

ULSI 硅衬底的化学机械抛光^{*}

张楷亮¹ 刘玉岭¹ 王 芳² 李志国¹ 韩党辉¹

(1 河北工业大学微电子技术与材料研究所, 天津 300130)

(2 天津理工学院光电信息系, 天津 300191)

摘要: 在分析 ULSI 中硅衬底 CMP 的动力学过程基础上, 提出了在机械研磨去除产物过程中, 适当增强化学作用可显著改善产物的质量传输过程, 从而提高抛光效率。在对不同粒径分散度的硅溶胶抛光液进行比较后提出了参与机械研磨的有效粒子数才是机械研磨过程的重要因素, 而不是单纯受粒径大小的影响。分析和讨论了 CMP 工艺中的几个影响因素, 如粒径大小与分散度、pH 值、温度、流量和浓度等。采用含表面活性剂和螯合剂的清洗液进行抛光后清洗, 表面颗粒数优于国际 SEMI 标准, 抛光雾得到了有效控制。

关键词: 硅衬底; 化学机械抛光(CMP); ULSI; 纳米研磨料; 动力学过程

EEACC: 2550E; 2570; 8620

中图分类号: TN 305.2

文献标识码: A

文章编号: 0253-4177(2004)01-0115-05

1 前言

高集成化(数亿个元器件/芯片), 大直径化($\Phi 300\text{mm}$ 的硅单晶棒 2003 年将工业规模应用, $\Phi 400\text{mm}$ 和 $\Phi 500\text{mm}$ 的硅单晶棒也已研制成功), 小尺寸化(特征尺寸 $0.13\mu\text{m}$ 的工艺 2003 年将工业规模应用, 各国正在封闭研究开发 $0.09\mu\text{m}$ 的生产工艺)已成为 IC 高速发展的趋势。特征尺寸的进一步微型化, 对光刻材料表面的平坦化程度提出了更高的要求。20 世纪 60 年代发展起来的化学机械抛光(chemical mechanical polishing, CMP)^[1]被公认为是 ULSI 阶段惟一的, 也是最好的材料全局平坦化方法。目前硅衬底抛光工艺面临的难题主要有: 表面划伤、抛光雾^[2]、金属离子沾污、残余颗粒难以清除等。这些缺点都直接影响到器件的电特性^[3], 例如导致针孔, 发生低击穿, 使少子寿命降低, 漏电流增加, 进而使 $I-V$ 特性变软, 损伤缺陷引起结底不平, 噪声增加等, 对半导体芯片行业的发展十分不利。因此, 有关 CMP 的研究已引起了广大 IC 工艺技术人员的广泛关注。长期以来, 我们一直对 IC 制备工艺

的平坦化技术及相关材料进行研究并取得了一定的成果^[4~6]。

以往的 CMP 研究多从单一角度分析, 或侧重机械, 或强调化学, 忽视了二者的结合。本文从两方面分析了 CMP 的动力学过程, 提出了新的抛光机理, 着重讨论了纳米研磨料的影响。采用分散度小、粒径小的研磨料, 通过加强化学作用, 最终实现了高速率、低损伤, 并采用先进的化学清洗方法保证了 CMP 的高光洁度。

2 IC 中硅衬底表面 CMP 动力学过程分析

研究表明化学机械抛光主要包括以下两个过程^[6]: (1) 首先是吸附在抛光布上的抛光液中的化学活性组分与晶片表面的硅原子在表面进行化学反应, 抛光液中 Si—OH 与硅表面的 Si—O 形成共价键和氢键, 这是化学作用为主的动力学过程; (2) 在磨盘、抛光垫及研磨料的作用下, 将上步形成的表面软化层从硅片表面研磨下并将反应物带离抛光表面, 即解吸过程, 使未反应的硅原子重新裸露出来,

* 国家科技型中小企业技术创新基金(编号: 00C26211200925) 及天津市科技攻关(编号: 013180311)资助项目

张楷亮 男, 1977 年出生, 博士研究生, 从事纳米材料及在 IC 工艺技术中应用的研究。Email: zhangkl@hebut.edu.cn

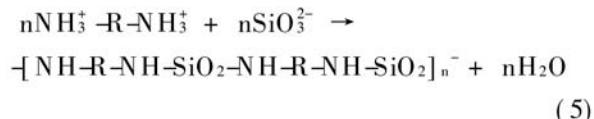
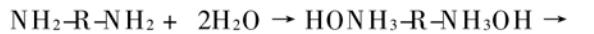
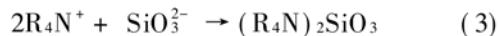
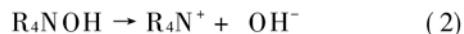
2003-01-08 收到, 2003-03-31 定稿

©2004 中国电子学会

循环反应直到平坦度及厚度满足要求,该过程是机械与化学共同作用的动力学过程.

