



國立台灣科技大學

機械工程系

碩士學位論文

學號：M9503234

應用 GIXRD 量測薄膜殘留應力 與化學機械拋光的影響分析

Residual Stress Measurement of Thin Film on Silicon
Wafer with CMP Process Using GIXRD

研 究 生：陳孟科

指導教授：陳炤彰 博士

中華民國九十七年六月二十日



M9503234



碩士學位論文指導教授推薦書

指導教授：陳昭彰

本校 機械工程系 陳孟科 君

所提之論文：

應用GIXRD量測薄膜殘留應力與化學機械拋光的影響分析

係由本人指導撰述，同意提付審查。

指導教授

陳昭彰

97 年 6 月 20 日



碩士學位考試委員審定書



M9503234

指導教授：陳昭彰

本校 機械工程系 陳孟科 君

所提之論文：

應用GIXRD量測薄膜殘留應力與化學機械拋光的影響分析

經本委員會審定通過，特此證明。

學校考試委員會

委員：

傅日興

林厚慶

陳昭彰

指導教授：

陳昭彰

學程主任：

黃世欽

系主任（所長）：

中華民國 97 年 6 月 20 日

摘 要

半導體元件是由數層不同的厚度且材質互異的薄膜所構成，鎢薄膜做為柱塞(Plug)的用途，化學機械拋光(Chemical Mechanical Polishing, CMP)是半導體製程中全面平坦化(Global Planarization)的方法。但薄膜經 CMP 之後，表面材料移除同時伴隨有殘留應力的變化，殘留應力對薄膜結構及材料性質具有關鍵的影響。本研究量測鎢薄膜殘留應力，探討鎢薄膜化學機械拋光對其影響。研究方法規劃化學機械拋光與電化學拋光(Electrochemical Polishing, ECP)兩組實驗，以低掠角繞射法(Grazing Incidence X-Ray Diffraction, GIXRD)量測薄膜次表面殘留應力，將量測結果由 LabView7.0 軟體編輯程式，計算殘留應力值，計算結果與分析軟體(PANalytical X'Pert Stress)比較結果一致，計算值誤差來自不同的近似方式。化學機械拋光殘留應力量測結果，薄膜 CMP 殘留應力分佈為張應力的狀態，隨著深度的增加而遞減，次表面由於拋光液與薄膜之間化學作用生成氧化物，同時也受到磨料顆粒刮損的影響產生次表面破壞，由 GIXRD 檢測結果，次表面變質層分佈約 21.3nm。電化學拋光殘留應力量測結果，薄膜 ECP 殘留應力分佈隨著深度的增加而遞減，次表面因為電解過程中受到電化學作用，電解液與薄膜之間生成氧化物，次表面變質層分佈約 16nm。比較薄膜 CMP 與薄膜 ECP 殘留應力分佈曲線，去除移除厚度變化的影響，得知薄膜 CMP 製程參數殘留應力。由實驗設計，改變下壓力與相對轉速，得到薄膜 CMP 殘留應力變化的迴歸方程式作為預測式。未來研究可應用 GIXRD 量測不同材料薄膜殘留應力梯度的分佈，作為化學機械拋光製程參考，改善薄膜拋光後的品質。

關鍵字：鎢薄膜、殘留應力、低掠角繞射法、化學機械拋光

Abstract

Thin film layers with different properties and thickness are deposited on substrates for fabricating the semiconductor components. Tungsten material is usually as a plug for IC fabrication and Chemical Mechanical Polishing (CMP) is widely applied in the semiconductor process for global planarization, but material property and residual stress state are significantly affected by CMP process. This research is to estimate the residual stress of tungsten thin film deposited on the silicon wafer and investigate the effect induced by CMP. The Grazing Incidence X-Ray Diffraction (GIXRD) method is used in the research to measure the residual stress from CMP and electrochemical polishing (ECP) experiments. Residual stress is calculated by a developed method by Labview program and compared that with that by the PANalytical X'Pert Stress software and results are very similar in both methods. Residual stress distribution measurement results after CMP experiment are tensile and decreasing gradually. The transition zone reveals the chemical oxidization layer interacted by the subsurface damage scratched by abrasive machining during CMP process. Results from ECP experiments reveal the chemical oxidization layer and the subsurface residual stress distribution affected during ECP process. From the residual stress distribution curves of W-films by CMP and ECP, the residual stress induced by CMP process can be obtained. Finally a regression model is obtained to provide the estimation of residual stress due to the variation parameters of CMP process. Results of this research for tungsten thin film can be further used as a reference in the CMP process to achieve desired parameters of metal thin films.

Keyword: Tungsten thin film, GIXRD, Residual Stress, CMP

誌 謝

詩 126：5~6「流淚撒種的，必歡呼收割！那帶種流淚出去的，必要歡歡樂樂地帶禾捆回來！」。感謝主的引領與祝福，使我能順利完成論文研究並將榮耀歸給神。

在工研院當實習生的這一年中，開著我的 Sentra-法拉利奔馳在國道 3 號上，往返台北與新竹兩地，有著「兩岸猿聲啼不住，輕舟已過萬重山」的感觸。研究過程中，感謝工研院量測中心傅尉恩博士的悉心指導，每次在實驗遇到困難與瓶頸時，總是給我許多建議和幫助，並且提供相關量測設備與經費供研究使用，同時感謝 PANalytical 公司的張珍永工程師的協助。

台科大二年，感謝陳炤彰老師給我許多機會參與研討會並發表論文，對於研究不斷精益求精，同時去不同的單位接受專業訓練，經歷不同的人、事、物，個人覺得獲益良多。同梯的先明、峻碩、怡欣，感謝神讓我們一起 Bible Study、修課與學習，同甘苦共患難。製造分析實驗室的成員，厲生、智榮、明輝、豐吉、柄麟、景翔、偉倫、彥德、Lien，羅 8：28「萬事都互相效力，叫愛神的人得益處」，感謝你們的幫忙。

從南科離職之後，峰回路轉，背著書包回到學校，重新再當個菜鳥學生，感謝我的家人，默默地為我祝福；我的神，總是陪著我與我同在，未來求主祝福我手所獻，我所計劃一切事工，惟靠信心志向意念，其餘一切在主手中。

目 錄

摘 要	I
Abstract.....	II
誌 謝	III
目 錄	IV
圖目錄	VII
表目錄	XIII
符號表(Nomenclature).....	XV
第一章 緒論	1
1.1 研究背景	1
1.2 研究目的與方法	3
1.3 論文架構	6
第二章 薄膜拋光之殘留應力	8
2.1 薄膜化學機械拋光製程	8
2.2 薄膜拋光與文獻探討	9
2.3 薄膜拋光之殘留應力	19
2.4 薄膜殘留應力量測文獻探討	23
2.4.1 殘留應力量測方法	23
2.4.2 應用 GIXRD 量測薄膜殘留應力	24

2.5 文獻回顧總結	26
第三章 薄膜殘留應力量測分析	31
3.1 薄膜雙軸向平面應力狀態	31
3.2 GIXRD 量測鎢薄膜試片	35
3.2.1 實驗試片準備	35
3.2.2 量測設備簡介	37
3.2.3 殘留應力量測規劃	38
3.3 GIXRD 量測結果	43
3.4 殘留應力計算程式之編輯與結果	46
第四章 實驗規劃	52
4.1 實驗規劃流程	52
4.2 化學機械拋光	56
4.3 電化學拋光	60
4.4 薄膜試片量測	62
4.5 實驗迴歸設計	65
第五章 實驗結果與討論	70
5.1 薄膜化學機械拋光結果與討論	70
5.1.1 化學機械拋光時間與殘留應力關係實驗結果	70
5.1.2 改變下壓力和相對轉速實驗結果	71

5.2 薄膜電化學拋光結果與討論	86
5.3 化學機械拋光對薄膜殘留應力的影響之討論	93
5.4 實驗迴歸分析結果	97
5.5 結果與討論總結	102
第六章 結論與建議	104
6.1 結論	104
6.2 建議	105
參考文獻	106
附錄 A GIXRD 規格說明	111
附錄 B GIXRD 校正結果	112
附錄 C 鎢薄膜試片的 d_0 值	113
附錄 D 四點探針量測簡介	114
附錄 E 殘留應力梯度分佈量測值	115
作者簡介	116

圖目錄

Fig.1-1	薄膜技術相關領域[1]	2
Fig.1-2	鎢柱塞示意圖[4]	2
Fig.1-3	Blanket Tungsten CVD 流程圖[4]	3
Fig.1-4	薄膜材料移除殘留應力的變化	5
Fig.1-5	薄膜 CMP 與 ECP 材料移除示意圖	5
Fig.1-6	研究流程圖	7
Fig.2-1	化學機械拋光示意圖	8
Fig.2-2	化學機械拋光壓力分佈[8]	14
Fig.2-3	拋光相對轉速[9]	14
Fig.2-4	磨料顆粒、晶圓與拋光墊接觸關係[10]	15
Fig.2-5	液動壓理論模型[12]	15
Fig.2-6	鈍化層對殘留應力的關係[15]	16
Fig.2-7	矽晶圓 Grinding 之後次表面破壞示意圖[16]	16
Fig.2-8	材料內部裂痕與殘留應力示意圖[17]	17
Fig.2-9	化學機械拋光後延性與脆性破壞示意圖[17]	17
Fig.2-10	消除次表面破壞示意圖[18]	18
Fig.2-11	電化學拋光實驗架設[19]	18
Fig.2-12	電化學拋光不同時間表面粗糙度結果[21]	19

Fig.2-13 不同原子化學氣相沉積	21
Fig.2-14 薄膜與基材之間不同的晶格常數	21
Fig.2-15 熱膨脹係不同形成熱殘留應力	21
Fig.2-16 薄膜拉伸與壓縮示意圖[23]	22
Fig.2-17 磨粒顆粒作用與受力示意圖[6]	22
Fig.2-18 薄膜殘留應力梯度分佈	23
Fig.2-19 機械法[27]	27
Fig.2-20 干涉法[28]	28
Fig.2-21 繞射法	28
Fig.2-22 布拉格定律	28
Fig.2-23 GIXRD 示意圖	29
Fig.2-24 應用低掠角繞射法量測 TiN[32]	29
Fig.2-25 應用低掠角繞射法量測 Tungsten[33]	30
Fig.3-1 正交座標系統	34
Fig.3-2 不同方位量測應變值	34
Fig.3-3 薄膜平面應力狀態	35
Fig.3-4 鎢金屬晶格結構[34]	36
Fig.3-5 鎢 CVD 薄膜試片示意圖	37
Fig.3-6 低掠角繞射儀	37

Fig.3-7	應用 GIXRD 量測殘留應力流程	40
Fig.3-8	試片量測位置定位	41
Fig.3-9	Line Focus X-Ray 照射區域	41
Fig.3-10	調整 ϕ 量測 0° 、 45° 和 90° 的應變值	42
Fig.3-11	2θ 掃描程式設定	42
Fig.3-12	殘留應力量測程式設定	43
Fig.3-13	2θ Scan 結果($\text{Phi}=0^\circ$)	44
Fig.3-14	2θ Scan 結果($\text{Phi}=45^\circ$)	44
Fig.3-15	2θ Scan 結果($\text{Phi}=90^\circ$)	45
Fig.3-16	不同入射角度之穿透強度掃描結果	46
Fig.3-17	程式編輯流程圖	49
Fig.3-18	$\sin^2\psi$ - ϵ ($\epsilon_{0^\circ} = 4585.3\sin^2\psi - 1832.9$)	50
Fig.3-19	$\sin^2\psi$ - ϵ ($\epsilon_{45^\circ} = 4445.6\sin^2\psi - 1778.4$)	50
Fig.3-20	$\sin^2\psi$ - ϵ ($\epsilon_{90^\circ} = 4581.3\sin^2\psi - 1832.2$)	50
Fig.3-21	平面殘留應力狀態	51
Fig.4-1	實驗流程圖	54
Fig.4-2	化學機械拋光時間與殘留應力關係實驗	55
Fig.4-3	化學機械拋光與電化學拋光實驗	56
Fig.4-4	拋光液(W2000).....	58

Fig.4-5	拋光墊 (SC1345T).....	59
Fig.4-6	PM5 拋光機 (台灣科技大學).....	59
Fig.4-7	電化學拋光電極的接法.....	61
Fig.4-8	電化學拋光實驗架設.....	61
Fig.4-9	恆電位儀.....	62
Fig.4-10	薄膜厚度量測位置.....	63
Fig.4-11	四點探針 (RT/70) (台灣大學).....	64
Fig.4-12	AFM (DI 3100) (工業技術研究院).....	64
Fig.4-13	場發射電子顯微鏡 (台灣科技大學).....	65
Fig.5-1	不同拋光時間殘留應力的變化.....	71
Fig.5-2	化學機械拋光後試片圖.....	73
Fig.5-3	CVD 薄膜試片粗糙度.....	76
Fig.5-4	W5 試片粗糙度.....	76
Fig.5-5	W6 試片粗糙度.....	77
Fig.5-6	W9 試片粗糙度.....	77
Fig.5-7	W12 試片粗糙度.....	78
Fig.5-8	化學機械拋光殘留應力梯度分佈曲線圖.....	78
Fig.5-9	薄膜厚度變化與降伏強度的關係[36].....	79
Fig.5-10	CVD 薄膜入射角度為 0.1° 繞射結果.....	80

Fig.5-11 CVD 薄膜入射角度為 0.2° 繞射結果.....	80
Fig.5-12 化學機械拋光後入射角度為 0.1° 繞射結果	81
Fig.5-13 化學機械拋光後入射角度為 0.2° 繞射結果	81
Fig.5-14 CVD 薄膜入射角度為 0.3° 繞射結果.....	82
Fig.5-15 CVD 薄膜入射角度為 0.4° 繞射結果.....	82
Fig.5-16 化學機械拋光後入射角度為 0.3° 繞射結果.....	83
Fig.5-17 化學機械拋光後入射角度為 0.4° 繞射結果	83
Fig.5-18 CVD 薄膜入射角度為 1° 繞射結果	84
Fig.5-19 化學機械拋光後入射角度為 1° 繞射結果.....	84
Fig.5-20 薄膜 CMP 變質層與殘留應力梯度分佈	85
Fig.5-21 薄膜 CMP 變質層分佈示意圖	85
Fig.5-22 薄膜電化學拋光後試片圖(ECP).....	88
Fig.5-23 動電位極化曲線	88
Fig.5-24 定電壓特性曲線	88
Fig.5-25 電化學拋光後表面粗糙度	89
Fig.5-26 電化學拋光殘留應力梯度分佈曲線圖	90
Fig.5-27 電化學拋光後入射角度為 0.1° 繞射結果	91
Fig.5-28 電化學拋光後入射角度為 0.2° 繞射結果	91
Fig.5-29 電化學拋光後入射角度為 0.3° 繞射結果	92

Fig.5-30 電化學拋光後入射角度為 1° 繞射結果	92
Fig.5-31 薄膜 ECP 變質層示意圖	93
Fig.5-32 CVD 薄膜試片 SEM 橫切面圖	95
Fig.5-33 化學機械拋光後 SEM 橫切面圖	95
Fig.5-34 電化學拋光後 SEM 橫切面圖	96
Fig.5-35 CVD 薄膜、化學機械拋光與電化學拋光後橫切面比較	96
Fig.5-36 化學機械拋光與電化學拋光殘留應力梯度分佈	97
Fig.5-37 殘差值分佈圖	101
Fig.5-38 反應曲面圖	101

表目錄

Tab.2-1	拋光液性質對材料移除率的影響[11]	15
Tab.3-1	鎢金屬晶格參數[34]	36
Tab.3-3	繞射結果($\Phi=0^\circ$)	45
Tab.3-4	繞射結果($\Phi=45^\circ$)	45
Tab.3-5	繞射結果($\phi=90^\circ$)	46
Tab.3-6	不同方位 GIXRD 量測結果	49
Tab.3-7	殘留應力程式計算結果	51
Tab.3-8	殘留應力計算結果比較	51
Tab.4-1	化學機械拋光參數設定	58
Tab.4-2	實驗因子與水準	68
Tab.4-3	實驗直交表	69
Tab.4-4	變異數之計算表	69
Tab.5-1	不同時間之厚度與殘留應力的量測值	70
Tab.5-2	W5 材料移除量測結果	74
Tab.5-3	W6 材料移除量測結果	74
Tab.5-4	W9 材料移除量測結果	75
Tab.5-5	W12 材料移除量測結果	75
Tab.5-6	殘留應力梯度分佈 GIXRD 量測結果	79

Tab.5-7	材料移除結果	89
Tab.5-8	殘留應力梯度分佈 GIXRD 量測結果	90
Tab.5-9	殘留應力量測結果	100
Tab.5-10	拋光後殘留應力值變化結果	100
Tab.5-11	變異數分析結果	102
Tab.5-12	驗證實驗量測結果	102

符號表(Nomenclature)

σ_f	:	薄膜 CVD 殘留應力	[MPa]
σ_s	:	基板殘留應力	[MPa]
t_0	:	薄膜 CVD 厚度	[nm]
t_1	:	移除厚度	[nm]
σ_{CMP}	:	薄膜 CMP 殘留應力	[MPa]
t_c	:	薄膜 CMP 移除厚度	[nm]
σ_{PV}	:	薄膜 CMP 製程參數殘留應力	[MPa]
σ_{tc}	:	薄膜 CMP 移除厚度殘留應力	[MPa]
σ_{ECP}	:	薄膜 ECP 殘留應力	[MPa]
σ_{REF}	:	薄膜參考殘留應力	[MPa]
t_e	:	薄膜 ECP 移除厚度	[nm]
σ_{te}	:	薄膜 ECP 移除厚度殘留應力	[MPa]
$\Delta \sigma_{RS}$	:	薄膜 CMP 殘留應力變化	[MPa]
MRR	:	材料移除率	[nm/min]
K_p	:	Preston 係數	
P	:	下壓力	[kg/cm ²]
V	:	相對速度	[rpm]
σ_I	:	薄膜內應力	[MPa]

σ_E	:	薄膜外應力	[MPa]
σ_{TH}	:	薄膜熱應力	[MPa]
E	:	楊氏模數	[GPa]
ν	:	蒲松氏比	
d_0	:	晶格變形前晶格大小	[Å]
d	:	原子平面間距	[Å]
θ	:	布拉格入射角	[°]
λ	:	X-Ray 波長	[Å]
I	:	X-Ray 穿透強度	
x	:	穿透距離	[nm]
D	:	穿透深度	[nm]
μ	:	材料對 X-Ray 的線性吸收係數	[1/cm]
ω	:	X-Ray 入射角	[°]
ψ	:	Tilt Angle	[°]
ϕ	:	Rotational Angle	[°]
ε_i	:	i 方向應變值	
S_i	:	i 方向的斜率值	

第一章 緒論

1.1 研究背景

薄膜科學 (Thin Film Science) [1] 在光電及半導體等相關產業的應用，帶動許多不同材料及科學領域的快速發展如 Fig.1-1 所示。薄膜材料廣泛應用於積體電路 (Integrated Circuit, IC)、微機電系統 (Micro-Electro-Mechanical System, MEMS) 及平面顯示器 (Flat Plane Display, FPD) 上面。隨著元件不斷地微小化，薄膜的材料性質包含微小組織結構的改變、熱膨脹效應及材料內部殘留應力等，會對元件特性造成影響。

半導體元件是由數層不同的厚度且材質互異的薄膜所構成，由於每一層薄膜從沉積開始，到元件完成期間，製程中經歷不同的加工過程，會使得元件裡的每一層薄膜所承受的內、外應力及熱應力發生變化。機械應力經常使薄膜累積過多的能量，而造成半導體元件的許多問題，如果薄膜內部存在殘留應力，將會對元件穩定性產生影響。

鎢金屬的熔點高且具備極佳的階梯覆蓋能力，以化學氣相沉積法 (Chemical Vapor Deposition, CVD) 沉積在半導體元件上面，應用在上下金屬導線之間的中間金屬層，做為柱塞 (Plug) 的用途 [2]，如 Fig.1-2、Fig.1-3。化學機械拋光 (Chemical Mechanical Polishing, CMP) 為積體電路製造過程中，因晶圓表面高低起伏而導致微影製程上聚焦不良問題而發展的技術，現則已廣泛應用於 IC 製程中，為半導體製程中全面平坦化 (Global Planarization) 有效的方法 [3]，但薄膜試片經化學機械拋光後，表面材料移除的同時伴隨有殘留應力的變化，殘留應力對薄膜結構及材料性質具有關鍵的影響。因此如何估算薄膜在 CMP 後殘

留應力為半導體製程之重要議題。

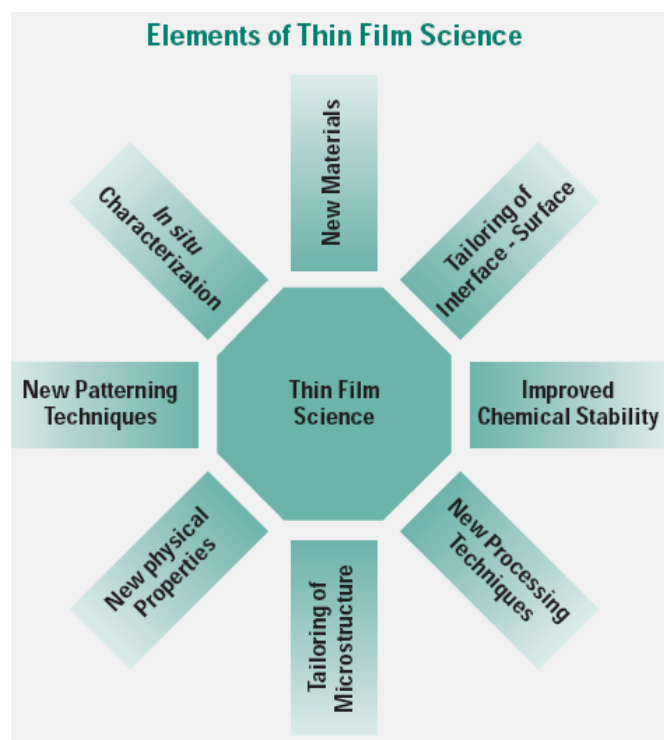


Fig.1-1 薄膜技術相關領域[1]

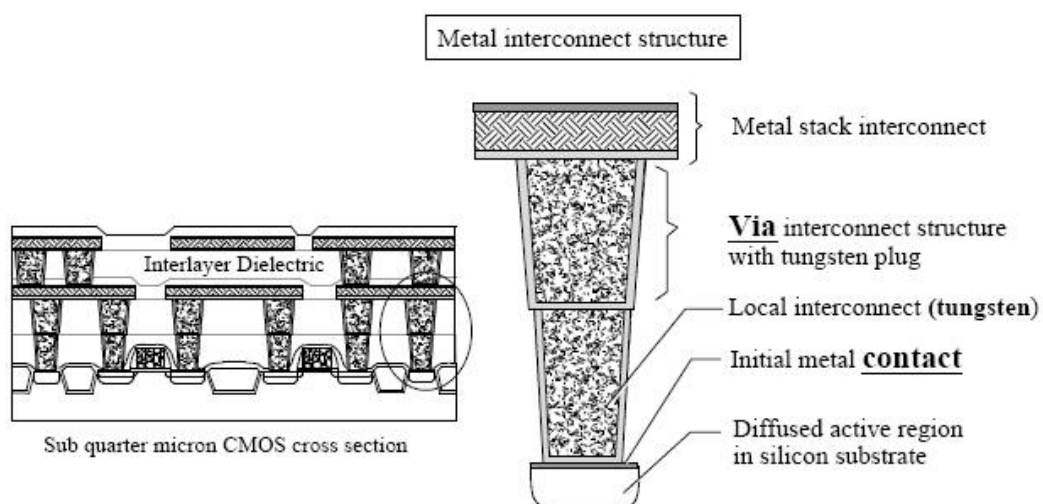


Fig.1-2 鎢柱塞示意圖[4]

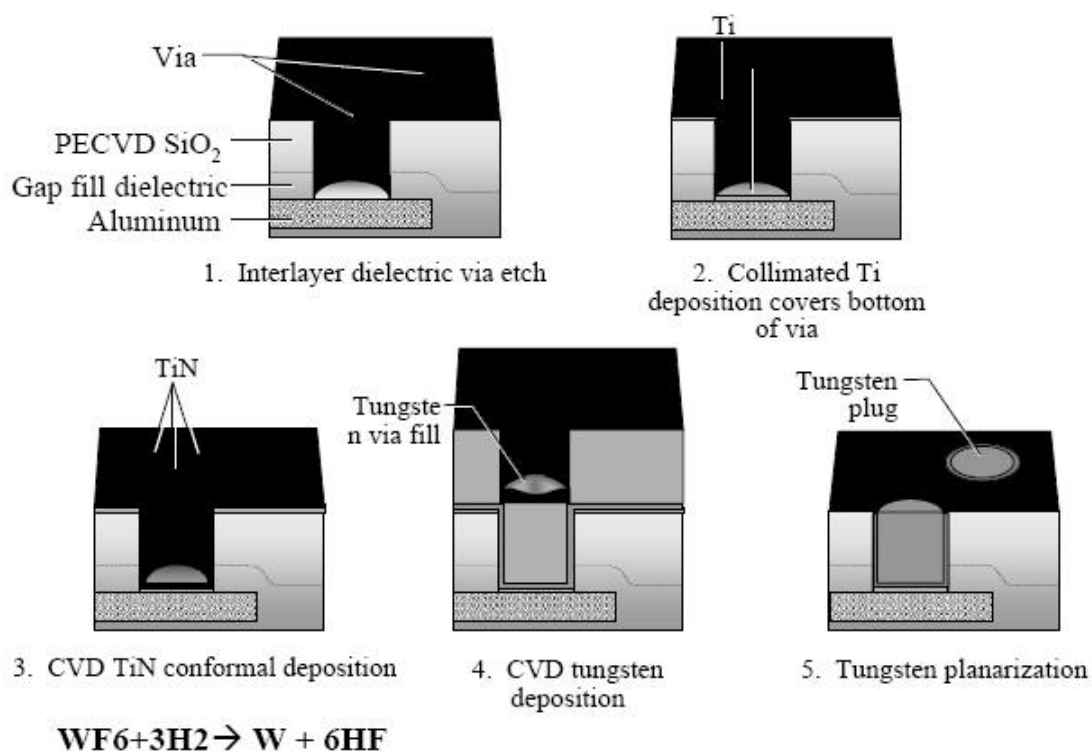


Fig.1-3 Blanket Tungsten CVD 流程圖[4]

1.2 研究目的與方法

本研究之目的是量測鎢薄膜殘留應力，探討化學機械拋光對其影響。

鎢薄膜以 CVD 的方式沉積在矽基板上面，沉積的過程中，產生薄膜 CVD 殘留應力(σ_f)與基板殘留應力(σ_s)如 Fig.1-4(a) 所示，當材料厚度由 t_0 移除 t_1 時會影響薄膜與基板之間力平衡的關係， σ_f 與 σ_s 產生變化如 Fig.1-4(b)所示。當 CVD 薄膜經過化學機械拋光，材料移除同時伴隨殘留應力發生改變，本研究主要求探討化學機械拋光，去除材料移除時厚度變化對薄膜殘留應力所造成的影響。

本研究之方法是規劃化學機械拋光(CMP)與電化學拋光(Electrochemical Polishing, ECP)兩種方法，對 CVD 鎢薄膜進行拋光。化學機械拋光如 Fig.1-5(a)所示，薄膜原始厚度 t_0 經 CMP 移除厚度 t_c ，

薄膜 CMP 殘留應力(σ_{CMP})包含薄膜 CVD 殘留應力(σ_f)、薄膜 CMP 製程參數殘留應力(σ_{pv})與薄膜 CMP 移除厚度殘留應力(σ_{tc})如 Eq.1-1 所示;電化學拋光是將材料以離子化的方式將薄膜 CVD 厚度由 t_0 經 ECP 移除厚度 t_e ，而且電解液保持在常溫之下，屬於無外加應力的加工方式如 Fig.1-5(b)所示，薄膜 ECP 殘留應力(σ_{ECP})包含薄膜 CVD 殘留應力(σ_f)與薄膜 ECP 移除厚度殘留應力(σ_{te})，將薄膜 ECP 殘留應力(σ_{ECP})作為薄膜參考殘留應力(σ_{REF})如 Eq.1-2 所示，並且與薄膜 CMP 殘留應力(σ_{CMP})相互比較，薄膜 CMP 移除厚度與薄膜 ECP 移除厚度相同時即($t_c=t_e$)如 Eq.1-3 所示，則薄膜 CMP 移除厚度殘留應力與薄膜 ECP 移除厚度殘留應力可視為相同($\sigma_{\text{tc}}=\sigma_{\text{te}}$)如 Eq.1-4 所示，應用低掠角繞射法(Grazing Incidence X-Ray Diffraction, GIXRD)量測 σ_{CMP} 與 σ_{REF} ，比較量測結果，得到化學機械拋光製程參數對薄膜殘留應力的影響(σ_{pv})如 Eq.1-5 所示。

本實驗研究方法表示如下列式子所示：

$$\sigma_{\text{CMP}} = \sigma_f + \sigma_{\text{pv}} + \sigma_{\text{tc}} \quad (1-1)$$

$$\sigma_{\text{REF}} = \sigma_{\text{ECP}} = \sigma_f + \sigma_{\text{te}} \quad (1-2)$$

若薄膜 CMP 與 ECP 移除厚度相同，

$$t_c = t_e \quad (1-3)$$

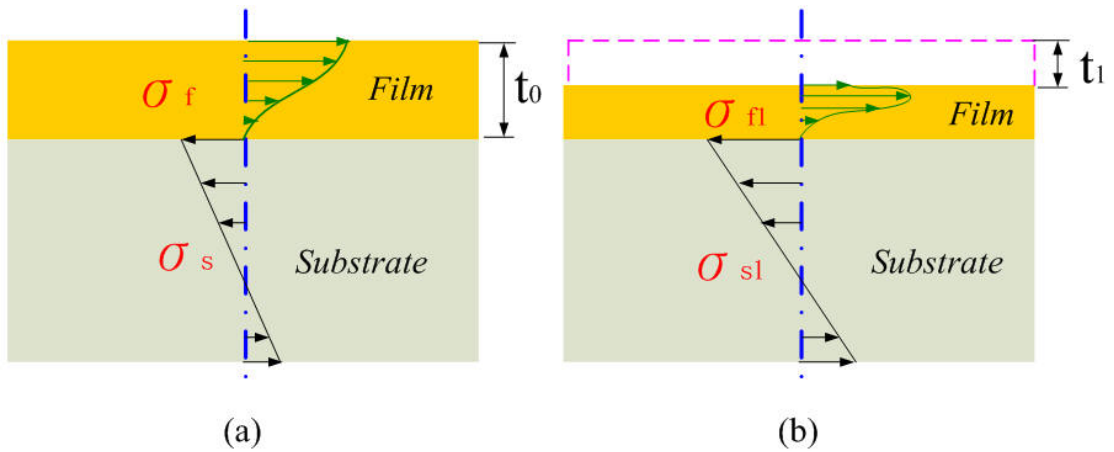
CMP 和 ECP 因為厚度的改變殘留應力變化可視為相等

$$\sigma_{\text{tc}} = \sigma_{\text{te}} \quad (1-4)$$

因此可以得到化學機械拋光對薄膜殘留應力的影響為

$$\Delta\sigma_{RS} = \sigma_{CMP} - \sigma_{REF} = (\sigma_f + \sigma_{pv} + \sigma_{tc}) - (\sigma_f + \sigma_{te}) = \sigma_{pv} \quad (1-5)$$

最後再使用 Two-level 實驗設計，改變下壓力與相對轉速，可得到化學機械拋光薄膜殘留應力變化的迴歸方程式(Regression Model)作為薄膜殘留應力變化的預測式。



(a) CVD 薄膜殘留應力分佈 (b)厚度變化後薄膜殘留應力分佈

Fig.1-4 薄膜材料移除殘留應力的變化

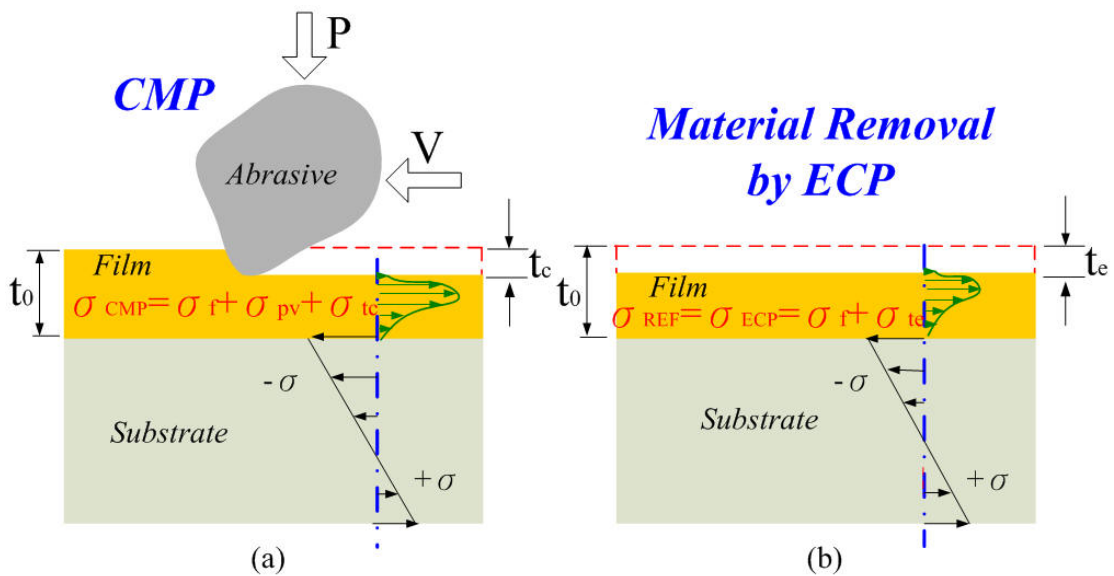


Fig.1-5 薄膜 CMP 與 ECP 材料移除示意圖

1.3 論文架構

本論文的架構流程如 Fig.1-6 所示，內容說明如下：

第一章說明薄膜的技術與應用，鎢金屬在半導體元件中的應用及面臨的問題，及本研究目的與方法。第二章介紹化學機械拋光與電化學拋光相關文獻回顧，薄膜殘留應力的介紹與說明，薄膜殘留應力量測相關文獻回顧，最後為文獻回顧總結。第三章應用 GIXRD 量測薄膜殘留應力量測方法與理論架構，以 LabView 軟體編寫殘留應力量測程式。第四章分別規劃化學機械拋光與電化學拋光兩種不同的方式對薄膜試片進行拋光，說明實驗規劃流程，包含相關耗材的準備及使用的實驗設備並且透過實驗設計的方法進行迴歸分析。第五章分別將化學機械拋光與電化學拋光後的結果進行討論，包含材料移除結果、殘留應力量測結果、表面粗糙度量測結果、試片橫切斷面 SEM 圖結果，討論化學機械拋光對薄膜殘留應力的影響及迴歸分析的結果。第六章針對本研究之實驗結果與討論作結論並建議。

