

铌酸锂 CMP 速率的影响因素分析

檀柏梅[†] 牛新环 韩丽丽 刘玉岭 崔春翔

(河北工业大学, 天津 300130)

摘要: 对铌酸锂晶片平整化加工的 CMP 机理进行了分析, 加速质量传输是 CMP 获得完美表面的关键, 化学反应是 CMP 过程的控制因素, 增强化学反应可提高 CMP 速率. 通过对不同抛光液的 pH 值、磨料浓度及抛光压力、流量等的实验研究, 分析讨论了各因素对 CMP 速率的影响机制, 并得出优化的 CMP 方案.

关键词: 铌酸锂; CMP; 去除速率; 抛光液

PACC: 8265; 4270 **EEACC:** 4220; 0540

中图分类号: TN305.2

文献标识码: A

文章编号: 0253-4177(2007)S0-0574-05

1 引言

铌酸锂晶体(分子式 LiNbO_3 , 简称 LN)是一种具有铁电、压电、热电、电光、声电和光折变效应等多种性质的功能材料^[1], 是目前被公认为光电子时代的“光学硅”的主要候选材料之一, 广泛地应用于制作高频、宽带的表面波滤波器、超声器件、光开关、调制器、二次谐波发生和光参量振荡器等方面^[2,3]. 随着光电子技术的发展, 新型高性能、高精密、高集成的光电子系统不断涌现, 为保证器件的性能, 对晶体表面的完整性及精度提出了严格要求, 即表面无缺陷、无变质层, 表面超光滑^[4]. 采用传统的机械抛光方法, 通过优化抛光液、压力、温度、速度等参数, 已很难达到上述要求. 化学机械抛光技术是机械磨削和化学腐蚀的组合技术^[5,6], 它借助超微粒子的研磨作用以及浆料的化学腐蚀作用在被研磨的介质表面(如单晶硅片、集成电路上氧化物薄膜、金属薄膜等)上形成平坦平面, 现已被认为半导体行业的主导技术.

目前, 铌酸锂晶片的实际生产中往往存在加工效率和成品率低, 加工质量难以控制等问题^[7], 容易出现划道、蚀坑、麻点、雾状等缺陷. 化学机械抛光是获得高质量 LN 加工表面的有效方法, 高质、高效的抛光液则是其中关键. 铌酸锂晶片的加工特性、化学机械抛光的机理模型、抛光过程中各工艺参数对铌酸锂晶片抛光表面质量以及抛光效率的影响规律等都有待研究.

2 CMP 机理分析

CMP 工艺是机械磨削和化学腐蚀共同作用的结果. 抛光液的化学作用使加工表面形成一层很薄的软化层, 磨料与加工表面产生的摩擦力将表面的软化层去除. 在压力和旋转的作用下反应物和反应物更加接近, 旋转的过程中粒子动能增加, 粒子之间的撞击也随之增多, 达到活化能的粒子数比例加大. 晶片的 CMP 加工效果通常用去除速率和表面状态来表征. CMP 机理非常复杂^[7], 至今没有定论, 但 CMP 的机械去除率一般可以用 Preston 方程来表示: $R = \Delta H / \Delta t = K_p p v$. 其中, R 为抛光速率; ΔH 为抛光磨损的厚度; Δt 为抛光的时间; K_p 为 Preston 系数; p 为抛光压力; v 为抛光垫与抛光盘的相对转速. Preston 系数 K_p 很复杂, 不仅与抛光液组分、抛光垫性质有关, 还与磨粒的大小、均一性以及其分布有关.

