



(19) 中華民國智慧財產局

(12) 發明說明書公告本

(11) 證書號數：TW I726115 B

(45) 公告日：中華民國 110 (2021) 年 05 月 01 日

(21) 申請案號：106119917

(22) 申請日：中華民國 106 (2017) 年 06 月 15 日

(51) Int. Cl. : C08G18/10 (2006.01)

C08G18/40 (2006.01)

C08G18/61 (2006.01)

B24B37/24 (2012.01)

H01L21/304 (2006.01)

(30) 優先權：2016/06/16 日本

2016-119855

(71) 申請人：日商迪愛生股份有限公司 (日本) DIC CORPORATION (JP)

日本

(72) 發明人：小田善之 ODA, YOSHIYUKI (JP)；柴雄一郎 SHIBA, YUICHIRO (JP)

(74) 代理人：丁國隆；黃政誠

(56) 參考文獻：

JP 2013-52492A

審查人員：蔡瑜潔

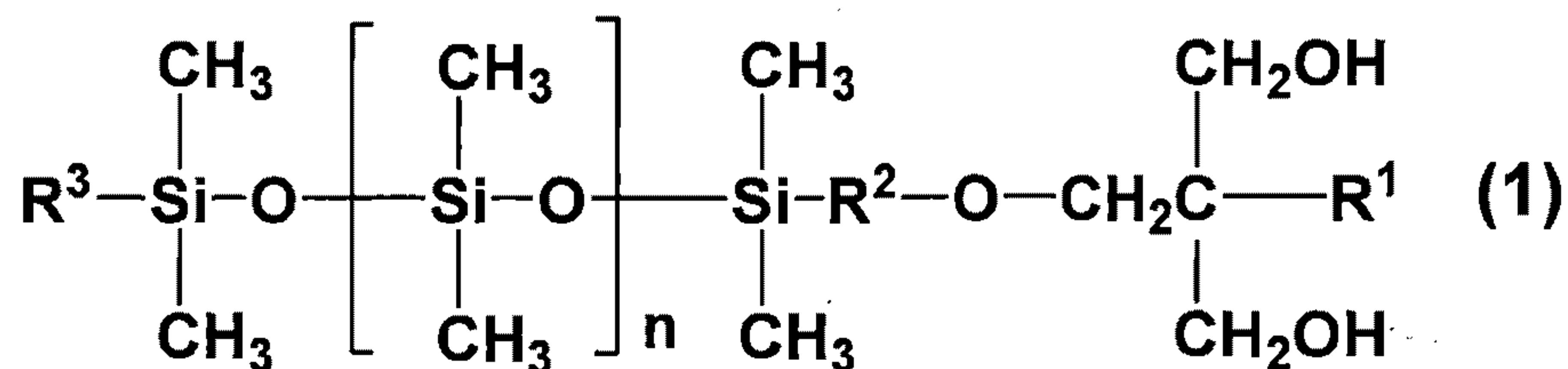
申請專利範圍項數：6 項 圖式數：3 共 29 頁

(54) 名稱

研磨墊、研磨墊之製造方法及研磨方法

(57) 摘要

本發明提供一種研磨墊，其係含有主劑(i)、及硬化劑(ii)的胺基甲酸酯樹脂組成物之發泡硬化物的研磨墊，該主劑(i)含有包含通式(1)所示的聚矽氧烷化合物之作為多元醇(a1)與聚異氰酸酯(a2)的反應物之具有異氰酸酯基的胺基甲酸酯預聚物(A)，特徵為：該胺基甲酸酯預聚物(A)原料中的該聚矽氧烷化合物之比例為 1 質量%以下。該研磨墊具有優異的研磨速率，而且，可得到研磨後的被研磨材表面之刮傷少且平滑性優異的研磨物。



I726115

## 發明摘要

※ 申請案號：106119917

※ 申請日：106/06/15

※IPC 分類：

C08G 18/10 (2006.01)

C08G 18/40 (2006.01)

C08G 18/61 (2006.01)

B24B 37/24 (2012.01)

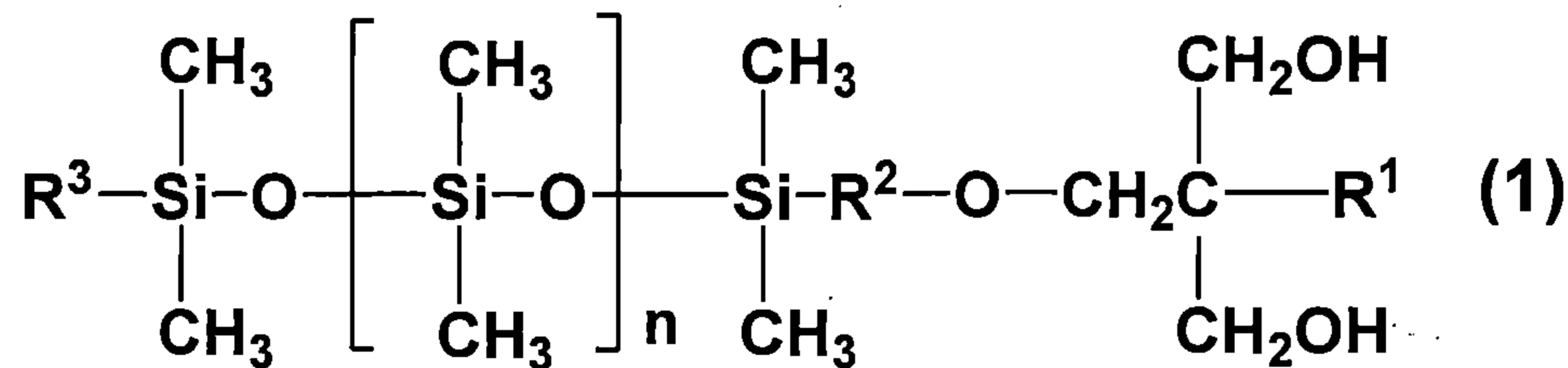
H01L 21/304 (2006.01)

## 【發明名稱】(中文/英文)

研磨墊、研磨墊之製造方法及研磨方法

## 【中文】

本發明提供一種研磨墊，其係含有主劑(i)、及硬化劑(ii)的胺基甲酸酯樹脂組成物之發泡硬化物的研磨墊，該主劑(i)含有包含通式(1)所示的聚矽氧烷化合物之作為多元醇(a1)與聚異氰酸酯(a2)的反應物之具有異氰酸酯基的胺基甲酸酯預聚物(A)，特徵為：該胺基甲酸酯預聚物(A)原料中的該聚矽氧烷化合物之比例為1質量%以下。該研磨墊具有優異的研磨速率，而且，可得到研磨後的被研磨材表面之刮傷少且平滑性優異的研磨物。



## 【英文】

無。

**【代表圖】**

**【本案指定代表圖】**：無。

**【本代表圖之符號簡單說明】**：

無。

**【本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式】**：

無。



# 發明專利說明書

(本說明書格式、順序，請勿任意更動)

## 【發明名稱】(中文/英文)

研磨墊、研磨墊之製造方法及研磨方法

## 【技術領域】

【0001】本發明係關於一種特別是可適當使用於玻璃基板、矽晶圓、半導體元件等之研磨的研磨墊、研磨墊之製造方法及研磨方法。

## 【先前技術】

【0002】液晶顯示器(LCD)用玻璃基板、硬碟(HDD)用玻璃基板、記錄裝置用玻璃碟片、光學用透鏡、矽晶圓、半導體元件等係需要高度的表面平坦性與面內均一性。

【0003】特別是前述半導體元件伴隨半導體電路之整合度急遽增加而發展以高密度化為目的之細微化或多層配線化，且加工面需要更進一步高度的表面平坦性。又，在前述液晶顯示器用玻璃基板中，伴隨液晶顯示器之大型化，加工面也需要更高度的表面平坦性。如前述，加工面之表面平坦性的要求高度化，且研磨加工的研磨精度或研磨效率等要求性能進一步高漲。

【0004】因此，在半導體元件或光元件之製造程序中，作為可形成具有優異之平坦性的表面之研磨方法，廣泛採用化學機械研磨法，所謂的 CMP(Chemical Mechanical Polishing)法。

