

一种抛光垫

相关申请的交叉引用

本申请要求申请日为 2022 年 08 月 16 日，申请号为 202210978288.4，
题名为“一种抛光垫”的优先权，以上中国专利申请的全部内容在此以引入方
5 式并入本申请。

技术领域

本发明涉及化学机械平面化处理的抛光技术领域，具体而言，涉及一
种抛光垫。

背景技术

10 CMP 技术是一种将待加工工件表面朝下，以一定的压力向抛光垫施压，
在流动抛光液介质（由纳米颗粒、化学氧化剂和液体介质组成的混合液）
的条件下，借助于抛光垫和工件的相对运动，在纳米粒子的机械磨削及氧
化剂的化学腐蚀作用下来完成对工件表面的材料去除，从而获得工件表面
全局平坦化的技术。随着半导体工业沿着摩尔定律的曲线变化，趋势加工
15 工艺向着更高的电流密度、更高的时钟频率和更多的互联层转移。由于期
间尺寸的缩小、光学光刻设备焦深的减小，要求芯片表面可接收分辨率的
平整度达到纳米级。而传统的平面化技术如基于淀积技术的选择淀积、溅
射玻璃 SOG、低压 CVD、等离子体增强 CVD、偏压溅射和属于结构的溅
射后腐蚀、热回流、淀积-腐蚀-淀积等，虽然也能提供“光滑”的表面，却都
20 是局部平坦化技术，不能做到全局平坦化。目前国际上普遍认为，器件特
征尺寸在 $0.35\mu\text{m}$ 以下时，必须进行全局平面化以保证光刻影响传递的精确
度和分辨率，而 CMP 技术是目前国际公认唯一可以提供全局平面化的技术，

CMP 的良率严重芯片的收率。

随着特征尺寸技术节点向着深纳米的发展，互联金属线宽越来越窄，DRAM 技术从 30 纳米级别发展到 10 纳米级别，NAND 技术从平面发展到 3D，CMP 次数也越来越多，例如 28nm 逻辑芯片需要 12~13 次 CMP，进入 5 10nm 制程之后 CMP 次数翻倍，达到了 25~30 次，这就对 CMP 制程耗材提出了更高的要求，更高的平坦化特性，更低的缺陷水平，更高的效率，更低的成本是半导体制程耗材的永恒话题。

受到疫情的影响，半导体制造厂商停产或减产，与之对应的是市场对芯片的需求的急剧增加，导致了近两年来的芯片短缺；虽然先进制程芯片 10 诸如 5nm、3nm 随着手机等产品广为普通群众所知，但是市场最大份额仍在成熟制程，即 28nm 及以上制程，其更宽的线宽，更成熟的制程，虽然对 CMP 耗材的要求相对较低，但是对其成本的卡控更为严格例如，成熟制程对 CMP 抛光垫的寿命要求更加严格，通常将每张抛光垫的寿命使用到极致，因而对抛光垫的稳定性，尤其是寿命稳定性提出了极其苛刻的要求。

15 因此，亟待开发一款寿命稳定性高，更加适用于成熟制程的 CMP 抛光垫。

发明内容

针对现有技术中存在的问题，本发明的目的在于提供一种寿命稳定性高适合于成熟制程的抛光垫。

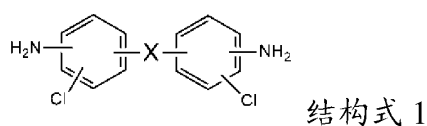
20 本发明第一方面提供一种抛光垫，包含抛光层，所述抛光层包含聚氨酯基材，所述聚氨酯基材包含多官能异氰酸酯、多元醇组合物以及多元胺组合物经反应得到，所述多元胺组合物包含一种和/或多种二元胺和/或三元胺和/或三元以上的多元胺，所述多元胺组合物的平均分子量介于 200~400 之间，所述多元胺组合物的平均官能度大于 2 且不高于 2.20，所述多元胺 25 组合物中二元胺与三元胺分别占多元胺组合物总量的比例介于 77%~96%：

3%~12%之间。

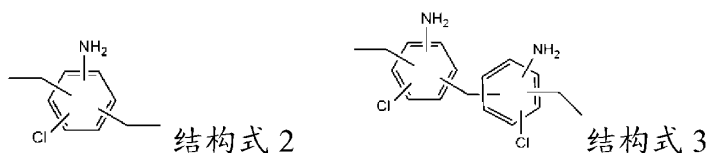
本发明第二方面提供一种抛光垫，包含抛光层，所述抛光层包含聚氨酯基材，所述聚氨酯基材包含多官能异氰酸酯、多元醇组合物以及多元胺组合物经反应得到，所述多元胺组合物包含一种和/或多种二元胺和/或三元胺和/或三元以上的多元胺，所述多元胺组合物的平均分子量介于 200~400 之间，所述多元胺组合物的平均官能度大于 2 且不高于 2.20，所述多元胺组合物中二元胺与四元胺分别占多元胺组合物总量的比例介于 77%~96%: 0.1%~10%之间。

进一步的，所述三元以上的多元胺包含四元胺，所述四元胺占多元胺组合物总量的比例介于 0.1%~10%之间；

进一步的，所述二元胺和/或三元胺和/或三元以上的多元胺包含如结构式 1 所示的化合物：



其中，结构式 1 中 X 表示包含碳原子或表示包含结构式 2 或结构式 3 所示的结构片段中的一种或多种组合；



进一步的，所述多元胺组合物中包含有游离氯离子，所述游离氯离子的含量小于 900ppm。

进一步的，所述多元醇组合物与多元胺组合物的总平均官能度不高于 2.2；

进一步的，所述多官能异氰酸酯包括芳香族异氰酸酯或脂肪族异氰酸酯中的一种或多种组合；所述芳香族异氰酸酯包含 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、对苯二亚甲基二异氰酸酯、间苯二亚甲基二异氰酸酯中的一种或多种组合；所述脂肪族异氰酸酯包含亚乙基二异氰酸酯、2,2,4-三甲基六亚甲基二异氰酸酯、1,6-六亚甲基二异氰酸酯、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中的一种或多种组合；

进一步的，所述多元醇组合物包含聚四亚甲基醚二醇、聚乙二醇、聚丙二醇、乙二醇、1,3-丁二醇、1,4-丁二醇、二甘醇、新戊二醇、2-甲基-1,3-丙二醇、己二醇、3-甲基-1,5-戊二醇、1,4-环己烷二甲醇中的一种或多种组合；

进一步的，所述抛光层的密度介于 $0.4\sim 1.1\text{g/cm}^3$ 之间，邵氏硬度介于 15~85D 之间；

进一步的，所述抛光垫包括有缓冲层，粘胶层以及背胶层，所述抛光垫从上到下以此设置为：抛光层，粘胶层，缓冲层以及背胶层，所述粘胶层用于抛光层与缓冲层的粘合，所述背胶层用于抛光垫与抛光机台的粘合，所述背胶层还包含有离型纸或离型膜。

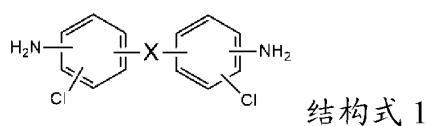
本发明第三方面提供一种多元胺组合物，包括一种和/或多种二元胺和/或三元胺和/或三元以上的多元胺，所述多元胺组合物的平均分子量介于 200~400 之间，所述多元胺组合物的平均官能度大于 2 且不高于 2.20，所述多元胺组合物中二元胺与三元胺分别占多元胺组合物总量的比例介于 77%~96%：3%~12%之间。

本发明第四方面提供一种多元胺组合物，包括一种和/或多种二元胺和/或三元胺和/或三元以上的多元胺，所述多元胺组合物的平均分子量介于 200~400 之间，所述多元胺组合物的平均官能度大于 2 且不高于 2.20，所述

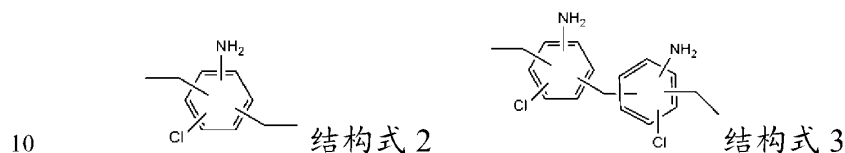
多元胺组合物中二元胺与四元胺分别占多元胺组合物总量的比例介于 77%~96%: 0.1%~10%之间。

进一步的, 所述三元胺以上的多元胺包括四元胺, 所述四元胺占多元胺组合物总量的比例介于 0.1%~10%之间;

- 5 进一步的, 所述二元胺和/或三元胺和/或三元以上的多元胺包含结构式 1 所示的化合物:



其中, 结构式 1 中 X 表示包含碳原子或表示包含结构式 2 或结构式 3 所示的结构片段中的一种或多种组合。



进一步的, 所述多元胺组合物包括游离氯离子, 所述游离氯离子的含量小于 900ppm。

本发明第五方面提供一种抛光层, 使用如上述任意一项所述的多元胺组合物与多官能异氰酸酯和多元醇组合物经反应得到。

- 15 本发明第六方面提供一种抛光垫, 包含抛光层, 所述抛光层包含聚氨酯基材, 所述聚氨酯基材包含多官能异氰酸酯、多元醇组合物以及多元胺组合物经反应得到, 所述多元胺组合物通过下述条件下进行液相色谱分析获得的液相色谱图中, 保留时间 7.0~7.8min 的峰面积与保留时间为 10~11min 的峰面积的比值介于 5~30 之间:

- 20 液相色谱分析条件:

测量样品: 取多元胺组合物 0.0204g 加入甲醇总质量为 20.0026 g, 取上述溶液 0.2ml 加甲醇至 2ml 混合成 100ppm 的溶液, 取上述 100ppm 的溶

液 0.2ml 加甲醇至 2ml 混合成 10ppm 溶液;

色谱柱: 由 Aglient 制造的 ZORBAX Eclipse XDB-C18 , 4.6*250mm, 5-Micron;

色谱柱温度: 40℃;

5 流动相: A:0.1%甲酸水溶液 :B:甲醇=20 : 80;

流动速率: 0.5ml/min;

检测器: 紫外检测器, 波长 254nm;

注入样品量: 10 μ l。

本发明第七方面提供一种抛光垫, 包含抛光层, 所述抛光层包含聚氨
10 酯基材, 所述聚氨酯基材包含多官能异氰酸酯、多元醇组合物以及多元胺
组合物经反应得到, 所述多元胺组合物通过下述条件下进行液相色谱分析
获得的液相色谱图中, 保留时间为 7.0~7.8min 的峰面积与保留时间为
14.2~16min 的峰面积的比值介于 10~400 之间:

液相色谱分析条件:

15 测量样品: 取多元胺组合物 0.0204g 加入甲醇总质量为 20.0026 g, 取
上述溶液 0.2ml 加甲醇至 2ml 混合成 100ppm 的溶液, 取上述 100ppm 的溶
液 0.2ml 加甲醇至 2ml 混合成 10ppm 溶液;

色谱柱: 由 Aglient 制造的 ZORBAX Eclipse XDB-C18 , 4.6*250mm, 5-Micron;

20 色谱柱温度: 40℃;

流动相: A:0.1%甲酸水溶液 :B:甲醇=20 : 80;

流动速率: 0.5ml/min;

检测器: 紫外检测器, 波长 254nm;

注入样品量: 10 μ l。

25 本发明第八方面提供一种抛光垫, 包含抛光层, 所述抛光层包含聚氨

酯基材，所述聚氨酯基材包含多官能异氰酸酯、多元醇组合物以及多元胺组合物经反应得到，所述多元胺组合物通过下述条件下进行液相色谱分析获得的液相色谱图中，保留时间 7.0~7.8min 的峰面积与保留时间为 10~11min 的峰面积与保留时间为 14.2~16min 的峰面积的比介于：360~450：

5 15~45：1~40 之间；

液相色谱分析条件：

测量样品：取多元胺组合物 0.0204g 加入甲醇总质量为 20.0026 g，取上述溶液 0.2ml 加甲醇至 2ml 混合成 100ppm 的溶液，取上述 100ppm 的溶液 0.2ml 加甲醇至 2ml 混合成 10ppm 溶液；

10 色谱柱：由 Aglient 制造的 ZORBAX Eclipse XDB-C18 ， 4.6*250mm，5-Micron；

色谱柱温度：40℃；

流动相：A:0.1%甲酸水溶液：B:甲醇=20：80；

流动速率：0.5ml/min；

15 检测器：紫外检测器，波长 254nm；

注入样品量：10 μ l。

有益效果：

本发明所提供的抛光垫，其中的抛光层中具有一定交联程度的聚氨酯基材，采用具有多官能度的材料对交联程度进行控制，与常规过量游离的
20 异氰酸酯基团微交联相比，具有更高的可控性，具有较低的加工条件要求，具有更宽的加工窗口，所形成的抛光层具有更高的寿命稳定性，对于不同切削能力的金刚石修整盘具有更加宽的适用范围，从而达到更稳定的使用性能，此外由于多官能原料的引入，可以更方便的调节交联程度，调节更加合适的力学性能，在抛光过程中具有更加稳定的去除速率表现。

附图说明

为了更清楚的说明本申请实施例中的技术方案，下面将对实施例中所需要的使用的附图进行简要介绍，显而易见的，下面描述的附图仅为本申请的一部分实施例，对于本领域的普通技术人员来讲，在不付出创造性劳动的前提下，还可以根据这些附图获得其他附图。

图 1 为本发明涉及的实施例中抛光垫进行抛光作业过程示意图；

图 2 为本发明涉及的实施例提供的抛光垫的示意图；

图 3-1 为本发明涉及的二元胺 LC-MS 液相峰面积与浓度拟合关系图；

图 3-2 为本发明涉及的三元胺 LC-MS 液相峰面积与浓度拟合关系图；

图 3-3 为本发明涉及的四元胺 LC-MS 液相峰面积与浓度拟合关系图；

图 4-1 为本发明涉及的二元胺 LC-MS 液相峰面积示意图；

图 4-2 为本发明涉及的三元胺 LC-MS 液相峰面积示意图；

图 4-3 为本发明涉及的四元胺 LC-MS 液相峰面积示意图；

1-待抛光材料；2-抛光垫；3-抛光机台；4-支架；5-抛光液；20-抛光层；
21-粘胶层；22-缓冲层；23-背胶层。

具体实施方式

下面将结合实施例对本发明的实施方案进行详细的描述，但是本领域人员将会理解，下列实施例仅用于说明本发明而不是对发明范围的限定，实施例中未注明的具体条件者，按照常规条件，或者制造商的建议条件下进行，所用试剂或仪器未注明生产商的，均可以通过市售或购买获得的常规产品。

