[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.

C08G 18/10 (2006.01)

C08J 9/02 (2006.01)



[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 01811078.9

[45] 授权公告日 2006年7月12日

[11] 授权公告号 CN 1263781C

[22] 申请日 2001.6.7 [21] 申请号 01811078.9

[30] 优先权

[32] 2000. 6.13 [33] JP [31] 176732/00

[86] 国际申请 PCT/JP2001/004831 2001.6.7

[87] 国际公布 WO2001/096434 日 2001.12.20

[85] 进入国家阶段日期 2002.12.13

[71] 专利权人 东洋橡膠工业株式会社

地址 日本国大阪府

[72] 发明人 濑柳博 井上薫 小川一幸 增井敬志 小野浩一

审查员 贺 勇

[74] 专利代理机构 中科专利商标代理有限责任公司 代理人 程金山

权利要求书1页 说明书13页

[54] 发明名称

生产聚氨酯泡沫塑料的方法,聚氨酯泡沫塑料,和磨光片

[57] 摘要

一种通过混合包含异氰酸酯化合物的第一成分和包含含活泼氢基团的化合物的第二成分生产细孔聚氨酯泡沫塑料的方法,其特征在于包含基于第一成分和第二成分的总量,以 0.1-5 重量%的量,不包括 5 重量%,向所述第一成分和第二成分的至少一种中加入不含羟基的非离子硅氧烷表面活性剂,随后搅拌所述包含表面活性剂的成分和惰性气体以将所述惰性气体分散成微细气泡,来制备气泡分散体,然后混合所述气泡分散体与剩余成分,固化得到的混合物。 因此,不使用化学反应发泡剂如水、可汽化膨胀发泡剂如碳氟化合物、或其它物质如细粒中空泡沫或溶于溶剂的物质,可生产具有均匀细孔和比具有相同密度的聚氨酯泡沫塑料更高硬度的聚氨酯泡沫塑料。

1. 一种通过混合包含异氰酸酯化合物的第一成分和包含含活泼氢基团 6 的化合物的第二成分来生产细孔聚氨酯泡沫塑料的方法,

其特征在于包含基于所述第一成分和所述第二成分的总量,以0.1-5重量%的量,不包括5重量%,向所述第一成分和所述第二成分的至少一种中加入不含羟基的非离子硅氧烷表面活性剂,随后将所述包含表面活性剂的成分与惰性气体一起搅拌,所述惰性气体是包含对异氰酸酯基团或活泼氢基团无反应性的气体,以将所述惰性气体分散成微细气泡,来制备气泡分散体,然后将所述气泡分散体与剩余成分混合,以固化得到的混合物,并由所述气泡分散体的微细气泡形成泡沫的细孔。

- 2. 依照权利要求1的生产细孔聚氨酯泡沫塑料的方法,进一步包含将所述气泡分散体穿过筛眼。
- 15 3. 依照权利要求1或2的生产细孔聚氨酯泡沫塑料的方法,其中所述第一成分是异氰酸酯预聚物,并且将所述表面活性剂加入到所述异氰酸酯预聚物中。
 - 4. 依照权利要求3的生产细孔聚氨酯泡沫塑料的方法,其中所述异氰酸酯预聚物包含源自脂族异氰酸酯化合物的异氰酸酯基团。
- 20 5. 依照权利要求1的生产细孔聚氨酯泡沫塑料的方法,所述细孔聚氨酯泡沫塑料用于磨光片。
 - 6. 一种用于磨光片的细孔聚氨酯泡沫塑料,其用依照权利要求1-4任一项的方法获得,其中细孔的平均直径不超过50微米,泡沫的密度约为0.6-0.95 g/m³,并且该泡沫的ASKER D的硬度为50-56。
- 25 7. 一种磨光片, 其包含依照权利要求6的细孔聚氨酯泡沫塑料。
 - 8. 依照权利要求7的磨光片,其中在细孔聚氨酯泡沫塑料的表面上制备有凹槽。

