

### Analyzing Large Particles in CMP Slurries 分析 CMP Slurry 中的大颗粒

化学机械抛光（CMP）工艺的质量取决于抛光设备和浆料，浆料由包含多种化学添加剂的液体中定义明确的固体颗粒组成。当今主要的生产问题之一是根据浆液的规格保证其质量，以及在使用时（POU）免受任何形式的降解的稳定性。许多浆料是不稳定的胶体体系，具有相对较短的保存期限。同样，将浆液从容器传输到 CMP 工具可能是由于剪切，沉降或团聚而导致降解的原因。影响浆料性能的一个关键方面是在 CMP 过程中会导致缺陷（例如晶片上的微划痕）的大颗粒的存在。

在这里，我们对微电子制造工厂中使用的商用 CMP 浆料进行详细分析。由于这种特殊的浆料会引起微划痕，因此我们使用扫描电子显微镜检查了其粒径分布，以区分出形成大颗粒的可能原因。与 CMP 过程工程师密切合作进行的这项研究用于故障排除。

#### CMP 工艺有缺陷

该研究是在有缺陷的 CMP 工艺运行后开始的；从不同批次的相同类型浆料中选择样品进行比较。对于每个样品，表 1 列出了浆液批号，取样位置（移动罐或分配系统），CMP 后在晶圆上观察到的平均微划痕数以及微滤器的影响（1.5 $\mu\text{m}$ ）在 POU 之前。另外，我们已经报道了使用来自粒度测量系统公司（PSS，加利福尼亚州圣巴巴拉）的光散射 Accusizer 780 仪器测量的大颗粒（> 2.1 $\mu\text{m}$ ）的总密度。

Lot #	Location	Micro-filter ( $\mu\text{m}$ )	PLY % defect	Conc. >2.1 $\mu\text{m}$ particles (particles/mL)
Reference	Provided by manufacturer	N/A		7400
299	Mobile tank	5	96.5	7900
322	Mobile tank	5	90	34,000
322 + 310 (mixture)	Distribution system	5	90	18,700
332	Mobile tank	1.5	99.5	5600

除参考样品外，该列表对应于在工厂中进行的 CMP 运行的实际顺序。由微划痕揭示的缺陷的第一个迹象出现在 299 号批中（PLY 缺陷的正常水平为 96.5%）。将浆料容器更改为批次 322 无法解决问题，并且微划痕的数量继续急剧增加。批号 322 与新批号 310 混合在一起，并且在 POU 上安装了微过滤器，但这并不能立即解决问题。最终，由于再次使用批次 322 时，微划痕消失了，微过滤器开始起作用。有限的一系列实验的过程结果似乎令人惊讶，特别是当考虑到降低过滤孔隙率并不能立即解决问题时。这意味着可以先验地考虑以下几种原因：

- 浆料的制造不良，不符合参考样品的原始规格。
- 移动罐中的泥浆被污染或降解。

- 浆料分配系统中的降解（剪切或沉降的影响）。
- CMP 工具本身受到污染。

但是，仅测量大颗粒（ $> 2.1\mu\text{m}$ ）的总体浓度显然不足以完全决定这些替代方法。请注意，参考样品已经包含  $\sim 7400$  颗粒/ mL，在 40-200 nm 的指定正常范围之外。

### 扫描电镜观察

在以液体形式取样之后，将浆液进行短时干燥预处理并在过滤器支架上进行制备，这不会导致任何其他颗粒污染。然后将制备的样品引入 SEM 设备中，以观察和近似计数不同类型的颗粒。

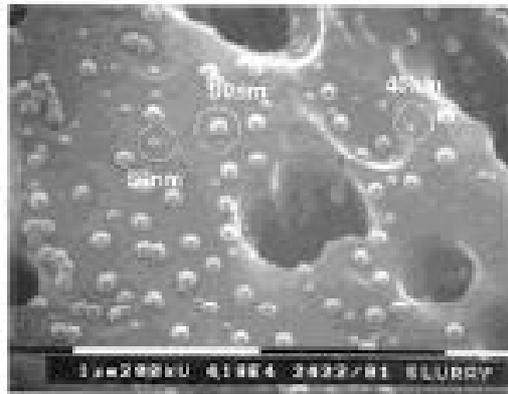
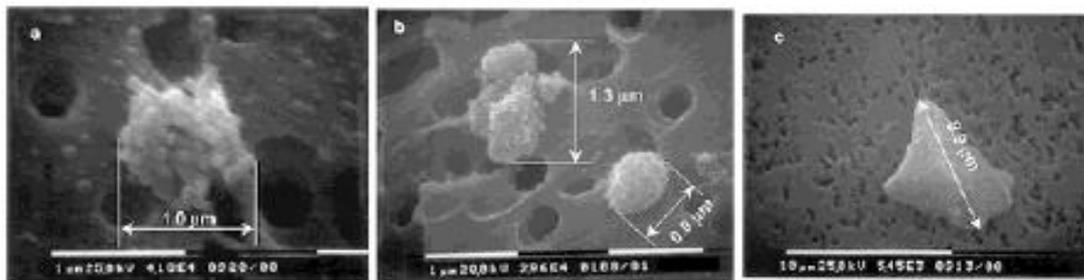


Figure 1: Small slurry particles in the specified size distribution.

