

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.

B24B 37/04 (2006.01)

H01L 21/304 (2006.01)



[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 200410043041.5

[45] 授权公告日 2010年1月13日

[11] 授权公告号 CN 100579727C

[22] 申请日 2004.4.15

[21] 申请号 200410043041.5

[30] 优先权

[32] 2003.4.15 [33] JP [31] 110853/03

[73] 专利权人 JSR 株式会社

地址 日本东京都

[72] 发明人 樱井富士夫 三原严 五十岚善则
长谷川亨

[56] 参考文献

US2001/0050268A1 2001.12.13

CN1487965A 2004.4.7

US2004/0021243A1 2004.2.5

WO02/083757A1 2002.10.24

EP0192047A2 1986.8.27

审查员 强丽慧

[74] 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司
代理人 刘元金 马崇德

权利要求书1页 说明书21页

[54] 发明名称

抛光垫及其生产方法

[57] 摘要

本发明提供一种抛光垫和一种生产该抛光垫的方法，该抛光垫在抛光过程中甚至在磨光后，显示出优异的抛光稳定性和优异的浆液保持性，能够有效地防止抛光速率的减少，并且对于待抛光基质来说，也具有优异的压平性能。该方法包含将水溶性微粒如 β -环糊精分散到交联剂如聚丙烯乙二醇中，以获得分散体，将分散体与多异氰酸酯如4,4'-二苯基甲烷二异氰酸酯和/或末端为异氰酸酯的尿烷预聚物混合，使混合溶液反应，以获得具有水溶性微粒分散在聚合物基质中的抛光垫。

- 1、一种抛光垫的生产方法，包含以下步骤：
在交联剂中分散水溶性微粒以产生分散体，所述水溶性微粒为多糖，
将分散体与多异氰酸酯和/或末端为异氰酸酯的尿烷预聚物混合，以产生混合溶液，和
使混合溶液反应，以产生抛光垫；所述抛光垫由抛光层组成，所述抛光层具有分散在聚合物基质中的水溶性微粒，其中抛光垫的内部是非孔结构。
- 2、权利要求1的方法，其中，交联剂的分子中至少有两个官能团，每个官能团都有一个能与异氰酸酯基反应的活性氢原子。
- 3、权利要求1或2的方法，其中交联剂是多元醇和/或聚胺。
- 4、权利要求1或2的方法，其中交联剂含有数均分子量不高于5,000的组分，并且以交联剂100重量%为基准，该组分的含量不小于30重量%。
- 5、权利要求1或2的方法，其中：
交联剂是多元醇，
在制备混合溶液的步骤中，使用的是：
末端为异氰酸酯的尿烷预聚物，或
多异氰酸酯和末端为异氰酸酯的尿烷预聚物，
其中，末端为异氰酸酯的尿烷预聚物是通过分子中至少带有两个羟基的化合物与多异氰酸酯反应而得到的，羟基（OH基）与异氰酸酯基（NCO基）的当量比为1/1.8~1/2.4，
并且
交联剂中的羟基与异氰酸酯原料中的异氰酸酯基的当量比（OH基/NCO基）是1/0.9~1/1.4。
- 6、权利要求5的方法，其中多元醇是二醇和/或三醇。
- 7、根据权利要求1或2的方法所得的抛光垫，包含含有分散在聚合物基质中的水溶性微粒的抛光层。
- 8、权利要求7的抛光垫，其中当抛光垫中抛光层的体积为100%时，水溶性微粒的体积为0.5~70%。
- 9、权利要求7的抛光垫，其中，温度为30℃，拉晶速率为500毫米/分时的张力试验获得的抗张积是50~20,000 kgf/cm。

抛光垫及其生产方法

技术领域

本发明涉及一种抛光垫及其生产方法。更具体地，本发明涉及具有抛光层的抛光垫及其生产方法，该抛光层包括聚合物基质和分散在聚合物基质里的水溶性微粒。抛光垫适用于抛光半导体晶片和其他待抛光基质的表面。

背景技术

近几年来，作为能够形成具有高光滑度表面的抛光方法，CMP（化学机械抛光）已经引起了人们的注意。在CMP中，待抛光表面通过浆液使抛光垫和表面相向滑动而达到抛光，该浆液是一种含有磨料微粒分散在其中的水基分散体，并能够在抛光垫的表面由上而下的流动。在CMP中，明显影响生产率的一个因素是抛光速率。已经证实：通过提高常规量中浆液的保留量而使抛光速率明显提高。

在CMP中，到目前为止，含有细空气气泡的聚氨酯泡沫材料被使用抛光垫，通过保留在树脂泡沫表面的孔里（在下文称作“孔隙”的）的浆液达到抛光。

然而，难以控制聚氨酯泡沫的发泡程度以达到所需的程度。在整个泡沫材料中，更难以通过发泡控制空气气泡尺寸、泡沫密度和其它特性的均匀。因此，随着含有聚氨酯泡沫抛光垫性质的变化，由此导致抛光速率和所得抛光垫状况的变化。

带有可溶性材料分散在其中的多种树脂由于更易通过控制发泡形成抛光垫中的孔隙，从而它们被用作抛光垫而闻名（日本专利申请公开号 500622/1996 和日本专利申请公开号 33552/2000, 34416/2000 和 334455/2001）。在这些申请中，前两个申请提到了包含可溶性材料的抛光垫的效率。然而，并没有对聚合物基质被实际用作抛光垫进行研究。同时，在后两个申请中，研究了其中的组成材料，更稳定的抛光和抛光速率的提高得到认可。然而，在浆液保持性和抛光速率方面，需要更稳定的抛光和进一步的提高。

另外，在压平待抛光基质的水平面方面，也需要进一步的提高。

发明内容

本发明基于上述背景进行构思。本发明的目的之一是提供一种抛光垫和生产抛光垫的方法。该抛光垫在抛光过程甚至在磨光后，抛光稳定性和浆液保持性表现极好，显示出高的抛光速率，压平待抛光基质性能极好并且不产生刻痕。

本发明的其它目的和优点通过以下的说明将变得更加明显。

根据本发明，首先，通过包括以下步骤的生产抛光垫的方法实现本发明的上述目的和优点：

在交联剂里分散水溶性微粒以产生分散体，

将分散体和多异氰酸酯和/或异氰酸酯封端的尿烷预聚物混合以产生混合溶液，和

使混合溶液进行反应以产生含有抛光层的抛光垫，该抛光层具有分散在聚合物基质中的水溶性微粒。

根据本发明，其次，通过由本发明的上述方法获得的抛光垫，来实现本发明的上述目的和优点，该抛光垫包含在聚合物基质中分散有水溶性微粒的抛光层。

具体实施方式

以下将详细说明本发明。

在抛光垫中，具有如在抛光时保留浆液和暂时保留抛光废料功能的孔隙，必须在抛光前形成。本发明的抛光垫具有聚合物基质的抛光层，该聚合物基质包括聚氨酯或聚氨酯-尿素以及分散在聚合物基质里的可溶性微粒。在抛光时，水溶性微粒与含有介质和固体的浆液接触，并通过溶解在水里或因水而溶胀而被除去。从而，可以产生孔隙。由于这种机理，在待抛光本发明的抛光垫的表层形成适合保留浆液并且尺寸非常均匀的孔隙，该表层保留有抛光所需的浆液。并且，由于具有水溶性微粒的抛光垫的内部是非孔结构，抛光垫硬度高、耐压强度高并且压平待抛光基质的性能优异。而且，由于获得了在耐断裂强度和耐磨强度方面较为优异的聚合物基质，在对抗高压即抛光垫在抛光过程接受待抛光基质的压力，或者对抗外压例如通过钻石修整器进行的磨光处理时的压力时，抛光垫表面的变形和磨损受到抑制，可以获得优异的抛光稳定性和浆液保持性，并且可以获得高的抛光速率。