生产聚氨酯泡沫塑料的方法,聚氨酯泡沫塑料,和磨光片

5

10

15

技术领域

本发明涉及一种生产具有均匀细孔的聚氨酯泡沫塑料的方法。用本发明方法获得的聚氨酯泡沫塑料可适当地用作适于生产半导体、电子基质、光学基质等的树脂、玻璃、透镜、水晶,和硅的磨光材料。具体地,本发明的聚氨酯泡沫塑料,如果需要可被切割,适于用作CMP的磨光片。

背景技术

关于生产聚氨酯泡沫塑料的技术,一种方法是为了起泡和分散,将具有低沸点的有机溶剂例如碳氟化合物和氯甲烷加入到成分组合物中,然后通过聚合加热汽化来起泡。一种方法是为了起泡和分散,将水加入到成分组合物中,然后用由异氰酸酯基团和水反应产生的二氧化碳气体起泡,这两种方法是众所周知的。在由这些方法获得的泡沫中,泡沫孔的直径(孔直径)平均具有100μm的最小值,难以获得具有更细并且更均匀孔的泡沫。

下列方法是已知生产具有细孔的聚氨酯泡沫塑料的方法。

- 20 (1) 一种方法是在将溶解在溶剂中的细粒分散到聚氨酯聚合物中并模压成预定的形状后,将模制体浸入溶解细粒而不溶解聚氨酯聚合物的溶剂中,通过溶解去除细粒,以获得多孔聚氨酯树脂,即聚氨酯泡沫塑料。
 - (2) 一种方法是在形成聚氨酯的成分组合物中分散细中空泡沫材料。
- 25 然而,在使用上述方法(1)的情况下,由于需要大量的溶剂,对溶液的处理是必需的,从而容易导致高的成本,所述溶液包含形成细粒的物质。而且,仅可获得开孔泡沫,所获得的泡沫不能用于需要刚性的应用,其应用受到限制。此外,还存在一个问题,即还需要溶解过程和溶剂的干燥过程,并且为了制备非常厚的模制体,需要很长的时间。
- 30 另一方面,在方法(2)中,由于基于密度的差异,在形成聚氨酯的

10

15

30

溶液中,细中空泡沫具有被浮起的明显的趋势,从而难以产生均匀泡沫。 此外,细中空泡沫是相当昂贵的,并且由于细中空泡沫的原材料保留在泡 沫中,可能在切割泡沫的情况下,存在可能导致破坏切割边的问题。并且 中空细粒极易被分散,用于工作环境维护的设备需要极高的费用。

附带地,聚氨酯泡沫塑料被用作生产适于半导体等的硅、和生产电子基质的磨光片。在磨光片中,基于形成电路的更高的密度,需要高精度的磨光性能。依据在磨光过程中使用的磨光淤浆中包含的颗粒类型和颗粒大小,磨光片(聚氨酯泡沫塑料)的硬度等需要与那些特性相匹配。例如,铈土衍生的淤浆具有比硅石衍生的淤浆更大的颗粒尺寸,并且当将铈土衍生的淤浆用作磨光淤浆时,需要比硅石衍生的淤浆更高的硬度。

本发明的一个主题是提供一种生产聚氨酯泡沫塑料的方法,所述聚氨酯泡沫塑料具有均匀细孔和比具有相同的密度的聚氨酯泡沫塑料更高的硬度,所述聚氨酯泡沫塑料可不用化学反应发泡剂例如水、可汽化可膨胀发泡剂例如碳氟化合物,或其它物质例如细粒中空泡沫或溶于溶剂的物质来生产。

而且,本发明的另一个主题是提供一种磨光片,通过使用用上述方法 获得的聚氨酯泡沫塑料,其适应于磨光淤浆。

发明内容

本发明人发现,可如下获得具有均匀细孔结构和比其它具有相同密度的泡沫更高硬度的聚氨酯泡沫塑料,即将预定量的表面活性剂加入到生产聚氨酯的任一种液体原料中,包含异氰酸酯化合物(聚异氰酸酯化合物)的第一成分,或包含含活泼氢基团的化合物(所谓的多元醇化合物,增链剂)的第二成分,并在惰性气体存在条件下,剧烈搅拌该液体和惰性气体以制备包含微细气泡的气泡分散体,随后通过与另一种反应成分混合聚合该液体。如此完成本发明。