【0005】前述 CMP 法通常採用在研磨加工時供給使磨粒(研磨粒子)分散於鹼溶液或酸溶液的漿體(研磨液)而進行研磨的游離磨粒方式。亦即，被研磨物(的加工面)係以漿體中之磨粒所致的機械作用、及鹼溶液或酸溶液所致的化學作用平坦化。在此，伴隨加工面所需要的平坦性之高度化，CMP 法所需的研磨精度或研磨效率等研磨性能，具體而言，高研磨速率、非刮傷性、高平坦性之要求高漲。作為使用前述 CMP 法的游離磨粒方式之研磨墊，有人報導例如，將磨損的程度最佳化且實現研磨性能之穩定化的技術(例如，參考專利文獻 1)。又，出於廢液處理或成本問題，也已提出未使用游離磨粒方式之固定磨粒型研磨墊(例如，參考專利文獻 2)。

【0006】作為使用前述游離磨粒方式的研磨墊，為了回應近年來更進一步之高度的要求，有人提出例如，嘗試以乙烯系樹脂之最佳化達成高研磨速率、高平坦性、及低刮傷(例如，參考專利文獻 3)、嘗試控制磨損性而減少刮傷之產生(例如，參考專利文獻 4)、嘗試將胺基甲酸酯樹脂進行環氧改質而改良平坦性或研磨速度(例如，參考專利文獻 5)、嘗試使用特殊原料作為胺基甲酸酯樹脂之原料進行平坦化(例如，參考專利文獻 6)等。

【0007】如上述，產業界強烈需要滿足高精密研磨所需之高度化的高研磨速率、低刮傷性、及高平坦性之研磨墊，雖進行各式各樣的嘗試，但實情為尚未發現。

先前技術文獻

專利文獻



**【 0008 】**

- 專利文獻 1 日本特開 2010-76075 號公報  
專利文獻 2 日本特開 2011-142249 號公報  
專利文獻 3 日本特開 2014-192217 號公報  
專利文獻 4 日本特開 2014-111296 號公報  
專利文獻 5 日本特開 2013-252584 號公報  
專利文獻 6 日本特開 2015-51498 號公報

**【發明內容】****發明所欲解決的課題**

**【 0009 】** 本發明欲解決的課題在於提供一種具有優異的研磨速率，並可得到研磨後的被研磨材表面之刮傷少且平滑性優異的研磨物之研磨墊。

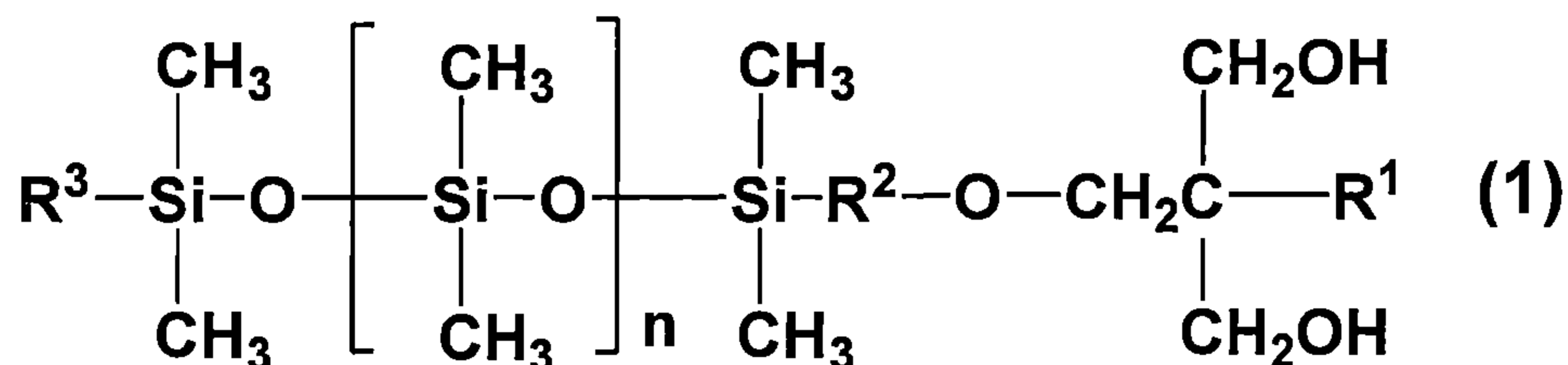
**解決課題之手段**

**【 0010 】** 本案發明人等為了解決上述課題而仔細研究的結果發現：藉由使用一種研磨墊，可解決上述課題，完成本發明，其係為含有主劑(i)、及硬化劑(ii)的胺基甲酸酯樹脂組成物之發泡硬化物，該主劑(i)含有包含聚矽氧烷化合物之作為多元醇(a1)與聚異氰酸酯(a2)的反應物之具有異氰酸酯基的胺基甲酸酯預聚物(A)，在前述胺基甲酸酯預聚物(A)中含有特定量的前述聚矽氧烷化合物。

**【 0011 】** 亦即，本發明係關於一種研磨墊，其係含有主劑(i)、及硬化劑(ii)的胺基甲酸酯樹脂組成物之發泡硬化物的研磨墊，該主劑(i)含有包含下述通式(1)所示的聚矽氧烷化合物之作為多元醇(a1)與聚異氰酸酯(a2)的

反應物之具有異氰酸酯基的胺基甲酸酯預聚物(A)，特徵為：該胺基甲酸酯預聚物(A)原料中的該聚矽氧烷化合物之比例為 1 質量%以下。

【0012】



【0013】(式(1)中， $\text{R}^1$ 及 $\text{R}^3$ 各別獨立且表示碳原子數 1~5 的烷基， $\text{R}^2$ 表示碳原子數 1~5 的伸烷基， $n$ 表示 1~200 之重複單元的平均值。)

【0014】又，本發明係關於一種研磨墊之製造方法，其特徵為：混合含有包含使多元醇(a1)與聚異氰酸酯(a2)進行反應而得到之具有異氰酸酯基的胺基甲酸酯預聚物(A)之主劑(i)、硬化劑(ii)、及含有水(B)的發泡劑(iii)之胺基甲酸酯樹脂組成物，並注入至模具內，進行發泡、硬化而得到發泡成形物，接著，將該發泡成形物自模具取出，且切片為薄片狀，其中多元醇(a1)包含前述通式(1)所示的聚矽氧烷化合物。

【0015】再者，本發明係關於一種維克氏硬度 1500 以下的被研磨材之研磨方法，特徵為使用前述研磨墊。

### 發明之效果

【0016】本發明的研磨墊為具有優異的研磨速率，且在使用本發明的研磨墊進行研磨之被研磨材中，可得到刮傷之產生少且被研磨材表面之平滑性優異的研磨物者。



【0017】因此，本發明的研磨墊，對液晶顯示器(LCD)用玻璃基板、硬碟(HDD)用玻璃基板、記錄裝置用玻璃碟片、光學用透鏡、矽晶圓、半導體元件、智慧型手機的外殼用玻璃等光學基板；磁性基板；矽晶圓基板；元件用基板等需要高度的表面平坦性與面內均一性之高精度的研磨加工為有用，尤其是對矽晶圓等維克氏硬度為1500以下的被研磨劑之研磨特別有用。

### 【圖式簡單說明】

#### 【0018】

圖1為使用實施例1所得之研磨墊(P1)進行研磨的被研磨材(矽晶圓)之AFM觀察圖。

圖2為使用比較例1所得之研磨墊(P'1)進行研磨的被研磨材(矽晶圓)之AFM觀察圖。

圖3為使用比較例2所得之研磨墊(P'2)進行研磨的被研磨材(矽晶圓)之AFM觀察圖。

### 【實施方式】

#### 實施發明的形態

【0019】本發明的研磨墊為含有主劑(i)、及硬化劑(ii)的胺基甲酸酯樹脂組成物之發泡硬化物，該主劑(i)含有包含下述通式(1)所示的聚矽氧烷化合物之具有作為多元醇(a1)與聚異氰酸酯(a2)的反應物之異氰酸酯基的胺基甲酸酯預聚物(A)。