Preston 方程更多地反应了机械作用, 而 CMP 过程是化学作用与机械作用两个动力学过程, 化学反应速度较慢, 而 CMP 速率受慢者控制, 加强化学作用可提高去除速率, 而化学作用与 pH 值、温度及质量传输有关, 为了达到更好的抛光效果, 保证表面高平整、低损伤、低粗糙、无污染, 加速质量传输是关键, 质量传输包括两个方面: 一是反应物及时进入表面; 二是反应产物及时脱离表面. 质量传递加快可达到传输率的一致性, 实现全局平整化, 又提高了选择性, 实现了局部平整. 因此, 如何加速质量传输成为 CMP 的关键. 化学反应是整个过程的决定因素, 增

[†] 通信作者. Email: bmtan@hebut.edu.cn

2006-12-11 收到, 2006-12-20 定稿

强化学反应可提高 CMP 速率并可降低损伤层^[8]。

3 实验

3.1 抛光液配制

抛光液中的磨料在压力作用下与表面材料摩擦,影响着表面的去除率,磨料的硬度和粒径都会影响晶片的表面状态^[9]。一般情况下,硬度越大,粒径越大,材料去除率越大,抛光表面粗糙度越大;反之磨粒粒径越小,抛光表面粗糙度越小。铌酸锂硬度为 5Mohs,比 SiO₂ (6~7Mohs)略低,所以本实验采用小粒径、均匀的 SiO₂ 水溶胶做磨料。如图 1 所示,主要粒径范围为 15~20nm,分散度很小,悬浮性好,可以保证研磨的一致性,避免产生划伤。

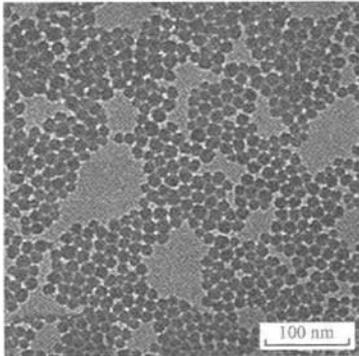
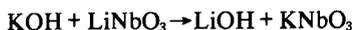


图 1 15~20nm SiO₂ 水溶胶的 TEM 照片

Fig. 1 TEM photograph of silica sol with size of 15~20nm

碱是抛光液中的主要化学成分,能够调整 pH 值,影响抛光面的电势,决定材料表面的化学反应,实验中采用 KOH 调节 pH 值,反应方程式为:



由于 KOH 的碱性比 LiOH 强,可以发生此反应,且 KNbO₃ 的溶解度比 LiNbO₃ 大,有助于反应产物脱离而被流动的抛光液带走。

在抛光液中加入 FA/O 复合表面活性剂,可提高抛光液的悬浮性能,并使晶片抛光后易清洗,且避免离子沾污^[10]。

3.2 CMP 实验

铌酸锂晶片为 Y35°切 φ75mm,实验所用抛光机为兰州新德公司生产的 X62 815-1 型单面四头抛光机,所有实验均在室温下完成,每盘上粘 6 片,每批抛光前和抛光后用千分尺测量晶片厚度并计算平

均值;每片取 5 点,晶片中心 1 点加上距边缘 5mm 处正方形 4 点,抛光时间均为 15min,去除速率为抛前厚度平均值减去抛后厚度平均值再除以抛光时间。抛光实验采取单因素法,每次只改变一种因素,其他参数不变,分别对抛光液的 pH 值及磨料浓度、抛光压力、抛光液流速、转速等参数进行实验,以获得完美的抛光表面和较高的材料去除率,分析各因素的影响规律,寻找晶片表面平整化的最优方案。

4 结果与分析

4.1 pH 值的影响

抛光液的化学作用一方面提高了化学腐蚀的速度,另一方面也改变了晶片表面、抛光垫和磨料表面的机械性能,从而影响机械作用。pH 值会影响到抛光面或磨料的溶解度及可溶性、晶片上表层结构、磨料悬浮的稳定性和磨料的有效性^[11]。

抛光速率随 pH 值的变化如图 2 所示。抛光液中磨料浓度为 10wt% (重量比),压力为 0.12MPa,流速为 180mL/min,转速为 60r/min。