<半导体器件的制造方法>

半导体器件是经过了使用抛光垫来抛光半导体晶片表面的工序而制造的，半导体晶片一般是指在硅晶片上层叠了配线金属以及氧化膜的晶片，
本发明半导体器件的制造方法，包括使用抛光垫对半导体晶片的表面进行

抛光的工序，对抛光装置没有特别的限制。

例如，使用如图 1 所示的抛光装置等进行，该抛光装置具有支承抛光垫 2 的抛光机台 3，用于对支撑待抛光材料-半导体晶片 1 的支架 4 和晶片进行均匀加压的背衬材料、以及抛光液 5 的供给机构。抛光垫 2 例如通过背胶层粘附而被安装到抛光机台 3 上。抛光机台 3 和支架 4 被配置成各自所支撑的抛光垫 2 和半导体晶片 1 相对，并各自具备旋转轴。另外，在支架 4 一侧设置有用将半导体晶片 1 压接到抛光垫 2 上的加压机构。在进行抛光时，使抛光机台 3 和支架 4 旋转，并将半导体晶片 1 压接到抛光垫 2 上，边供给浆料边进行抛光。浆料的流量、抛光荷重、抛光机台转速和晶片转速没有特别限制，可进行适当调节。

由此，半导体晶片 1 的表面的突出部分被除去，抛光成平坦状。此后，通过划片、焊接、封装等，制成半导体器件，半导体器件用于运算处理装置、储存设备等中。

<抛光垫>

本发明中的抛光垫如图 2 所示，包括有抛光层 20、缓冲层 22、粘胶层 21 以及背胶层 23，本发明中的抛光垫从上到下依次设置为抛光层 20、粘胶层 21、缓冲层 22、背胶层 23，其中粘胶层 21 用于抛光层 20 与缓冲层 22 的贴合，背胶层 23 还包含有离型膜或离型纸，使用时撕掉离型膜或离型纸即可实现抛光垫与抛光机台的粘合。

<抛光层>

本发明中的抛光层具有一定的交联程度，抛光层是由具有 5~100 μm 孔隙分隔连续的聚氨酯基材形成的闭孔弹性体，所述聚氨酯基材包含热塑性聚氨酯或热固性聚氨酯中的一种或两者组合。

本发明中抛光层的密度介于 0.4~1.1 g/cm^3 之间，优选的，抛光层的密度介于 0.5~1.06 g/cm^3 之间，特别优选的，抛光层的密度介于 0.51~1.0 g/cm^3

之间，抛光层的邵氏硬度介于 15~85D 之间，优选的，抛光层的邵氏硬度介于 40~70D 之间，特别优选的，抛光层的邵氏硬度介于 52~68D 之间。

多官能异氰酸酯

本发明中多官能异氰酸酯包含但不限于芳香族异氰酸酯或脂肪族异氰酸酯中的一种或多种组合，优选使用 80 mol% 以上的芳香族异氰酸酯，进一步优选使用 95 mol% 以上的芳香族异氰酸酯，特别优选使用 100 mol% 的芳香族异氰酸酯。

芳香族异氰酸酯包括 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、对苯二亚甲基二异氰酸酯、间苯二亚甲基二异氰酸酯中的一种或多种组合。

脂肪族异氰酸酯包括亚乙基二异氰酸酯、2,2,4-三甲基六亚甲基二异氰酸酯、1,6-六亚甲基二异氰酸酯、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中的一种或多种组合。

本发明中出于反应活性以及抛光垫的物理性能考虑，优选使用 2,4-甲苯二异氰酸酯、2,6-甲苯二异氰酸酯、4,4'-二环己基甲烷二异氰酸酯中的一种或多种组合。

多元醇组合物

本发明中多元醇组合物可以包含有基于聚醚的高分子量二元醇，其中基于聚醚的高分子量二元醇包括但不限于聚四亚甲基醚二醇 (PTMEG)、聚乙二醇 (PEG)、聚丙二醇 (PPG) 以及聚四亚甲基醚二醇-聚乙二醇、聚四亚甲基醚二醇-聚丙二醇、聚乙二醇-聚丙二醇中的一种或多种组合，或者乙二醇、丙二醇、丁二醇或者具有两个羟基的引发剂与上述三个小分子二元醇进行均聚或者共聚形成的高分子多元醇，或多种组合物。

本发明中多元醇组合物可以包含有小分子二元醇，其中小分子包括但不限于乙二醇、1,3-丁二醇、1,4-丁二醇、二甘醇、新戊二醇、2-甲基-1,3-丙二醇、己二醇、3-甲基-1,5-戊二醇、1,4-环己烷二甲醇中的一种或多种组合。

5 本发明中多元醇组合物还可以包含有基于聚酯的多元醇，其中基于聚酯的多元醇是由二元醇或二元醇/酚与二元酸通过缩合反应所得，其中二元醇包括乙二醇、1,3-丁二醇、1,4-丁二醇、二甘醇、新戊二醇、2-甲基-1,3-丙二醇、己二醇、3-甲基-1,5-戊二醇、1,4-环己烷二甲醇中的一种或多种组合，优选地，二元醇包括 1,4-丁二醇，己二醇中的一种或两者组合；二元
10 醇/酚为对苯二酚、间苯二酚、萘二酚、双酚 A、双酚 S、对苯二甲醇、间苯二甲醇、邻苯二甲醇、2,5-呋喃二甲醇、对苯二甲醇或二苯醚二酚中的一种或多种组合，优选地，二元醇/酚为对苯二酚、对苯二甲醇中的一种或两者组合；二元酸为丁二酸、己二酸、壬二酸、癸二酸中的一种或多种组合。

本发明中多元醇组合物还可以包含官能度大于 2 的小分子多元醇作为
15 引发剂形成的聚醚、聚酯与官能度为 2 的二元醇相混合所得的多元醇；或者官能度大于 2 的小分子多元醇与官能度为 2 的高分子多元醇相混合所得的多元醇，混合后多元醇平均官能度不高于 2.2。官能度大于 2 的小分子多元醇可以列举但不限于：丙三醇、季戊四醇、三羟甲基丙烷、氧化丙烯四醇、木糖醇、山梨醇、甘露醇中一种或者多种组合。

20 上述平均官能度为平均每个分子中羟基数的算术平均值，所述的多元醇其数均分子量介于 500~3000 之间，作为一种可选示例，聚醚多元醇可以是一种单一的数均分子量介于 500~3000 之间聚醚多元醇，也可以是两种或者两种以上 500~3000 之间的聚醚多元醇组成的混合物，也可以是数均分子量大于 5000 的一种聚醚与小分子乙二醇、丁二醇、山梨醇相混合而得到数
25 均分子量介于 500~3000 之间聚醚和/或小分子多元醇的混合物。

本发明中聚氨酯基材可以应用熔融法、溶液法等公知的聚氨酯化技术进行制造，还可以通过预聚体法，一次注入法等常规的方法中的任意一种进行制造，预聚体法是先由多官能异氰酸酯与多元醇组合物成分合成的异氰酸酯封端的预聚体并使其与多元胺组合物反应；一次注入法是将多官能异氰酸酯、多元醇组合物以及多元胺组合物进行一步进行的反应；本发明
5 中优选使用预聚体法进行聚氨酯基材的合成。

上述异氰酸酯封端的预聚体可以由上述多官能异氰酸酯与多元醇组合物反应得到，也可以通过购买市售预聚体产品得到。

作为市售的异氰酸酯封端的预聚体包括但不限于科聚亚（Chemtura）
10 公司生产的系列预聚物：L325、LF800A、LF900A、LF910A、LF930A、LF931A、LF939A、LF950A、LF952A、LF600D、LF601D、LF650D、LF667D、LF700D、LF750D、LF751D、LF752D、LF753D、LFG963A、LFG964A、LFG740D 中的任意一种或多种组合。

本发明中异氰酸酯封端的预聚体中包含有 6.0~9.5wt% 的未反应的异氰酸基团（-NCO），优选的，本发明中异氰酸酯封端的预聚体中包含有 8.0~9.5wt% 的未反应的异氰酸基团（-NCO），特别优选的，本发明中异氰酸酯封端的预聚体中包含有 8.5~9.5wt% 的未反应的异氰酸基团（-NCO）。
15

多元胺组合物

本发明中多元胺组合物包含有一种和/或多种二元胺和/或三元及以上多元胺的组合物，其中多元胺组合物中平均分子量介于 200~400 之间，多元胺组合物的平均官能度大于 2 且不高于 2.20，优选的，固化剂组合物的平均官能度不低于 2.01 且不高于 2.15，特别优选的，多元胺组合物的平均官能度不低于 2.01 且不高于 2.09，考虑到聚合物微观形态对抛光层性能的影响。
20

25 本发明提供一种多元胺组合物，其中二元胺与三元胺分别占多元胺组

合物总量的比例介于 77%~96%: 3%~12%之间, 优选介于 87%~95%: 4%~11%之间, 特别优选介于 87%~91%: 6%~10%之间, 其中二元胺的总量不超过 96%, 原因在于, 当二元胺超过 96%抛光垫抛光效果不佳, 另一方面二元胺的含量不宜过低, 当二元胺的含量低于 77%以后, 会使得抛光垫的抛光寿命不足。

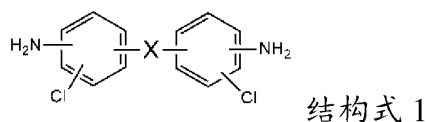
此处单一组分胺化合物占多元胺组合物总量的比例为质量百分比, 其他组分胺化合物占多元胺组合物总量的比例均为质量百分比。

作为优选方案, 多元胺组合物中还包含有三元以上的多元胺, 其中三元及以上多元胺包含四元胺、五元胺、六元胺、七元胺、八元胺等常见的多元胺中的一种或多种组合, 考虑到抛光性能与抛光寿命的影响, 优选四元胺、五元胺, 特别优选四元胺; 作为优选方案包含有四元胺的多元胺组合物中, 二元胺、三元胺以及四元胺分别占多元胺组合物总量的比例介于 77%~96%: 3%~12%: 0.1%~10%之间, 优选的, 二元胺、三元胺以及四元胺分别占多元胺组合物总量的比例介于 87%~95%: 4%~11%: 0.1%~2%之间, 三元胺以及四元胺的含量不宜过高, 过高的三、四元胺会导致抛光垫使用寿命降低。

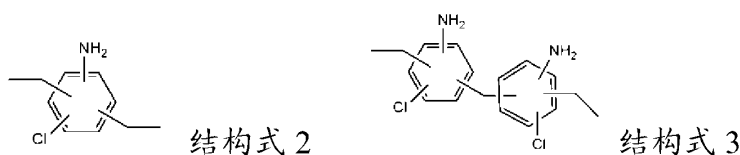
本发明还提供一种包含有二元胺以及四元胺的多元胺组合物, 其中二元胺与四元胺分别占多元胺组合物总量的比例介于 77%~96%: 0.1%~10%之间; 多元胺组合物的平均分子量介于 200~400 之间, 所述多元胺组合物的平均官能度大于 2 且不高于 2.20, 优选的, 固化剂组合物的平均官能度不低于 2.01 且不高于 2.15, 特别优选的, 多元胺组合物的平均官能度不低于 2.01 且不高于 2.09; 优选的, 多元胺组合物中二元胺与四元胺分别占多元胺组合物总量的比例介于 87%~95%: 0.1%~2%之间。

本发明中考虑到脂肪族多元胺的会使得固化后的抛光层硬度降低, 去除速率降低, 以及压缩率过高等问题, 因此, 本发明中优选不包含有脂肪

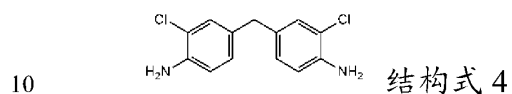
族多元胺，进一步优选二元胺和/或三元胺及三元以上的多元胺仅包含芳香族多元胺，特别优选二元胺和/或三元胺及三元以上的多元胺包含结构式 1 所示的化合物：



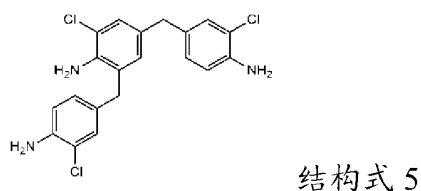
- 5 结构式 1 中 X 表示包含碳原子或结构式 2 或结构式 3 所示的结构片段中的一种或多种组合。



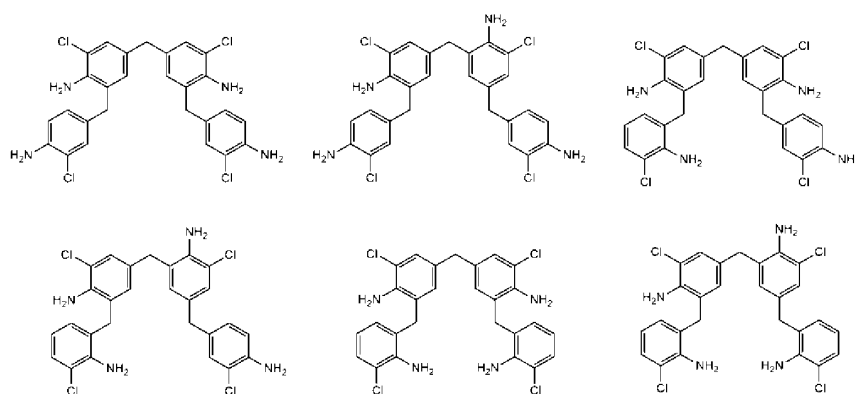
当 X 表示碳原子时，结构式 1 表示二元胺，优选包含以下如结构式 4 所示的化合物：



当 X 表示结构式 2 所示的结构时，结构式 1 表示三元胺，优选包含以下如结构式 5 所示的化合物：



- 15 当 X 表示结构式 3 所示的结构时，结构式 1 表示四元胺，优选包含以下如结构式 6 所示的化合物中的一种或多种组合：



结构式 6

上述多元胺组合物中可以为市售途径购买得到的本领域常规的二元胺、三元胺、四元胺组合后得到，也可以为通过本领域常规的合成方法进行合成后直接得到或合成后经分离组合而得到。