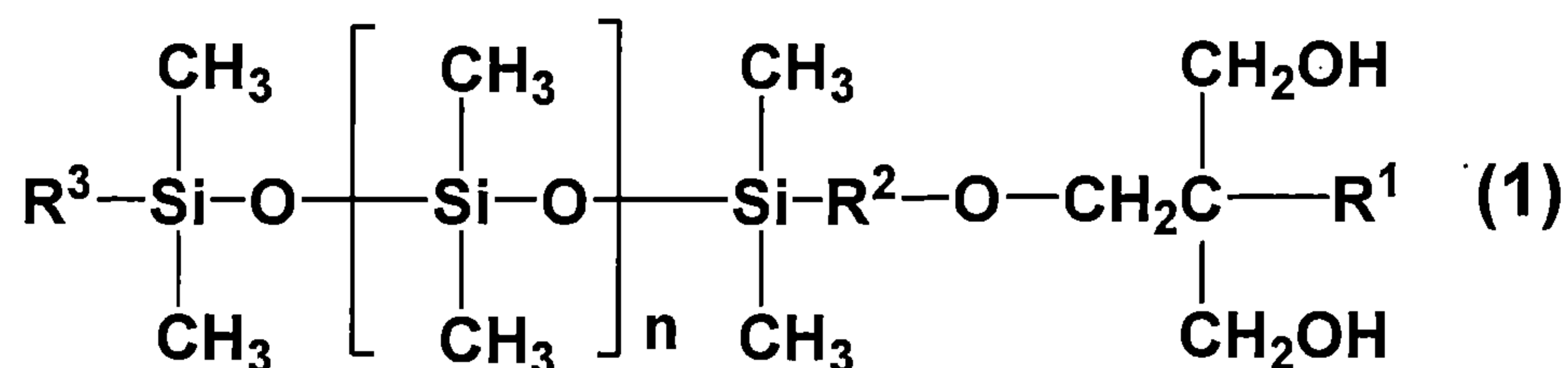
【0020】作為前述主劑(i)，使用包含下述通式(1)所示的聚矽氧烷化合物之作為多元醇(a1)與聚異氰酸酯(a2)的反應物之具有異氰酸酯基的胺基甲酸酯預聚物(A)。



【0021】作為前述多元醇(a1)，必須使用下述通式(1)所示之聚矽氧烷化合物，也可視需要使用其它的多元醇。

【0022】作為前述聚矽氧烷化合物，使用下述通式(1)所示者。

【0023】



【0024】(式(1)中， $\text{R}^1$ 及 $\text{R}^3$ 各別獨立且表示碳原子數1~5的烷基， $\text{R}^2$ 表示碳原子數1~5的伸烷基， $n$ 表示1~200之重複單元的平均值。)

【0025】前述聚矽氧烷化合物，從得到研磨後的被研磨材表面之刮傷少且平滑性優異的研磨物，並得到具有優異之研磨速率的研磨墊之觀點， $\text{R}^1$ 及 $\text{R}^3$ 各別較佳為甲基或乙基， $\text{R}^2$ 較佳為伸丙基或伸丁基， $n$ 較佳為10~100的範圍，更佳為15~50的範圍。

【0026】作為前述聚矽氧烷化合物，例如，可由市售品取得信越化學工業股份有限公司製「X-22-176B」、「X-22-176DX」、「Silaplane FMDA11」等。

【0027】又，從得到研磨後的被研磨材表面之刮傷少且平滑性優異的研磨物，並得到研磨速率、機械強度及研磨墊之壽命也佳的研磨墊之觀點，前述胺基甲酸酯預聚物(A)原料中的前述聚矽氧烷化合物之比例為1質量%以下，較佳為0.5質量%以下，更佳為0.3質量%以下。又，前述聚矽氧烷化合物必須作為前述胺基甲酸酯預聚

物(A)的原料，此下限，較佳為 0.01 質量%以上，更佳為 0.05 質量%以上。

【0028】在此，前述聚矽氧烷化合物的比例若較 1 質量%更多，則研磨速率下降。又，在合成前述胺基甲酸酯預聚物(A)之際，出於相溶性之問題，有前述聚矽氧烷化合物反應率下降所致之得到的研磨墊之機械強度下降、或未反應的矽酮化合物所致之對被研磨體的污染之虞，因此較不佳。

【0029】作為前述其它的多元醇，可舉出例如：聚醚多元醇、聚酯多元醇、聚碳酸酯多元醇、聚丁二烯多元醇、聚丙烯酸多元醇、二聚物二醇、聚異戊二烯多元醇等。該等之中，從可進一步提升研磨速率之觀點，較佳為聚醚多元醇，尤佳為聚伸丁二醇。該等之其它的多元醇，可單獨使用，也可併用兩種以上。

【0030】作為前述聚醚多元醇，可舉出例如：利用四氫呋喃之開環聚合得到的聚伸丁二醇。又，可舉出將具有兩個以上之活性氫原子的化合物之一種或兩種以上作為起始劑，使環氧烷加成聚合者。作為前述具有兩個以上之活性氫原子的化合物，可舉出例如，丙二醇、三亞甲基二醇、1,3-丁二醇、1,4-丁二醇、1,6-己二醇、新戊二醇、丙三醇、二丙三醇、三羥甲基乙烷、三羥甲基丙烷、水、己三醇等。又，作為前述環氧烷，可舉出例如，環氧丙烷、環氧丁烷、苯環氧乙烷、環氧氯丙烷、四氫呋喃等。該等聚醚多元醇，可單獨使用，也可併用兩種以上。



【0031】作為前述其它的多元醇，使用前述聚醚多元醇時，從聚矽氧烷化合物與聚醚多元醇的相溶性之觀點，較佳為在前述多元醇(a1)中於 20~99.9 質量%的範圍使用，更佳為 50~99.9 質量%的範圍。

【0032】作為前述聚酯多元醇，可舉出例如：低分子量的多元醇與聚羧酸進行反應而得到的聚酯多元醇；將  $\epsilon$ -己內酯等環狀酯化合物進行開環聚合反應而得到的聚酯多元醇；將該等共聚合而得到的聚酯多元醇等。該等聚酯多元醇，可單獨使用，也可併用兩種以上。

【0033】作為前述低分子量的多元醇，可舉出例如：乙二醇、丙二醇、1,4-丁二醇、1,6-己二醇、二乙二醇、新戊二醇、1,3-丁二醇等分子量為 50~300 左右之脂肪族多元醇；環己烷二甲醇等具有脂肪族環式結構的多元醇；雙酚 A 及雙酚 F 等具有芳香族結構的多元醇。其中，較佳為 1,6-己二醇、新戊二醇。

【0034】作為可使用於前述聚酯多元醇之製造的前述聚羧酸，可舉出例如：琥珀酸、己二酸、癸二酸、十二烷二酸等脂肪族聚羧酸；對苯二甲酸、間苯二甲酸、鄰苯二甲酸、萘二羧酸等芳香族聚羧酸；此等之酐或酯化物等。

【0035】又，前述聚碳酸酯多元醇為碳酸及碳酸酯與多元醇進行酯化反應而得者。作為前述多元醇，可舉出例如：1,3-丙二醇、1,4-丁二醇、1,6-己二醇、二乙二醇、聚乙二醇、聚丙二醇、聚四亞甲醚二醇等。該等聚碳酸酯多元醇，可單獨使用，也可併用兩種以上。



【0036】作為前述其它的多元醇之數量平均分子量，從研磨速率之觀點，較佳為 200~5,000 的範圍，更佳為 300~3,000 的範圍。再者，前述其它的多元醇之數量平均分子量係表示利用膠體滲透層析(GPC)法，以下述條件進行測定的數值。

【0037】

測定裝置：高速 GPC 裝置(Tosoh 股份有限公司製「HLC-8220GPC」)

管柱：將 Tosoh 股份有限公司製之下述的管柱串聯使用。

「TSKgel G5000」(7.8mmI.D.×30cm)×1 支

「TSKgel G4000」(7.8mmI.D.×30cm)×1 支

「TSKgel G3000」(7.8mmI.D.×30cm)×1 支

「TSKgel G2000」(7.8mmI.D.×30cm)×1 支

檢測器：RI(示差折射計)

管柱溫度：40℃

溶離液：四氫呋喃(THF)

流速：1.0mL/分鐘

注入量：100μL(試料濃度 0.4 質量%的四氫呋喃溶液)

標準試料：使用下述的標準聚苯乙烯，作成檢量線。

【0038】

(標準聚苯乙烯)

