

研磨液生命周期监控系统—从生产设备到 CMP 产线的一体化解决方案

一、CMP 流程概述

在半导体制造中，化学机械抛光（CMP）工艺用于去除晶圆表面的多余材料，实现全局平坦化，以满足后续光刻、刻蚀等工艺的要求。CMP 工艺的效率和质量直接依赖于抛光液（Slurry）的性能，尤其是其中的大颗粒污染物（LPC）。LPC 的存在可能导致晶圆表面划痕、缺陷增加，甚至影响器件的电学性能。因此，控制 Slurry 中 LPC 的数量是确保 CMP 工艺成功的关键。

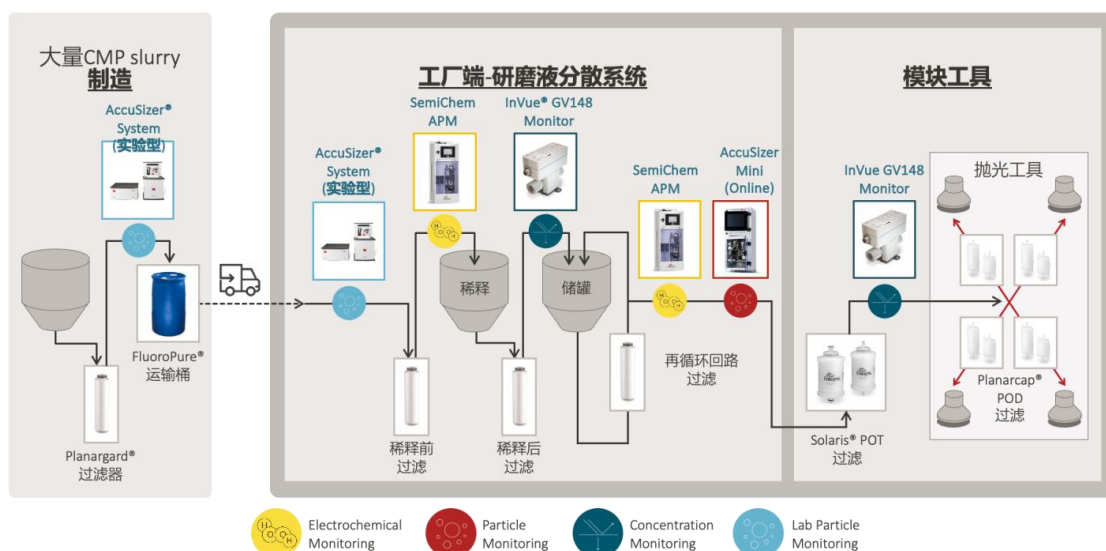


图 1. CMP Slurry 的流程图

1.1 LPC 的来源

Slurry 中的 LPC 可能来源于以下几个方面：

- 原材料杂质：原材料中未充分分散的大颗粒或杂质直接进入 Slurry。
- 制造与传输污染：生产设备、管道或储存容器中的污染物可能混入 Slurry。

- 化学反应生成：在 Slurry 配制过程中，某些化学反应可能生成不溶性的大颗粒沉淀物。
- 颗粒聚集：Slurry 中的纳米级颗粒在 pH 变化、温度变化或机械搅拌等条件下可能发生聚集，形成较大颗粒。
- 存储与老化：在长期存储过程中，颗粒可能发生沉降和聚集，导致 LPC 增加。

如下举了在 CMP slurry 的制备、存储以及终端使用过程中的传输 3 个例子已做说明，具体情况已汇总至表 1 中。[1][2]

