難加工基板のCMPにおける スラリーフロー評価法に関する研究*

—基板界面におけるスラリー流れ場とそれに及ぼす影響因子の評価—

畠田道雄** 富家勇一*** 堀田和利† 玉井一誠† 森永 均† 石川憲一**

Investigation of Slurry Flow Behavior in Chemical Mechanical Polishing of Hard to Process Material
- Evaluation of Slurry Flow in Polishing Contact Interface and Effect of Polishing Parameters on Its Behavior -

Michio UNEDA, Yuichi TOMIIE, Kazutoshi HOTTA, Kazusei TAMAI, Hitoshi MORINAGA and Ken-ichi ISHIKAWA

In recent years, LED and power semiconductor devices are spread rapidly towards the realization of the energy-saving society. Chemical mechanical polishing (CMP) is an important technology in the manufacturing process. In the CMP, the Preston's law is beneficial formula for estimating the removal rate, however, this formula only includes the mechanical parameters; the polishing pressure and the relative velocity. Here, it is well known that the slurry flow behavior has high correlation with the removal rate. This paper reveals the slurry flow in the contact interface between the polishing pad and the substrate. Furthermore, we discuss the novel mathematical evaluation of the removal rate owing to the multiple correlation analysis. As a result, we propose an innovative formula for predicting the removal rate by using the slurry and polishing pad characteristics.

Key words: chemical mechanical polishing, digital image correlation method, slurry flow, velocity ratio, polishing pad, pad asperity, hardness, density, slurry, adsorptive property

1. 緒 言

現在、LED やパワー半導体の製造プロセスにおいて、CMP (Chemical Mechanical Polishing: 化学的機械的複合研磨) は欠かすことのできない重要な技術と位置付けられ、CMP プロセスのさらなる高度化が求められている¹⁾²⁾。CMP では研磨パッドと基板の相互間の接触界面に専用研磨液 (以下、スラリー) を介在させ、研磨パッドと基板間に研磨圧力を付与し、それぞれを相対運動させる。それによって研磨パッドとスラリーに含まれる砥粒の接触による機械的作用とスラリーの化学的作用が複合され、基板表面を高平坦化させることができると言われている³⁾。

ここで、CMP における材料除去速度である研磨レート RR に関しては、式(1)で与えられる Preston の経験則⁴⁾がある。

$$RR = \eta \cdot p \cdot v \quad (1)$$

このように、研磨レート RR は研磨圧力 p と研磨パッド・基板間における相対摩擦速度 v に加えて、プレストン係数 η の積に比例することが示されている。一方で、プレストン係数 η にはスラリーの機械的・化学的作用が包含されており、その解明は未だにできておらず、この係数の要素を明確化することは CMP のメカニズムを知る上で非常に重要である^{4)~6)}。

ところで、CMP において研磨パッドと基板相互間の接触界面を流れるスラリーの流れ場 (以下、スラリーフロー) が研磨レートに大きな影響を及ぼすことが明らかにされつつある。しか

しながら、スラリーフローの研究の多くがコンピュータシミュレーションによる流体解析やスラリーフローの観察のみの評価に留まるものであり、研磨パッドやスラリーなどの消耗副資材、並びに機械的条件下におけるスラリーフローや研磨レートとの関係を定量的評価し、新たな数式化に展開した研究事例は少ない。

このような背景に基づき、著者らは既報⁷⁾⁸⁾にて、デジタル画像相関法 (Digital Image Correlation Method: 以下、DIC 法) を用いてサファイアの CMP におけるスラリーフローの定量的評価を試み、このときの消耗副資材の影響を報告している。一方、既報⁷⁾⁸⁾におけるスラリーフローに関して、スラリー膜厚方向における観察する領域 (以下、観察領域) が明確ではなく、実際の研磨作用が行われる基板近傍の接触界面 (以下、基板界面) におけるスラリーフローは解明できていない。

本論文では、スラリーフローの観察で使用する光源の入射照度の大小によって調整できる撮影画像の輝度値に応じて、観察領域が変化する現象を利用し、基板界面におけるスラリーフローを明らかにする。このことを通じて、研磨パッド (不織布) の種類とスラリー組成 (吸着性) がスラリーフローと研磨レートに及ぼす影響を検討した結果を述べるものである。さらには、本論文で得られた結果から、統計的データ分析手法である重回帰分析を用いることで、式(1)で与えられるプレストンの経験則をベースにした研磨レートを与える新しい実験式の提案にまで言及する。