Tosoh 股份有限公司製「TSKgel 標準聚苯乙烯 A-500」

Tosoh 股份有限公司製「TSKgel 標準聚苯乙烯 A-1000」

Tosoh 股份有限公司製「TSKgel 標準聚苯乙烯 A-2500」

Tosoh 股份有限公司製「TSKgel 標準聚苯乙烯 A-5000」

Tosoh 股份有限公司製「TSKgel 標準聚苯乙烯 F-1」

Tosoh 股份有限公司製「TSKgel 標準聚苯乙烯 F-2」

Tosoh 股份有限公司製「TSKgel 標準聚苯乙烯 F-4」

Tosoh 股份有限公司製「TSKgel 標準聚苯乙烯 F-10」

Tosoh 股份有限公司製「TSKgel 標準聚苯乙烯 F-20」

Tosoh 股份有限公司製「TSKgel 標準聚苯乙烯 F-40」

Tosoh 股份有限公司製「TSKgel 標準聚苯乙烯 F-80」

Tosoh 股份有限公司製「TSKgel 標準聚苯乙烯 F-128」

Tosoh 股份有限公司製「TSKgel 標準聚苯乙烯 F-288」

Tosoh 股份有限公司製「TSKgel 標準聚苯乙烯 F-550」

【0039】作為前述聚異氰酸酯(a2)，可舉出例如：環己烷二異氰酸酯、二環己基甲烷二異氰酸酯、異佛爾酮二異氰酸酯等具有脂環式結構的聚異氰酸酯；4,4'-二苯基甲烷二異氰酸酯、2,4'-二苯基甲烷二異氰酸酯、碳二亞胺改性二苯基甲烷二異氰酸酯、粗二苯基甲烷二異氰酸酯、苯二異氰酸酯、甲苯二異氰酸酯、萘二異氰酸酯等

之芳香族聚異氰酸酯；六亞甲基二異氰酸酯、離胺酸二異氰酸酯、苯二甲基二異氰酸酯、四甲基苯二甲基二異氰酸酯等脂肪族聚異氰酸酯。該等之中，從可進一步提升研磨墊之高硬度性、及研磨速率之觀點，較佳為芳香族聚異氰酸酯，較佳為甲苯二異氰酸酯、或二苯甲烷二異氰酸酯。又，該等聚異氰酸酯(a2)，可單獨使用，也可併用兩種以上。

【0040】前述胺基甲酸酯預聚物(A)為將前述多元醇(a1)及前述聚異氰酸酯(a2)利用公知的方法進行胺基甲酸酯化反應而得者，且為具有異氰酸酯基者。

【0041】得到前述胺基甲酸酯預聚物(A)之際的前述多元醇(a1)具有之羥基與前述聚異氰酸酯(a2)具有之異氰酸酯基的莫耳比(NCO/OH)，從胺基甲酸酯預聚物(A)的黏度為適當(例如，以鑄型機進行製造時，在40~90℃為500~2000mPa·s)，得到刮傷少且研磨速率優異的研磨墊之觀點，較佳為1.3~6.5的範圍，更佳為1.5~4的範圍。

【0042】在此，前述莫耳比(NCO/OH)若小於1.3，則前述胺基甲酸酯預聚物(A)的黏度極端地上升，且在研磨墊之製造中，流量變不穩定、混合性惡化，因此導致品質下降。另一方面，前述莫耳比(NCO/OH)若較6.5更大，則未反應的聚異氰酸酯增加，成為極低黏度，且同樣地流量變不穩定、可使用時間變得極端地短，因此研磨墊之製造變困難。



【0043】作為前述胺基甲酸酯預聚物(A)的異氰酸酯基當量，從得到研磨後的被研磨材表面之刮傷少且平滑性優異的研磨物，並得到研磨速率、機械強度及研磨墊之壽命也佳的研磨墊之觀點，較佳為 200~800g/eq.的範圍，更佳為 250~600g/eq.的範圍。再者，前述胺基甲酸酯預聚物(A)的異氰酸酯基當量係表示依據 JIS-K-7301：2003 所規定的方法，將試料溶解於乾燥甲苯，且加入過剩的二正丁胺溶液進行反應，將殘留的二正丁胺以鹽酸標準溶液進行逆滴定而求出的數值。

【0044】作為前述硬化劑(ii)，較佳為包含具有含有與前述胺基甲酸酯預聚物(A)具有之異氰酸酯基反應的活性氫原子([NH]基及/或[OH]基)之基的化合物，可舉出例如：乙二胺、丙二胺、己二胺、異佛爾酮二胺等脂肪族或脂環式胺化合物；苯二胺、3,3'-二氯-4,4'-二胺基二苯甲烷、聚胺基氯苯基甲烷化合物等芳香族胺化合物；乙二醇、二乙二醇、丙二醇、丁二醇、己二醇、新戊二醇、3-甲基-1,5-戊二醇、雙酚 A、雙酚 A 的環氧烷加成物、聚醚多元醇、聚酯多元醇、聚己內酯多元醇、聚碳酸酯多元醇等具有兩個以上之羥基的化合物等。該等化合物，可單獨使用，也可併用兩種以上。

【0045】作為前述硬化劑(ii)具有之含有活性氫原子的基與前述胺基甲酸酯預聚物(A)具有的異氰酸酯基之莫耳比，從得到研磨後的被研磨材表面之刮傷少且平滑性優異的研磨物，並得到研磨速率、機械強度及研磨墊之壽命也佳的研磨墊之觀點，較佳為[R 值] = ([與前述硬

化劑(ii)及前述發泡劑(iii)中之異氰酸酯基反應的基的合計莫耳數]/[胺基甲酸酯預聚物(A)之異氰酸酯基的莫耳數]=0.7~1.1的範圍，更佳為0.8~1的範圍。

【0046】又，前述硬化劑(i)，從得到研磨後的被研磨材表面之刮傷少且平滑性優異的研磨物，並得到研磨速率、機械強度及研磨墊之壽命也佳的研磨墊之觀點，相對於前述胺基甲酸酯預聚物(A)100質量份，較佳為在10~50質量份的範圍使用。

【0047】本發明所使用的胺基甲酸酯樹脂組成物含有包含前述胺基甲酸酯預聚物(A)的主劑(i)、及硬化劑(ii)作為必要成分，但視需要也可含有其它的添加劑。

【0048】作為前述其它的添加劑，可舉出例如：含有水(B)的發泡劑(iii)、觸媒(C)、穩泡劑(D)、磨粒、填充劑、顏料、增黏劑、抗氧化劑、紫外線吸收劑、界面活性劑、阻燃劑、塑化劑等。該等添加劑，可單獨使用，也可併用兩種以上。該等之中，在使用前述胺基甲酸酯樹脂組成物，利用水發泡法得到研磨墊的情況，較佳為使用前述含有水(B)的發泡劑(iii)。

【0049】前述水(B)為發揮水發泡法之發泡劑的作用者，可舉出例如：離子交換水、蒸餾水等。作為使用前述水(B)時的使用量，相對於前述胺基甲酸酯預聚物(A)100質量份，較佳為水(B)之比例為0.01~1質量份的範圍。

【0050】再者，前述發泡劑(iii)中，以更進一步提升水發泡性為目的，可單獨或併用兩種以上而含有作為



前述硬化劑(ii)使用之前述具有含有活性氫原子的基之化合物。作為使用前述具有含有活性氫原子的基之化合物時的使用量，從可進一步提升水發泡性之觀點，相對於前述胺基甲酸酯預聚物(A)100質量份，較佳為0.1~10質量份的範圍。

【0051】又，作為前述其它的添加劑，從可形成穩定的發泡之觀點，較佳為含有觸媒(C)。

【0052】作為前述觸媒(C)，可舉出例如：N,N-二甲基胺基乙醚、三伸乙二胺、二甲基乙醇胺、三乙醇胺、N,N,N',N'-四甲基六亞甲二胺、N-甲基咪唑等三級胺觸媒；二月桂酸二辛基錫等金屬觸媒等。該等觸媒，可單獨使用，也可併用兩種以上。該等之中，從可成形穩定的發泡之觀點，較佳為N,N-二甲基胺基乙醚。再者，前述觸媒(C)，亦可包含於任何前述主劑(i)、硬化劑(ii)及發泡劑(iii)。

