**DOI**: 10. 3969/j. issn. 0254 - 0150. 2014. 02. 011

### 雾化施液 CMP 工艺及材料去除机制研究\*

王 陈 李庆忠 朱 仌 闫俊霞

(江南大学机械工程学院 江苏无锡 214122)

摘要:介绍通过雾化供液方式进行化学机械抛光(CMP)的工作原理以及试验装置设计,通过雾化供液抛光工艺试验考察该方法的抛光效果,分析其材料去除机制。结果表明,雾化施液 CMP 方法的抛光浆料利用率高,在达到去除率为 257.5 nm/min,表面粗糙度小于 3.8 nm 的抛光效果时,雾化抛光液消耗量仅为 350 mL。雾化抛光材料去除机制是表面材料分子级氧化磨损去除,即通过抛光液中氧化剂的化学作用使表面原子氧化并弱化其结合键能,通过磨粒的机械作用将能量传递给表面分子,使表面分子的能量大于其结合键能而被去除。

关键词: 雾化施液; CMP; 工艺试验; 材料去除机制

中图分类号: TH1117.1 文献标识码: A 文章编号: 0254-0150 (2014) 2-056-5

# Removal Mechanism and Processes in Atomized Slurry Applied CMP

Wang Chen Li Qingzhong Zhu Bing Yan Junxia

(College of Mechanical Engineering Jiangnan University Wuxi Jiangsu 214122 China)

Abstract: Principles of operation and design of experimental devices of atomized slurry applied CMP were introduced. The polishing effect of atomized slurry applied chemical mechanical polishing (CMP) was investigated by the processing tests and the material removal mechanism was analyzed. The results show that the atomized slurry applied CMP method has high slurry using efficiency and the consumption of atomized slurry is only 350 mL when realizing the polishing effect of silicon surface roughness less than 3.8 nm at the material removal rate of 257.5 nm/min. The material removal mechanism of atomized slurry applied CMP is the molecular-scale removal of the oxidative wear that is oxidizing the surface atoms and weakening its bonding energy by the chemical function of the oxidizing agent in the polishing atomized liquid, and transferring the energy to the surface molecules by mechanical function of the abrasive particles thus they will be removed when their energy are greater than that of the bonds.

Keywords: atomized slurry; CMP; processing tests; material removal mechanism

化学机械抛光(Chemical mechanical polishing, CMP)是 20 世纪 90 年代兴起来的一种综合利用机械和化学作用对工件表面进行抛光的技术,主要通过纳米磨粒磨削作用和浆料的化学腐蚀作用使被研磨的介质表面达到光滑无损伤的平整度要求 $^{[1-2]}$ 。某些应用领域超精密加工技术已经延伸到纳米尺度范围,其加工精度已经接近纳米级,表面粗糙度 Ra 已经达到  $10^{-1}$  nm 级  $^{[3]}$ 。CMP 被公认为几乎是唯一可以实现全局平坦化的表面加工技术,近年来随着 IC 制造业的发展 CMP 材料去除机制已经成为研究的热点及核心。虽然 CMP 机制研究已经深入到原子分子尺寸量级,

\* 基金项目: 国家自然科学基金项目 (51175228).

收稿日期: 2013-06-25

作者简介: 王陈 (1988—), 女,硕士研究生,研究方向为摩擦学和表面工程. E-mail: chen8028@126.com.

但由于微观交互影响的复杂性、检验观测设备的局限性等,依然没有能够充分解释界面物理化学效应、原子级微量去除的微观力学行为,化学机械抛光材料去除机制的研究成果目前并不能有效指导 CMP 的实际应用。此外,传统 CMP 存在抛光浆料利用率低 (CMP 浆料、抛光垫、修整盘等耗材的成本占 CMP 总成 本的 70% 左右,而抛光浆料的成本就占耗材的  $60\% \sim 80\%^{[4]}$ )、大粒径的硅溶胶( $50 \sim 70$  nm)及速率促进剂造成抛光液流动性差、抛光后产物不能及时脱离硅片表面,导致腐蚀坑微缺陷密度大等问题 [5]。

针对传统化学机械抛光存在的纳米磨料粒子易团聚<sup>[6]</sup>,抛光垫表面磨粒分布不均匀<sup>[47]</sup>,被抛工件表面残留浆料不易清洗<sup>[8]</sup>,抛光液成本高、利用率低,浆料废液污染环境等问题,本文作者通过对国内外超

