

# CMP 研磨液中颗粒的评价技术

Geanne Vasiloulos, Zhenwu Lin, Kenneth Adrian

在化学机械抛光过程中，各种研磨液用于晶圆平坦化处理。这些研磨液中颗粒浓度可达  $>10^{15}$  颗/ml。除了用于抛光的大量颗粒外，研磨液中还含有相对较少  $>1.0\mu\text{m}$  的颗粒（二氧化硅而言  $10^4$ – $10^6$  颗/ml；氧化铝而言  $10^9$  颗/ml）。这些颗粒可能会在晶圆表面平坦化处理的时候造成微划伤。

已开发出相应的技术用于评估研磨液中  $>1.0\mu\text{m}$  的不良颗粒以及这些颗粒的浓度。这些技术可以帮助我们确认系统中的颗粒污染源，以及帮助评估过滤的有效性以及减少这些不良颗粒。

## 介绍

由于各种原因，CMP 研磨液中存在大颗粒、团聚体和干燥薄片。在 CMP 加工过程中，这些不需要的粒子会在抛光的晶片上造成划伤。[1, 2] 尽管大多数研磨液供应商在生产过程中已经采用了过滤工艺降低这些不良颗粒，但是这些颗粒往往由于不稳定的化学反应和处理步骤而缓慢团聚。

形成不良颗粒的一些假定来源包括：容器和日间槽中的干燥、稀释过程中 pH 值冲击、随着时间的沉淀、运输或者存储过程中的温度波动、以及浓缩浆过度回流造成的剪切、流动受阻等。

有许多仪器能够测量用于抛光的大量颗粒的粒径分布，需要其他的仪器和方法用于评估尾端部分的大颗粒（ $>1$  微米）。

## 颗粒粒径分布的测量

大量颗粒的粒径分布（PSD）可以通过多种方法测量。筑和谐技术包括：光散射、电声、毛细管水动力分馏（CHDF）等。浓缩的研磨液可以用电声的方法进行分析。所有这些方法都提供了在一定大小相对于整个种群的粒子数量。在分布尾端部分的大颗粒（ $>1$  微米）的少量粒子（二氧化硅  $10^4$ – $10^6$  颗/ml；氧化铝  $>10^9$  颗/ml）与待检测分布的大部分相比是很少的。

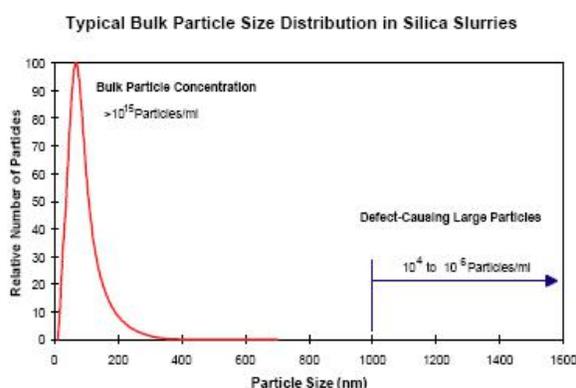


图 1:颗粒粒径分布测量

## 大颗粒探测

为了测量研磨液中不良颗粒的浓度，需要检测研磨液浆料粒径分布的尾端。PSS AccuSizer™ 和 PMS LiquiLaz S05™ 是两种广泛用于测量大颗粒浓度的仪器。两种计数器都能够检测在大量研磨液颗粒中存在的大颗粒。稀释是必要的，以最大限度的减少分布中大量颗粒造成的干扰。建议调整稀释剂的 pH 值，以减少 pH 冲击影响。

PSS AccuSizer™ 通过光阻和光散的方式检测研磨液中大颗粒。在该仪器的顶部是一个稀释室，理想

的状况下一次只有一个粒子通过被照亮的样品流通池。穿过流通池的研磨液颗粒阻挡一部分光照射到另一侧的检测器。如果同时有多个粒子穿过样品流通池，计数器可能会将多个颗粒视为一个更大的颗粒。因此，稀释研磨液是一个关键的步骤。该仪器内置一个自动稀释功能，以防止多个粒子被视为一个。

PMS LiquiLaz S05TM 计数器基于光散射测试粒子数。开发了一种在研磨液中使用 LiquiLaz S05 计数器的方法（图 2），采用在线稀释的方式降低研磨液中小颗粒的影响。氧化铝研磨液中颗粒数的测量需要在线稀释进行预稀释。氧化铝颗粒沉降快，需要高采样的流速才能保持悬浮状态。为了防止在高采样流量下的计数器超载，样品必须用调整 pH 值的水预先稀释。

Figure 2: Setup for LiquiLaz S05 Particle Counter

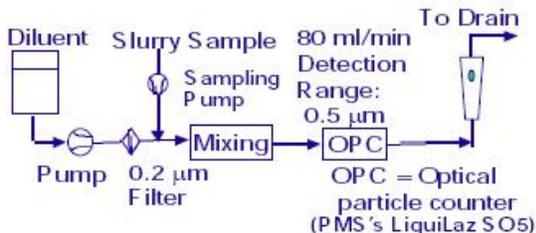


图 2: LiquiLaz S05 颗粒计数器的装置

### 肉眼观察不良颗粒

尽管颗粒计数器可以测量研磨液中不良颗粒的浓度，但不能区分不同类型的不良颗粒。研磨液中不需要的颗粒包括大颗粒、聚集、凝聚和微凝胶。大颗粒是单一的实心球体或其他几何体。聚集体在化学上是多重粒子通过硅氧烷键相互连接。由于纠缠和干燥，粒子聚集陈密集的团块，结块形成。这些不需要的颗粒会在抛光的晶圆上造成微划伤。