通常认为上述第二步为机械作用过程,且是慢反应过程,即整个抛光过程的控制过程.本研究发现该过程的反应物去除也与化学作用息息相关,并与反应产物的形式有关.

研究发现,在相同 pH 值下,采用多胺有机碱的抛光液时,抛光速率要大于使用其他碱的情况,如无机碱或季铵碱.这主要是由于虽然它们与硅的化学反应相似,但它们与反应产物 SiO_3^{2-} (或 HSiO_3^-) 的作用并不相同,使得产物脱离硅片表面的快慢有所差异.如氢氧化钠、季铵碱和多胺有机碱与反应产物相作用情况如下:



由反应式(1)、(3)、(5)可知:在水溶液中 Na^+ 与产物 SiO_3^{2-} 的作用力最弱,多胺有机碱与 SiO_3^{2-} 形成高分子聚合物作用力最强.所以在抛光过程中 NaOH 、 R_4NOH 、 $\text{NH}_2-\text{R}-\text{NH}_2$ 三种物质与 SiO_3^{2-} 形成产物的稳定性依次增强,致使产物脱离硅片表面的速度也依次加快,抛光速率依次增大.正是由于以上原因,在反应产物脱离硅片表面时,适当增强化学作用,将使整个抛光速率有显著提高.

总之,研究发现 CMP 的动力学过程仍是第二过程,是整个抛光的控制步骤,但适当增强化学作用后,抛光速率有了明显改善.

3 CMP 影响因素分析

3.1 粒径及分散度影响

由于大粒径研磨料用于 CMP 后容易造成划伤,一般认为硅片表面的损伤层为研磨料粒径的 1/4 左右,故采用小粒径研磨料是上策.但 CMP 工艺人员通常认为小粒径研磨料会减弱机械作用,导致抛光速率较低.为解决上述矛盾,本文对不同粒径、不同分散度的硅溶胶研磨料进行了比较,结果见表 1.

表 1 抛光浆料中粒径与分散度对去除速率的影响

Table 1 Effect of particle size and dispersity on MRR (material removal rate)

平均粒径/nm	粒径分散度	去除速率/(nm · min ⁻¹)
20	0.11	975
20	0.31	600
50	0.33	800

研究发现,粒径和分散度对抛光速率有着重要影响.在浓度相同,平均粒径接近的情况下,分散度越小,抛光速率越高;甚至在粒径不同时,分散度的影响效果也很显著.从表中可以看出:采用分散度较小,平均粒径为 20nm 的硅溶胶抛光液时,抛光速率比分散度较宽,平均粒径为 50nm 的硅溶胶抛光液高.这主要是因为在压力作用下并不是所有粒子都参与研磨,存在有效粒子问题,分散度越大,则真正参与机械研磨的有效粒子数就越小,虽然粒径稍大,但综合效果将不及分散度小的小粒径研磨料.

实验结果和分析表明,真正影响机械研磨作用的并不单纯是粒径的大小,而是粒径大小与分散度的综合效果,即真正参与机械研磨的有效粒子数.综上所述,本文采用了几乎单分散的 20nm 小粒径硅溶胶作为研磨料,其 TEM 照片如图 1 所示.

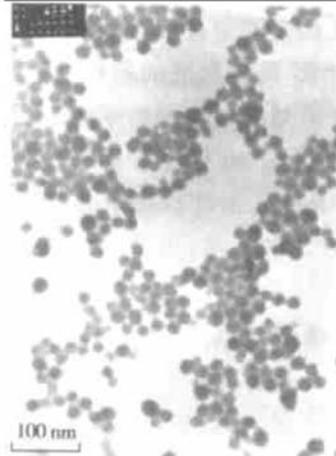


图 1 硅溶胶研磨料的 TEM 照片($\times 10^5$)

Fig. 1 TEM photograph of silica sols abrasive

3.2 磨料浓度的影响

磨料的浓度对抛光速率和抛光镜面情况也有重要影响.由图 2 可知,在一定范围内,随着浓度的增大,抛光速率增大,且平整度趋于更好.这主要是由于随着浓度的提高,浆料中参与机械研磨的有效粒子数增多,致使去除速率增加.此外,抛光时,在一定

压力和转速下,高浓度的 SiO_2 还可以起到磨料的作用,防止抛光中进入的硅渣和环境中侵入尘粒造成划道和损伤。但并不是浓度越高越好,浓度达到一定之后,去除速率增加缓慢,且流动性也会受影响,成本也增加,不利于抛光。本文的实验结果表明 SiO_2 的浓度在 2% 左右较为合适。