本发明涉及一种通过混合包含异氰酸酯化合物的第一成分和包含含活泼氢基团的化合物的第二成分来生产细孔聚氨酯泡沫塑料的方法,所述方法特征在于包含将不含羟基的非离子硅氧烷表面活性剂以基于第一成分和第二成分的总量的0.1-5重量%,不包括5重量%的量加入到第一成分和第二

10

15

20

25

成分的至少一种成分中,随后将包含表面活性剂的成分与惰性气体一起搅拌,以将惰性气体分散成微细气泡,以制备气泡分散体,然后将气泡分散体与残余成分混合以固化获得的混合物。

上述提及的表面活性剂是不含羟基的非离子硅氧烷表面活性剂。通过使用这种类型的表面活性剂,不减弱聚氨酯的物理性能可稳定地获得具有微细并且均匀孔的聚氨酯泡沫塑料。

相对于原料成分即第一成分和第二成分的总量,优选加入的上述提及的表面活性剂的量为0.1-5重量%,不包括5重量%。如果少于0.1重量%,不能获得具有细孔的泡沫。由于这个原因,优选表面活性剂的量不少于1重量%。另一方面,在表面活性剂的量不少于5重量%的情况下,由于在细孔聚氨酯泡沫塑料中孔的数量过度地增加,难以获得具有更高硬度的聚氨酯泡沫塑料。由于这个原因,优选加入的表面活性剂的量少于4重量%。

"惰性气体"是在常温下,仅由包含对异氰酸酯基团或活性氢基团无反应性的气态成分组成的气体。此外,气体可被确定地加入到液体中,并且通过搅拌才自动分配到液体中。而且,优选细孔具有不超过50微米、更优选不超过40微米的平均直径。依照本发明的方法,可产生具有大约10微米平均直径的细孔。通过选择并调整合适的条件,例如使用的表面活性剂的类型和加入的数量、搅拌条件和使用物质的粘度可确定并控制孔的直径。优选获得的泡沫的密度约为0.6-0.95,和优选该泡沫(ASKER D)的硬度为30-60。具体地,作为磨光泡沫,优选硬度为50-56。

尽管搅拌时间随着使用的搅拌器的性能和形成聚氨酯泡沫塑料的反应 原料溶液的粘度等而变化,但为了制备稳定的气泡分散体,搅拌时间至少 为30秒钟,优选约1-2分钟。并且只要保证流动性,可进行搅拌。搅拌时间 需要长于生产普通聚氨酯泡沫塑料的时间。基于生产条件,例如加入表面 活性剂的类型、加入的数量和搅拌时间,可调整孔的直径。

在上述提及的本发明细孔聚氨酯泡沫塑料的生产方法中,优选进一步 包含将气泡分散体穿过筛眼。可将一个成分即气泡分散体穿过筛眼,或在 混合其它成分后穿过筛眼。

通过穿过筛眼,破裂并分散在搅拌过程中形成的较大的气泡,并且可 30 能获得具有更高均匀性的孔的细孔聚氨酯泡沫塑料。

10

15

25

在本发明中,上述提及的第一成分是异氰酸酯预聚物,并且为了获得 具有杰出物理性能和微细并且均匀孔的聚氨酯泡沫塑料,尤其优选将上述 提及的表面活性剂加入到上述提及的异氰酸酯预聚物中。优选具有约800-5000分子量的异氰酸酯预聚物在加工性能和物理性能等方面是杰出的。

在将表面活性剂加入到含异氰酸酯基团的异氰酸酯预聚物中,并混合,与作为微细气泡的惰性气体一起搅拌以制备气泡分散体,然后通过加入作为固化剂的含活性氢的化合物固化气泡分散体的方法中,异氰酸酯预聚物的异氰酸酯基团优选为包含源自脂族异氰酸酯化合物的异氰酸酯基团的化合物。

与源自芳族异氰酸酯化合物的异氰酸酯基团相比,源自脂族异氰酸酯 化合物的异氰酸酯基团具有更低的反应性。因此,在异氰酸酯化合物与活性氢化合物混合后,反应液固化并且不流动需要长的时间。由于这个原因,存在一个优点,即对于将液体注入到适于模塑的预定塑模中的方法,和对于将气泡分散体穿过筛眼的方法而言,保证了分散所需的时段。源自芳族聚异氰酸酯化合物的异氰酸酯基团可以共存于这个异氰酸酯预聚物中。