水溶性微粒

在本发明中，水溶性微粒分散在聚合物基质里。在使用抛光垫时，当水溶性微粒和水或用于在抛光垫的表层进行抛光处理的水基分散体浆液接触以进行磨光处理时，水溶性微粒从非水溶性聚合物基质中离去。当水溶性微粒和水接触并溶解在水里或浆液中含有的水里时，离去也可会发生。当水溶性微粒由于吸收水并形成凝胶发生溶胀时，离去也会发生。而且，除了水，通过接触包含醇基溶剂如甲醇的水基混合介质，水溶性微粒也可以溶解或溶胀。

除了形成孔隙之外，由于存在于抛光垫的内部用以减少施压时待抛光基质的刻痕程度，水溶性微粒还具有增加抛光垫的平直度的作用。例如，由于含有水溶性微粒，本发明的抛光垫可以具有 35 或更高的肖氏硬度 D，更优选 50-95，更加优选 60-90。当肖氏硬度 D 是 35 或更高时，可以将高压施加于待抛光基质，并相应的提高抛光速率。

另外，由于水溶性微粒的存在，可以获得待抛光基质的高抛光水平面。因此，水溶性微粒优选为在抛光垫中能够确保满意平直度的固体微粒。

构成水溶性微粒的材料并没有特别的限制。例如，可以使用有机水溶性微粒和无机水溶性微粒。有机水溶性微粒的具体例子包括糖类如淀粉、多糖如糊精和环糊精，乳糖，甘露糖醇，纤维素如羟基丙基纤维素和甲基纤维素，蛋白质，聚乙烯乙醇，聚乙烯基吡咯烷酮，聚丙烯酸及其盐，聚氧乙烯，水溶性感光树脂，磺化聚异戊二烯和磺化聚异戊二烯共聚物。同时，无机水溶性微粒材料的具体例子包括醋酸钾、硝酸钾、碳酸钾、碳酸氢钾、氯化钾、溴化钾、磷酸钾和硝酸镁。以上水溶性微粒材料可以单独使用，也可以两种或多种合并使用。

此外，水溶性微粒的平均粒子直径优选为 0.1 至 500 μm ，更优选 0.5 至 300 μm ，更加优选 1 至 100 μm ，最优选 10 至 90 μm 。而且，通过除去水溶性微粒所形成的孔隙尺寸优选 0.1 至 500 μm ，更优选 0.5 至 300 μm ，更加优选 1 至 100 μm ，最优选 10 至 90 μm 。当水溶性微粒的平均粒子直径小于 0.1 μm 时，形成在尺寸上比使用的磨料微粒小的孔隙，因此，难以获得有效地保留浆液的抛光垫。同时，当平均粒子直径大于 500 μm 时，形成的孔隙尺寸过大，因此，容易获得机械强度低和抛光速率低的抛光垫。

当抛光层含有水溶性微粒并且聚合物基质的体积为 100% 时，水溶性微粒的容量优选为 0.5 至 70% 体积，更优选 1 至 60% 体积，更加优选 2 至 45% 体

积。当水溶性微粒的容量低于 0.5% 体积时，在抛光垫上将不能形成有效的孔隙，因此抛光垫的抛光速率容易变低。同时，当水溶性微粒的容量高于 70% 体积时，难以全面地防止膨胀或者在抛光时抛光垫中存在的水溶性微粒的不溶，因此，难以保持抛光垫合适大小的硬度和机械强度。

此外，以重量为基础的水溶性微粒的含量可以用以下方式计算。例如，当比重约为 1.5 的糖类被用作水溶性微粒时，反应完成后比重为 1.15 的聚氨酯被用作聚合物基质时，以抛光层重量为 100% 作基准，水溶性微粒的重量为 0.7 至 75.3%，更优选 1.3 至 66.2%，更加优选 2.6 至 51.6%。此外，当使用比重约为 1.15 的聚丙烯酸，聚乙烯吡咯烷酮或聚乙烯氧化物作为水溶性微粒，反应完成后比重为 1.15 的聚氨酯作为聚合物基质时，以抛光层重量为 100% 作基准，水溶性微粒的重量为 0.5 至 70%，更优选 1 至 60%，更加优选 2 至 45%。此外，当使用比重约为 2 的无机水溶性微粒如硝酸钾作为水溶性微粒，反应完成后比重为 1.15 的聚氨酯作为聚合物基质时，以抛光层重量为 100% 作基准，水溶性微粒的重量为 0.9 至 80.2%，更优选 1.7 至 72.3%，更加优选 3.4 至 58.7%。

此外，优选水溶性微粒溶解在水里，仅当其暴露在抛光垫的表层并且在抛光垫内部既不吸收水汽也不溶胀。因此，水溶性微粒可以具有外壳用来抑制至少是部分表面的水汽吸收。外壳可以是物理吸附在水溶性微粒上或与水溶性微粒化学键合。壳还可以通过物理吸附或化学结合接触水溶性微粒。形成这样的外壳材料的具体例子包括环氧树脂，聚酰胺树脂和硅树脂。甚至只在水溶性微粒的部分表面形成外壳时，外壳仍然能够有效地发挥上述作用。

交联剂

在本发明中，交联剂是一种在分子上至少有两个能够与将在后面描述的多异氰酸酯的氰酸盐官能团反应的活性氢官能团的化合物。带有活性氢官能团的具体例子包括羟基，伯氨基，仲氨基和羧基。根据与异氰酸盐的高的反应性，优选羟基和氨基。而且，更优选羟基以获得良好的水溶性微粒的分散体。分子中含活性氢官能团的数量至少为 2，特别是 2 到 4。其中，优选 2 或 3。而且，含有一个或多个这样官能团的化合物，例如，分子中带有两个含活性氢官能团的化合物和分子中带有三个含活性氢官能团的化合物可以结合使用。含羟基化合物的一个例子是多元醇化合物。多元醇化合物的具体例子包括分子两端含有羟基的二醇化合物如聚醚二醇，聚酯二醇，聚碳酸酯二醇，聚醚碳酸酯二醇和

聚酯碳酸酯二醇。另外，也可以使用在分子中带有至少三个羟基官能的多官能聚醚多元醇，多官能聚酯多元醇，多官能聚碳酸酯多元醇，多官能聚醚碳酸酯多元醇或多官能聚酯碳酸酯多元醇。而且，也可以使用在分子中带有至少两个羟基官能团的多官能团的低分子量醇。分子两端带有两个羟基的二醇化合物的具体例子包括聚醚二醇如脂肪族聚醚二醇，脂环族聚醚二醇或芳香族聚醚二醇，聚酯二醇，聚碳酸酯二醇，聚己内酯二醇，通过二醇和多异氰酸酯反应合成的多元醇，和其它多元醇。这些多元醇可以单独使用，也可以两个或多个结合使用。