精密平整化加工技术的研究状况和发展趋势的分析,针对硬脆材料表面平整化加工中存在的共性科学和技术问题,提出了雾化施液化学机械抛光硬脆材料的方法。雾化抛光具有抛光液用量少、抛光效果好、磨粒团聚少和界面接触形式简单等优点<sup>[9]</sup>,深入分析雾化施液 CMP 的微观去除机制具有重要的理论价值和现实应用意义。

#### 1 雾化施液 CMP 工艺

雾化施液 CMP 方法是在传统化学机械抛光的基 础上增加抛光机密封装置,通过超声波雾化发生器使 界面上原来以大量流体方式出现的抛光液发生控频超 声精细雾化,形成索太尔直径为5~15 μm 的均匀微 米级雾液; 通过空气压缩机对密封装置内部进行抽 气,使密封装置内部气压低于外部大气压从而产生负 压,通过该负压作用将雾化抛光液导入到抛光界面。 由于强吸附、强活性和界面间的高性能均匀化学作 用,雾化抛光液在基片表面反应生成剪切强度较低的 均匀覆盖膜,表面材料通过磨粒和抛光垫的机械作用 去除,形成光滑无损伤超精纳米级表面,实验系统原 理如图1所示,其中导液加压一体装置如图2所示。 该方法将雾化施液和工件加压融合于一体,改变了加 压装置与施液装置分布在工作台两处单独工作的现 状,缩短了雾化液接触工件的距离,扩大了雾化液在 传输装置里的缓冲空间,增加了雾化液接触被抛工件 表面的机会,提高了雾化抛光液的附着率。由于固液 相和超声振动作用,微米级雾化液集聚较少的磨料粒 子(直径为15~30 nm),从而避免了大量磨料粒子 团聚造成抛光表面划伤这一传统 CMP 痼疾; 同时由 于高比表面积的微米尺度的抛光雾液在抛光界面上的 快速吸附作用、高活性的氧化作用,化学反应速度和 强度远远大于流体形式施液的传统 CMP 方法,使材 料表面粗糙度、表层/亚表层损伤和材料去除率之间 的矛盾得以缓解甚至解决。

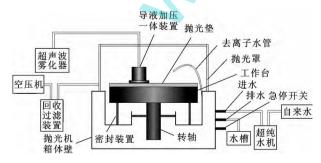


图 1 雾化施液 CMP 实验系统原理图

Fig 1 Schematic diagram of atomization slurry applied CMP

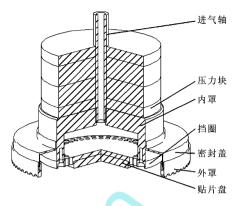


图 2 导液加压一体装置结构图

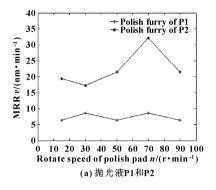
Fig 2 Structure diagram of transmitting and pressuring combined device

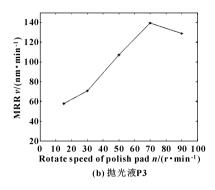
#### 2 雾化施液 CMP 试验研究

将 UL-1502 型化学机械抛光机按如上所述改造成 雾化施液 CMP 设备进行雾化施液 CMP 实验。以 20 mm × 20 mm × 0.7 mm 的 100 型单晶硅研磨腐蚀片为 试样,试验用水为电阻率为  $18.24 \text{ M}\Omega$  的去离子水。 试验用抛光液共4种: 抛光液 P1 为不加任何化学成 分的纯去离子水; 抛光液 P2 为去离子水中加必要的 化学试剂,不添加任何磨粒; 抛光液 P3 为由去离子 加水白炭黑和硅溶胶经搅拌混合而成,不添加任何化 学试剂,为纯磨粒抛光液,其中 SiO。磨粒的质量分 数为 35%; 抛光液 P4 为含有全部组分的试验用标准 抛光液,其中SiO。磨粒的质量分数为35%。抛光基 本参数设置为: 压力 34.5 kPa, 抛光垫转速 50 r/min,雾化抛光液流量70 mL/min,抛光时间5 min。 试验环境为1000级超净实验室,温度为20℃左右。 抛光后用去离子水在雾化设备上净抛 2 min, 然后再 次用去离子水冲洗 1 min,最后用吹风机吹干。检测 仪器为 XS205 DualRange 型超精密分析天平和 CSPM5000 系列扫描探针显微镜系统。