- 5 作为合成方法的举例，可以选择使用邻氯苯胺与甲醛反应制备，具体制备方法如下：

1、室温下，将一定量的去离子水加入反应釜中，加入一定量 37% 的盐酸，在良好的搅拌情况下加入一定量纯度为 99% 的邻氯苯胺，形成邻氯苯胺盐酸盐溶液；

- 10 2、在惰性气体保护下，控制温度低于 35℃ 的情况下，将一定含量的甲醛水溶液匀速滴入反应釜内，滴加完毕后使用梯度升温，保证邻氯苯胺与甲醛充分反应，可选择的，梯度升温为：35~40℃ 2h，50~60℃ 4h，70~80℃ 4h，100℃ 1h，每个梯度升温的升温时间均为 0.5~1h，反应完全后降温至 50~60℃；

- 15 3、随后调节 pH 至大于 12，静置 12~24h，分离下部的无机盐水溶液层，再向有机相中加入温度不低于 95℃ 的去离子水，去离子水的体积为有机相体积的 1.5 倍，充分搅拌后静置，分离水相后重复用水洗涤 5~8 次，保证有机盐充分洗净；

- 20 4、充分洗涤后分析有机相，降温使得有机相结晶成固体，并在 50~60℃ 下抽真空至 100pa 下干燥 5h，即可得到多元胺组合物 G1，计算收率即可。

经过研究发现，通过控制反应条件及原料配比，可以有效控制多元胺组合物中各种多元胺化合物占多元胺组合物总量的比例，通过控制二元胺、三元胺、四元胺占多元胺组合物总量的比例在一定的范围内，可以有效提高抛光层的使用寿命。

5 因此，为了确定抛光层中二元胺、三元胺、四元胺分别占多元胺组合物总量的质量百分比，作为可选择的方案，使用标准曲线法进行计算，标准曲线可使用 LC-MS 或 HPLC 测定，标准曲线测试样品可使用上述多元胺组合物制备方法制备而来的多元胺组合物 G1 作为标准曲线测试样品，也可以使用经过固化后抛光层经过水解、后处理以及分离纯化等操作后得到的
10 多元胺组合物 G2 作为标准曲线测试样品。

本发明还提供一种由固化后的抛光层中水解、后处理以及分离纯化得到多元胺组合物 G2 的方法，包括以下步骤：

1、水解反应投料：在水热合成反应釜中加入含有多元胺组合物 G2 的细碎抛光层，在一定量的 NaOH 溶液以及无水乙醇中 150℃ 下搅拌 10h。

15 2、反应预处理：待反应时间结束后，冷却至室温后，将上述液体在 40~50℃ 条件下进行旋蒸。

3、萃取分离：取上述旋蒸后溶液加入 30~50ml 的二氯甲烷继续搅拌，随后使用分液漏斗进行水油分离，收集有机相，随后将水相再次加入 30~50ml 的二氯甲烷反复萃取两次，将得到的所有有机相加入适量干燥剂进
20 行除水，随后使用旋蒸将二氯甲烷彻底分离后称重即可得到多元胺组合物 G2。

本发明中标准曲线的测定：可将单独一定量的二元胺、三元胺、四元胺的标准样品溶解于溶剂中，配置成一定浓度的溶液，分别取一定量的上述溶液稀释成具有一定浓度梯度的溶液，随后分别将上述具有一定浓度梯
25 度的溶液进行 LC-MS（液质联用）分析，得到浓度（ppm）与液相色谱峰

面积的关系，分别以浓度（ppm）以及液相色谱峰面积为横纵坐标，做出散点图，随后使用软件进行线性拟合，得到其中的斜率、截距以及 R^2 值。

本发明中标准曲线法测量二元胺、三元胺、四元胺分别占多元胺组合物总量的质量百分比可以使用以下方法进行测量。

5 二元胺：称取二元胺标准样品 0.005g 于 10ml 离心管中，再加入甲醇总质量为 5.00g。取上述配制完成的溶液 0.1ml，加甲醇至 10 ml 混合成 A(10ppm) 溶液。分别取 A 溶液 0.2 ml+甲醇 1.8 ml、0.6 ml+甲醇 1.4 ml、1.0 ml+甲醇 1.0 ml 和 1.4 ml+甲醇 0.6 ml 制成 1、3、5、7 ppm 的溶液，加上未进行稀释的 10 ppm 的溶液组成具有浓度梯度的二元胺标准样品溶液。

10 三元胺：称取三元胺标准样品 0.005g 于 10ml 离心管中，再加入甲醇总质量为 5.00g。取上述配制完成的溶液 0.1ml，加甲醇至 10 ml 混合成 B(10ppm) 溶液。分别取 B 溶液 0.2 ml+甲醇 1.8 ml、0.6 ml+甲醇 1.4 ml、1.0 ml+甲醇 1.0 ml 和 1.4 ml+甲醇 0.6 ml 制成 1、3、5、7 ppm 的溶液，加上未进行稀释的 10 ppm 的溶液组成具有浓度梯度的三元胺标准样品溶液。

15 四元胺：称取四元胺标准样品 0.005g 于 10ml 离心管中，再加入甲醇总质量为 5.00g。取上述配制完成的溶液 0.1ml，加甲醇至 10 ml 混合成 C(10ppm) 溶液。分别取 C 溶液 0.2 ml+甲醇 1.8 ml、0.6 ml+甲醇 1.4 ml、1.0 ml+甲醇 1.0 ml 和 1.4 ml+甲醇 0.6 ml 制成 1、3、5、7 ppm 的溶液，加上未进行稀释的 10 ppm 的溶液组成具有浓度梯度的四元胺标准样品溶液。

20 将上述具有浓度梯度的二元胺、三元胺、四元胺标准样品溶液进行 LC-MS（液质联用）分析，作为分析仪器的举例，可使用 Aglient 1220 HPLC（色谱柱：Aglient 型号：ZORBAX Eclipse XDB-C18，4.6*250mm，5-Micron）、Agilent G6125C MS，其中 HPLC 流动相为 0.1%甲酸水溶液：甲醇 = 20:80，流速 0.5ml/min，色谱柱柱温可使用 40℃，标准样品进样量为 10ul，检测器使用紫外检测器，其中波长为 254nm。

25

其中，二元胺的保留时间在 7.0~7.8min 之间，三元胺的保留时间在 10~11min 之间，四元胺的保留时间在 14.2~16min 之间。

作为举例：二元胺，三元胺，四元胺的标准曲线见图 3-1、3-2、3-3，图 3-1 所示二元胺的标准曲线为 $y_2=48.429x_2-1.2514$ ，拟合优度 $R^2=0.9995$ ，其中， y_2 表示二元胺液相色谱峰面积， x_2 表示二元胺标准溶液的浓度(ppm)；图 3-2 所示三元胺的标准曲线为 $y_3=37.969x_3+0.4591$ ，拟合优度 $R^2=0.9996$ ，其中， y_3 表示三元胺液相色谱峰面积， x_3 表示三元胺标准溶液的浓度(ppm)；图 3-3 所示四元胺的标准曲线为 $y_4=37.983x_4+0.6908$ ，拟合优度 $R^2=0.9998$ ，其中， y_4 表示四元胺液相色谱峰面积， x_4 表示四元胺标准溶液的浓度(ppm)。

本领域技术人员知道，本说明书中所列举出的通过 LC-MS 的标准曲线法测量抛光层中二元胺，三元胺以及四元胺分别占多元胺组合物总量的质量百分比的方法并不对本发明权利要求的范围进行任何限定，需要知道的是，可以通过任何方法测得本发明所要保护的抛光层中二元胺、三元胺以及四元胺分别占多元胺组合物总量的质量百分比都适用于本发明的保护范围。

本发明中取上述多元胺组合物 G1 或 G2 配置成浓度为 10~100ppm 的标准曲线测试样品，以与标准样品相同的分析条件进行 LC-MS 分析，得到结果，将得到的标准曲线测试样品的三种胺化合物的液相色谱峰面积代入上述二元胺、三元胺、四元胺的标准曲线中，计算出分析样品中二元胺、三元胺以及四元胺的浓度 (ppm)，随后计算即可得到二元胺、三元胺以及四元胺分别占多元胺组合物总量的质量百分比。

作为标准溶液测试样品的举例，可使用多元胺组合物 0.0204g 加入甲醇总质量为 20.0026 g，取上述溶液 0.2ml 加甲醇至 2ml 混合成 100ppm 的溶液，取上述 100ppm 的溶液 0.2ml 加甲醇至 2ml 混合成 10ppm 溶液，本发明可根据实际使用其情况对上述标准曲线测试样品的浓度进行调变。

本发明中通过上述测试条件得到二元胺、三元胺以及四元胺的液相色谱峰面积满足以下关系，其中，保留时间 7.0~7.8min 的峰面积与保留时间为 10~11min 的峰面积的比值介于 5~30 之间；保留时间为 7.0~7.8min 的峰面积与保留时间为 14.2~16min 的峰面积的比值介于 10~400 之间。

5 其中，保留时间 7.0~7.8min 的峰面积与保留时间为 10~11min 的峰面积与保留时间为 14.2~16min 的峰面积的比介于：360~450: 15~45: 1~40 之间。

本领域技术人员知道，本说明书中所列举出的通过 LC-MS 确定抛光层中二元胺，三元胺以及四元胺的液相峰面积比值的方法并不对本发明权利要求的范围进行任何限定，需要知道的是，可以通过任何方法测得本发明
10 所要保护的抛光层中二元胺、三元胺以及四元胺的液相峰面积比值都适用于本发明的保护范围。

本发明研究发现，通过控制多元胺组合物与多元醇的总平均官能度在一定的范围内，会使得抛光层具有较高的使用寿命，考虑到抛光层的硬度，本发明中控制多元胺组合物与多元醇的总平均官能度不高于 2.2，当多元胺
15 组合物与多元醇的总平均官能度高于 2.2 时，抛光层变得硬而脆，严重影响使用寿命，因此在选择多元胺组合物以及多元醇时，避免同时选择平均官能度较高的两者；因此，本发明中优选使用平均官能度低的多元醇与平均官能度高的多元胺组合物结合，更或是使用平均官能度低的多元醇与平均官能度低的多元胺组合物结合。

20 本发明中多元胺组合物中包含有一定含量的游离氯离子，考虑到氯离子含量过高会导致氯离子与被抛光金属氧化后产生的金属离子发生络合反应，从而影响抛光速率的稳定性，因此，本发明中控制氯离子含量低于 900ppm，优选本发明中控制氯离子含量低于 100ppm，特别优选控制氯离子含量低于 10ppm。

25 其他添加剂

本发明中为了使得抛光层具有适当的密度以及优异的物理性能，通常会对聚氨酯基材进行发泡处理，常用的发泡工艺包含有机机械发泡或微球发泡等。

5 可选择的，作为机械发泡，可选择使用聚烷基硅氧烷和聚醚的共聚体且不含活性氢基的硅酮作为表面活性剂，加以机械搅拌，可实现聚氨酯基材的机械发泡，可选择的，表面活性剂诸如 L5340(NIHON UNICA 制造)、SH-192(Dow Corning Toray Silicone Co., Ltd.制造)等。

可选择的，作为微球发泡，通常将中空微球聚合物均匀分散在聚氨酯基材中，实现对抛光层性能的调整，本发明中的术语“中空微球聚合物”
10 是指一种可膨胀的中空聚合物微球体，可在固化过程中借助反应放热导致的温度升高而适度膨胀。通过调整中空微球聚合物在聚氨酯抛光层中分布方式(如密度)并结合调节中空微球聚合物的粒度，可以进一步调节抛光层的抛光性能。优选的，中空微球聚合物分散在抛光层中可使抛光层最终具有的孔隙率为 1~60%，特别优选的，孔隙率为 15~45%。

15 优选的，中空微球聚合物包括但不限于具有聚丙烯腈和聚丙烯腈共聚物外壁的囊状结构，可以采购自阿克苏诺贝尔公司、松本油脂制药株式会社或积水化学工业株式会社任意一家公司的微球或微珠，特别优选的，本发明实施例中选择阿克苏诺贝尔公司(AkzoNobel)中空微球或松本微珠 F 系列。

20 本发明中，聚氨酯基材中还可以添加适当的改性剂，以便获得更加优异的综合性能改进。优选的，这些改性剂可改抛光层的至少一个性质，上述性质包括但不限于以下各项构成的组：孔隙度、刚性、表面能量、抗磨性、传导性，以及化学功能。改性材料包括但不限于：抗氧化剂、润滑剂、颜料、填充剂、防带电剂等。

25 沟槽

本发明中，抛光层可按本领域常规设有沟槽，沟槽用于在抛光过程中接收抛光液。沟槽可在所述抛光层成型之后经加工获得。沟槽的设置能够确保抛光过程中所用的抛光液的平稳排放和流动。优选的，沟槽为同心圆沟槽(例如可以是环状或螺旋状的沟槽)、曲线沟槽、网格线沟槽、正多边形沟槽(例如，六边形、三角形)、和轮胎面型图案中的一种或多种。特别优选的，沟槽为环状沟槽、螺旋沟槽、X~Y 网格沟槽、六边形沟槽、三角形沟槽和分形沟槽中的一种或多种。特别优选的，沟槽的横截面为直侧壁矩形、“V”形、“U”形和锯齿形中的一种或多种。

可选择的，沟槽的宽度为 0.1~0.6mm，沟槽深度为 0.5~0.9mm，相邻沟槽间槽间距为 2~5mm，可设置中心留白区域或不设置中心留白区域，其中，中心留白区域半径为 60mm~70mm。

<缓冲层、中间胶、背胶层>

本发明中抛光垫还包含有缓冲层，在 CMP 中，为兼顾互为折中关系的平面性和均匀性两者，需要缓冲层。平面性是指对具有在图案形成时产生的微小凹凸的被抛光材料进行抛光时的图案部的平坦性，均匀性是指被抛光材料整体的均匀性。利用抛光层的特性，改善平面性，利用缓冲层的特性，改善均匀性。在本发明的抛光垫中，缓冲层优选使用比抛光层柔软的材料。

作为缓冲层可列举诸如：聚酯无纺布、尼龙无纺布、丙烯腈系无纺布等纤维无纺布、浸渍了聚氨酯的聚酯无纺布这样的树脂浸渍无纺布、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、感光性树脂等。

