

# CMP スラリーの 粒度分布における テール部の検出

AccuSizer® FX

## 概要

Chemical Mechanical Polishing/Planarization (化学機械的研磨/平坦化: CMP)は化学的、機械的な手法の組み合わせにより、表面を滑らかにするためにマイクロエレクトロニクス産業で、一般に行われているプロセスです。スラリーの粒子サイズの分布は、平坦化プロセスを成功させるための重要なパラメーターです。少数の粗大粒子がウェーハやディスクドライブの表面を傷つけ、収量や収益を減少させる場合があります。粒子サイズおよび濃度を測定するAccuSizer (アキュサイザー) は、CMPプロセスにおいて有害な、粒度分布の「テール部」に存在する少量の粗大粒子を検出できる他に例を見ない技術です。

## 序論

CMPプロセスとCMPスラリーは、半導体産業で広く研磨に用いられています。CMPスラリーの健全性は、デバイスの歩留まりを最大化するために重要であり、スラリーの粒度分布の規格測定が必要です。粒度分布の平均粒子径に加え、粒子のメインピークから離れたテール部に存在する低濃度な粒子の高精度なモニタリング技術が理想的です。このようなテール部の粒子は、スラリーへの化学的なチャージによる凝集、CMP送達ライン、せん断力などによる、異物混入によってもたらされます。0.5~1 μmを超える粗大粒子数 (LPC) と製品の欠陥や傷の関係は、確立されていて、理想的な特性評価システムによって、スラリーの正確なLPC情報を得る必要があります。

## 粒子サイズ/粒子カウントの技術

CMPスラリーの大きさと濃度を決定するために使用できる粒子特性解析技術は数多くあります。動的光散乱 (DLS) を含む光散乱法やレーザー回折測定は、粒子のサイズと粒度分布の広がりを測定することができますが、粒子数濃度の情報は得られません。Single Particle Optical Sizing (SPOS)は、微小な測定チャンバーに粒子を

1個ずつ通すことで、正確に数とサイズの結果を得ることができます。粒子を個別に測定するため、この技術は本質的に非常に高分解能です。また分布のメインの部分から外れたごく少数の粒子であっても個々に検出することができます。したがって、CMPスラリーにおいて、最もトラブルの要因となるLPCを検出するための理想的な技術です。

製品によっては、ラボでよく使われるものもありますが、SPOSはラボでもユースポイントでも使用できます。

## アキュサイザー ミニの測定レンジ

アキュサイザーは長年CMPスラリーの製造現場やエンドユーザーで、粗大粒子のテール部の検出に用いられています。スラリーによって、全量または自動希釈での測定が可能で、分析条件を最適化することができます。

アキュサイザー ミニ FX システム (上の写真) は、より小さい粒子を高濃度で測定するように設計されたものです。

新しいFXセンサーは、集束ビームを使用しています。これにより検査総量が減少しますが、センサーの限界濃度が増加し、多くの場合希釈なしの測定を可能にしています。FXセンサーは、通常の光遮断、光散乱式のセンサーと比べ、約200倍の濃度で0.65~20 μmの粒子を測ることができます。結果は512チャンネルで表示できます。

このシステムは、自動希釈を含む標準的なラボ分析用の構成やユースポイント用モデルに搭載することが可能です (上の写真)。

いずれの構成でも、CMPスラリーの製造や使用において不可欠な高感度で正確なLPCデータを得ることができます。



## LPC 検出

アキュサイザーは、CMPスラリー中の0.5 μm以上のLPC検出に理想的な装置であることがすでに証明されています。図1は、1 μmの濃度既知のSiO<sub>2</sub>粒子をシリカ酸化物CMPスラリーに添加して、検出する技術を比較したものです。スパイクした粒子の濃度は、0.175~17,500 mg/Lです。

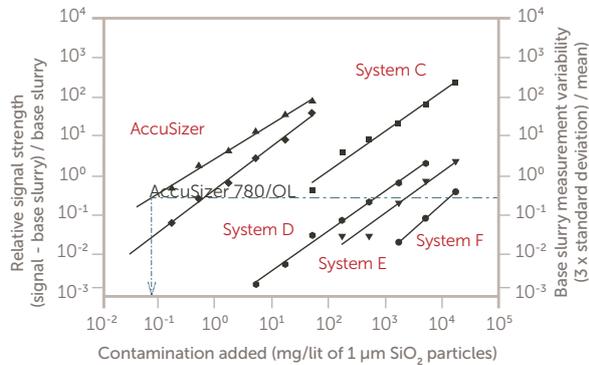


図1 各粒子検出技術の検出限界試験  
From Nichols, K., et. al., Perturbation Detection Analysis: A method for comparing instruments that can measure the presence of large particles in CMP Slurry, report published by BOC Edwards, Chaska, MN.