2. 実験方法

2.1 実験概要

図 1 に本研究で取り扱う片面研磨による実験モデル、表 1 に実験条件を示す。実験装置に汎用卓上型研磨装置 (Engis Japan Corp.: EJ-380IE) を用い、研磨パッドには 4 種類の不織布タイプ

* 原稿受付 平成 29 年 1 月 18 日

* 掲載決定 平成 29 年 5 月 17 日

** 正会員 金沢工業大学 (野々市市扇が丘 7-1)

*** 金沢工業大学大学院

† 正会員 株式会社フジインコーポレーテッド (各務ヶ原市テクノプラザ 1-8)

Fig.1 Schematic image of slurry flow visualization experiment

Table 1 Experimental variables

Polishing pad	Non-woven fabric (A, B, C and D)
Substrate	Sapphire (2 inches, C-plane)
Rotational speed of platen/substrate	50 min ⁻¹ (CCW)
Slurry	Abrasive grain
	Particle size
	Abrasive concentration
	Adsorptive property
	Supply rate of slurry
Slurry dropping position	0 mm (Center of platen rotation)
Offset of substrate	120 mm
Polishing pressure	30 kPa
Polishing time	30 min

Table 2 Observation variables by high-speed digital camera

Frame per second	1000 FPS
1pixel size	116 μm
Illumination	1260 lx, 2220 lx, 3190 lx, 4180 lx, 5140 lx, 6170 lx, 7170 lx

を、基板には2inch サファイア（C面、治具中央への基板1枚のワックス貼り）を使用した。定盤・基板の回転数は50min⁻¹とし、反時計方向（CCW）に回転させた。スラリー砥粒はコロイダルシリカ（平均粒径：74nm）であり、吸着性の異なるスラリー(i)と(ii)を使用した。砥粒濃度はスラリー原液を純水希釈し、20wt%に調整した。なお、スラリー吸着性(ii)は、スラリー吸着性(i)に配合されているコロイダルシリカの表面電荷を化学的に制御することで、サファイア基板に対する砥粒の吸着性を変化させたものである。定盤回転中心と基板回転中心の間隔（オフセット）は120mm、スラリー滴下位置は0mm（定盤回転中心）とした。研磨圧力は30kPa、1回の研磨時間 t は30minとした。研磨レート RR は秤量法を用いて研磨前後の基板の質量差 Δm_s から式(2)で算出した。なお、記号 A と ρ はそれぞれ基板の表面積、密度である。

$$RR = \frac{\Delta m_s}{t \cdot A \cdot \rho} \quad (2)$$

2.2 スラリー流れ場評価の概要

DIC法とは測定対象の基準画像（変化前）と比較画像（変化後）の画像それぞれを全域で照合し、経過時間における測定対象物の移動量を算出する手法である。このDIC法によって研磨パッドと基板相互間における接触界面のスラリーの流れ場を定量評価した結果をスラリーフローと定義した。なお、本研究で用いたDIC法の詳細は既報⁷⁸⁾を参照されたい。

Fig.2 Cross-sectional image of polishing pads by SEM

Fig.3 Relationship between polishing pad and brightness

Table 3 Measurements variables

Measuring device	Pad surface measuring instrument PSP-100 (Fujikoshi Machinery Corp.)
Measurement position	Random
Number of measurements	50
Measurement pressure	30 kPa

DIC法で用いるための画像を高速度カメラで撮影した観察条件を表2に示す。高速度カメラのフレームレート（1秒あたりに撮影する枚数）を1000FPSとし、撮影した画像のピクセルサイズ（1pixelあたりの大きさ）は116μmである。さらに、観察に用いた光源（図1におけるリング状のLED）の入射照度の条件を7段階（1260lx～7170lx）に変化させた。このときの入射照度の数値は照度計を用いて、図1に示した研磨パッド上に照射する照度を測定した値である。

ここで、スラリーフロー解析で得られるスラリー流れの方向は研磨パッドの回転方向に追従することがわかっている。そのため、本研究では線速比（スラリー流速／研磨パッド線速）を定義する。すなわち、同解析で得られるスラリー流速分布を、接触界面全面で求めた研磨パッドの線速度分布で除することによって線速比分布を求め、スラリーフローを評価した。