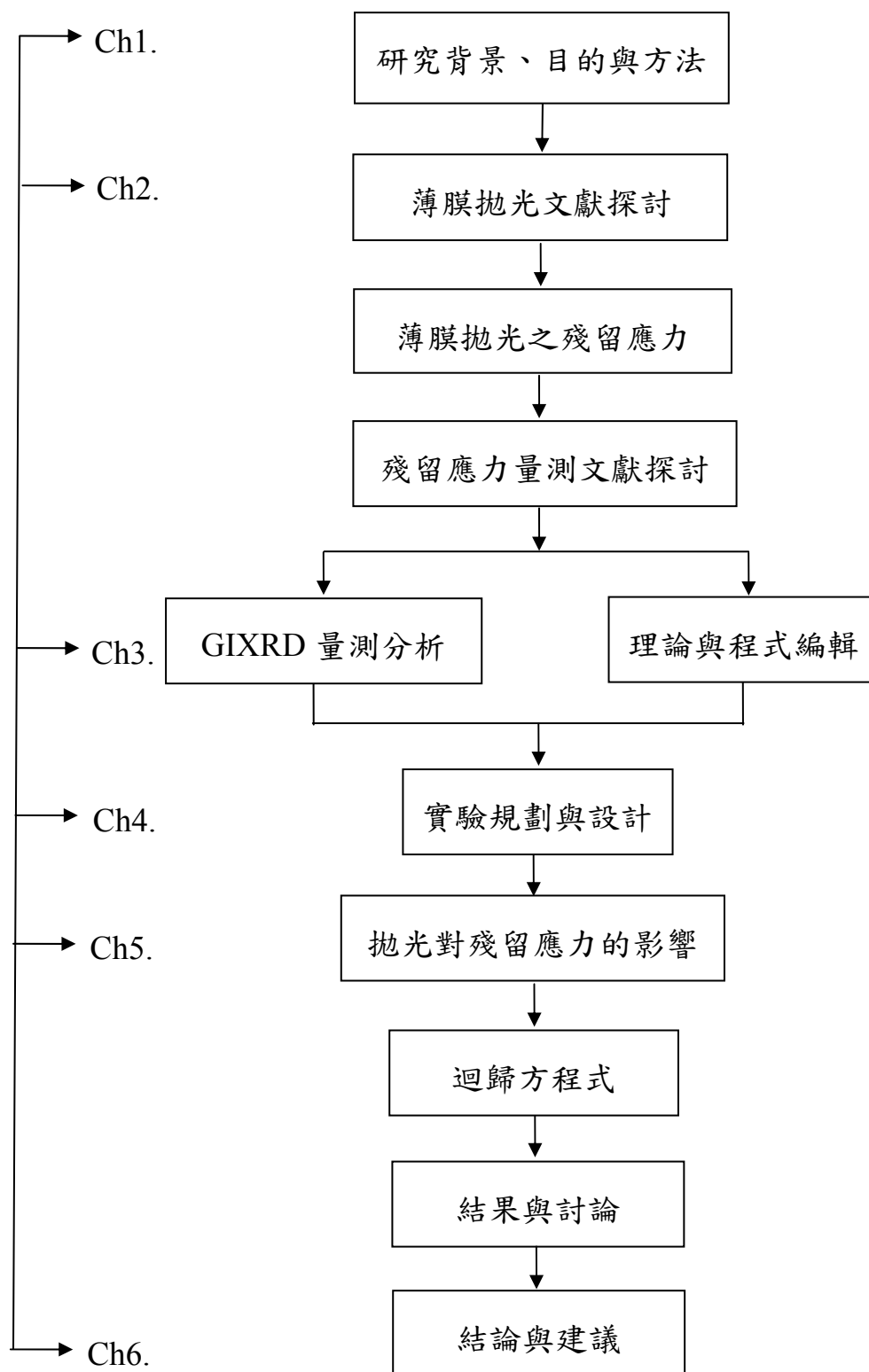


Fig.1-6 研究流程圖

第二章 薄膜拋光之殘留應力

2.1 薄膜化學機械拋光製程

化學機械拋光(Chemical Mechanical Polishing, CMP)包含化學鈍化(Passivation)與機械的移除的相互作用，達到材料移除(Material Removal, MRR)與平坦化(Planarization)的加工方式。**Fig.2-1** 為化學機械拋光的示意圖，將薄膜試片置於拋光墊上，待移除的薄膜面朝下，施加下壓力於夾具頭(Jig)上，薄膜試片與拋光墊之間以不同的速度相對旋轉，拋光液經由供應系統滴入並且佈滿在拋光墊(Pad)，拋光液(Slurry)為酸鹼性的化學溶液內含奈米尺寸的磨料顆粒(Abrasive Grits)，施加在夾具頭的下壓力、薄膜試片與拋光墊之間的相對轉度及化學作用等效應，使得不平整之積層材料得以被磨料顆粒去除，達到材料移除與平坦化的目的[5]。

化學機械拋光進行材料移及平坦化時，影響 CMP 製程之因素很多，包含下列幾個部份[6]：

- (1)製程參數：下壓力、載台轉速、轉盤轉速。
- (2)拋光液：pH 值、添加劑、磨粒二次粒徑、有效磨粒數。
- (3)拋光墊：硬度、表面型貌。
- (4)薄膜性質：薄膜硬度、蒲松氏比、楊氏模數。

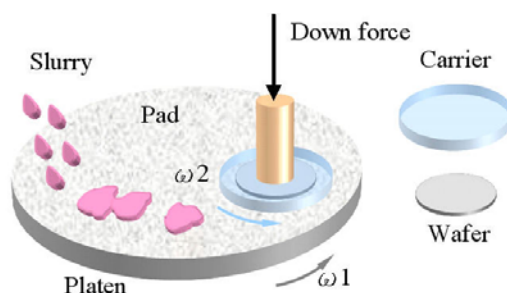


Fig.2-1 化學機械拋光示意圖

2.2 薄膜拋光與文獻探討

A 薄膜化學機械拋光材料移除

(a)材料移除率(MRR)

1927 年 Preston[7]於玻璃研磨的實驗中提出的經驗公式，表示式如下：

$$\frac{\Delta H}{\Delta t} = K_p \times \left(\frac{F}{A_p} \right) \times \left(\frac{\Delta S}{\Delta t} \right) \quad (2-1)$$

其中 ΔH 為材料高度變化量， Δt 為研磨時間， K_p 為 Preston 常係數， F 為負載， A_p 為試片外觀面積， ΔS 為磨耗距離。Preston 經驗公式說明材料移除率與下壓力及相對速度之間為線性相關，而且下壓力與相對轉速彼此互相獨立。

Preston 經驗式被廣泛應用在 CMP 製程當中，用來預測材料的移除率，由於 Preston 提出的經驗公式是以玻璃研磨為基礎，若應用於其它材料移除率的預測時，公式修正後，簡化式如下：

$$MRR = K_p \times P \times V \quad (2-2)$$

其中 MRR 為材料移除率， K_p 為 Preston 係數， P 為下壓力(Down Pressure)， V 為相對速度(Relative Velocity)。

(b)下壓力的分佈(Down Pressure)

1997 年 Srinivasa 等人[8]研究薄膜在化學機械拋光時，拋光墊上壓力的分佈情形。因為拋光過程中，Non-uniformity (NU)的影響，當壓力作用在晶圓表面時，以機械作用力的觀點，包含下壓力、載具、拋光墊和薄膜的物理性質，得到 Radial Stress 與 Angular Stress 的 Von

Mises Stress 的分佈如 Fig.2-2 所示。

(c)相對轉度(Relative Velocity)

2004 年 Lin[9]以有限元素法分析化學機械拋光時在晶圓上其 Von Mises Stress 的分佈情形。在建立分析模型時，說明晶圓與拋光盤之間的相對速度的關係可以表示為：

$$\vec{V} = \vec{V}_w - \vec{V}_p \quad (2-3)$$

即拋光時相對轉速定義為晶圓上的轉速與拋光墊轉速之差如 Fig.2-3 所示。

B 磨料顆粒與試片表面接觸及受力分析

(a)接觸分析及受力分析(Pad Asperity Contact Model)

2004 年 Seok 等人[10]在推導拋光材料移除率模型(MRR for CMP)，同時考慮晶圓具有 Wafer Flexibility 與 Edge Effects 的效應，會影響材料的移除結果。Fig.2-4 顯示等效的粗糙平面(An Equivalent Rough Surface)與光滑的晶圓表面的接觸(Asperity Contact)情形。

(b)Abrasion and Chemical Model

1999 年 Larsen 等人[11]研究磨料顆粒在化學機械拋光中對鎢金屬材料移除的影響，以實驗設計方式將拋光液分為三組不同形式包括 (i)拋光液+磨料顆粒；(ii)不含磨料顆粒的拋光液；(iii)純機械拋光，進行拋光，觀察材料移除的情形。結果如 Tab.2-1 顯示拋光液中含有磨料顆粒的，其材料移除效果較佳。

(c)Tribological Model

1994 年 Runnels[12]提出一套液動壓理論(Fluid Dynamics

Model)，探討液體-固體-液體接觸系統(Solid-Liquid-Solid Contact System)，其應力的分佈與力平衡的分析如 Fig.2-5 所示。拋光過程中假設：(i)拋光墊與晶圓為剛體結構，而且表面光滑；(ii)晶圓在拋光液上滑動並且傾斜 θ 角；(iii)拋光液在晶圓的底部均勻流動並且支撐負載。

C 拋光墊的影響(Pad Deformation)

1993 年 Yu 等人 [13] 提出當拋光墊的粗糙度為統計分佈 (Statistical Asperity) 與晶圓表面的接觸情形，假設拋光墊表面粗糙度分佈為高斯分佈，以塑性變形來考慮實際接觸面積及探討其在靜態之接觸情形與移除率的關係。

1993 年 Runnels 和 Renteln [8] 提出 Axisymmetric Model 計算出拋光墊在晶圓研磨過程中，因為產生變形(Pad Deformation)，對晶圓材料移所造成的影響。假設條件為 (i) 忽略應力在晶圓與拋光墊之間的傳遞；(ii) 拋光墊是彈性體；(iii) 忽略研磨液的流動。因此材料移除的式子可以表示為：

$$MRR = K \times P \times \sigma \quad (2-4)$$

其中 MRR 為晶圓表面的材料移除率，P 為作用在晶圓表面的正交壓力， σ 為晶圓表面上的剪應力，K 為材料常數。結果顯示，應力對材料的影響是顯著的。

D 鈍化層的生成及影響(Passivation Layer)

1991 年 Kaufman 等人 [14] 研究在 CMP 拋光過程中，金屬表面之鈍化層(Passivation Layer)為週期性的生成與被移除，鈍化層主要是來至於金屬與拋光液中之化學溶液反應後之生成物；而材料的移除機

制則是藉由磨粒之機械力作用達到移除的效果。

2003 年 Gan[15]研究銅導線在化學拋光完成之後，觀察表面鈍化層對殘留應力的釋放情形。當銅金屬進行化學機械拋光後表面生成 SiC 和 SiN 兩種鈍化層材料結構，利用分子動力學模型分析鈍化層對殘留應力的釋放，結果如 Fig.2-6 所示，表面含有鈍化層時，阻礙殘留應力的釋放，隨著時間的增加會趨近緩和。

E 次表面破壞(Sub-Surface Damage)

2004 年 Haapalinna 等人[16]研究以輪磨(Grinding)的方式對矽晶圓進行材料移除，提到因為機械外力作用在矽晶圓上，造成表面層下方內部材料產生次表面破壞，由表面層開始材料結構變化依序為 Polycrystalline Zone、Fracture Zone、Transition Zone、Elastically Strained Zone 直到材料內部如 Fig.2-7 所示。

2007 年 Ring 等人[17]研究對 Interlayer Dielectric(ILD)和銅金屬(Copper)兩種不同材料進行化學機械拋光，觀察次表面破壞發生時其延性破壞(Ductile Fracture)和脆性破壞(Brittle Fracture)機制如 Fig.2-8 所示。經過化學機械拋光之後結果 ILD 材料產生 Surface Flaking 現象而銅金屬則產生 Rolling Indenter 和 Plastic Plow Lines 的磨耗現象如 Fig.2-9 所示。

2007 年 Shen 等人[18]研究如何得到超光滑表面(Supersmooth Surface)並且消除因加工所造成的次表面破壞，流程方法如 Fig.2-10 所示，材料首先以拋光的方式進行材料移除，同時在材料表面產生次表面破壞，接下來以蝕刻(Etching)的方式將其移除，因蝕刻所造成的表面不平整，透過 Bowl-Feed Polishing 方式將表面修平，得到超光滑

的表面。

F 電化學拋光

2006 年朱樹敏等人[19]探討電化學加工技術，電化學拋光 (Electrochemical Polishing) 屬於電解加工的一種加工形態。當施加一外加電壓時，將直流電通過電解液，在兩極分別發生氧化和還原反應的電化學過程。應用在各種硬度高、難切削加工的金屬材料，由於材料以離子狀態去除，並且工作溫度保持在常溫狀態，因此表面沒有加工變質層、無切削加工應力及熱應力的產生、加工精度良好、表面光亮。

2003 年 Kao 等人[20]利用灰階理論 (Grey Relational Analysis) 分析不銹鋼(316L)的電化學拋光，做參數最佳化設計研究，最後得到表面粗糙度佳的加工表面。影響電化學拋光的因素包含溫度、電壓大小、電流密度、電解液的組成，實驗架設如 Fig.2-11 所示。

2001 年 Teh 等人[21]利用電化學拋光方式對銅薄膜進行拋光，觀察在不同的時間之下其片電阻值及殘留應力的變化，並透過 AFM 量測表面粗糙度如 Fig.2-12 所示。

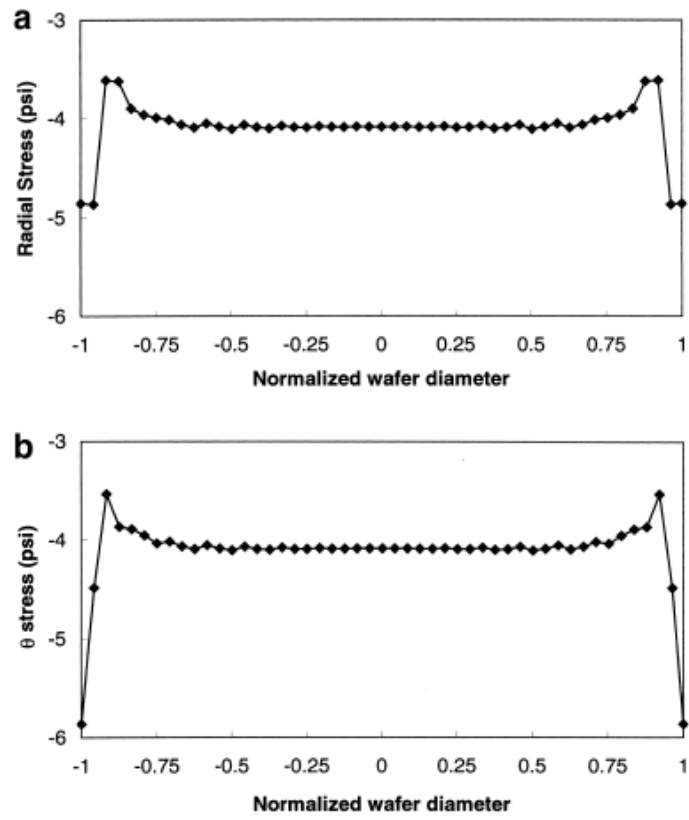


Fig.2-2 化學機械拋光壓力分佈[8]

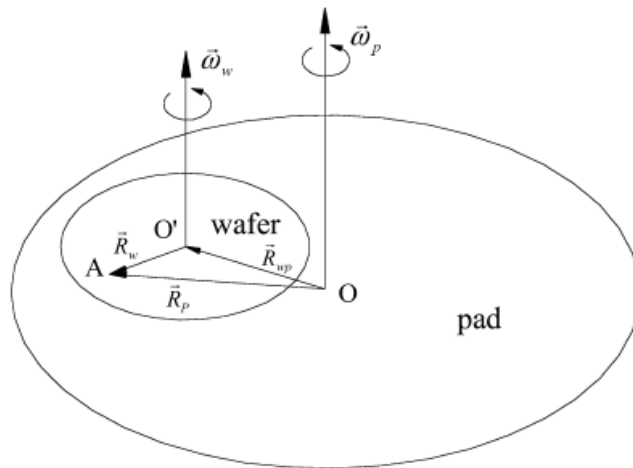


Fig.2-3 拋光相對轉速[9]

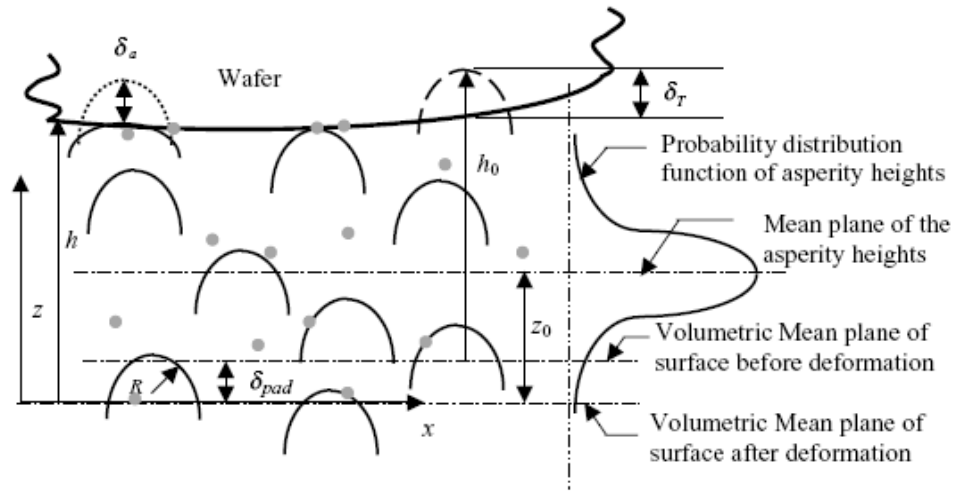


Fig.2-4 磨料顆粒、晶圓與拋光墊接觸關係[10]

Tab.2-1 拋光液性質對材料移除率的影響[11]

Removal rates for CVD tungsten, laboratory polisher

Medium	Removal rate	
	Å/min	mm ³ /N m
Commercial slurry, chemicals + particles	4000	10.44×10^{-5}
Slurry liquids (no particles)	350	0.91×10^{-5}
De-ionized water + particles	400	1.04×10^{-5}

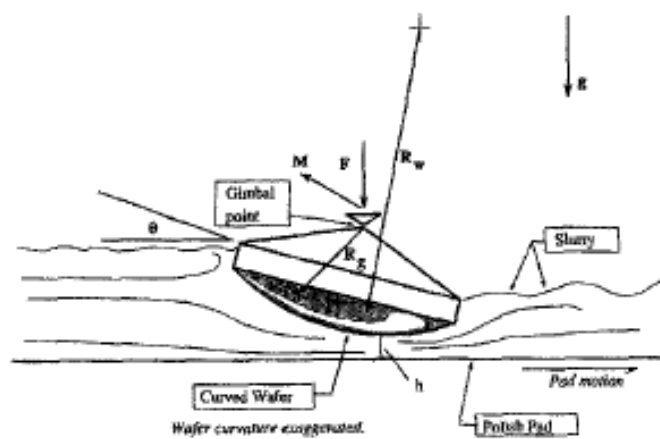


Fig.2-5 液動壓理論模型[12]

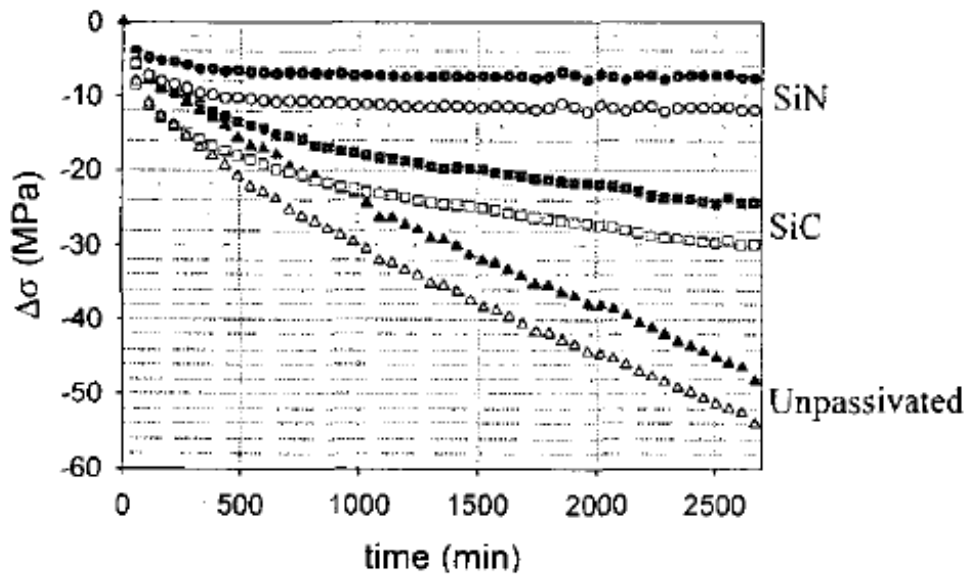


Fig.2-6 鈍化層對殘留應力的關係[15]

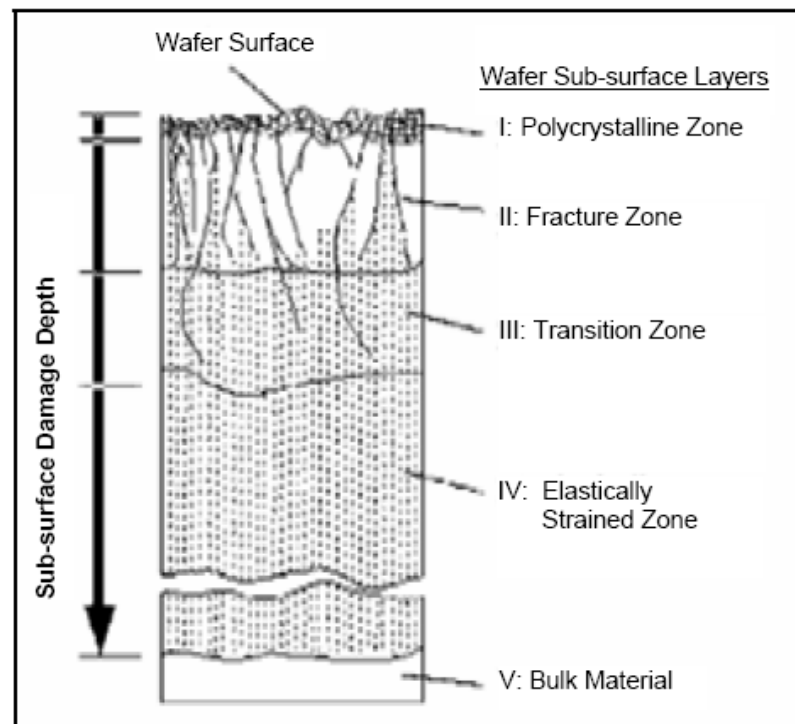


Fig.2-7 矽晶圓 Grinding 之後次表面破壞示意圖[16]

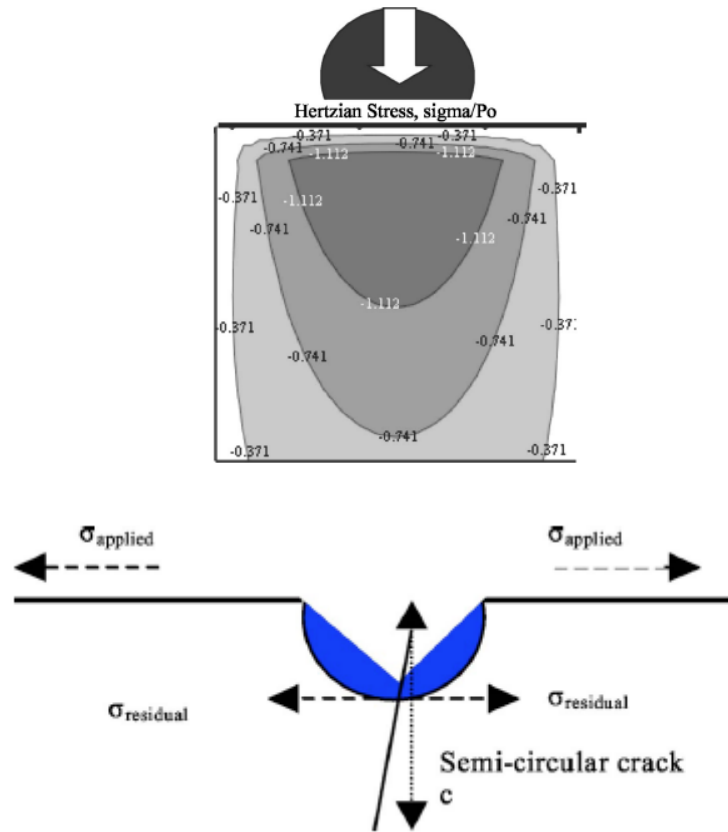


Fig.2-8 材料內部裂痕與殘留應力示意圖[17]

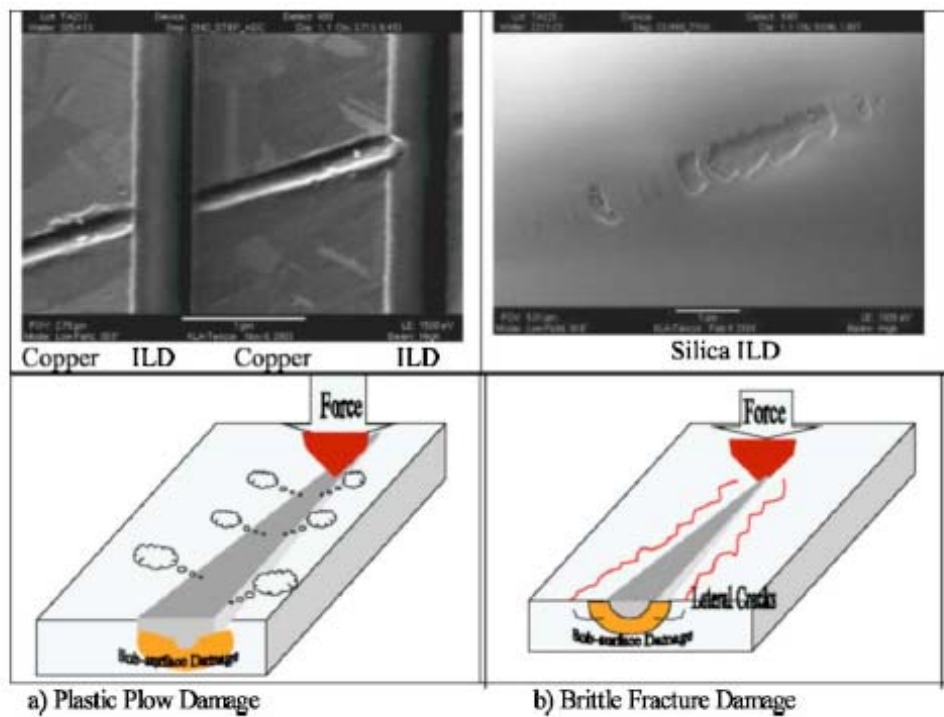


Fig.2-9 化學機械拋光後延性與脆性破壞示意圖[17]

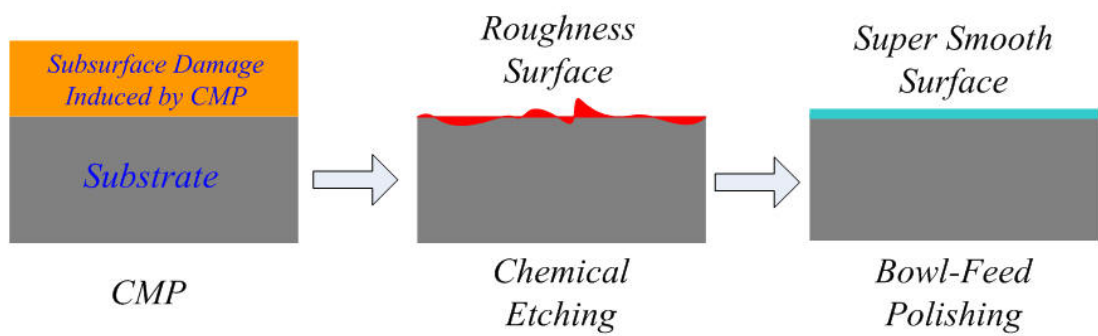


Fig.2-10 消除次表面破壞示意圖[18]

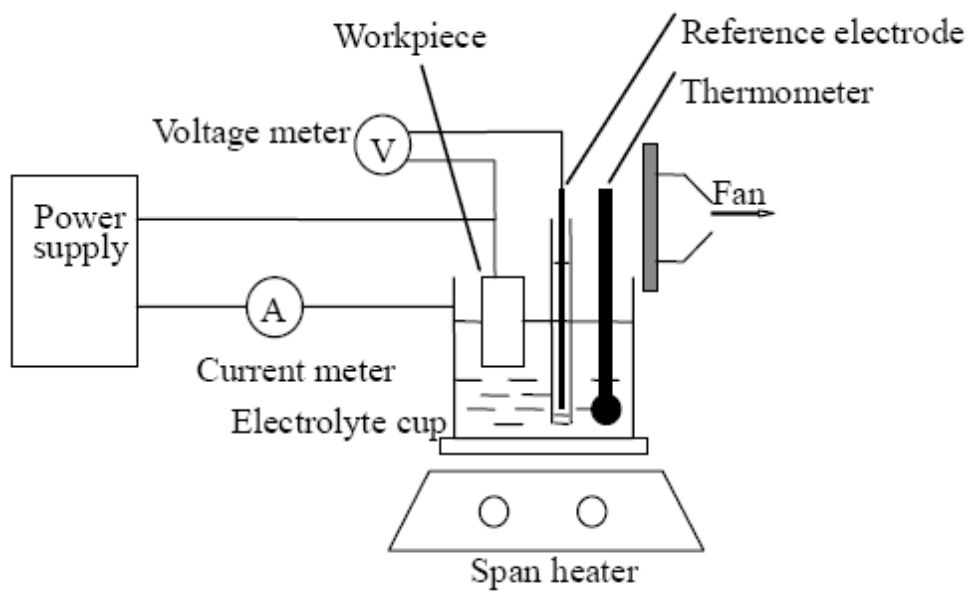


Fig.2-11 電化學拋光實驗架設[19]

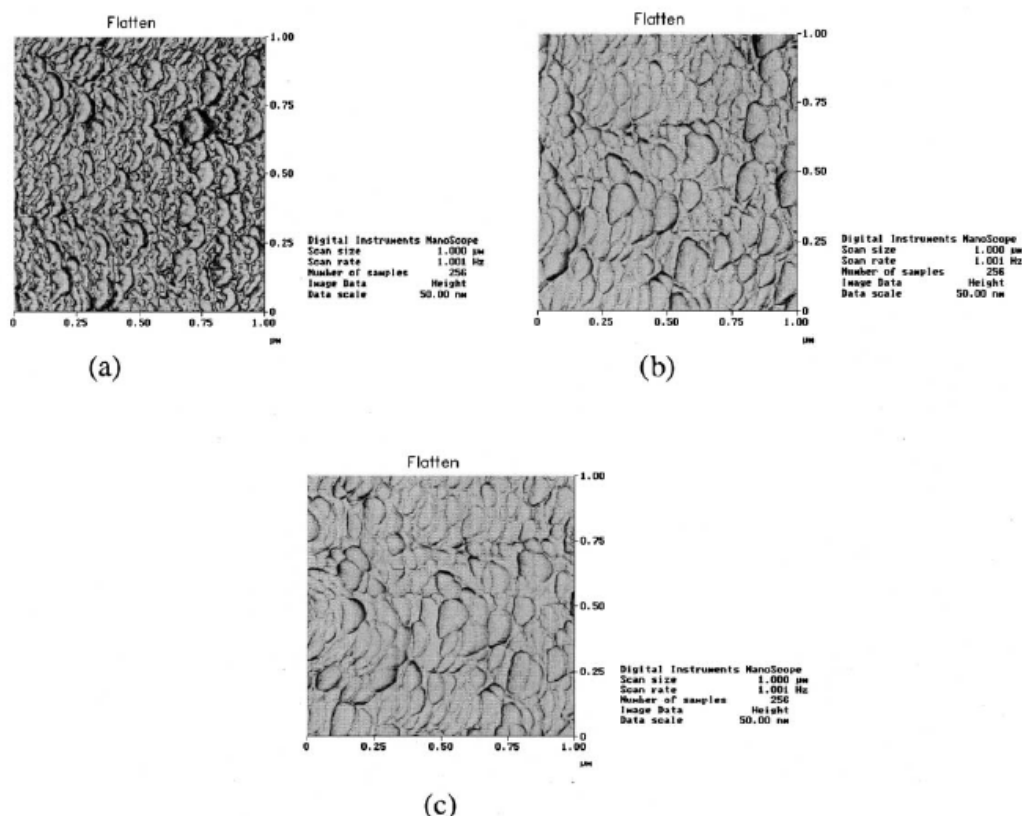


Fig.2-12 電化學拋光不同時間表面粗糙度結果[21]