作为将抛光层和缓冲层贴合的方法，使用中间胶实现，中间胶可选择使用双面胶带，将抛光层和缓冲层置于中间胶两侧进行压制。

本发明的抛光垫还包括背胶层，作为背胶层同样可选择使用双面胶带，

作为背胶层的组成，可列举出例如，橡胶系粘接剂、丙烯酸系粘接剂等。
考虑金属离子的含量，丙烯酸系粘接剂的金属离子含量少，故优选。

本发明中背胶层还包含有离型膜或离型纸，使用之前撕掉离型膜或离型纸即可实现抛光垫与抛光机台的粘合。

5 <终点检测窗>

本发明中的抛光层可根据实际需要设置有终点检测窗，可选择的，在抛光层中形成至少一个终点检测区域，在进行抛光作业时，抛光层的终点检测区域能够进行高精度的光学终点检测，检测方法可以是光学检测。通过使终点检测区域由适当的材料制作而成，使其具有适当的光透过率，以便观测被抛光物体（如硅晶片）。作为优选方案，形成终点检测区域的材料在波长 300~800 的整个范围内的透光率不低于 20%，进一步优选，高透光率材料的光透过率不低于 60%。

作为优选方案，终点检测区域的材料包括但不限于聚氨酯树脂，聚酯树脂，酚树脂，尿素树脂，三聚氰胺树脂，环氧树脂以及丙烯酸树脂等热固性树脂；聚氨酯树脂，聚酯树脂，聚酰胺树脂，纤维素类树脂，丙烯酸树脂，聚碳酸酯树脂，含卤素树脂（聚氯乙烯、聚四氟乙烯以及聚偏氟乙烯等）、聚苯乙烯及烯烃类树脂（聚乙烯、聚丙烯等）热塑型树脂中的一种或多种组合。

作为优选方案，在进行抛光作业时，终点检测区域的邵氏硬度为 40~75D，进一步优选 55~70D，当终点检测区域的邵氏硬度小于 40D 时，该区域容易发生蠕变，难以稳定的进行光学终点检测，而当邵氏硬度超过 75D 时被抛光材料表面容易产生划痕。

 <抛光处理>

本发明中涉及的抛光垫，半导体常用制程均可应用，作为常见的制程举例，包括但不限于：STI 制程，Oxide 制程，W 制程，Al 制程，Copper

制程，Poly 制程。

抛光处理：使用如图 1 所示的抛光装置等进行，该抛光装置具有支承
抛光垫 2 的抛光机台 3，用于对支撑待抛光材料-半导体晶片 1 的支架 4 和
晶片进行均匀加压的背衬材料、以及抛光液 5 的供给机构。抛光垫 2 例如
5 通过背胶层粘附而被安装到抛光机台 3 上。抛光机台 3 和支架 4 被配置成
各自所支撑的抛光垫 2 和半导体晶片 1 相对，并各自具备旋转轴。另外，
在支架 4 一侧设置有用将半导体晶片 1 压接到抛光垫 2 上的加压机构。
在进行抛光时，使抛光机台 3 和支架 4 旋转，并将半导体晶片 1 压接到抛
光垫 2 上，边供给浆料边进行抛光。浆料的流量、抛光荷重、抛光机台转
10 速和晶片转速没有特别限制，可进行适当调节。

实施例

为了便于理解本发明，本发明列举实施例如下，本领域技术人员应该
明了，所述实施例仅仅是帮助理解本发明，并不应视为对本发明的具体限
定。

15 实施例中标号释义：

TDI100：100% 2,4- 甲苯二异氰酸酯；

TDI80：80% 2,4- 甲苯二异氰酸酯，20% 2,6- 甲苯二异氰酸酯；

HMDI：4，4’ -二环己基甲烷二异氰酸酯；

PTMEG：聚四亚甲基醚二醇；

20 MOCA：4，4’ -亚甲基-双-(2-氯苯胺)；

M-CDEA：4，4’ -亚甲基-双-(3-氯-2,6-二乙苯胺)；

DETDA：3,5-二乙基甲苯二胺；

D2000：氨基封端的聚氧化丙烯醚；

T5000：三官能度聚醚胺；

25 DEG：二甘醇；

中空微球聚合物: Expancel[®]551DE40d42, 平均粒径 40 μ m, 密度 0.042 g/cm³, Expancel[®]461DE20d70, 平均粒径 20 μ m, 密度 0.07 g/cm³。

上述原料均来自市售大宗工业品, 厂家包括巴斯夫、科思创、万华化学、苏州湘园、池州天赐、三井化学、三菱化学等。

5 Di-A: 二元胺;

Tri-A: 三元胺;

Tetra-A: 四元胺;

上述 Di-A, Tri-A 以及 Tetra-A 通过制备例 1~8 中任意一项制备而来的多元胺组合物分离后得到。

10 以下涉及的理化参数测定方法以及其他参数的计算方法如下:

抛光层的邵氏硬度

使用 REX 数显邵氏 D 型自动测量硬度计、Bareiss 数显邵氏 D 型自动测量硬度计进行测量, 将待测样品冲切成 3" $\times$ 3" 正方形样本的试样, 待测样品厚度不小于 5mm, 测量点距试样任一边缘至少 9mm, 同一试样上至少相隔 6mm 测量硬度值, 取最大值, 试样需要在 23 $\pm$ 2 $^{\circ}$ C, 湿度 50% $\pm$ 10% 标准环境下测试。

抛光层的密度

按以下公式计算: $S.G=m/v=m/(\pi(d/2)^2 \cdot h)$, 其中 m 为抛光层重量, d 为抛光层直径, h 为抛光层厚度。

20 游离氯离子含量测定

取一定量的多元胺组合物, 溶解后超声以 3000~10000r/min 离心 10min, 取上清液, 使用阴离子色谱进行测试。

二元胺、三元胺以及四元胺分别占多元胺组合物总量的质量百分比

取多元胺组合物配置成浓度为 10ppm 的溶液, 使用 Aglient 1220 HPLC (色谱柱: Aglient 型号: ZORBAX Eclipse XDB-C18, 4.6*250mm,

5-Micron)、Agilent G6125C MS 进行测量, 其中 HPLC 流动相为 0.1% 甲酸水溶液: 甲醇 = 20:80, 流速 0.5ml/min, 色谱柱柱温可使用 40℃, 标准样品进样量为 10μl, 检测器使用紫外检测器, 其中波长为 254nm。

多元胺组合物平均官能度

$$5 \quad \text{多元胺组合物平均官能度} = \frac{(2 \cdot X_2/M_{2\text{胺}} + 3 \cdot X_3/M_{3\text{胺}} + 4 \cdot X_4/M_{4\text{胺}})}{(X_2/M_{2\text{胺}} + X_3/M_{3\text{胺}} + X_4/M_{4\text{胺}})} \quad \text{公式 1}$$

其中: 公式 1 中 X_2 、 X_3 及 X_4 分别为二元胺、三元胺以及四元胺分别占多元胺组合物总量的质量百分比; $M_{2\text{胺}}$, $M_{3\text{胺}}$, $M_{4\text{胺}}$ 分别表示二元胺、三元胺以及四元胺的分子量。

多元胺组合物平均分子量

$$10 \quad \text{多元胺组合物平均分子量} = \frac{(X_2 + X_3 + X_4)}{(X_2/M_{2\text{胺}} + X_3/M_{3\text{胺}} + X_4/M_{4\text{胺}})} \quad \text{公式 2}$$

其中: 公式 2 中 X_2 、 X_3 及 X_4 分别为二元胺、三元胺以及四元胺分别占多元胺组合物总量的质量百分比; $M_{2\text{胺}}$, $M_{3\text{胺}}$, $M_{4\text{胺}}$ 分别表示二元胺、三元胺以及四元胺的分子量。

多元胺组合物与多元醇组合物的总平均官能度

$$15 \quad \text{多元胺组合物与多元醇组合物的总平均官能度} = \frac{(2 \cdot C_2/M_{2\text{胺}} + 3 \cdot C_3/M_{3\text{胺}} + 4 \cdot C_4/M_{4\text{胺}} + \dots + n \cdot C_n/M_{n\text{胺}} + 2 \cdot m \cdot X_2/M_{2\text{胺}} + 3 \cdot m \cdot X_3/M_{3\text{胺}} + 4 \cdot m \cdot X_4/M_{4\text{胺}})}{(C_2/M_{2\text{胺}} + C_3/M_{3\text{胺}} + C_4/M_{4\text{胺}} + \dots + C_n/M_{n\text{胺}} + m \cdot X_2/M_{2\text{胺}} + m \cdot X_3/M_{3\text{胺}} + m \cdot X_4/M_{4\text{胺}})} \quad \text{公式 3}$$

其中: 公式 3 中 X_2 、 X_3 及 X_4 分别为二元胺、三元胺以及四元胺分别占多元胺组合物总量的质量百分比, m 表示多元胺组合物的质量, C_2 、 C_3 、 C_4 、 C_n 表示官能度为 2、3、4、 n 的多元醇的质量; $M_{2\text{胺}}$, $M_{3\text{胺}}$, $M_{4\text{胺}}$ 分别表示二元胺、三元胺以及四元胺的分子量; $M_{2\text{醇}}$, $M_{3\text{醇}}$, $M_{4\text{醇}}$, $M_{n\text{醇}}$ 分别表示二元醇、三元醇以及四元醇或多元醇的分子量。

抛光垫的抛光性能评价

对于制备的实施例及对比例中的抛光垫进行上机测试, 对抛光性能进行评价, 测试条件如下:

25 测试机台为 AMAT Refelxion (Modify 5Zone);

抛光液为 ANJI U3061A (slurry(g):DIW(g):30%H₂O₂(g)=1:10:0.37), 流速 300mL/min;

修整盘为 Saesol Disk AJ27, 6lbf, in-situ 100%; Platen/Head Speed=97/91;

Zone Pressure: RR/Z1/Z2/Z3/Z4/Z5:5.90/5.10/2.40/2.15/2.10/2.20;

5 所用的晶圆(wafer)为 Patten wafer: Semitech 754, Cu Blanket wafer Pre Thickness 10~12KA。

记录在抛光过程中去除速率的变化, 记录 0/5hrs/10hrs/15hrs/20hrs 的数据, 并且记录 0/5hrs/10hrs/15hrs/20hrs 研磨速率不均一性 (NU) 的变化并计算出平均值, 使用四探针膜厚仪 (NAPSON Crestest/RG3000)。

10 抛光垫的寿命评价

将实施例及对比例中的抛光垫, 通过修整器长时间的切削, 测试其极限使用寿命, 即将参数相同 (沟槽深 30mil, 沟槽宽 20mil, 槽间距 120mil, 中心留白区域半径为 60~70mm) 的沟槽切削完所需要的时间。

Defect 评价

15 被抛光基材抛光后材料上的缺陷(defect)使用科磊公司 (KLA-Tencor) 可获得的 Surfscan® SP2 缺陷检查系统进行检查, 检测缺陷的尺寸: 0.16μm; ○○表示几乎无 defect, ○表示有极少量 defect, ×表示有少量 defect, ××表示有较多 defect, ×××表示有大量 defect。

制备例 1

20 室温下, 将 60L 去离子水加入到反应釜中, 加入浓度为 37%的盐酸 118.25kg, 在良好地搅拌情况下, 加入纯度为 99%的邻氯苯胺 128.86kg, 形成邻氯苯胺的盐酸盐溶液; 在氮气的保护下, 控制温度低于 35℃的情况下, 将含量为 37%的甲醛水溶液 41.39kg 匀速滴加进反应釜内, 用时 2~3h, 滴加完毕后进行梯度升温, 保证邻氯苯胺与甲醛充分反应, 梯度升温程序为:

25 35~40℃ 2h, 50~60℃ 4h, 70~80℃ 4h, 100℃ 1h。每个升温梯度的升温

时间均为 0.5h。降温到 50~60℃，加入质量分数为 25%的氢氧化钠溶液 249.6kg 中和到 pH 大于 12，静置 12h，分离下部的无机盐水溶液层，再向有机相中加入温度不低于 95℃的去离子水，去离子水的体积为有机相体积的 1.5 倍，充分搅拌后再静置，分离水相，重复水洗过程 5~8 次，保证有机盐充分洗净。最后一次洗涤后分离有机相，降温让有机相结晶成固体，并在 50~60℃下抽真空至 100 pa 下干燥 5h，得多元胺组合物 B1 126.56kg。多元胺组合物 B1 中 Di-A 组分占多元胺组合物的质量百分比为 90.86%，Tri-A 组分占多元胺组合物的质量百分比为 6.46%，Tetra-A 组分占多元胺组合物的质量百分比为 1.09%，多元胺组合物的平均官能度 2.06，多元胺组合物液相色谱峰面积中，保留时间 7.0~7.8min 的峰面积与保留时间为 10~11min 的峰面积的比值为 18；保留时间为 7.0~7.8min 的峰面积与保留时间为 14.2~16min 的峰面积的比值为 91，其中保留时间为 7.0~7.8min 的峰面积为 430.2，保留时间为 10~11min 的峰面积为 24.5，保留时间为 14.2~16min 的峰面积为 4.8。

15 制备例 2

室温下，将 60L 去离子水加入到反应釜中，加入浓度为 37%的盐酸 130.08kg，在良好地搅拌情况下，加入纯度为 99%的邻氯苯胺 141.75kg，形成邻氯苯胺的盐酸盐溶液；在氮气的保护下，控制温度低于 35℃的情况下，将含量为 37%的甲醛水溶液 47.32kg 匀速滴加进反应釜内，用时 2~3h，滴加完毕后进行梯度升温，保证邻氯苯胺与甲醛充分反应，梯度升温程序为：35~40℃ 2h，50~60℃ 4h，70~80℃ 4h，100℃ 1h。每个升温梯度的升温时间均为 0.5h。降温到 50~60℃，加入质量分数为 25%的氢氧化钠溶液 274.56kg 中和到 pH 大于 12，静置 12h，分离下部的无机盐水溶液层，再向有机相中加入温度不低于 95℃的去离子水，去离子水的体积为有机相体积的 1.5 倍，充分搅拌后再静置，分离水相，重复水洗过程 5~8 次，保证有

