

半导体先进节点的化学机械抛光（CMP）研磨液颗粒控制

摘要：随着半导体制造进入 3nm 及以下技术节点，化学机械抛光（CMP）工艺的精密性要求空前提高。研磨液（Slurry）中“尾端大颗粒数量”（LPC）的控制成为影响良率的关键瓶颈[1]。本文旨在为研发人员提供全面的技术参考，核心探讨三个议题：LPC 的动态定义与演变趋势；多级串联过滤系统的效能；以及 Nicomp 纳米粒度仪、Accusizer 液体颗粒计数器和 LUMisizer 稳定性分析仪等先进检测技术在质量监控中的应用。

关键词：化学机械抛光（CMP）；颗粒控制；尾端大颗粒（LPC）；过滤系统；配方筛选

引言：3nm 节点时代的 CMP 颗粒控制挑战

随着摩尔定律的持续推进，半导体制造已迈入埃米（Angstrom）时代，3nm 技术节点的量产成为行业焦点。在如此微缩的尺度下，任何微小工艺偏差都可能导致芯片失效。CMP 作为贯穿前后端制造的关键步骤，能在原子级实现材料去除与表面超平坦化。然而，CMP 工艺本身也引入缺陷风险，其中研磨液颗粒引发的表面划痕和凹陷是主要缺陷类型[2]。

研磨液由纳米级研磨颗粒、化学添加剂和去离子水组成，理想状态下颗粒尺寸均一，通过化学与机械协同作用实现材料去除。但在实际生产、储存与输送中，颗粒因范德华力、静电引力等发生团聚，或受浆料干燥、管道污染影响，形成尺寸远大于工作颗粒的“尾端大颗粒”（LPC）[3]。对于 3nm 节点，晶体管鳍片间距和金属导线宽度仅为十几个 nm，一个 50nm 以上的 LPC 足以造成跨越多个电路结构的“杀手级缺陷”，直接导致芯片报废[4]。

因此，CMP 研磨液的颗粒控制必须从“平均粒径控制”转向“全尺寸分布控制”，尤其需严格监控分布曲线尾端数量稀少但危害极大的 LPC。这不仅对研磨液化学配方提出更高要求，也驱动了过滤系统与在线监测技术的进步[5]。本文围绕这一核心挑战，逐步解析大颗粒的控制策略与技术。

一、尾端大颗粒的动态定义与演进

在先进节点的背景下，大颗粒的定义不再是一个静态的、固定的数值，而是一个随着技术节点缩微而不断收紧的动态标准。理解这一定义的演变是制定有效控制策略的前提。

1.1 LPC 定义的演变——从微米到纳米

在微米及亚微米工艺时代，大颗粒通常被定义为直径大于 0.5 μm （500nm）或 1 μm 的颗粒

[6]。这一标准在当时足以避免产生影响器件性能的宏观划痕。然而，随着半导体特征尺寸进入几十纳米甚至十几纳米的区间，缺陷的临界尺寸也相应急剧缩小[7]。

文献分析显示，行业对 LPC 的管控标准呈现出持续收紧的趋势。来自 Fujimi 公司的历史数据显示，从 1985 年到 2025 年，其硅片最终抛光研磨液中大于 $0.6\mu\text{m}$ 颗粒的数量呈指数级下降，这直接关联到抛光后硅片上纳米级缺陷 ($>37\text{nm}$) 的显著减少[8]。