2.3 薄膜拋光之殘留應力

薄膜材料沉積在晶圓的過程中會產生殘留應力，薄膜上殘留應力 (σ_{RS})，一般可以下式表示[22, 23]：

$$\sigma_{RS} = \sigma_I + \sigma_E + \sigma_{TH} \quad (2-5)$$

其中 σ_I 為薄膜內應力(Intrinsic Stress)，其來源計有外來的雜質及物體本身所具有的各種缺陷如 Fig.2-13 所示。 σ_E 為薄膜外應力(Extrinsic Stress)，來自薄膜與其它材質之間的附著情形，例如彼此不盡相同的晶格參數(Lattice Parameter) 如 Fig.2-14 所示。 σ_{TH} 是由沉積過程中溫度效應所產生的薄膜熱應力，主要來源是不同物體間受熱後的熱膨脹係數(Thermal Expansion Coefficient)的差異如 Fig.2-15 所示。

薄膜沉積過程中溫度是最主要的熱應力來源，因薄膜與基材間的受熱膨脹係數不同，當薄膜由高溫降到低溫後，薄膜與基材間因熱應力而發生彎曲的現象。薄膜應力通常簡單分為拉伸應力(Tensile Stress)和壓縮應力(Compressive Stress)如 Fig.2-16 所示。

當薄膜試片進行化學機械拋光時，磨料顆粒隨著拋光液分佈於薄膜試片與拋光墊之間的空隙，當薄膜試片受壓之後，試片表面與拋光墊的粗度峰開始接觸，部份磨料顆粒會附著在拋光墊粗度峰的頂端，並且與薄膜試片表面接觸如 Fig.2-17 所示，當兩個材料在接觸的過程中由於受到負載，在接觸面上會有局部變形發生，變形主要原因是接觸面積很小導致接觸區域壓力非常大[6]。

當材料承受外力作用時，在表面層下方有殘留應力產生，因為不同材料性質與製程參數的差異，其應力分佈(Stress Distribution)會隨著試片厚度的增加而有不同的變化，尤其在接近表面層，其應力梯度(Stress-Gradients)越為顯著如 Fig.2-18 所示。

應力梯度的量測方法主要分為兩種類型，第一種方法是將表面當作基準平面利用量測方法，量測不同厚度下的應力值，描繪不同厚度的應力梯度分佈曲線。第二種方法是使用剝層法(Layer Removal)，一層一層固定移除厚度，量測每一層的應力值，最後描繪出各層厚度的應力分佈曲線[24,25]。

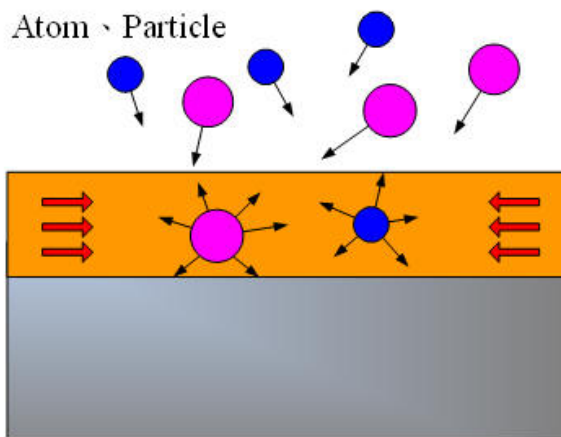


Fig.2-13 不同原子化學氣相沉積

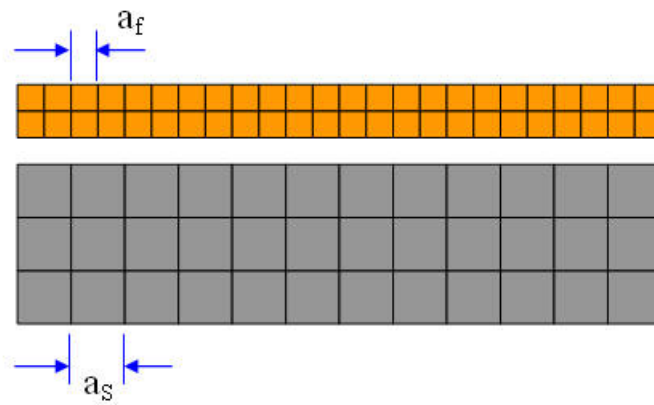


Fig.2-14 薄膜與基材之間不同的晶格常數

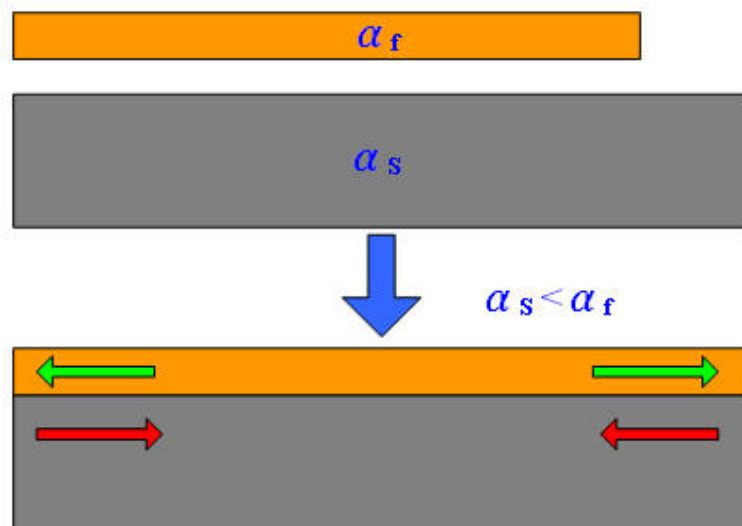


Fig.2-15 熱膨脹係不同形成熱殘留應力

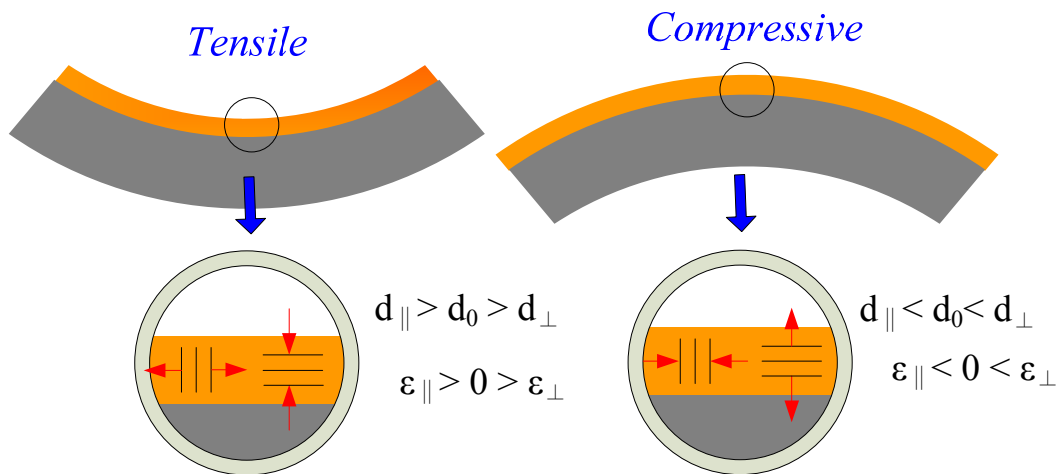


Fig.2-16 薄膜拉伸與壓縮示意圖[23]

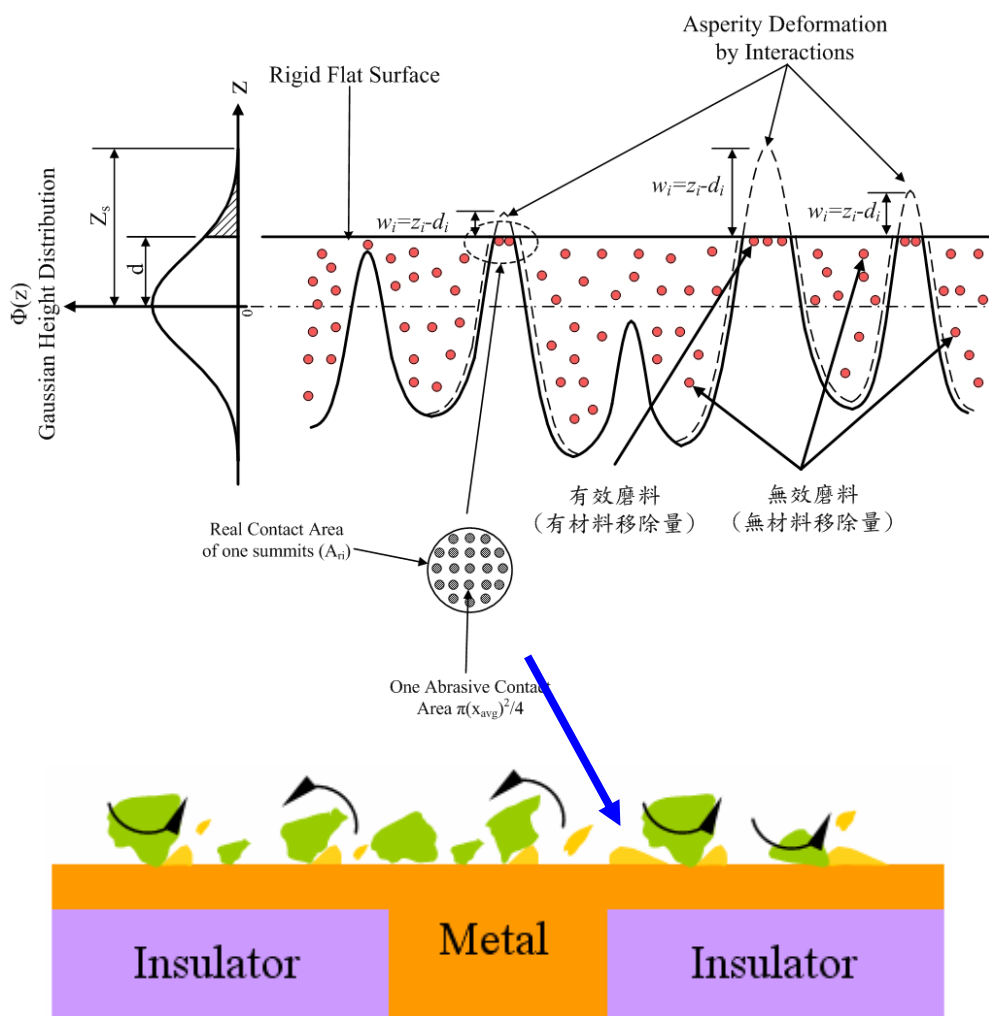


Fig.2-17 磨粒顆粒作用與受力示意圖[6]

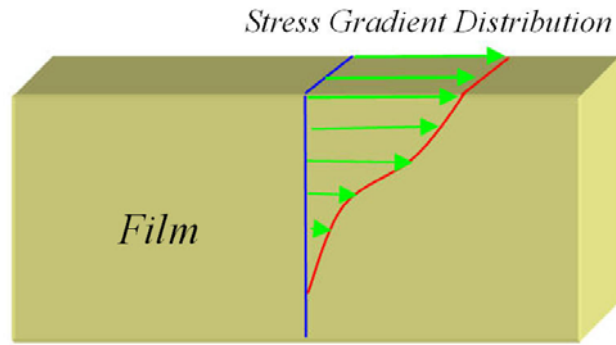


Fig.2-18 薄膜殘留應力梯度分佈

2.4 薄膜殘留應力量測文獻探討

2.4.1 殘留應力量測方法

表面殘留應力的量測一般可分為破壞性方法與非破壞性方法兩大類，破壞性方法是指將工件本身的一小部份移除材料，再由其產生的應變變化量推算應力大小。因為破壞性檢測法會直接對工件產生破壞，其表面特性會發生變化，同時也影響表面量測結果。非破壞性方法不會因工件表面狀態被破壞而改變應力分佈的結果，乃是較常被採用[26]。量測殘留應力的方法致可分為機械法、干涉法及繞射法三種方式：

A 機械法

1909 年 Stoney[27]提出量測計算薄膜應力的方式如 Fig.2-19 所示，在此之後幾乎所有的薄膜應力測量都是利用類似 Stoney 的方法來進行，並以他導出的公式為基礎，對薄膜內應力進行計算。應力 vs. 曲率(σ vs. $1/R$)關係的 Stoney's Equation，如 Eq.2-6 所示：

$$\sigma = \frac{E_s}{6(1-\nu_s)} \frac{d_s^2}{d_f} \left(\frac{1}{R} - \frac{1}{R_0} \right) \quad (2-6)$$

式中 d_s 為基板的厚度、 d_f 為薄膜的厚度、 E_s 為基板的楊式係數(Young's Modulus)、 ν_s 為基板的蒲松氏比(Poisson's ratio)、 R 為受應力後彎曲薄膜的曲率半徑、 R_0 為基板曲率半徑。

B 干涉法

2002 年 Vrinceanu 和 Danyluk 利用光學 CCD 將試片變形後產生的干涉條紋計算其變形量[28]如 Fig.2-20 是利用沉積前後基板的曲率變化，將基板放於光學平面上，用垂直於表面的光照射，此時在試件表面與光學平台之間出現干涉條紋，推算基板變形量如 Eq.2-7 所示，最後計算殘留應力值。

$$\omega = \frac{\phi p}{2\pi \tan \alpha} \quad (2-7)$$

其中 ω 為基板的變形量， p 為干涉條紋的間距， α 為光源的角度差。

C 繞射法

1996 年 Kusaka 等人[29]利用繞射法研究鋁金屬殘留應力退火分析，其繞射法量測的原理乃是利用晶體內晶面間距之變化得到薄膜應力值如 Fig.2-21。在外力作用下，晶格會發生變形，因此透過量測晶格變形可以計算出薄膜的應力值。

$$\sigma = -\frac{E}{\nu} \left(\frac{d - d_0}{d_0} \right) \quad (2-8)$$

式中 E 和 ν 是薄膜的楊氏係數和蒲松氏比， d_0 和 d 代表晶格變形前後晶格大小。此方法只適用在具有結晶性的材料上。

2.4.2 應用 GIXRD 量測薄膜殘留應力

A 低掠角繞射法(GIXRD)

2004 年 Welzel 等人[30]研究多晶結構薄膜的機械性質及殘留應力的分析，利用低掠角繞射法量測薄膜(Very Thin Surface-Adjacent Layers)殘留應力，有別於傳統的 X-Ray 應力量測法，GIXRD 量測薄膜殘留應力時，X-Ray 以一固定極小的入射角度(a Very Small Incidence Angle, ω) 射入薄膜內部材料表面下方，透過偵測器在不同的角度上掃描，搜集這些繞射波的訊號，如 Fig.2-22 所示。

GIXRD 量測薄膜殘留應力的優點如下：

- (a)小角度入射控制 X-Ray 穿透深度，可用來分析次表面(Sub-Surface)的殘留應力狀態。當基板與薄膜材料重疊(Overlap)在一起時，可以避免基板的繞射訊號對薄膜繞射波峰的干擾。
- (b)透過調整不同的入射角度，可量測出薄膜材料次表面(Subsurface)殘留應力的大小及梯度分佈。

B X-Ray 繞射原理

X-Ray 繞射理論是根據布拉格所提出的繞射模型，如 Fig.2-23 所示，當 X-Ray 入射到結晶材料內部時，會被原子平面反射，當原子的平面間距為 d 時，相鄰平面的入射光與反射的 X-Ray，路徑會相差 $2d \sin\theta$ ，其中 θ 為 X-Ray 的入射角。

當光程差為波長的整數倍時，相鄰的結晶面散射波就會產生建設性的干涉，使 X-Ray 波振幅增加。亦即當入射 X-Ray 滿足式 Eq.2.9 布拉格定律(Bragg's Law)，會有繞射現象產生。由於原子平面間距 d 可藉由繞射的結果來決定。

$$n\lambda = 2d \times \sin(\theta) \quad (2-9)$$

C X-Ray 穿透強度與深度

當 X-Ray 由 Tube 射入試片時，因為 X 光會被材料吸收，表面下方材料內部，入射光束的強度會隨著穿透深度的增加而逐漸衰減。

Eq.2.10 描述 X 光的穿透強度大小與深度之間的關係[31]：

$$I = I_0 \cdot e^{-\mu x} \quad (2-10)$$

其中 I 表示在初始入射光強度為 I_0 時，穿透距離為 x 時的穿透強度(Intensity)大小， μ 為材料對 X-Ray 的線性吸收係數(Linear Absorption Coefficient)。

穿透深度值(Penetration Depth)的大小 D [23,30]，可以藉由調整不同的入射角度(Incidence Angle) ω 值，影響光束進入材料內部的深度(Information Depth)，如式示：

$$D = \frac{\sin \omega}{\mu} \quad (2-11)$$

D 應用 GIXRD 量測薄膜殘留應力

2002 年 Ma 等人[32]研究氮化鈦薄膜(TiN)殘留應力的估算方法，固定入射角度在 2° 將繞射結果的點資料利用分佈在 $\text{Strain}-\cos^2\alpha\sin^2\psi$ 座標軸上，計算殘留應力值如 Fig.2-24 所示。

2008 年 Chen 和 Fu 等人[33]將鎢薄膜進行化學機械拋光後，利用 $\sin^2\psi$ 法估算鎢薄膜殘留應力值，繞射結果及估算結果如 Fig.2-25 所示。

2.5 文獻回顧總結

薄膜以化學氣相沉積的方式沉積在矽晶圓上，沉積過程中薄膜試

片會產生殘留應力。以化學機械拋光對薄膜試片進行材料移除時，影響的因素種類很多，由 Preston Equation 得知，提高下壓力與相對轉速時，可以增加材料移除率，但材料移除時，次表面結構組織也隨著發生變化，包含次表面破壞與殘留應力的改變。以電化學拋光的方式進行材料移除，移除過程中不會對薄膜試片施加外力。量測殘留應力的方法有很多，選用低掠角繞射法(GIXRD)透過入射角度的調整，可以量測薄膜試片在不同的拋光方式次表面殘留應力梯度分佈的變化。化學機械拋光廣泛應用在半導元件的平坦化製程，探討化學機械拋光移除率的理論推導很多，但對於移除過程中伴隨產生的殘留應力影響之研究卻很少，本研究可以透過 GIXRD 量測薄膜次表面殘留應力梯度分佈的變化，並且探討化學機拋光下壓力與相對轉速對薄膜的影響分析。

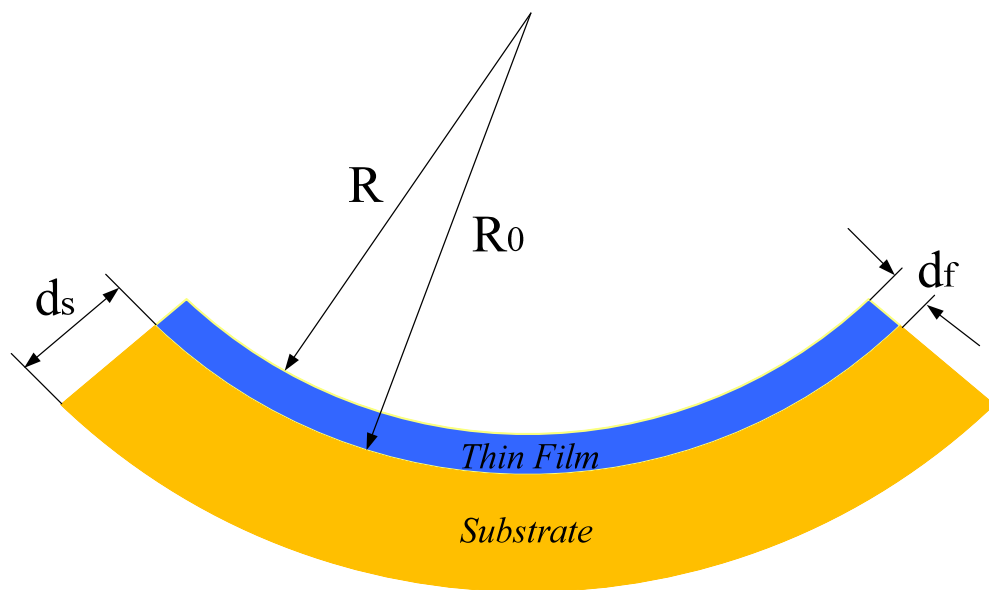


Fig.2-19 機械法[27]

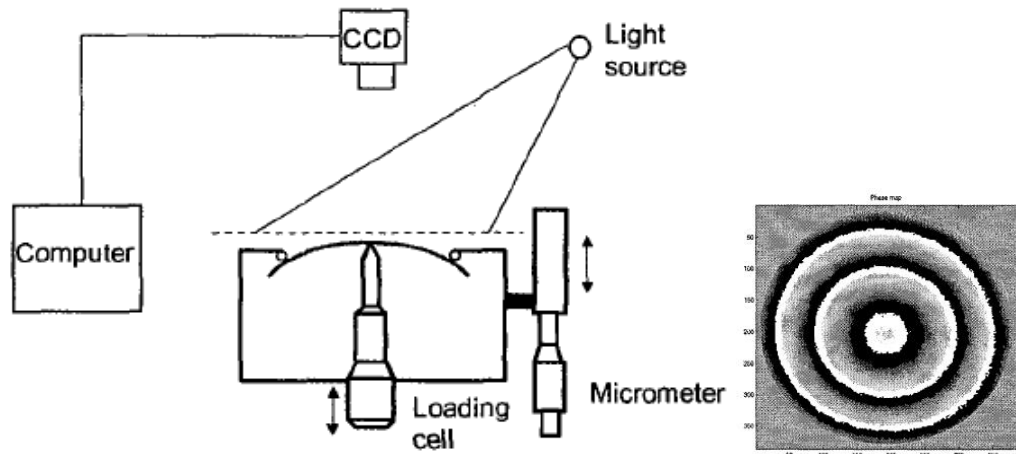


Fig.2-20 干涉法[28]

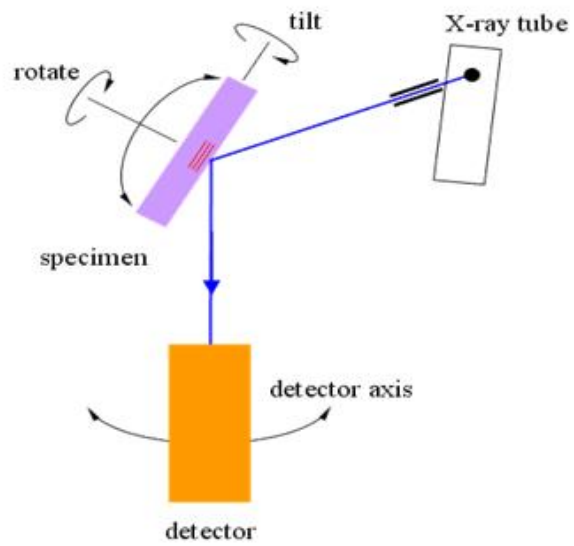


Fig.2-21 繞射法

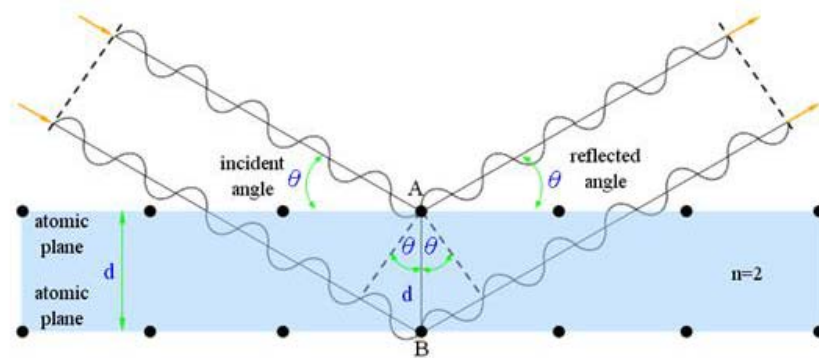


Fig.2-22 布拉格定律

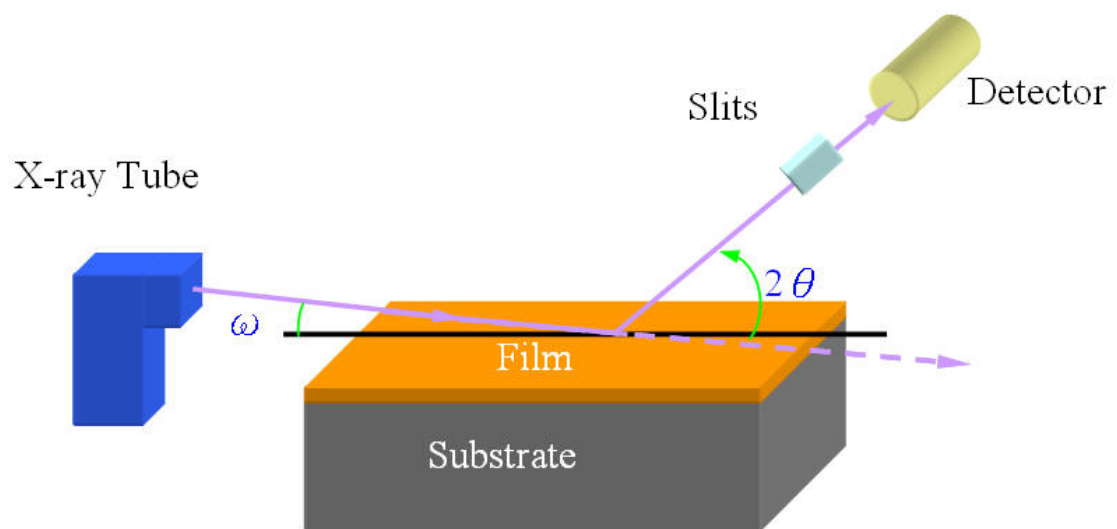


Fig.2-23 GIXRD 示意圖

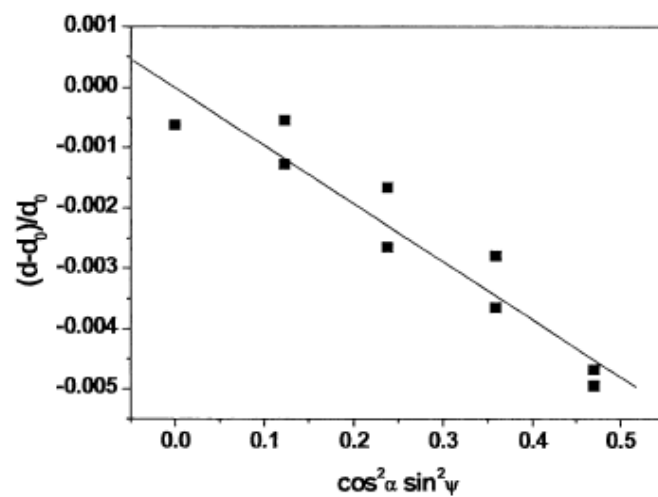
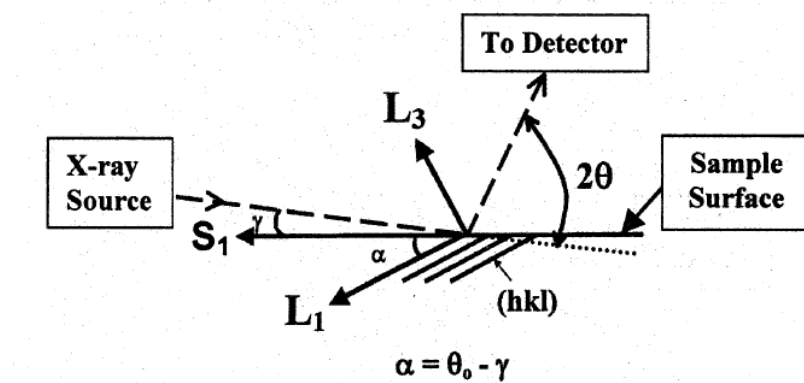
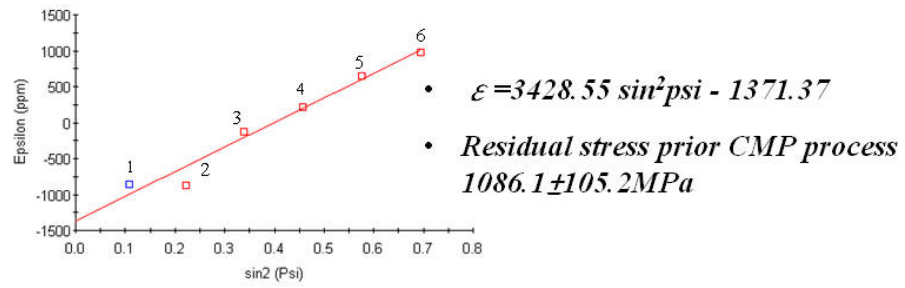


Fig.2-24 應用低掠角繞射法量測 TiN[32]



Peak No.	Omega (°)	Psi (°)	Phi (°)	Peak pos. (2 Theta)	h	k	l	d-spacing (Å)	sin ² psi	ε (ppm)
1	1	19.17	180	40.332	1	1	0	2.23443	0.108	-855
2	1	28.18	180	58.3592	2	0	0	1.57994	0.223	-878
3	1	35.63	180	73.2642	2	1	1	1.29099	0.339	-126
4	1	42.53	180	87.061	2	2	0	1.11842	0.457	222
5	1	49.33	180	100.6546	3	1	0	1.00077	0.575	653
6	1	56.45	180	114.8946	2	2	2	0.91387	0.695	974

Fig.2-25 應用低掠角繞射法量測 Tungsten[33]

第三章 薄膜殘留應力量測分析

本章節主要應用 GIXRD 對於多晶結構的 CVD 鈎薄膜進行量測，說明 GIXRD 量測殘留應力的方法與殘留應力理論公式的介紹，透過 LabView7.0 軟體編輯程式，計算殘留應力值，量測薄膜單軸向的應力與雙軸向的平面應力狀態。

3.1 薄膜雙軸向平面應力狀態

利用 GIXRD 進行繞射分析時，首先定義兩個正交座標系統，試片座標系統與繞射座標系統，如 Fig.3-1 所示[31, 33]：

- (1) The Specimen Reference Frame (S)： S_i 為試片座標系統。其中 S_3 軸方向為垂直試片平面的法線方向， S_1 軸和 S_2 軸分別為平行於試片平面的方向。
- (2) The Laboratory Reference Frame (L)： L_i 為繞射座標系統。其中 L_3 軸方向為垂直(hkl)平面的法線方向，與 S_3 軸夾 ψ 角度。

原子平面間距 d (d-spacing)經由 X-Ray 照射後，原子平面(hkl)的反射波峰值，沿 L_3 軸的應變值可表示為：

$$(\varepsilon'_{33})_{\phi\psi} = \frac{d_{\phi\psi} - d_0}{d_0} \quad (3-1)$$

其中 d_0 為尚未承受應力狀態時的初始平面間距。

(3-1)式表示為 L 座標系統上的應變值，其中 L_i 軸可以透過張量轉換 (Tensor Transformation)的方法，轉換到 S_i 座標系統：

$$(\varepsilon'_{33})_{\phi\psi} = a_{3k}a_{3l}\varepsilon_{kl} \quad (3-2)$$

其中 a_{3k} 、 a_{3l} 為轉換矩陣

$$a_{ik} = \begin{bmatrix} \cos \phi \cos \psi & \sin \phi \cos \psi & -\sin \psi \\ -\sin \phi & \cos \phi & 0 \\ \cos \phi \sin \psi & \sin \phi \sin \psi & \cos \psi \end{bmatrix} \quad (3-3)$$

可以得到應變值在試片座標系統的表示式如下：

$$\begin{aligned} (\varepsilon'_{33})_{\phi\psi} &= \varepsilon_{11} \cos^2 \phi \sin^2 \psi + \varepsilon_{12} \sin 2\phi \sin^2 \psi \\ &\quad + \varepsilon_{22} \sin^2 \phi \sin^2 \psi + \varepsilon_{33} \cos^2 \psi \\ &\quad + \varepsilon_{13} \cos \phi \sin 2\psi + \varepsilon_{23} \sin \phi \sin 2\psi \end{aligned} \quad (3-4)$$

根據虎克定律：

$$\sigma_{ij} = C_{ijkl} \varepsilon_{kl} \quad (3-5)$$

其中 C_{ijkl} 為 S_1 座標系統彈性常數。

(3-5)式可改寫成：

$$\varepsilon_{ij} = S_{ijkl} \sigma_{kl} \quad (3-6)$$

假設材料為等向性彈性體(Isotropic Elastic Solid)，應變與 E 、 ν 的關係式可表示為：

$$\varepsilon_{ij} = \frac{1+\nu}{E} \sigma_{ij} - \delta_{ij} \frac{\nu}{E} \sigma_{kk} \quad (3-7)$$