试验所得 4 种抛光液的材料去除率曲线如图 3 所示,抛光垫及抛光液各组分的材料去除率及其所占比重如表 1 所示。从图 3 (a) 可看出,当仅用去离子水进行抛光时,抛光垫的材料去除率很低,小于 10 nm/min,且其去除率并不随抛光垫转速的增加而增加; 当采用含有化学试剂的去离子水抛光时,材料去除率有所增加,但最大去除率依然很低,小于 35 nm/min; 图 3 (b) 显示了磨粒的机械磨损作用对硅片表面材料去除率的影响,当抛光垫转速为 70 r/min时,材料去除率达到最大,为 139.5 nm/min; 图 3 (c)显示了硅片表面材料的最大去除率出现在抛光

垫转速为 70 r/min 时,为 257.5 nm/min,而当抛光 垫转速达到 90 r/min 时,材料的去除率(此时为 182.4 nm/min) 显著下降。





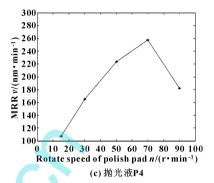


图 3 4 种抛光液的材料去除率曲线

Fig 3 The material removal rate curve of four kinds of polishing solutions

#### 表 1 抛光垫及抛光液各组分的材料去除率及其所占比重

Table 1 Material removal rate and their proportions of polishing pad and polishing components

| 抛光垫转速 n/(r•min⁻¹)     15     30     50     70     90       抛光垫去除率 v/(nm•min⁻¹)     6.4     8.6     6.4     8.6     6.4       由化学作用增强的抛光垫去除率 v/(nm•min⁻¹)     19.3     17.2     21.5     32.2     21.5       磨粒去除率 v/(nm•min⁻¹)     57.9     70.8     107.3     139.5     128.8       全组分去除率 v/(nm•min⁻¹)     107.3     165.2     223.8     257.5     182.4       抛光垫机械作用占比 y/%     6.0     5.2     2.9     3.3     3.5       由化学作用增强的抛光垫作用占比 y/%     18.0     10.4     9.6     12.5     11.8       磨粒作用占比 y/%     54.0     42.3     47.9     54.2     70.6 |   |        |        | *      |        |        |
|--|---|--------|--------|--------|--------|--------|
| 由化学作用增强的抛光垫去除率 $v/(\text{nm} \cdot \text{min}^{-1})$ 19.3 17.2 21.5 32.2 21.5  | 抛光垫转速 n/( r•min <sup>-1</sup> )             | 15     | 30     | 50     | 70     | 90     |
| 磨粒去除率 $v/(nm^*min^{-1})$ 57.9       70.8       107.3       139.5       128.8         全组分去除率 $v/(nm^*min^{-1})$ 107.3       165.2       223.8       257.5       182.4         抛光垫机械作用占比 $y/\%$ 6.0       5.2       2.9       3.3       3.5         由化学作用增强的抛光垫作用占比 $y/\%$ 18.0       10.4       9.6       12.5       11.8   | —<br>抛光垫去除率 v/( nm•min <sup>-1</sup> )      | 6. 4   | 8. 6   | 6. 4   | 8. 6   | 6. 4   |
| 全组分去除率 $v/(\text{nm} \cdot \text{min}^{-1})$ 107.3       165.2       223.8       257.5       182.4         抛光垫机械作用占比 $y/\%$ 6.0       5.2       2.9       3.3       3.5         由化学作用增强的抛光垫作用占比 $y/\%$ 18.0       10.4       9.6       12.5       11.8   | 由化学作用增强的抛光垫去除率 $v/(\text{ nm • min }^{-1})$ | 19. 3  | 17. 2  | 21. 5  | 32. 2  | 21. 5  |
| 抛光垫机械作用占比 $y/\%$ 6.0 5.2 2.9 3.3 3.5 由化学作用增强的抛光垫作用占比 $y/\%$ 18.0 10.4 9.6 12.5 11.8  | 磨粒去除率 v/( nm•min <sup>-1</sup> )            | 57.9   | 70.8   | 107. 3 | 139. 5 | 128. 8 |
| 由化学作用增强的抛光垫作用占比 y/% 18.0 10.4 9.6 12.5 11.8  | 全组分去除率 v/( nm•min <sup>-1</sup> )           | 107. 3 | 165. 2 | 223. 8 | 257. 5 | 182. 4 |
|  | 抛光垫机械作用占比 y/%                               | 6.0    | 5. 2   | 2. 9   | 3.3    | 3.5    |
| 磨粒作用占比 y/% 54.0 42.3 47.9 54.2 70.6  | 由化学作用增强的抛光垫作用占比 y/%                         | 18. 0  | 10. 4  | 9. 6   | 12. 5  | 11.8   |
|  | 磨粒作用占比 y/%                                  | 54. 0  | 42. 3  | 47. 9  | 54. 2  | 70. 6  |