【0053】作為使用前述觸媒(C)時的使用量，從可形成穩定的發泡之觀點，相對於前述胺基甲酸酯預聚物(A)100質量份，較佳為0.001~5質量份的範圍。

【0054】作為前述穩泡劑(D)，可舉出例如：Dow Corning Toray 股份有限公司製「Toray 矽酮 SH-193」、「Toray 矽酮 SH-192」、「Toray 矽酮 SH-190」等。該等穩泡劑(D)，可單獨使用，也可併用兩種以上。再者，前述穩泡劑(D)，亦可包含於任何前述主劑(i)、硬化劑(ii)及發泡劑(iii)。



【0055】作為使用前述穩泡劑(D)時的使用量，從可穩定地形成細微的氣泡之觀點，相對於前述胺基甲酸酯預聚物(A)100 質量份，較佳為 0.001~5 質量份的範圍。

【0056】作為使用前述胺基甲酸酯樹脂組成物製造研磨墊之方法，可舉出例如：混合含有前述主劑(i)、前述硬化劑(ii)、及前述發泡劑(iii)的胺基甲酸酯樹脂組成物，並注入至鑄模，進行發泡、硬化而得到發泡成形物，接著，將該發泡成形物自模具取出，且切片為薄片狀而製造之方法。

【0057】作為混合前述胺基甲酸酯樹脂組成物之方法，可舉出例如：將前述主劑(i)、前述硬化劑(ii)、及前述發泡劑(iii)放入至混合鑄型機之各別單獨的槽，將前述主劑(i)較佳為加溫至 40~80℃，前述硬化劑(ii)較佳為加溫至 40~120℃，且根據情況將前述發泡劑(iii)加溫至 30~70℃，並以混合鑄型機將各別進行混合的方法。

【0058】作為使用前述胺基甲酸酯樹脂組成物製造研磨墊之方法，具體而言，將前述胺基甲酸酯樹脂組成物以前述混合鑄型機進行混合後，自混合鑄型機吐出各別的成分，將得到的混合物注入預先加溫至 40~120℃的鑄模，並關閉前述鑄模的蓋子，在例如 50~130℃的溫度進行發泡、硬化 10 分鐘~10 小時而得到發泡成形物。之後，取出得到的發泡成形物，較佳為在 100~120℃以 8~20 小時的條件進行後硬化。

【0059】接著，將前述發泡成形物以適當的厚度切片為薄片狀，藉以得到研磨墊。切片後之研磨墊的厚度，可因應用途而適當決定，例如為 0.6~3mm 的範圍。

【0060】又，作為使用前述胺基甲酸酯樹脂組成物製造研磨墊之其它的方法，可舉出例如：將前述主劑(i)利用氣體負載法，得到含有細微氣泡的主劑(i')(以下簡稱為「含細微氣泡的主劑(i')」)，並混合含有前述含細微氣泡的主劑(i')、及硬化劑(ii)之胺基甲酸酯組成物，注入至模具內，進行硬化而得到含細微氣泡的成形物，接著，將該成形物自模具取出，切片為薄片狀的方法。

【0061】作為由前述主劑(i)得到含細微氣泡的主劑(i')之方法，可舉出例如：相對於前述主劑(i)，導入氮氣、碳酸氣體、氦氣、氬氣等非反應性氣體，並機械性地導入氣泡的方法。

【0062】作為混合前述胺基甲酸酯組成物的方法，可舉出例如：將前述含細微氣泡的主劑(i')、及前述硬化劑(ii)放入至混合鑄型機之各別單獨的槽，將前述含細微氣泡的主劑(i')較佳為加溫至40~80℃，前述硬化劑(ii)較佳為加溫至40~120℃，且以混合鑄型機將各別進行混合。

【0063】接著，自混合鑄型機吐出各別的成分，將得到的混合物注入預先加溫至40~120℃的鑄模，並關閉前述鑄模的蓋子，在例如50~130℃的溫度進行發泡、硬化10分鐘~10小時而得到發泡成形物。之後，取出得到的發泡成形物，較佳為在100~120℃以8~20小時的條件進行後硬化。

【0064】接著，將前述發泡成形物以適當的厚度切片為薄片狀，藉以得到研磨墊。切片後之研磨墊的厚度，可因應用途而適當決定，例如為0.6~3mm的範圍。



【0065】又，作為使用前述胺基甲酸酯組成物製造研磨墊之其它的方法，可舉出例如：將前述主劑(i)利用機械發泡法進行發泡而得到發泡主劑(i'')，混合含有前述發泡主劑(i'')、及硬化劑(ii)的胺基甲酸酯組成物，注入至模具內，進行硬化而得到發泡成形物，接著，將該發泡成形物自模具取出，且切片為薄片狀的方法。

【0066】再者，作為使用前述胺基甲酸酯樹脂組成物製造研磨墊之其它的方法，可舉出例如：預先使前述主劑(i)、或硬化劑(ii)含有直徑20~120 $\mu\text{m}$ 之中空狀的塑膠球體(微氣球)，並混合主劑、硬化劑之2液，進行硬化而得到含有中空塑膠球體的成形物，接著，切片為薄片狀的方法。

【0067】利用以上的方法得到之本發明的研磨墊為具有優異的研磨速率，且在使用本發明的研磨墊進行研磨之被研磨材中，得到刮傷之產生少且被研磨材表面之平滑性優異的研磨物者。

【0068】因此，使用本發明的研磨墊用胺基甲酸酯樹脂組成物得到的研磨墊，對液晶顯示器(LCD)用玻璃基板、硬碟(HDD)用玻璃基板、記錄裝置用玻璃碟片、光學用透鏡、矽晶圓、半導體元件等需要高度的表面平坦性與面內均一性之高精度的研磨加工為有用，且在維克氏硬度1500以下的被研磨材之研磨為有用，尤其是對矽晶圓之研磨為有用。

【0069】再者，維克氏硬度為壓入硬度的一種，將以鑽石製成的剛體(壓頭)相對於被試驗物壓入，以此時

完成的壓痕之面積進行判斷。作為試驗方法，有 JIS-Z-2244。各種被研磨之大概的維克氏硬度大概如下所述。

碳化矽 (SiC)：2300~2500、藍寶石：2300、矽：1050、石英玻璃：950、各種玻璃：500~700。

【0070】作為使用本發明的研磨墊之研磨方法，可舉出例如：矽晶圓之研磨的情況，在研磨墊上滴加漿體(弱鹼性的膠體二氧化矽水溶液)，並將被研磨體加壓壓接於與漿體溶合的墊，使貼附墊的表面平板運轉(旋轉)並進行研磨的方法等。(利用游離磨粒之 CMP 研磨法)。

[實施例]

【0071】以下根據實施例與比較例，具體地說明本發明。

(合成例 1：胺基甲酸酯預聚物(A1)之合成)

【0072】在具備氮導入管、冷卻用冷凝器、溫度計、攪拌機之 5 公升 4 口圓底燒瓶，添加 2366 質量份的甲苯二異氰酸酯(TDI-80)，並開始攪拌。接著，添加並混合 2028 份的聚伸丁二醇(數量平均分子量 1000)，在氮氣環境下於 80℃進行反應 3 小時。其次，添加並混合 15 質量份的聚矽氧烷化合物(信越化學工業股份有限公司製「X-22-176DX」；單末端矽酮二醇、數量平均分子量 3262)，在氮氣環境下於 80℃進行反應 3 小時。接著，將 591 質量份的二乙二醇一邊注意發熱，一邊反應 3 小時，得到 NCO 當量 420 的異氰酸酯基末端胺基甲酸酯預聚物(A1)。



(合成例 2：胺基甲酸酯預聚物(A2)之合成)

【0073】在具備氮導入管、冷卻用冷凝器、溫度計、攪拌機之 5 公升 4 口圓底燒瓶，添加 2366 質量份的甲苯二異氰酸酯(TDI-80)，並開始攪拌。接著，添加並混合 2044 質量份的伸丁二醇(數量平均分子量 1000)，在氮氣環境下於 80℃進行反應 3 小時。接著，將 590 質量份的二乙二醇一邊注意發熱，一邊反應 3 小時，得到 NCO 當量 420 的異氰酸酯基末端胺基甲酸酯預聚物(A2)。

(合成例 3：胺基甲酸酯預聚物(A3)之合成)