この実験では、0.56 μmのサイズチャンネル以上の粒子濃度をセンサーシグナルとして用いました。(旧型の)アキュサイザー780での検出限界は、0.07 mg/mLでした。

## 実験

シリカCMPスラリー中に存在する1 μmの粒子を検出する能力を確認するための実験を行いました。何種類かの一般的なシリカCMPに1 μmのポリスチレンラテックス(PSL)を“スパイク”しました。スパイク粒子はサイズと濃度を確認して、実験に使う濃度に薄めました。全てのサンプルを、FXセンサーを搭載したFX ユースポイント用システムで、0.65~20 μmの範囲を測定しました。

### 結果 1、スラリー A

スラリーAを250 : 1に希釈し、測定したサンプルとスパイクが一致しないようにします。次に1,000倍に希釈したPSL(1.74 × 10<sup>7</sup> 個/mL) 1.44 mLを250 mLのサンプル調製液(元のスラリーを1mL含みます)に添加しました。スパイクした粒子の濃度は250 : 1に希釈したサンプル調製液中で、100,000 個/mLでした。これらの結果を図2および表1、2に示します。

### 粒子サイズと粒子濃度の分布

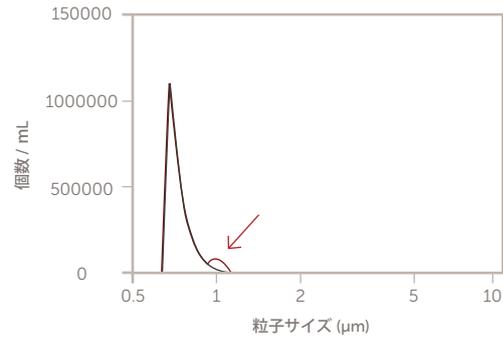


図2 スラリーA  
1 μm スパイクの前 (グレー) と後 (赤)

粒径レンジ (μm)	粒子数 (個/mL)	粒径より大きな粒子の累積個数
0.70~0.72	1107410	2637543
0.72~0.77	738493	1530133
0.77~0.82	372885	791640
0.82~0.87	203005	418755
0.87~0.92	100429	<b>215749</b>
0.92~0.98	54625	115320
0.98~1.04	32665	60695
1.04~1.11	13392	28030
1.11~1.18	7375	14639
1.18~1.25	4147	7264
1.25~1.33	1762	3117
1.33~1.41	709	1355
1.41~1.50	213	645
1.50~1.60	60	432
1.60~1.70	88	372

表1 スパイク前のスラリーAの結果

粒径レンジ (μm)	粒子数 (個/mL)	粒径より大きな粒子の累積数
0.70~0.72	1005006	2484223 mL
0.72~0.77	633343	1479216
0.77~0.82	343434	845874
0.82~0.87	183631	502439
0.87~0.92	96589	<b>318808</b>
0.92~0.98	53409	222219
0.98~1.04	82906	168810
1.04~1.11	64733	85904
1.11~1.18	11916	21172
1.18~1.25	4192	9256
1.25~1.33	2477	5064
1.33~1.41	939	2587
1.41~1.50	371	1647
1.50~1.60	171	1276
1.60~1.70	0	1105

表2 スパイク後のスラリーAの結果

期待したチャンネルに100,000個/mL弱の粒子の増加があることに注目してください。

## 結果 2、スラリー B

シリカスラリーBはFXユースポイント用システムで希釈せずに測定しました。図3は、スパイク添加前の希釈なしの結果を示しています。

粒子サイズと粒子濃度の分布

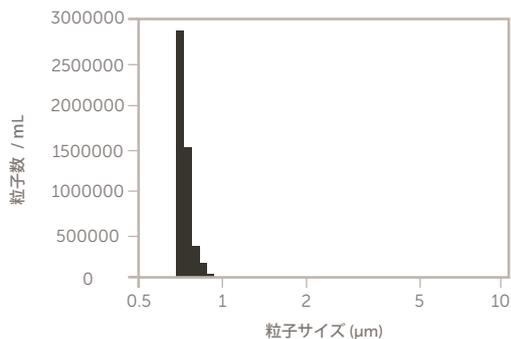


図3 スラリーB  
希釈なし、スパイクなし

このサンプル200 mLに、1,000倍希釈した1 μmのPSL標準粒子(1.74 × 10<sup>7</sup> 個/mL)を57 μL 添加しました。推定されるスパイクの濃度は5,000 個/mLです。図4にスパイク前後の測定結果を示します。