对采用 P4 抛光液抛光后的硅片表面进行 AFM 扫描,其表面形貌如图 4 所示。可见,被抛光后的硅片表面没有明显的划痕。从表面形貌图取一典型剖面,导出剖面分析曲线如图 5 所示。可见,雾化抛光后硅片的表面粗糙度 Ra 小于  $3.8~\mathrm{nm}$ 。

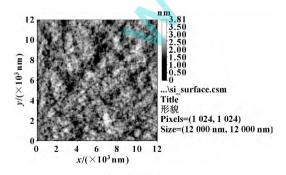


图 4 抛光后硅片的 AFM 形貌 Fig 4 AFM morphology of Wafer after CMP

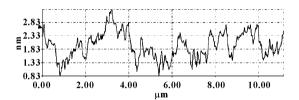


图 5 硅片表面形貌的剖面分析曲线

Fig 5 Profile analysis curve of wafer surface morphology

#### 3 雾化施液 CMP 材料去除机制分析

抛光液各化学组分及抛光压力在硅片表面材料去除中的影响的系列试验研究结果表明:在硅片抛光过程中,材料的去除是物理作用和化学作用协同作用的结果,抛光液的化学腐蚀可以使抛光中的机械去除得到增强,而 SiO<sub>2</sub> 磨粒的机械去除作用是硅片 CMP 过程中的主要机械作用;随着抛光压力的增加,表面材料的去除率亦增加,但增加速度逐渐变缓,说明在雾

化抛光中,物理作用和化学作用存在一个平衡。

雾化施液抛光过程中抛光垫处于持续快速旋转 中, 抛光垫上某一区域与雾化抛光液接触的时间很 短,抛光垫表面附着极薄的一层经超声波控频精细雾 化后的雾化抛光液,具有高比表面积的雾化抛光液化 学活性强、组分均匀,与被抛工件表面新鲜原子迅速 反应生成剪切强度较低的氧化分子,但是由于抛光垫 表面所附着的雾化抛光液极薄,且两个磨粒划过被抛 工件表面的时间间隔极短(10<sup>-8</sup> s量级<sup>[10]</sup>),因此被 抛工件表面所形成的低剪切强度的氧化物薄膜厚度几 乎为分子尺寸量级; 超声振动作用后的抛光液磨粒分 散,抛光垫与被抛工件接触界面间实现单磨粒机械作 用,避免了大量磨粒团聚造成磨料体积大、压入深度 高,磨粒压入芯片表面的深度随着磨粒平均直径线性 增大[11], 雾化施液 CMP 抛光试验所采用的磨粒直径 为 15~30 nm, 磨粒压入芯片的深度为分子量级或者 小于分子量级,在这个压痕深度下,不应该发生宏观 上的犁沟磨损,而应该是分子量级的微观材料去除;

 $Luo^{[12]}$ 提出抛光后芯片表面的粗糙度  $R_q$  与磨粒压入芯片表面的深度  $\delta_w$  线性相关( $R_q = K_s \delta_w$ , $K_s$  为线性比例常数),尺寸量级基本相同,雾化施液化学机械抛光后的硅片表面粗糙度达到纳米量级,说明磨粒压入深度亦为纳米量级;雾化抛光后的硅片表面并未观察到明显划痕,说明雾化抛光中磨粒并未能压入芯片表面产生犁沟。

综上所述,雾化施液化学机械抛光的材料去除是表面材料分子级氧化磨损去除,其具体过程为:具有高比表面积、高性能均匀化学作用的雾化抛光液将芯片的表面原子氧化,生成剪切强度较低的氧化分子,分散性好、无团聚的磨粒将其机械能均匀传递给键能弱化的表面氧化分子,当氧化分子吸收的能量大于其结合键能的时候,表现为被抛工件表面的氧化分子脱离表面并被雾化抛光液、去离子水等带走。两个磨粒之间芯片表面氧化分子形成和去除的过程如图 6 所示[10.13]。