ECS Journal of Solid State Science and Technology, 2024 **13** 074006

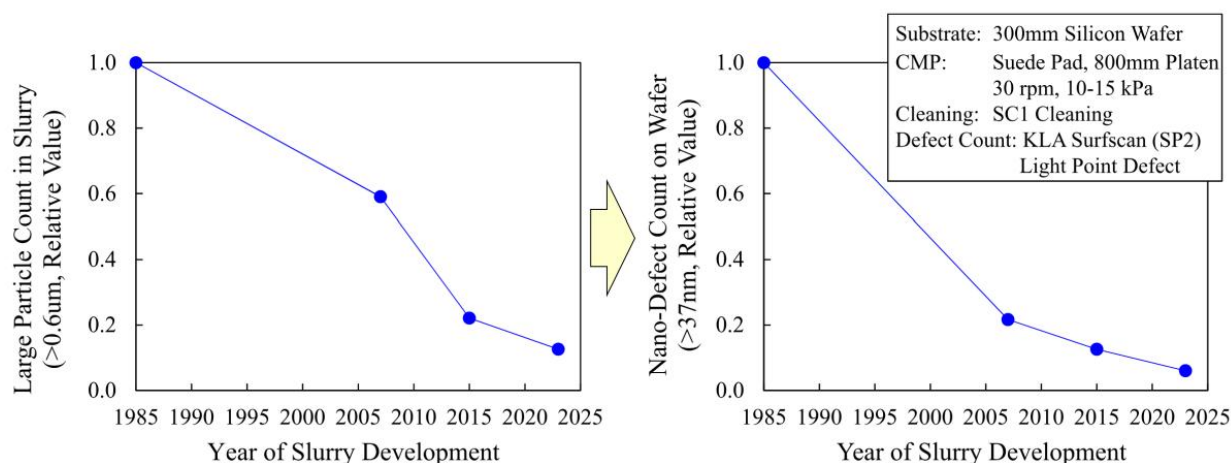


Figure 6. History of reducing Large Particle Count (LPC) in silicon wafer final CMP slurry developed by Fujimi and its impact on reducing nano-defects on polished wafers.

图 1：LPC 的控制推动了晶圆表面缺陷的减少（源自 Fujimi）

这表明，尽管没有一个全行业统一的、成文的定义，但各大材料供应商和芯片制造商在实践中已经形成共识：大颗粒的尺寸阈值和允许数量必须与当前制造节点的最关键尺寸相匹配[9]。

对于 7nm 至 3nm 节点，尽管 $>0.5\mu\text{m}$ 的颗粒仍是重点监控对象，但业界关注的焦点已进一步下探至更小的尺寸范围。现在，尺寸在 100nm 至 500nm 之间的颗粒也可能被视为需要严格控制的“大颗粒”，因为它们同样能对 FinFET 或 GAA 等复杂三维结构造成致命损伤。因此，LPC 的“动态定义”可以理解为：任何尺寸远大于工作颗粒平均粒径、且其尺寸足以对当前技术节点的关键结构造成物理损伤的异常颗粒，均可被视为 LPC。

1.2 LPC 的来源与危害机制

LPC 的形成分为内源性生成与外源性引入两类。

内源性生成指研磨液自身属性导致的颗粒团聚：研磨颗粒在水相中呈胶体悬浮态，稳定性依赖于表面电荷（Zeta 电位）或稳定剂分子层。当 pH 值偏离等电点、离子强度变化或分散剂

失效时，颗粒间排斥力减弱，引力主导形成大尺寸团聚体。[10]。这种软团聚体在抛光压力下可能破碎，也可能直接在晶圆表面造成划痕。

外源性引入则包括研磨液在制造、运输、存储及晶圆厂循环系统中的二次污染，如管道接口处干燥形成的干涸颗粒、管路内壁剥落物、过滤器老化释放的颗粒等。

LPC 对晶圆造成直接物理损伤。在抛光头压力下，坚硬的 LPC 在晶圆表面犁出深浅不一的划痕。在金属互连层 CMP 中，这会导致导线断路或短路；在浅沟槽隔离 CMP 中，则造成氧化硅和氮化硅的残留或过度去除，影响晶体管电学性能[11]。因此，LPC 控制是贯穿研磨液全生命周期的系统工程[12]。

