改良孔隙度分佈及拋光墊一致性。對於大部份預聚合物，低游離異氰酸酯單體較佳在0.5重量%以下。此外，通常具有較高反應準位(即，超過一個多元醇由二異氰酸酯在各端上覆蓋)及較高準位游離二異氰酸甲酯預聚合物之"傳統"預聚合物亦應產生類似結果。此外，低分子量多元醇添加劑如二乙二醇、丁二醇及三丙二醇可便利預聚合物反應產物的重量%未反應NCO之控制。

除了控制重量%未反應NCO以外，固化劑與預聚合物之反應產物較佳具有OH或NH₂對未反應NCO化學計量比為80至120%；最佳的是，其具有OH或NH₂對未反應NCO化學計量比為80至110%。

若拋光墊為聚胺基甲酸酯材料時，拋光墊較佳具有密度為0.5至1.25克/立方厘米。最佳的是，聚胺基甲酸酯拋光墊具有密度為0.6至1.15克/立方厘米。

實例

下表提供預聚合物及小球體調配物供鑄造聚胺基甲酸酯餅狀物。此等調配物包含各種量之聚合小球體供產生具有

不同預聚合物調配物之孔隙度。此等調配物試驗二異氰酸甲苯酯 [TDI] 與聚伸甲醚二醇 [PTMEG]、聚伸丙醚二醇 [PPG] 及自異氰酸酯封端的預聚合物之酯主鏈。如下表所示，調配物 1 至 9 表示本發明之調配物而調配物 A 至 E 表示比較例。明確而言，比較例 A 對應美國專利 5,578,362 號之實例 1 之調配物；比較例 B 對應 IC1000™ 聚胺基甲酸酯拋光墊之調配物，由 Rohm and Haas Electronic Materials CMP Technologies 公司銷售。包含於異氰酸酯封端的預聚合物內之未反應 NCO 之量範圍為 5.3 至 9.11%。

表 1

拋光墊成份

調配物	多元醇主鏈	異氰酸酯 ADIPRENE	未反應 NCO Wt. %	小球體 EXPANCEL	小球體 重量%	經評估 小球體密度
A-1	PTMEG	L325	9.11	551DE40d42	1.78	0.043
A-2	PTMEG	L325	9.11	N/A	0.00	0.043
B-1	PTMEG	L325	9.11	551DE40d42	1.58	0.043
B-2	PTMEG	L325	9.11	551DE40d42	2.10	0.043
B-3	PTMEG	L325	9.11	551DE40d42	1.56	0.043
B-4	PTMEG	L325	9.11	N/A	0.00	0.043
B-5	PTMEG	L325	9.11	551DE40d42	1.58	0.043
C-1	PTMEG	LF751D	9.02	N/A	0.00	0.042
C-2	PTMEG	LF751D	9.02	551DE40d42	0.89	0.042
C-3	PTMEG	LF751D	9.02	551DE40d42	1.71	0.042
D	PTMEG	LF600D	7.12	N/A	0.00	0.042
1	PTMEG	LF600D	7.12	551DE40d42	0.88	0.042
2	PTMEG	LF600D	7.12	551DE40d42	1.75	0.042
E	PTMEG	LF700D	8.13	N/A	0.00	0.042
3	PTMEG	LF700D	8.13	551DE40d42	0.87	0.042
4	PTMEG	LF700D	8.13	551DE40d42	1.73	0.042
5	PTMEG	LF600D	7.18	551DE40d42	1.25	0.043
6	PTMEG	LF950A	5.99	551DE40d42	2.01	0.042
7-1	PTMEG	LF950A	5.99	551DE40d60	1.76	0.060
7-2	PTMEG	LF950A	5.99	551DE20d60	1.78	0.055
8	PPG	LFG963A	5.75	551DE40d42	1.25	0.043
9-1	酯	LF950A	5.4	551DE20d60	2.56	0.060
9-2	酯	LF950A	5.3	551DE20d60	2.55	0.061