出来会引起微划伤痕的不良颗粒外，微凝胶也是研磨液中的不良颗粒，因为他们会堵塞过滤器。这些微凝胶主要是由 pH 值冲击、温度波动和剪切作用形成的，他们是聚集在一起形成三维网络并将水困在网络内的聚集体。

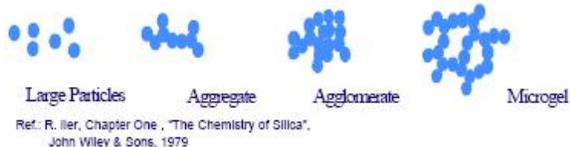


图 3: 不良颗粒术语

虽然粒子计数器不能区分不同类型的不良颗粒，但可以使用一种视觉方法来区分这些粒子。研磨液可通过合适的 pH 调整的水通过 3 微米的 Isopore™ 膜，用真空瓶和泵进行过滤。稀释因子的选择应使离散的大颗粒可见。

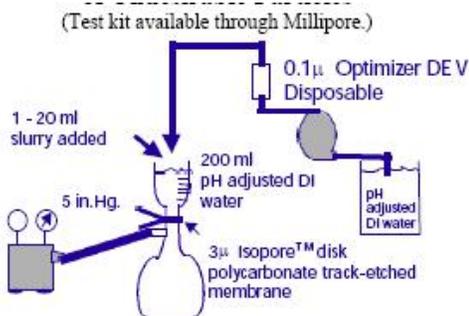
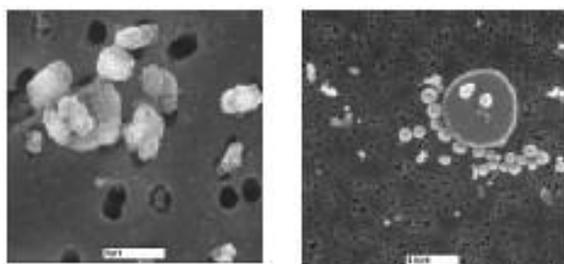


图 4: 直观观察不良颗粒而设置的真空装置

通过 SEM 或光学显微镜可以拍摄在膜片上捕捉到的粒子。可以区分大颗粒和团聚体、图像中的黑色

圆形孔是 3 微米的膜孔。

插入过滤器的微凝胶的存在也可以通过扫描电镜和光学显微镜图像进行评估。由于微凝胶中含有水分，所以必须将膜置于潮湿的介质上并快速检查，以保持膜的润湿状态。



团聚体

大颗粒

图 5：二氧化硅颗粒 SEM 图片



团聚体

大颗粒

图 6：氧化铝颗粒光学显微镜图片

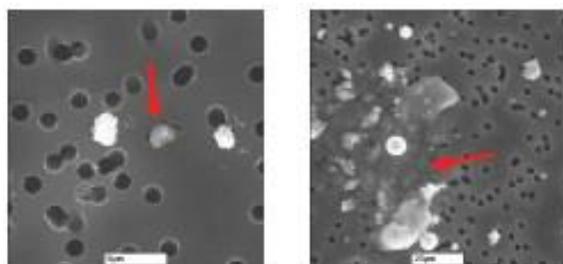


图 7：微凝胶 SEM 图片

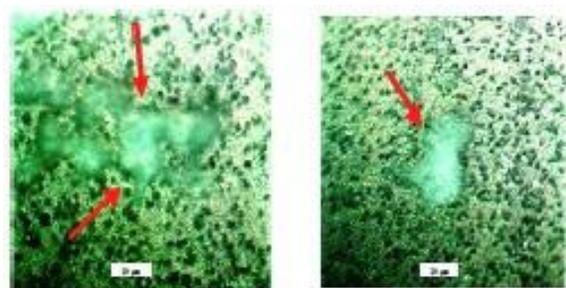


图 8：微凝胶光学显微镜图片

## 结论

不需要的颗粒，如大颗粒和团聚体存在于研磨液中，可导致晶圆片表面的微划痕。虽然还不清楚研磨液中的微凝胶是否会在晶片上造成微划痕，但微凝胶也是不受欢迎的颗粒，因为它们会堵塞过滤器。

利用适当的颗粒计数器可以检测出研磨液中的不良颗粒，该计数器具有测量颗粒粒径分布尾部的能力（>1微米）。然而，粒子计数器不能区分不同类型的不良粒子，可视方法可以用来评估不同的类型。粒子计数器和视觉方法的组合可以用来协助调查系统中的污染源和评价过滤的好处。

## 参考文献

1. Derivendt, K., et al (IMEC) and Z. Lin, "CMP Defectivity and Slurry Filtration", Materials Research Society Meeting, San Francisco, CA, April, 1999
2. Nagahara, R., et al, The effect of slurry particle size on defect levels for a BPSG CMP process, Proceedings of the CMP Users Group, Vol. 1, No.1, July, 1996
3. Iler, R. K., The Chemistry of Silica, John Wiley & Sons, New York, NY, 1979
4. Barth, H.G. and S.T. Sun, "Particle Size Analysis", Anal. Chem., 57, 151R-175R, 1985