

Ultra-Sensitive Online Monitoring of CMP Slurries by Single-Particle Optical Sensing (SPOS) 通过单颗粒光学传感 (SPOS) 对 CMP 浆料进行超灵敏的在线监测

我们已经开发了一个强大的工具，可以对 CMP 浆料进行连续的在线监控。我们的新 AccuSizer 780 / OL 系统基于单颗粒光学传感 (SPOS) 技术，可以快速、准确地确定大于 0.5 微米的“异常”颗粒的粒径分布 (PSD)，这可能会导致严重的缺陷。抛光过程中的晶圆表面。 PSD 中这些大颗粒“尾巴”的来源包括浆液分配系统中的泵和过滤器不良，以及由于 pH 或热冲击引起的胶体不稳定性的发生，以及其他影响。与“集成”方法（例如激光衍射（将亚微米区域的 Mie 散射与 1 微米以上的 Fraunhofer 衍射结合在一起））相比，SPOS 技术仅对总粒子数量的一小部分敏感，例如，大于 0.5 μm 的颗粒。但是，SPOS 方法可为这些较大的颗粒提供真实的分布，而不会出现严重困扰激光衍射的严重伪影。由于 SPOS 方法具有较高的灵敏度和分辨率，因此很容易揭示出较大的离群值（通常是较小的基团的团聚体）的浓度变化很小。这些“细节”对于评估 CMP 浆料的质量至关重要，但通常会被诸如激光衍射或超声衰减之类的集成方法完全忽略。780 / OL 系统利用专有的两阶段自动稀释系统（正在申请专利），该系统可以容纳组成和浓度变化很大的浆料。SPOS 传感器基于新颖的设计（已获得专利），该技术结合了光散射和消光的物理原理，使其能够实现高灵敏度和宽动态范围（0.5 至 400 μm ）。先进的电子设计可产生高分辨率和稳定性的多通道 PSD 结果。该系统易于实现，可以在 Windows NT 下作为应用程序进行操作。作为在线系统的选件，可以提供“DLS”（动态光散射）模块，该模块能够表征 CMP 浆料的整个亚微米 PSD。将对二氧化硅，氧化铝和氧化铈 CMP 浆料的基本原理以及代表性 PSD 结果进行审查。

I. 技术-简要摘要

A. 单粒子光学传感 (SPOS)

- **问题：** 定量确定 CMP 浆料的粒度分布 (PSD) 中大颗粒“离群值”的浓度/大小
- **解决方案：** 具有自动稀释功能的单颗粒光学传感 (SPOS)
- **两种 SPOS 技术，** 它们可以检测穿过小的光学传感区域 ($\approx 30 \times 400 \times 1000 \mu\text{m}$) 的单个粒子：
 - **消光 (LE)** – 跨流道的透射光强度的瞬时小幅减小（有用的大小范围： ≈ 1.5 至 $\approx 400 \mu\text{m}$ ）
 - **光散射 (LS)** – 在一定的散射角范围内，光强度会瞬时增加（有用的尺寸范围： ≈ 0.5 至 $\approx 3-5 \mu\text{m}$ ）
- SPOS 提供了最高分辨率的单颗粒检测。 SPOS 可以真实地显示 CMP 浆料的粒径分布 (PSD) 的大颗粒“尾巴” ($\geq 0.5 \mu\text{m}$)，这与“集成”方法不同。 激光衍射，超声衰减，光学浊度

- SPOS 与集成方法：对有问题的异常粒子的一小部分的详细“快照”，以及整个 PSD 的全局图片
- SPOS 提供了真实的 PSD 粒子数量与直径的关系（8 到 512 个通道），无需假设 PSD 的形状
- 大动态范围 ≈ 0.5 至 $400\mu\text{m}$ （新传感器设计，请参见下文）
- 高速和可重复性—通常在 1-2 分钟的分析时间内对 100,000 至 500,000 个颗粒进行计数和尺寸调整
- 在线监测的理想选择，当与用于自动稀释浓缩 CMP 浆料的机制一起使用时（通常需要 5-10 毫升）
- 与动态光散射（DLS）技术兼容，可以提供整个“几乎亚微米”PSD 的有用的全局“快照”—可以用于在线 CMP 浆料监控
- 专有的传感器设计（专利）—“LE + LS”。结合了 LE 技术（大尺寸范围和对颗粒成分的相对不敏感性）和 LS 方法（高灵敏度，低颗粒直径限制）的优势。参见下面的图 1。