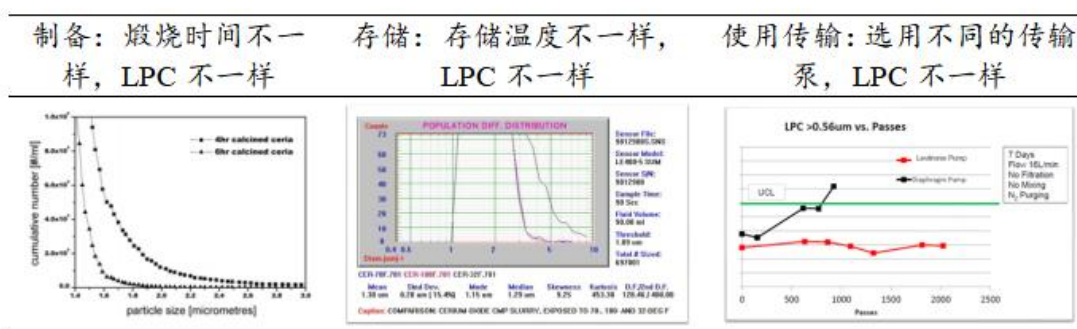


图 2. LPC 的来源举例（制备、存储、使用传输）

1.2 LPC 对 CMP 工艺的影响

➤ 表面平整度和缺陷

CIMP 的核心目标之一是实现晶圆表面的平整度，以满足后续工艺的要求。研磨液中的大颗粒容易在抛光过程中造成晶圆表面划痕，导致表面缺陷的产生这些缺陷不仅影响器件的电性能,还会在后续的工艺步骤中引发更多问题。因此，严格控制研磨液中的大颗粒数量，降低 IPC，对于提高晶圆表面平整度和减少缺陷至关重要。

➤ 抛光速率和均匀性

研磨液中的大颗粒还会影响 CMP 过程中的抛光速率和均匀性。大颗粒在抛光过程中会导致局部压力增大，使得抛光速率不均匀，从而影响整个晶圆表面的抛光均匀性。这种不均匀性会导致晶圆不同区域的厚度差异，进而影响器件的性能和可靠性。因此，控制 IPC，确保研磨液中大颗粒的数量在合理范围内，对于保持抛光速率和均匀性至关重要。

➤ 设备和材料损耗

CMP 工艺不仅涉及晶圆的抛光，还包括抛光垫、研磨液供给系统等设备的使用。研磨液中的大颗粒容易在抛光过程中对抛光垫造成损伤，增加设备的维护和更换成本。此外，大颗粒还可能导致研磨液供给系统的堵塞，影响工艺的连续性和稳定性。因此，降低 IPC，不仅有助于提高晶圆的抛光质量，还能减少设备和材料的损耗，降低生产成本。

如下是 LPC 对晶圆表面划痕的影响。^[1] 由图可知，最左侧图为采用两种不同 EDA 添加剂含量的 Slurry 进行 CMP 工艺，其抛光后的晶圆上的划痕数以及 SEM 谱图。其中 (a) 无 EDA 添加剂；(b) EDA 添加剂含量为 0.02 wt%。可以看到 EDA 添加后，其抛光后的划痕更少。中间图为采用不同 EDA 添加量的 CMP slurry 进行抛光时，其划痕的数量。由图中可知，随着 EDA 添加量的增加（从 0.05 wt% 添加至 0.5 wt%），抛光后晶圆上的划痕不断降低。最右侧图为不同 EDA 添加量的 CMP slurry 的 LPC 含量。对比中间谱图及最右侧谱图可以知，LPC 与抛光后晶圆的划痕为正相关。

综上，对于 CMP slurry 中的 LPC 进行控制是非常必要的。

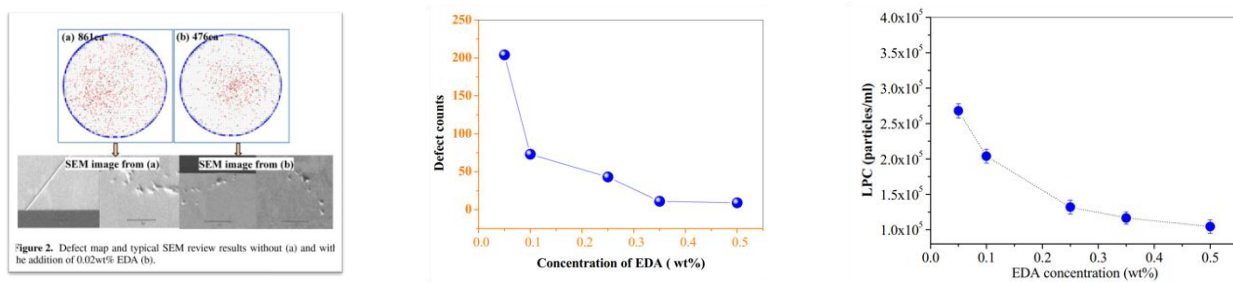


图 3：LPC 对晶圆表面划痕的影响

二、Slurry 从生产到 POU 使用端的全流程 LPC 控制的难点

➤ 要求对少数尾端大粒子进行计数量化

少数大颗粒的存在会显著影响 slurry 的性能，尤其是在半导体制造中，尾端大粒子 (Tailing particles) 可能导致设备损坏或产品缺陷。因此，检测少量大粒子的存在并进行准确计数和量化非常重要。但这些大颗粒的浓度极低，在检测时容易被忽视，或与背景噪音混淆。