其中 E 為楊氏模數(Elastic Constant)、 ν 為蒲松氏比(Poisson's Ratio)。

因此殘留應力可以得到

$$\begin{aligned}
\frac{d_{\phi\psi} - d_0}{d_0} = & \frac{1+\nu}{E} \left\{ \sigma_{11} \cos^2 \phi + \sigma_{12} \sin 2\phi \right\} \sin^2 \psi \\
& + \frac{1+\nu}{E} \sigma_{33} - \frac{\nu}{E} (\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}) \\
& + \frac{1+\nu}{E} (\sigma_{13} \cos \phi - \sigma_{23} \sin \phi) \sin 2\psi
\end{aligned} \tag{3-8}$$

對於薄膜材料，假設為雙軸向應力狀態：

$$\sigma_{ij} = \begin{bmatrix} \sigma_{11} & \sigma_{12} & 0 \\ \sigma_{21} & \sigma_{22} & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \tag{3-9}$$

因此(3-8)式可以簡化成：

$$\begin{aligned}
\frac{d_{\phi\psi} - d_0}{d_0} = & \frac{1+\nu}{E} \left\{ \sigma_{11} \cos^2 \phi + \sigma_{12} \sin 2\phi \right\} \sin^2 \psi \\
& - \frac{\nu}{E} (\sigma_{11} + \sigma_{22})
\end{aligned} \tag{3-10}$$

式為材料的雙軸向應力表示式，如果要得到平面應力值(σ_{11} 、 σ_{12} 與 σ_{22})，可以分別在 $\Phi=0^\circ$ 、 45° 和 90° 方位進行量測，得到三個方向的應變大小(ε_1 、 ε_2 與 ε_3)如 Fig.3-2 所示，同時也可以找出三條線性近似的直線斜率值(S_1 、 S_2 與 S_3)大小，

$$\begin{aligned}
\varepsilon_1 &= s_1 \sin^2 \psi + I_1 \\
\varepsilon_2 &= s_2 \sin^2 \psi + I_2 \\
\varepsilon_3 &= s_3 \sin^2 \psi + I_3
\end{aligned} \tag{3-11}$$

將結果以矩陣的方式運算，計算出平面應力值如 Fig.3-3 所示。

$$\begin{bmatrix} s_1 \\ s_2 \\ s_3 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} a_{11} & a_{12} & a_{13} \\ a_{21} & a_{22} & a_{23} \\ a_{31} & a_{32} & a_{33} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{12} \\ \sigma_{22} \end{bmatrix} \quad (3-12)$$

其中的係數可以由下到式子求得：

$$\begin{aligned} a_{11} &= \frac{1+\nu}{E} \cos^2(0), \quad a_{12} = \frac{1+\nu}{E} \sin 2(0), \quad a_{13} = \frac{1+\nu}{E} \sin^2(0) \\ a_{21} &= \frac{1+\nu}{E} \cos^2(45), \quad a_{22} = \frac{1+\nu}{E} \sin 2(45), \quad a_{23} = \frac{1+\nu}{E} \sin^2(45) \\ a_{31} &= \frac{1+\nu}{E} \cos^2(90), \quad a_{32} = \frac{1+\nu}{E} \sin 2(90), \quad a_{33} = \frac{1+\nu}{E} \sin^2(90) \end{aligned} \quad (3-13)$$

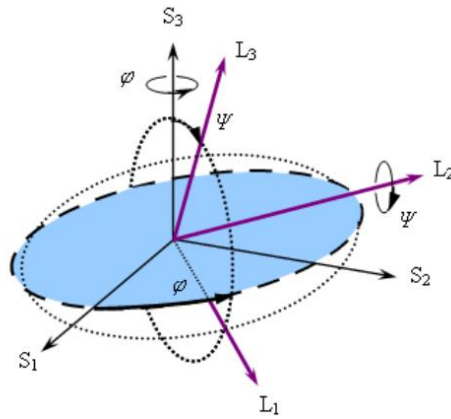


Fig.3-1 正交座標系統

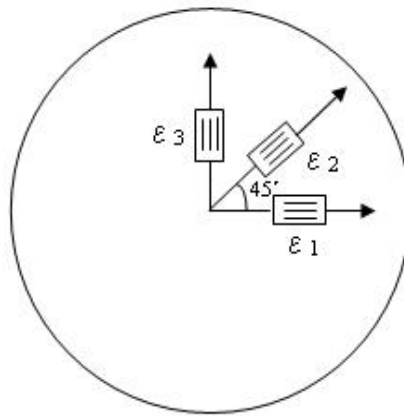


Fig.3-2 不同方位量測應變值

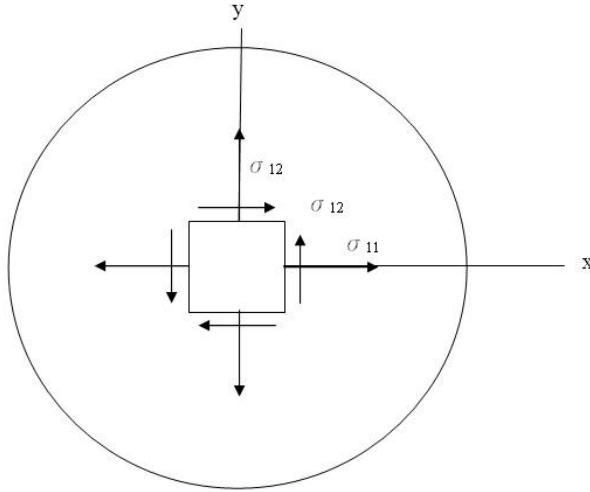


Fig.3-3 薄膜平面應力狀態

3.2 GIXRD 量測鎢薄膜試片

3.2.1 實驗試片準備

鎢金屬(Tungsten)其晶體結構為立方單位晶胞，此單位晶胞的原子排列位於所有的八個角落上和一完整原子排列於立方體的中心，屬於體心立方(Body-Centered Cubic Crystal Structure, BCC)結構，如 Fig.3-4 所示，晶格參數[34]如 Tab.3-1 所示。

本研究使用的鎢薄膜試片(Tungsten Thin Film)是由 SKW 公司提供，透過化學氣相沉積(Cheical Vapor Deposition, CVD)的方式，依序將厚度為 30nm 的氮化鈦(Titanium Nitride)及厚度為 600nm 的金屬鎢沉積在 2 吋的矽晶圓基材上，其材料厚度及結構如 Fig.3-5 所示。化學氣相沉積製程技術廣泛應用在半導體工業中，它是由兩種或兩種以上的氣態原材料導入到一個反應腔體內，產生化學反應，將反應物(通常是氣體)生成固態的生成物，沉積在晶圓表面上。試片的基材與薄膜材料特性如下列所示：

(1)Silicon Wafer Substrate

- (a) 2inch diameter silicon wafer
- (b) 1-0-0 orientation
- (c) P-type >1 ohm cm

(2) Tungsten Thin Film

- (a) 熱氧化層 : 300 nm
- (b) TiN 金屬層 : 30 nm
- (c) Tungsten 金屬層(CVD) : $600 \text{ nm} \pm 10\%$

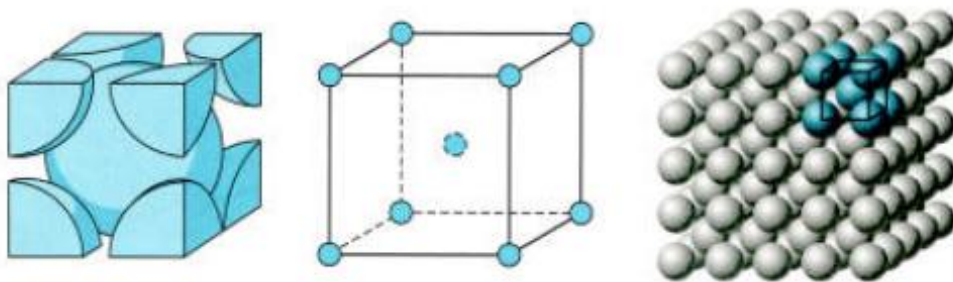


Fig.3-4 鎢金屬晶格結構[34]

Tab.3-1 鎢金屬晶格參數[34]

Crystallographic parameters	
Crystal system:	Cubic
a (Å):	3.155
b (Å):	3.155
c (Å):	3.155
Alpha (°):	90
Beta (°):	90
Gamma (°):	90
Measured density:	19.32
Volume of cell:	31.4
Young's Modulus (GPa)	405.59
Poisson's Ratio	0.2806
Absorption [$\mu(1/\text{cm})$]	3282.125

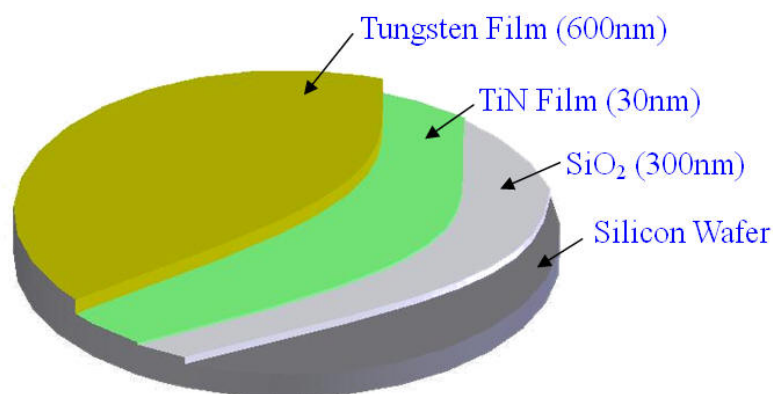


Fig.3-5 鎢 CVD 薄膜試片示意圖

3.2.2 量測設備簡介

實驗所使用的低掠角 X-Ray 繞射儀(GIXRD)為 X'Pert PRO Diffractometer (PANalytical, The Netherlands)，由工業技術研究院量測中心所提供如 **Fig.3-6** 所示，其 X-Ray 光源為 Cu-K α (1.5405980 Å)。使用參數如 **Tab.3-2** 所示：工作電壓與電流分別為 45 kV 和 40 mA，2 θ 掃描角度可由 0°到 130°。可以透過調整入射角度及以設定不同的模式設定進行薄膜量測，用來量測薄膜殘留應力。詳細規格如**附錄 A** 所示。



Fig.3-6 低掠角繞射儀

Tab.3-2 GIXRD 操作設定

Instrument	PANalytical
Target	Cu
Wavelength	1.5405980 Å
Working Voltage	45 kV
Working Current	40 mA

3.2.3 殘留應力量測規劃

薄膜進行量測之前以無應力狀態的標準試片對機台進行校正，校正結果如附錄 B 所示。量測流程規劃如 Fig.3-7 所示，對薄膜試片進行 GIXRD 量測時，首先將試片固定在載台上(Sample Holder)，X-Ray 由 Tube 入射到試片，控制載台的移動與旋轉方向，調整試片的方位，偵測器(Detector)在不同的角度上掃描，搜集這些繞射波(Diffraction Peak)，量測流程說明如下所示：

(1)量測位置定位

將試片放在載台上面，利用量錶調整 Z 軸的高度，讓量錶上的刻度顯示在 1 mm 的距離，目的是確定 X-Ray 能照射到試片上面，供後續的量測，機台對位如 Fig.3-8 所示。以 Line Focus 模式量測，X-ray 照射在試片上的區域會因不同的入射角而改變如 Fig.3-9 所示，可由下面的公式計算得到：

$$\text{Irradiated length} = \frac{h}{\sin(\omega)} \quad (3-13)$$

h: The height of the incident beam emerging from X-Ray tube. 內定為 1.2 mm.; ω : Incident Angle。因此當入射角度為 1° 時，照射長度約為 68.57 mm，採用 Divergence Slit 寬度為 5 mm 則照射面積為 342.82

mm²。

(2) 2 θ 掃描

2 θ 掃描模式乃是將入射方向與試片的平面法向量固定，調整偵測器的旋轉來進行掃描。當 X-Ray 照射到的晶面符合布拉格定律時便會有繞射波產生。調整旋轉載台的角度，設定 Phi 角度為 0°、45°與 90°，對鎢薄膜材料進行 2 θ 掃描量測方位如 Fig.3-10 所示，程式設定如 Fig.3-11 所示，結果會在不同晶格平面(hkl)上顯示出繞射波同時得到不同 ψ 角度位置上所對應到的原子平面間距(d-Spacing)大小。

(3) X-Ray 入射角度調整

由 Eq.2-11 可知穿透強度(Intensity)與深度距離成反比的關係之後，為了得到較佳的繞射波強度供分析與估算殘留應力值，首先調整入射角度(ω)的大小，範圍設定依序由 0.1°到 2°之間，間隔 0.1°對晶格平面為(110)的繞射波，進行 2 θ 模式的掃描，2 θ 掃描範圍由 36°到 44°，分析比較不同入射角度下的繞射強度大小。

(4) GIXRD 量測

透過程式控制如 Fig.3-12 所示，對不同方位(Phi=0°、45°和 90°)，量測應變值。

(5) 薄膜殘留應力值

將量測結果，透過殘留應力程式分析軟體，求得三個不同 Phi 角度下單軸向殘留應力(σ_{0° 、 σ_{45° 和 σ_{90°)，透過程式得到雙軸向殘留應力狀態(σ_{11} 、 σ_{12} 和 σ_{22})。

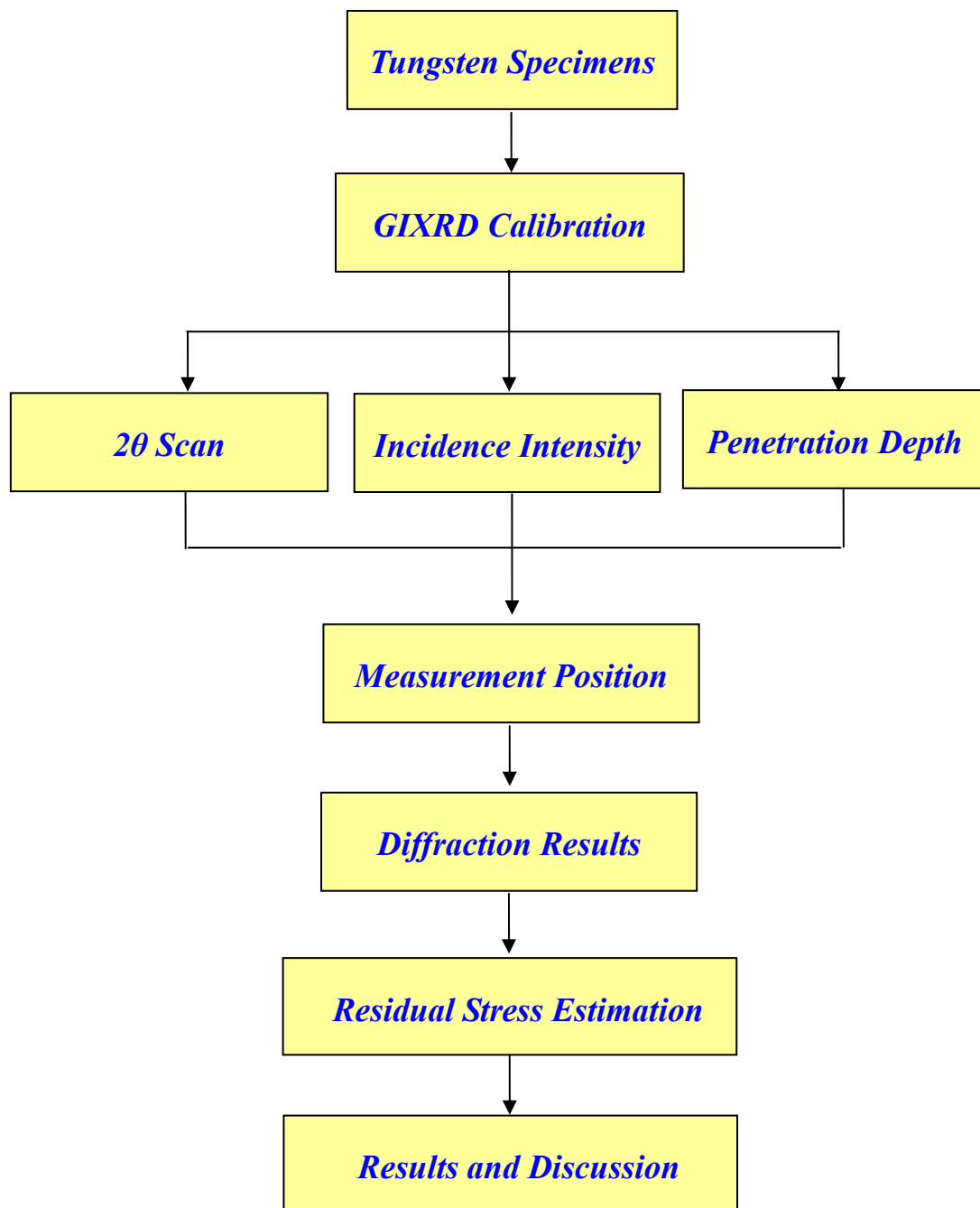


Fig.3-7 應用 GIXRD 量測殘留應力流程

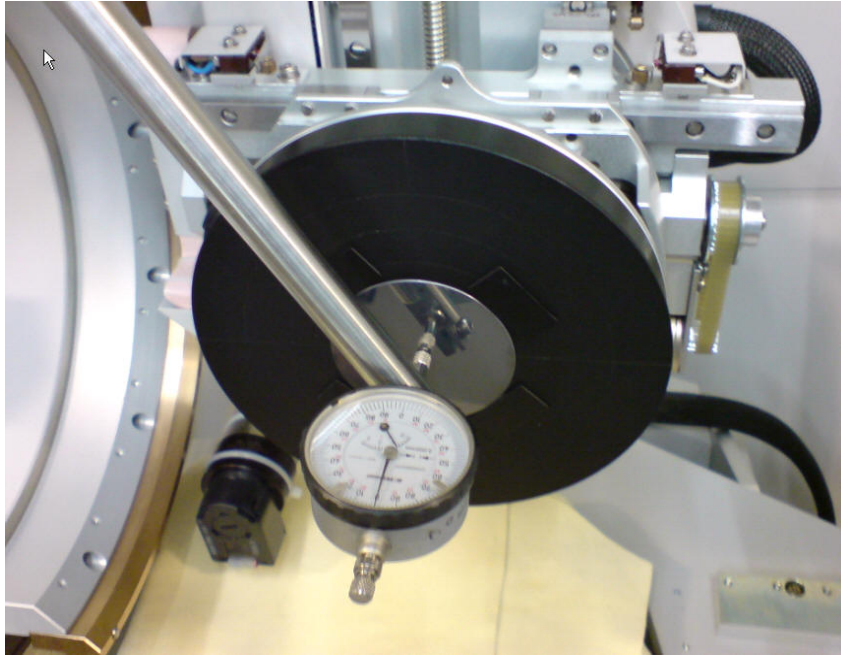


Fig.3-8 試片量測位置定位

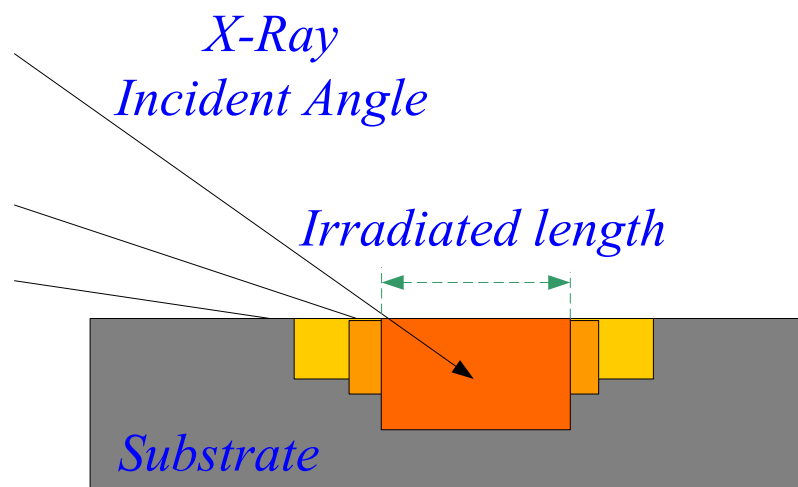


Fig.3-9 Line Focus X-Ray 照射區域

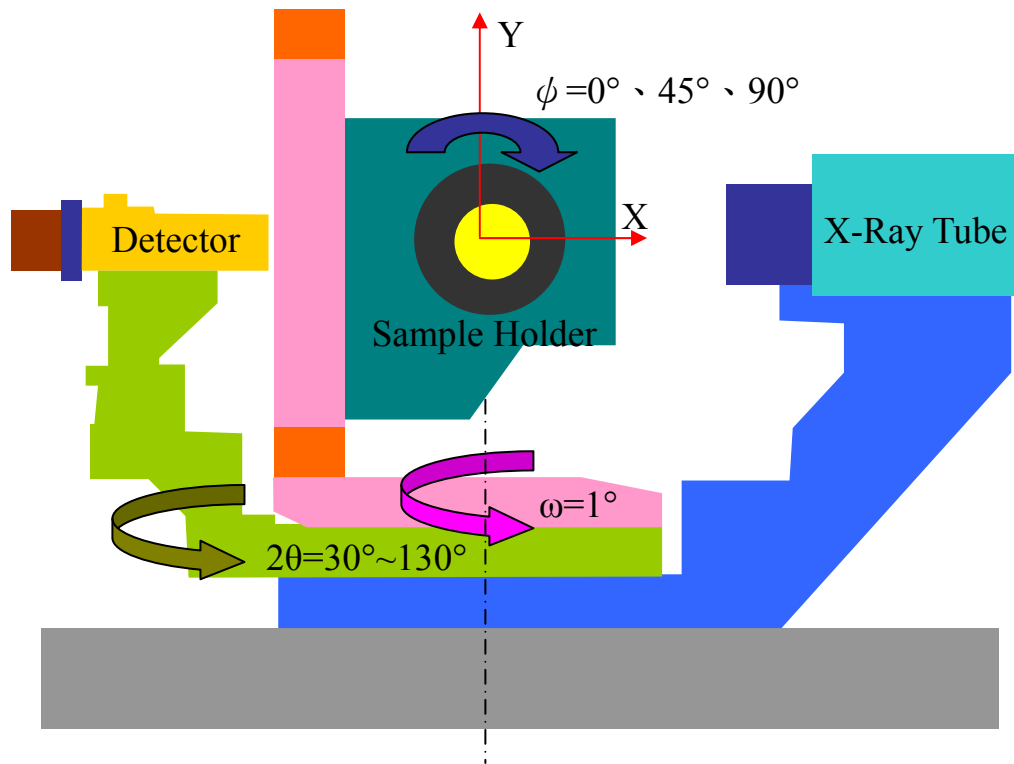


Fig.3-10 調整 ϕ 量測 0° 、 45° 和 90° 的應變值

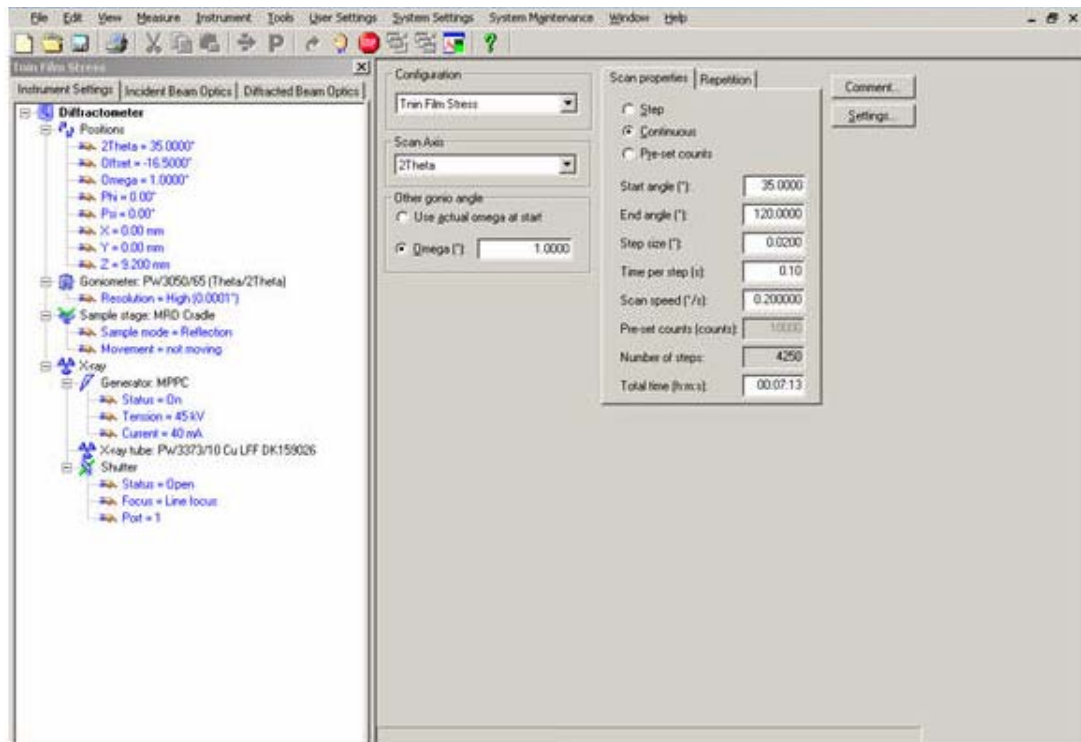


Fig.3-11 2θ 掃描程式設定

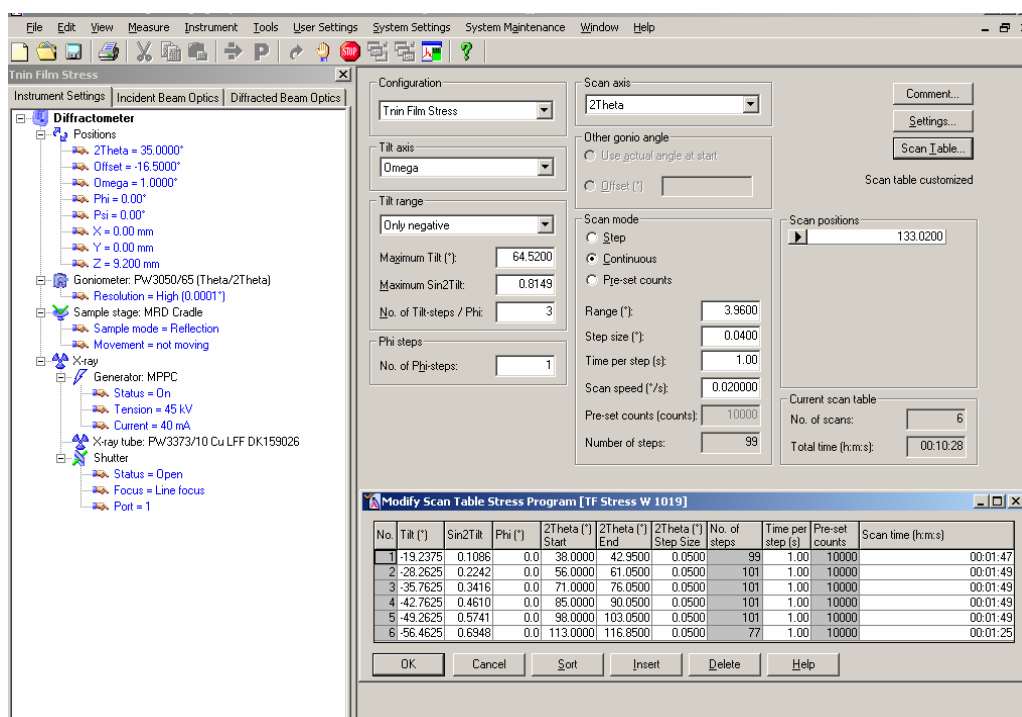


Fig.3-12 殘留應力量測程式設定

3.3 GIXRD 量測結果

(1) 2θ 模式掃描結果

薄膜試片在 3 個不同方位上經 GIXRD 掃描結果如 Fig.3-13、Fig.3-14、Fig.3-15 所示，由 0°~130°的範圍之內，不同的 2θ 位置對應到 6 個繞射波，其所對應到的繞射結果如 Tab.3-3、Tab.3-4、Tab.3-5 所示。

(2) X-Ray 穿透強度與深度值結果

(a) 穿透強度值

結果如 Fig.3-16 所示，當入射角度在 0.1°和 0.7°之間，繞射波強度大小會隨著入射角度的增加而遞增，隨後在 0.8°到 2°之間，強度會維持在穩定的狀態。由掃描的結果可以將入射角度設定在 1°做為對鎢薄膜試片進行繞射分析與殘留應力的計算。

(b) 穿透深度值

當 X-Ray 的入射角度設定為 1° 時，其穿透深度(Penetration Depth)的大小可由 Eq.2-12 得知，穿透深度的大小在距離薄膜表面下方 53.2 nm 的位置。在得知繞射強度與穿透深度的值之後，接續開始對鎢薄膜進行繞射分析與殘留應力的計算。

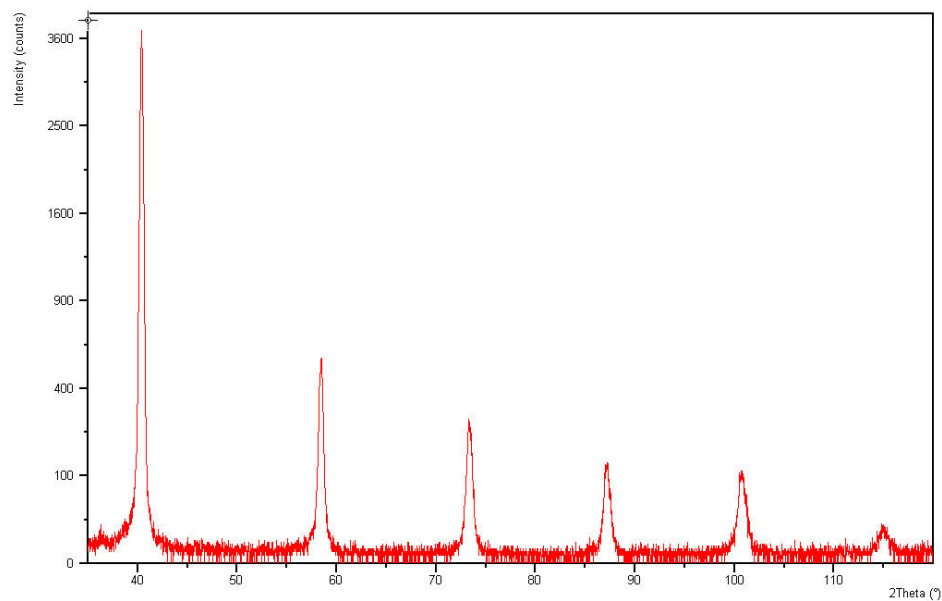


Fig.3-13 2θ Scan 結果(Phi=0°)

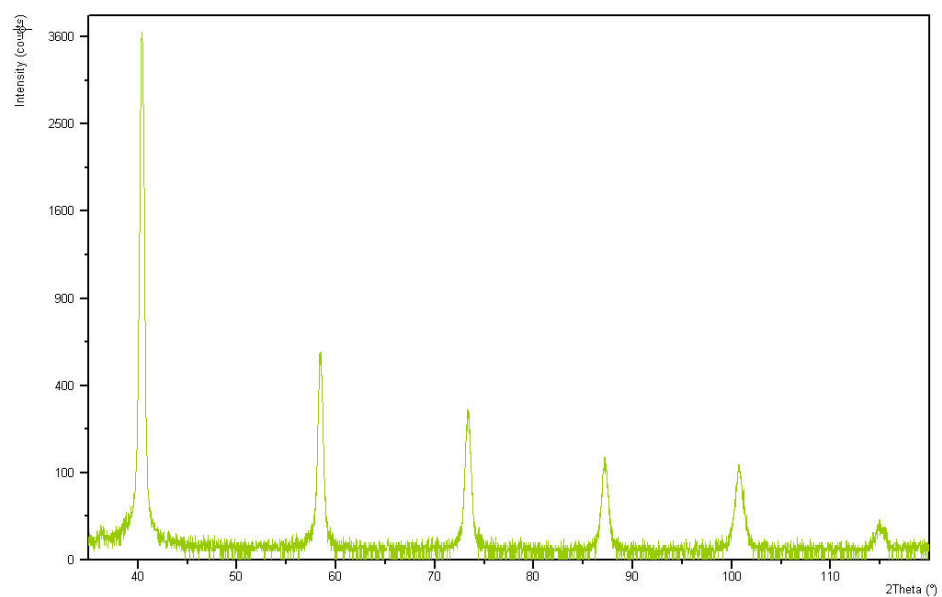


Fig.3-14 2θ Scan 結果(Phi=45°)