图 1 显示了所有在指定范围内的原始浆料颗粒集合。然而，这些小颗粒中的一些趋于形成微米级的附聚物。这些可以分为两类：弱结合的团块，显然仅通过范德华相互作用来连接（图 2a）。牢固粘结的合金显示出部分烧结的迹象（图 2b）。此外，这些牢固结合的团聚体中的一些团聚体可以达到非常大的尺寸（最大  $10\mu\text{m}$ ），并呈现出具有相对尖锐角度的不规则形状，如图 2c 所示。



a) weakly bonded agglomerates

b) strongly bonded agglomerate

c) large agglomerate with sharp angles

Figure 2: Agglomerates of small slurry particles:

除参考样品外，在所有样品中也观察到完全不同类型的颗粒。它们由完美球形的球形颗粒组成，它们大多数在微米大小的范围内，并且通常被小的浆料颗粒覆盖（图 3a）。但是其中一些球形颗粒达到了  $10\mu\text{m}$ （图 3b）。

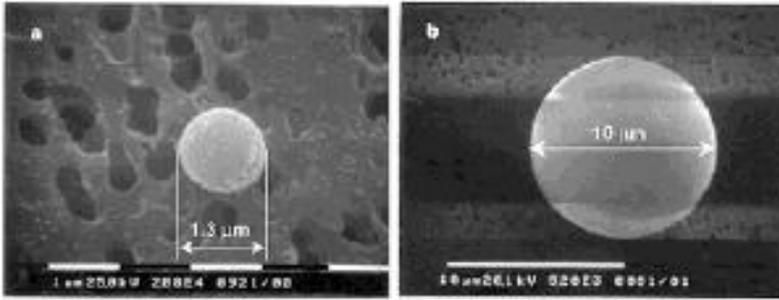


Figure 3: Ball-like particles present in slurries from lots #299 and #322 and due to a defective slurry manufacturing process.

## 讨论

表 2 概括了表 1 中显示的一系列样品中不同类型的团聚体和球形颗粒的出现。值得注意的是，在参考样品中只能检测到弱结合的团聚体，因此可以解释大于  $2.1\mu\text{m}$  的 7400 颗粒/mL，用 Accusizer 780 测量。但是，在生产中使用的所有浆料批次中，甚至在直接从移动储罐中取样的样本中，都观察到了无论大小，都非常牢固的团聚体。

Lot #	Agglomerates			Ball-Like	
	Weakly bonded	Strongly bonded	Large (1-10 $\mu\text{m}$ )	Small ( $<1\mu\text{m}$ )	Large (1-10 $\mu\text{m}$ )
Reference	XXX				
322	XXX	X	XX	X	XX
322 + 310	XXX	X	X	XX	X

这表明它们未在分配系统中形成，但可能是由于浆料在其容器中的沉降和老化所致。但是，在浆液的储存或分布的温和温度条件下，批号 322 中观察到的大球形颗粒无法通过任何小颗粒的烧结过程形成。因此，它们肯定是在这些特定批次的有缺陷的浆料制造过程中生产的。

通过比较这些结果和表 1 中的观察结果，可以得出微划痕主要是由最大的团聚体和最大的球形颗粒（批号 322）引起的，而亚微米的团聚体和球形颗粒则具有不可检测的影响，至少对于此特定的 CMP 过程。

## 结论

至关重要的是要确保注入 CMP 工具中的浆料的粒度分布，以避免严重的缺陷，例如微划痕。在这方面，浆料制造商给出的原始粒度规格不足以保证。有几种因素会导致浆料降解，包括沉降，老化和容器中的部分烧结，这会形成牢固结合的团块。

浆料制造过程中的事故也是可能的，从而导致大的球形颗粒。在 POU 处进行微过滤，并使用常规的粒径监测仪对  $> 2.1\mu\text{m}$  的颗粒进行整体测量可以解决该问题，但是更精细的分析对于追踪大颗粒的起源很有用。尽管在这项研究中分析的样品数量有限，但 SEM 仍可以根据颗粒的类型和形状对其进行区分，并且揭示了加工晶圆上微划痕的真正起因。