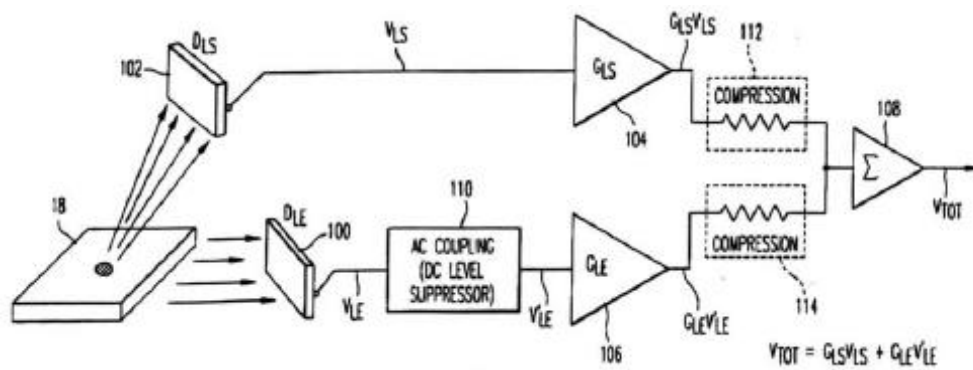


Figure 1: Simplified block diagram of a combination "LE+LS" sensor (Pat.)

- 下面的图 2 显示了 LE400-05SE 传感器（标称尺寸范围为 $0.5-400\mu\text{m}$ ）的典型响应（校准曲线），它结合了消光（LE）和光散射（LS）响应。

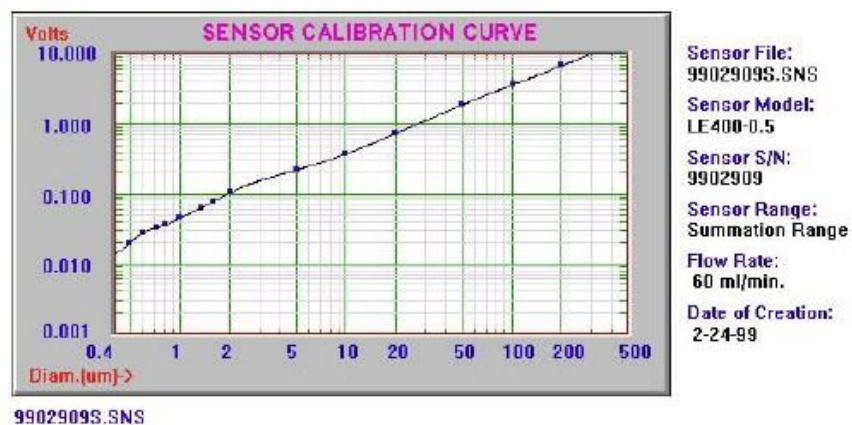


Figure 2: Typical response (pulse height vs particle size) for "LE+LS" sensor.

B.自动样品稀释

- 已经开发出两种自动稀释浓缩 CMP 浆料的方法，它们非常适合在线应用：
- 自动 #1 – 单级自动稀释系统，基于注入的 CMP 浓缩浆的连续，指数稀释（已颁发专利）。主要优点：简单，速度快（图 3A）

- V = 稀释室中液体的体积 (ml)
- ΔV = 捕获/注入的浓缩浆液样品的体积 (ml)
- F_D = 进入稀释室的过滤后稀释液的流速 (ml / s)
- C_S = 浓缩浆液样品中的颗粒浓度 (# / ml)
- $C(t)$ = 穿过传感器的流体中的颗粒浓度 (# / ml)
- $C(t) = C_0 \exp(-t/\tau)$ ，其中 $\tau = V / F_D$ 和 $C_0 \approx (\Delta V / V) C_S$ ($\Delta V \ll V$)

- 自动装置 #2 – 两阶段自动稀释系统，基于预先稀释的 CMP 浆料的稳态混合流稀释（正在申请专利）。主要优点：灵活性强，稀释范围广（以简化形式显示，图 3B）