Adiprene® 為 Crompton/Uniroyal Chemical 公司之胺基甲酸酯預聚合物產物。

L325為H₁₂MDI/TDI-PTMEG，具有未反應NCO為8.95至9.25重量%。

LF600D為TDI-PTMEG，具有未反應NCO為7.1至7.4重量%。

LF700D為TDI-PTMEG，具有未反應NCO為8.1至8.4重量%。

LF751D為TDI-PTMEG，具有未反應NCO為8.9至9.2重量%。

LF950A為TDI-PTMEG，具有未反應NCO為5.9至6.2重量%。

LF963A為TDI-PPG，具有未反應NCO為5.55至5.85重量%。

LF1950A為TDI-酯，具有未反應NCO為5.24至5.54重量%。

Expancel® 551DE40d42為30-50微米重量平均直徑中空聚合小球體，由Akzo Nobel公司製造

Expancel® 551DE20d60為15-25微米重量平均直徑中空聚合小球體，由Akzo Nobel公司製造

N/A=無法應用

小球體表示自其他Expancel®小球體膨脹之中空或氣體填充的聚合球體。下表2提供膨脹開始與膨脹最大溫度供膨脹前之小球體用。

表2

小球體膨脹溫度

小球體 (膨脹)	密度規格 範圍克/升	自小球體 膨脹	膨脹開始 T, °F	膨脹開始 T, °C	膨脹最大值 T, °F	膨脹最大值 T, °C
551DE20d60	55至65	551DU20	199-210	93-98	264-279	129-137
551DE40d42	38至46	551DU40	199-210	93-98	275-289	135-143

聚合墊材料係在表3所提供之預聚合物溫度及MBCA溫度下藉混合各種量之異氰酸酯封端的胺基甲酸酯預聚合物與4,4'-伸甲-雙-鄰氯苯胺[MBCA]製備。在此等溫度下，胺基甲酸酯/多官能胺混合物，在加入中空彈性聚合小球體至

混合物後，具有凝結時間約為4至12分鐘。551DE40d42小球體具有重量平均直徑為30至50微米，具有範圍為5至200微米；而551DE20d60小球體具有重量平均直徑為15至25微米，並在約3,600 rpm下使用高剪力混合器摻合以均勻地分布混合物內之小球體。最後混合物轉移至模具內並容許凝結約15分鐘。

然後。將模具放入固化爐內並用一循環固化如下:30分鐘自周圍溫度升至104°C之設定點，15又二分之一小時在104°C(除了比較例A-1及A-2，其中此部份改變成在93°C下5小時)及2小時設定點降至21°C。然後，模製物品被"刮削"成薄片而大通道或凹槽在室溫下切削成表面-在較高溫度下刮削可改良表面粗糙度。