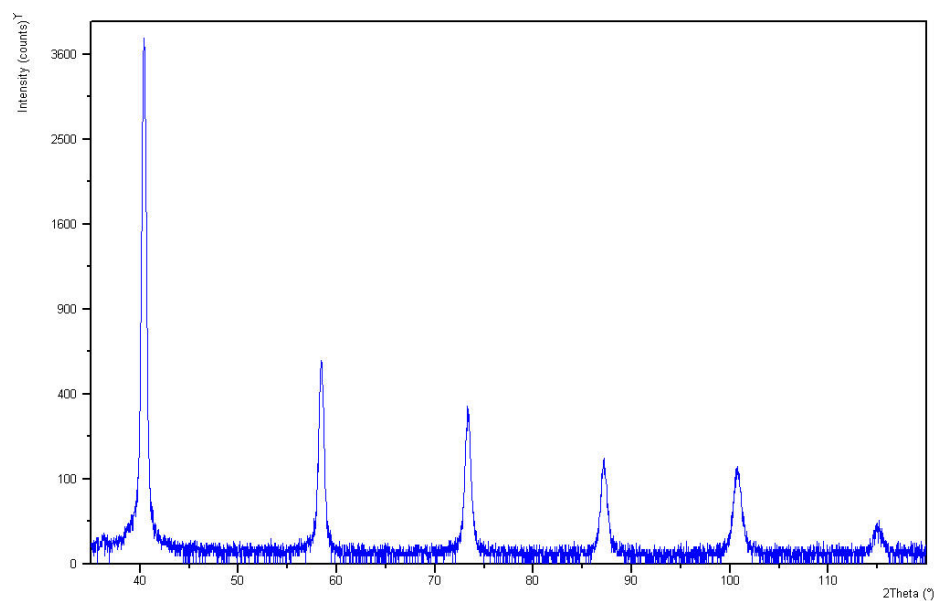


Fig.3-15 2θ Scan 結果(Phi=90°)

Tab.3-3 繞射結果(Phi=0°)

Peak No.	h	k	l	Psi (°)	2-θ pos.(°)	(Å)	Intensity
1	1	1	0	19.18	40.3593	2.232980	3596.7
2	2	0	0	28.19	58.3845	1.579320	521.6
3	2	1	1	35.64	72.2744	1.290830	248.8
4	2	2	0	42.55	87.1011	1.118000	118.7
5	3	1	0	49.32	100.6467	1.000830	93.4
6	2	2	2	56.44	114.8807	0.913942	10.6

Tab.3-4 繞射結果(Phi=45°)

Peak No.	h	k	l	Psi (°)	2-θ pos.(°)	(Å)	Intensity
1	1	1	0	19.18	40.3667	2.232590	3628.6
2	2	0	0	28.19	58.3884	1.579220	523.2
3	2	1	1	35.64	73.2809	1.290730	281.5
4	2	2	0	42.55	87.0917	1.118100	131.3
5	3	1	0	49.33	100.6511	1.000800	100.8
6	2	2	2	56.47	114.9408	0.913636	9.1

Tab.3-5 繞射結果($\phi=90^\circ$)

Peak No.	h	k	l	Psi ($^\circ$)	2- θ pos.($^\circ$)	($\text{\AA}$)	Intensity
1	1	1	0	19.18	40.3614	2.232870	3727.6
2	2	0	0	28.19	58.3768	1.579510	550.9
3	2	1	1	35.64	73.2802	1.290740	309.8
4	2	2	0	42.54	87.0866	1.118150	132.7
5	3	1	0	49.33	100.6638	1.000710	103
6	2	2	2	56.44	114.8716	0.913988	11.6

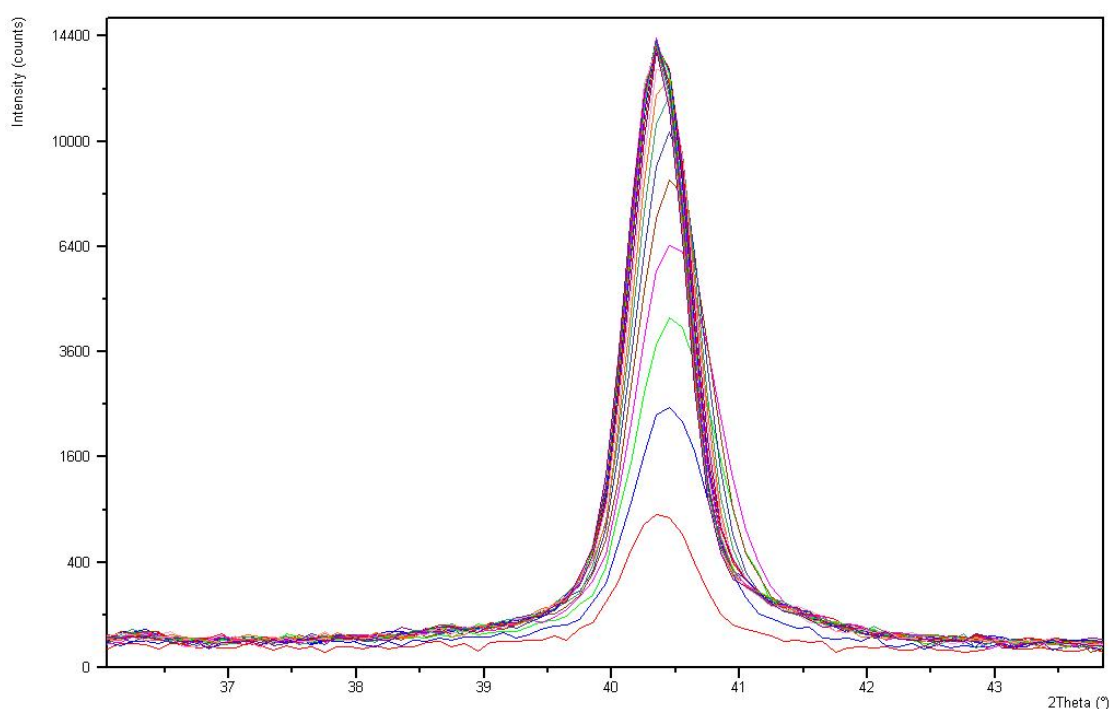


Fig.3-16 不同入射角度之穿透強度掃描結果

3.4 殘留應力計算程式之編輯與結果

PANalytical X'PRO 公司所提供的應力分析軟體(PANalytical X'Pert Stress)可以將 GIXRD 量測結果進行分析與估算殘留應力值，為了瞭解殘留應力的估算方法，本研究應用殘留應力的理論架構，以 Labview 軟體編寫程式計算殘留應力值，並且比對結果。程式編輯流

程和架構如下所示：

(1)程式編輯架構

以 LabView 7.0 軟體進行殘留應力計算程式的編輯，其程式的架構如 Fig.3-17 所示，程式編輯流程說明如下：

(a)輸入 GIXRD 量測點資料

將 GIXRD 三個不同方位($\Phi=0^\circ$ 、 45° 和 90°)所量測到的點資料值輸入，計算應變值其薄膜無應力狀態下的 d_0 如附錄 C 所示，點資料分佈在以橫軸為 $\sin^2\psi$ 、縱軸為應變值 ε 的直交座標系統上。

(b)計算單軸向應力值

圖形上顯示的所有量測點位置，以最小平方法(Least Square Method)，將散佈在 $\sin^2\psi$ - ε 座標系統上的點資料取直線線性近似(Fitting Line)，將線性近似直線斜率大小代入經過運算之後，可以得到在不同方位上單軸向的殘留應力值(Single Stress)，線性近似的結果及估算結果如 Fig.3-18、Fig.3-19、Fig.3-20 所示。

(c)平面應力狀態

將三個不同方位所得到的近似直線斜率值和單軸向應力值，可由 Eq.3-12 及 Eq.3-13 經過矩陣運算之後，可以得到 σ_{11} 、 σ_{12} 、 σ_{22} 三個平面應力值：

$$\begin{bmatrix} 4585.3 \\ 4445.6 \\ 4581.3 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} a_{11} & a_{12} & a_{13} \\ a_{21} & a_{22} & a_{23} \\ a_{31} & a_{32} & a_{33} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{12} \\ \sigma_{22} \end{bmatrix}$$

薄膜試片平面殘留應力狀態(Bi-axial Stress State) 如 Fig.3-21 所示。

(2)殘留應力計算結果與討論

Tab.3-6 為薄膜試片經 GIXRD 繞射結果，代表不同方位上所量測到平面間距大小經計算後的應變值(ϵ)及所對應到的 ψ 角度，所得單軸向殘留應力大小及最後計算出平面殘應力狀態如 Tab.3-7 所示。本研究薄膜殘留應力值經由 LabView 程式編輯計算結果與 PANalytical X'PRO 公司所提供的應力分析軟體(PANalytical X'Pert Stress)得到的結果，將兩者計算結果進行比對如 Tab.3-8 所示，觀察三個不同方的量測誤差值的分佈結果分別為 0.096%、0.078%與 0.124%，計算值誤差來自不同的近似方式。

由平面殘留應力狀態的分佈結果顯示，剪應力的大小($\sigma_{12}=-43.6$ MPa)比軸向應力($\sigma_{11}=1451$ MPa、 $\sigma_{22}=1449.8$ MPa)小，CVD 薄膜在量測位置處三個不同方位單軸向殘留應力量測結果接近相等，因此可以忽略剪應力的影響，直接取其軸向應力的大小做分析。

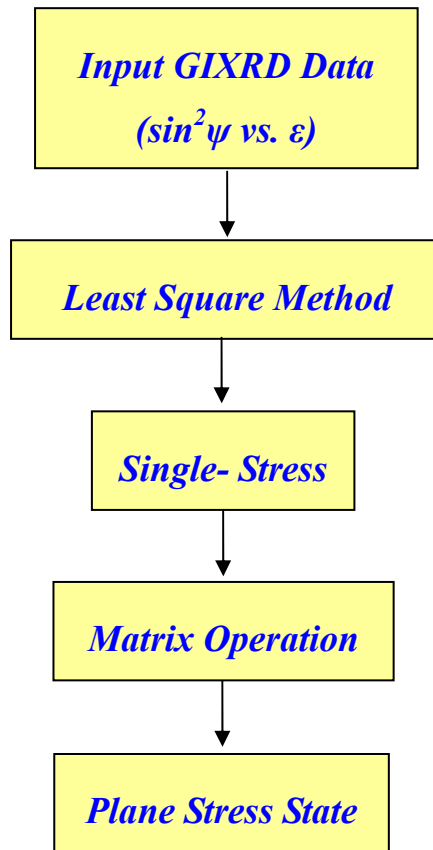


Fig.3-17 程式編輯流程圖

Tab.3-6 不同方位 GIXRD 量測結果

	Phi=0°		Phi=45°		Phi=90°	
Peak No.	sin²Psi	ε (ppm)	sin²Psi	ε (ppm)	sin²Psi	ε (ppm)
1	0.108	-1270	0.108	-1347	0.108	-1331
2	0.223	-1040	0.223	-1002	0.223	-931
3	0.339	-14	0.34	9	0.34	-92
4	0.457	86	0.457	271	0.457	209
5	0.575	942	0.575	1010	0.575	808
6	0.694	1285	0.695	1049	0.694	1325

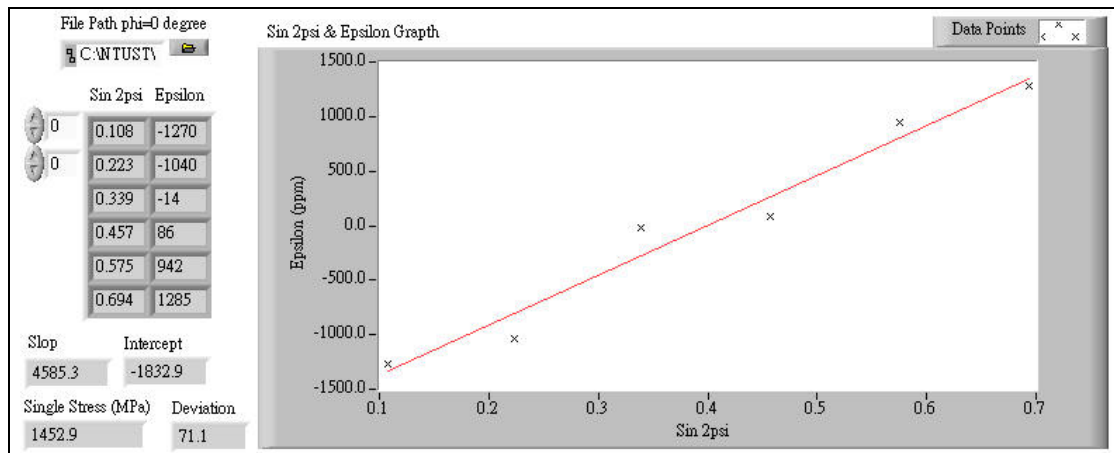


Fig.3-18 $\sin^2\psi$ - ϵ ($\epsilon_0^\circ = 4585.3 \sin^2\psi - 1832.9$)

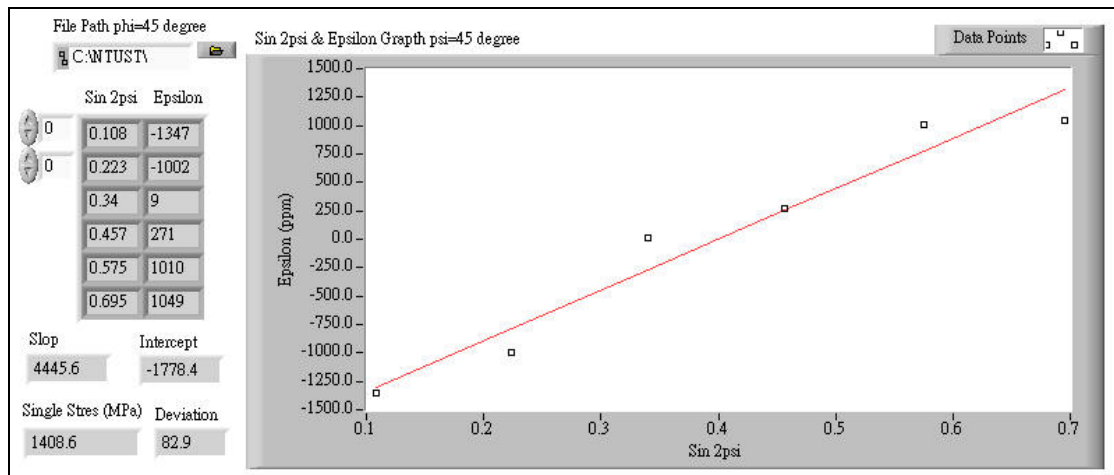


Fig.3-19 $\sin^2\psi$ - ϵ ($\epsilon_{45^\circ} = 4445.6 \sin^2\psi - 1778.4$)

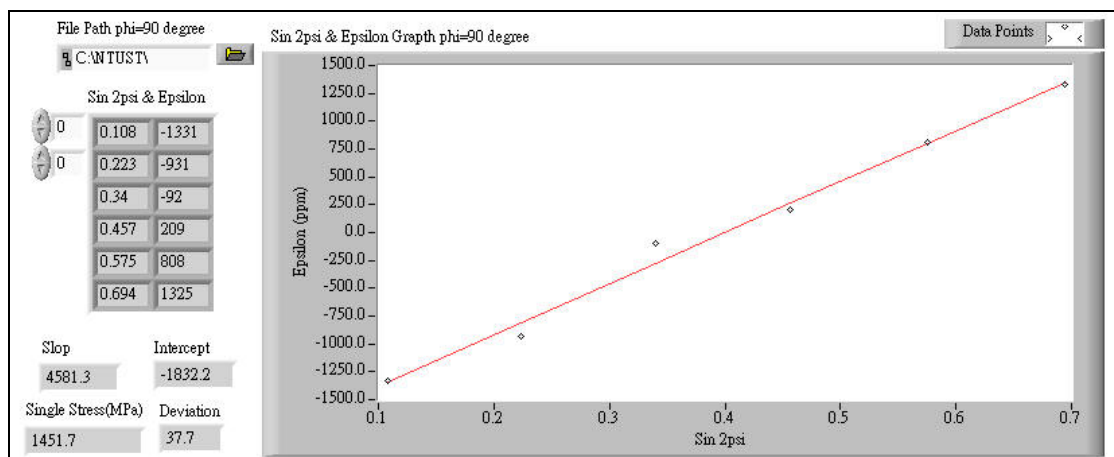


Fig.3-20 $\sin^2\psi$ - ϵ ($\epsilon_{90^\circ} = 4581.3 \sin^2\psi - 1832.2$)

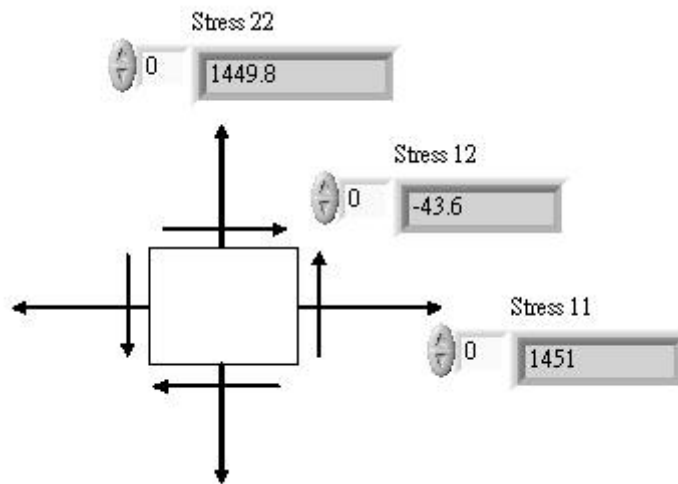


Fig.3-21 平面殘留應力狀態

Tab.3-7 殘留應力程式計算結果

(MPa)		
σ_{θ}	0°	1452.9 ± 71.1
	45°	1408.6 ± 82.9
	90°	1451.7 ± 37.7
$\sigma_{\theta}\tau_{\theta}$	σ_{11}	1451
	σ_{12}	-43.6
	σ_{22}	1449.8

Tab.3-8 殘留應力計算結果比較

(Mpa)			
	LabView	PANalytical X'Pert	Residual Value
$\sigma_{0^{\circ}}$	1452.9 ± 71.1	1451.5 ± 137.6	0.096 %
$\sigma_{45^{\circ}}$	1408.6 ± 82.9	1407.5 ± 160.7	0.078 %
$\sigma_{90^{\circ}}$	1451.7 ± 37.7	1449.9 ± 73.6	0.124 %

第四章 實驗規劃

探討化學機械拋光對薄膜殘留應力的影響，必須去除材料厚度變化對薄膜殘留應力所造成的效應。本章節針對 Eq.1-5 的研究方法，規劃化學機械拋光(CMP)與電化學拋光(ECP)實驗，應用 GIXRD 量測拋光後殘留應力的影響，以實驗設計得到化學機械拋光殘留應力變化的迴歸方程式。

4.1 實驗規劃流程

實驗流程規劃如 Fig.4-1 所示。

(1)化學機械拋光，規劃兩組實驗，說明如下：

實驗 1：固定下壓力與相對轉速實驗

實驗目的是探討殘留應力的變化與拋光時間(Time)的關係。

固定下壓力(與相對轉速，對 CVD 薄膜試片設定不同的時間進行拋光，透過 GIXRD 量測不同拋光時間之下不同厚度之殘留應力值，實驗流程如 Fig.4-2 所示。

實驗 2：不同下壓力和相對轉速實驗

實驗目的是量測薄膜試片化學械拋光之後，量測薄膜 CMP 殘留應力梯度分佈曲線(Residual Stress Gradient Distribution, σ_{CMP})。

設定在不同下壓力和相對轉速進行化學機械拋光，調整 GIXRD 入射角度，將 CVD 薄膜試片與拋光後的試片，描繪材料次表面殘留應力梯度分佈曲線，分析比較結果，實驗流程如 Fig.4-3 所示。化學機械拋光過程中，下壓力(Down Pressure, P)與相對轉速(Relative

Velocity, V), 材料移除(t_c)同時殘留應力包含 σ_f 、 σ_{PV} 與 σ_{tc} 如 Eq.1-1 所示。

(2)電化學拋光

實驗目的是量測薄膜試片電化學拋光之後，量測薄膜 ECP 殘留應力梯度分佈曲線(Residual Stress Gradient Distribution, $\sigma_{REF}=\sigma_{ECP}$)。

電化學拋光為一種無應力的加工方式，將薄膜試片以電化學拋光將材料移除到與 CMP 有相同的移除厚度，調整 GIXRD 入射角度，量測拋光前、後薄膜試片次表面殘留應力梯度分佈曲線分析比較結果。薄膜 ECP 殘留應力包含 σ_f 與 σ_{tc} 如 Eq.1-2 所示。

(3)探討化學機械拋光與電化學拋光殘留應力梯度分佈

實驗目的是將化學機械拋光與電化學拋光，比較 σ_{CMP} 與 σ_{REF} 量測結果(Residual Stress Gradient Distribution, $\Delta\sigma_{RS}=\sigma_{CMP}-\sigma_{REF}$)。

兩種不同拋光方式得到相同材料移除厚度($t_c=t_e$)，比較分析兩種不同拋光方式殘留應力的變化，去除薄膜 CMP 移除厚度殘留應力(σ_{tc})與薄膜 ECP 移除厚度殘留應力(σ_{te})，得到薄膜 CMP 製程參數殘留應力(σ_{pv})如 Eq.1-5 所示。

(4)實驗設計迴歸分析

使用 Two-level 實驗設計，改變下壓力(P)與相對轉速(V)，將結果進行迴歸分析(Regression Analysis)，得到薄膜 CMP 殘留應力的變化($\Delta\sigma_{RS}$)預測式。

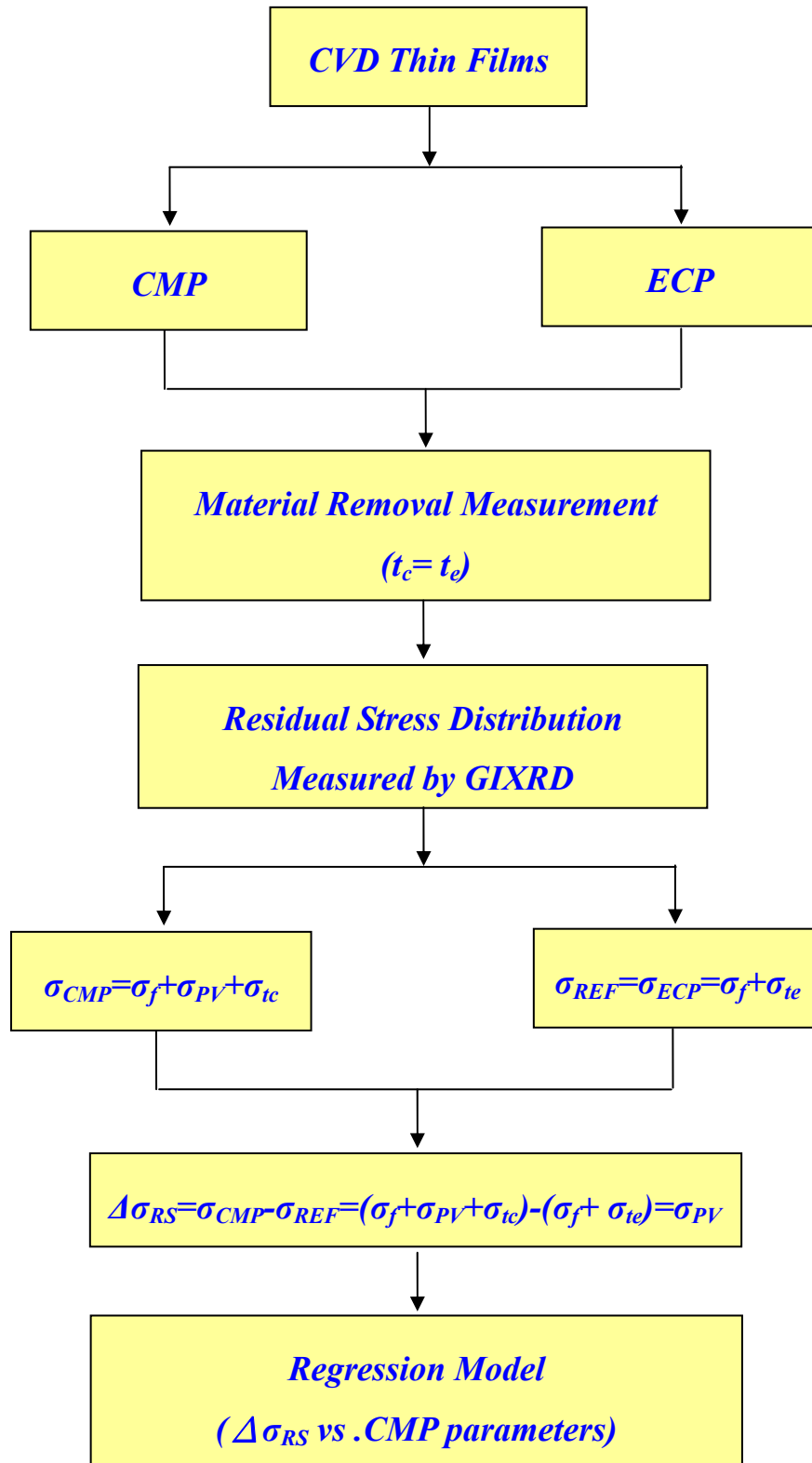


Fig.4-1 實驗流程圖

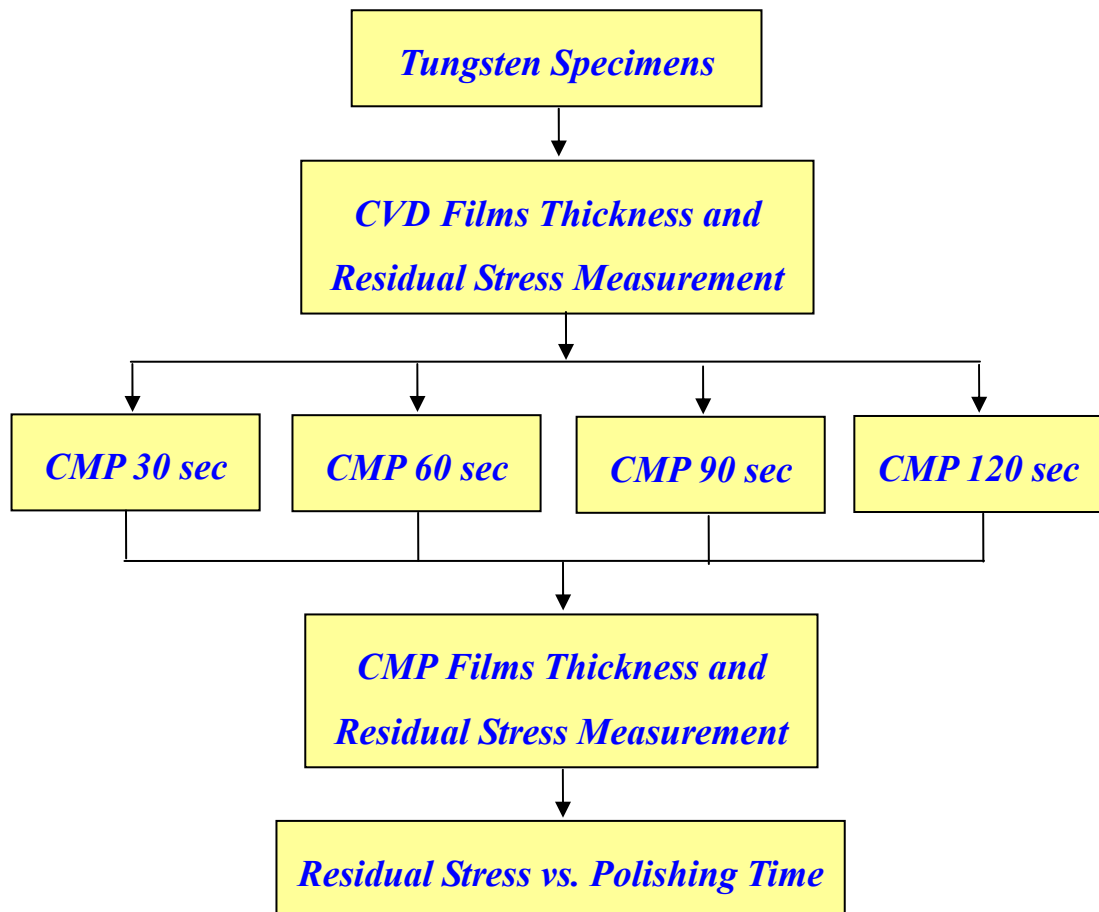


Fig.4-2 化學機械拋光時間與殘留應力關係實驗

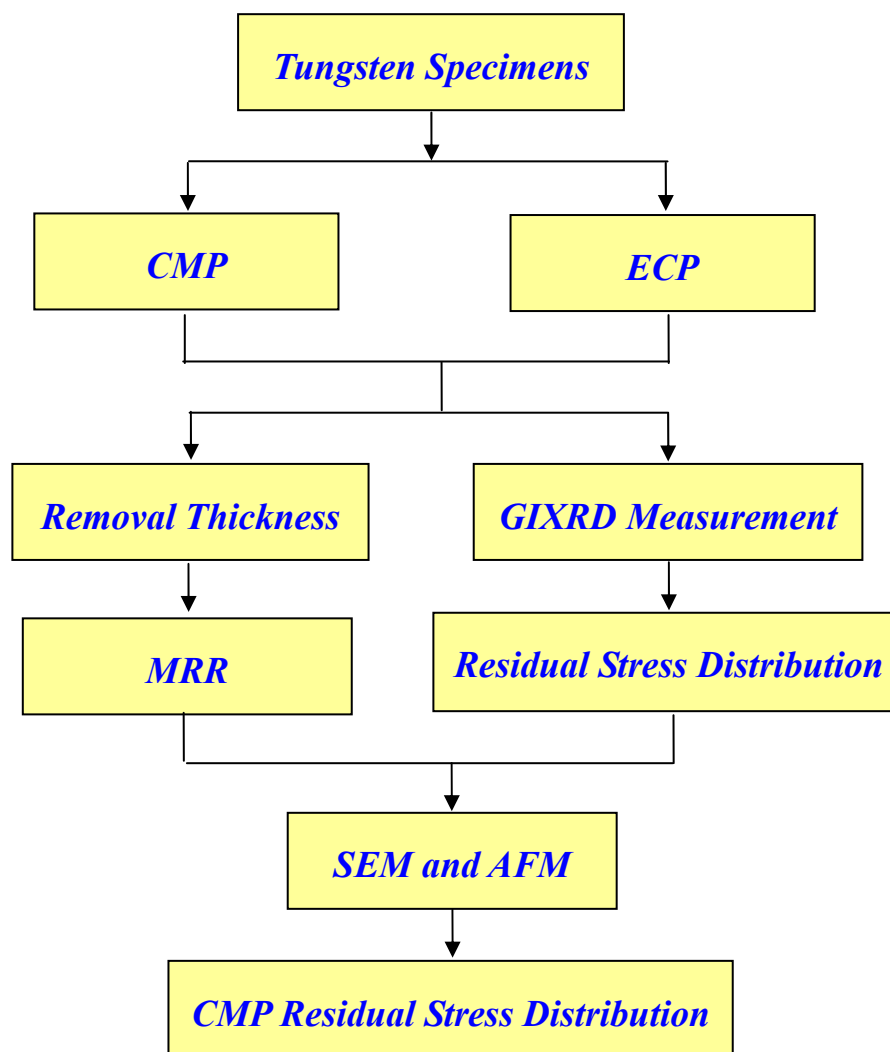


Fig.4-3 化學機械拋光與電化學拋光實驗

4.2 化學機械拋光

(1) 實驗參數設定

實驗 1：薄膜試片編號為 W1、W2、W3、W4 共計 4 片，拋光參數設定下壓力為 0.25 kg/cm^2 與相對轉速為 50 rpm，對薄膜試片分別拋光 30 sec、60 sec、90 sec、120 sec。

實驗 2：薄膜試片編號為 W5、W6、W9、W12 共計 4 片，拋光參數設定如 Tab.4-1 所示。

(2)拋光液

拋光液主要是以水溶液為基礎的複雜懸浮物(Suspensions)，包括矽酸鹽(Silica)、氧化鋁(Al_2O_3)、二氧化矽(SiO_2)的磨料顆粒粉體(Abrasive)，以及化學添加物等組成。本實驗使用的研磨液採用酸性拋光液，拋光前添加 10 wt% H_2O_2 做為氧化劑如 Fig.4-4 所示。適用於鎢薄膜試片的化學拋光研磨。拋光液的性質如下：

(a)型號：W 2000 (BASF)

(b)pH 值：2.36

(c)磨料顆粒與粒徑大小： SiO_2 (50 nm)

(3)拋光墊

拋光墊的表面層為具有多孔性的高分子材料組成，其主要功能是将研磨液和磨料顆粒送入薄膜表面下方進行研磨拋光如 Fig.4-5 所示。本實驗採用的拋光墊型號及規格如下：

(a)型號：SC1345T (For Tungsten)

(b)材料：聚氨基甲酸酯(PU)+聚脂纖維

(c)硬度：49.7 Shore-D (ASTM2240)

(4)拋光機

拋光機型號為 PM5 (Logitech Co. Ltd., UK)如 Fig.4-6 所示，包含可調整負載大小的拋光載具(Jig)與拋光液供應設備。拋光載具可降低施加在晶圓表面負載不均勻的問題，其容許最大尺寸為直徑或對角線長 3 inch 大小的試片，施加在試片之上的最大負載可達 3300 g，拋光盤轉速最高可達 70 rpm。為了減少實驗過程中震動影響，在設備底部裝設橡皮墊減少震動，以水平儀校正水平，並且連接地線避免電壓不

穩導致盤面轉速發生變化。

Tab.4-1 化學機械拋光參數設定

N0.	W5	W6	W9	W12
Pressure (Kg/cm ²)	0.05	0.05	0.25	0.25
Velocity (rpm)	10	50	10	50
Time (sec)	180	180	60	60
Flow Rate (mL/min)	35			
Slurry Type	W 2000			
Pad Type	SC1345T (For Tungsten)			



Fig.4-4 拋光液(W2000)



Fig.4-5 拋光墊 (SC1345T)



Fig.4-6 PM5 拋光機 (台灣科技大學)