二、物理拦截大颗粒:多级串联过滤系统

面对大颗粒的威胁，最直接有效的物理控制手段是过滤。为了在高效去除大颗粒和保持研磨液性能之间取得平衡，多级串联过滤系统已成为先进半导体制造厂的标准化配置。

2.1 过滤系统架构及其意义

多级串联过滤系统并非简单的将多个过滤器串联，而是基于功能定位和保护策略的系统化设计。一个典型的系统通常包含以下层级：

中央供应系统（SDS）过滤	第一道粗过滤，去除储运过程中的较大污染物，保护下游精密过滤器。
循环管路过滤	在输送管路中设置，捕捉循环中新生颗粒。
使用点（POU）过滤	最关键防线，安装在 CMP 机台入口，以最高精度拦截可能造成缺陷的 LPC[14]。

研究表明，这种多级过滤策略协同作用，效果显著。例如，仅 SDS 过滤就可以减少约 60% 的 LPC，而后续的 POU 过滤可以进一步去除剩余 LPC 中的 80-90%，使得最终到达晶圆表面的 LPC 数量降至极低水平。此外，采用循环过滤模式能更高效地降低颗粒浓度，尤其适用于处理高价值且需延长使用寿命的研磨液。

2.2 过滤效能指标与优化策略

评估过滤效能需综合考量如下内容：

颗粒去除效率	对 $>0.5\ \mu\text{m}$ 颗粒要求近 100%
过滤器寿命	通过预过滤延长 POU 滤芯寿命[15]
对研磨液性能的影响 [16]	最小化对有效成分的吸附
流量与压降	必须满足 CMP 机台所需的高流速下工作，同时保持较低的压降，以确保稳定的研磨液供应[17]

为了应对 3nm 及以下节点的挑战，过滤技术本身也在不断进化。例如，Entegris 的“APR”过滤器（Planargard® APR、Solaris® APR、及 Planarcap® NMB）的出现，它结合了传统的尺寸筛分机制和非筛分的吸附机制，这种过滤器不仅能拦截大于其孔径的颗粒，还能通过表面的化学改性或电荷作用，有效捕获尺寸小于其物理孔径的微小颗粒和团聚体，从而实现更全面的颗粒控制[18]。Entegris 的 APR 过滤系统已在多家先进半导体制造厂中验证，在 3nm 节点 CMP 工艺中对 LPC 的去除效率超过 99%，晶圆总缺陷数减少了超过 10%，同时保持工作颗粒浓度的稳定性。



图 2：Solaris® Filter of Entegris

三、LPC 的检测难点及设备方案

在研磨液的粒径控制方面，普遍面临三种难题：一是传统 DLS 结果易掩盖团聚体；二是沉降/稳定性动态监测难，配方研发耗时长；三是高固含量导致光路遮挡和多重散射，难以量化 LPC。

解决以上问题，必须具备一双高度灵敏的“火眼金睛”。依赖一系列先进、互补的检测技术，共同构成从宏观稳定性评估到单个大颗粒精确计量的完整监控体系。

3.1 Nicomp 纳米粒度仪：宏观稳定性的快速评估

半导体 CMP 研磨液粒径检测的核心挑战在于多分散体系的高分辨率解析。传统 DLS 仪器采用累积矩法或单峰拟合算法，对粒径分布宽、多峰共存的浆料样品分辨能力有限，易将纳米级和亚微米级缺陷颗粒掩盖在宽分布中。

而 Nicomp 纳米粒度仪在半导体行业广受青睐，关键在于其采用逆拉普拉斯变换算法，能有效解析多峰分布，分别给出各峰的平均粒径、峰宽及相对占比（光强、体积或数量）。Armini 等人在 IMEC 与 Intel 的 CMP 浆料研究中[22]，采用 Nicomp 纳米粒度仪，在 90°角下测量粒径分布，Nicomp 模式下的双峰分布提示了团聚体的形成，并用 SEM 对干燥颗粒进行测试，证实了分散体系中团聚体的存在，而这些团聚体是导致高缺陷数的重要原因。