机盐充分洗净。最后一次洗涤后分离有机相，降温让有机相结晶成固体，并在 50~60℃ 下抽真空至 100 pa 下干燥 5h，得多元胺组合物 B2 124.16kg。多元胺组合物 B2 中 Di-A 组分占多元胺组合物的质量百分比为 87.21%，Tri-A 组分占多元胺组合物的质量百分比为 9.83%，Tetra-A 组分占多元胺组
5 合物的质量百分比为 1.92%，多元胺组合物的平均官能度 2.09，多元胺组合物液相色谱峰面积中，保留时间 7.0~7.8min 的峰面积与保留时间为 10~11min 的峰面积的比值为 11；保留时间为 7.0~7.8min 的峰面积与保留时间为 14.2~16min 的峰面积的比值为 53，其中保留时间为 7.0~7.8min 的峰面积为 412.9，保留时间为 10~11min 的峰面积为 37.1，保留时间为 14.2~16min
10 的峰面积为 7.8。

制备例 3

室温下，将 60L 去离子水加入到反应釜中，加入浓度为 37% 的盐酸 120.97kg，在良好地搅拌情况下，加入纯度为 99% 的邻氯苯胺 131.83kg，形成邻氯苯胺的盐酸盐溶液；在氮气的保护下，控制温度低于 35℃ 的情况下，
15 将含量为 37% 的甲醛水溶液 40.26kg 匀速滴加进反应釜内，用时 2~3h，滴加完毕后进行梯度升温，保证邻氯苯胺与甲醛充分反应，梯度升温程序为：35~40℃ 2h，50~60℃ 4h，70~80℃ 4h，100℃ 1h。每个升温梯度的升温时间均为 0.5h。降温到 50~60℃，加入质量分数为 25% 的氢氧化钠溶液 247.10kg 中和到 pH 大于 12，静置 12h，分离下部的无机盐水溶液层，再
20 向有机相中加入温度不低于 95℃ 的去离子水，去离子水的体积为有机相体积的 1.5 倍，充分搅拌后再静置，分离水相，重复水洗过程 5~8 次，保证有机盐充分洗净。最后一次洗涤后分离有机相，降温让有机相结晶成固体，并在 50~60℃ 下抽真空至 100 pa 下干燥 5h，得多元胺组合物 B3 131.12kg。多元胺组合物 B3 中 Di-A 组分占多元胺组合物的质量百分比为 94.83%，
25 Tri-A 组分占多元胺组合物的质量百分比为 4.13%，Tetra-A 组分占多元胺组

合物的质量百分比为 0.12%，多元胺组合物的平均官能度 2.03，多元胺组合物液相色谱峰面积中，保留时间 7.0~7.8min 的峰面积与保留时间为 10~11min 的峰面积的比值为 28；保留时间为 7.0~7.8min 的峰面积与保留时间为 14.2~16min 的峰面积的比值为 395，其中保留时间为 7.0~7.8min 的峰
5 面积为 449.1，保留时间为 10~11min 的峰面积为 15.8，保留时间为 14.2~16min 的峰面积为 1.1。

制备例 4

室温下，将 60L 去离子水加入到反应釜中，加入浓度为 37%的盐酸 120.97kg，在良好地搅拌情况下，加入纯度为 99%的邻氯苯胺 126.45kg，形
10 成邻氯苯胺的盐酸盐溶液；在氮气的保护下，控制温度低于 35℃的情况下，将含量为 37%的甲醛水溶液 42.12kg 匀速滴加进反应釜内，用时 2~3h，滴加完毕后进行梯度升温，保证邻氯苯胺与甲醛充分反应，梯度升温程序为：35~40℃ 2h，50~60℃ 4h，70~80℃ 4h，100℃ 1h。每个升温梯度的升温时间均为 0.5h。降温到 50~60℃，加入质量分数为 25%的氢氧化钠溶液
15 247.75kg 中和到 pH 大于 12，静置 12h，分离下部的无机盐水溶液层，再向有机相中加入温度不低于 95℃的去离子水，去离子水的体积为有机相体积的 1.5 倍，充分搅拌后再静置，分离水相，重复水洗过程 5~8 次，保证有机盐充分洗净。最后一次洗涤后分离有机相，降温让有机相结晶成固体，并在 50~60℃下抽真空至 100 pa 下干燥 5h，得多元胺组合物 B4 127.52kg。
20 多元胺组合物 B4 中 Di-A 组分占多元胺组合物的质量百分比为 88.31%，Tri-A 组分占多元胺组合物的质量百分比为 8.29%，Tetra-A 组分占多元胺组合物的质量百分比为 1.86%，多元胺组合物的平均官能度 2.08，多元胺组合物液相色谱峰面积中，保留时间 7.0~7.8min 的峰面积与保留时间为 10~11min 的峰面积的比值为 13；保留时间为 7.0~7.8min 的峰面积与保留时
25 间为 14.2~16min 的峰面积的比值为 55，其中保留时间为 7.0~7.8min 的峰面

积为 418.1, 保留时间为 10~11min 的峰面积为 31.3, 保留时间为 14.2~16min 的峰面积为 7.6。

制备例 5

室温下, 将 60L 去离子水加入到反应釜中, 加入浓度为 37%的盐酸
5 120.97kg, 在良好地搅拌情况下, 加入纯度为 99%的邻氯苯胺 127.56kg, 形成邻氯苯胺的盐酸盐溶液; 在氮气的保护下, 控制温度低于 35℃的情况下, 将含量为 37%的甲醛水溶液 42.94kg 匀速滴加进反应釜内, 用时 2~3h, 滴加完毕后进行梯度升温, 保证邻氯苯胺与甲醛充分反应, 梯度升温程序为: 35~40℃ 2h, 50~60℃ 4h, 70~80℃ 4h, 100℃ 1h。每个升温梯度的升温
10 时间均为 0.5h。降温到 50~60℃, 加入质量分数为 25%的氢氧化钠溶液 247.52kg 中和到 pH 大于 12, 静置 12h, 分离下部的无机盐水溶液层, 再向有机相中加入温度不低于 95℃的去离子水, 去离子水的体积为有机相体积的 1.5 倍, 充分搅拌后再静置, 分离水相, 重复水洗过程 5~8 次, 保证有机盐充分洗净。最后一次洗涤后分离有机相, 降温让有机相结晶成固体,
15 并在 50~60℃下抽真空至 100 pa 下干燥 5h, 得多元胺组合物 B5 125.85kg。多元胺组合物 B5 中 Di-A 组分占多元胺组合物的质量百分比为 81.84%, Tri-A 组分占多元胺组合物的质量百分比为 9.95%, Tetra-A 组分占多元胺组合物的质量百分比为 7.32%, 多元胺组合物的平均官能度 2.15, 多元胺组合物液相色谱峰面积中, 保留时间 7.0~7.8min 的峰面积与保留时间为
20 10~11min 的峰面积的比值为 10; 保留时间为 7.0~7.8min 的峰面积与保留时间为 14.2~16min 的峰面积的比值为 14, 其中保留时间为 7.0~7.8min 的峰面积为 387.4, 保留时间为 10~11min 的峰面积为 37.5, 保留时间为 14.2~16min 的峰面积为 28.0。

制备例 6

25 室温下, 将 60L 去离子水加入到反应釜中, 加入浓度为 37%的盐酸

128.03kg, 在良好地搅拌情况下, 加入纯度为 99%的邻氯苯胺 143.75kg,形成邻氯苯胺的盐酸盐溶液; 在氮气的保护下, 控制温度低于 35℃的情况下, 将含量为 37%的甲醛水溶液 48.91kg 匀速滴加进反应釜内, 用时 2~3h, 滴加完毕后进行梯度升温, 保证邻氯苯胺与甲醛充分反应, 梯度升温程序为:

5 35~40℃ 2h, 50~60℃ 4h, 70~80℃ 4h, 100℃ 1h。每个升温梯度的升温时间均为 0.5h。降温到 50~60℃, 加入质量分数为 25%的氢氧化钠溶液 274.56kg 中和到 pH 大于 12, 静置 12h, 分离下部的无机盐水溶液层, 再向有机相中加入温度不低于 95℃的去离子水, 去离子水的体积为有机相体积的 1.5 倍, 充分搅拌后再静置, 分离水相, 重复水洗过程 5~8 次, 保证有

10 机盐充分洗净。最后一次洗涤后分离有机相, 降温让有机相结晶成固体, 并在 50~60℃下抽真空至 100 pa 下干燥 5h, 得多元胺组合物 B6 124.16kg。多元胺组合物 B6 中 Di-A 组分占多元胺组合物的质量百分比为 77.12%, Tri-A 组分占多元胺组合物的质量百分比为 11.84%, Tetra-A 组分占多元胺组合物的质量百分比为 9.98%, 多元胺组合物的平均官能度 2.20, 多元胺组

15 合物液相色谱峰面积中, 保留时间 7.0~7.8min 的峰面积与保留时间为 10~11min 的峰面积的比值为 8; 保留时间为 7.0~7.8min 的峰面积与保留时间为 14.2~16min 的峰面积的比值为 10, 其中保留时间为 7.0~7.8min 的峰面积为 365.0, 保留时间为 10~11min 的峰面积为 44.5, 保留时间为 14.2~16min 的峰面积为 37.9。

20 制备例 7

室温下, 将 60L 去离子水加入到反应釜中, 加入浓度为 37%的盐酸 129.42kg, 在良好地搅拌情况下, 加入纯度为 99%的邻氯苯胺 140.81kg,形成邻氯苯胺的盐酸盐溶液; 在氮气的保护下, 控制温度低于 35℃的情况下, 将含量为 37%的甲醛水溶液 48.95kg 匀速滴加进反应釜内, 用时 2~3h, 滴

25 加完毕后进行梯度升温, 保证邻氯苯胺与甲醛充分反应, 梯度升温程序为:

35~40℃ 2h, 50~60℃ 4h, 70~80℃ 4h, 100℃ 1h。每个升温梯度的升温时间均为 0.5h。降温到 50~60℃, 加入质量分数为 25%的氢氧化钠溶液 274.12kg 中和到 pH 大于 12, 静置 12h, 分离下部的无机盐水溶液层, 再向有机相中加入温度不低于 95℃的去离子水, 去离子水的体积为有机相体
5 积的 1.5 倍, 充分搅拌后再静置, 分离水相, 重复水洗过程 5~8 次, 保证有机盐充分洗净。最后一次洗涤后分离有机相, 降温让有机相结晶成固体, 并在 50~60℃下抽真空至 100 pa 下干燥 5h, 得多元胺组合物 B7 128.42kg。多元胺组合物 B7 中 Di-A 组分占多元胺组合物的质量百分比为 66.38%, Tri-A 组分占多元胺组合物的质量百分比为 18.94%, Tetra-A 组分占多元胺
10 组合物的质量百分比为 13.73%, 多元胺组合物的平均官能度 2.30, 多元胺组合物液相色谱峰面积中, 保留时间 7.0~7.8min 的峰面积与保留时间为 10~11min 的峰面积的比值为 4; 保留时间为 7.0~7.8min 的峰面积与保留时间为 14.2~16min 的峰面积的比值为 6, 其中保留时间为 7.0~7.8min 的峰面积为 314.0, 保留时间为 10~11min 的峰面积为 71.0, 保留时间为 14.2~16min
15 的峰面积为 51.8。

制备例 8

室温下, 将 60L 去离子水加入到反应釜中, 加入浓度为 37%的盐酸 130.84kg, 在良好地搅拌情况下, 加入纯度为 99%的邻氯苯胺 134.82kg, 形成邻氯苯胺的盐酸盐溶液; 在氮气的保护下, 控制温度低于 35℃的情况下,
20 将含量为 37%的甲醛水溶液 47.65kg 匀速滴加进反应釜内, 用时 2~3h, 滴加完毕后进行梯度升温, 保证邻氯苯胺与甲醛充分反应, 梯度升温程序为: 35~40℃ 2h, 50~60℃ 4h, 70~80℃ 4h, 100℃ 1h。每个升温梯度的升温时间均为 0.5h。降温到 50~60℃, 加入质量分数为 25%的氢氧化钠溶液 275.42kg 中和到 pH 大于 12, 静置 12h, 分离下部的无机盐水溶液层, 再
25 向有机相中加入温度不低于 95℃的去离子水, 去离子水的体积为有机相体

积的 1.5 倍，充分搅拌后再静置，分离水相，重复水洗过程 5~8 次，保证有机盐充分洗净。最后一次洗涤后分离有机相，降温让有机相结晶成固体，并在 50~60℃下抽真空至 100 pa 下干燥 5h，得多元胺组合物 B8 127.21kg。多元胺组合物 B8 中 Di-A 组分占多元胺组合物的质量百分比为 54.54%，Tri-A 组分占多元胺组合物的质量百分比为 24.97%，Tetra-A 组分占多元胺组合物的质量百分比为 19.49%，多元胺组合物的平均官能度 2.44，多元胺组合物液相色谱峰面积中，保留时间 7.0~7.8min 的峰面积与保留时间为 10~11min 的峰面积的比值为 3；保留时间为 7.0~7.8min 的峰面积与保留时间为 14.2~16min 的峰面积的比值为 4，其中保留时间为 7.0~7.8min 的峰面积为 257.7，保留时间为 10~11min 的峰面积为 93.4，保留时间为 14.2~16min 的峰面积为 73.3。

实施例 1

本实施例提供了一种抛光垫，其制备方法如下：

步骤一：取 39.01 质量份的 TDI100 和 55.08 质量份的 PTMEG1000 以及 5.92 质量份的 DEG 进行反应得到异氰酸酯封端的预聚体，加热至 25~65℃，真空（-0.095MPa）下脱气 2h，以便将预聚体中的气体和小分子化合物除去；然后加入 1.83 质量份平均粒径为 40μm 的中空微球聚合物 551DE40d42，搅拌下使得中空微球聚合物均匀的分散在预聚体中，真空（-0.095MPa）下再次脱气 2h，待用。

步骤二：将 27.06 质量份的多元胺组合物 B1 升温至 115℃，待用，其中多元胺组合物的平均分子量为 275。

步骤三：将预聚体与多元胺组合物在高速剪切下混合，然后浇铸到圆形磨具中，形成厚度为 12cm 的浇铸块，室温静置 10min，然后置于 100℃烘箱中固化 16 小时。固化完成后使其在烘箱中自动降温至室温，然后切割成厚度为 80mil 的薄片，共计 60 片。

步骤四：沟槽选择使用环状沟槽且中心存在留白（未刻槽）区域的沟槽形状，刻槽参数为：沟槽深 30mil，沟槽宽 20mil，槽间距 120mil，中心留白区域半径为 60~70mm，刻槽后即为抛光层。