4.3 電化學拋光

電化學拋主要為無應力拋光，無應力拋光的需求在現今半導體製程的發展上有其關鍵性的地位，它不僅讓製程的可靠度提昇，也使得生產的成本降低。

動電位極化曲線量測的目的在於了解不同電解液對工件的特性曲線，此條曲線表示電位與電流的關係圖。若針對此線的陽極區加以討論，可將其區分成電流隨電位增加而增加的區域稱為鈍化區及解離區，藉由動電位極化曲線可以判斷工件表面在此電解液中在不同電位下所產生的變化。

(1)電解液

電解液配方使用 0.05 M NaCl、0.1 M Na₂SO₄、5 wt% H₂O₂、使用 H₃PO₄ 當 pH 調節劑控制 pH 值在 4.0，電化學分析儀器使用 Jiehan ECW-5600，如 Fig.4-7 所示。工件夾持與線路接法如 Fig.4-8 所示。

(2)恆電位儀

恆電位儀型號為 ECW-5600，能輸出穩定電壓與電流，提供電化學蝕刻與電鑄製程電源如 Fig.4-9。輸出電源線中，白線需與綠線串接為陰極，黃線需與紅線串接為陽極，黑線為接地。規格如下列：最大電壓：±20 V、最小電壓：250 μV、最大電流：±2 A、最小電流：100 nA、最小時間參數：30 μs。



Fig.4-7 電化學拋光電極的接法

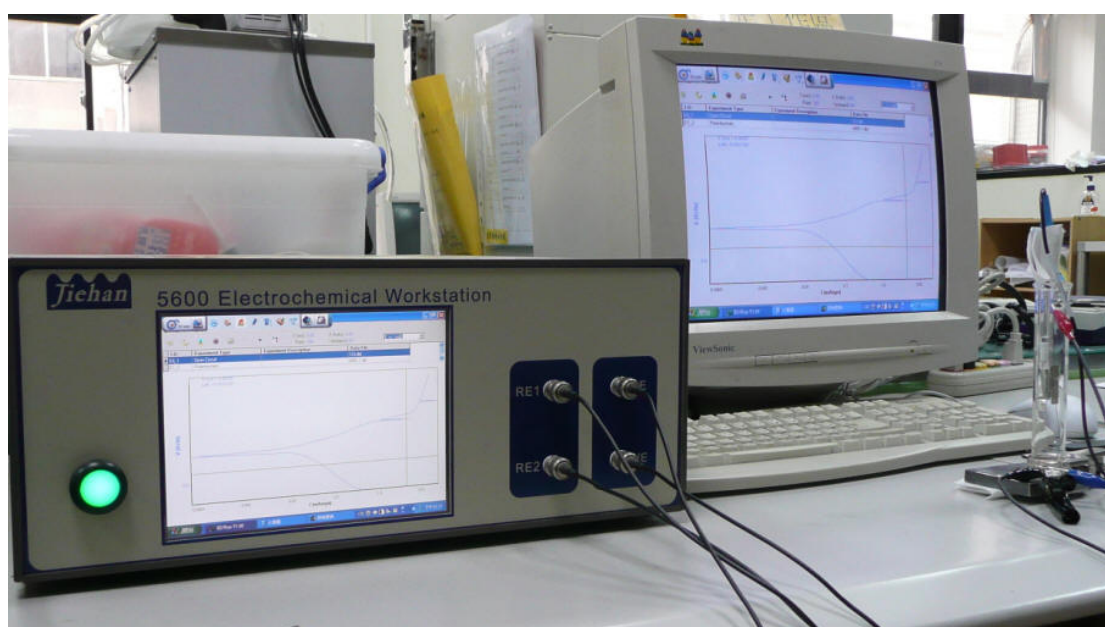


Fig.4-8 電化學拋光實驗架設



Fig.4-9 恆電位儀

4.4 薄膜試片量測

(1)厚度量測

分別針對薄膜試片進行化學機械拋光與電化學拋光，以 RT/70 四點探針量測薄膜試片拋光前、後的厚度，在試片不同位置上依序量測 5 個點，其量測順序及位置如 Fig.4-10 所示。

四點探針膜厚度量測儀，設備型號為 RT-70 如 Fig.4-11，主要用於量測金屬薄膜之片電阻，拋光前後因為厚度的改變導致片電阻值發生變化，經由 Eq.4-1 換算之後可得到材料的厚度值。

$$t_f = \frac{C_{\text{ond}}}{4.532 \times R_{\Omega}} \quad (4-1)$$

其中 t_f 為薄膜厚度(cm)， C_{ond} 為導電係數($\mu\Omega \cdot \text{cm}$)， R_{Ω} 為電阻值(Ω)。四點探針量測原理說明如附錄 D 所示。

(2)AFM 量測

AFM 型號為 Dimension 3100，應用在奈米等級尺寸的薄膜表面

粗糙度的量測，透過探針接觸薄膜表面，掃描結果以高解析度的 3D 影像方式呈現出來如 Fig.4-12。探針(Probe)性質為彈性體，懸掛在壓電試管的末端，藉由電壓的輸出控制 X、Y 和 Z 方向的掃描。掃描範圍為 120 mmx100 mm，X 和 Y 軸解析度為 2~5 nm，Z 軸解析度為 0.05 nm~1 nm。可設定不同的模式對薄膜試片進行量測。

(3)SEM 量測

將試片做切片處理後，以場發射 SEM 觀察試片在拋光前後的橫切斷面，分析比較化學機械拋光與電化學拋光對薄膜試片移除率和殘留應力的影響。

FESEM 型號為 JSM-6390LV OXFORD，搭配能量分散光譜儀 (EDS)，適用在奈米等級薄膜厚度的觀察及檢測分析如 Fig.4-13。放大倍率介於 10X~100000X，可放置試片直徑最大為 15mm，厚度為 10 mm，量測加速電壓 0.5~30 KV，解析度 1.5nm，試片載台移動範圍 70 mmx50 mm。

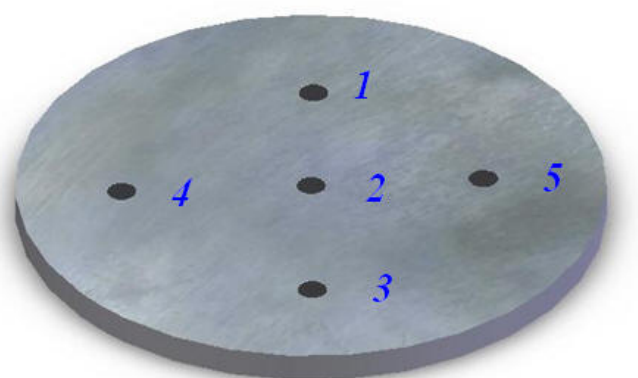


Fig.4-10 薄膜厚度量測位置



Fig.4-11 四點探針 (RT/70) (台灣大學)



Fig.4-12 AFM (DI 3100) (工業技術研究院)



Fig.4-13 場發射電子顯微鏡 (台灣科技大學)

(4) 薄膜殘留應力及梯度分佈量測

薄膜殘應力梯度分佈量測，根據 Eq.2-11 所示，調整 X-Ray 入射角度，得到不同深度殘留應力值，因為 CVD 薄膜厚度為 600 nm，控制入射角度由 0.1° 到 11° ，可以得到次表面 5.3 nm 到 581.4 nm 不同深度的殘留應力值，由量測結果描繪出殘應力梯度分佈曲線。

4.5 實驗迴歸設計

本研究使用 Two-level 實驗設計及迴歸分析(Regression Analysis)法[35]分析薄膜化學機械拋光參數對於殘留應力的影響。本實驗主要探討下壓力(Down Pressure)和相對轉速(Relative Velocity)兩項拋光參數，對薄膜試片進行拋光，探討化學機械拋光對薄膜殘留應力的影響及透過實驗設計的方式得到迴歸方程式試片編號與拋光參數設定如 Tab.4-1 所示。

實驗設計步驟如下：

(1)實驗因子

參數因子選定下壓力 (Down Pressure) 與相對轉速 (Relative Velocity) 兩個因子。

(2)直交表

採用 2 因子 2 水準之實驗設計法，直交表為 $L_4(2^2)$ 。試片的編號、因子水準與實驗配置直交表如 Tab.4-2、Tab.4-3。

(3)計算因子對實驗結果之影響度

由量測結果計算因子的影響度 (Effects)，分為主影響度 (Main Effects) 與交互作用影響度 (Interaction Effects) 二項。

$$X_1 = \bar{y}_{x_1^+} - \bar{y}_{x_1^-} = \frac{\bar{y}_3 + \bar{y}_4}{2} - \frac{\bar{y}_1 + \bar{y}_2}{2} \quad (4-1)$$

$$X_2 = \bar{y}_{x_2^+} - \bar{y}_{x_2^-} = \frac{\bar{y}_2 + \bar{y}_4}{2} - \frac{\bar{y}_1 + \bar{y}_3}{2} \quad (4-2)$$

$$X_1 X_2 = \bar{y}_{x_1 x_2^+} - \bar{y}_{x_1 x_2^-} = \frac{\bar{y}_1 + \bar{y}_4}{2} - \frac{\bar{y}_2 + \bar{y}_3}{2} \quad (4-3)$$

本實驗使用之二次多項式回歸方程式如下：

$$\eta_m = \beta_0 + \sum_{i=1}^k \beta_i x_{im} + \sum_{i=1}^k \beta_{2i} x_{im}^2 + \sum_{j=1}^k \sum_{i=1}^k \beta_{ij} x_{im} x_{jm} + h.o.t. + \varepsilon_m \quad (4-4)$$

其中 m = Experiment or test index

i = input index

k = Total number of input

將 Eq.4-4 以矩陣方式表式

$$\eta = X\beta + \varepsilon \quad (4-5)$$

其中 η = Vector of all experimental trials at all levels

x = Matrix of all input level data, linear and higher order terms

β = Vector of model coefficients

ε = Residual error

因為本實驗採二因子(X_1, X_2)的實驗設計方式，因此 Eq.4-4 可簡化為：

$$\eta = Y = \beta_0 + \beta_1 X_1 + \beta_2 X_2 + \beta_{12} X_1 X_2 + \varepsilon \quad (4-6)$$

其中 β_0 = Mean

X_1, X_2 = Main effects

$X_1 X_2$ = Interaction effects

(4)迴歸模型係數

迴歸模型係數，可將 Eq.4-5 取逆矩陣的方式計算求得，表示式如 4-9 所示：

$$\beta = X^{-1} \bar{\eta} \quad (4-7)$$

其中 $\bar{\eta}$ 為量測資料之平均值。

(5)檢驗殘值誤差分佈(Residual Errors Distribution)

進行誤差檢驗(Error Diagnosis)，殘值誤差(Residual Error)之計算如下：

$$\varepsilon = \eta - X\beta \quad (4-8)$$

(6)變異數分析(Analysis of Variance, ANOVA)

ANOVA 以數學計算方法，量化評估每一控制因子平均效應來自整個實驗平均效應的偏差量，估算方式以平方和(Sum of Square)為基礎，若為 2 因子 2 水準的狀態，計算方式如下：

$$SS_{Total} = SS_P + SS_V + SS_{PV} + SS_{Error} \quad (4-9)$$

其中 SS_{Total} = Total sums of squares

SS_P = Factor A sums of squares

SS_V = Factor B sums of squares

SS_{PV} = Interaction of factor A and B sums of squares

SS_{Error} = Error sums of squares

ANOVA 表的計算方式見 [Tab.4-4](#)。

(7) 實驗設計驗證分析

實驗的驗證分析目的是在檢驗實驗結果的準確性及再現性，本實驗的驗證方式分別為內插與外插一實驗值，將其代入迴歸式之中，比對預測值與實驗值之差值，若兩者差值愈小，表示迴歸式的預測值愈準確。

[Tab.4-2](#) 實驗因子與水準

		Low level (-1)	High level (+1)
P	Down Pressure (kg/cm ²)	0.05	0.25
V	Velocity (rpm)	10	50

Tab.4-3 實驗直交表

NO.	Factors and Interaction			Data
	P	V	PxV	Average
W5	-1	-1	+1	$\bar{y}_1$
W9	+1	-1	-1	$\bar{y}_2$
W6	-1	+1	-1	$\bar{y}_3$
W12	+1	+1	+1	$\bar{y}_4$

Tab.4-4 變異數之計算表

Source	SS	d.o.f.	MS	F_0	F_{crit}
P	$\frac{Contrast_p^2}{2^2 n}$	1	SS _P	$\frac{MS_P}{MS_E}$	$F_{(1, 2n-3, \alpha)}$
V	$\frac{Contrast_v^2}{2^2 n}$	1	SS _V	$\frac{MS_V}{MS_E}$	
PV	$\frac{Contrast_{pv}^2}{2^2 n}$	1	SS _{PV}	$\frac{MS_{PV}}{MS_E}$	
Error	SS _E	$(2^2 \times n) - 3$	SS _E / $(2^2 \times n)$		
Total	$\sum \sum (y_{ij} - \bar{y})^2$	$(2^2 \times n)$			

*n = replicates, m=2^k

第五章 實驗結果與討論

本章針對化學機械拋光與電化學拋光兩種不同拋光方式的實驗結果，觀察材料移除結果、表面粗糙度、殘留應力梯度分佈的變化，探討化學機械拋光對鎢薄膜試片殘留應力的影響分析與實驗設計迴歸分析結果。

5.1 薄膜化學機械拋光結果與討論

5.1.1 化學機械拋光時間與殘留應力關係實驗結果

鎢薄膜試片編號 W1、W2、W3 和 W4 共計四片薄膜試片在固定下壓力和相對轉速，不同拋光時間，量測三個不同方位($\Phi=0^\circ$ 、 45° 、 90°)的厚度與殘留應力結果如 Tab.5-1 所示。

將不同拋光時間對應的殘留應力描繪結果如 Fig.5-1 所示。由曲線分佈的結果，當拋光時間超過 60 秒之後，殘留應力的大小逐漸趨近 2407.63 MPa，顯示拋光時間對殘留應力的影響有限。

Tab.5-1 不同時間之厚度與殘留應力的量測值

	(MPa)				
Time (sec)	0	30	60	90	120
Thickness (nm)	599.43	565.65	400.15	357.63	280.25
σ_{0°	1452.91	2007.1	2289.32	2418.3	2403
σ_{45°	1408.65	1984.4	2329.85	2369.9	2441.4
σ_{90°	1451.67	2152.4	2277.14	2363.4	2378.5
Average	1437.74	2047.97	2298.77	2383.87	2407.63

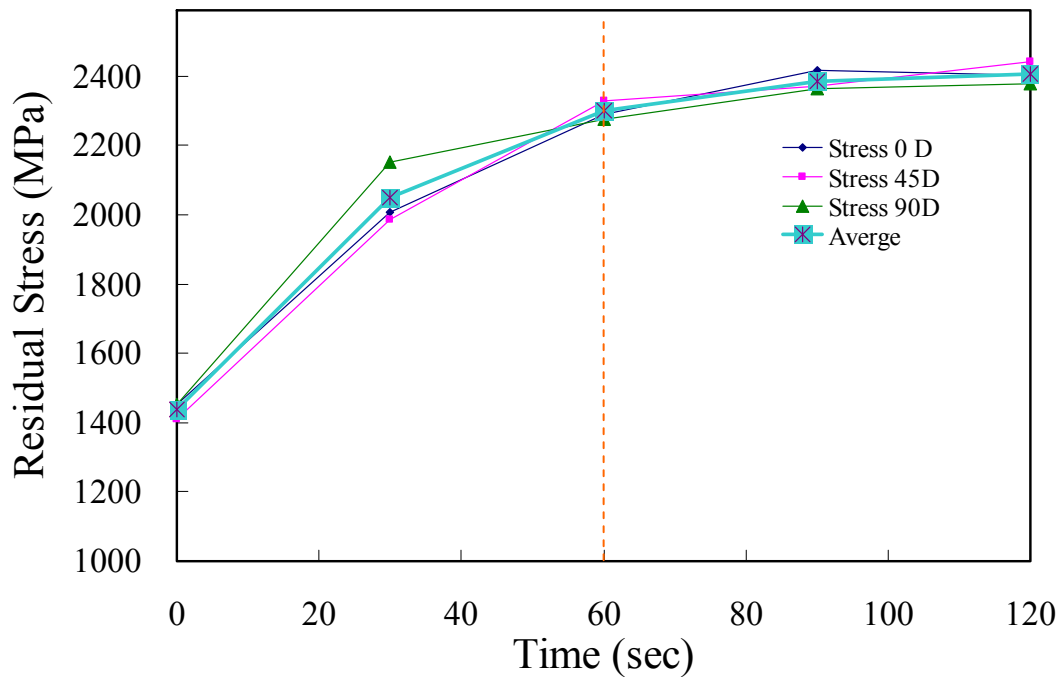


Fig.5-1 不同拋光時間殘留應力的變化

5.1.2 改變下壓力和相對轉速實驗結果

鎢薄膜試片編號 W5、W6、W9 和 W12 共計四片，控制不同的拋光參數經過化學拋光之後如 Fig.5-2 所示，對於材料除結果、表面粗糙度、殘留應力梯度分佈及拋光後殘留應力的變化，以圖表的方式將結果表示出並加以說明。

(1)材料移除結果

以四點探針依序量測薄膜表面不同位置厚度，試片的片電阻值、移除厚度及材料移除率如 Tab.5-2、Tab.5-3、Tab.5-4 和 Tab.5-5 所示，材料移除的結果隨著下壓力與相對轉速的增加而增加。

(2)表面粗糙度量測結果

不同拋光參數的設定，表面粗糙度的大小經由 AFM 量測結果，

CVD 薄膜試片表面平均粗糙度的分佈如 Fig.5-3，經過不同參數化學機械拋光之後其表面平均粗糙度的分佈如 Fig.5-4、Fig.5-5、Fig.5-6 及 Fig.5-7 所示。

(3) 殘留應力梯度分佈

CVD 薄膜試片與不同拋光參數下經化學機械拋光後，薄膜殘留應力分佈經由 GIXRD 量測數據如附錄 E 所示，殘留應力梯度的分佈曲線結果如 Fig.5-8 所示，顯示殘留應力的分佈隨著厚度的增加而減少的變化。Fig.5-9 所示[36]銅薄膜降伏強度大小會隨著厚度的減少而增加 2~3 倍，鎢金屬的降伏強度為 760 MPa，薄膜經過 CMP 移除之後最大殘留應力值量測值大小約為 4~5 倍降伏強度的大小。

圖中共有 5 條曲線，1 條為 CVD 薄膜試片在拋光前的梯度分佈曲線，其它 4 條為不同參數經化學機械拋光後，不同的材料移除厚度，所對應到 4 條的梯度分佈曲線。5 條曲線比較結果顯示表面殘留應力為張應力(Tensile Stress)的狀態，而且隨著深度的增加而遞減，經化學機械拋光之後，4 條殘留應力的梯度分佈曲線皆有上升的變化。

(4) 梯度分佈曲線量測結果之討論

薄膜試片經過化學機械拋光後，表面材料結構與殘留應力的分佈產生變化，經由 GIXRD 量測結果其應力梯度分佈由 0.1° 到 1° ，即深度在表面層下方 5.3 nm 到 53.2 nm 處其量測數據如 Tab.5-6 所示。比較薄膜 CVD 殘留應力(σ_f)和試片 W12 ($P=0.25 \text{ kg/cm}^2$ 、 $V=50 \text{ rpm}$) 薄膜 CMP 殘留應力(σ_{CMP})梯度分佈曲線分段討論如下：

(a) 當入射角在 0.1° 及 0.2° 即深度在次表面 10.6 nm，CVD 薄膜試片 GIXRD 掃描結果如 Fig.5-10、Fig.5-11 所示，拋光後的薄膜試片其

繞射波形(Diffraction Peak)被散射開因而缺乏完整性如 Fig.5-12、Fig.5-13 所示，無法計算殘留應力大小。當入射角在 0.3° 及 0.4° 時即次表面深度在 10.6 nm~21.3 nm，CVD 薄膜試片繞射波形分佈如 Fig.5-14、Fig.5-15 所示，當化學機械拋光後繞射波形分佈及殘留應力量測結果如 Fig.5-16、Fig.5-17 所示，該區域的殘留應力分佈明顯較小。由於薄膜經過化學機械拋光時，同時包含化學鈍化與機械移除的相互作用，透過 GIXRD 量測殘留應力分佈結果，可檢測薄膜次表面變質層的分佈。

(b)當入射角超過 0.5° 即次表面深度超過 21.3 nm，GIXRD 量測結果如 Fig.5-18、Fig.5-19 所示，經由 GIXRD 量測結果，繞射波形完整，而且殘留應力量測結果最大，隨著深度的增加而呈遞減的狀態。

W12 薄膜試片經過化學機械拋光之後，由 GIXRD 量測結果如 Fig.5-20 所示，薄膜經過 CMP 之後材料移除厚度為 199.28 nm，次表面由於拋光液與薄膜之間的化學作用生成氧化物，同時薄膜受到磨料顆粒刮損的影響產生次表面破壞(Subsurface Damage)，變質層分佈區(Transition Zone)約 21.3 nm，深度超過 21.3 nm 為殘留應力區(Residual Stress Zone)。薄膜變質層的分佈變化示意圖如 Fig.5-21 所示，可以用來輔助說明 GIXRD 量測結果。



Fig.5-2 化學機械拋光後試片圖

Tab.5-2 W5 材料移除量測結果

Thickness before CMP					
No	1	2	3	4	5
R (mΩ)	11.43	11.39	11.45	11.46	11.38
Thickness (nm)	593.23	595.32	592.2	591.68	595.84
Average (nm)	593.65				
Thickness after CMP					
No	1	2	3	4	5
R (mΩ)	12.14	12.05	12.08	12.24	12.18
Thickness (nm)	558.54	562.71	561.31	553.98	556.71
Average (nm)	558.65				
MRR (nm/min)	11.67				

Tab.5-3 W6 材料移除量測結果

Thickness before CMP					
No	1	2	3	4	5
R(mΩ)	11.22	11.13	11.17	11.2	11.3
Thickness (nm)	604.34	609.22	607.04	605.42	600.06
Average (nm)	605.22				
Thickness after CMP					
No	1	2	3	4	5
R(mΩ)	16.27	15.4	16.42	17.1	16.37
Thickness (nm)	416.76	440.3	412.95	396.53	414.21
Average (nm)	416.15				
MRR(nm/min)	63.02				

Tab.5-4 W9 材料移除量測結果

Thickness before CMP					
No	1	2	3	4	5
R(mΩ)	11.34	11.4	11.41	11.35	11.44
Thickness (nm)	597.94	594.8	594.27	597.42	592.72
Thickness (nm)	595.43				
Thickness after CMP					
No	1	2	3	4	5
R(mΩ)	12.44	12.49	12.54	12.34	12.49
Thickness (nm)	545.07	542.89	540.72	549.49	542.89
Thickness (nm)	544.21				
MRR(nm/min)	51.22				

Tab.5-5 W12 材料移除量測結果

Thickness before CMP					
No	1	2	3	4	5
R(mΩ)	11.3	11.28	11.34	11.36	11.28
Thickness (nm)	600.06	601.12	597.94	596.89	601.12
Average (nm)	599.43				
Thickness after CMP					
No	1	2	3	4	5
R(mΩ)	16.57	17.05	17.2	16.96	16.96
Thickness (nm)	409.21	397.69	394.23	399.8	399.8
Average (nm)	400.15				
MRR(nm/min)	199.28				



Fig.5-3 CVD 薄膜試片粗糙度

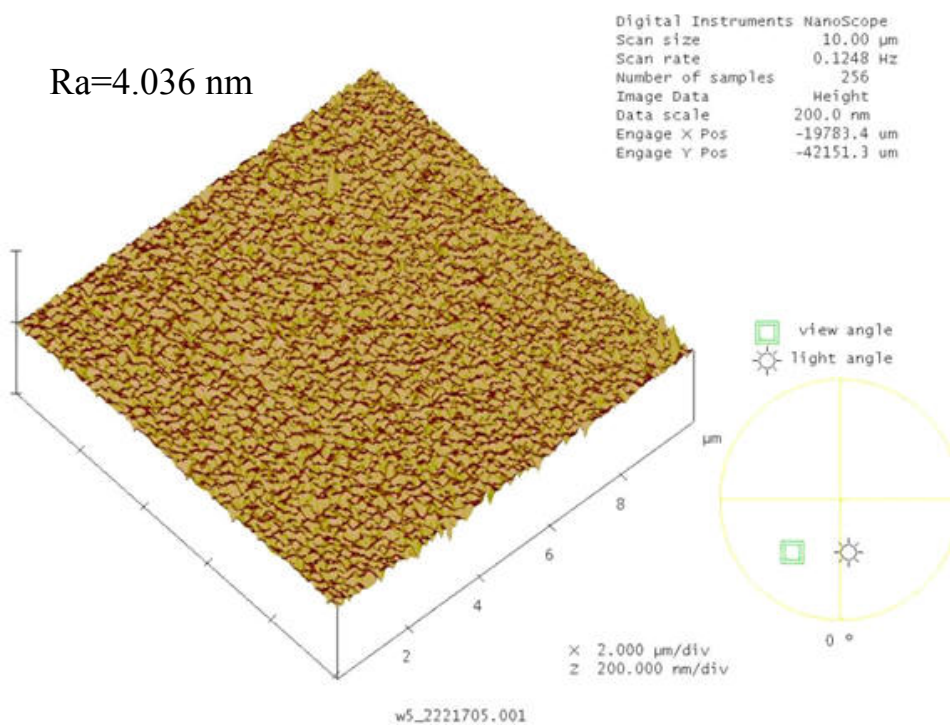


Fig.5-4 W5 試片粗糙度

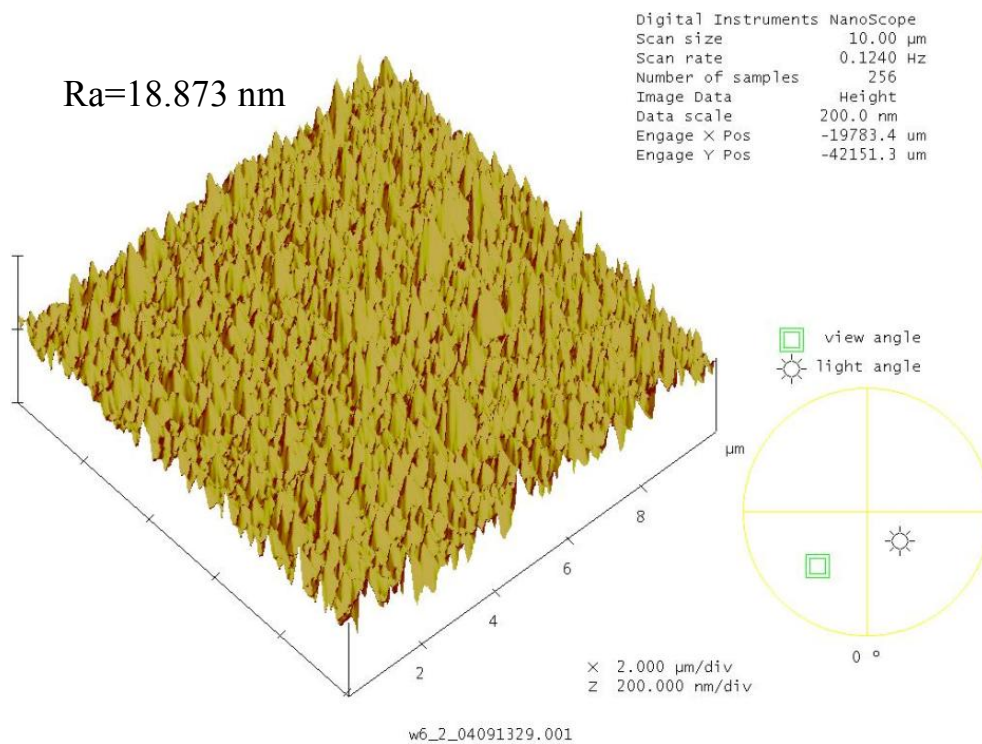


Fig.5-5 W6 試片粗糙度

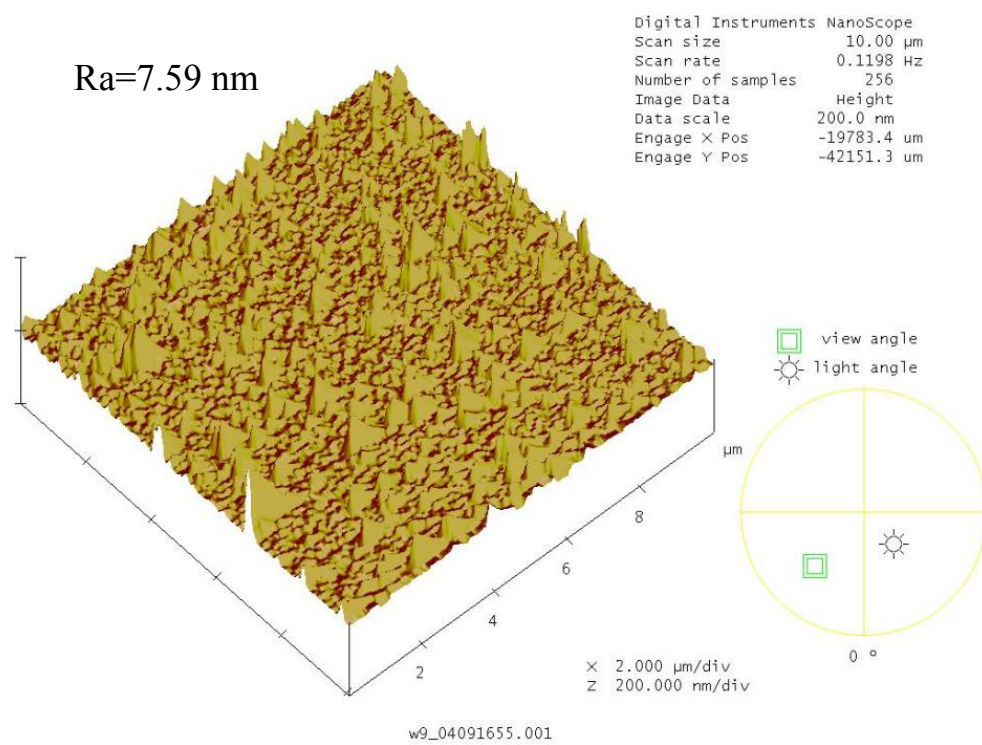


Fig.5-6 W9 試片粗糙度

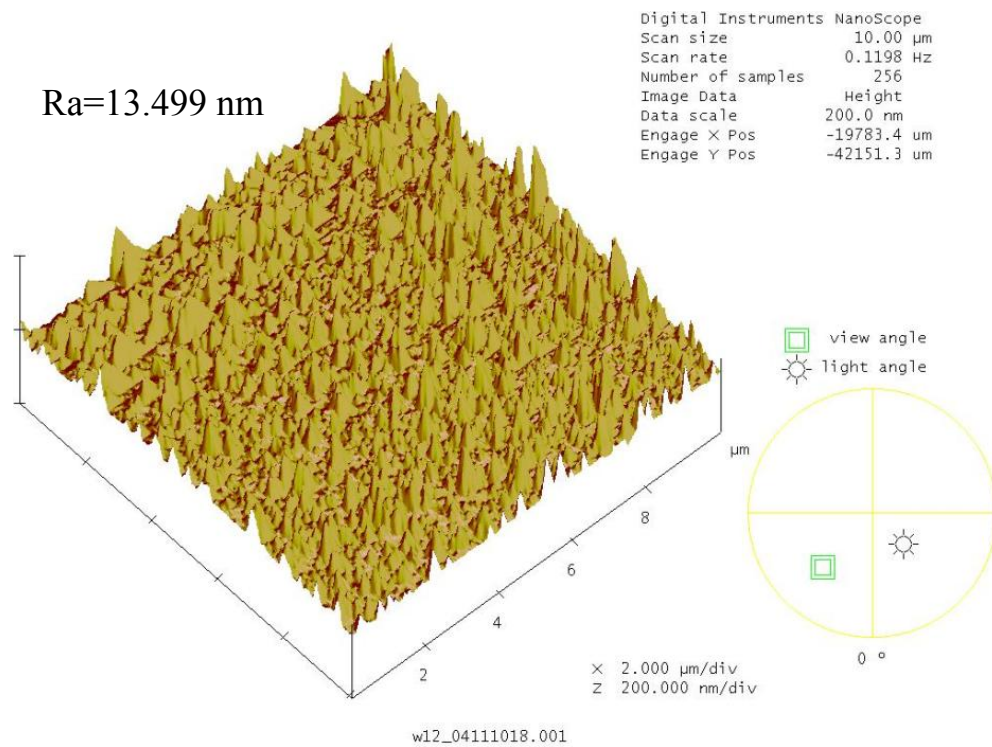


Fig.5-7 W12 試片粗糙度

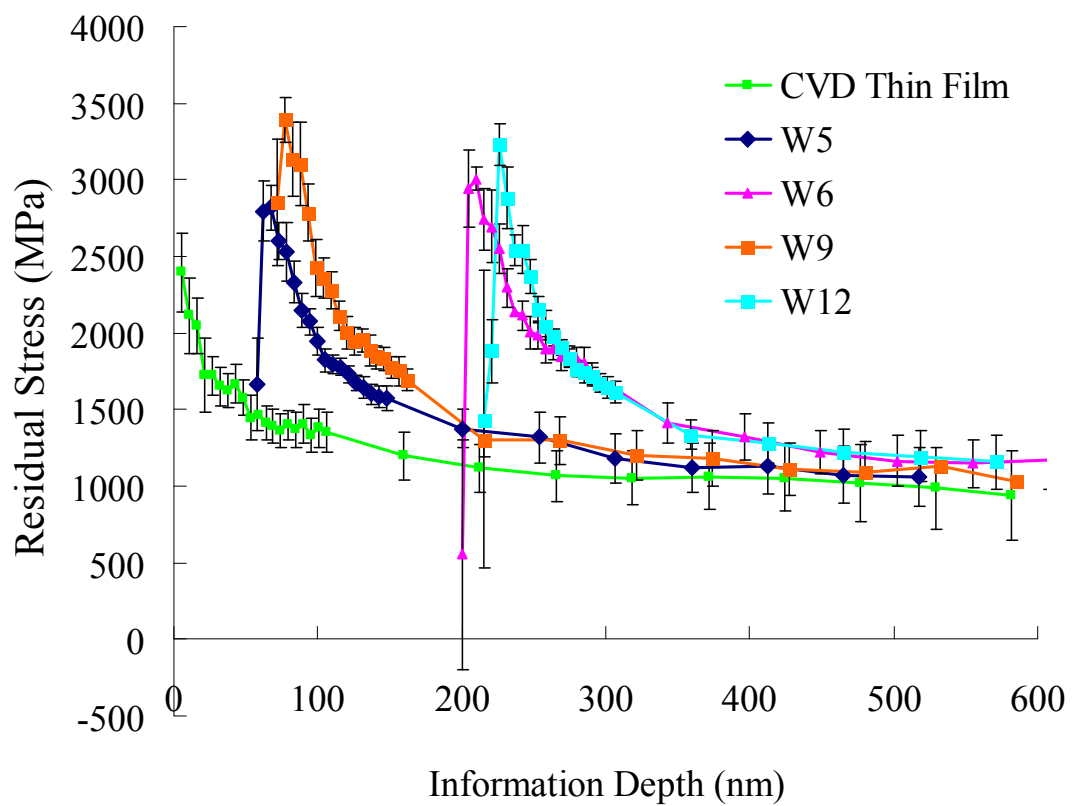


Fig.5-8 化學機械拋光殘留應力梯度分佈曲線圖

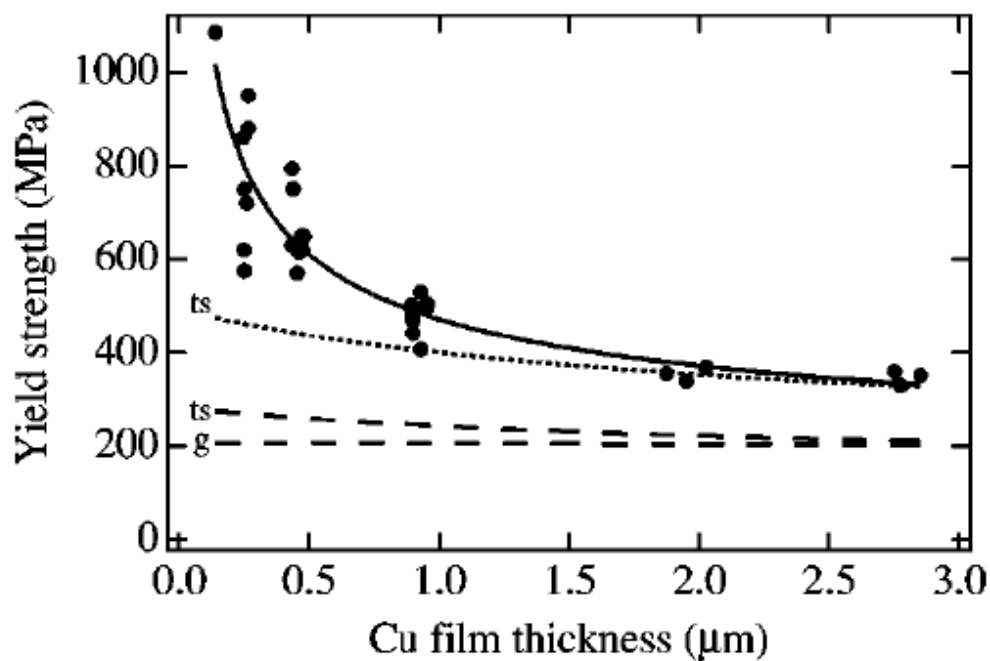


Fig.5-9 薄膜厚度變化與降伏強度的關係[36]