【0074】僅改變合成例 1 的摻合份數，以同樣的方法，得到異氰酸酯基末端胺基甲酸酯預聚物(A3)。再者，添加係為 2366 質量份的甲苯二異氰酸酯、1936 質量份的聚伸丁二醇、100 質量份的聚矽氧烷化合物(信越化學工業股份有限公司製「X-22-176DX」；單末端矽酮二醇、數量平均分子量 3262)、598 質量份的二乙二醇。

(實施例 1：研磨墊(P1)之製造)

【0075】將合成例 1 所得之異氰酸酯基末端胺基甲酸酯預聚物(A1)調溫為 80℃，作為 A 成分。接著，將 3,3'-二氯-4,4'-二胺基苯甲烷(以下簡稱為「MBOCA」)於 120℃熔融、調溫，作為 B 成分。

進一步地，將充分地攪拌混合 100 質量份的聚丙二醇(數量平均分子量 3000、官能基數：3、以下簡稱為「PPG3000」)、7.0 質量份的離子交換水、0.6 質量份的雙(二甲基胺乙基)醚、及 4 質量份的矽穩泡劑(Dow Corning Toray 股份有限公司製「SH-193」)而得的混合物於 35℃調溫，作為 C 成分(C 混合物)。

其次，在混合型彈性體鑄型機(EA-404 型改造、東邦機械工業股份有限公司製)之 3 個槽各別添加前述 A 成分、B 成分、C 成分。接著，在調溫為 80°C 的鑄模(內部尺寸 250×250×50mm)，使 R 值 = 0.9 而以 A 成分/B 成分/C 成分 = 77.9/18.2/3.9(重量比)之摻合比混合吐出。再者，注入量，使其成為 1875g 而注入。

- 吐出量 = 7000g/min

- 混合機轉速 = 5000rpm (混合機：齒輪式)

之後，立刻關閉鑄模的蓋子，在 80°C 保持 45 分鐘後，取出鑄錠成形品。進一步地，將得到的鑄錠成形品於 110°C 進行 16 小時的後硬化。

將得到的鑄錠成形品以切片機切除為厚度 1.5mm，得到薄片狀的研磨墊(P1)。

(比較例 1：研磨墊(P'1)之製造)

【0076】使用合成例 2 所得之胺基甲酸酯預聚物(A2)，代替實施例 1 所使用之胺基甲酸酯預聚物(A1)，除此以外係與實施例 1 同樣進行，得到研磨墊(P'1)。

(比較例 2：研磨墊(P'2)之製造)

【0077】使用合成例 3 所得之胺基甲酸酯預聚物(A3)，代替實施例 1 所使用之胺基甲酸酯預聚物(A1)，除此以外係與實施例 1 同樣進行，得到研磨墊(P'2)。

【0078】使用上述實施例及比較例所得之研磨墊，進行下述的評估。



## [研磨速率之評估方法]

【0079】在雙面膠的單面貼附實施例及比較例所得之研磨墊，在雙面膠的另一單面貼附研磨機的表面平板，採用以下的裝置、條件、計算式測定研磨速率。

研磨機：FAM 18 GPAW(Speed Fam 股份有限公司製  
表面平板直徑 = 457mm 水冷式)

研磨條件：

(墊前處理) 在墊表面以鑽石修整器(#100)進行修整處理(墊之平坦化及打磨)直到採用紅色鉛筆以 2cm 間隔於縱橫描繪的線消失。給水量 200ml/分鐘

(研磨對象) 4 吋單結晶矽晶圓 厚度：540 $\mu$ m

(貼附方法) 陶瓷砌塊/微多孔麂皮墊(水吸附)矽晶圓

(研磨機冷卻水) 20 $^{\circ}$ C

(漿體) 膠體二氧化矽溶液 NITTA HAAS 股份有限公司製「N6501」稀釋 20 倍

(漿體流量) 100ml/分鐘 (循環式)

(表面平板轉速) 50rpm (牽引式)

(研磨壓力) 18、30、42kPa

(研磨時間) 20 分鐘

(研磨速率) 自研磨前後之聚胺基甲酸酯研磨墊的重量差算出。

亦即，研磨速率( $\mu$ m/min) = (研磨前之矽晶圓的重量(g) - 研磨後之矽晶圓的重量(g))  $\times$  10000 / (單結晶矽的密度( $\text{g}/\text{cm}^3$ )  $\times$  矽晶圓的面積( $\text{cm}^2$ )  $\times$  研磨時間(min))

單結晶矽的密度 =  $2.329 \text{ g/cm}^3$

矽晶圓的面積 =  $20.4 \text{ cm}^2$

[利用原子間力顯微鏡 AFM 之刮傷(平滑性)評估方法]

【0080】使用 AFM 觀察前述的研磨速率評估後之矽晶圓(最後的研磨條件為  $42 \text{ kPa}$ 、20 分鐘)的表面，並算出平均面粗度(Ra)、最大高低差(P-V)、及 n 點平均粗度(Rz)。

機器：SPA300/SPI3800N(Hitachi High-Tech Science 股份有限公司製)

(測定模式) DFM

(掃描器)  $80 \mu\text{m}$  掃描器

(懸臂) SI-DF20

(測定面積)  $5 \times 5 \mu\text{m}^2$

【0081】將實施例 1、比較例 1、及比較例 2 所得之研磨墊(P1)、(P'1)及(P'2)的評估結果示於表 1。

【0082】表 1

表 1	實施例 1	比較例 1	比較例 2
研磨墊	P1	P'1	P'2
A 成分(NCO 基末端預聚物)	A1	A2	A3
B 成分(硬化劑)	MBOCA	MBOCA	MBOCA
C 成分(發泡助劑)	C 混合物	C 混合物	C 混合物
A/B/C 摻合比(質量比)	77.9/18.2/3.9	77.9/18.2/3.9	77.9/18.2/3.9
A 成分中之聚矽氧烷化合物的含量(質量%)	0.3	0	2.0
研磨墊性狀	密度	0.57	0.57
	蕭氏硬度 A 硬度	92	93
	蕭氏硬度 D 硬度	51	51
研磨速率			
研磨速率<@18kPa>(μm/min)	0.27	0.27	0.24
研磨速率<@30kPa>(μm/min)	0.37	0.37	0.31
研磨速率<@42kPa>(μm/min)	0.52	0.53	0.47
刮傷(平滑性)評估			
矽晶圓 AFM 平均面粗度 Ra(nm)	0.79	0.86	0.70
矽晶圓 AFM 最大高低差 P-V(nm)	26	34	39
矽晶圓 AFMn 點平均粗度 Rz(nm)	5.1	15.3	13.9



【0083】將使用實施例 1 所得之研磨墊(P1)進行研磨的矽晶圓表面之 AFM 觀察結果示於圖 1。

【0084】將使用比較例 1 所得之研磨墊(P'1)進行研磨的矽晶圓表面之 AFM 觀察結果示於圖 2。

【0085】將使用比較例 2 所得之研磨墊(P'2)進行研磨的矽晶圓表面之 AFM 觀察結果示於圖 3。

【0086】使用本發明的研磨墊之實施例 1，具有優異的研磨速率，同時在使用 AFM 的被研磨材之刮傷評估中，平均面粗度(Ra)、最大高低差(P-V)、及 n 點平均粗度(Rz)的數值也佳，且研磨後之被研磨材表面，可確認平滑性高，刮傷少。

【0087】相對於此，比較例 1 為未使用作為胺基甲酸酯預聚物之原料的多元醇之單末端矽酮二醇的例子，亦即為未使用本發明的通式(1)所示之聚矽氧烷化合物的例子。研磨速率雖為優異，但在使用 AFM 的被研磨材之刮傷評估中，平均面粗度(Ra)、最大高低差(P-V)、及 n 點平均粗度(Rz)的數值顯著不足，且研磨後之被研磨材表面，可確認平滑性低，產生很多刮傷。

【0088】又，比較例 2 為在本發明的範圍外使用作為胺基甲酸酯預聚物之原料的多元醇之單末端矽酮二醇的例子，亦即為在本發明的範圍外使用本發明的通式(1)所示之聚矽氧烷化合物的例子。研磨速率不足，而且，在使用 AFM 的被研磨材之刮傷評估中，平均面粗度(Ra)、最大高低差(P-V)、及 n 點平均粗度(Rz)的數值也顯著不足，且研磨後之被研磨材表面，可確認平滑性低，產生很多刮傷。