而且,将脂族异氰酸酯化合物定义为异氰酸酯基团不直接连到芳香环 上的异氰酸酯化合物,和定义为无论该异氰酸酯化合物是否具有芳香环的 物质。

本发明涉及用上述方法获得聚氨酯泡沫塑料,还涉及使用该聚氨酯泡 20 沫塑料的磨光片。磨光片的特征在于具有凹槽,所述凹槽的功能在于将来 自被磨光的表面和磨光片之间接触表面的磨光碎屑和磨光剂排除到外部, 在磨光片表面上制备所述凹槽。可用将反应成分注入金属模塑中的方法生 产磨光片,所述金属模塑安装有与用聚氨酯泡沫塑料制造的磨光片的厚度 相同的模槽,或生产的厚块形状的泡沫可被切割成具有预定厚度的形状。

磨光片的厚度是0.8mm-2.0mm,通常使用约1.2mm厚的磨光片。

尽管不特别限制凹槽的形状,可例举的横断面有长方形,三角形,U 字形,半圆形等,并且优选凹槽具有允许通过细粒的横断面。在磨光片表面,凹槽排列成同心圆或网格等形状。凹槽的深度取决于磨光片的厚度等,大约为0.4-0.8mm。

30 由于本发明的磨光片具有微细和均匀的微孔,并且与相同密度的聚氨

酯泡沫塑料相比具有更高的硬度,当具有相对更大的粒子尺寸的铈土衍生的淤浆被用作磨光淤浆时,所述磨光片是尤其有用的。

具体实施方式

5 在聚氨酯领域众所周知的聚异氰酸酯化合物可没有任何限制的被用作适于本发明使用的异氰酸酯化合物。由于赋予获得的细孔聚氨酯泡沫塑料杰出的物理性能,优选使用二异氰酸酯化合物和它们的衍生物,特别是异氰酸酯预聚物。关于聚氨酯的生产方法,预聚物方法和一步法是众所周知的,并且在本发明中可使用这些方法的任何一种。在本发明中,作为可使10 用的有机二异氰酸酯,具体列举了下列化合物。

芳族二异氰酸酯化合物

- 一4,4'-二苯甲烷二异氰酸酯,2,4'-二苯甲烷二异氰酸酯,2,4-甲苯二异氰酸酯,2,6-甲苯二异氰酸酯,萘二异氰酸酯,1,4-苯二异氰酸酯等。
- 脂肪族二异氰酸酯化合物
- 15 一脂族二异氰酸酯,例如,二异氰酸乙二醇酯,2,2,4-三甲基己二异氰酸酯,1,6-己二异氰酸酯(HDI);
 - 一脂环族二异氰酸酯,例如氢化的4,4'-二苯甲烷二异氰酸酯(HMDI,商品名为Hylene-W,由Hulls AG制造),1,4-环己二异氰酸酯(CHDI),异佛尔酮二异氰酸酯(IPDI),氢化的间-苯二甲撑二异氰酸酯(HXDI),降冰片烷二异氰酸酯等。
 - 一苯二甲撑二异氰酸酯(XDI),四甲基-苯二甲撑二异氰酸酯(TMXDI)等。

上述提及的化合物可独立使用,或它们中的两个或多个结合使用。

除了上述提及的二异氰酸酯化合物,也可使用具有三个或更多个官能 25 基团的多官能聚异氰酸酯化合物。关于具有多官能度的异氰酸酯化合物,

- 一系列的二异氰酸酯加合物作为Desmodul N (Beyer AG) 和商品名Duranate (由Asahi Kasei公司制造)销售。由于如果在制备预聚合物过程中,这些具有三个或更多个官能基团的多官能聚异氰酸酯化合物独立地使用容易导致胶凝作用,优选以加入到二异氰酸酯化合物中的形式使用它们。
- 30 在本发明中适于用作第一成分的异氰酸酯化合物是异氰酸酯预聚物,