表 3

鑄造條件

調配物	聚合物 流速 公斤/分鐘	預聚物 溫度 °F / °C	MBCA 流速 g/min	MBCA 溫度 °F / °C	Expancel 流速 g/min	浸入時間 分鐘	餅狀物 直徑 吋/厘米	餅狀物 高度 吋/厘米	主爐 溫度 °F / °C	在主溫度 之時間 小時
A-1	3.00	122/50	770	240/116	68.3	3	26/66	2/5.1	200/93	5
A-2	3.00	122/50	770	240/116	0	3	26/66	1/2.5	200/93	5
B-1	4.15	123/51	1040	241/116	83.26	3	26/66	2/5.1	220/104	15.5
B-2	3.10	122/50	780	240/116	83.14	4	36/91	1/2.5	220/104	15.5
B-3	5.00	125/52	1250	240/116	99.3	4	34/36	2/5.1	220/104	15.5
B-4	4.15	123/51	1040	240/116	0	3	26/66	1.5/3.8	220/104	15.5
B-5	4.15	124/51	1040	241/116	83.56	3	26/66	2/5.1	220/104	15.5
C-1	4.61	127/53	1233	243/117	0	3	26/66	2/5.1	220/104	15.5
C-2	4.62	126/52	1238	244/118	52.5	4	36/91	1.5/3.8	220/104	15.5
C-3	4.61	128/53	1230	243/117	101.5	4	36/91	1.5/3.8	220/104	15.5
D	4.63	126/52	989	244/118	0	3	26/66	2/5.1	220/104	15.5
1	4.63	127/53	999	245/118	50	4	36/91	1.5/3.8	220/104	15.5
2	4.62	128/53	1001	243/117	100.1	4	36/91	1.5/3.8	220/104	15.5
E	4.62	127/53	1117	243/117	0	3	26/66	2/5.1	220/104	15.5
3	4.62	126/52	1117	242/117	50.2	4	36/91	1.5/3.8	220/104	15.5
4	4.61	125/52	1109	242/117	100.4	4	36/91	1.5/3.8	220/104	15.5
5	4.15	123/51	850	240/116	63.5	3	26/66	2/5.1	220/104	15.5
6	4.15	121/49	710	240/116	99.82	3	26/66	2/5.1	220/104	15.5
7-1	4.15	119/48	710	240/116	87.12	3	26/66	2/5.1	220/104	15.5
7-2	4.15	123/51	710	233/112	88.04	3	26/66	2/5.1	220/104	15.5
8	4.15	123/51	800	241/116	62.88	3	26/66	2/5.1	220/104	15.5
9-1	4.15	135/57	640	239/115	126.02	3	26/66	2/5.1	220/104	15.5
9-2	4.15	140/60	640	237/114	125.15	4	34/36	1.25/3.2	220/104	15.5

下表比較計算密度與實測頂墊密度供含有經控制量之未

反應NCO之預聚合物調配物。預測密度與實測頂墊密度開始更顯著衍生供比較例C-2及C3，其使用所有TDI、高%未反應NCO預聚合物及大模具直徑-所有因素皆傾向增加產物不均勻性。

表 4

密度變異

調配物	未反應 NCO Wt, %	小球體 Wt, %	理論體積/克 胺基甲酸酯	理論體積/克 小球體	理論體積/克 混合物	預期密度 g/cc	實際頂墊 密度
A-1	9.11	1.78	0.843	0.413	1.256	0.796	0.790
A-2	9.11	0.00	0.858	0.000	0.858	1.165	1.165
B-1	9.11	1.58	0.843	0.366	1.209	0.827	0.826
B-2	9.11	2.10	0.838	0.487	1.325	0.755	0.734
B-3	9.11	1.56	0.843	0.363	1.206	0.829	0.826
B-4	9.11	0.00	0.856	0.000	0.856	1.168	1.168
B-5	9.02	1.58	0.843	0.368	1.210	0.826	0.827
C-1	9.02	0	0.841	0.000	0.841	1.189	1.189
C-2	9.02	0.89	0.843	0.211	1.045	0.957	0.895
C-3	9.02	1.71	0.827	0.407	1.233	0.811	0.727
D	7.12	0	0.856	0.000	0.856	1.169	1.169
1	7.12	0.88	0.848	0.210	1.058	0.945	0.955
2	7.12	1.75	0.841	0.417	1.257	0.795	0.794
E	8.13	0	0.836	0.000	0.836	1.196	1.196
3	8.13	0.87	0.829	0.207	1.035	0.966	0.946
4	8.13	1.73	0.822	0.411	1.233	0.811	0.783
5	7.18	1.25	0.845	0.292	1.137	0.880	0.880
6	5.99	2.01	0.839	0.479	1.318	0.759	0.795
7-1	5.99	1.76	0.841	0.294	1.134	0.882	0.874
7-2	5.99	1.78	0.841	0.324	1.164	0.859	0.837
8	5.75	1.25	0.859	0.291	1.150	0.870	0.871
9-1	5.4	2.56	0.755	0.427	1.183	0.846	0.841
9-2	5.3	2.55	0.755	0.417	1.173	0.853	0.852