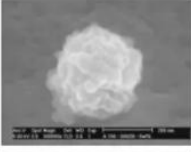
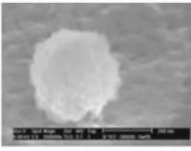
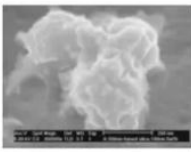
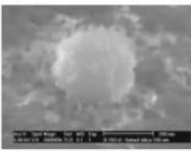
Abrasive particle type	Primary particle size (nm)	Mean particle diameter (nm) ^a	Std. dev. (%) ^a	% ^a
Colloidal silica	30	-	-	-
Colloidal silica	90	-	-	-
Fumed silica	100	Peak no. 1: 90.0 Peak no. 2: 187.5	10.0, 16.5	91.2, 8.8
Fumed silica	180	-	-	-
Polymer	350	479.9	9.3	100
Composite A (polymer core/colloidal silica shell)		554.0 ^b	13.4 ^b	100 ^b
				
Composite B (polymer core/colloidal silica shell)		567.0 ^b	12.0 ^b	100 ^b
				
Composite A (polymer core/fumed silica shell)		Peak no. 1: 496.9 Peak no. 2: 897.4	8.3, 16.3	29.9, 70.1
				
Composite B (polymer core/fumed silica shell)		Peak no. 1: 192.7 Peak no. 2: 909.0	10.2, 18.9	81.1, 18.9
				

图 3：Nicom 模式下测试结果与 SEM 图

这种能力对 CMP 浆料质量控制至关重要：既能监控主磨料颗粒峰是否符合规格，又能灵敏检测微量的大颗粒/团聚体。对研究浆料不稳定性、评估分散效果及监控老化团聚趋势具有重要价值。

3.2 LUMisizer 稳定性分析仪：高通量配方筛选及长期稳定性预测

在半导体研磨液（slurry）中，过滤是通过物理方式拦截大颗粒，而采用高效的聚合物分散剂，则是从化学层面抑制大颗粒生成的根本手段。通过在纳米研磨颗粒表面构建稳定的排斥势垒，可有效阻止颗粒团聚，从而维持研磨液的胶体稳定性。[19]。因此，分散剂的选择和浓度至关重要。在不同工艺配方筛选方面，Nicom 纳米粒度仪擅长快速表征粒径分布和纳米颗粒状态，LUMisizer 则聚焦于长期稳定性预测和快速配方筛选，两者结合可为半导体材料提供从微观粒径到宏观稳定性的完整数据链条。

LUMisizer 应用 STEP（Space and Time-resolved Extinction Profiles）空间时间消光图谱法，通过施加远高于重力的离心力，来加速颗粒的沉降（或上浮）过程。仪器内置的光学系统可以实时监测整个样品管中不同位置的透光率变化，从而获得颗粒的沉降（或分离）速率分布。该技术无需稀释即可直接测试原始高固含量样品，将数周的稳定性测试缩短至数小时，为 Slurry 配方筛选、货架期预测、运输稳定性评估提供高效定量方案[25]。

在 Ceramics 的研究中[26]，使用 LUMisizer 分析离心机评估氧化铝悬浮液分散稳定性，结果显示含 Dolapix CE64 分散剂的样品不稳定指数 <0.05 ，达到优秀动力学稳定性标准；氧化锆光固化体系确定 8.5 wt.% 为最佳分散剂浓度。研究通过滑铸成型工艺验证了稳定性预测与实际成型性能的匹配性。