脂肪族聚醚二醇的具体例子包括聚乙二醇，聚丙二醇，聚四亚甲基二醇，聚己撑二醇，聚环庚烷二醇，聚十亚甲基二醇，和通过至少两个可离子聚合的环状化合物开环共聚所得到的聚醚二醇。

上述环状化合物的具体例子包括环醚如环氧乙烷，环氧丙烷，氧化丁烯-1，氧化异丁烯，3,3-二氯甲基氧杂环丁烷，四氢呋喃，2-甲基四氢呋喃，3-甲基四氢呋喃，二氧己环，三氧己环，四氧己环，氧化环己烯，氧化苯乙烯，表氯醇，甲基丙烯酸缩水甘油酯，烯丙基缩水甘油醚，烯丙基缩水甘油碳酸酯，丁二烯一氧化物，异戊二烯一氧化物，乙烯基氧杂环丁烷，乙烯基四氢呋喃，乙烯基环己烯氧化物，苯基缩水甘油醚，丁基缩水甘油醚和苯甲酸缩水甘油酯。

通过至少两个可离子聚合的环状化合物开环共聚所得到的聚醚二醇的具体例子包括从四氢呋喃和氧化丙烯结合，四氢呋喃和 2-甲基四氢呋喃结合，四氢呋喃和 3-甲基四氢呋喃结合，四氢呋喃和氧化乙烯结合，氧化丙烯和氧化乙烯结合或氧化丁烯-1 和氧化乙烯结合得到的二元共聚物二醇；和通过四氢呋喃，氧化丁烯-1 和氧化乙烯结合得到的三元聚合物二醇。

此外，也可以使用通过上述环状化合物与环状亚胺如乙烯亚胺；环状内酯酸如 β -丙醇酸内酯或丙交酯甘醇酸酯；或二甲基环聚硅氧烷的开环聚合反应得到的聚醚二醇。上述脂肪族聚醚二醇也可以使用商业产品如 PTMG650，PTMG1000 和 PTMG2000(三菱化学公司的产品)，PPG400，PPG1000，和 EXENOL720，1020 和 2020 (ASAHI-OLIN 有限公司的产品)，PEG1000 和 UNISAFE DC1100 和 DC1800(NOF 有限公司的产品)，PPTG2000，PPTG1000，PTG400 和 PTGL2000(HODOGAYA 化学股份有限公司)，Z-3001-4，Z-3001-5，PBG2000A，PBG2000B，EO/BO4000 和 EO/BO2000 (DAI-ICHI KOGYO

SEIYAKU 股份有限公司), PolyTHF2000(BASF 日本有限公司的产品)。

脂环族的聚醚二醇的具体例子包括加合了环氧烷烃的氢化双酚 A 二醇, 加合了环氧烷烃的氢化双酚 F 二醇, 加合了环氧烷烃的 1,4-环己烷二醇。此外, 芳香族的聚醚二醇的具体例子包括加合了环氧烷烃的双酚 A 二醇, 加合了环氧烷烃的双酚 F 二醇, 加合了环氧烷烃的氢醌二醇, 加合了环氧烷烃的萘氢醌, 加合了环氧烷烃的蒽氢醌。上述芳香族聚醚二醇也可以使用商业产品如 UNIOL DA400, DA700, DA1000 和 DA4000(NOF 公司的产品)。

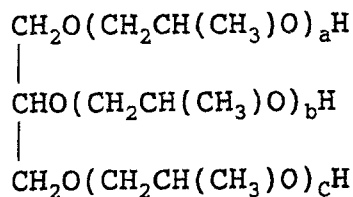
聚酯二醇的具体例子包括通过将多元醇和多元酸反应得到的聚酯二醇。多元醇的具体例子包括乙二醇, 聚乙二醇, 丙二醇, 聚丙二醇, 四亚甲基二醇, 聚四亚甲基二醇, 1,6-己二醇, 新戊二醇, 1,4-环己烷二甲醇, 3-甲基-1,5-戊二醇, 1,9-壬二醇, 和 2-甲基-1,8-辛二醇。多元酸的具体例子包括邻苯二甲酸, 间苯二甲酸, 对苯二甲酸, 马来酸, 反丁烯二酸, 己二酸和癸二酸。

上述聚酯二醇的商业产品的具体例子包括 KURAPOL P-2010, P-1010, L-2010, L-1010, A-2010, A-1010, F-2020, F-1010, PMIPA-2000, PKA-A, PNOA-2010 和 PNOA-1010(KURARAY 股份有限公司的产品)。

聚碳酸酯二醇的具体例子包括聚四氢呋喃的聚碳酸酯和 1,6-己二醇的聚碳酸酯。聚碳酸酯二醇的商业产品的具体例子包括 DN-980, 981, 982 和 983 (NIPPON 聚氨酯工业股份有限公司的产品), PC-8000(PPG 工业公司的产品) 和 PC-THF-CD(BASF Aktiengesellschaft 的产品)。

聚己内酯二醇的具体例子包括由 ϵ -己内酯与二醇反应得到的聚己内酯二醇。与 ϵ -己内酯反应的二醇的具体例子包括乙二醇, 聚乙二醇, 丙二醇, 聚丙二醇, 四亚甲基二醇, 聚四亚甲基二醇, 1,2-聚丁二醇, 1,6-己二醇, 新戊二醇, 1,4-环己烷二甲醇和 1,4-丁二醇。这些聚己内酯二醇也可使用商业产品如 PIACCEL205, 205AL, 212, 212AL, 220 和 220AL(DAICEL 化学工业有限公司的产品)。

分子中至少有三个羟基的多元醇化合物的具体例子包括聚醚多元醇, 聚酯多元醇, 聚碳酸酯多元醇, 聚醚碳酸酯多元醇和聚酯碳酸酯多元醇; 聚酯碳酸酯多元醇, 它们是通过使用三醇如甘油, 三羟甲基丙烷, 1,2,6-己三醇或三(羟乙基)胺或四醇如季戊四醇或四甲醇基环己烷作为起始多元醇原料获得的; 用以下分子式代表的三官能团加成反应产物:



其中 a, b 和 c 各自独立的为 0 至 100 的整数, 前提是 a, b 和 c 不能同时为 0, 该产物是将丙烯氧化物加到甘油中而得到的。三官能团加成反应的产物可以使用商业产品如 UNIOL TG330(NOF 公司的产品)。在分子中至少带有两个羟基官能团的低分子量醇的具体例子包括乙烯乙二醇, 1,3-丙二醇, 1,4-丁二醇, 1,6-己二醇和三羟甲基丙烷。带有伯氨或仲氨基的化合物例子是聚胺化合物。聚胺化合物的具体例子包括有机二胺化合物如 3,3'-二氯-4,4'-二氨基二苯甲烷, 氯苯胺改性的二氯二氨基二苯甲烷, 1,2-二(2-氨基苯基硫代)乙烷, 1,3-丙二醇-二-对-氨基苯甲酸酯和 3,5-二(甲硫基)-2,6-甲苯二胺。此外, 还可以使用在分子中带有三个或更多个伯氨或仲氨官能团的化合物。