また、本論文では研磨パッド中心から基板中心までの方向をX軸、それに垂直な方向をY軸、カメラ光軸方向となる鉛直方向をZ軸と定義し、スラリーフローは基板界面（X-Y平面）における2次元（面内）流れ場として評価した。ところで、スラリーの流れ場はX-Y-Z空間に亘る3次元的な振る舞いを呈する¹³⁾と考えられ、たとえば、既報¹⁴⁾においては断面（X-Z平面）における2次元流れ場を研磨パッド表面性状の拡大モデルによって評価されている。したがって、スラリー流れ場は本論文で

Fig.4 Effect of illumination on velocity ratio distribution (Polishing pad A)

取り扱う X-Y 平面の 2 次元のみで完全に評価することは難しいことを認識した上で、基板界面は X-Y の 2 次元平面であることから、これに着目して以下の議論を進める。

2.3 消耗副資材の評価概要

使用した研磨パッドの詳細を以下に示す。図 2 に研磨パッド断面の SEM 画像を示す。これによって、各研磨パッド表面における微細凹凸形状はそれぞれ異なることがわかる。図 3 に色差計 (TES Electrical Electronic Corp.: TES135A) で測定したそれぞれの研磨パッドの明度を示す。明度 L^* の範囲は 0~100 までであり、明度の数値が大きいほど白色に近いことを表す。その結果、研磨パッド A が最も白色に近く、研磨パッド B, C, D は同等である。

ダブプリズムを用いた接触画像解析⁹⁾による研磨パッド表面性状の定量評価手法に関する測定条件を表 3 に示す。また、研磨パッドの硬度はアスカ硬度計 (高分子計器製: A 型) を用いて測定した。

さらに、研磨パッドの密度 D は式(3)によって求めた。

$$D = \frac{m}{V} \quad (3)$$

密度の測定にあたっては、それぞれの研磨パッドを均等な大きさに裁断し、縦・横・厚みから求められる体積 V と質量 m を 10 回測定し、その平均値から式(3)で得た。

3. 基板界面における線速比の観察とその影響

図 4 に一例として、研磨パッド A を用いた場合における純水、並びにスラリー吸着性(i)と(ii)をそれぞれ供給した場合に得られた線速比分布 (コンター図) を示す。なお、入射照度は 4180lx, 5140lx, 6170lx である。ここで、線速比の分布のコンター図は、線速が高い (最大値は 1.0 となる) 領域を赤色で示した。

この結果、入射照度が高いほど線速比は 1.0 に近くなり、ばらつきは小さくなる。純水供給に比較すると、スラリー供給にお

Fig.5 Relationship between illumination value and velocity ratio when pure water was supplied

Fig.6 Relationship between illumination value and velocity ratio when slurry was supplied

Fig.7 Estimation of observed area in slurry film thickness direction

いては線速比が小さくなる。また、スラリー吸着性(ii)の方が線速比は小さくなる傾向を示す。さらに、すべてのコンター図の面内において幾分のばらつきは見受けられるが、それは大きくないと認められるため、以降は平均値をもって評価する。

図 5 に純水供給時における各入射照度での線速比の測定結果を示す。図 5(a) に線速比の範囲が 0~1.0 までの結果を示す。この結果、無色透明の純水を供給した場合、線速比は殆どの入射照度で 1.0 を示す結果となった。これより、研磨パッドの動き (線速) をそのまま観察した結果であると言える。さらに、線速比である縦軸の範囲を 0.8~1.0 に拡大した結果を図 5(b) に示す。この結果、入射照度が低下するに伴って測定される線速比は 1.0 (誤差 ± 0.03) を下回ることがわかる。ここで、線速比が 1.0 (誤差 ± 0.03) を下回る直前となる入射照度の条件を基板界面測定条件と定義する。

この基板界面測定条件は研磨パッドによって異なり、研磨パッド A では入射照度が 5140lx, 研磨パッド B と C, D では 3190lx となる。ここで、図 3 で示したように研磨パッドの明度 L^* が研磨パッド A で約 100, 研磨パッド B と C, D で 92~94 であり、研磨パッドの有する色合いが基板界面測定条件に影響を及ぼすと考えられる。