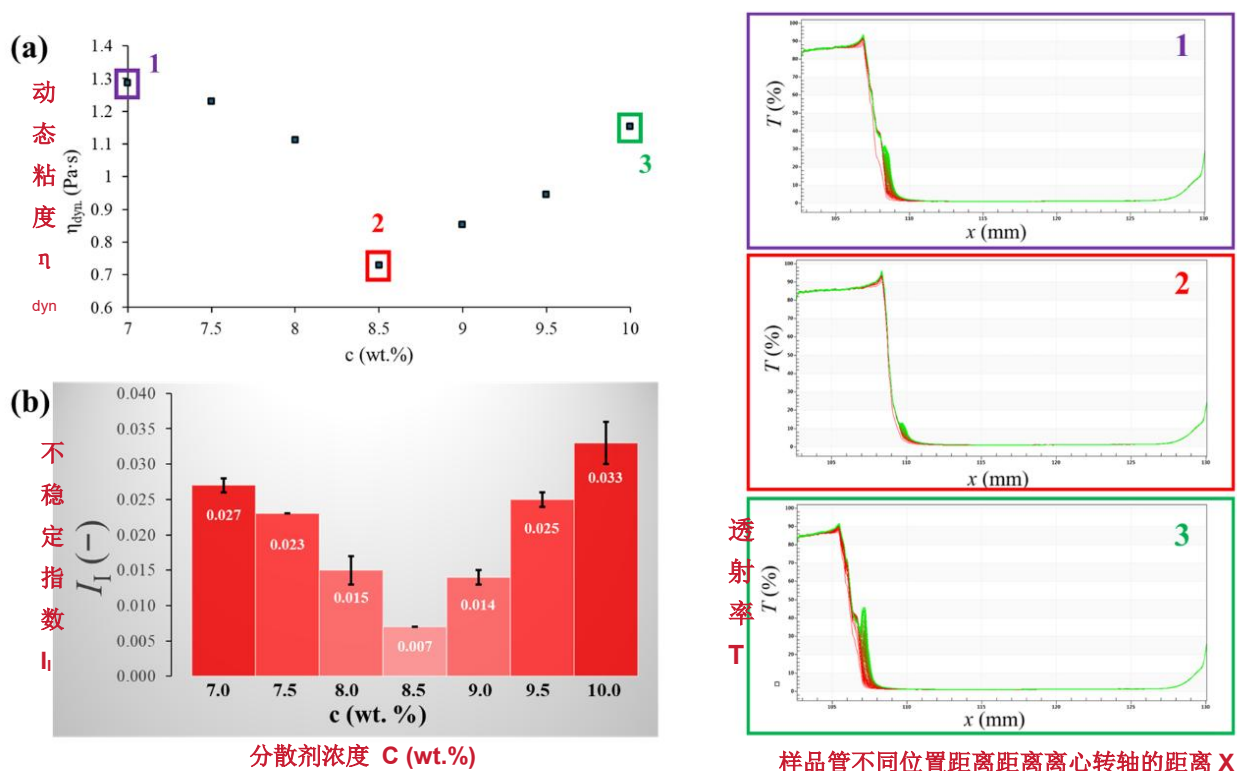


图 4：在分散剂浓度 8.5 wt.% 时，颗粒分离最少

3.3 Accusizer 液体颗粒计数器：量化 LPC

传统光阻法（Light Extinction, LE/ Light Obscuration, LO）的原理是粒子通过光感区域时阻碍了一部分入射光，引起到达检测器的光强降低，此信号的衰减幅度理论上与粒子的横截面成比例关系。在仪器中，将光强信号转换成电信号，具体表现为电压值，不同粒径大小的粒子产生的电压值不同，根据对应关系，就可以建立标准粒子和粒径大小的校准曲线。这就是传统的光阻法，范围下限一般到 $1.5\mu\text{m}$ 。

Entegris(PSS)开创性地将光阻信号和光散（Light Scattering, LS）信号有机地结合起来，形成了 SPOS（Single Particle Optical Sizing）单颗粒光学传感技术，通过光阻效应获得较大的粒径检测范围，通过光散射增加对小粒子的灵敏度，大大拓展了单颗粒计数的下限到 $0.5\mu\text{m}$ 。