步骤五：中间胶以及背胶层选择使用双面胶带，使用中间胶将上述抛光层与缓冲层粘合，并且在缓冲层另一侧（未粘合抛光层的面）粘合背胶层，即可得到抛光垫 P1，其中缓冲层使用聚氨酯浸渍的无纺布材料（SUBA）。

实施例 2

本实施例提供了一种抛光垫 P2，其制备方法与实施例 1 相同，不同之处在于：异氰酸酯封端的预聚体由 32.65 质量份的 TDI100 和 8 质量份的 HMDI 以及 57.25 质量份的 PTMEG650 和 2.1 质量份的 DEG 反应得到；中空微球聚合物为 2.00 质量份平均粒径为 40 μ m 的 551DE40d42；多元胺组合物为 26.32 质量份的 B1，其中多元胺组合物的平均分子量为 275。

实施例 3

本实施例提供了一种抛光垫 P3，其制备方法与实施例 1 相同，不同之处在于：异氰酸酯封端的预聚体由 32.65 质量份的 TDI100 和 8 质量份的 HMDI 以及 51.84 质量份的 PTMEG1400 和 7.51 质量份的 DEG 反应得到；中空微球聚合物为 1.92 质量份平均粒径为 40 μ m 的 551DE40d42；多元胺组合物为 26.77 质量份的 B2，其中多元胺组合物的平均分子量为 279。

实施例 4

本实施例提供了一种抛光垫 P4，其制备方法与实施例 1 相同，不同之处在于：异氰酸酯封端的预聚体由 32.65 质量份的 TDI100 和 8 质量份的 HMDI 以及 53.6 质量份的 PTMEG1000 和 5.76 质量份的 DEG 反应得到；中空微球聚合物为 1.99 质量份平均粒径为 40 μ m 的 551DE40d42；多元胺组合物为 25.98 质量份的 B3，其中多元胺组合物的平均分子量为 271。

实施例 5

本实施例提供了一种抛光垫 P5，其制备方法与实施例 1 相同，不同之处在于：异氰酸酯封端的预聚体由 39.01 质量份的 TDI100 以及 55.08 质量份的 PTMEG1000 和 5.92 质量份的 DEG 反应得到；中空微球聚合物为 1.84 质量份平均粒径为 40 μ m 的 551DE40d42；多元胺组合物为 27.51 质量份的 B2，其中多元胺组合物的平均分子量为 279。

实施例 6

本实施例提供了一种抛光垫 P6，其制备方法与实施例 1 相同，不同之处在于：异氰酸酯封端的预聚体由 39.01 质量份的 TDI100 以及 55.08 质量份的 PTMEG1000 和 5.92 质量份的 DEG 反应得到；中空微球聚合物为 1.83 质量份平均粒径为 40 μ m 的 551DE40d42；多元胺组合物为 26.7 质量份的 B3，其中多元胺组合物的平均分子量为 271。

实施例 7

本实施例提供了一种抛光垫 P7，其制备方法与实施例 1 相同，不同之处在于：异氰酸酯封端的预聚体由 39.01 质量份的 TDI100 以及 55.08 质量份的 PTMEG1000 和 5.92 质量份的 DEG 反应得到；中空微球聚合物为 1.84 质量份平均粒径为 40 μ m 的 551DE40d42；多元胺组合物为 27.35 质量份的 B4，其中多元胺组合物的平均分子量为 278。

实施例 8

本实施例提供了一种抛光垫 P8，其制备方法与实施例 1 相同，不同之处在于：异氰酸酯封端的预聚体由 39.01 质量份的 TDI100 以及 55.08 质量份的 PTMEG1000 和 5.92 质量份的 DEG 反应得到；中空微球聚合物为 1.76 质量份平均粒径为 40 μ m 的 551DE40d42；多元胺组合物为 28.34 质量份的 B5，其中多元胺组合物的平均分子量为 288。

实施例 9

本实施例提供了一种抛光垫 P9，其制备方法与实施例 1 相同，不同之

处在于：异氰酸酯封端的预聚体由 39.01 质量份的 TDI100 以及 55.08 质量份的 PTMEG1000 和 5.92 质量份的 DEG 反应得到；中空微球聚合物为 1.69 质量份平均粒径为 40 μ m 的 551DE40d42；多元胺组合物为 28.98 质量份的 B6，其中多元胺组合物的平均分子量为 294。

5 实施例 10

本实施例提供了一种抛光垫 P10，其制备方法与实施例 1 相同，不同之处在于：异氰酸酯封端的预聚体由 34.55 质量份的 TDI100 和 1.81 质量份的 HMDI 以及 63.64 质量份的 PTMEG650 反应得到；中空微球聚合物为 2.27 质量份平均粒径为 40 μ m 的 551DE40d42；多元胺组合物为 25.68 质量份的
10 B1，其中多元胺组合物的平均分子量为 275。

实施例 11

本实施例提供了一种抛光垫 P11，其制备方法与实施例 1 相同，不同之处在于：异氰酸酯封端的预聚体由 30.68 质量份的 TDI100 和 5.42 质量份的 HMDI 以及 63.9 质量份的 PTMEG650 反应得到；中空微球聚合物为 2.87
15 质量份平均粒径为 40 μ m 的 551DE40d42；多元胺组合物为 23.82 质量份的 B4，其中多元胺组合物的平均分子量为 278。

实施例 12

本实施例提供了一种抛光垫 P12，其制备方法与实施例 1 相同，不同之处在于：异氰酸酯封端的预聚体由 31.99 质量份的 TDI100 和 4.21 质量份的
20 HMDI 以及 63.8 质量份的 PTMEG650 反应得到；中空微球聚合物为 2.65 质量份平均粒径为 40 μ m 的 551DE40d42；多元胺组合物为 23.97 质量份的 B3，其中多元胺组合物的平均分子量为 271。

实施例 13

本实施例提供了一种抛光垫，其制备方法如下：

25 步骤一：取 20.1 质量份的 TDI100 和 8.3 质量份的 HMDI 以及 71.6 质

量份的 PTMEG1000, 加入 4.04 质量份平均粒径为 40 μ m 的中空微球聚合物 551DE40d42, 加入 18.05 质量份的多元胺组合物 B1 在 115 $^{\circ}$ C 下搅拌使其充分反应, 其中多元胺组合物的平均分子量为 275。

步骤二: 将步骤一种的物料在高速剪切下混合, 然后浇铸到圆形磨具
5 中, 形成厚度为 12cm 的浇铸块, 室温静置 10min, 然后置于 100 $^{\circ}$ C 烘箱中
固化 16 小时。固化完成后使其在烘箱中自动降温至室温, 然后切割成厚度
为 80mil 的薄片, 共计 60 片。

步骤三: 沟槽选择使用环状沟槽且中心存在留白 (未刻槽) 区域的沟
槽形状, 刻槽参数为: 沟槽深 30mil, 沟槽宽 20mil, 槽间距 120mil, 中心
10 留白区域半径为 60~70mm, 刻槽后即为抛光层。

步骤四: 中间胶以及背胶层选择使用双面胶带, 使用中间胶将上述抛
光层与缓冲层粘合, 并且在缓冲层另一侧 (未粘合抛光层的面) 粘合背胶
层, 即可得到抛光垫 P13, 其中缓冲层使用聚氨酯浸渍的无纺布材料
(SUBA)。

15 实施例 14

本实施例提供了一种抛光垫 P14, 其制备方法与实施例 1 相同, 不同之
处在于: 异氰酸酯封端的预聚体由 25.68 质量份的 TDI100 和 5.42 质量份的
HMDI 以及 65.3 质量份的 PTMEG1400 和 3.6 质量份 DEG 反应得到; 中空
微球聚合物为 3.16 质量份平均粒径为 40 μ m 的 551DE40d42; 多元胺组合物
20 为 20.94 质量份的 B1, 其中多元胺组合物的平均分子量为 275。

实施例 15

本实施例提供了一种抛光垫 P15, 其制备方法与实施例 1 相同, 不同之
处在于: 异氰酸酯封端的预聚体由 39.01 质量份的 TDI100 和 5.92 质量份的
DEG 以及 55.08 质量份的 PTMEG1000 反应得到; 中空微球聚合物为 1.83
25 质量份平均粒径为 40 μ m 的 551DE40d42; 多元胺组合物为 25.12 质量份的

Di-A 以及 1.79 质量份的 Tri-A, 其中多元胺组合物的平均分子量为 273, 多元胺组合物平均官能度为 2.04。

实施例 16

本实施例提供了一种抛光垫 P16, 其制备方法与实施例 1 相同, 不同之处在于: 异氰酸酯封端的预聚体由 39.01 质量份的 TDI100 和 5.92 质量份的 DEG 以及 55.08 质量份的 PTMEG1000 反应得到; 中空微球聚合物为 1.83 质量份平均粒径为 40 μ m 的 551DE40d42; 多元胺组合物为 24.77 质量份的 Di-A 以及 2.33 质量份的 Tri-A, 其中多元胺组合物的平均分子量为 275, 多元胺组合物平均官能度为 2.06。

10 实施例 17

本实施例提供了一种抛光垫 P17, 其制备方法与实施例 1 相同, 不同之处在于: 异氰酸酯封端的预聚体由 39.01 质量份的 TDI100 和 5.92 质量份的 DEG 以及 55.08 质量份的 PTMEG1000 反应得到; 中空微球聚合物为 1.84 质量份平均粒径为 40 μ m 的 551DE40d42; 多元胺组合物为 25.2 质量份的 Di-A 以及 2.25 质量份的 Tetra-A, 其中多元胺组合物的平均分子量为 279, 多元胺组合物平均官能度为 2.08。

实施例 18

本实施例提供了一种抛光垫 P18, 其制备方法与实施例 1 相同, 不同之处在于: 异氰酸酯封端的预聚体由 32.65 质量份的 TDI100 和 8 质量份的 HMDI 以及 57.25 质量份的 PTMEG650 以及 2.1 质量份的 DEG 反应得到; 中空微球聚合物为 2.00 质量份平均粒径为 40 μ m 的 551DE40d42; 多元胺组合物为 24.51 质量份的 Di-A 以及 2.19 质量份的 Tetra-A, 其中多元胺组合物的平均分子量为 279, 多元胺组合物平均官能度为 2.08。

实施例 19

25 本实施例提供了一种抛光垫 P19, 其制备方法与实施例 1 相同, 不同之

处在于：异氰酸酯封端的预聚体由 32.65 质量份的 TDI100 和 8 质量份的 HMDI 以及 51.84 质量份的 PTMEG1400 以及 7.51 质量份的 DEG 反应得到；中空微球聚合物为 2.00 质量份平均粒径为 40 μ m 的 551DE40d42；多元胺组合物为 23.51 质量份的 Di-A 以及 2.21 质量份的 Tri-A，0.91 质量份的 M-CDEA，其中多元胺组合物的平均分子量为 278，多元胺组合物平均官能度为 2.06。

实施例 20

本实施例提供了一种抛光垫 P20，其制备方法与实施例 1 相同，不同之处在于：异氰酸酯封端的预聚体由 32.65 质量份的 TDI100 和 8 质量份的 HMDI 以及 53.6 质量份的 PTMEG1000 以及 5.76 质量份的 DEG 反应得到；中空微球聚合物为 1.98 质量份平均粒径为 40 μ m 的 551DE40d42；多元胺组合物为 20.6 质量份的 Di-A 以及 1.84 质量份的 Tetra-A，2.73 质量份的 DETDA，其中多元胺组合物的平均分子量为 263，多元胺组合物平均官能度为 2.07。

实施例 21

本实施例提供了一种抛光垫 P21，其制备方法与实施例 1 相同，不同之处在于：异氰酸酯封端的预聚体由 39.01 质量份的 TDI100 以及 55.08 质量份的 PTMEG1000 以及 5.92 质量份的 DEG 反应得到；中空微球聚合物为 2.41 质量份平均粒径为 40 μ m 的 551DE40d42；多元胺组合物为 27.5 质量份的 B1，其中多元胺组合物的平均分子量为 275。

实施例 22

本实施例提供了一种抛光垫 P22，其制备方法与实施例 1 相同，不同之处在于：异氰酸酯封端的预聚体由 32.65 质量份的 TDI100 和 8 质量份的 HMDI 以及 57.25 质量份的 PTMEG650 以及 2.1 质量份的 DEG 反应得到；中空微球聚合物为 2.94 质量份平均粒径为 40 μ m 的 551DE40d42；多元胺组

合物为 26.76 质量份的 B1，其中多元胺组合物的平均分子量为 275。

实施例 23

本实施例提供了一种抛光垫 P23，其制备方法与实施例 1 相同，不同之处在于：异氰酸酯封端的预聚体由 39.01 质量份的 TDI100 以及 55.08 质量份的 PTMEG1000 以及 5.92 质量份的 DEG 反应得到；中空微球聚合物为 4.04 质量份平均粒径为 40 μ m 的 551DE40d42；多元胺组合物为 27.5 质量份的 B1，其中多元胺组合物的平均分子量为 275。

实施例 24

本实施例提供了一种抛光垫 P24，其制备方法与实施例 1 相同，不同之处在于：异氰酸酯封端的预聚体由 39.01 质量份的 TDI100 以及 55.08 质量份的 PTMEG1000 以及 5.92 质量份的 DEG 反应得到；中空微球聚合物为 4.7 质量份平均粒径为 40 μ m 的 551DE40d42；多元胺组合物为 27.35 质量份的 B4，其中多元胺组合物的平均分子量为 278。实施例 25

本实施例提供了一种抛光垫 P25，其制备方法与实施例 1 相同，不同之处在于：异氰酸酯封端的预聚体由 32.65 质量份的 TDI100 和 8 质量份 HMDI 以及 53.6 质量份的 PTMEG1000 以及 5.76 质量份的 DEG 反应得到；中空微球聚合物为 6.06 质量份平均粒径为 40 μ m 的 551DE40d42；多元胺组合物为 25.98 质量份的 B3，其中多元胺组合物的平均分子量为 271。

实施例 26

本实施例提供了一种抛光垫 P26，其制备方法与实施例 1 相同，不同之处在于：异氰酸酯封端的预聚体由 32.65 质量份的 TDI100 和 8 质量份 HMDI 以及 51.84 质量份的 PTMEG1400 以及 7.51 质量份的 DEG 反应得到；中空微球聚合物为 9.08 质量份平均粒径为 40 μ m 的 551DE40d42；多元胺组合物为 26.77 质量份的 B2，其中多元胺组合物的平均分子量为 279。