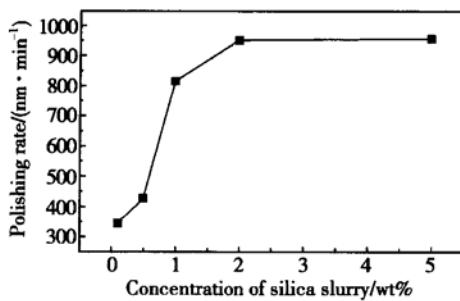


图 2 浆料中二氧化硅浓度对去除速率的影响

Fig. 2 Effect of concentration of silica slurry on MRR

3.3 pH 值的影响

抛光液的 pH 值对浆料的化学活性有着重要的影响,因而对抛光速率也影响重大,结果如图 3 所示。

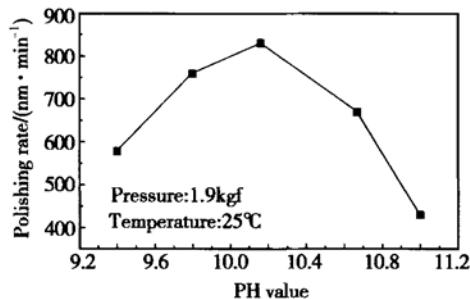


图 3 pH 值与抛光速率的关系

Fig. 3 Relation between polishing rate and pH value

由图可知,在一定的温度和压力以及一定的 pH 值范围内,去除速率出现了最大值,即 pH 值为 10.2 时去除速率最大。

此外,硅的化学机械抛光过程是一个机械与化学相互平衡的过程,要获得质量好的抛光片,必须使抛光过程中的化学腐蚀作用与机械磨削作用达到一种平衡。若化学腐蚀作用大于机械抛光作用则抛光片表面产生腐蚀坑、桔皮状波纹;若机械磨削作用大于化学腐蚀作用则表面产生高损伤层。这就要求在 CMP 过程中化学反应速率要平稳。为了维持高速率且稳定的状态,通常要求在抛光过程中 pH 值也稳定。本研究采用多胺有机弱碱为 pH 值调节剂,还起到了缓冲剂的作用,在整个抛光过程中维持 pH 值

在 10 左右,使得反应速率保持平稳。由此可见,多胺弱碱的采用起到了一剂多用的效果,既调节了 pH 值,又起到了缓冲作用。

3.4 浆料流速和温度的影响

浆料流速和温度在 CMP 过程中对抛光速率和抛光质量也有重要影响。其中浆料流速对抛光后平整度的影响见表 2。结果表明,浆料流速太小,会增加磨擦力,使温度分布不均匀,降低了硅片表面的平整度。大流量不仅使反应生成物迅速脱离硅片表面,更重要的是降低了由于磨擦产生的热量引起硅片表面局部过高的温度,使硅片表面温度均匀性好,保证了硅片表面的一致性。本文根据实验情况提出了快启动、大流量工艺技术,即开始起动后,可短时间、小流量以便快速升温保证其完美性,之后将流量迅速调大,以保证反应产物的质量传输和整个硅片温度均匀,无局部温度过高引起的反应速率不一致现象。因为化学反应与温度变化呈指数关系,温度高的地方,去除速率较大。该工艺技术被许多硅材料厂应用后,抛光片的平整度有了明显改善。

表 2 浆料流速对 CMP 后平整度的影响

Table 2 Effect of velocity of slurry flow on planarity after CMP

浆料流量/(mL·min⁻¹)	100	200	500	3000	5000
抛光后晶片最高最低差值/ μm	0.183	0.133	0.117	0.089	0.051

3.5 活性剂的影响

为保证浆料的稳定性及抛光后的易清洗,加入了少量活性剂,研究发现加入少量活性剂对抛光速率及平整情况有明显改善。这主要是由于活性剂的存在,使得硅片表面凹凸处的去除速率不同,如图 4 所示。在凸处如 1、2、3 去除快,凹处如 4、5、6、7 去除慢,加快了平整化进程,相应地在保证平坦化基础上可减少去除量,提高硅片的利用率。

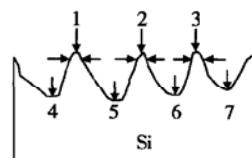


图 4 活性剂加速平整化示意图

Fig. 4 Sketch map of polishing rate difference with concave and convex areas

4 CMP 后清洗^[7]

清洗也是 CMP 工艺中一道重要工序, 本文在 CMP 后采用自制的化学清洗剂对其进行集中清洗, 在清洗剂中含有去污力较强的非离子表面活性剂及对金属离子有显著螯合作用的螯合剂。清洗后硅片表面由于 $0.2\mu\text{m}$ 的颗粒数小于 10 个, 完全满足国际 SEMI 标准(要求对于 200mm 硅片上大于 $0.2\mu\text{m}$ 的颗粒数小于 20 个)。由于金属离子的有效去除, 硅片表面因金属离子而形成的抛光雾得到了有效控制, 实验结果见表 3。