➤ CMP slurry 中 LPC 的浓度高，且在不同阶段浓度变化大

Slurry 的浓度通常非常高，这导致颗粒之间的相互干扰增加，影响测量的准确性。浓度高的 slurry 会导致多散射现象，这使得光学检测方法（如动态光散射 DLS）的数据解读更加复杂。此外，高浓度还可能导致颗粒在测量过程中发生聚集，进一步影响检测结果。对于 SPOS 单颗

粒传感技术而言，其宗旨是确保颗粒一颗颗进行计数，从而确保其分辨率和准确性。对于高浓度的 CMP slurry 而言，其在经过 SPOS 传感器时也要确保颗粒浓度在合适范围，避免将多个颗粒当成一个颗粒进行计数。另外，搭配不同的稀释系统，可以实现对不同浓度的 CMP slurry 中 LPC 的监测。

➤ 不同的 slurry 性质不同，检测的方法也有所不同

不同种类的 slurry 具有不同的化学和物理特性，这使得标准化的检测方法难以满足所有情况。例如，氧化铈（Cerium oxide）slurry 具有较高的粘度，这使得颗粒在溶液中的稳定性下降，导致检测数据的波动性增大。此外，粘性大的 slurry 更容易在检测设备中形成堵塞，增加了操作的难度。

三、Slurry 从生产到 POU 使用端的全流程 LPC 控制点及解决方案

从 slurry 生产到 POU（Point of Use，使用端）的全流程 LPC（Large Particle Count，大颗粒计数）控制是一个系统化的解决方案，旨在通过一系列检测和控制手段，确保在 CMP（化学机械抛光）工艺中使用的 slurry 中大颗粒的数量被严格控制在最低限度。

下面，我们将详细介绍从 Slurry 生产到 POU 使用端的全流程 LPC 控制方案，结合实际应用案例，展示如何通过一体化解决方案提高 CMP 工艺的稳定性和良率。

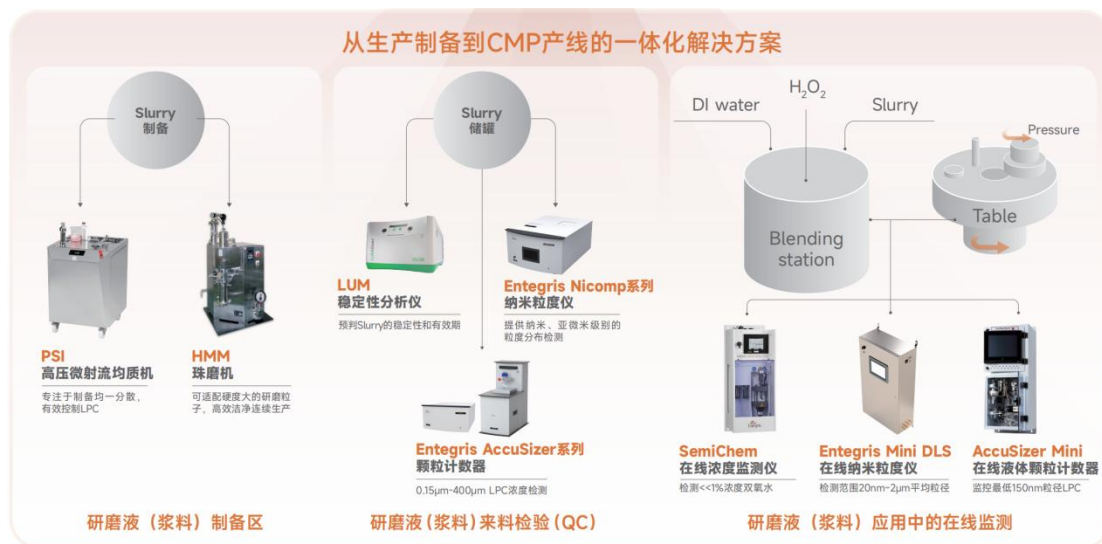


图 4：研磨液生命周期监控系统示意图

3.1 抛光液磨料粒度控制

磨料的粒径大小、硬度、粒径分布均匀性等因素对抛光研磨去除率起着重要作用。在对抛光液的磨料粒径进行考察时，主要评估其平均粒径大小，大颗粒、小颗粒浓度等指标。

➤ HM&M 珠磨机

HM&M 珠磨机是通过研磨珠与物料的高剪切和高碰撞力将物料尺寸粒径磨小并更好的分散。通过不同的研磨珠子粒径、填充率及研磨频率可适用不同配方样品的研磨要求，从而快速达到要求的粒径。



图 5: HM&M APEX LABO (桌面实验型)