調配物 8 計算使用 Uniroyal 公司的 Adiprene LFG963A S.G. 為 1.15 供未填充材料

調配物 9 計算使用 Uniroyal 公司的 Adiprene LFG1950A S.G. 為 1.29 供未填充材料

表 4 顯示在頂墊密度與預測墊密度間之一般關係。

表 5 包含對鑄造各聚胺基甲酸酯餅狀物所得之最大放熱溫度。

表 5

最大放熱溫度

調配物	未反應 NCO Wt, %	放熱最大值 °F	放熱最大值 °C
B-1	9.11	257	125
B-5	9.11	258	126
5	7.18	235	113
6	5.99	215	102
7-2	5.99	209	98
8	5.75	163	73
9-1	5.4	230	110

上表例示控制未反應NCO至低於9.1有利限制放熱溫度在120°C以下。

自頂端、中間及底部墊所取之一系列密度比較80密耳(2毫米)拋光墊之貫穿餅狀物均勻性。平均密度表示墊自三個餅狀物位置之中心、邊緣及中點密度。此外，中心、邊緣及中點密度亦表示四次測量之平均值。

表 6

密度均勻性

調配物	未反應 NCO Wt, %	小球體 Wt, %	放熱最大值 °F	放熱最大值 °C	貫穿餅狀物 之平均密度	St Dev	餅狀物 直徑 吋/釐米
A-1	9.11	1.78	ND	ND	0.785	0.020	26/66
B-1	9.11	1.58	257	125	0.818	0.012	26/66
B-2	9.11	2.10	ND	ND	0.714	0.030	36/91
5	7.18	1.25	235	113	0.877*	0.003	26/66
6	5.99	2.01	215	102	0.781	0.006	26/66
8	5.75	1.25	163	73	0.865	0.010	26/66

ND=未測定

*由透過餅狀物測定整個墊測定。

此等數據指出未反應NCO範圍可改良經鑄造墊之密度標準偏差。

因為接觸欲拋光表面之墊材料之量與墊材料之密度有關，所以拋光性能測量如移除速率及表面狀態控制預期受特定調配物之密度影響很大。因為拋光性能被較小線寬及更脆弱晶圓材料驅動至更嚴格條件，所以改良墊特性之控制之重要性變成更加重要。用具有控制量未反應NCO之預聚合物鑄造之多孔聚胺基甲酸酯拋光墊顯示密度測定之較小標準偏差跨越墊與通過餅狀物。

五、中文發明摘要：

本發明係關適合平面化至少一個半導體、光學及磁性基材之拋光墊。此拋光墊包括用自預聚合物多元醇與多官能異氰酸酯之預聚合物反應形成之異氰酸酯封端的反應產物所形成之鑄造聚胺基甲酸酯聚合材料，該異氰酸酯封端的反應產物具有4.5至8.7重量%之未反應NCO；及該異氰酸酯封端的反應產物係用選自包括固化性聚胺、固化性多元醇、固化性醇胺及其混合物之群的固化劑固化。此拋光墊含有至少0.1體積%填充料或孔隙度。

六、英文發明摘要：

七、指定代表圖：

(一)本案指定代表圖為：(無)

(二)本代表圖之元件符號簡單說明：

八、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：

(無)

公告本

年	月	日	修正
94	8	1	補充

發明專利說明書

(本說明書格式、順序及粗體字，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※ 申請案號：941027K2

※ 申請日期：94. 1. 28

※ IPC 分類：C09K 3/14

一、發明名稱：(中文/英文)

聚胺基甲酸酯拋光墊

POLYURETHANE POLISHING PAD

二、申請人：(共1人)

姓名或名稱：(中文/英文)

羅門哈斯電子材料CMP控股公司

ROHM AND HAAS ELECTRONIC MATERIALS CMP HOLDINGS, INC.

代表人：(中文/英文)

班德門 布萊克 T

BIEDERMAN, BLAKE T.