实施例 27

本实施例提供了一种抛光垫 P27，其制备方法与实施例 13 相同，不同之处在于：原料包含 34.55 质量份的 TDI100 和 3.81 质量份 HMDI 以及 61.64 质量份的 PPG600；中空微球聚合物为 3.3 质量份平均粒径为 20 μ m 的 461DE20d70；多元胺组合物为 26.35 质量份的 B1，其中多元胺组合物的平均分子量为 275。

实施例 28

本实施例提供了一种抛光垫 P28，其制备方法与实施例 1 相同，不同之处在于：异氰酸酯封端的预聚体由 38.5 质量份的 TDI100 和 3 质量份 HMDI 以及 53.4 质量份的 PPG800 以及 5.1 质量份的 DEG 反应得到；中空微球聚合物为 2.6 质量份平均粒径为 20 μ m 的 461DE20d70；多元胺组合物为 27.55 质量份的 B2，其中多元胺组合物的平均分子量为 279。

实施例 29

本实施例提供了一种抛光垫 P29，其制备方法与实施例 1 相同，不同之处在于：异氰酸酯封端的预聚体由 39.01 质量份的 TDI100 以及 55.08 质量份的 PPG1000 以及 5.92 质量份的 DEG 反应得到；中空微球聚合物为 3.16 质量份平均粒径为 20 μ m 的 461DE20d70；多元胺组合物为 26.7 质量份的 B3，其中多元胺组合物的平均分子量为 271。

实施例 30

本实施例提供了一种抛光垫 P30，其制备方法与实施例 1 相同，不同之处在于：异氰酸酯封端的预聚体由 39.01 质量份的 TDI100 以及 55.08 质量份的 PTMEG1000 以及 5.33 质量份的 DEG 以及 0.34 质量份的丙三醇反应得到；中空微球聚合物为 1.74 质量份平均粒径为 40 μ m 的 551DE40d42；多元胺组合物为 27.06 质量份的 B1，其中多元胺组合物的平均分子量为 275，多元胺组合物与多元醇组合物的总平均官能度为 2.04。

实施例 31

本实施例提供了一种抛光垫 P31, 其制备方法与实施例 1 相同, 不同之处在于: 异氰酸酯封端的预聚体由 32.65 质量份的 TDI100 和 8 质量份的 HMDI 以及 56.05 质量份的 PTMEG650 以及 1.89 质量份的 DEG 以及 0.12 质量份的木糖醇反应得到; 中空微球聚合物为 1.64 质量份平均粒径为 40 μ m 的 551DE40d42; 多元胺组合物为 26.68 质量份的 B3, 其中多元胺组合物的平均分子量为 271, 多元胺组合物与多元醇组合物的总平均官能度为 2.03。

实施例 32

本实施例提供了一种抛光垫 P32, 其制备方法与实施例 1 相同, 不同之处在于: 异氰酸酯封端的预聚体由 32.65 质量份的 TDI100 和 8 质量份的 HMDI 以及 56.49 质量份的 PTMEG1400 以及 6.58 质量份的 DEG 以及 0.47 质量份的季戊四醇反应得到; 中空微球聚合物为 2.26 质量份平均粒径为 40 μ m 的 551DE40d42; 多元胺组合物为 26.46 质量份的 B3, 其中多元胺组合物的平均分子量为 271, 多元胺组合物与多元醇组合物的总平均官能度为 2.05。

实施例 33

本实施例提供了一种抛光垫 P33, 其制备方法与实施例 1 相同, 不同之处在于: 异氰酸酯封端的预聚体由 39.01 质量份的 TDI100 以及 55.93 质量份的 PTMEG1000 以及 5.33 质量份的 DEG 以及 0.34 质量份的丙三醇反应得到; 中空微球聚合物为 1.68 质量份平均粒径为 40 μ m 的 551DE40d42; 多元胺组合物为 27.59 质量份的 B4, 其中多元胺组合物的平均分子量为 278, 多元胺组合物与多元醇组合物的总平均官能度为 2.05。

实施例 34

本实施例提供了一种抛光垫 P34, 其制备方法与实施例 1 相同, 不同之处在于: 异氰酸酯封端的预聚体由 32.65 质量份的 TDI100 和 8 质量份的 HMDI 以及 56.05 质量份的 PTMEG1400 以及 6.39 质量份的 DEG 以及 0.65

质量份的木糖醇反应得到；中空微球聚合物为 2.07 质量份平均粒径为 40 μ m 的 551DE40d42；多元胺组合物为 26.78 质量份的 B3，其中多元胺组合物的平均分子量为 271，多元胺组合物与多元醇组合物的总平均官能度为 2.08。

实施例 35

5 本实施例提供了一种抛光垫 P35，其制备方法与实施例 1 相同，不同之处在于：异氰酸酯封端的预聚体由 32.65 质量份的 TDI100 和 8 质量份的 HMDI 以及 56.49 质量份的 PTMEG1400 以及 6.21 质量份的 DEG 以及 0.7 质量份的季戊四醇反应得到；中空微球聚合物为 1.91 质量份平均粒径为 40 μ m 的 551DE40d42；多元胺组合物为 28.53 质量份的 B5，其中多元胺组
10 合物的平均分子量为 288，多元胺组合物与多元醇组合物的总平均官能度为 2.12。

实施例 36

本实施例提供了一种抛光垫 P36，其制备方法与实施例 1 相同，不同之处在于：异氰酸酯封端的预聚体由 39.01 质量份的 TDI100 以及 55.93 质量
15 份的 PTMEG1000 以及 5.03 质量份的 DEG 以及 0.51 质量份的丙三醇反应得到；中空微球聚合物为 1.6 质量份平均粒径为 40 μ m 的 551DE40d42；多元胺组合物为 27.82 质量份的 B4，其中多元胺组合物的平均分子量为 278，多元胺组合物与多元醇组合物的总平均官能度为 2.06。

实施例 37

20 本实施例提供了一种抛光垫 P37，其制备方法与实施例 1 相同，不同之处在于：异氰酸酯封端的预聚体由 32.65 质量份的 TDI100 和 8 质量份的 HMDI 以及 48.54 质量份的 PTMEG3000 以及 9.19 质量份的 DEG 以及 0.93 质量份的甘露醇反应得到；中空微球聚合物为 1.82 质量份平均粒径为 40 μ m 的 551DE40d42；多元胺组合物为 26.75 质量份的 B2，其中多元胺组合物的
25 平均分子量为 279，多元胺组合物与多元醇组合物的总平均官能度为 2.14。

对比例 1

本对比例提供了一种抛光垫，其制备方法如下：

步骤一：取 39.01 质量份的 TDI100 和 55.08 质量份的 PTMEG1000 以及 5.92 质量份的 DEG 进行反应得到异氰酸酯封端的预聚体，加热至
5 25~65℃，真空（-0.095MPa）下脱气 2h，以便将预聚体中的气体和小分子化合物除去；然后加入 1.82 质量份平均粒径为 40μm 的中空微球聚合物 551DE40d42，搅拌下使得中空微球聚合物均匀的分散在预聚体中，真空（-0.095MPa）下再次脱气 2h，待用。

步骤二：将 26.3 质量份的多元胺组合物 MOCA 升温至 115℃，待用，
10 平均官能度为 2.0。

步骤三：将预聚体与多元胺组合物在高速剪切下混合，然后浇铸到圆形磨具中，形成厚度为 12cm 的浇铸块，室温静置 10min，然后置于 100℃烘箱中固化 16 小时。固化完成后使其在烘箱中自动降温至室温，然后切割成厚度为 80mil 的薄片，共计 60 片。

15 步骤四：沟槽选择使用环状沟槽且中心存在留白（未刻槽）区域的沟槽形状，刻槽参数为：沟槽深 30mil，沟槽宽 20mil，槽间距 120mil，中心留白区域半径为 60~70mm，刻槽后即为抛光层。

步骤五：中间胶以及背胶层选择使用双面胶带，使用中间胶将上述抛光层与缓冲层粘合，并且在缓冲层另一侧（未粘合抛光层的面）粘合背胶层，即可得到抛光垫 PD1，其中缓冲层使用聚氨酯浸渍的无纺布材料
20 （SUBA）。

对比例 2

本对比例提供了一种抛光垫 PD2，其制备方法与对比例 1 相同，不同之处在于：异氰酸酯封端的预聚体由 39.01 质量份的 TDI100 以及 55.08 质量份的 PTMEG1000 以及 5.92 质量份的 DEG 反应得到；中空微球聚合物为
25

2.17 质量份平均粒径为 40 μ m 的 551DE40d42; 多元胺组合物为 37.34 质量份的 M-CDEA, 平均官能度为 2.0。

对比例 3

本对比例提供了一种抛光垫 PD3, 其制备方法与对比例 1 相同, 不同
5 之处在于: 异氰酸酯封端的预聚体由 39.01 质量份的 TDI100 以及 55.08 质量份的 PTMEG1000 以及 5.92 质量份的 DEG 反应得到; 中空微球聚合物为 2.22 质量份平均粒径为 40 μ m 的 551DE40d42; 多元胺组合物为 17.55 质量份的 DETDA, 平均官能度为 2.0。

对比例 4

10 本对比例提供了一种抛光垫 PD4, 其制备方法与对比例 1 相同, 不同之处在于: 异氰酸酯封端的预聚体由 39.01 质量份的 TDI100 以及 55.08 质量份的 PTMEG1000 以及 5.92 质量份的 DEG 反应得到; 中空微球聚合物为 1.56 质量份平均粒径为 40 μ m 的 551DE40d42; 多元胺组合物为 32.35 质量份的 B8, 其中多元胺组合物的平均分子量为 329。

15 对比例 5

本对比例提供了一种抛光垫 PD5, 其制备方法与对比例 1 相同, 不同
之处在于: 异氰酸酯封端的预聚体由 39.01 质量份的 TDI100 以及 55.08 质量份的 PTMEG1000 以及 5.92 质量份的 DEG 反应得到; 中空微球聚合物为 1.62 质量份平均粒径为 40 μ m 的 551DE40d42; 多元胺组合物为 30.45 质量
20 份的 B7, 其中多元胺组合物的平均分子量为 309。

对比例 6

本对比例提供了一种抛光垫 PD6, 其制备方法与对比例 1 相同, 不同
之处在于: 异氰酸酯封端的预聚体由 39.01 质量份的 TDI100 以及 55.08 质量份的 PTMEG1000 以及 5.92 质量份的 DEG 反应得到; 中空微球聚合物为
25 2.44 质量份平均粒径为 40 μ m 的 551DE40d42; 多元胺组合物为 23.46 质量

份的 MOCA 以及 5.92 质量份的 D2000, 其中多元胺组合物的平均分子量为 619, 平均官能度为 2.0。

对比例 7

本对比例提供了一种抛光垫 PD7, 其制备方法与对比例 1 相同, 不同之处在于: 异氰酸酯封端的预聚体由 39.01 质量份的 TDI100 以及 55.08 质量份的 PTMEG1000 以及 5.92 质量份的 DEG 反应得到; 中空微球聚合物为 2.64 质量份平均粒径为 40 μ m 的 551DE40d42; 多元胺组合物为 23.46 质量份的 MOCA 以及 4 质量份的 D2000 以及 1 质量份的 T5000, 其中多元胺组合物的平均分子量为 677, 平均官能度为 2.03。

10 对比例 8

本对比例提供了一种抛光垫 PD8, 其制备方法与对比例 1 相同, 不同之处在于: 异氰酸酯封端的预聚体由 32.65 质量份的 TDI100 和 8 质量份的 HMDI 以及 56.05 质量份的 PTMEG1000 以及 4.13 质量份的 DEG 和 1.94 质量份的木糖醇反应得到; 中空微球聚合物为 1.86 质量份平均粒径为 40 μ m 的 551DE40d42; 多元胺组合物为 26 质量份的 B3, 其中多元胺组合物的平均分子量为 271, 多元胺组合物与多元醇组合物的总平均官能度为 2.21。

对比例 9

本对比例提供了一种抛光垫 PD9, 其制备方法与对比例 1 相同, 不同之处在于: 异氰酸酯封端的预聚体由 32.65 质量份的 TDI100 和 8 质量份的 HMDI 以及 28.03 质量份的 PTMEG1000 与 28.03 质量份的 PTMEG650 以及 1.88 质量份的 DEG 和 3.22 质量份的甘露醇反应得到; 中空微球聚合物为 0.2 质量份平均粒径为 40 μ m 的 551DE40d42; 多元胺组合物为 29.99 质量份的 B7, 其中多元胺组合物的平均分子量为 309, 多元胺组合物与多元醇组合物的总平均官能度为 2.49。

25 对于实施例 1~37 以及对比例 1~9 抛光垫的物性指标及性能参数见表 1:

表 1

抛光层	抛光层物性参数				抛光垫	抛光垫去除速率 (Å / m in)					抛光垫寿命 (h)	NU (%)	defect
	NC O (%)	密度 (g/cm ³)	硬度 (D)	游离氯离子含量 (ppm)		0h	5hrs	10hrs	15hrs	20hrs			
实施例1	9.50	0.81	63.1	92	P1	7900	7868	7835	7801	7770	42.5	6.71	○○
实施例2	9.25	0.79	60.5	94	P2	7644	7610	7578	7546	7515	42.4	6.60	○○
实施例3	9.25	0.80	61.3	209	P3	7722	7694	7665	7636	7607	40.9	6.66	○○
实施例4	9.25	0.79	60.3	65	P4	7616	7580	7544	7508	7470	43.4	6.58	○○
实施例5	9.50	0.81	63.4	214	P5	7934	7905	7877	7850	7823	40.8	6.81	○○
实施例6	9.50	0.81	62.8	61	P6	7874	7838	7801	7764	7728	43.1	6.68	○○
实施例7	9.50	0.81	63.3	186	P7	7919	7889	7859	7830	7799	41.8	6.77	○○
实施例8	9.50	0.82	64.4	374	P8	8029	8003	7977	7951	7927	39.4	6.85	○○
实施例9	9.50	0.83	65.1	482	P9	8104	8083	8061	8039	8016	37.5	6.88	○○
实施例10	9.02	0.76	57.7	91	P10	7634	7602	7569	7535	7504	42.4	6.55	○○
实施例11	8.28	0.70	50.2	198	P11	7485	7453	7423	7393	7363	41.7	6.48	○○
实施例12	8.53	0.72	52.4	67	P12	7528	7491	7454	7417	7379	43.3	6.51	○○
实施例13	6.34	0.60	32.8	99	P13	7136	7105	7073	7041	7008	42.5	6.44	○○
实施例14	7.35	0.67	42.7	98	P14	7333	7300	7268	7237	7206	42.7	6.47	○○
实施例15	9.50	0.81	62.9	84	P15	7884	7848	7812	7776	7741	42.8	6.68	○○
实施例16	9.50	0.81	63.1	168	P16	7904	7873	7841	7809	7777	42.3	6.71	○○
实施例17	9.50	0.81	63.3	354	P17	7919	7888	7857	7824	7794	42.7	6.72	○○
实施例18	9.25	0.79	60.7	357	P18	7659	7627	7596	7565	7535	42.7	6.66	○○
实施例19	9.25	0.79	60.6	847	P19	7647	7615	7581	7549	7516	42.3	6.65	○○
实施例20	9.25	0.79	60.7	514	P20	7656	7625	7594	7563	7531	42.9	6.66	○○
实施例21	9.50	0.75	60.4	90	P21	7623	7590	7557	7526	7494	42.6	6.56	○○
实施例22	9.25	0.70	56.5	95	P22	7545	7513	7480	7448	7416	42.3	6.48	○○
实施例23	9.50	0.62	54.6	91	P23	7507	7474	7442	7410	7377	42.0	6.45	○○
实施例24	9.50	0.58	52.9	186	P24	7474	7442	7412	7380	7351	41.4	6.43	○○
实施例25	9.25	0.51	47.7	68	P25	7368	7332	7295	7259	7222	43.1	6.41	○○
实施例26	9.25	0.41	43.8	201	P26	7290	7262	7233	7202	7175	40.7	6.39	○○
实施例27	9.25	0.80	61.0	91	P27	7636	7602	7570	7537	7505	42.1	6.66	○○
实施例28	9.52	0.85	65.3	201	P28	7722	7693	7663	7634	7604	40.4	6.74	○
实施例29	9.50	0.81	62.8	65	P29	7672	7635	7598	7562	7523	43.2	6.78	○○
实施例30	9.53	0.82	64.1	99	P30	8005	7972	7940	7909	7878	45.1	6.83	○○
实施例31	9.62	0.83	64.8	64	P31	8073	8037	7999	7963	7927	46.1	6.85	○
实施例32	9.04	0.77	58.5	66	P32	7439	7403	7367	7332	7295	45.8	6.50	○○
实施例33	9.53	0.83	64.9	188	P33	8077	8045	8015	7984	7955	44.7	6.85	○
实施例34	9.19	0.79	60.7	61	P34	7657	7621	7586	7550	7514	45.6	6.61	○○
实施例35	9.19	0.81	63.1	371	P35	7899	7875	7849	7825	7800	45.4	6.69	○○
实施例36	9.62	0.84	66.0	182	P36	8191	8162	8133	8105	8074	44.7	6.89	○
实施例37	9.31	0.81	63.5	211	P37	7945	7917	7890	7863	7837	43.9	6.79	○
对比例1	9.50	0.81	62.2	58	PD 1	7004	6955	6905	6856	6805	39.2	9.14	×
对比例2	9.50	0.79	60.3	932	PD 2	6787	6735	6681	6627	6574	39.4	9.21	×
对比例3	9.50	0.75	56.5	114	PD 3	6697	6644	6590	6536	6482	38.1	9.35	×
对比例4	9.50	0.85	66.9	967	PD 4	7884	7868	7850	7832	7814	35.1	9.61	×
对比例5	9.50	0.84	65.9	871	PD 5	7779	7759	7739	7718	7697	36.4	9.51	×
对比例6	9.50	0.75	56.5	104	PD 6	6871	6821	6771	6721	6670	39.1	10.48	×
对比例7	9.50	0.73	54.6	115	PD 7	6964	6913	6861	6808	6757	39.4	10.44	×
对比例8	9.01	0.81	61.7	71	PD 8	7234	7184	7134	7083	7033	38.5	12.71	×
对比例9	9.19	1.06	78.2	877	PD 9	7651	7634	7615	7594	7576	37.4	12.25	×

包含多元胺组合物的实施例，抛光垫去除速率较高，且抛光去除速率
5 随着时间衰减较少，NU 值较低，几乎没有 defect 或有极少量 defect，寿命较对比例而言具有明显的提升。

需要说明的是，根据上述说明书的解释和阐述，本发明所属领域的技
术人员还可以对上述实施方式进行变更和修改。因此，本发明并不局限于
上面揭示和描述的具体实施方式，对本发明的一些等同修改和变更也应当
10 在本发明的权利要求保护范围之内。此外尽管本说明书使用了一写特定的

术语，但是这些术语只是为了方便说明，并不对发明构成任何限制。

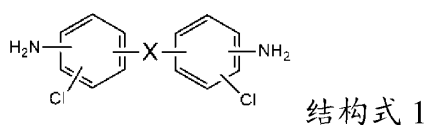
权利要求书

1、一种抛光垫，包含抛光层，所述抛光层包含聚氨酯基材，所述聚氨酯基材包含多官能异氰酸酯、多元醇组合物以及多元胺组合物经反应得到，所述多元胺组合物包含一种和/或多种二元胺和/或三元胺和/或三元以上的多元胺，所述多元胺组合物的平均分子量介于 200~400 之间，所述多元胺组合物的平均官能度大于 2 且不高于 2.20，所述多元胺组合物中二元胺与三元胺分别占多元胺组合物总量的比例介于 77%~96%: 3%~12% 之间。

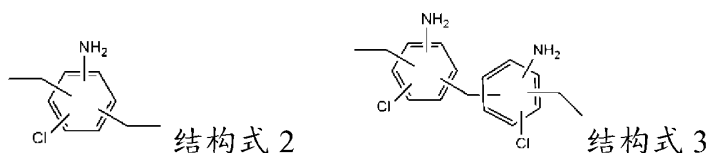
2、一种抛光垫，包含抛光层，所述抛光层包含聚氨酯基材，所述聚氨酯基材包含多官能异氰酸酯、多元醇组合物以及多元胺组合物经反应得到，所述多元胺组合物包含一种和/或多种二元胺和/或三元胺和/或三元以上的多元胺，所述多元胺组合物的平均分子量介于 200~400 之间，所述多元胺组合物的平均官能度大于 2 且不高于 2.20，所述多元胺组合物中二元胺与四元胺分别占多元胺组合物总量的比例介于 77%~96%: 0.1%~10% 之间。

3、根据权利要求 1 所述的抛光垫，所述三元以上的多元胺包含四元胺，所述四元胺占多元胺组合物总量的比例介于 0.1%~10% 之间。

4、根据权利要求 1~3 中任意一项所述的抛光垫，所述二元胺和/或三元胺和/或三元以上的多元胺包含如结构式 1 所示的化合物：



其中，结构式 1 中 X 表示包含碳原子或表示包含结构式 2 或结构式 3 所示的结构片段中的一种或多种组合。



5、根据权利要求 1~3 中任意一项所述的抛光垫，所述多元胺组合物中

含有游离氯离子，所述游离氯离子的含量小于 900ppm。

6、根据权利要求 1~3 中任意一项所述的抛光垫，所述多元醇组合物与多元胺组合物的总平均官能度不高于 2.2。

7、根据权利要求 6 所述的抛光垫，所述多官能异氰酸酯包括芳香族异
5 氰酸酯或脂肪族异氰酸酯中的一种或多种组合；所述芳香族异氰酸酯包含
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、对苯二亚甲基二异氰酸酯、间苯
10 二亚甲基二异氰酸酯中的一种或多种组合；所述脂肪族异氰酸酯包含亚乙
基二异氰酸酯、2,2,4-三甲基六亚甲基二异氰酸酯、1,6-六亚甲基二异氰酸
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中的一种或多种组合。

8、根据权利要求 6 所述的抛光垫，所述多元醇组合物包含聚四亚甲基
醚二醇、聚乙二醇、聚丙二醇、乙二醇、1,3-丁二醇、1,4-丁二醇、二甘醇、
15 新戊二醇、2-甲基-1,3-丙二醇、己二醇、3-甲基-1,5-戊二醇、1,4-环己烷二
甲醇中的一种或多种组合。

9、根据权利要求 1~3 中任意一项所述的抛光垫，所述抛光层的密度介
于 $0.4\sim 1.1\text{g/cm}^3$ 之间，邵氏硬度介于 15~85D 之间。

10、根据权利要求 1~3 中任意一项所述的抛光垫，所述抛光垫包括有
20 缓冲层，粘胶层以及背胶层，所述抛光垫从上到下以此设置为：抛光层，
粘胶层，缓冲层以及背胶层，所述粘胶层用于抛光层与缓冲层的粘合，所
述背胶层用于抛光垫与抛光机台的粘合，所述背胶层还包含有离型纸或离
型膜。

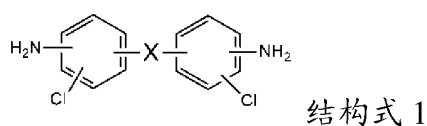
11、一种多元胺组合物，包括一种和/或多种二元胺和/或三元胺和/或三
25 元以上的多元胺，所述多元胺组合物的平均分子量介于 200~400 之间，所

述多元胺组合物的平均官能度大于 2 且不高于 2.20, 所述多元胺组合物中二元胺与三元胺分别占多元胺组合物总量的比例介于 77%~96%: 3%~12% 之间。

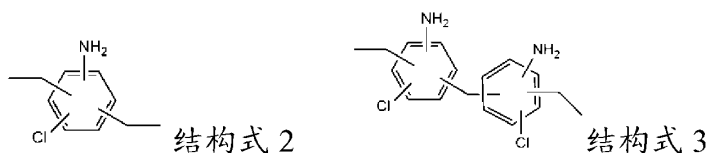
12、一种多元胺组合物, 包括一种和/或多种二元胺和/或三元胺和/或三元以上的多元胺, 所述多元胺组合物的平均分子量介于 200~400 之间, 所述多元胺组合物的平均官能度大于 2 且不高于 2.20, 所述多元胺组合物中二元胺与四元胺分别占多元胺组合物总量的比例介于 77%~96%: 0.1%~10% 之间。

13、根据权利要求 11 所述的多元胺组合物, 所述三元胺以上的多元胺包括四元胺, 所述四元胺占多元胺组合物总量的比例介于 0.1%~10% 之间。

14、根据权利要求 11~13 中任意一项所述的多元胺组合物, 所述二元胺和/或三元胺和/或三元以上的多元胺包含结构式 1 所示的化合物:



其中, 结构式 1 中 X 表示包含碳原子或表示包含结构式 2 或结构式 3 所示的结构片段中的一种或多种组合。



15、根据权利要求 11~13 中任意一项所述的多元胺组合物, 所述多元胺组合物包括游离氯离子, 所述游离氯离子的含量小于 900ppm。

16、一种抛光层, 使用如权利要求 11~13 中任意一项所述的多元胺组合物与多官能异氰酸酯和多元醇组合物经反应得到。

17、一种抛光垫, 包含抛光层, 所述抛光层包含聚氨酯基材, 所述聚氨酯基材包含多官能异氰酸酯、多元醇组合物以及多元胺组合物经反应得

到，所述多元胺组合物通过下述条件下进行液相色谱分析获得的液相色谱图中，保留时间 7.0~7.8min 的峰面积与保留时间为 10~11min 的峰面积的比值介于 5~30 之间：

液相色谱分析条件：

- 5 测量样品：取多元胺组合物 0.0204g 加入甲醇总质量为 20.0026 g，取上述溶液 0.2ml 加甲醇至 2ml 混合成 100ppm 的溶液，取上述 100ppm 的溶液 0.2ml 加甲醇至 2ml 混合成 10ppm 溶液；

色谱柱：由 Aglient 制造的 ZORBAX Eclipse XDB-C18 ， 4.6*250mm，5-Micron；

- 10 色谱柱温度： 40℃；

流动相： A:0.1%甲酸水溶液 : B:甲醇=20 : 80；

流动速率： 0.5ml/min；

检测器：紫外检测器，波长 254nm；

注入样品量： 10μl。

- 15 18、一种抛光垫，包含抛光层，所述抛光层包含聚氨酯基材，所述聚氨酯基材包含多官能异氰酸酯、多元醇组合物以及多元胺组合物经反应得到，所述多元胺组合物通过下述条件下进行液相色谱分析获得的液相色谱图中，保留时间为 7.0~7.8min 的峰面积与保留时间为 14.2~16min 的峰面积的比值介于 10~400 之间：

- 20 液相色谱分析条件：

测量样品：取多元胺组合物 0.0204g 加入甲醇总质量为 20.0026 g，取上述溶液 0.2ml 加甲醇至 2ml 混合成 100ppm 的溶液，取上述 100ppm 的溶液 0.2ml 加甲醇至 2ml 混合成 10ppm 溶液；

- 25 色谱柱：由 Aglient 制造的 ZORBAX Eclipse XDB-C18 ， 4.6*250mm，5-Micron；

色谱柱温度: 40℃;

流动相: A:0.1%甲酸水溶液 : B:甲醇=20 : 80;

流动速率: 0.5ml/min;

检测器: 紫外检测器, 波长 254nm;

5 注入样品量: 10 μ l。

19、一种抛光垫, 包含抛光层, 所述抛光层包含聚氨酯基材, 所述聚氨酯基材包含多官能异氰酸酯、多元醇组合物以及多元胺组合物经反应得到, 所述多元胺组合物通过下述条件下进行液相色谱分析获得的液相色谱图中, 保留时间 7.0~7.8min 的峰面积与保留时间为 10~11min 的峰面积与保留时间为 14.2~16min 的峰面积的比介于: 360~450: 15~45: 1~40 之间;

液相色谱分析条件:

测量样品: 取多元胺组合物 0.0204g 加入甲醇总质量为 20.0026 g, 取上述溶液 0.2ml 加甲醇至 2ml 混合成 100ppm 的溶液, 取上述 100ppm 的溶液 0.2ml

15 甲醇至 2ml 混合成 10ppm 溶液;

色谱柱: 由 Aglient 制造的 ZORBAX Eclipse XDB-C18 , 4.6*250mm, 5-Micron;

色谱柱温度: 40℃;

流动相: A:0.1%甲酸水溶液 : B:甲醇=20 : 80;

20 流动速率: 0.5ml/min;

检测器: 紫外检测器, 波长 254nm;

注入样品量: 10 μ l。

25