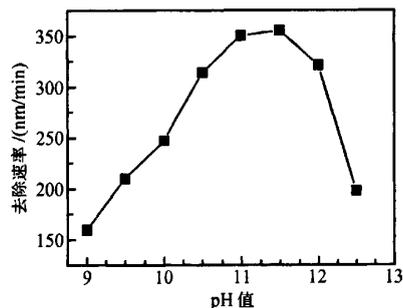


图 2 抛光速率随 pH 值的变化关系

Fig. 2 Relation between removal rate and pH value

由图中曲线可看出:当 pH 值在 9~11 范围内,去除速率随 pH 值近乎线性增加,这是由于在 pH 值变化比较大的情况下,系统的化学反应速率受到的影响也比较大,导致化学作用迅速增强,这时化学作用与机械作用结合迅速达到比较良好的状态,所以抛光速率迅速达到了比较高的值;但当 pH 值达到 11 时增加变缓,这是因为虽然 pH 值升高的时候会使化学反应速率加快,令系统的化学作用明显升高,但是 pH 值过高会导致硅溶胶颗粒部分溶解,从而降低了机械作用,导致抛光速率无法得到显著上升;pH 值进一步上升,使 SiO₂ 溶胶颗粒产生部分溶解,抛光液中的有效磨料数减小,使系统中的磨削作用减弱,影响了抛光速率,使之下降。

4.2 磨料浓度的影响

磨料在 CMP 过程中典型的两个作用为^[12]: (1) 机械作用的实施者, 起机械磨削作用; (2) 具有传输物料的功能, 不仅将新鲜浆料传输至抛光垫与被抛材料之间, 还将反应产物带离材料表面, 使得材料新生表面露出, 进一步反应去除。

抛光速率随磨料浓度的变化如图 3 所示, 抛光液 pH 值为 11, 压力为 0.12MPa, 流速为 180mL/min, 转速为 60r/min。

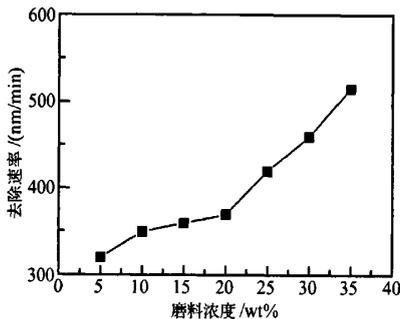


图 3 去除速率随磨料浓度的变化

Fig. 3 Relation between removal rate and concentration of abrasive

由图中可以看出, 去除速率随磨料浓度的增加逐渐增加, 说明 pH 值一定时, 磨料的搅拌作用和质量传输作用加强, 机械作用随磨料的浓度增加也逐渐变强, 从而提高了去除速率。而当磨料浓度达到 20% 以上时, 速率的变化更加明显, 这是因为磨料的浓度过高时, 由于铈酸锂本身硬度略低, 可能表面的分子化学反应还不完全就被研磨掉, 以微小的颗粒脱离表面, 通过显微镜下观察可看到细微的划道。另外, 因为磨料浓度太大, 在压力作用下, 因摩擦发热, 温度急剧升高, 而铈酸锂的热膨胀系数大, 容易发生碎片, 掉片现象, 所以磨料的浓度不宜过高, 浓度为 10%~20% 时可获得较高的速率而且表面观察不到划痕。

4.3 抛光压力的影响

抛光过程中压力是一个很关键的工艺参数, 由于晶片表面粗糙或形貌有缺陷, 增大抛光压力可增加接触面积, 摩擦力也将相应增大, 所产生的摩擦热使抛光温度升高, 这也提高了抛光液的化学活性, 增强了抛光化学作用。增大抛光压力, 抛光效率将会有明显的提高, 但是, 增大抛光压力后, 磨粒嵌入工件表面的深度将会增大, 使切削纹路变深, 甚至出现划痕, 表面粗糙度变差。并且由于温度作用, 将会使抛光材料发生塑变, 造成面型精度下降。机械磨损速度

与压力成正比, 且压力也影响平整加工和表面损伤程度, 所以抛光过程中适当选择压力非常重要。

考虑到铈酸锂本身的硬度, 抛光压力范围设定为 0.08~0.18MPa, pH 为 11, 流速为 180mL/min, 磨料浓度为 15wt%, 转速为 60r/min。去除速率与压力的关系如图 4 所示。