含有羧基的化合物的具体例子包括脂肪族, 芳香族, 脂环族和杂环二羧酸, 三羧酸和四羧酸。

脂肪族二羧酸的具体例子包括草酸, 丙二酸, 琥珀酸, 戊二酸, 己二酸, 壬二酸和癸二酸。

芳香族二羧酸的具体例子包括邻苯二甲酸, 间苯二甲酸和对苯二甲酸。脂环族二羧酸的具体例子包括环己烷二羧酸。杂环二羧酸的具体例子包括萘二羧酸。脂肪族三羧酸的例子包括柠檬酸和丙烯三甲酸。

上述含有活性氢的化合物可以单独使用或两个或多个结合地使用作为本发明的交联剂。在这些化合物中, 优选地使用在分子中含有两个和/或三个活性氢的化合物。

特别地, 优选地使用上述的二醇或三醇作为在分子中含有两个或三个活性氢的化合物。当二醇或三醇结合使用时, 以二醇和三醇的总量为 100 重量%为基准, 二醇的量优选为 5~90 重量%, 更优选 20~70 重量%。当二醇和三醇的量在这个范围内时, 可以赋予聚合物基质如形成抛光垫的聚氨酯良好平衡的伸长率和断裂强度。

以交联剂的总量为 100 重量%计, 交联剂优选含有数均分子量不高于 5,000

的组分，其含量为不小于 30 重量%，更优选含有数均分子量不高于 2,000 的组分，其含量为不小于 50 重量%，更加优选含有数均分子量不高于 1,000 的组分，其含量为不小于 70 重量%。

交联剂特别优选含有数均分子量不高于 1,000，其含量为 100 重量%的组分。

当交联剂中低分子量的组分增加时，在最终所得的聚氨酯中，与异氰酸酯键合所产生的极性键增强，并且作用于分子间的氢键增强。其结果是分子间的内聚力提高，并且可以获得强的聚合物基质，该基质能够承受足够程度的由外力引起的变形或断裂。

分散体

本发明中的分散体是通过在上述交联剂中分散上述水溶性微粒而得到的。分散水溶性微粒的方法并没有特别的限制。例如，优选水溶性微粒逐渐地被加入和当交联剂在容器中被搅拌时进行分散，以获得良好的分散体。特别优选通过提供剪应力的双螺杆搅拌器来分散微粒的方法。根据需要，在分散过程中或分散完成后，也可通过实行减压或其它方法进行去沫处理。此外，根据需要也可以使用分散辅助物。分散辅助物的具体例子包括由酸酐、羧基、羟基、环氧基、噁唑啉或氨基改性的聚合物，嵌段共聚物或无规共聚物，和各种非离子表面活性剂和耦合剂。

多异氰酸酯

使用在分子中带有至少两个异氰酸酯官能团的化合物作为本发明的多异氰酸酯。作为多异氰酸酯化合物，优选地使用芳香族二-或三异氰酸酯，脂肪族二-或三异氰酸酯，脂环族二-或三异氰酸酯和改性的多异氰酸酯。芳香族二-或三异氰酸酯的具体例子包括 2,4-甲代苯撑二异氰酸酯，2,6-甲代苯撑二异氰酸酯，苯撑二异氰酸酯，亚二甲苯基二异氰酸酯，四甲基二甲苯基二异氰酸酯，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，联甲苯胺二异氰酸酯[二(4-异氰酸酯-3-甲基苯基)甲烷]，三苯基甲烷三异氰酸酯和 1,5-萘基二异氰酸酯。脂肪族二-或三异氰酸酯的具体例子包括 1,4-四亚甲基二异氰酸酯，1,6-己撑二异氰酸酯，三甲基己撑二异氰酸酯，1,10-十亚甲基二异氰酸酯，赖氨酸二异氰酸酯和 1,3,6-己撑三异氰酸酯。脂环族二-或三异氰酸酯的具体例子包括 3,5,5 三甲基-2-环己烯-1-酮二异氰酸酯，氢化亚二

甲苯基二异氰酸酯和氢化二苯基甲烷二异氰酸酯。改性的多异氰酸酯的具体例子包括由多异氰酸酯与多羟基醇加成所得的加合物，二聚物，带有异氰脲酸酯环的三聚物，改性的脲基甲酸酯，尿素改性的多异氰酸酯和滴定管 (buret) 改性的多异氰酸酯。在这些化合物中，优选地使用芳香族二-或三异氰酸酯，脂肪族二-或三异氰酸酯，特别优选地使用脂肪族二异氰酸酯，芳香族二异氰酸酯。上述异氰酸酯可以单独使用也可以两种或多种结合使用。

末端为异氰酸酯的尿烷预聚物

通过将在分子中带有至少两个羟基的化合物与多异氰酸酯反应，可以得到末端为异氰酸酯的尿烷预聚物，羟基和异氰酸酯官能团的当量比优选 $1/1.8 \sim 1/2.4$ ，更优选 $1/1.9 \sim 1/2.2$ 。当异氰酸酯官能团的当量比低于 1.8 时，未反应的羟基，也就是至少一端带有异氰酸酯官能团的化合物过量，由此，将得到低分子量的聚氨酯基质或导致尚未反应的 OH 基仍保留在聚合物基质中。其结果是由于聚氨酯基质断裂程度、耐磨性和耐水性的恶化，抛光性质表现为随着运行时间的变化而变化。同时，当异氰酸酯官能团的当量比高于 2.4 时，将得到储存稳定性很差的末端为异氰酸酯的尿烷预聚物。

在合成末端为异氰酸酯的尿烷预聚物时，温度可以升高到 $50 \sim 90^\circ\text{C}$ ，可以使用叔胺或金属催化剂如有机锡作为反应催化剂。可以使用与含羟基化合物即所列举的上述交联剂相同的化合物作为在分子中含有至少两个羟基的化合物。例如可以使用与所列举的前述多异氰酸酯相同的化合物作为多异氰酸酯。

可以使用一种或多种上述的末端为异氰酸酯的尿烷预聚物。

多异氰酸酯分散体和/或末端为异氰酸酯的尿烷预聚物的混合溶液以及它们的反应

可以使用 (1)、(2) 或 (3) 中任意一种作为制备和使上述混合溶液反应的方法，(1) 为仅仅使用多异氰酸酯作为异氰酸酯初始原料而不使用异氰酸酯封端的预聚物的单步法，(2) 为仅仅使用末端为异氰酸酯的尿烷预聚物作为异氰酸酯初始原料的预聚物方法，(3) 为将多异氰酸酯和末端为异氰酸酯的尿烷预聚物结合用作异氰酸酯初始原料的结合方法。在任何一种情形，水溶性微粒都预先分散在交联剂中，最终的分散体与异氰酸酯初始原料混合，并进行固化反应以形成聚合物基质。因此，可以防止通过水溶性微粒抑制聚合物基质固化反应，可以得到水溶性微粒均匀地分散在其中的聚合物基质。