- V_1 = 预稀释室中的液体体积 (ml)
- F_S = 预稀释样品进入第二级稀释器的流速 (ml / s)
- F_D = 稀释剂进入第二级稀释器的流速 (ml / s)

$$DF1 \approx V_1 / \Delta V ;$$

$$DF2 = 1 + F_D / F_S$$

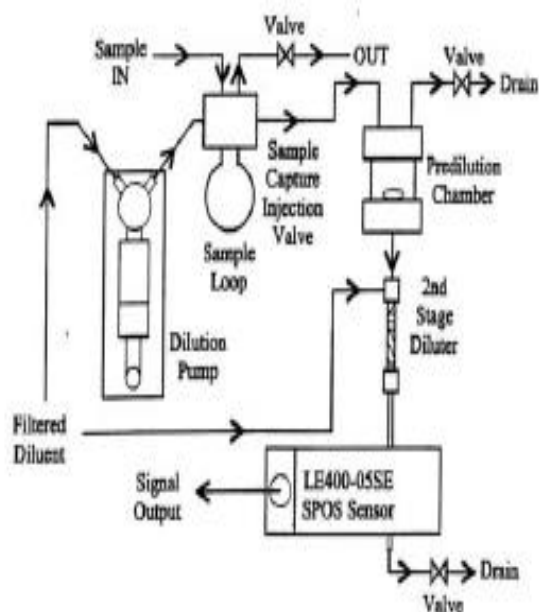
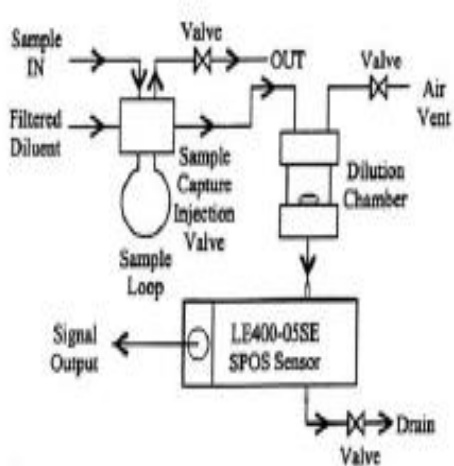


Figure 3a: Single-stage Autodilution module, AccuSizer™ 780/ONLINE system

Figure 3b: Two-stage Autodilution module,

AccuSizer™ 780/ONLINE system

II.技术-简要介绍



图 4: 用于自动监控浓缩 CMP 浆料的 AccuSizer™ 780 / ONLINE 光学粒度仪。

三, AccuSizer 结果—简要介绍

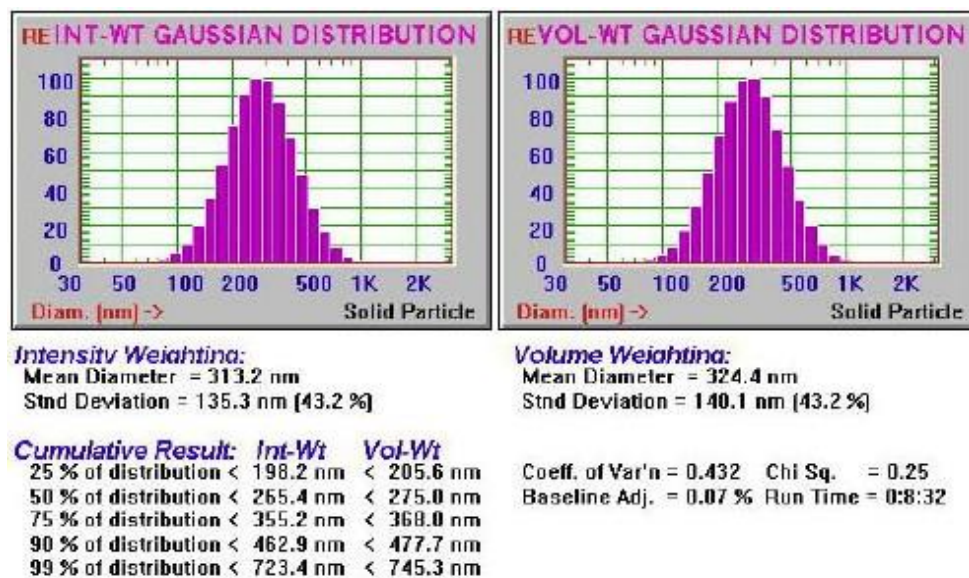


图 5: 通过 DLS (NICOMP 380) 获得的“优质”氧化铈浆料 (#1) 的近似 PSD—简单的“高斯” (2 参数) 分析, 体积重量平均直径为 324 nm (0.32 μ m), 且适合度高 (chi sq = .25)