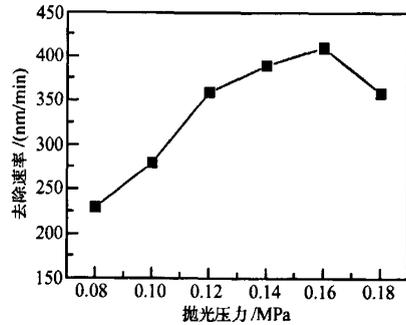


图 4 去除速率与抛光压力的关系

Fig. 4 Relation between removal rate and polishing pressure

实验表明: 在其他因素不变的条件下, 压力较小时, 材料去除速率随压力的增大而增大。因为随着压力的增大, 抛光过程中机械作用增强, 摩擦力增大, 产生大量的热量, 温度升高, 化学反应速率加快, 从而化学作用增强, 压力为 0.16MPa 时, 材料去除率最大, 并且抛光效果较好。然而, 压力过大时, 磨料划过表面产生的划痕深, 造成表面损伤, 不能起到很好的润滑、散热作用。此外, 压力过大, 抛光后的反应产物更易吸附在晶片表面, 使之难以清除, 同时抛光垫贮存抛光液的能力下降, 抛光液传输速率降低, 反而使抛光速率降低, 而且增加了表面划伤的危险。因此选用适当的压力既保证提高速率, 又应避免不均匀的温度控制导致碎片等缺点。

4.4 抛光液流速的影响

抛光液流速对抛光效果也有很大的影响, 决定着新鲜抛光液的送入与反应产物的脱离, 实验中 pH 值为 11, 磨料浓度为 15%, 压力为 0.16MPa, 转速为 60r/min, 流速为 120~200mL/min, 不同流量时的去除速率如图 5 所示。

可以看出: 抛光速率随抛光液流速增加先升高后降低, 当流速为 180mL/min 时, 速率达到最大值, 这是由于抛光液流速影响转移到抛光布上的新的化学物质和磨料以及反应产物和用过的磨料从抛光布表面去除的快慢, 可直接影响抛光的速率和质量。流速的大小决定了单位时间内提供的抛光液的多少, 从而决定了反应物的多少。流速太小会使反应

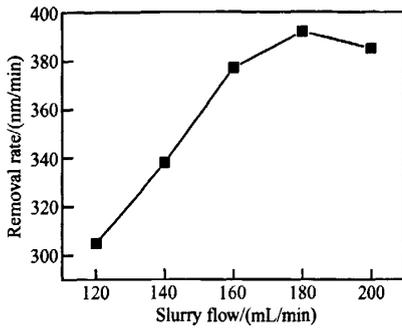


图5 CMP去除速率与抛光液流速的关系

Fig. 5 Relation between CMP removal rate and slurry flow

物不充足,反应不彻底,则材料去除率很低;流速太大又会使新的抛光液很快将之前的抛光液冲走,使反应物不能充分地材料与材料表面反应,材料去除率同样不会很高.因此,在抛光过程中,适当控制抛光液流速也是至关重要的.同时流量太小,增加了磨擦力,使温度分布不均匀,会降低晶片表面的平整度.大流量不仅使反应生成物迅速脱离晶片表面,更重要的是降低了由于磨擦产生的热量引起晶片表面局部过高的温度,使晶片表面温度均一性好,保证了晶片表面的一致性.因此适合铌酸锂 CMP 的抛光液流速宜选择为 180mL/min 左右.

5 结论

抛光液的 pH 值、磨料浓度、流速、抛光盘压力、转速、温度等都会影响铌酸锂晶片的去除速率和表面状态,各参数的变化会改变机械作用与化学作用的协调匹配,抛光液的均匀性会影响化学反应的一致性,抛光过程中温度的控制也是影响去除速率和表面状态的重要因素.通过实验发现,当 pH 值为 11~11.5,磨料浓度为 10wt%~20wt%,压力为 0.16Mpa,流量为 180mL/min 时可获得较高的去除速率,且表面无划痕,表面粗糙度较小,铌酸锂晶片抛光效果较好.