粒子サイズと粒子濃度の分布

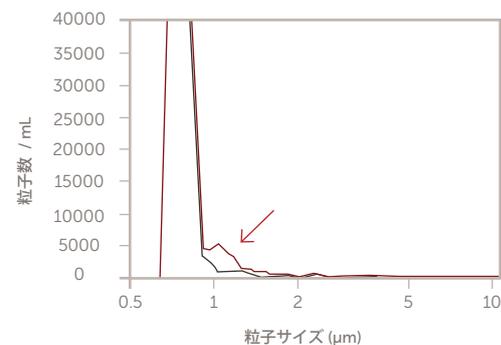


図4 スラリーB  
スパイクの前(グレー)と後(赤)

## 結果 3、スラリー C

スラリーCは工場で使用する場合の典型的な希釈条件であるスラリー1 に対しイオン交換水2 の割合で希釈し、基準試料としました。始めにFX ユースポイント用システムを用いて基準スラリーを希釈せずに測定しました。スパイク前の結果を図5に示します。LPCのテール部は、スラリーA、Bほどシャープに減少していないことに注目してください。0.7 μm以上の粒子濃度が30,000 個/mLでは、2分間の測定で30 mLのスラリーに5,500個弱しか粒子がカウントされていません。

## 粒子サイズと粒子濃度の分布

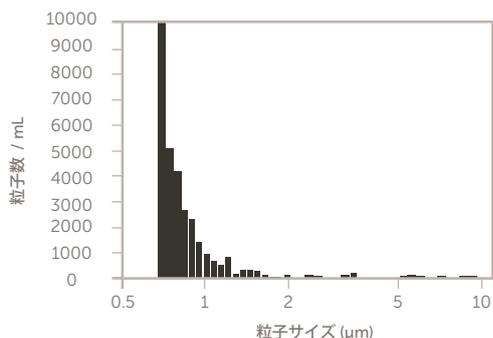


図5 スラリーC、  
希釈なし、スパイクなし

## 粒子サイズと粒子濃度の分布

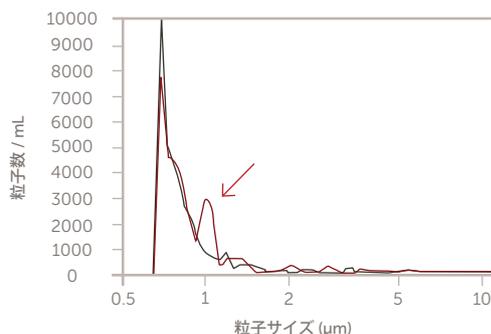


図6 スラリーC  
スパイク前(グレー)、スパイク後(赤)

次に1,000倍希釈した1  $\mu\text{m}$ のPSL標準粒子 ( $1.74 \times 10^7$  個/mL) 35  $\mu\text{L}$  を 250 mL のスラリー C に添加しました。推定されるスパイクの濃度は2,500 個/mLです。図6にスラリーCのスパイク前後の結果を示します。

## まとめ

この結果から、アキュサイザー FXは、正確かつ、簡単にCMPスラリー中に低濃度で存在するLPCを測定できる装置であるといえます。このシステムはラボでも工場のユースポイントでも使用できます。

## 詳細情報

詳細情報および最新情報については、インテグリスまでお問い合わせください。  
[www.entegris.com](http://www.entegris.com) の「[お問い合わせ](#)」ページから最寄りのインテグリスをご確認いただけます。

## 販売条件

全ての購入は、インテグリスの「販売条件」に従うものとします。インテグリスの「販売条件 (Entegris Terms and Conditions of Sale)」は、[www.entegris.com](http://www.entegris.com) のホームページのフッターにある「[販売条件](#)」をクリックすると、閲覧または印刷することができます。



## 日本インテグリス合同会社

東京 | TEL (03)5442-9718 FAX (03)5442-9738 〒108-0073 東京都港区三田1-4-28 三田国際ビルディング  
大阪 | TEL (06)6390-0594 FAX (06)6390-3110 〒532-0011 大阪市淀川区西中島6-1-1 新大阪プライムタワー  
九州 | TEL (092)471-8133 FAX (092)471-8134 〒812-0013 福岡市博多区博多駅東1-13-9 いちご博多駅東ビル

Entegris®、Entegris Rings Design®、およびその他の製品名は Entegris, Inc. の商標です。詳細は[www.entegris.com](http://www.entegris.com)の[規定/商標](#)をご覧ください。全てのサードパーティの製品名、ロゴ、企業名、商標、登録商標は、それぞれその所有者に帰属します。それらの使用は、商標権所有者との提携、同者による支援、推奨を示すものではありません。

©2018-2021 Entegris, Inc. | All rights reserved. | 7127-10527ENT-0421JPN