図 6 にスラリー供給時における各入射照度での線速比の測定結果を示す。この結果、白色のスラリーを供給した場合では図 5 の純水の結果と比較すると入射照度の低下に伴

Fig.8 Relationship between velocity ratio when consumable material were changed

Fig.9 Relationship between removal rate when consumable material were changed

Fig.10 Correlation between velocity ratio and removal rate

Fig.11 Contact images between image rotation prism and polishing pads (Image size: 8mm x 6mm)

Fig.12 Effect of polishing pad on contact points

Fig.13 Hardness of each polishing pad

Fig.14 Density of each polishing pad

って線速比は顕著に減少する。このことは、入射照度が低下するほど、接触界面に形成されるスラリーの液膜（厚み）の影響によって、入射光がスラリー液膜の最下部にある研磨パッド表面へ届かなくなることによって起因すると考えられる。

ここで、図 7 としてスラリフロー観察領域の遷移モデルを示し、基板界面測定条件について考察する。図 7(a)のように、入射照度が高い場合にはスラリー（あるいは純水）による液膜を透過する。そして、微細な凹凸構造を有する研磨パッドの表面まで十分に入射光が到達し、その反射光を高速度カメラで撮影することによって研磨パッド線速に類似する結果が得られたと推察される。一方、入射照度が低い場合、図 7(b)のように白色のスラリーによる液膜の影響によって研磨パッドの凹凸構造を観察し難く、基板界面近傍におけるスラリーの動きを観察することになると考えられる。すなわち、純水供給時における測定で研磨パッド線速が得られなくなる直前の入射照度条件、すなわち、基板界面測定条件で観察すれば、基板界面における線速比を評価できると考えられる。

図 8 に各研磨パッドと各スラリーの組み合わせによる、基板界面測定条件の下でのスラリフローの線速比を示す。この結果、消耗副資材の違いによって線速比は変化し、研磨パッド D, A, C, B の順に線速比は高く、スラリーの吸着性が(i)に比較すると(ii)の方が線速比は小さくなる。

図 9 に図 8 と同様の組み合わせによる研磨テストで得られた

研磨レートを示す。図 8 の結果と同じく、研磨パッド D, A, C, B の順に研磨レートは高い結果を示した。また、スラリーの吸着性に関しては、研磨パッド A を除いて、吸着性(i)に比較すると(ii)の方が研磨レートは小さい傾向を示す。

図 8 と図 9 の結果に基づき、基板界面測定条件における線速比とそのときの研磨レートの関係を図 10 に示す。この結果、線速比と研磨レートには高い相関関係が得られる。したがって、研磨レートはスラリー線速比の影響を強く受けると言える。このことから、線速比に影響を及ぼす因子を明確化することによって、研磨レートの制御要因を明らかにできると考えられる。

4. 消耗副資材の分析に基づくメカニズムの検討

4.1 消耗副資材の定量評価

第 3 章の検討結果から、線速比、並びに研磨レートに及ぼす消耗副資材の影響はそれぞれ異なることを示した。本節では、各消耗副資材の影響度を定量的に分析するために、それぞれの影響因子の定量化を試みる。ここで、消耗副資材である研磨パッドの影響因子については、その表面性状、並びに硬度と密度を定量評価した。また、スラリーの影響因子については第 3 章で述べた吸着性(i), (ii)を評価したものである。

各研磨パッドにおける接触状態を接触画像解析法によって評価した結果（接触画像）を図 11 に示す。ここで、白色部分が研磨パッドとダブリズム相互間の真実接触領域で、黒色部分は非接触領域を示す。これをランダムに 50 か所を取得し解析する

Table 4 List of each evaluated parameter values used for the multiple correlation analysis

Pad type	Adsorptive Property ($X_1 = S_d$)	Number of contact points [1/mm ²] ($X_2 = P_c$)	Density [kg/m ³] ($X_3 = P_D$)	Hardness ($X_4 = P_H$)	Velocity ratio ($v = V_E$)	
A	(i)	0	122	390	58.4	0.949
B		0	69.9	436	77.0	0.830
C		0	62.0	467	79.4	0.891
D		0	51.6	590	74.4	0.990
A	(ii)	1	122	390	58.4	0.911
B		1	69.9	436	77.0	0.664
C		1	62.0	467	79.4	0.714
D		1	51.6	590	74.4	0.943