住居所或營業所地址：(中文/英文)

美國·德拉瓦州19899·威明頓·北區市集街1105號1300室

1105 North Market Street, Suite 1300, Wilmington, DE 19899,

U. S. A.

國籍：(中文/英文)

美國

U. S. A.

三、發明人：(共1人)

姓名：(中文/英文)

瑪莉 裘 庫普

KULP, MARY JO

國籍：(中文/英文)

美國 / U. S. A.

修正
(96年12月9日)
年 月 日
補充

十、申請專利範圍：

1. 一種適合平面化半導體、光學及磁性基材中之至少一者之拋光墊，此拋光墊包括自預聚合物多元醇與多官能芳香族異氰酸酯之預聚合物反應所形成之異氰酸酯封端的反應產物所形成之經鑄造聚胺基甲酸酯聚合材料，該多官能芳香族異氰酸酯具有低於8重量%之脂肪族異氰酸酯，且該異氰酸酯封端的反應產物具有4.5至8.7重量%之未反應NCO，該異氰酸酯封端的反應產物係用選自包括固化性聚胺、固化性多元醇、固化性醇胺及其混合物之群的固化劑固化；及此拋光墊含有至少0.1體積%填充料或孔隙度。
2. 如請求項1之拋光墊，其中該預聚合物多元醇係選自聚伸丁醚二醇、聚酯多元醇、聚伸丙醚二醇、聚己內酯多元醇、其共聚物及其混合物之群。
3. 如請求項2之拋光墊，其中該固化劑包含固化性胺，其可固化異氰酸酯封端的反應產物而該異氰酸酯封端的反應產物所具有NH對NCO之化學計量比為80至120%。
4. 一種適合平面化半導體基材之拋光墊，此拋光墊包括自選自聚伸丁醚二醇、聚酯多元醇、聚伸丙醚二醇、其共聚物及其混合物之群之預聚合物多元醇與多官能芳香族異氰酸酯之預聚合物反應所形成之異氰酸酯封端的反應產物所形成之經鑄造聚胺基甲酸酯聚合材料，該多官能芳香族異氰酸酯具有低於5重量%之脂肪族異氰酸

酯而該異氰酸酯封端的反應產物具有 4.5 至 8.7 重量%之未反應 NCO，該異氰酸酯封端的反應產物係用具有可膨脹性聚合小球體之固化劑固化，該固化劑選自包括固化性聚胺、固化性多元醇、固化性醇胺及其混合物之群；及此拋光墊包含至少 0.1 體積%之孔隙度。

5. 如請求項 4 之拋光墊，其中該固化劑包含固化性胺，其可固化異氰酸酯封端的反應產物而該異氰酸酯封端的反應產物所具有的 NH_2 對 NCO 化學計量比為 80 至 120%。
6. 如請求項 4 之拋光墊，其中該預聚合物多元醇包含聚伸丁醚二醇、其共聚物或其混合物。
7. 如請求項 4 之拋光墊，其中該預聚合物多元醇包含聚酯多元醇、其共聚物或其混合物。
8. 如請求項 4 之拋光墊，其中該預聚合物多元醇包含聚伸丙醚二醇、其共聚物或其混合物。
9. 一種形成適合平面化半導體基材之拋光墊之方法，其包括自預聚合物多元醇與多官能芳香族異氰酸酯之預聚合物反應形成異氰酸酯封端的反應產物來鑄造聚胺基甲酸酯聚合材料，該多官能芳香族異氰酸酯具有低於 8 重量%之脂肪族異氰酸酯，而該異氰酸酯封端的反應產物具有 4.5 至 8.7 重量%之未反應 NCO，該異氰酸酯封端的反應產物係用選自包括固化性聚胺、固化性多元醇、固化性醇胺及其混合物之群的可固化劑固化；及此拋光墊含有至少 0.1 體積%填充料或孔隙度。

10. 如請求項 1 之拋光墊，其中該聚合材料包括可膨脹性聚合小球體，並包括限制放熱至溫度在 120°C 以下之步驟。