而且,在上述反应方法中,特别优选预聚物方法和结合方法,以得到精确地控制聚合物基质的分子结构。

在本发明中,带有含有活性氢官能团的交联剂,多异氰酸酯和末端为异氰酸酯的尿烷预聚物的比例为:含有活性氢的官能团/异氰酸酯的比例优选1/0.9~1/1.4,更优选1/0.95~1/1.3。当异氰酸酯/含有活性氢的官能团小于0.9时,大量的含有活性氢的官能团仍然没有反应,因此将得到耐水性、耐碱性和耐酸性弱的聚氨酯。当异氰酸酯的比例超过1.4时,大量的异氰酸酯官能团在聚合反应完成时仍然没有反应。没有反应的异氰酸酯官能团由于潮湿,将随着时间的流逝引起交联反应,因此所得的聚合物基质将变脆。

在本发明的聚合物基质的合成反应中,初始原料混合物由于加热可以散发热能,或根据需要使用反应加速剂,以加快反应。反应加速剂的具体例子包括叔胺如三乙基胺,苯甲基二甲基胺,三亚乙基二胺,四甲基丁二胺和2-甲基-三亚乙基二胺,锡化合物如醋酸二丁基锡,二月桂酸二丁基锡,马来酸二丁基锡,二-2-乙基-己酸二丁基锡,二醋酸二月桂醇锡和二醋酸二辛基锡,和二氮二环烯烃和它们的有机酸盐。

对于用于半导体晶片的抛光垫,优选地使用叔胺和二氮杂二环烯烃和它们的盐,以防止金属仍然留在抛光层中。

在聚合物基质的合成反应中,温度,时间和压力并没有特别的限制。对于第一种固化反应,优选的条件是聚合物基质反应到一定程度能够以低的附着力和可变形从铸模中释放出来。例如,反应优选在30~170°C下进行3分钟~24小时,更优选在50~130°C下进行5分钟~3小时。虽然通过第一步反应就可能完成固化反应,但优选在第一步反应完成后,将聚合物基质在80~150°C下保持3~24小时,再进行第二步固化反应,以充分完成固化反应。

其它可用的添加剂

除了前述的组分以外,聚合物基质和/或水溶性微粒也可以含有一种或多种在浆液中常用的添加剂,如磨料微粒,氧化剂和表面活性剂。因此,在抛光时仅给予抛光垫水,抛光也能进行。

上述磨料微粒的具体例子包括硅石微粒,矾土微粒,二氧化铈微粒,氧化锆微粒,和二氧化钛微粒。这些可以单独使用或两种或多种结合使用。

氧化剂的具体例子包括过氧化氢,过醋酸,过硼酸,有机过氧化物如叔-丁

基氢过氧化物，高锰酸化合物如高锰酸钾，重铬酸化合物如重铬酸钾，卤素酸化合物如碘酸钾，硝酸化合物如硝酸铁，高卤酸化合物如高氯酸，过硫酸盐如过硫酸铵和杂多酸。在这些氧化剂中，特别优选过氧化氢，有机过氧化物和过硫酸盐如过硫酸铵，因为它们的分解产物是无害的。这些化合物可以单独使用或两个或多个结合使用。

上述的表面活性剂的具体例子包括阳离子表面活性剂，阴离子表面活性剂和非离子性活性剂。阳离子表面活性剂的具体例子包括脂肪族胺盐和脂肪族铵盐。阴离子表面活性剂的具体例子包括脂肪酸皂，羧化物如烷基醚羧化物，磺酸盐如烷基苯基磺酸盐，烷基萘磺酸盐和 α -链烯烃磺酸盐，硫酸盐如高级醇硫酸盐，烷基醚硫酸盐和聚氧乙烯烷基苯基醚硫酸盐，和磷酸盐如烷基磷酸盐。这些化合物可以单独使用或两种或多种结合使用。

此外，在聚合物基质中，除了上述在浆液中通常使用的各种材料以外，根据需要，还可以含有其它不同的添加剂如填充剂，软化剂，抗氧化剂，紫外线吸收剂，抗静电剂，润滑剂和增塑剂。在这些添加剂中，作为填充剂，可以使用提高刚性的材料如碳酸钙、碳酸镁、硅酸镁或粘土，或具有抛光作用的材料如二氧化硅、氧化铝，二氧化铈，二氧化钛，氧化锆，二氧化锰，三氧化二锰和碳酸钡。

为了将上述可用的添加剂加入到本发明的抛光垫的抛光层中，它们必须预先被加入到所使用的原材料中以形成聚合物基质。

抛光垫

通过将上述含有分散体和多异氰酸酯与/或末端为异氰酸酯的尿烷预聚物的混合溶液进行反应，如在模子里反应，可以得到本发明的抛光垫，该抛光垫具有水溶性微粒分散在聚合物基质中的抛光层。

而且，当哑铃形的型号3试样进行张力试验时，该抛光垫优选表现50~20,000kfg/cm的抗张积。依照JISK6251“硫化橡胶的张力试验操作方法”，在拉晶速率为500mm/min和温度为30°C下进行张力试验并断裂。抗张积更优选为100~18,000kfg/cm，更优选500~15,000kfg/cm。

当抗张积小于50kfg/cm时，抛光层易于断裂和具有弱的耐磨性，并且抛光垫的使用寿命缩短。同时，当抗张积大于20,000kfg/cm时，抛光垫很难断裂，因此在使用抛光垫的过程中，由钻石修整器对表面的打磨不容易进行，抛光垫

表面的浆液保持力不足，并且抛光速率下降。

抛光层至少构成抛光垫的部分抛光表面是必须的，抛光层优选构成至少 50%的抛光表面，更优选至少 80%的抛光表面，更加优选至少 90%的抛光表面。自然，可以由抛光层组成整个抛光表面。

抛光层之外部分的例子是通过使用光学终点探测器来探测终点的窗部分。就窗部分而言，使用表现出 0.1%或更高，优选 2%或更高透光率的窗部分，其厚度为 2mm，或者当所用的光波长在 100nm 和 3,000nm 之间，窗部分的整体透射比为 0.1%或更高，优选 2%或更高。

此外，抛光垫可以是单层垫或带有其它层的复合层垫。当抛光垫是复合层垫时，抛光层作为构成复合层垫的抛光表面的部分，包括在复合层垫中。抛光层之外的其它层的具体例子包括支撑层和粘接层，支撑层是设置在抛光层的表面并与抛光层的抛光表面相对，粘接层是用于粘合支撑层和抛光层的。

上述的支撑层是从它后表面一侧支撑抛光层的。支撑层的特性并没有特别的限制，但优选比抛光层柔软的。使用较柔软的支撑层，可以防止在抛光时抛光层上升或抛光表面弯曲，甚至当抛光层的厚度小于等于 0.5mm 时，也可以进行稳定的抛光。支撑层的硬度通常不低于 10%，优选不高于 90%，更优选不高于 80%，特别优选抛光层的硬度不高于 70%。而且，支撑层的肖氏硬度 D 通常为 1 或更高，优选 70 或低于 70，更优选 60 或低于 60，更加优选 50 或低于 50。