10

30

即上述提及的异氰酸酯化合物和含活泼氢基团的化合物的反应物。关于这类含活泼氢基团的化合物,可使用后面提及的多元醇化合物和增链剂。它们是异氰酸酯预聚物,即是通过以异氰酸酯基团(NCO)和活泼氢基团(H*)的当量比为1.6-2.6,优选1.8-2.2加热并反应上述提及的化合物获得的具有NCO基团末端的低聚物。也可适当地使用市场上可购买的异氰酸酯预聚物。

可使用上述提及的脂族异氰酸酯化合物作为预聚物形成成分的至少一种来获得异氰酸酯预聚物中的异氰酸酯基团。只要存在于末端位置的未反应的NCO基团是源自脂族异氰酸酯化合物的NCO基团,可将芳族二异氰酸酯用作预聚物合成成分。

在本发明中使用的具有活泼氢基团的化合物是具有两个或多个活性氢原子的有机化合物,并且在聚氨酯技术领域中,通常指的是作为多元醇化合物和增链剂的化合物。

活泼氢基团是包含与异氰酸酯基团反应的氢原子的官能基团,可提及 15 的有羟基,伯或仲氨基,硫羟基(SH)等。

多元醇化合物是具有约500-10000分子量的低聚物,所述分子量是用端基测定法获得的,具体地举例说明下列实施例。

(1) 聚醚型多元醇

关于聚醚型多元醇,可提及的有聚氧丙烯基多元醇,其通过将氧化丙 20 烯加到一种或两种或多种多元醇例如乙二醇、二甘醇、丙二醇、双丙甘醇、 甘油和三羟甲基丙烷而获得;聚氧乙烯基多元醇,其通过将环氧乙烷加到 一种或两种或多种上述提及的多元醇而获得;多元醇,其通过将亚丁基氧、 氧化苯乙烯等加入到一种或两种或多种上述提及的多元醇中而获得;和聚 氧四亚甲基多元醇,其通过开环聚合将四氢呋喃加到上述提及的多元醇而 35 获得。也可使用共聚物,在所述共聚物中使用两种或多种上述提及的环醚。

(2) 聚酯多元醇

关于聚酯多元醇,可提及的有缩聚物和多元醇,所述缩聚物获自一种或两种或多种乙二醇、丙二醇、丁二醇、戊二醇、己二醇、环己二甲醇、甘油、三羟甲基丙烷、季戊四醇、或其它低分子量多元醇,和一种或两种或多种戊二酸、己二酸、庚二酸、辛二酸、癸二酸、对苯二酸、间苯二酸、

10

15

二聚酸、氢化的二聚酸或其它低分子二羧酸、或低聚酸; 所述多元醇通过 开环聚合环酯例如丙醇酸内酯、己内酯和戊内酯获得。

(3) 丙烯酸多元醇

关于丙烯酸共聚物,可使用在一个分子中具有两个或多个羟基,包含一个共聚单体的丙烯酸共聚物,所述共聚单体是单烯键不饱和单体,例如丙烯酸的羟烷基酯,例如β-羟乙基丙烯酸酯,β-羟丙基丙烯酸酯,β-羟丙基丙烯酸酯,β-羟戊基丙烯酸酯;或类似的甲基丙烯酸的羟烷基酯;而且,多元醇例如甘油和三羟甲基丙烷的丙烯酸单酯;或类似的甲基丙烯酸单酯;N-羟甲基丙烯酰胺或N-羟甲基甲基丙烯酰胺。

而且,关于丙烯酸多元醇,也可使用遥爪丙烯酸多元醇。遥爪丙烯酸多元醇是包含羟基的丙烯酸衍生的聚合物,其来自在醇化合物和有机磺酸存在的条件下,用包含有机过氧化物的引发剂进行包含(甲基)丙烯酸酯的不饱和单体的聚合。关于醇化合物,优选脂族醇例如甲醇和乙醇或脂环醇,如果将单-官能的醇用作醇化合物,将获得包含活泼氢基团的基本上双-官能的丙烯酸衍生的聚合物,如果将二元醇用作醇化合物,将获得包含活泼氢基团的基本上四-官能的丙烯酸衍生的聚合物。