参考文献

- [1] Wang Zhongmin. Study on development of lithium niobate crystal. Chinese Journal of Synthetic Crystals, 2002, 31(2), 173(in Chinese) [王忠敏. 铌酸锂晶体的发展简况. 人工晶体学报, 2002, 31(2); 173]
- [2] Binh L N. Lithium niobate optical modulators, devices and applications. J Cryst Growth, 2006, 288(1); 180
- [3] Kong Yongfa, Xu Jingjun, Zhang Guangyin, et al Multifunctional photoelectric material—lithium niobate. Beijing: Science Press, 2005 (in Chinese) [孔勇发, 许京军, 张光寅, 等. 多功能光电材料——铌酸锂晶体. 北京: 科学出版社, 2005]
- [4] Galinetto P, Ballarini D, Grando D, et al. Microstructural modification of LiNbO₃ crystals induced by femtosecond laser irradiation. Appl Surf Sci, 2005, 248(1~4); 291
- [5] Tan Baimei, Zhao Zhiwen, Niu Xinhuan, et al. The CMP study of silicon dioxide dielectric for ULSI. ISTC2004-Proceedings of the 3rd International Conference on Semiconductor Technology, 2004; 288
- [6] Lei Hong, Zhang Zhaohui. Advances of chemical mechanical polishing. Chinese Journal of Shanghai University, 2003, 9(6); 494(in Chinese) [雷红, 张朝辉. 化学机械抛光技术的研究进展. 上海大学学报, 2003, 9(6); 494]
- [7] Xing Tong, Yuan Julong, Zhao Wenhong, et al. The study on the chemi-mechanical polishing quality of LiNbO₃ cubic flake. Mechanical Engineer, 2003, (7); 19 (in Chinese) [邢彤, 袁巨龙, 赵文宏, 等. 铌酸锂晶片化学机械抛光的质量研究. 机械工程师, 2003, (7); 19]
- [8] Liu Yuling, Tan Baimei, Zhang Kailiang. Substrate material capability and its processing and testing technique engineering for ULSI. Beijing: Metallurgical Industry Press, 2002 (in Chinese) [刘玉岭, 檀柏梅, 张楷亮. 超大规模集成电路衬底材料性能及加工测试技术工程. 北京: 冶金工业出版社, 2002]
- [9] Seo Y J. Oxide-chemical mechanical polishing characteristics using silica slurry retreated by mixing of original and used slurry. Microelectron Eng, 2005, 77(3/4); 263
- [10] Liu Yuling, Zhang Kailiang, Wang Fang, et al. Study on the cleaning of silicon after CMP in ULSI. Microelectron Eng, 2003, 66(1~4); 433
- [11] Lee W J, Hyun K C. Effect of slurry pH on the defects induced during the plug isolation chemical mechanical polishing. Thin Solid Films, 2005, 489(1/2); 145
- [12] Chen P H, Huang B W, Shih H C. Chemical kinetics model for a mixed-abrasive chemical mechanical polishing. Thin Solid Films, 2005, 483(1/2); 239

Analysis of Factors Affecting CMP Removal Rate of Lithium Niobate

Tan Baimei[†], Niu Xinhuan, Han Lili, Liu Yuling, and Cui Chunxiang

(Hebei University of Technology, Tianjin 300130, China)

Abstract: In this paper, the CMP mechanism of lithium niobate wafer was analyzed. Improving mass transmission is one of the keys to obtain the perfect surface. Chemical reaction is the controlling factor of CMP process, so the removal rate of CMP can be improved by enhancing chemical reaction. The experiments had been performed under the condition of different pH, abrasive concentration of polishing slurry, polishing pressure and slurry flow. The influence mechanism of these factors on CMP removal rate was analyzed. The optimal CMP process for lithium niobate was gotten.

Key words: lithium niobate; CMP; removal rate; slurry

PACC: 8265; 4270 **EEACC:** 4220; 0540

Article ID: 0253-4177(2007)S0-0574-05

[†] Corresponding author. Email: bmtan@hebut.edu.cn

Received 11 December 2006, revised manuscript received 20 December 2006