Tab.5-6 殘留應力梯度分佈 GIXRD 量測結果

Tungsten		Residual Stress (MPa)				
$\omega(^{\circ})$	Depth (nm)	CVD Film	W5	W6	W9	W12
0.1	5.3	2395.5	*	*	*	*
0.2	10.6	2115	*	*	*	*
0.3	16	2047.1	1664.8	554.5	2855.1	1436.2
0.4	21.3	1727.7	2794.7	2941.7	3392.5	1882.7
0.5	26.6	1722.8	2821.1	3004.6	3136	3233
0.6	31.9	1652.2	2597.6	2737.8	3103.3	2880.9
0.7	37.2	1624.9	2529.1	2695.7	2784.5	2540.6
0.8	42.5	1668.5	2332.7	2552.7	2428.4	2545.2
0.9	47.9	1578.1	2151.6	2296.9	2361.3	2373.1
1.0	53.2	1446.9	2073.6	2140.4	2277	2154

*表無明顯繞射波形

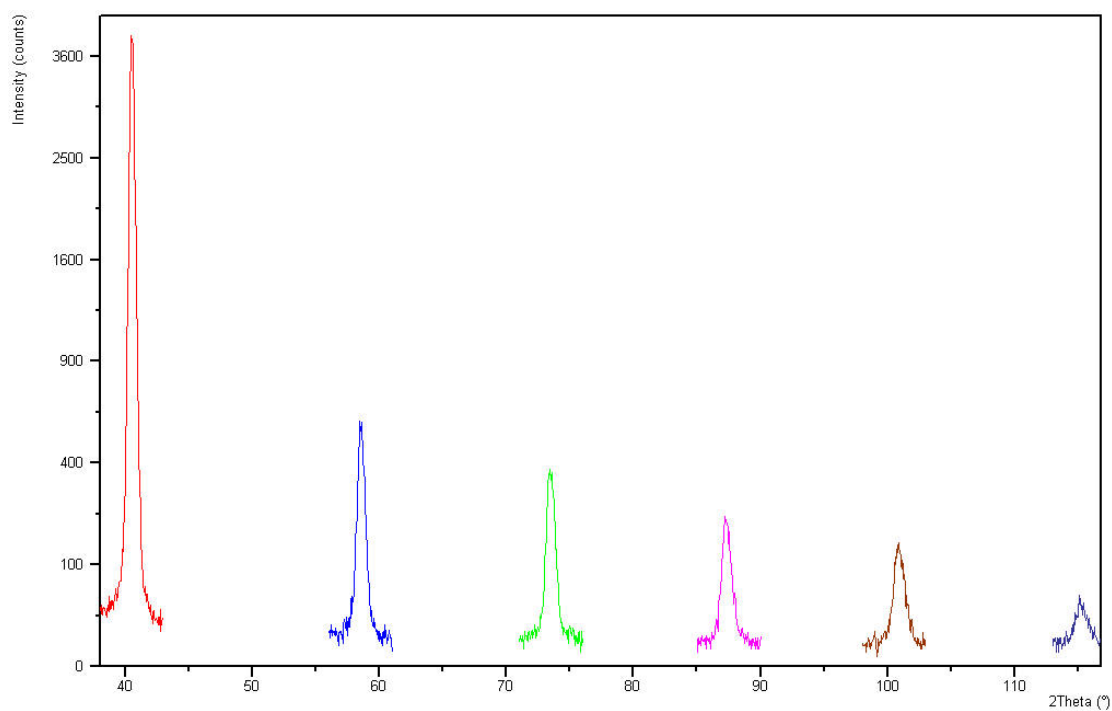


Fig.5-10 CVD 薄膜入射角度為 0.1° 繞射結果

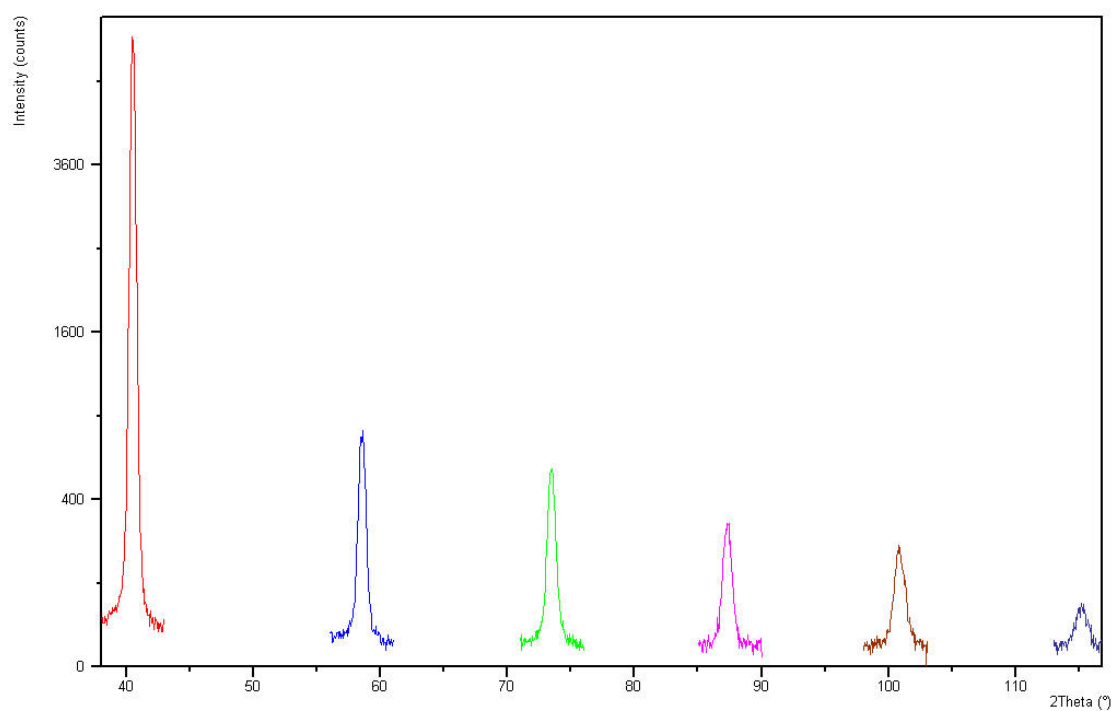


Fig.5-11 CVD 薄膜入射角度為 0.2° 繞射結果

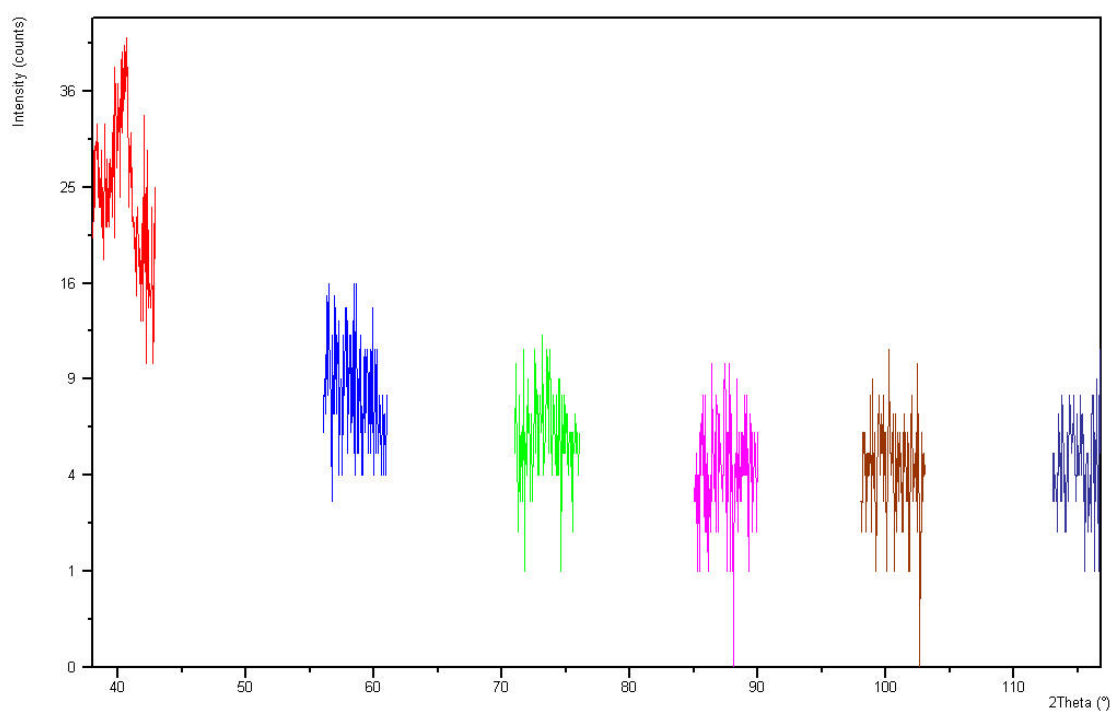


Fig.5-12 化學機械拋光後入射角度為 0.1° 繞射結果

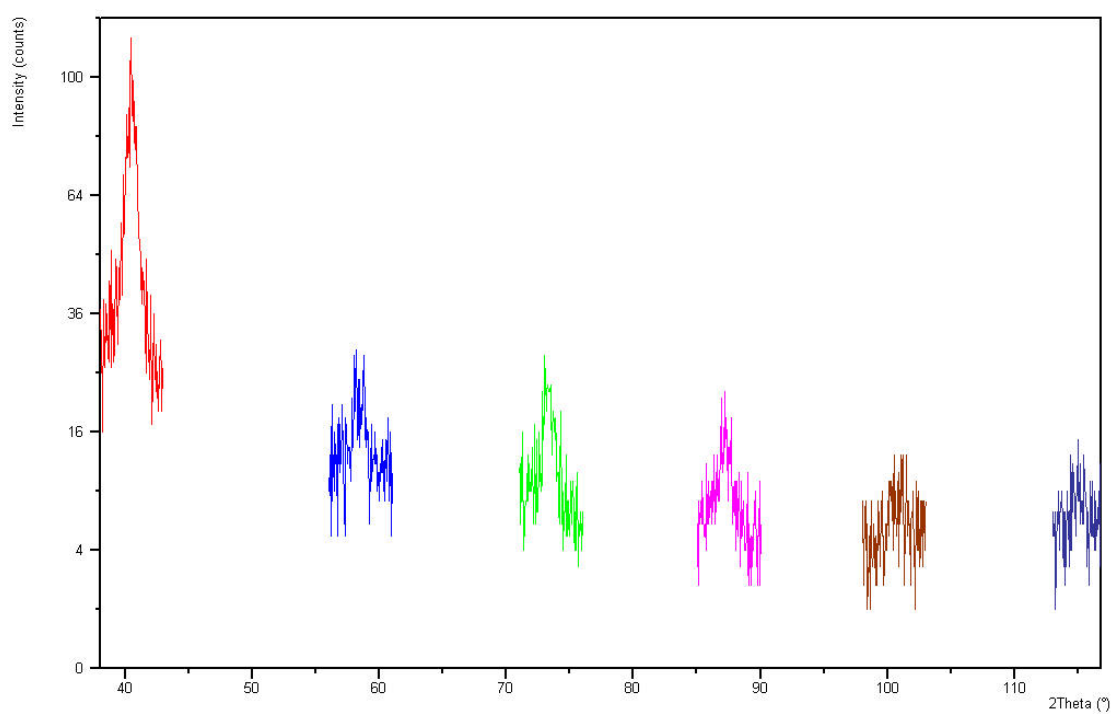


Fig.5-13 化學機械拋光後入射角度為 0.2° 繞射結果

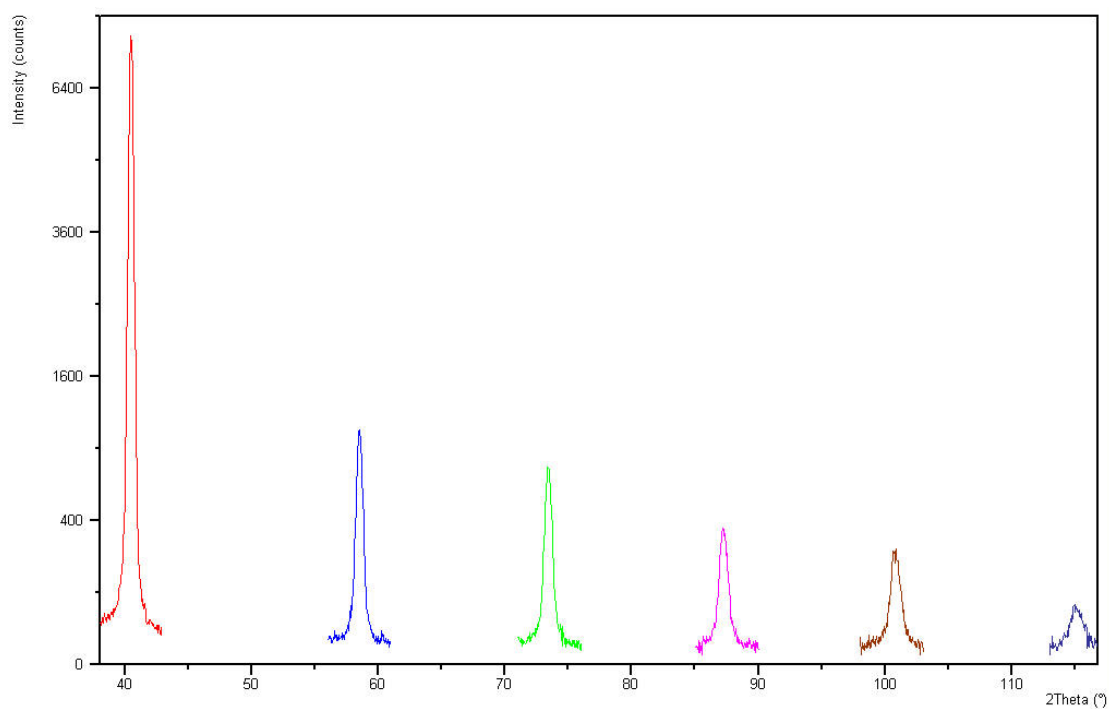


Fig.5-14 CVD 薄膜入射角度為 0.3° 繞射結果

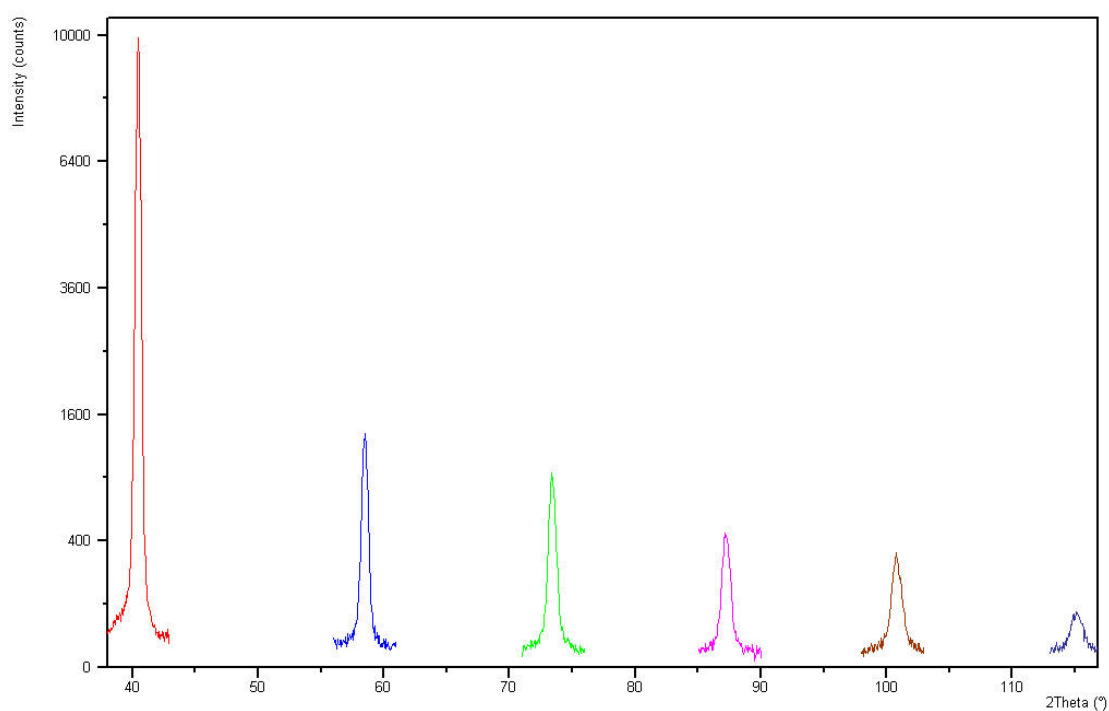


Fig.5-15 CVD 薄膜入射角度為 0.4° 繞射結果

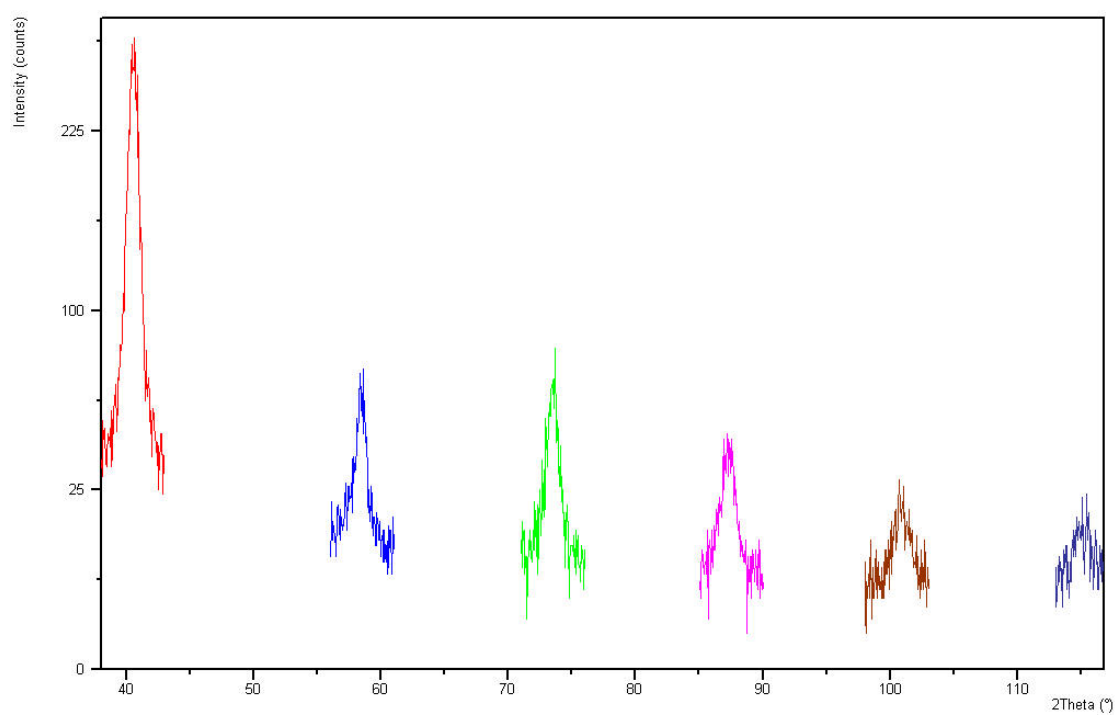


Fig.5-16 化學機械拋光後入射角度為 0.3° 繞射結果

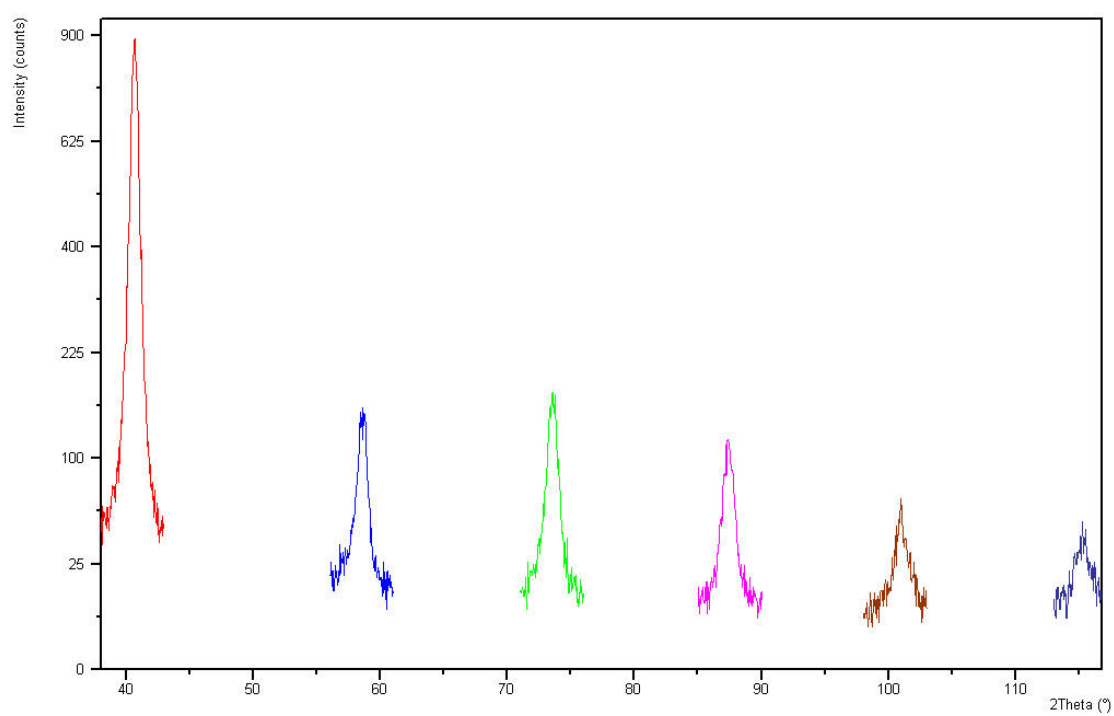


Fig.5-17 化學機械拋光後入射角度為 0.4° 繞射結果

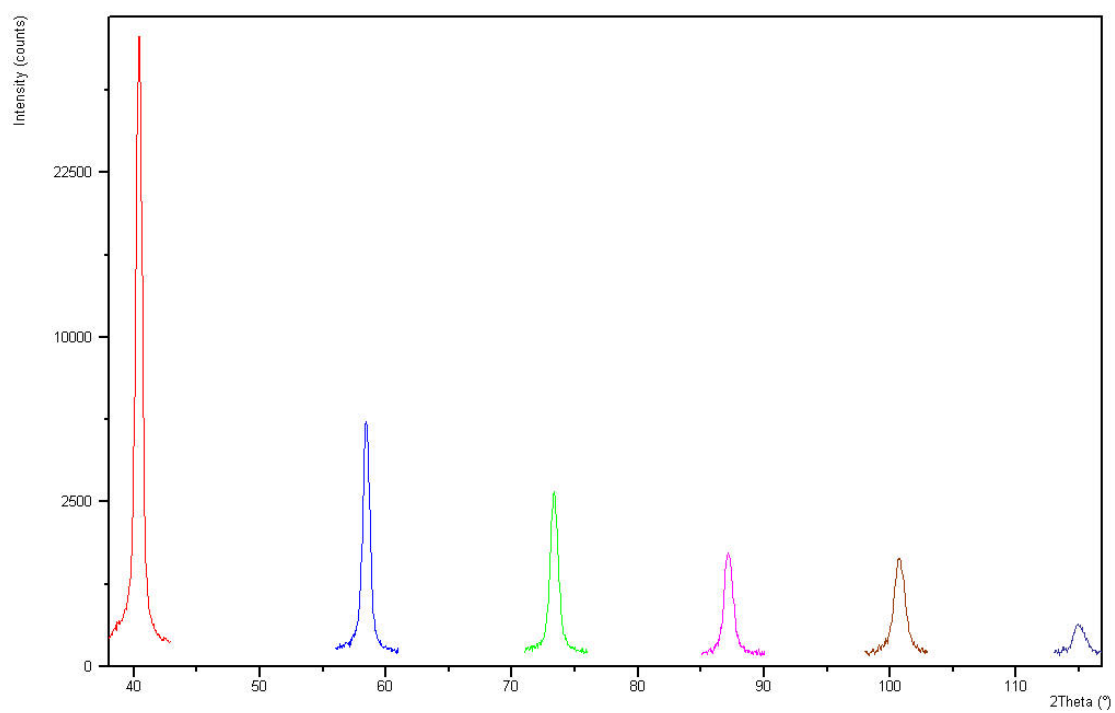


Fig.5-18 CVD 薄膜入射角度為 1° 繞射結果

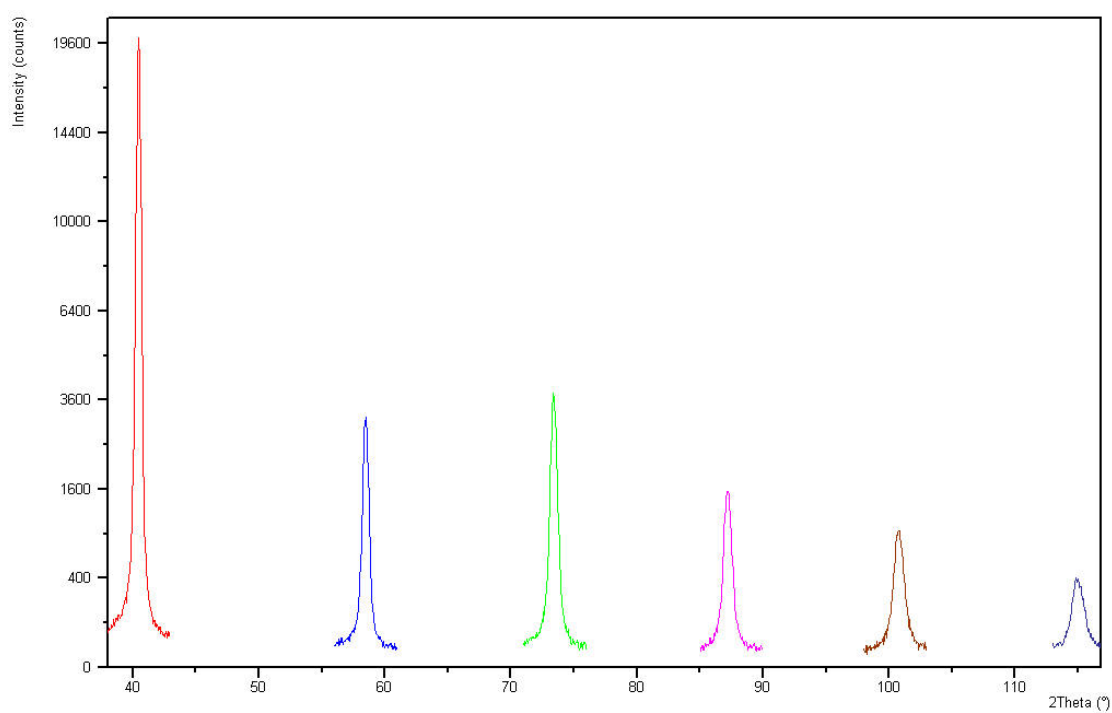


Fig.5-19 化學機械拋光後入射角度為 1° 繞射結果

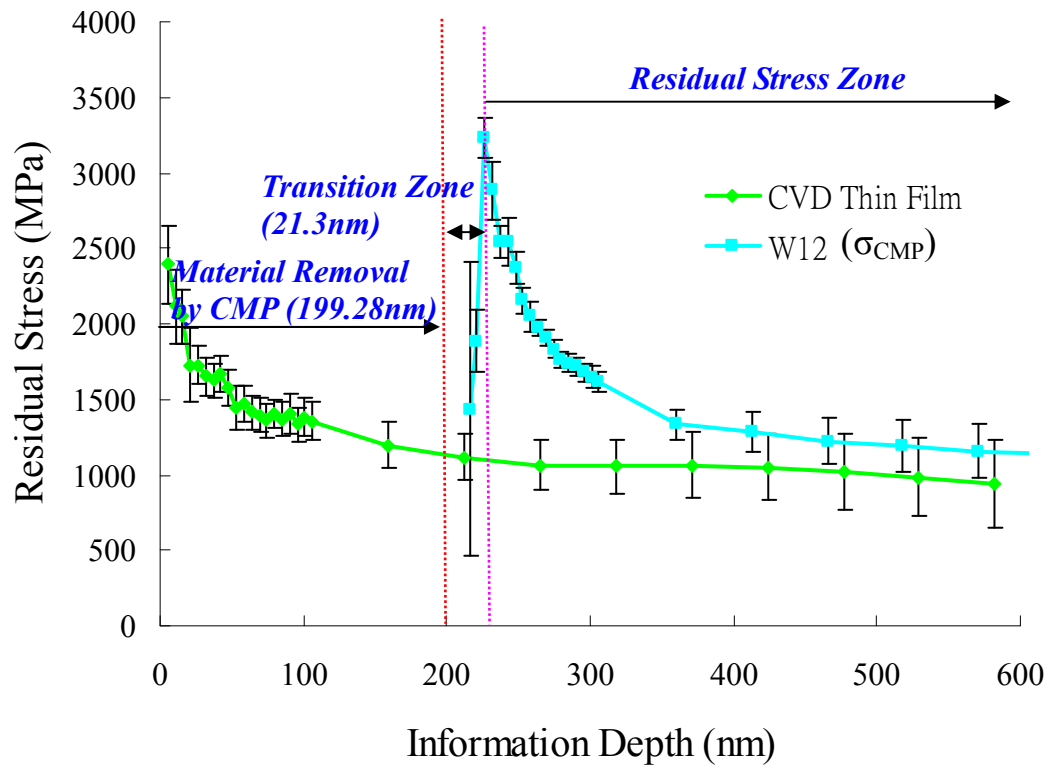


Fig.5-20 薄膜 CMP 變質層與殘留應力梯度分佈

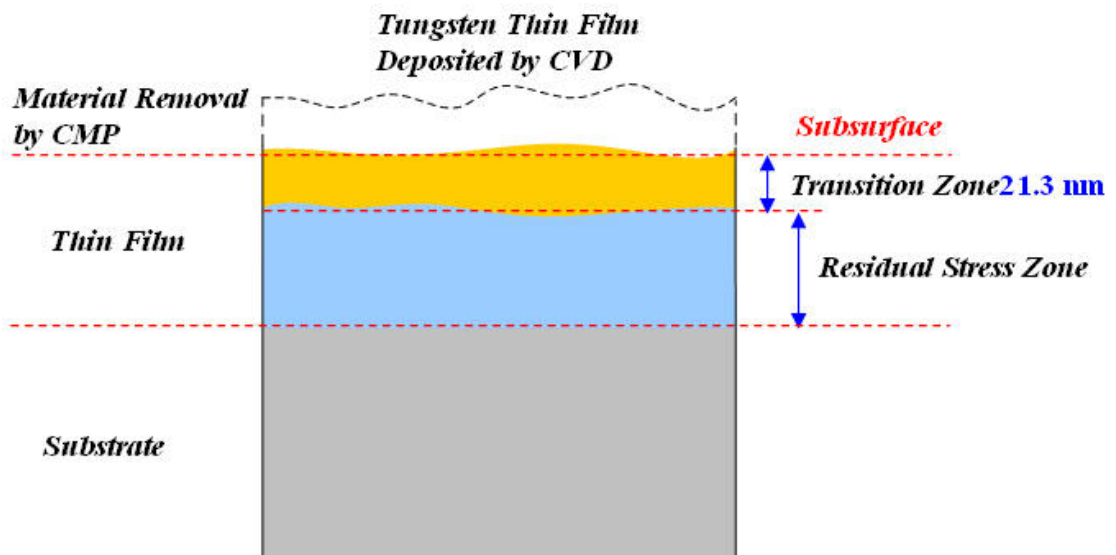


Fig.5-21 薄膜 CMP 變質層分佈示意圖

5.2 薄膜電化學拋光結果與討論

鎢薄膜試片編號 ECP 共計 1 片，以電化學拋光的方式對薄膜試片進行拋光，試片如 Fig.5-22 所示。以下對於 I-V 反應曲線結果、材料除結果、表面粗糙度、殘留應力梯度分佈及拋光後殘留應力的變化，以圖表的方式將結果表示並加以說明。