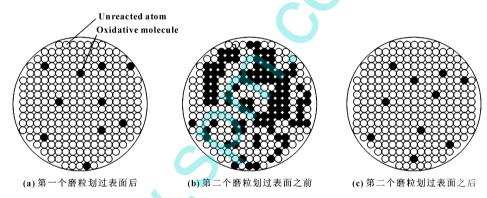


图 6 两个磨粒之间芯片表面氧化分子形成和去除的过程

Fig 6 The formation and removal process of oxidizing material of the chip surface between two particles (a) after the first particle across the surface; (b) before the second particle across the surface; (c) after the second particle across the surface

#### 4 结论

- (1) 采雾化施液化学机械抛光方法抛光浆料利用率高,在达到去除率为 257.5 nm/min,表面粗糙度 Ra 小于 3.8 nm 的抛光效果时,雾化抛光液消耗量仅为 350 mL。
- (2) 雾化施液化学机械抛光的材料去除是物理作用和化学作用协同作用的结果,氧化剂等的化学作用使表面原子氧化并弱化其结合键能,磨粒等的机械作用将能量传递给键能弱化的表面分子,当键能弱化的表面分子吸收的能量大于其结合键能时,表现为表面分子结合键断裂,材料被去除,去除机制为表面材料分子级氧化磨损去除。

#### 参考文献

- 【1】梅燕 韩业斌 聂祚仁 等. 用于超精密硅晶片表面的化学机械抛光(CMP) 技术研究[J]. 润滑与密封 2006 31(9): 206-212.
  - Mei Yan ,Han Yebin ,Nie Zuoren ,et al. Research progress of CMP technology in ultra-precision surface of single-crystal silicon [J]. Lubrication Engineering 2006 31(9):206-212.
- [2] Zhong Z W ,Tian Y B ,Ang Y J ,et al. Optimization of the chemical mechanical polishing process for optical silicon substrates
  [J]. The International Journal of Advanced Manufacturing
  Technology 2012 60(9/10/11/12):1197 1206.
- 【3】袁巨龙 涨飞虎 戴一帆 等. 超精密加工领域科学技术发展研究[J]. 机械工程学报 2010 46(15):161-177.

Yuan Julong ,Zhang Feihu ,Dai Yifan ,et al. Development research of science and technologies in ultra-precision machining field [J]. Chinese Journal of Mechanical Engineering ,2010 ,46 (15):161-177.

- 【4】郭东明 ,康仁科 ,苏建修 ,等. 超大规模集成电路制造中硅片平坦化技术的未来发展 [J]. 机械工程学报 ,2003 ,39(10): 100-105.
- 【5】李英的 刘玉岭 孙鸣 筹. SiO<sub>2</sub>/CeO<sub>2</sub> 混合磨料对硅 CMP 效果影响[J]. 半导体制造技术 2013 38(1):51-54.

  Li Yingde Liu Yuling Sun Ming ,et al. Influence of the SiO<sub>2</sub>/CeO<sub>2</sub> abrasive on silicon CMP[J]. Semiconductor Manufacturing Technologies 2013 38(1):51-54.
- 【6】李庆忠 金洙吉 ,张然 ,等. 分散剂对铜 CMP 材料去除率和 表面粗糙度影响的实验研究 [J]. 润滑与密封 2007 32(3): 70-109.
  - Li Qingzhong ,Jin Zhuji ,Zhang Ran ,et al. Experimental study on influences of dispersant on material removal rate and the surface roughness of Cu CMP [J]. Lubrication Engineering 2007 , 32(3):70-109.
- [7] Su J X ,Zhang X M ,Liu X L ,et al. Formation mechanism of non-unifomity of material removal in chemical mechanical polishing based on free abrasive [J]. Nanotechnology and Precision Engineering 2012 ,10(6):541-548.
- 【8】陈海涛 / 擅柏梅 ,刘玉岭 ,等. 晶片 CMP 后表面纳米颗粒的去除研究[J]. 制造工艺技术 2011 36(1):11-21.