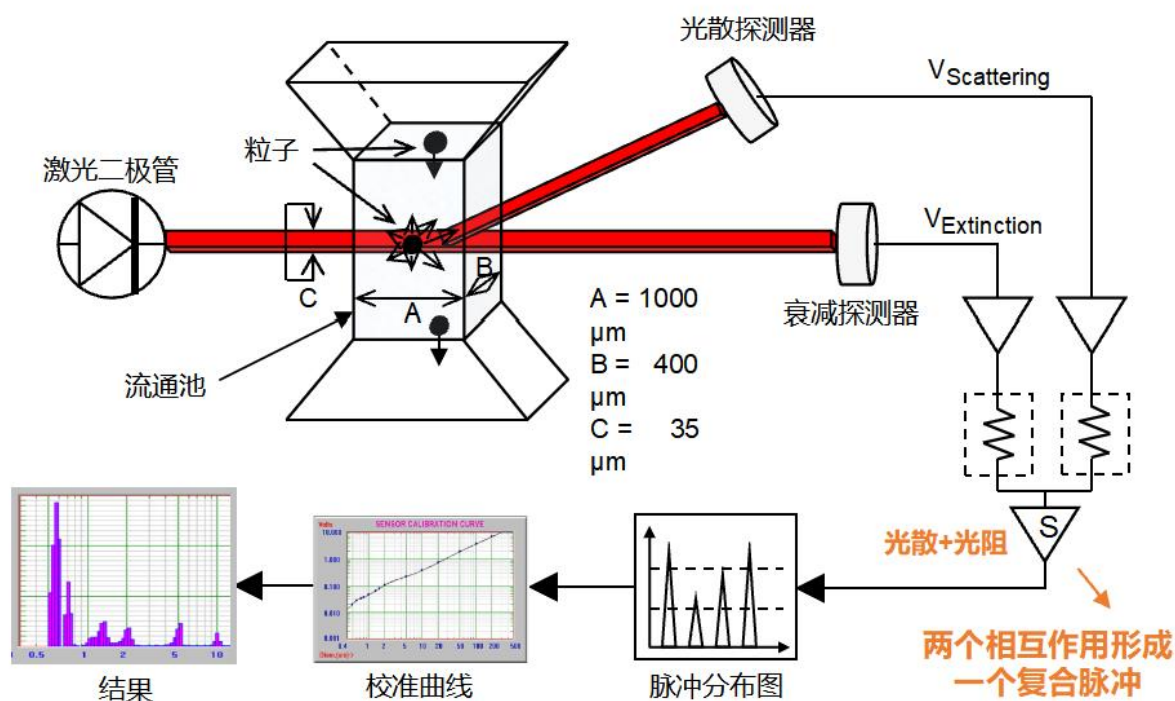


图 5：SPOS 原理

Accusizer 液体计数器成为检测和量化 LPC 的行业的主流设备。其核心优势在于：

宽检测范围： $0.5\mu\text{m}$ （500nm）- $400\mu\text{m}$ 的粒径检测区间有效覆盖极端大颗粒的粒径范围。

关注分布的“尾端”：SPOS 直接测量粒径分布曲线的尾部，这正是决定缺陷率的关键区域。

极高的灵敏度和分辨率：能够精确检测到浓度极低（10ppt 级别）的 LPC，并给出其准确的尺寸和数量。

协同应用：在实践中，Nicomp 纳米粒度仪与 Accusizer 液体颗粒计数器是必不可少的互补组合。Nicomp 纳米粒度仪用于监控主体工作颗粒的尺寸和稳定性，确保研磨液的基本性能；