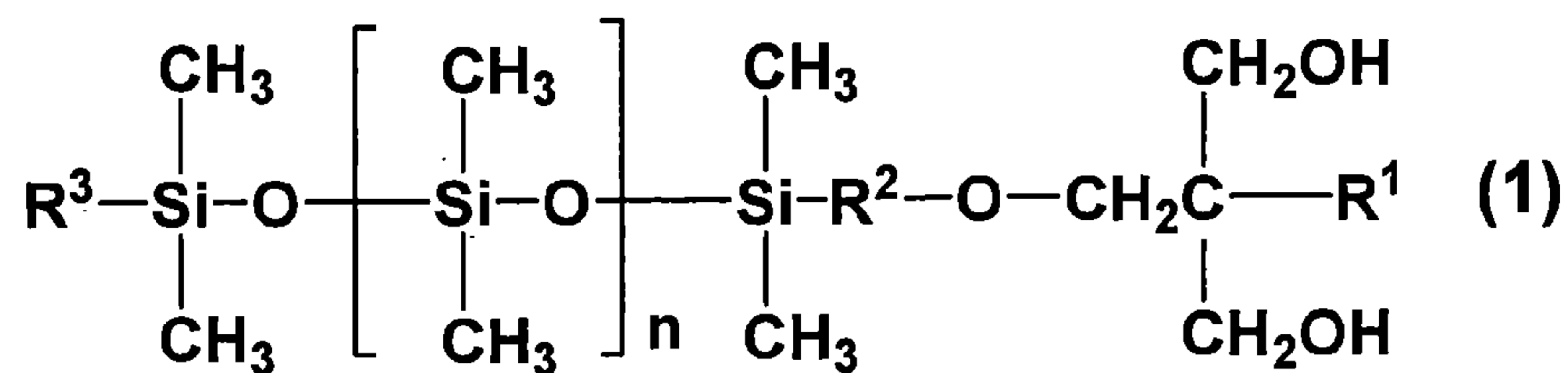
【符號說明】

無。



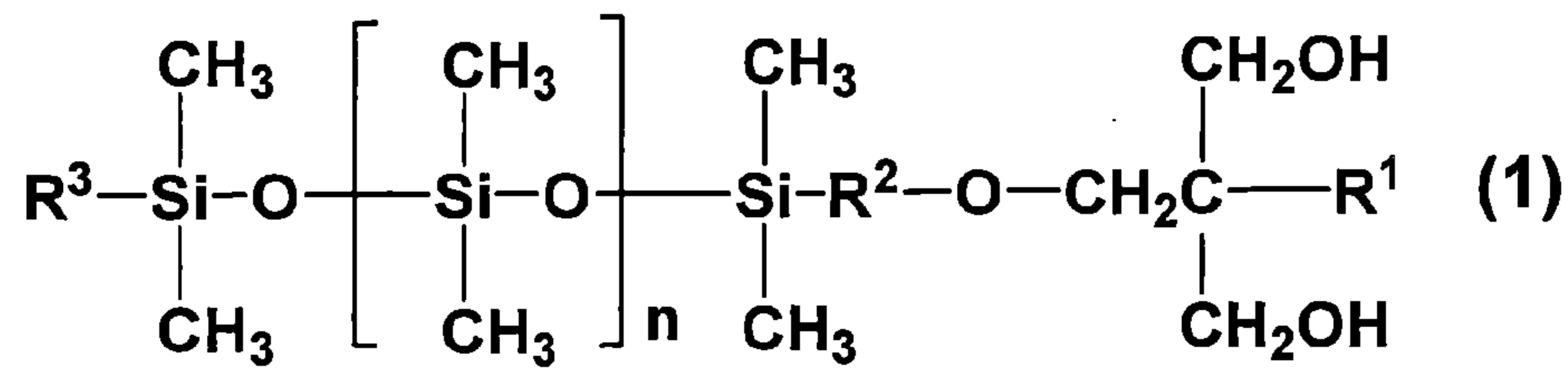
## 申請專利範圍

1. 一種研磨墊，其係含有主劑(i)、及硬化劑(ii)的胺基甲酸酯樹脂組成物之發泡硬化物的研磨墊，該主劑(i)含有包含下述通式(1)所示的聚矽氧烷化合物之作爲多元醇(a1)與聚異氰酸酯(a2)的反應物之具有異氰酸酯基的胺基甲酸酯預聚物(A)，特徵爲：該胺基甲酸酯預聚物(A)原料中的該聚矽氧烷化合物之比例爲 0.5 質量% 以下；



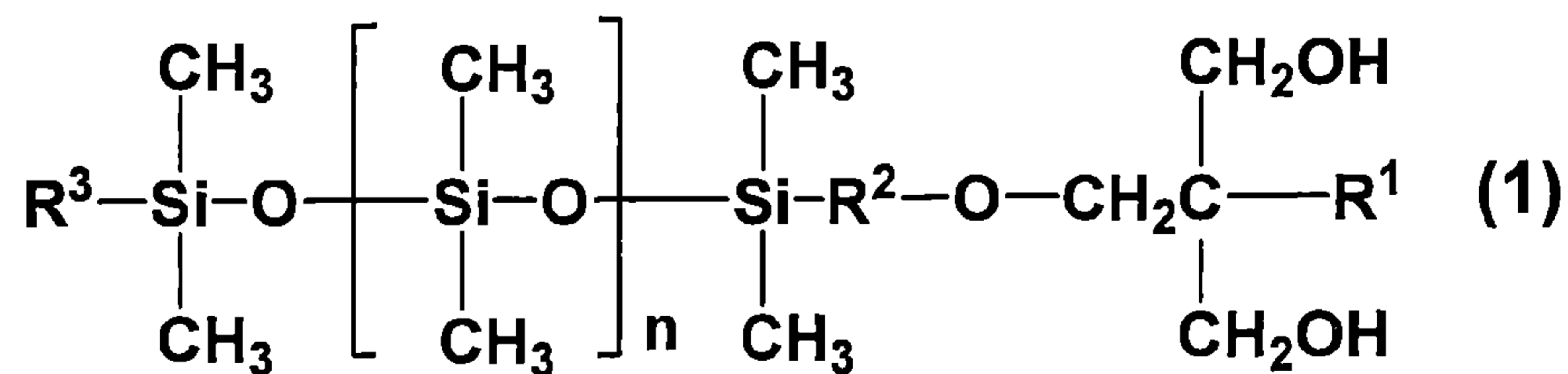
(式(1)中， $\text{R}^1$  及  $\text{R}^3$  各別獨立且表示碳原子數 1~5 的烷基， $\text{R}^2$  表示碳原子數 1~5 的伸烷基， $n$  表示 1~200 之重複單元的平均值)。

2. 如請求項 1 之研磨墊，其中該多元醇(a1)更包含聚伸丁二醇。
3. 如請求項 1 或 2 之研磨墊，其中該研磨墊爲使用於維克氏硬度 1500 以下的被研磨材之研磨者。
4. 一種研磨墊之製造方法，其特徵爲：混合含有包含使多元醇(a1)與聚異氰酸酯(a2)進行反應而得到之具有異氰酸酯基的胺基甲酸酯預聚物(A)之主劑(i)、硬化劑(ii)、及含有水(B)的發泡劑(iii)之胺基甲酸酯樹脂組成物，並注入至模具內，進行發泡、硬化而得到發泡成形物，接著，將該發泡成形物自模具取出，且切片爲薄片狀，其中該多元醇(a1)包含下述通式(1)所示的聚矽氧烷化合物；



(式(1)中， $\text{R}^1$ 及 $\text{R}^3$ 各別獨立且表示碳原子數1~5的烷基， $\text{R}^2$ 表示碳原子數1~5的伸烷基， $n$ 表示1~200之重複單元的平均值)。

5. 一種研磨墊之製造方法，其特徵為：將含有包含下述通式(1)所示的聚矽氧烷化合物之使多元醇(a1)及聚異氰酸酯(a2)進行反應而得到之具有異氰酸酯基的胺基甲酸酯預聚物(A)之主劑(i)進行機械發泡而得到發泡主劑(i')，混合含有該發泡主劑(i')、及硬化劑(ii)的胺基甲酸酯樹脂組成物，並注入至模具內，進行硬化而得到發泡成形物，接著，將該發泡成形物自模具取出，且切片為薄片狀；該胺基甲酸酯預聚物(A)原料中的該聚矽氧烷化合物之比例為0.5質量%以下；