Chen Haitao Shan Baimei Liu Yuling et al. Study of cleaning

method for nanoparticles on wafer surface after CMP[J]. Manufacturing Technology 2011 36(1):11-21.

- 【9】刘晓鹏. 精细雾化抛光系统设计及雾化参数的研究[D]. 无锡: 江南大学机械工程学院 2011.
- [10] Zhao Y W ,Chang L ,Kim S H. A mathematical model for chemical mechanical polishing based on formation and removal of weakly bonded molecular species [J]. Wear 2003 254: 332 - 339.
- 【11】蒋建忠 袁晓林,赵永武,等. CMP 过程磨粒压入芯片表面 深度的影响因素分析 [J]. 中国机械工程,2011,22(15): 1783 1787.

Jiang Jianzhong ,Yuan Xiaolin Zhao Yongwu et al. Factors influencing indentation depth of a particle into wafer surface in CMP[J]. China Mechanical Engineering 2011 22(15): 1783 – 1787.

- [12] Luo J B. Integrated modeling of chemical mechanical planarization/polishing (CMP) for integrated circuit fabrication: From partical scale to die and wafer scales [D]. Berkeley: Univ of California 2003.
- 【13】赵永武,王永光.基于单分子层去除机理的芯片化学机械 抛光材料去除模型[J].江南大学学报:自然科学版,2007, 6(1):86-90.

Zhao Yongwu ,Wang Yongguang. Modeling of chemical mechanical polishing material removal based on molecular scale mechanism [J]. Journal of Southern Yangtze University: Natural Science Edition 2007  $\beta(1):86-90$ .

## 欢迎投稿《汽车零部件》杂志——关注科研动态,解读市场走向

《汽车零部件》(AUTOMOBILE PARTS)是由国家科技部主管,中国科学技术信息研究所、中国汽车零部件工业公司主办,机械工业汽车零部件产品质量监督检测中心(广州)承办的以汽车零部件产品资讯及技术发展为内容的技术性科技期刊。

《汽车零部件》 2006 年 1 月起试刊 (内部交流), 2008 年 1 月正式创刊, 2009 年 1 月改成月刊, 每月 28 号出版, 大 16 开,精美全彩色印刷,国内统一刊号 CN11-5661/TH,面向全国公开发行。

《汽车零部件》在内容上市场信息传播和技术介绍并重,在市场信息方面主要介绍汽车零部件产品国内外市场动态、趋势分析、政策导引;在技术介绍方面涉及理论研究、产品设计制造工艺技术、设备使用维修和技术改造方面的最新科研生产成果和国内外最新发展动向。

刊物的主要栏目和报道内容:

聚焦决策者:对零部件行业成功人士和有影响力的企业领导者进行采写评述,重点突出人物的侧面向即不求全只求专,内容体现人物创业史和励志精神。是一个提升人物品牌的园地,同样也是读者关注度很高的栏目。

法规与标准:及时贯彻国家产业导向和产业指导目录,关注零部件产品、质量、体系认证标准及相关法规等,引导行业健康快速发展,促进行业结构优化升级。

动态与综述: 密切跟踪国内外汽车零部件行业经济和科研发展趋势,做好国内外汽车零部件行业产经新闻与综合评论。

零部件论坛: 为业内人士就行业热点经济、技术问题提供 畅所欲言,共谋行业健康发展的交流平台。

技术新视野:向汽车零部件技术研究及开发、管理人员提供相关行业新技术、新产品资讯,着力介绍新技术、新工艺,为营造行业自主创新氛围服务。

产经故事会:介绍国内外汽车零部件企业或产品研发的成功案例、发展经验和教训,为企业发展提供参考。

检测与维修: 跟踪国内外汽车零部件检测与维修技术的最 新发展,并进行宣贯辅导。

研究与开发:本栏目是杂志的技术部分,也是体现本刊科技期刊的明显特征。主要刊登汽车零部件产品研发、设计、制造、管理、工艺、测试、技术改造和革新等方面的技术论文和研究成果、为行业提供技术创新的技术信息。

市场与信息:介绍产品、设备、技术供求市场信息以及行业动态、展览等方面的信息。

投稿信箱: autoparts@gmeri. com

网址: http://www.qclbjzz.com

编辑部电话: (020) 32385317 传真: (020) 32389600 地址: 广州市黄埔区茅岗路 828 号 《汽车零部件》 杂志社 邮政编码: 510700