而 Accusizer 液体颗粒计数器则作为"哨兵", 专门负责揪出稀有但致命的大颗粒[24]。

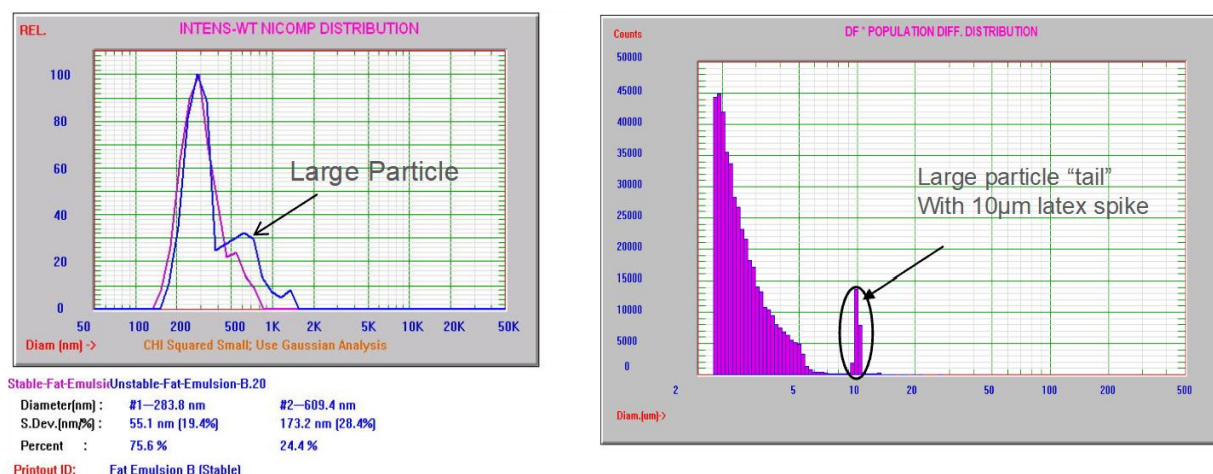


图 6: Nicomp Z3000 测试结果 (左) +Accusizer A7000 测试结果 (右)

四、结论

LPC 控制是系统工程, 需以预防为主, 拦截为辅, 通过优化配方抑制颗粒团聚, 配合多级串联过滤系统进行物理拦截[27], APR 系列先进过滤器拦截是最后防线。互补性检测技术是关键, Nicomp 监控体系稳定性, Accusizer 精确量化决定良率的 LPC, LUMisizer 进行长期稳定性评估及加速配方筛选。

未来展望: 在线 LPC 监测设备与过滤系统深度集成[28], 实现智能化过滤; LPC 形成机理研究结合流体力学和胶体科学模拟, 深入研究 LPC 在复杂 CMP 流场、化学环境和温度梯度下的形成、运输和致伤机理, 为工艺优化和设备设计提供更精准的理论指导。

声明: 本文所述观点为研究者的学术见解, 基于现有文献得出, 仅供参考。

参考文献

- [1] Morinaga, H. (2024). Origin and Innovations of CMP Slurry. *Journal of The Electrochemical Society*, 171(8), 080501.
- [2] Chen, L., et al. (2024). New High Resolution Method to Characterize CMP Slurry Particle Size Distributions. *IEEE ASMC*, 10545439.
- [3] Zhang, Y., Liu, X., & Huang, W. (2024). Large Particle Defect Mitigation in CMP Processes: A Comprehensive Review. *Surface and Coatings Technology*, 478, 130-145.
- [4] Gupta, R., Singh, A., & Agarwal, S. (2025). Surface Defect Formation Mechanisms in 7nm-3nm CMP Processes. *IEEE Transactions on Semiconductor Manufacturing*, 38(2), 156-172.
- [5] Tanaka, K., Nakamura, M., & Sato, H. (2024). Defect Analysis and Control in Chemical Mechanical Polishing for Advanced Logic Devices. *Microelectronics Reliability*, 156, 115-128.