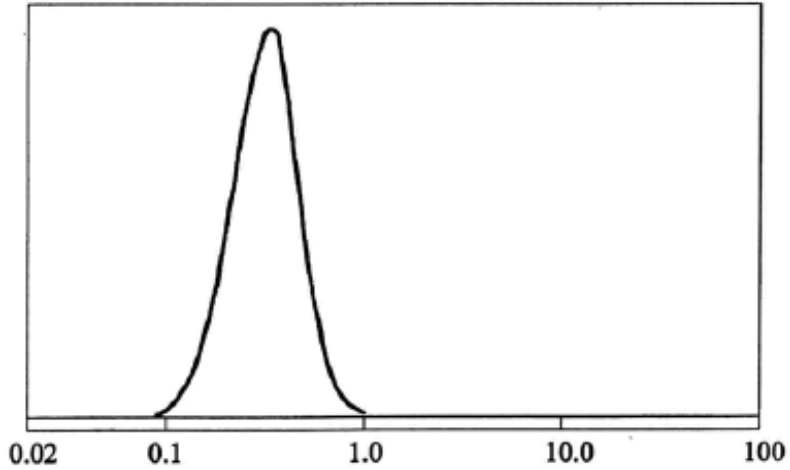


图 6: 通过 Fraunhofer (激光) 衍射获得的氧化铈#1 的体积-重量 PSD, 这是另一种“集成”方法-体积-重量的平均直径也 $\approx 0.3\mu\text{m}$ 。

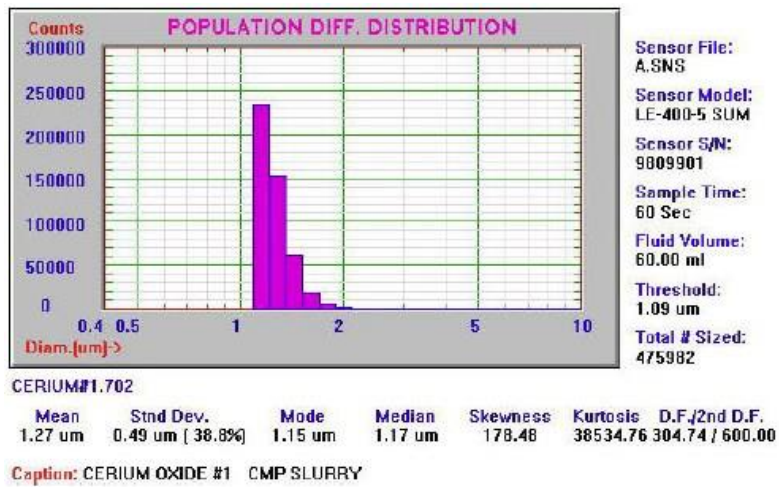


图 7: 使用 SPOS (AccuSizer 780) 为氧化铈 #1 中较大颗粒 (直径 $> 1.09\mu\text{m}$) 的异常“尾部”获得的准确 PSD。在 60 秒的分析过程中, 确定大小的颗粒总数为 475,982。

Summary of Detailed Distribution, Weightings						
Diameter [microns]	# Part. Sized (# / ml)	Cum Num >=Diam. (# / ml)	Num %	Vol %	Cum Num % >=Diam.	Cum Vol % >=Diam.
1.15	1.4301E8	2.9010E8	49.296	35.571	100.000	100.000
1.29	92811752	1.4709E8	31.993	32.248	50.704	64.429
1.44	37546100	54281336	12.942	18.223	18.711	32.182
1.61	11637505	16735237	4.011	7.890	5.769	13.958
1.80	3484425	5097732	1.201	3.300	1.757	6.068
2.01	1019668	1613307	0.351	1.349	0.556	2.768
2.25	343140	593638	0.118	0.634	0.205	1.419
2.51	113364	250498	0.039	0.293	0.086	0.785
2.81	52416	137134	0.018	0.189	0.047	0.492
3.14	19504	84718	0.007	0.098	0.029	0.303
3.51	18894	65215	0.007	0.133	0.022	0.205
3.93	7314	46321	0.003	0.072	0.016	0.072
4.39	6095	39007	0.002	0.000	0.013	0.000
4.91	6095	32912	0.002	0.000	0.011	0.000
5.49	4266	26817	0.001	0.000	0.009	0.000
6.13	3657	22551	0.001	0.000	0.008	0.000