ことで接触点数を定量評価した。その結果を図 12 に示す。これから、研磨パッド A, B, C, D の順に接触点数は大きいことがわかる。

また、各研磨パッドの硬度と密度の測定結果を図 13 と図 14 にそれぞれ示す。これらの結果、研磨パッド C, B, D, A の順に硬度が高く、研磨パッド D, C, B, A の順に密度が高いことがわかる。

4.2 重回帰分析による評価

これらの結果に関する影響度について、多変量解析手法である重回帰分析を用いることで各評価パラメータが線速比に及ぼす影響を検討した。式(4)に重回帰式¹⁰⁾¹¹⁾を示す。

$$y = 10^{K_0} \times X_1^{K_1} \times X_2^{K_2} \times \dots \times X_m^{K_m} \quad (4)$$

重回帰分析とは、目的変数 y が複数ある説明変数 X_n によって影響を受ける場合に、その関係を定量的に数値化し、影響分析する手法であり、目的変数の推定と目的変数に対する説明変数の影響度を評価できる。また、T 値は説明変数が目的変数に影響を与えているかを示し、絶対値が 1.4 を超えると有意な説明変数であると言える。P 値は説明変数を用いた場合の信頼度を示し、値が 0.5 を下回ると信頼性があると言える。

本研究における検討範囲で得られた実験データの一覧を表 4 に示す。この結果に基づいて線速比を目的変数とし、説明変数にスラリーの吸着性、研磨パッドの接触点数と密度、並びに硬度を用いた場合における重回帰分析結果を表 5 に示す。この結果、吸着性を除くすべての説明変数で T 値の絶対値が 1.4 以下、P 値が 0.5 以上となり、信頼性の低い分析結果となる。

ここで、変数減少法¹²⁾に基づいて、表 5 の結果で最も T 値の絶対値が小さく、P 値が大きい硬度を除外し、再度重回帰分析を試みた結果を表 6 に示す。この結果、すべての説明変数において T 値が 1.4 以上、P 値が 0.5 以下となったことから、これらの説明変数による重回帰分析は信頼性が高く、また、高い相関係数が得られた。

図 15 に表 6 の結果から、線速比における実測値と重回帰分析による推定値との関係を示す。以上の結果から、消耗副資材として用いる研磨パッドの表面性状と密度の定量評価に加えて、スラリー組成も定量評価することで線速比が推定可能となる。

さらに、第 3 章で示したように線速比の因子を用いて、研磨レートに影響を及ぼす因子を検討した。本研究では研磨圧力 p と基板・定盤間における相対摩擦速度 v を一定としたことから、Preston の経験則に基づけば、プレストン係数 η に比例した式を導出できる。その結果を式(5)に示す。

$$\eta \propto V_E = P_C^{0.647} \times P_D^{1.46} \times 10^{-0.0580 S_A} \times 10^{-5.14} \quad (5)$$

Table 5 1st step result of multiple correlation analysis for velocity ratio

Correlation coefficient	0.944		
	Coefficient (K_n)	T (Influence)	P (Significant level)
Y-intercept	-41.8 (K_0)	-0.750	0.508
Adsorptive property ($X_1 = S_A$)	-0.0580 (K_1)	-2.60	0.0802
Number of contact points [$1/\text{mm}^2$] ($X_2 = P_C$)	5.30 (K_2)	0.749	0.508
Density [kg/m^3] ($X_3 = P_D$)	6.99 (K_3)	0.831	0.467
Hardness ($X_4 = P_H$)	7.11 (K_4)	0.658	0.558

Table 6 2nd step result of multiple correlation analysis for velocity ratio

Correlation coefficient	0.936		
	Coefficient (K_n)	T (Influence)	P (Significant level)
Y-intercept	-5.14 (K_0)	-4.54	0.0105
Adsorptive property ($X_1 = S_A$)	-0.0580 (K_1)	-2.81	0.0483
Number of contact points [$1/\text{mm}^2$] ($X_2 = P_C$)	0.647 (K_2)	4.20	0.0137
Density [kg/m^3] ($X_3 = P_D$)	1.46 (K_3)	4.46	0.0111