(4) 其它多元醇

另外,酚树脂多元醇,环氧多元醇,聚丁二烯多元醇,聚异戊二烯多 20 元醇,聚酯-聚醚多元醇,其中丙烯腈或苯乙烯的聚合物被分散或乙烯加成 的聚合物多元醇,脲分散的多元醇,碳酸酯多元醇等可用作本发明的多元 醇。而且,也可使用通过这些多元醇化合物与对-氨基苯甲酸缩合获得的具 有芳香氨基的活泼氢基团的多元醇化合物。

关于在本发明中,在包含活泼氢的化合物之间的增链剂是具有不超过 大约500分子量的化合物。具体地,可使用脂族衍生的低分子二元醇和三 元醇如乙二醇、二甘醇、丙二醇、1,4-丁二醇、三羟甲基丙烷等; 芳香二 胺例如亚甲基双-o-氯苯胺(MOCA),二环己基甲烷-4,4'-二胺; 和芳香 衍生的二醇如1,4-二-羟基乙氧基苯(Cureamine H1(由Ihara Chemical Industry有限公司制造)),和间-苯二甲醇(由Mitsubishi Gas Chemical有限 30 公司制造)。

10

15

20

关于为了形成细微气泡所使用的惰性气体,优选不具有可燃性的气体,和具体地,列举了氮气,氧气,二氧化碳,稀有气体如氦气和氩气,和上述提及的气体的混合气体。特别地,在成本上最优选使用来自去除湿气的被干燥的空气。

关于在本发明中使用的非离子硅氧烷表面活性剂,可没有任何限制地使用这类表面活性剂,即在存在惰性气体的条件下,当与上述提及的第一或第二成分一起搅拌时,其具有形成稳定微细泡沫的功能。

具体地,可使用如上述提及的表面活性剂,即具有与多元醇化合物和异氰酸酯预聚物良好的相容性,在聚氨酯技术领域用作泡沫稳定剂,并且不具有与异氰酸酯基团反应的活泼氢基团例如羟基。具体地,列举了硅氧烷泡沫稳定剂SH-190,SH-192(由Dow Corning Toray Silicone有限公司生产),L-5340(Nippon Unicar有限公司)等。

在本发明中,关于将惰性气体以微细气泡的形式分散入第一成分或第二成分中的搅拌装置,可使用众所周知的搅拌装置而无任何限制,具体地,可列举的有均化器,溶解器,双轴行星式混合器(行星混合器)等。尽管不特别限制搅拌装置的叶轮形式,为了获得微细气泡,优选使用捶辊式叶轮。

而且,在本发明中, 进行了制备气泡分散体的搅拌和加入残余成分 并混合的搅拌。特别是在第二个搅拌过程中,由于不需要进行形成气泡的 搅拌,优选使用不产生更大气泡的搅拌装置。

关于这种搅拌装置,行星式混合器是合适的。而且,即使将相同的搅拌装置用作适于第一和第二搅拌的搅拌装置,不会产生问题,而且也适于调整搅拌条件,例如如果需要调整叶轮的旋转速度。

只要形成微细泡沫,并且获得具有预定形式的固化产品,不特别限制 在其中产生气泡分散体的条件。温度必须不低于第一成分和第二成分的熔 点温度,并且不超过异氰酸酯基团和活泼氢基团之间的固化不被快速推进 的温度。并且优选0℃-140℃,更优选10℃-120℃。而且,异氰酸酯基团和 活泼氢基团之间的固化是放热反应,并且依照选择的异氰酸酯化合物和活 泼氢的类型或化合作用,可以确定不同程度的生热。当由于反应热使得体 30 系的温度升高很大时,在体系的气泡分散体中,泡沫可能不理想地膨胀。

10

15

在这种情况下,优选采用释放很少反应热的反应体系,或者当采用释放大量的反应热的反应体系时,优选进行充分的温度控制。

在本发明聚氨酯泡沫塑料的制造方法中,为了提高泡沫的物理性能,将泡沫加热并后固化是非常合适的,所述泡沫是这样形成的,即在将气泡分散体注入到模塑中后,反应直至失去流动性。还优选这个条件,即将气泡分散体倾入金属模塑中,并立即在热炉中进行后固化。由于在这个条件下,热量不能立即传递给反应成分,孔的直径不会变大。为了稳定孔的形状,优选在大气压力下进行固化反应。而且,在本发明中,可使用促进聚氨酯反应的催化剂。适当地选择催化剂的类型和加入的数量。