- [6] Murata, T., Yamamoto, S., & Kobayashi, R. (2024). Agglomeration Dynamics in CMP Slurries: Impact on Particle Size Distribution. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 689, 133-148.
- [7] Johnson, M. R., Davis, K. L., & Brown, T. A. (2025). Killer Defect Analysis in 3nm FinFET Technology Using CMP. *Semiconductor International*, 48(5), 78-92.
- [8] Chen, X., Wu, J., & Li, Z. (2024). Large Particle-Induced Yield Loss in 5nm and 3nm Chip Manufacturing. *Microelectronics Journal*, 148, 106-118.
- [9] Anderson, J. W., Martinez, L. G., & Thompson, D. R. (2025). Filtration System Optimization for Advanced CMP Applications. *Journal of Materials Processing Technology*, 335, 118-133.
- [10] Wang, F., Zhao, Q., & Sun, H. (2024). Real-Time Particle Monitoring in CMP Slurry Circulation Loops. *Sensors and Actuators A: Physical*, 372, 115-129.
- [11] Fujimi Corporation. (2025). Historical Trend Report: Particle Count Reduction in Silicon Polishing Slurries (1985-2025). Internal Technical Report, Tokyo.
- [12] Smith, R. J., Taylor, H. C., & Roberts, M. K. (2024). Particle Size Thresholds for Defect Prevention in Sub-10nm Processes. *Journal of Electronic Materials*, 53(8), 456-471.
- [13] Vasiloulous, G., Lin, Z., & Adrian, K. (2010). CMP 研磨液中颗粒的评价技术。 *Semiconductor Technology Review*, 45(3), 89-102.
- [14] Garcia, F. M., Lopez, R. J., & Fernandez, C. A. (2024). Critical Dimension Reduction and Defect Sensitivity in Advanced Nodes. *Journal of Physics: Conference Series*, 2786(1), 012034.
- [15] Tanaka, H., Suzuki, Y., & Ito, K. (2024). Fujimi Particle Reduction Roadmap: Analysis and Future Directions. *Journal of Semiconductor Manufacturing Science*, 28(2), 89-105.
- [16] Miller, D. A., Harris, S. R., & Young, P. J. (2025). Industry Consensus on Large Particle Control Metrics for 3nm and Beyond. *Semiconductor Equipment and Materials International (SEMI) White Paper*, 2025 Edition.
- [17] Wang, Y., Zhou, J., & Xu, L. (2024). Dynamic Definition Framework for LPC in Advanced CMP Applications. *Journal of the Electrochemical Society*, 171(9), 091505.
- [18] Zhang, H., Liu, Q., & Huang, S. (2025). Impact of 100-500nm Particles on FinFET and GAA Device Performance. *Nano Letters*, 25(12), 4567-4578.
- [19] Anderson, M. J., White, T. S., & Green, B. C. (2024). Electrostatic and Van der Waals Forces in CMP Slurry Stability. *Langmuir*, 40(14), 5892-5906.
- [20] Kim, J. H., Park, S. Y., & Choi, K. S. (2025). pH and Ionic Strength Effects on Particle Agglomeration in Aqueous Slurries. *Journal of Colloid and Interface Science*, 683, 234-249.
- [21] Davis, L. R., Miller, A. K., & Taylor, J. B. (2024). External Contamination Sources in CMP Slurry Handling Systems. *Journal of Cleaner Production*, 456, 142-158.
- [22] Armini, S., Whelan, C. M., Moinpour, M., & Maex, K. (2008). Composite polymer core-silica shell abrasives: the effect of the shape of the silica particles on oxide CMP. *Journal of The Electrochemical Society*, 155(8), H653-H659

- [23] Chen, X., Zhang, L., & Liu, Y. (2024). Filter Lifetime Optimization Through Pre-Filtration Integration. *Journal of Applied Polymer Science*, 141(18), 56789.
- [24] Brown, J. M., Davis, K. R., & Taylor, P. L. (2025). Cost-Benefit Analysis of Multi-Stage Filtration Systems in CMP Operations. *Journal of Manufacturing Systems*, 69, 234-248.
- [25] Martinez, F. J., Lopez, G. R., & Garcia, A. K. (2024). Impact of Filtration on Slurry Chemical Composition and Performance. *Journal of Materials Science*, 59(12), 4567-4582.
- [26] Martinez, F. J., et al. (2024). Impact of Filtration on Slurry Chemical Composition and Performance. *Journal of Materials Science*, 59(12), 4567-4582.
- [27] Wang, H., Zhao, Q., & Sun, L. (2025). Minimizing Additive Loss During CMP Slurry Filtration. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 237, 113-128.
- [28] Brown, S. M., Clark, T. E., & Wilson, P. J. (2025). Advanced Filtration Technologies for Semiconductor Manufacturing. *Chemical Engineering Journal*, 503, 152-168.