此外，支撑层可以是泡沫的或者非泡沫的。另外，它的平面形状并没有特别的限制，并且可以与抛光层的平面相同或不同。例如支撑层的平面形状可以是圆形或多边形如矩形。此外，支撑层的厚度也并没有特别的限制，例如，优选是 0.1~5mm，更优选 0.5~2mm。当抛光层具有通过使用光学终点探测器来探测终点的窗部分时，为了不阻挡光通过上述的窗部分，支撑层也可以有与抛光层相似或相同的窗部分，或可以具有截断形状以允许光通过截断部分而没有窗部分。

构成支撑层的原料也不受特别限制。优选使用有机材料，因为它容易铸模成指定的形状和指定的特性，并且能够赋予一般的弹性。可以使用各种各样的聚合物作为有机原料。构成支撑层的有机材料可以是交联聚合物、预-交联聚合物或非交联聚合物。

此外，支撑层可以含有仅仅一层或两层或多层。另外，支撑层和抛光层可以相互直接接触和通过如热熔方法粘合。它们可以通过上述的粘合层粘合。粘合层可以是固化粘合层的一层或含有粘合材料如粘合带的一层。

本发明的抛光垫的形状不受特别限制，例如可以是圆盘状，带状或卷状。优选根据抛光装置选择合适的抛光垫形状。此外，抛光垫的尺寸在使用前也不受特别限制。关于圆盘状抛光垫，直径优选为 0.5~500cm，更优选 1.0~250cm，特别优选 20~200cm，厚度优选大于 0.1mm，并且不大于 100mm，特别优选 1~10mm。

在任何抛光步骤中都可以使用抛光垫。例如，可以使用于抛光半导体晶片的 STI 步骤，形成 Al 和 Cu 的金属线的波形花纹步骤，用 Al、Cu 和 W 形成插头的波形花纹步骤，同时地形成金属线路和经由插头的双波形花纹步骤，抛光层间绝缘膜（如氧化膜，低-K 或者 BPSG）的步骤，抛光氮化物膜（如 TaN 或者 TiN）的步骤和抛光聚硅或者裸硅的步骤。

在抛光垫的抛光表面，可以形成开槽。该凹槽具有在抛光时保留所提供的浆液的功能和具有更均匀地分配浆液到抛光表面的功能。此外，该凹槽也起着保留废料的排出路径并将废料排出的功能，保留废料包括由抛光所产生的磨损刻痕和暂时使用的浆液。槽的外形不受特别限制，例如可以是环-形，格子-形和/或螺旋形。

环形槽的平面形状不受特别限制，可以是圆，多边形如三角形，长方形或五边形，或椭圆。此外，在抛光垫上形成的凹槽的数量不受特别限制，只要是 2 个或多个。此外，这些凹槽的位置也不受特别限制。例如，这些凹槽可以设置在相同中心的周围或者环心设置，或者离心设置，或者设置成：大部分其它的环状凹槽被一个环状凹槽环绕并设置在抛光表面的内部。在这些构型中，优选具有凹槽的抛光垫设置在相同中心的周围，更优选具有多个环状凹槽的抛光垫环心地设置。就上述功能而言，具有围绕相同中心设置凹槽的抛光垫优越于其它抛光垫。此外，由于具有环心凹槽，抛光垫的这些功能更优越，而且凹槽的形成也容易。

同时，在凹槽的宽度方向，横截面的形状也不受特别限制，可以由扁平侧面和扁平底面形成的形状（在开口侧凹槽的宽度可以等于，大于或小于它的底侧），例如 U-形或者 V-形。

格子状的凹槽可以通过一个连续凹槽或多个独立凹槽形成。此外，组成格子的每种图案的平面形状不受特别限制，可以是各种各样的多边形。多边形的具体例子包括四边形如正方形，长方形，梯形和菱形，三角形，五边形和六边形。

同时，在凹槽的宽度方向，横截面的形状不受特别限制，可以是由扁平侧面和扁平底面形成的形状（在开口侧凹槽的宽度可以等于，大于或小于它的底侧），例如U-形或者V-形。

螺旋形凹槽可以通过一个连续凹槽或两个螺旋方向不同的螺旋形凹槽形成。此外，螺旋形凹槽可以通过两个螺旋方向相同的螺旋槽或者三个或多个螺旋方向相同或不同的螺旋凹槽来形成。

同时，在凹槽的宽度方向，横截面的形状不受特别限制，可以是由扁平侧面和扁平底面形成的形状（在开口侧凹槽的宽度可以等于，大于或小于它的底侧），例如U-形或者V-形。

凹槽的尺寸不受特别限制。例如，凹槽的宽度不小于0.1mm，更优选0.1~5mm，更加优选0.2~3mm。通常比较难以形成宽度或最小尺寸小于0.1mm的凹槽。此外，凹槽的深度优选不小于0.1mm，更优选0.1~2.5mm，更加优选0.2~2.0mm。当凹槽的深度小于0.1mm时，抛光垫的使用寿命不利地明显减短。此外，凹槽间的距离（对于螺旋形凹槽，在直径方向，粘合部分的最小距离）优选不小于0.05mm，更优选0.05~100mm，更加优选0.1~10mm。难以形成最小距离小于0.05mm的凹槽。此外，间距是凹槽的宽度和凹槽与粘合槽之间的距离的加和，间距优选不小于0.15mm，更优选0.15~105mm，更加优选0.3~13mm，特别优选0.5~2.2mm。

上述优选的范围可以结合，例如，优选宽度不小于0.1mm，深度不小于0.1mm和最小距离不小于0.05mm，更优选宽度为0.1~5mm，深度为0.1~2.5mm和最小距离为0.05~100mm；更优选宽度为0.2~3mm，深度为0.2~2.0mm和最小距离为0.1~10mm。

此外，凹槽的内表面粗糙度优选不大于20 μm ，更优选不大于15 μm ，更加优选不大于10 μm ，并且一般不小于0.05 μm 。当表面不大于20 μm 的表面粗糙度时，可以有效地阻止抛光时的刻痕。在使用本发明的抛光垫前，可以将表面粗糙度理解为一个值。

当凹槽的内表面的表面粗糙度不大于 $20\mu\text{m}$ ，内表面具有不大的坑和突起。当内表面有大的坑和突起时，特别是大的突起，如，在形成凹槽时产生的不完全研磨部分，在抛光时，从表面分离而导致出现的刻痕。此外，由于在抛光时的压力或摩擦热所产生的分离突起，并对该分离突起压缩所形成的杂质，和由于接触分离突起和浆液里的磨损碎片或固体所形成的杂质。由这些杂质也可以产生刻痕。此外，甚至在打磨时，这些突起也可以分离，并导致类似的问题。

此外，当表面粗糙度不大于 $20\mu\text{m}$ 时，可以防止刻痕的产生，凹槽可以发挥槽的功能，特别地，可以更充分地发挥在抛光表面分配浆液的功能和排出肥料到外面的功能。

另外，本发明的抛光垫除了有凹槽之外，还有通向抛光表面侧的坑。坑的平面形状并没有特别的限制，例如可以是圆形，多边形如三角形，长方形或五边形，或椭圆。此外，坑的横截面形状也并没有特别的限制，可以是由平面侧面和平面底面构成的形状（开口侧的坑在横向横截面方向的尺寸可以等于，大于或小于它底侧的尺寸），例如 U-形或 V-形。