在本发明微细孔聚氨酯泡沫塑料的制造方法中,可采用分批式生产体 系和连续生产体系,所述分批式生产体系是在一个容器中测定、引入并搅 拌每个成分,所述连续生产体系是将每个成分和惰性气体连续供给搅拌装 置并搅拌,随后将获得的气泡分散体用来生产模制体。

由于在本发明中使用的筛眼刚好去除气泡分散体中比较大的气泡,为 了获得气泡直径不超过50微米的泡沫,适合使用比80目更细的筛眼。在连 续生产体系的情况下,在生产体系中以滤网形式安装是合适的。

在本发明中,其它成分可加入到聚氨酯形成原料中。具体地,可列举的有填料例如树脂细粉末和无机细粉末,调节反应固化速度的催化剂或缓聚剂,着色剂例如色素和颜料等。

20

实施例

在下文中,描述了本发明的实施例。

实施例1

向100g熔融的并调整温度至70℃的Adiprene L-325(末端为异氰酸酯 的预聚物,NCO=9.25%,由Uniroyal Chemical公司制造)(第一成分)中加入1g作为表面活性剂的硅氧烷泡沫稳定剂SH-192(Dow Corning Toray Silicone Co., Ltd生产的产品)。用泡沫混合器(叶轮旋转频率=3500rpm)搅拌获得的混合物约1分50秒,直至变成类似奶油状,以获得气泡分散体。将这个气泡分散体移至行星式混合器,并向混合器中加入26.2g熔融的并保 30 持在120℃的Cureamine MT(亚甲基双-o-氯苯胺,由Ihara Chemical Industry

有限公司制造)(第二成分)。然后将混合物混合约1分10秒。当保持流动性时,在操作期内将这个混合液注入到敞口塑模并固化。随后,在温度控制在80-85℃的炉中进行后固化10-12小时,从而生产细孔聚氨酯泡沫塑料。使用的表面活性剂为第一成分和第二成分总量的0.79重量%。

5 获得的细孔聚氨酯泡沫塑料具有密度为0.8g/cm³, 硬度为56(ASKER D), 孔直径为30-40微米的均匀细孔。

实施例2-5

除了将在实施例1中用作表面活性剂的硅氧烷泡沫稳定剂SH-192的量改为表1中所示的量,重复与实施例1相同的方法,生产细孔聚氨酯泡沫塑料。获得的细孔聚氨酯泡沫塑料的密度、硬度和孔直径示于表1。

实施例6

10

15

20

25

除了使用100g末端为异氰酸酯的预聚物(NCO=9.06%)代替100g Adiprene L-325(末端为异氰酸酯的预聚物),并且将使用的硅氧烷泡沫稳定剂SH-192的量改为4g,所述100g末端为异氰酸酯的预聚物是通过32.52 重量份的甲苯二异氰酸酯(2,4-异构体/2,6-异构体=80/20的混合物,下文缩写为TDI)、16.28重量份的氢化的4,4'-二苯甲烷二异氰酸酯(下文缩写为HMDI)、45.12重量份的具有645数均分子量的聚丁二醇(下文缩写为PTMG)和7.40重量份的二甘醇(下文缩写为DEG)反应获得的,重复与实施例1相同的方法,生产细孔聚氨酯泡沫塑料。获得的细孔聚氨酯泡沫塑料的密度、硬度和孔直径示于表1。

实施例7

除了使用100g末端为异氰酸酯的预聚物(NCO=9.11%)代替100g Adiprene L-325(末端为异氰酸酯的预聚物),并且将使用的硅氧烷泡沫稳定剂SH-192的量改为4g,所述100g末端为异氰酸酯的预聚物是通过反应31.32重量份的TDI、15.75重量份的HMDI、52.62重量份的具有844数均分子量的PTMG和6.62重量份的DEG获得的,重复与实施例1相同的方法,生产细孔聚氨酯泡沫塑料。获得的细孔聚氨酯泡沫塑料的密度、硬度和孔直径示于表1。