Fig.15 Relationship between experiment results and multiple correlation analysis results for velocity ratio

したがって、本論文の検討範囲において、線速比 V_E は研磨パッドの接触点数 P_C と密度 P_D 、並びにスラリーの吸着性 S_A のそれぞれを式(5)に代入することによって推定でき、線速比の推定値がプレストン係数 η に比例する。このことから、研磨メカニズムの解明には、以上の要素を分析し、評価に加えることが重要である。

5. 結 言

本研究では、サファイアの CMP で用いられる消耗副資材 (研磨パッドとスラリー) の特性が基板界面におけるスラリフロー、並びに研磨レートに及ぼす影響を検討し、プレストン係数 η を与える新しい実験式の導出を試みた。本論文で得られた結果を以下に要約する。

- (1) 適切な観察条件 (基板界面測定条件) を選定することで基板界面におけるスラリフロー評価が可能であり、その観察条件は研磨パッドの明度の影響を受ける。
- (2) サファイアの CMP において、研磨レートは線速比に強相関があることを明らかにした。すなわち、線速比の制御が研磨レートの大小に繋がる。
- (3) その線速比に影響を及ぼす因子を定量的に評価する

ことを通じて、本論文の検討範囲の中で研磨レートを求める Preston の経験則におけるプレストン係数 η を導出し得る新しい実験式を提案した。

参 考 文 献

- 1) 酒井孝正：省エネルギー対策の最新動向と展望，産業と環境，**45**，7 (2015) 9.
- 2) 滝 修：サファイア・SiC 基板と MEMS ウエハの研削・研磨技術，CHEMICALTIMES，No.1 (通巻 227 号)，関東化学，(2013) 1.
- 3) 會田英雄，青田奈津子，木村 豊，川又友喜，小山浩司，山崎 努，土肥俊郎：LED 用サファイア単結晶基板の超精密 CMP 加工技術とその PSS 加工プロセスへの応用，精密工学会誌，**78**，11 (2012) 932.
- 4) F.W.Preston: The Theory and Design of plate Glass Polishing Machines, Journal of the Society of Glass Technology, **11** (1927) 214.
- 5) S.R.Runnels, L.M.Eyman: Tribology Analysis of Chemical-Mechanical Polishing, Journal of the Electrochemical Society, **141**, 6 (1994) 1698.
- 6) 橋本洋平，鈴木教和，浅羽正和，樋野 励，社本英二：研磨パッドの微細凹凸接触を考慮した CMP プロセスの EHL 解析，精密工学会誌，**79**，1 (2013) 73.
- 7) 畝田道雄，福田有哉，横川和弘，堀田和利，杉山博保，玉井一誠，森永 均，石川憲一：サファイア CMP の研磨レートに及ぼすスラリーフローの影響，砥粒加工学会誌，**58**，9 (2014) 583.
- 8) 畝田道雄，福田有哉，伊藤康昭，堀田和利，杉山博保，玉井一誠，森永 均，石川憲一：サファイア基板のメカニカルポリシングに及ぼす定盤表面性状の影響—定盤表面性状とスラリーフロー並びに研磨レートの関係—，砥粒加工学会誌，**58**，5 (2014) 314.
- 9) 畝田道雄，岡部憲嗣，守屋紀彦，澁谷和孝，石川憲一：ダブブリズムを用いた接触画像解析に基づくポリシングパッド表面性状の定量評価手法の開発に関する研究，精密工学会誌，**77**，9 (2011) 883.
- 10) 菅 民郎：Excel で学ぶ多変量解析入門，(2013) 110.
- 11) 内田 治：すぐに使える EXCEL による分散分析と回帰分析，(2009) 146.
- 12) 中山厚穂：EXCEL ソルバー多変量分析（因果関係分析・予測手法編），日科技連出版社，(2009) 114.
- 13) D.G.THAKURTA, C.L.BORST, D.W.SCHWENDEMAN, R.J.GUTMANN and W.N.GILL: Three-Dimensional Chemical Mechanical Planarization Slurry Flow Modell Based on Lubrication Theory, Journal of the Electrochemical Society, **148**, 4 (2001) G207.
- 14) 福田 明，御手洗真人：研磨パッド・アスベリティ内スラリー流れの可視化方法の検討，精密工学会誌，**83**，2 (2017) 173.