图 6: HM&M 生产型

- 实验室研究工作用的珠磨机，50cc、100cc 和 150cc 三种容量可供选择。(Apex Labo 实验型)
- 无筛网设计，没有物料堵塞风险，运行平稳，无累积压力，无压力损失。
- 可处理高粘度浆料
- 可使用最小 15um, 最大 0.5mm 研磨珠，一台设备满足大多数物料研磨和分散需求。

3.2 平均粒径检测

CMP Slurry 平均粒径的大小决定了整体抛光液的水平，用于确认是用于“粗抛”或“精抛”工序。在一定范围内，同类抛光液，在质量浓度相同的情况下，磨料的粒径越大，机械去除性能越好，但是由于磨料粒径的增加则同样质量下磨料颗粒的数量降低，抛光研磨效果只在一定范围内随粒径增加呈增长趋势”。一般而言，抛光液平均粒径大则用于“粗抛”工序，平均粒径小，则用于“精抛”工序。

- Nicomp 纳米激光粒度仪系列

Nicomp 系列纳米激光粒度仪采用动态光散射原理检测分析样品的粒度分布，基于多普勒电泳光散射原理检测 ZETA 电位。



图 7: Nicomp N3000 系列

- 粒径检测范围 0.3nm-10 μ m，ZETA 电位检测范围为 $\pm$ 500mV
- 搭载 Nicomp 多峰算法，可以实时切换成多峰分布观察各部分的粒径。
- 高分辨率的纳米检测，Nicomp 纳米激光粒度仪对于小于 10nm 的粒子仍然现实较好的分辨率和准确度。

3.3 小粒子和尾端大粒子浓度检测

目前，CMP 用 Slurry 的磨料粒径为纳米级别或亚微米级别。随着芯片制程工艺的不断更新，线宽不断降低，CMP 用 Slurry 的平均粒径也随之降低，而粒径降低，表面能增大，更易团聚形成大颗粒，抛光液磨料中“大颗粒”浓度较高时，这些过大的颗粒易在 CMP 过程对晶圆表面造成划痕，从而降低良率。而当抛光液中过小的颗粒浓度过高时，这部分颗粒的存在虽不会造成晶圆表面划痕，但过小的颗粒研磨效率较低，且易于残留在晶圆表面，影响晶圆表面洁净度。

➤ AccuSizer 颗粒计数器系列

AccuSizer 系列在检测液体中颗粒数量的同时精确检测颗粒的粒度及粒度分布，通过搭配不同传感器、进样器，适配不同的样本的测试需求，能快速而准确地测量颗粒粒径以及颗粒数量/浓度。



图 8: AccuSizer A7000 系列

- 检测范围为 0.5 μm -400 μm （可将下限拓展至 0.15 μm ）；
- 0.01 μm 的超高分辨率，AccuSizer 系列具有 1024 个数据通道，能反映复杂样品的细微差异，为研发及品控保驾护航；
- 灵敏度高达 10PPT 级别，即使只有微量的颗粒通过传感器，也可以精准检测出来。

3.4 稳定性分析检测

由于抛光液的均一性及稳定性程度对抛光效果有很大影响，因而，最终配制成的抛光液须分散均匀，在规定时间内不能产生沉淀、团聚，以及分层等问题”。当前抛光液的稳定性可以通过平均粒径大小、粒径分布宽窄、尾端大颗粒浓度、Zeta 电位绝对值等观察，长效稳定性可通过离心加速进行评估。

➤ LUM 稳定性分析仪

Lum 稳定性分析仪可以直接测量整个样品的分散体的稳定性，检测和区分各种不稳定现象，如上浮、絮凝、聚集、聚结、沉降等，通过测量结果可用来开发新的配方和优化现有的配方及工艺。



图 9: LUM 稳定性分析仪

- 快速、直接测试稳定性，无需稀释，温度范围宽广。
- 可同时测 8 个样品，测量及辨别不同的不稳定现象及不稳定性指数。
- 加速离心，最高等效 2300 倍重力加速度。

3.5 在线 LPC 监控

先进制程下 CMP 研磨液循环输送时易瞬时团聚、滤芯破损造成 LPC 突增，传统离线取样滞后，难以及时预警批量缺陷。高浓度浆料微量大颗粒检测难度大，亟需实时监测手段。在线 LPC 监控可全程捕捉动态颗粒变化，联动产线系统提前拦截风险，补齐全流程质控短板。

➤ AccuSizer Mini 在线颗粒计数器

AccuSizer® Mini 在线液体颗粒计数器，不仅能根据客户需求灵活匹配功能模块进行在线颗粒监测，还具备 LE400、FX 和 FX Nano 等多种传感器选项，以应对不同检测范围和浓度需求。最小可实现对 150nm 的例子进行量化计数。