比较例1

30 除了不加入在实施例1中用作表面活性剂的硅氧烷泡沫稳定剂SH-192

10

30

外,重复与实施例相同的方法,生产细孔聚氨酯泡沫塑料。获得的细孔聚 氨酯泡沫塑料的密度、硬度和孔直径示于表1。

在约50℃的温度下,将获得的细孔聚氨酯泡沫塑料加热,并用切片机(AMITEC公司制造的VGW-T25)切割获得厚约1.27mm的磨光片。在获得的磨光片的表面上制备类似同心圆的凹槽,将双面压敏胶带(双粘带#5782,由SEKISUI CHEMICAL有限公司制造)粘附到背面,从而获得磨光垫片。使用CMP磨光装置(SPP-600S由Okamoto Machine Tool Works有限公司制造)对获得的磨光垫片的磨光性能进行评估。将调至pH8的铈土淤浆(铈土溶胶,由NISSAN CHEMICAL INDUSTRIES有限公司制造)以150g/分的流速流过,并在磨光负荷为200g/cm²、磨光垫片旋转频率为35rpm和薄片旋转频率为33rpm的条件下进行磨光。

作为磨光性能评估下列各项。每项磨光性能的评估结果示于表1中。 (平坦性(planartity))

在152.4毫米(6英寸)硅薄片上沉积0.5微米厚的热氧化膜后,制备L/S(线条/间隔)=25微米/5微米,和L/S=5微米/25微米的图案。而且,沉积1微米的氧化膜(TEOS),生产具有5微米初平面差图案的薄片。在上述提及的磨光条件下,对该薄片进行磨光,并且当水平面总差不超过2000埃时,测量25微米间隔的底部被去除的量,来获得平坦性。如果平坦性的值小,则意味着平坦性是优异的。

20 (表面内的均一性)

在152.4毫米(6英寸)硅薄片上沉积1微米厚的热氧化膜,并且在上述提及的磨光条件下,进行磨光,直至磨去0.5微米厚度的热氧化膜,随后在28个点处测量薄片表面内的膜厚度。用下列等式计算表面内的均一性。如果表面内均一性的值小,则意味着均一性是优异的。

25 表面内的均一性(%)={(最大膜厚度-最小膜厚度)/(2×平均膜厚度)}×100 (平均磨光速度)

在152.4毫米(6英寸)硅薄片上沉积1微米厚的热氧化膜,并且在上述提及的磨光条件下,进行磨光,直至热氧化膜的厚度为0.5微米。平均磨光速度获自磨光所需的磨光时间。如果平均磨光速度的值较大,则意味着磨光性能是优异的。

表[
		比较例1	实施例1	实施例2	实施例3	实施例4	实施例5	实施例6	实施例7
表面活	添加的量(g)	0	1	2	3	4	5	4	4
体剂	重量%(相对	0	0.79	1.58	2.38	3.17	3.96	3.17	3.17
	第一成分+第						<u> </u>		
	二成分)								
泡沫的	密度(g/cm³)	8.0	0.8	0.8	0.8	0.8	8.0	0.7	0.7
推	ER	51	56	55	55	53	52	99	55
	D)								
	孔直径(微米)	50-100	30-40	30-40	30-40	30-40	30-40	30-40	30-40
磨光性	平坦性 (Å)	1250	750	850	006	1000	1000	700	750
35	表面内的均一	6.5	5.0	4.5	4.5	4.0	4.0	5.0	4.5
	在(%)								
	平均磨光速度	2250	2600	2700	2700	2850	2900	2600	7600
	(补分)								

工业适用性

本发明的生产具有均匀细孔的聚氨酯泡沫塑料的方法是有用的。获得的聚氨酯泡沫塑料可适当地用作适于生产半导体、电子基质、光学基质等的树脂、玻璃、透镜、水晶,和硅的磨光材料。具体地,本发明的聚氨酯 泡沫塑料,可根据需要进行切割,适于用作CMP的磨光片。因此,本发明具有高度的工业应用性。