图 8: 从对应于图 7 PSD 的原始“通道”数据获得的氧化铈 #1 中的颗粒数/ ml 估计值与粒径的关系。

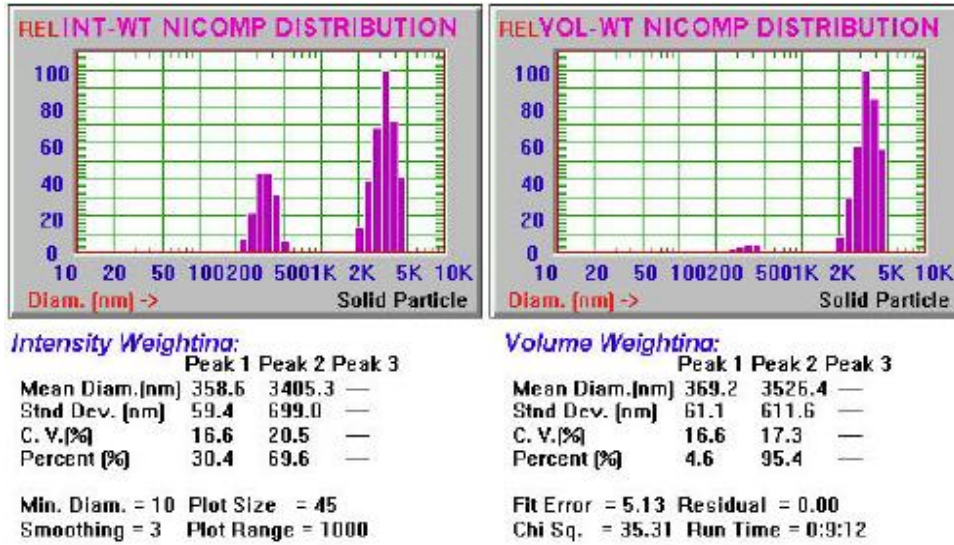


图 9: 通过 DLS 对“不良”氧化铈浆料 (#2) 获得的 PSD 结果 (强度和体积-重量)。由于高斯拟合的高 chi-sq 值 (35), 因此使用了多模式“Nicomp”分析。双峰 PSD 在 0.37 μ m 处显示了预期的“主要”峰, 在 3.5 μ m 处显示了第二个峰, 代表较大颗粒/聚集体的“尾部”。

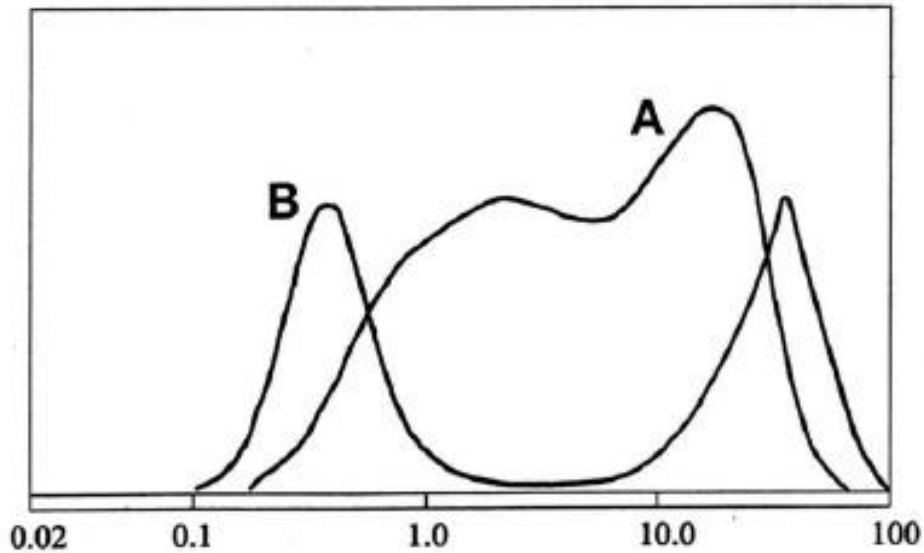


图 10: 通过弗劳恩霍夫 (激光) 衍射获得的氧化铈 #2 的体积-重量 PSD。曲线“ A”代表未经处理从样品获得的结果, 与预期的 PSD 几乎没有相似之处。超声处理 30 秒后获得曲线“ B”, 产生以 $\approx 0.4\mu$ m 为中心的预期峰。第二个峰极大地夸大了异常的“尾巴”。