(式(1)中， $\text{R}^1$ 及 $\text{R}^3$ 各別獨立且表示碳原子數1~5的烷基， $\text{R}^2$ 表示碳原子數1~5的伸烷基， $n$ 表示1~200之重複單元的平均值)。

6. 一種維克氏硬度1500以下的被研磨材之研磨方法，其係使用如請求項1之研磨墊。



# 圖式

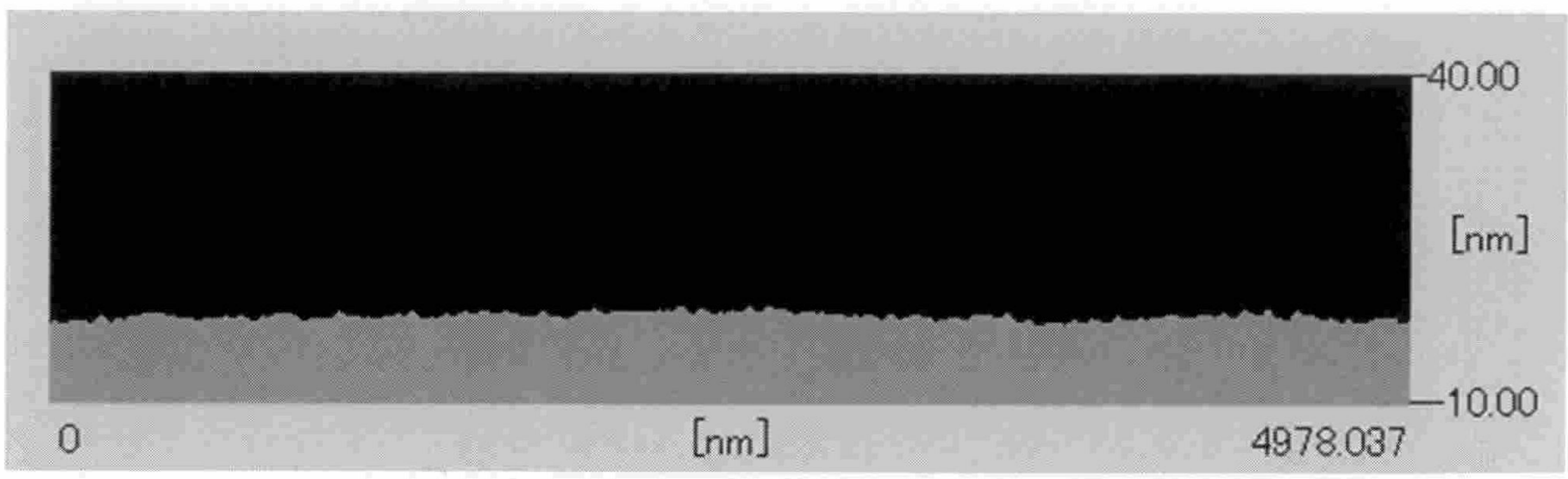


圖 1

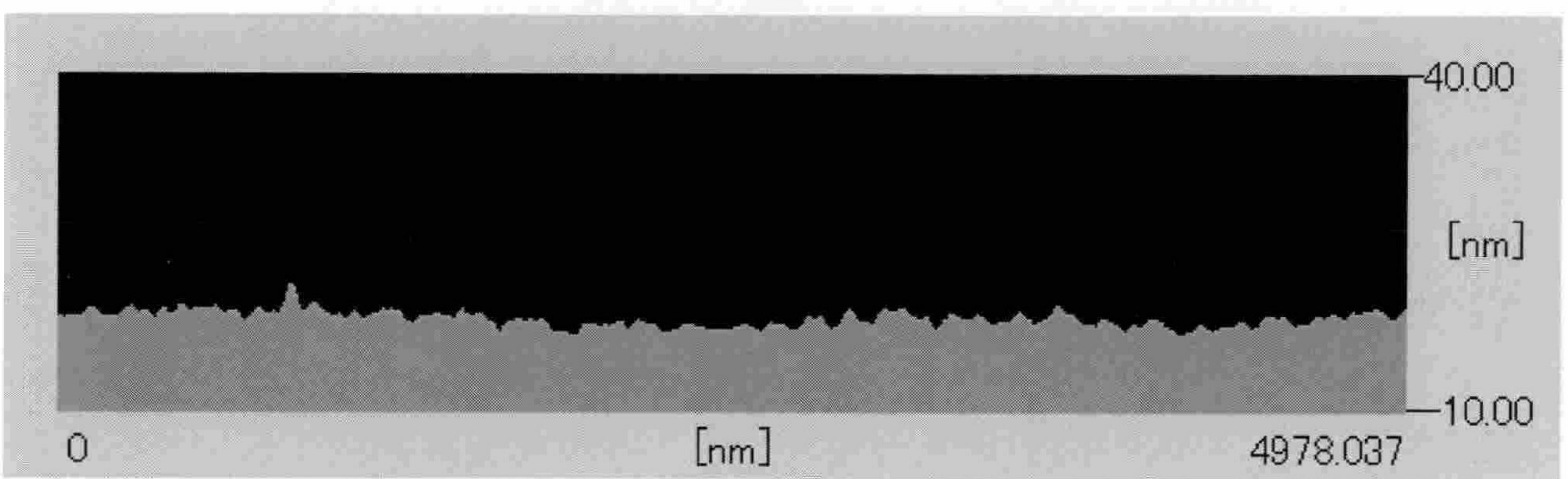


圖 2

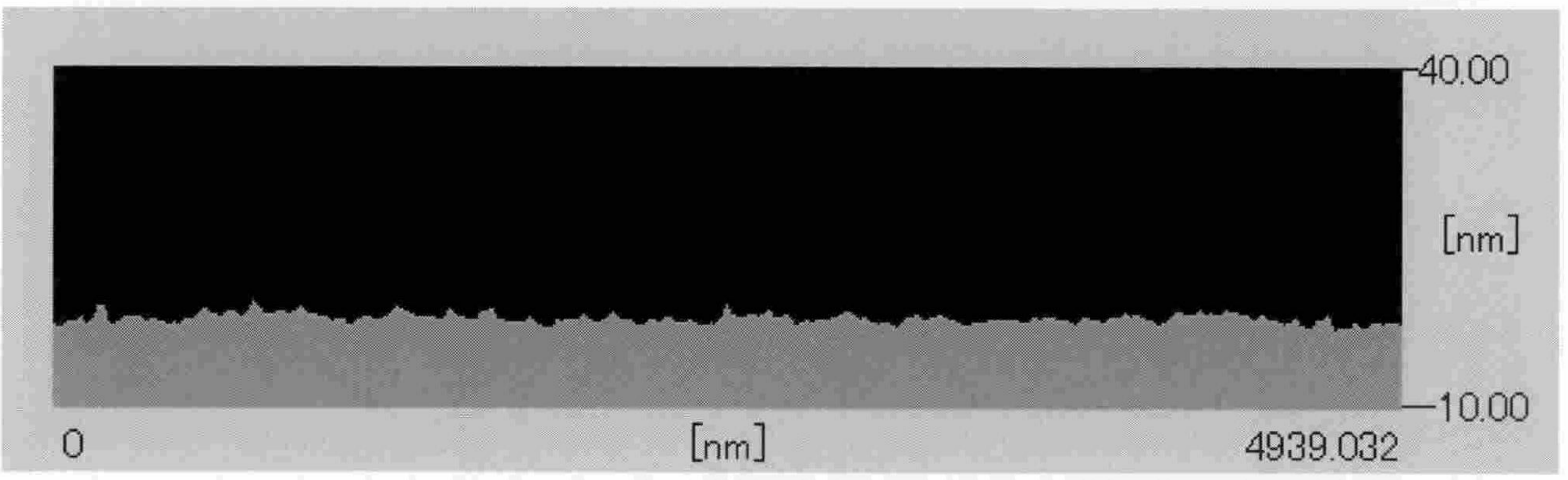


圖 3