借助单颗粒光学传感技术（Single Particle Optical System, SPOS），该系列产品能够高精度地检测远离主峰的几个 ppt 水平标准差的 LPC 分布，并快速统计数十万个粒子，为生产过程提供真实可靠的数据支持。计数效率最高为 10^6 颗/s。



图 10： AccuSizer Mini 在线颗粒计数

针对研磨液（Slurry）浓度极高的特点，AccuSizer Mini 系列在线液体颗粒计数器可配置原液进样、一步稀释、二步稀释模式，适应多种样品类型。其自动化样品混合仓和传感器清洗功能确保了数据的准确性和一致性。

AccuSizer Mini 专为工业生产线设计，可通过 PLC 设备与企业 LIMS 系统集成，实现高效控制和监控。

3.6 在线浓度检测

双氧水（ H_2O_2 ）作为 CMP 研磨液（Slurry）中的核心氧化剂，其浓度的精准监测如同精密齿轮间的润滑剂，对抛光效果和良品率起着决定性作用。 H_2O_2 在 CMP Slurry 中扮演着氧化剂的角色，与晶圆表面材料发生化学反应，生成易于去除的软化层，从而加速抛光过程并提高表面质量。然而， H_2O_2 具有不稳定性，容易在光照、加热或存在催化剂的条件下分解，生成水和氧气。这种分解反应会改变 Slurry 的组成，进而影响抛光效果。因此，实时监测 H_2O_2 浓度对于维持 CMP 工艺的稳定性与高效性至关重要。

➤ SemiChem 在线浓度计

SemiChem 在线滴定仪凭借其卓越的高灵敏度、稳定性与灵活性，在 CMP Slurry 中 H_2O_2 浓度监测领域脱颖而出，成为全球众多晶圆厂的不二之选，为半导体制造的高精度需求提供了

坚实的技术保障。



图 11: SemiChem 200 Series 照片

- 超高灵敏度：低浓度检测的先锋
 - 卓越稳定性：可靠生产的守护者
 - 超强灵活性：无缝集成的便捷之选
 - 实时在线监测与反馈
 - 丰富案例：行业标杆的不二之选
- 应用效果与价值：为生产效率和经济效益保驾护航

3.7 过滤

过滤是在 CMP Slurry 制备及使用过程中都非常重要的一道工序，用于除去 CMP Slurry 中的杂质和尾端大颗粒。在实际应用中，过滤涉及的工况复杂多样，有在 Facility 阶段高浓度高流速、低浓度高流速的状态，也有在 Point of Use 阶段的低浓度低流速阶段，Entegris 具有多年服务于半导体 CMP 工艺经验，提供不同状态的过滤方案。

➤ Entegris 滤芯

Entegris-Anow 是一家高分子微孔膜过滤企业，专业从事 MCE、Nylon、PES、PVDF、PTFE 等（膜孔径为 $0.03\mu\text{m}$ ~ $10\mu\text{m}$ ）微孔膜的研发及生产，具有二十多年服务与医药客户经验，并为全球生物制药、医疗器械、食品饮料、实验室分析、微电子及工业等领域的客户提供过滤、

分离和净化解决方案。



图 12: Entegris 滤芯

半导体先进制程对 CMP 抛光液洁净度的管控标准持续收紧，LPC 大颗粒管控早已不再是单一工序的单点管控需求，而是覆盖研磨液全生命周期的系统性工程。本文介绍的一体化监控解决方案，整合分散均质设备、离线实验室分析仪器、产线在线监测单元与分级过滤耗材，完整覆盖浆料制备、仓储、输送、终端抛光全流程关键质控节点，精准捕捉微量尾端大颗粒、实时追踪氧化剂浓度变化、预判浆料存储失效周期。

依靠高精度检测设备与自动化在线监控能力，系统可提前预警浆料团聚、污染超标等异常，从源头减少晶圆表面缺陷，降低抛光垫、输送管路损耗。面对未来更小线宽芯片制造的严苛工艺要求，全流程研磨液生命周期监控体系将持续为 CMP 工艺稳定运行、晶圆良率提升提供可靠技术支撑。

参考文献：

- [1] Kim S.-K. et al, Effect of calcination time on the physical properties of synthesized ceria particles for the shallow trench isolation chemical mechanical planarization process, Journal of Ceramic Processing Research. Vol. 7, No. 1, pp. 53~57 (2006)
- [2] Bridger, P, Challenges of Slurry Distribution System Simulation for Fumed Silica Based Slurry.