此外，就凹槽的内表面的表面粗糙度来说，坑的内表面的表面粗糙度是，例如，不大于 $20\mu\text{m}$ ，优选不大于 $15\mu\text{m}$ ，更优选不大于 $10\mu\text{m}$ ，并且一般不小于 $0.05\mu\text{m}$ 。

这样的凹槽可以通过凹槽切割机器用刀片切割抛光垫的表面而形成。构成刀片的材料没有特别的限制。可以使用碳钢，合金钢，高速钢，烧结的硬质合金，金属陶瓷，钨铬钴合金，高压烧结体，和其它的陶瓷作为刀片的材料。刀片可以是单刀片或具有多个刀片的复合-刀片单元。

此外，也可以在用于聚合反应的容器（如模子）里，预先形成这样的凹槽形的内孔形状，然后将原料混合物注入容器中并进行固化反应，无需切割就可以在凹槽的表面形成具有凹槽形的抛光层。

实施例

以下将通过实施例和比较例对本发明作进一步的描述。表 1 表示实施例和比较例的抛光垫的成分和评定。表 1 中用于表示组分含量的数字单位是百分重量。

表1

	Ex.1	Ex.2	Ex.3	Ex.4	Ex.5	C.Ex.1
<水溶性微粒A> β-环糊精 (平均粒子直径: 20µm)	14.5	14.5	700	40	2.5	—
<交联剂B> B1 甘油和环氧丙烷的三官能团加成反应产物 (平均分子量: 330 “UNOL TG330”) B1 三羟甲基丙烷 (“TMP”) B2 二官能团聚四亚甲基二醇(平均分子量: 650 “PTMG650”) B2 1,6-己二醇 (当B1+B2=100%时, B2的百分含量) <多异氰酸酯D> 4,4'-二苯基甲烷二异氰酸酯 (“SUMIDUR 44S”) <未端的异氰酸酯聚合物E> 二官能团聚四亚甲基二醇(平均分子量: 650 “PTMG650”) 二官能团聚四亚甲基二醇(平均分子量: 250 “PolyTHF250”) 4,4'-二苯基甲烷二异氰酸酯 两端异氰酸酯预聚物 “ADIPRENE LFH 120” (B+D+E)	21.6 — 6.9 — 24.2 21.6 28.2 — 21.7 — 100	13.2 — 17.4 — 56.9 —	21.6 — 6.9 — 24.2 21.6 28.2 — 21.7 — 100	21.6 — 6.9 — 24.2 21.6 28.2 — 21.7 — 100	— 2.2 — 11.1 83.5 — — — 86.7 100	21.6 — 6.9 — 24.2 21.6 28.2 — 21.7 — 100
<反应加速剂> 2-甲基三乙胺 (Me-DABCB) ADEKASTAB BT 11	0.1 —	0.1 —	0.1 —	0.1 —	— 0.015	0.1 —
水溶性微粒的体积分数 (%) 抗张强度(kgf/cm) 肖氏硬度D 抛光速率(mm/min) 刻痕的存在 平滑度(mm)	10 2817 75 200 无 50	10 10320 83 180 无 30	35 1120 81 300 无 80	3 3530 71 160 无 40	2 9980 65 200 无 30	0 3860 69 40 很多 130

EX: 实施例, C.Ex: 比较例

实施例 1

将 28.2 重量%的聚四亚甲基二醇 (Mitsubishi 化学公司的产品, 商品名“PTMG650”), 其数均分子量为 650, 分子的两端带有两个羟基, 和 21.7 重量%的 4,4'-二苯基甲烷二异氰酸酯 (Sumika Bayer 聚氨酯股份有限公司的产品, 商品名“SUMIDUR 44S”) 加入到反应器中, 保持温度为 90°C, 搅拌 3 小时以进行反应, 然后冷却以得到两端为异氰酸酯的预聚物。

使用 21.6 重量%的甘油和丙烯氧化物的加成反应产物 (NOF 公司的产品, 商品名“UNIOL TG330”), 其数均分子量为 330, 并且带有三个羟基, 和 6.9 重量%的聚四亚甲基二醇“PTMG650”作为交联剂。在交联剂中, 14.5 重量%的水溶性微粒的 β -环糊精 (BIO RESEARCH CORPORATION OF YOKOHAMA 的产品, 商品名“DEXPAL β -100”, 平均粒径: 20 μ m) 通过搅拌分散, 作为反应加速剂, 0.1 重量%的 2-甲基三亚乙基二胺 (Air Products Japan, Inc. 的产品, 商品名“Me-DABCO”) 通过搅拌溶解。将这个混合物加入到含有上述两端为异氰酸酯的预聚物的反应器中。

此外, 21.6 重量%的 4,4'-二苯基甲烷二异氰酸酯“SUMIDUR 44S”被加入到两端为异氰酸酯的预聚物的上述反应器中, 在室温下, 以 200 转数/分的速率搅拌所得混合物 2 分钟, 然后在减压下去泡沫, 以得到粗原料混合物。

将粗原料混合物注入直径为 60 厘米, 厚度为 3 毫米的模子中, 在 80°C 下保持 20 分钟, 以生成聚氨酯, 在 110°C 下二次硫化 5 小时, 以得到直径为 60 厘米, 厚度为 3 毫米的抛光垫。对于整个抛光垫来说, 水溶性微粒的体积分数, 即相对于聚氨酯基质和水溶性微粒的总量来说, 水溶性微粒的体积分数约为 10%。

当对哑铃形的型号 3 试样进行张力试验时, 所得的抛光垫显示 2,817kgf/cm 的抗张积, 张力试验是依照 JISK6251“硫化橡胶的张力试验操作方法”, 在拉晶速率为 500 毫米/分和温度为 30°C 下进行并断裂的。此外, 垫的肖氏硬度 D 为 75。

此外, 通过以下对抛光垫的抛光性能进行评估。

(1) 抛光速率和是否存在刻痕

SiO₂ 固态膜半导体晶片 (ADVANTEC CO.,LTD 的产品, 膜厚: 1,000nm, 热氧化晶片) 在以下条件下抛光 2 分钟, 对其抛光速率和是否存在刻痕进行评

估。通过使用光学膜厚仪器测量在抛光前后的膜厚，由膜厚评估抛光速率。同时，在抛光后，使用电子显微镜，通过观察 SiO₂ 膜半晶片的抛光表面，以检查刻痕。此外，在评估抛光性能前，使垫的表面变粗糙。除了使用 #100 钻石修整器和用 1,500ml/min 的流水代替浆液之外，其余条件和抛光的条件相同，对表面进行处理 20 分钟。

浆液：三次稀释过的 CMS1101(JSR 公司的产品)，化学机械抛光装置：EPO112 (Ebara 公司的产品)

浆液进料速率：200 ml/min

抛光负载：400 g/cm²

表面台的旋转速率：30 rpm

顶部的旋转速率：31 rpm

因此，抛光速率为 200 nm/min，几乎没有发现刻痕。

(2) 平滑性的评估

当被半导体晶片 (SKW Associates, Inc. 的产品，商品名 “SKW-7”) 改性的表面 SiO₂ 膜图案的凸面部分起始的水平差大约为 800nm 时，在模型凹的部分 SiO₂ 膜在上述条件被抛光，被抛光的量用来评估平滑性。数值越小，模型晶片的平滑性越好。在抛光前后，使用光学膜厚测量仪测量 SiO₂ 膜的膜厚度并计算。其结果是平滑性是 50nm，可以认为结果良好。