表 3 两类抛光液 CMP 后抛光雾比较

Table 3 Comparison of polishing haze after CMP with two kinds of polishing slurry

实验组号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
晶片数量	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40
抛光液和清洗液	不含活性剂和螯合剂					含有活性剂和螯合剂				
有抛光雾的晶片数	35	38	40	39	38	0	0	0	0	0

5 结论

通过优化工艺参数, 增强化学作用, 加快去除产物的质量传输过程, 实现了 CMP 的高速率同时保证了低损伤。从新的角度分析了硅衬底的 CMP 动力学过程, 提出了在机械研磨去除产物时适当增强化学作用可显著提高抛光效率。尤其是对不同分散度硅溶胶的抛光效果进行了对比分析, 提出了抛光过程中参与机械研磨的有效粒子数是影响抛光速率的重要因素, 揭示了抛光研磨料分散度的重要性。通

过在抛光液和清洗液中加入非离子表面活性剂和螯合剂, 显著地去除了 CMP 后表面的残余颗粒; 抛光雾实验也表明本研究有效去除了 CMP 硅片表面的金属离子。

参考文献

- [1] Mendel E. Polishing of silicon. Solid State Technol, 1967, 10(8): 27
- [2] Liu Yuling, Liu Na. The analysis and research about silicon wafer's polishing fog. Semiconductor Technology, 1998, 23(1): 50(in Chinese)[刘玉岭, 刘钠. 硅片抛光雾的分析研究. 半导体技术, 1998, 23(1): 50]
- [3] Steigerwald J M, Murarka S P, Gutmann R J. Chemical mechanical planarization of microelectronic materials. New York: John Wiley & Sons, 1996
- [4] Wang Hongying, Liu Yuling, Zhang Dechen. A new type of copper CMP slurry in ULSI. Chinese Journal of Semiconductors, 2002, 23(2): 217(in Chinese)[王弘英, 刘玉岭, 张德臣. 适于 ULSI 的一种新的铜 CMP 抛光液. 半导体学报, 2002, 23(2): 217]
- [5] Wang Xin, Liu Yuling. CMP slurry of copper interconnection for ULSI. Chinese Journal of Semiconductors, 2002, 23(9): 1006(in Chinese)[王新, 刘玉岭. ULSI 铜互连线 CMP 抛光液的研制. 半导体学报, 2002, 23(9): 1006]
- [6] Liu Yuling, Zhang Kailiang, Wang Fang. Investigation on the final polishing liquid and technique of silicon substrate in ULSI. The 8th IUMRS International Conference on Electronic Materials, (IUMRS-ICEM 2002) Xi'an, China, 2002: 500
- [7] Zhang Kailiang, Liu Yuling, Wang Fang. Study on controlling the adsorption state of particle on the polished silicon wafer. 2001 6th International Conference on Solid-State and Integrated Circuit Technology Proceedings, 2001: 464

Chemic-Mechanical Polishing of Silicon Wafer in ULSI^{*}

Zhang Kailiang¹, Liu Yuling¹, Wang Fang², Li Zhiguo¹ and Han Danghui¹

(1 Institute of Microelectronic Technology & Materials, Hebei University of Technology, Tianjin 300130, China)

(2 Department of Photoelectronics, Tianjin University of Technology, Tianjin 300191, China)

Abstract: The dynamical process of CMP used in silicon substrate in ULSI is analyzed, and a new viewpoint is put forward. Enhancing chemical effect may accelerate the mass transmitting process of output in the second step of CMP process, in which the output is mainly removed by mechanical abrading of slurry, and thus improve the removal rate. Many facts influencing CMP process are discussed, which mainly include particle size and dispersity, pH value, temperature, flow, and concentration of slurry etc. The different polishing slurry with different particle size dispersity are compared, and results show that the important fact influencing mechanical abrading is the number of effective particle, which really participate in mechanical abrading under certain conditions, not only particle size. After adding surfactant and chelant agent in slurry, polishing surface becomes better, the number of surface particle is better than that of the SEMI standard, and polishing haze is also effectively controlled.

Key words: silicon substrate; chemical mechanical polishing; ULSI; nano-abrasive; dynamic

EEACC: 2550E; 2570; 8620

Article ID: 0253-4177(2004)01-0115-05

* Project supported by National Innovation Fund for Small Technology-Based Firms (No. 00C26211200925) and Tianjin Key Technology R&D Program (No. 013180311)

Zhang Kailiang male, was born in 1977, PhD candidate. His research interests are IC technology and correlative nanometer materials.

Received 8 January 2003, revised manuscript received 31 March 2003

©2004 The Chinese Institute of Electronics