实施例 2

将 23.1 重量%的聚四亚甲基二醇 (BASF Japan Ltd. 的产品，商品名 “PolyTHF250”)，其数均分子量为 250，分子的两端带有两个羟基，和 46.3 重量%的 4,4'-二苯基甲烷二异氰酸酯 “SUMIDUR 44S” 加入到反应器中，保持温度为 90°C，搅拌 3 小时以进行反应，然后冷却以得到两端为异氰酸酯的预聚物。

使用 13.2 重量%的 “UNIOL TG330”，其数均分子量为 330，并且带有三个羟基；和 17.4 重量%的聚四亚甲基二醇 “PTMG650” 作为交联剂。在交联剂中，14.5 重量%的水溶性微粒的 β-环糊精 “DEXPAL β-100” 通过搅拌分散，作为固化催化剂，0.1 重量%的 2-甲基三亚乙基二胺 “Me-DABCO” 通过搅拌溶解。将混合物加入到含有上述两端都为异氰酸酯的预聚物的反应器中。在室温下，以 200 转数/分的速率搅拌所得混合物 2 分钟，然后在减压下去泡沫，

以得到粗原料混合物。

将粗原料混合物注入直径为 60 厘米，厚度为 3 毫米的模子中，在 80°C 下保持 20 分钟，以生成聚氨酯，在 110°C 下二次硫化 5 小时，以得到直径为 60 厘米，厚度为 3 毫米的抛光垫。对于整个抛光垫来说，水溶性微粒的体积分数，即相对于聚氨酯基质和水溶性微粒的总量来说，水溶性微粒的体积分数约为 10 %。

在进行张力试验后，所得的抛光垫显示 10, 320kgf/cm 的抗张积，83 的肖氏硬度 D。

此外，用与实施例 1 相同的方法对抛光速率，是否存在刻痕和平滑性进行了评估。结果，抛光速率为 180nm/min，几乎没有发现刻痕，平滑度为 30nm，意味着抛光表面的平滑度非常良好的。

实施例 3

除了水溶性的 β -环糊精“DEXPAL β -100”的量变为 70 重量%以外，用与实施例 1 相同的方法得到聚氨酯的原料混合物。此外，与实施例 1 相同的方式进行制备聚氨酯的反应和二次硫化的反应，以得到直径为 60 厘米，厚度为 3 毫米的抛光垫。相对整个抛光垫来说，水溶性微粒的体积分数，即，相对于聚氨酯基质体积和水溶性微粒体积的总和来说，水溶性微粒的体积分数，大约为 35%。

在进行张力试验后，所得的抛光垫显示 1, 120kgf/cm 的抗张积，81 的肖氏硬度 D。

此外，用与实施例 1 相同的方法对抛光速率，是否存在刻痕和平滑性进行了评估。结果是抛光速率为 300nm/min，几乎没有发现刻痕，平滑度为 80nm，表现良好的。

实施例 4

除了水溶性的 β -环糊精“DEXPAL β -100”的量变为 4 重量%以外，用与实施例 1 相同的方法得到聚氨酯的原料混合物。此外，制备聚氨酯的反应和二次硫化的反应与实施例 1 相同的方式相同，以得到直径为 60 厘米，厚度为 3 毫米的抛光垫。相对整个抛光垫来说，水溶性微粒的体积分数，即，相对于聚氨酯基质体积和水溶性微粒体积的总和来说，水溶性微粒的体积分数，大约为 3%。

在进行张力试验后, 所得的抛光垫显示 3, 530kgf/cm 的抗张积, 71 的肖氏硬度 D。

此外, 用与实施例 1 相同的方法对抛光速率, 是否存在刻痕和平滑性进行了评估。结果, 抛光速率为 160nm/min, 几乎没有发现刻痕, 平滑度为 40nm, 结果良好。

实施例 5

使用 2.2 重量%并带有三个羟基的三羟甲基丙烷 (BASF Japan Ltd.的产品, 商品名“TMP”) 和 11.1 重量%并带有两个羟基的 1,6-己二醇 (Wako Pure 化学工业公司的产品) 作为交联剂。在交联剂中, 2.5 重量%的水溶性微粒的 β -环糊精 (BIO RESEARCH CORPORATION OF YOKOHAMA 的产品, 商品名“DEXPAL β -100”, 平均粒径: 20 μ m) 通过搅拌分散, 作为反应加速剂, 0.015 重量%的二马来酸二丁基锡 (Asahi Denka Co.,Ltd.的产品, 商品名“ADEKASTAB BT 11”) 通过搅拌溶解。将 86.7 重量%的 ADIPRENE LFH 120 (Uniroyal Chemical Company,Inc 的产品) 加入到混合物中, 该产品是商购的两端为异氰酸酯的预聚物, 其具有 1,6-己撑二异氰酸酯与聚四亚甲基二醇两端反应后的结构。其后, 在室温下, 以 200 转数/分的速率搅拌所得混合物 2 分钟, 然后在减压下去泡沫, 以得到粗原料混合物。此外, 用与实施例 1 相同的方式, 进行聚氨酯的聚合反应和二次硫化, 以得到直径为 60 厘米, 厚度为 3 毫米的抛光垫。

相对整个抛光垫来说, 水溶性微粒的体积分数, 即, 相对于聚氨酯基质体积和水溶性微粒体积的总和来说, 水溶性微粒的体积分数, 大约为 2%。

在进行张力试验后, 所得的抛光垫显示 9, 980kgf/cm 的抗张积, 65 的肖氏硬度 D。

此外, 用与实施例 1 相同的方法对抛光速率, 是否存在刻痕和平滑性进行了评估。结果, 抛光速率为 200nm/min, 几乎没有发现刻痕, 平滑度为 30nm, 结果是良好的。

比较例 1

除了没有使用水溶性的 β -环糊精外, 与实施例 1 相同的方式得到聚氨酯的粗原料混合物。此外, 用与实施例 1 相同的方式, 进行聚氨酯的聚合反应和二次硫化, 以得到直径为 60 厘米, 厚度为 3 毫米, 没有水溶性微粒的抛光垫。

在进行张力试验后, 所得的抛光垫显示 3, 860kgf/cm 的抗张积, 69 的肖

氏硬度 D。

此外，用与实施例 1 相同的方法对抗张积，肖氏硬度 D，抛光速率，是否存在刻痕和平滑性进行了评估。结果是抛光速率为 40nm/min，表现较差，并发现许多刻痕，平滑度为 130nm，表现较差。

比较例 1（不含有水溶性微粒的抛光垫）显示了 40nm/min 的低抛光速率。此外，它有许多刻痕并显示了 130nm 差的平滑度。同时，就实施例 1~4 的本发明的抛光垫来说，对所有的物理性质都获得了良好的结果，并获得了很均匀的优良抛光垫。因此，这些抛光垫适于用来抛光半导体晶片或类似物体的表面。

如上面所作的详细说明，根据本发明用于生产抛光垫的方法，可以获得水溶性微粒均匀分布在聚合物基质中，具有良好刚度和抛光性能的抛光垫。