(1)反應曲線結果

掃描得到的動電位極化曲線如 Fig.5-23 所示，其中 AB 段是陽極過程的開始，為活化溶解階段，過了 B 點之後，隨著陽極電位的增加，陽極電流會突然下降，陽極溶解速度會減少，此現象為鈍化的現象，其中 BC 段稱為過渡鈍化區，CD 段稱為穩定鈍化區。過了 D 點之後，陽極溶解速度繼續加快，DE 段稱為超鈍化區。

由圖中可看出在平衡電位往上約 0.2 V 與 0.5 V 時分別可得到鈍化區與解離區。其中解離區就是電解拋光的工作區域即 CD 段。因此給加工件一個外加電壓 0.5V，使用定電壓掃描可得到移除電流的趨勢，如 Fig.5-24 所示。可以看出移除電流(紅色)很穩定的在移除材料，藉由估算材料的移除量改變電解加工時間，即可得到移除膜厚。

(2)材料移除結果

固定電壓和電流之下材料移除的結果隨著電解時間的增加而增加，經過 450sec 之後以四點探針依序量測薄膜表面不同位置厚度，試片的片電阻值、移除厚度及材料移除率，如 Tab.5-7 所示。

(3)表面粗糙度

材料是以離子的狀態去除，有別於化學機械拋光是透過磨粒顆粒

加工將材料移除。薄膜試片經電化學拋光之後，其拋光後的表面粗糙度值，經由 AFM 量測後 Ra 值為 13.91 nm，表面粗糙度分佈如 Fig.5-25 所示。

(4)殘留應力梯度分佈變化結果與討論

薄膜試片經過電化學拋光之後，薄膜材料移除厚度為 189.88 nm，次表面殘留應力梯度分佈曲線(σ_{ECP})量測結果如 Fig.5-26 所示，因為電化學拋光過程中屬於無應力的加工方式，不會對試片有外加應力，透過 GIXRD 不同的入射角度量測結果如 Tab.5-8 所示，其繞射波形掃描結果如 Fig.5-27、Fig.5-28、Fig.5-29、Fig.5-30 所示，次表面繞射波形明顯，表示晶格沒有扭曲變形，結構良好。由於薄膜電化學拋光時，因為電解過程中受到電化學作用，透過 GIXRD 量測殘留應力分佈結果，可檢測薄膜次表面變質層與量測殘留應力的分佈。

CVD 薄膜試片經過電化學拋光之後，次表面由於電解液與薄膜之間的電化學作用生成氧化物，變質層的分佈變化示意圖如 Fig.5-31 所示，變質層分佈區(Transition Zone)約 16 nm，深度超過 16 nm 為殘留應力區(Residual Stress Zone)。

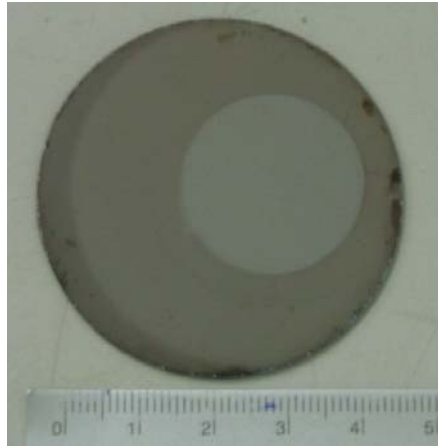


Fig.5-22 薄膜電化學拋光後試片圖(ECP)

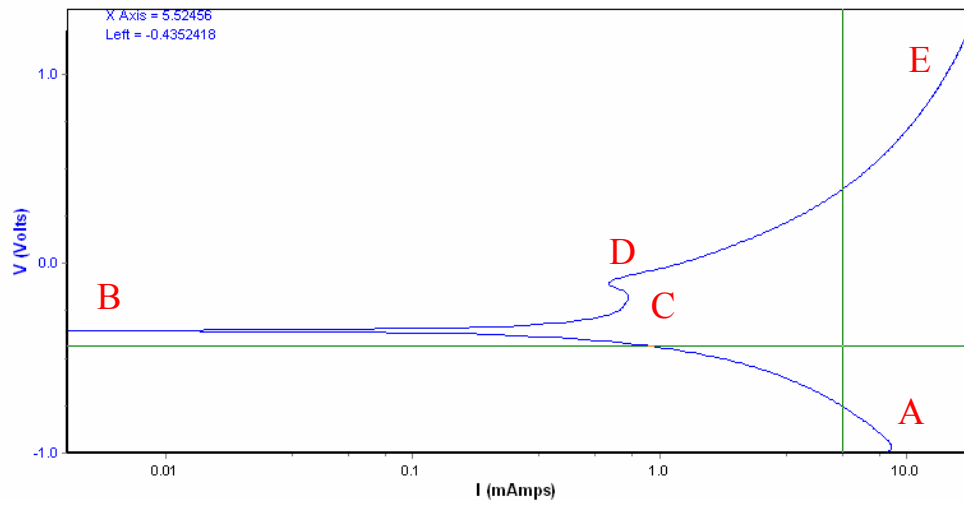


Fig.5-23 動電位極化曲線

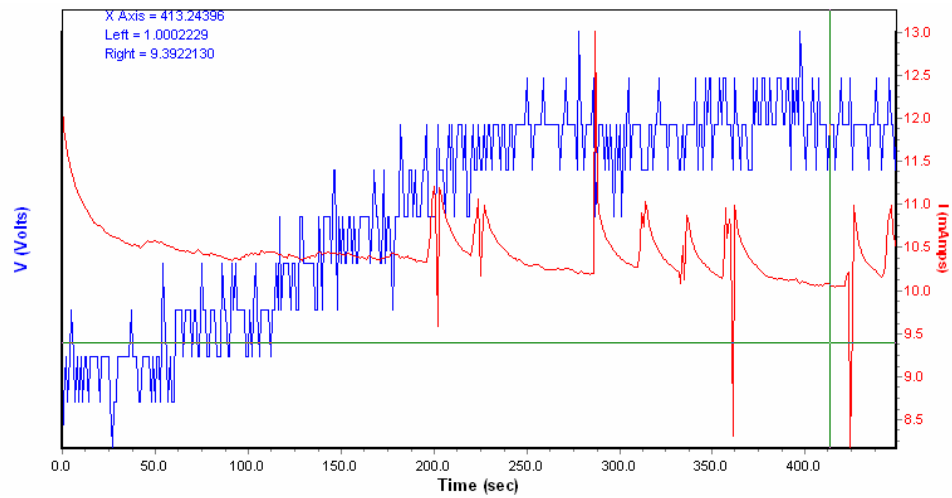


Fig.5-24 定電壓特性曲線

Tab.5-7 材料移除結果

Thickness before EP					
No	1	2	3	4	5
R(mΩ)	10.7	11.7	11.7	11.2	12.2
Thickness (nm)	633.71	579.54	579.54	605.42	555.79
Average (nm)	590.80				
Thickness after EP					
No	1	2	3	4	5
R(mΩ)	16.5	16.6	17	17	17.5
Thickness (nm)	410.95	408.47	398.86	398.86	387.47
Average (nm)	400.92				

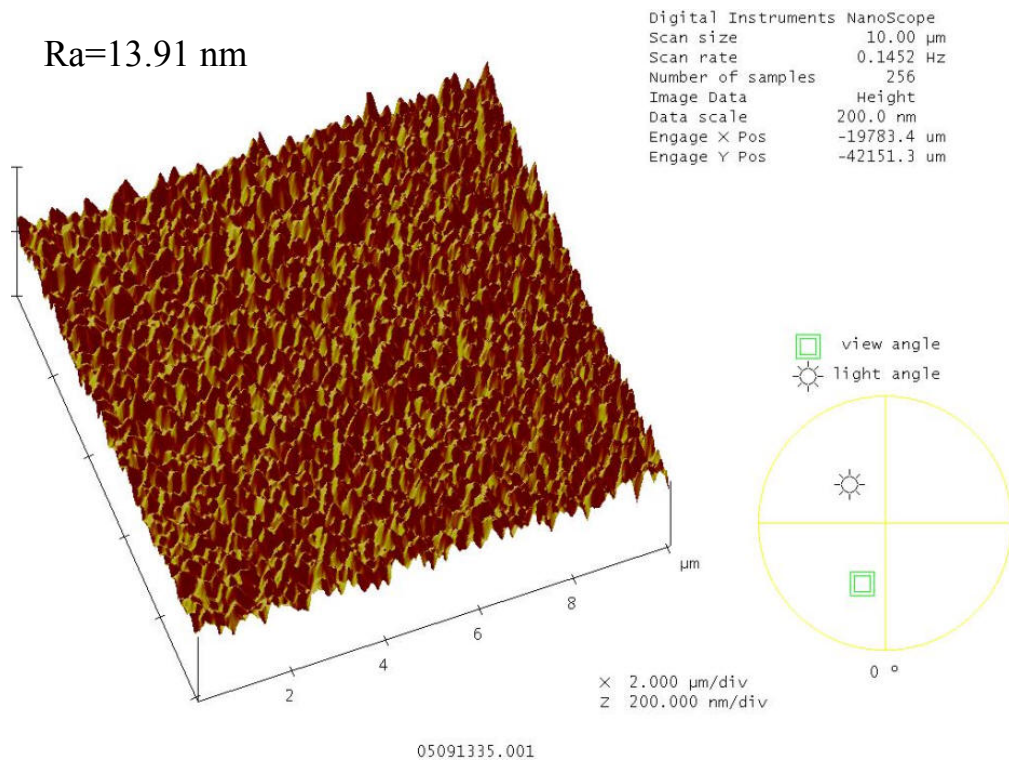


Fig.5-25 電化學拋光後表面粗糙度

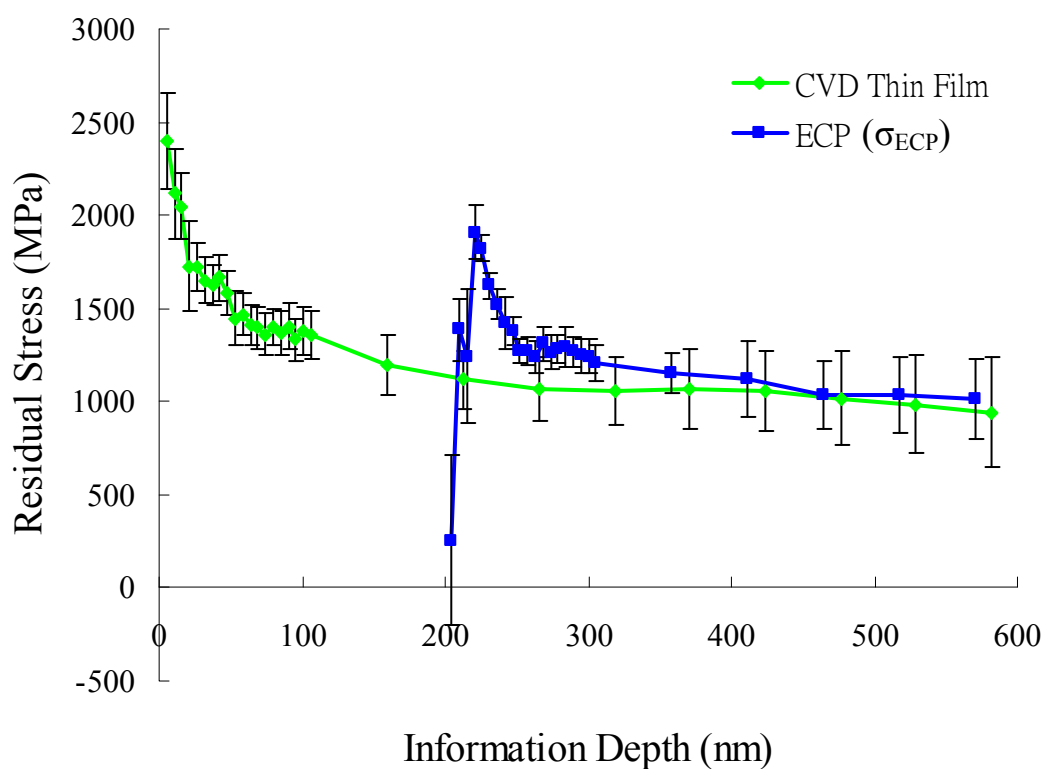


Fig.5-26 電化學拋光殘留應力梯度分佈曲線圖

Tab.5-8 殘留應力梯度分佈 GIXRD 量測結果

Tungsten		Residual Stress (MPa)	
$\omega(^{\circ})$	Depth (nm)	CVD Film	ECP
0.1	5.3	2395.5	256.5
0.2	10.6	2115	1386.1
0.3	16	2047.1	1243.9
0.4	21.3	1727.7	1909.2
0.5	26.6	1722.8	1822.8
0.6	31.9	1652.2	1621.6
0.7	37.2	1624.9	1521.4
0.8	42.5	1668.5	1418.3
0.9	47.9	1578.1	1378.9
1.0	53.2	1446.9	1267.4

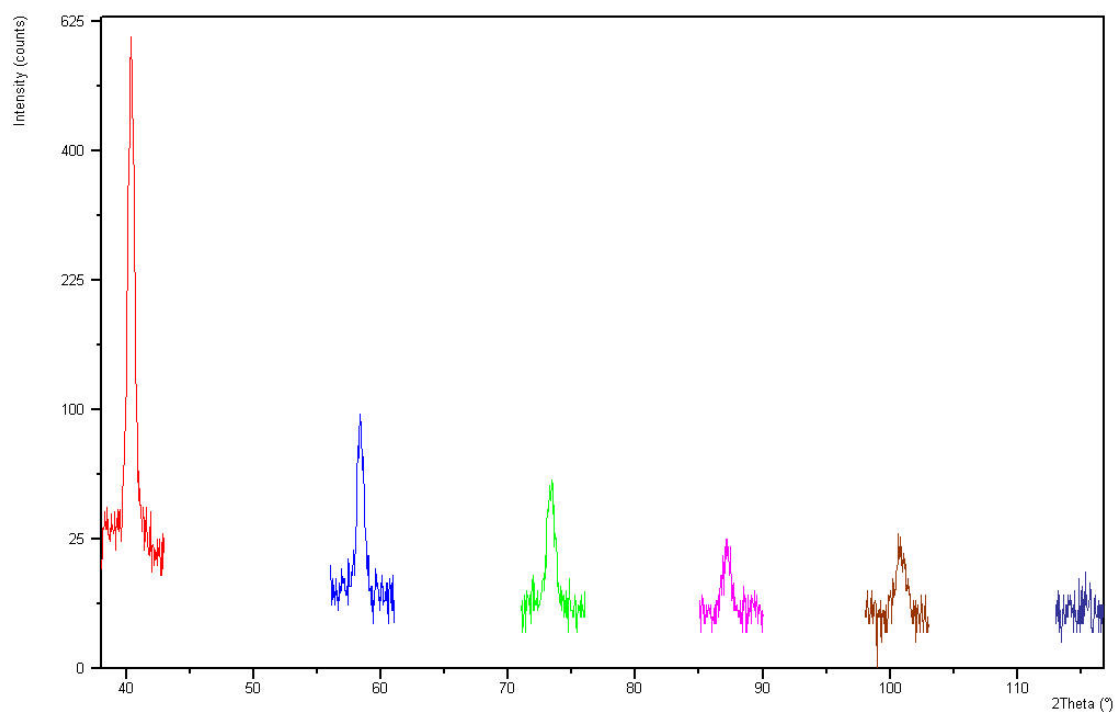


Fig.5-27 電化學拋光後入射角度為 0.1° 繞射結果

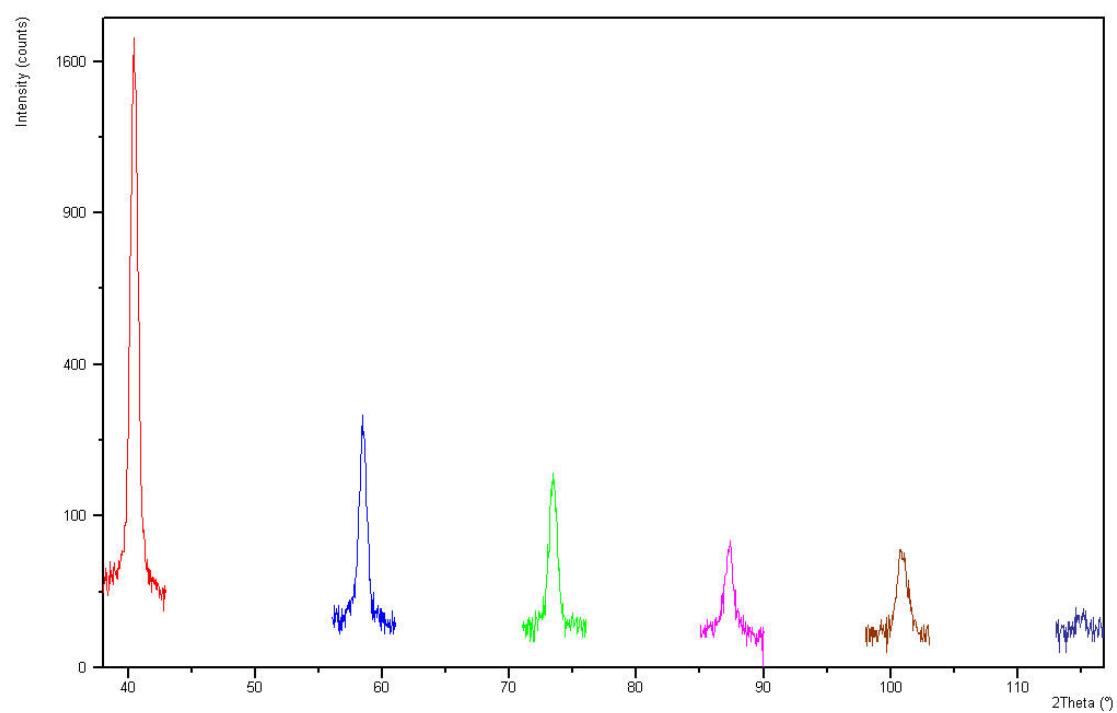


Fig.5-28 電化學拋光後入射角度為 0.2° 繞射結果

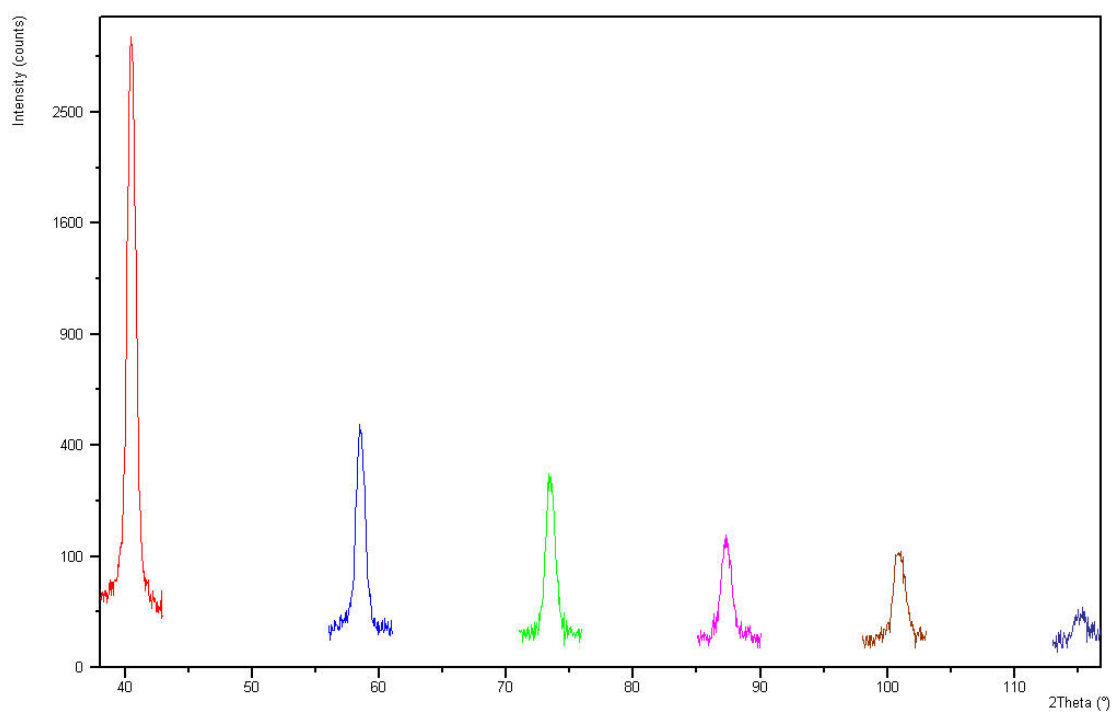


Fig.5-29 電化學拋光後入射角度為 0.3°繞射結果

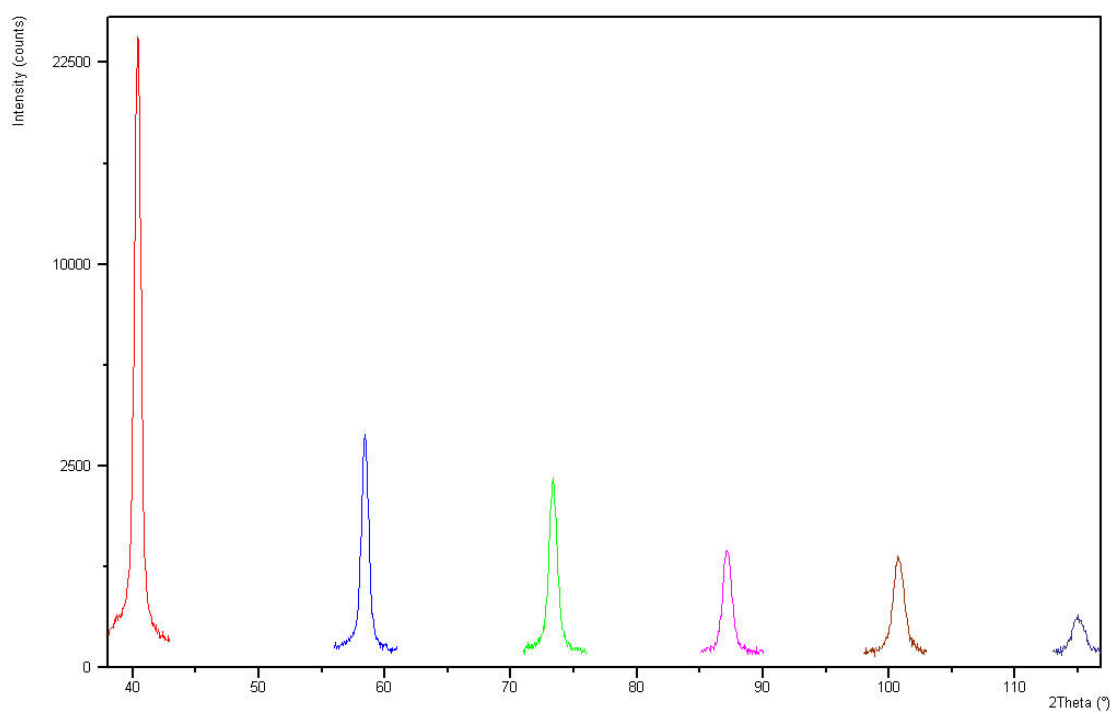


Fig.5-30 電化學拋光後入射角度為 1°繞射結果

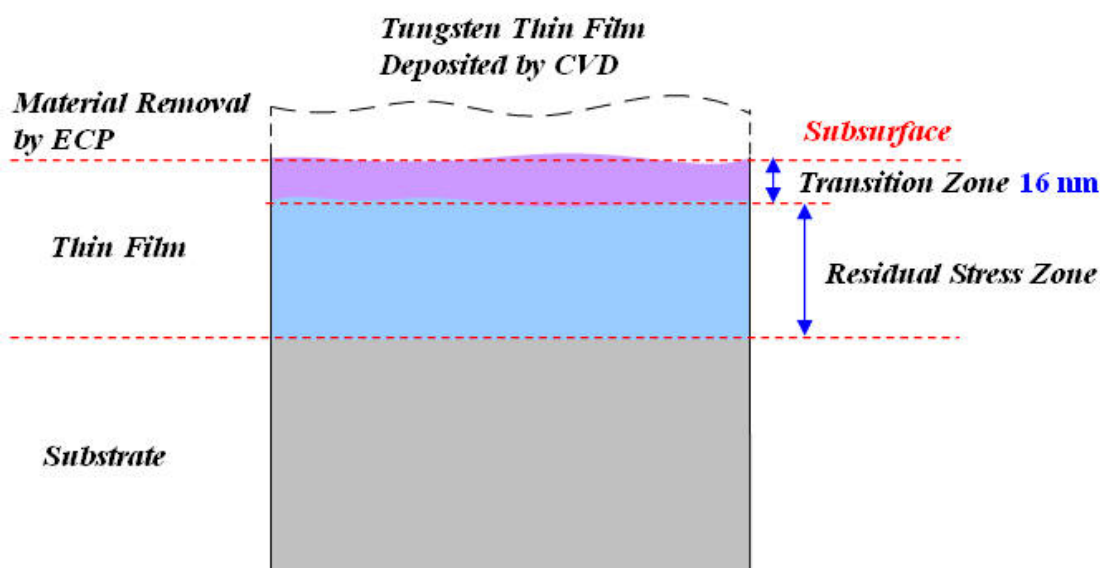


Fig.5-31 薄膜 ECP 變質層示意圖

5.3 化學機械拋光對薄膜殘留應力的影響之討論

透過 GIXRD 量測化學機械拋光之後的薄膜 CMP 殘留應力(σ_{CMP})分佈曲線，電化學拋光之後薄膜 ECP 殘留應力分佈曲線(σ_{ECP})並且做為薄膜參考殘留應力(σ_{REF})，比較分析兩種不同拋光方式殘留應力的變化($\Delta\sigma_{RS}=\sigma_{CMP}-\sigma_{REF}$)，可以得到薄膜 CMP 殘留應力(σ_{PV})如 Eq.1-5 所示。

(1)厚度移除其 SEM 圖結果

為了確認兩種不同拋光方式得到相同材料移除厚度($t_c=t_e$)如 Fig.1-5 所示，取化學機械拋光後的薄膜試片(W12, $t_c=199.28$ nm)和電化學拋光後的薄膜試片(ECP, $t_e=189.88$ nm)的橫切斷面進行 SEM 拍攝。CVD 薄膜試片 SEM 拍攝結果如 Fig.5-32 所示，化學機械拋光及電化學拋光其 SEM 拍攝結果如 Fig.5-33、Fig.5-34 所示，並將三者橫切斷面進行比對觀察材料移除結果如 Fig.5-35 所示，結果顯示試片 W12 和試片 ECP 具有相同的材料移除厚度。

(2)化學機械拋光對薄膜殘留應力的影響分析討論

因為薄膜 CMP 移除厚度與薄膜 ECP 移除厚度相同($t_c=t_e$) 如 Eq.1-4 所示，所以薄膜 CMP 厚度移除厚度殘留應力和薄膜 ECP 厚度移除厚度殘留應力可視為相等($\sigma_{tc}=\sigma_{te}$)如 Eq.1-4 和 Fig.1-5 所示。薄膜 CMP 殘留應力(σ_{CMP})分佈曲線與薄膜 ECP 後之薄膜參考殘留應力分佈曲線(σ_{ECP})如 Fig.5-36 所示。因為電化學拋光屬於無應力的加工方式，以離子的狀態對薄膜試片進行解離的動作，材料移除過程中並未對薄膜施加外力應力而且在常溫狀態下加工，屬於無應力的材料移除方式，因此 σ_{ECP} 曲線包含薄膜 CVD 殘留應力(σ_f)與薄膜 ECP 移除厚度殘應力(σ_{te})。化學機械拋光，磨料顆粒受到下壓力(Down Pressure, P)與拋光墊之間相對轉速(Relative Velocity, V)的作用，材料移除同時 σ_{CMP} 曲線包含薄膜 CVD 殘留應力(σ_f)、薄膜 CMP 製程參數殘留應力(σ_{pv})與薄膜 ECP 移除厚度殘應力(σ_{te})。比較 σ_{REF} 曲線與 σ_{CMP} 曲線分佈的差異，結果得到薄膜 CMP 製程參數殘留應力($\Delta\sigma_{RS}=\sigma_{CMP}-\sigma_{REF}=\sigma_{PV}$)如 Eq.1-4 所示。

由薄膜 CMP 製程參數殘留應力曲線(σ_{PV})得知化學機械拋光製程會對薄膜殘留應力產生影響。影響的結果包含化學機械拋光過程中拋光液與薄膜的化學生成物，磨料顆粒因為受到下壓力和相對轉速的作用，對薄膜產生刮損，造成薄膜次表面破壞，深度超過 21.3 nm，殘留應力的分佈因為受到下壓力和相對轉速的作用而增加。

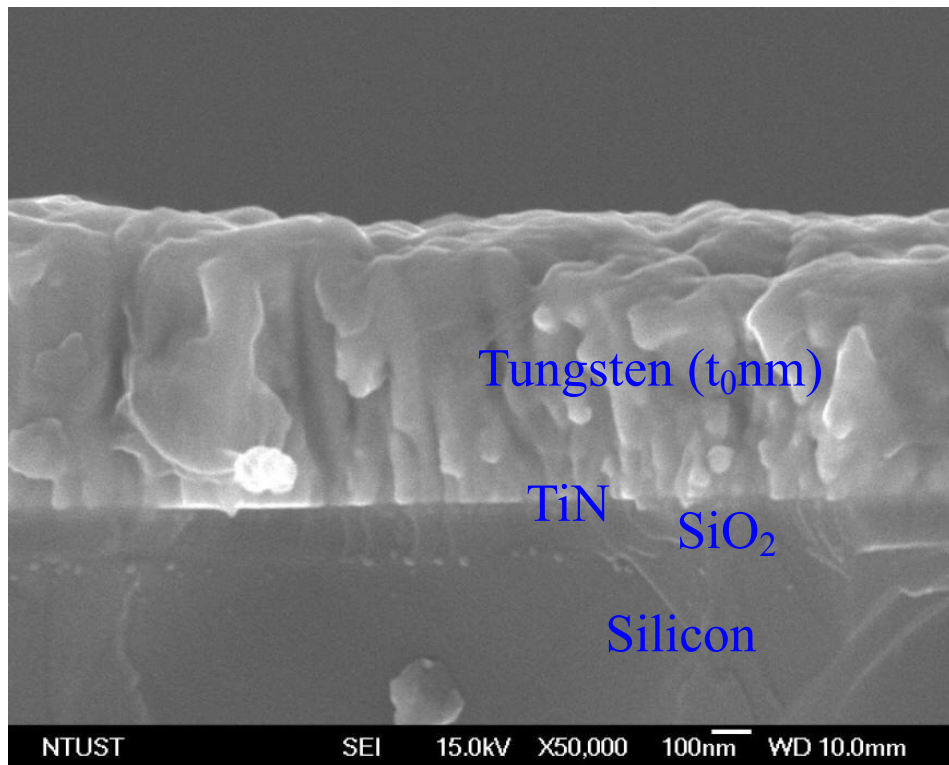


Fig.5-32 CVD 薄膜試片 SEM 橫切面圖

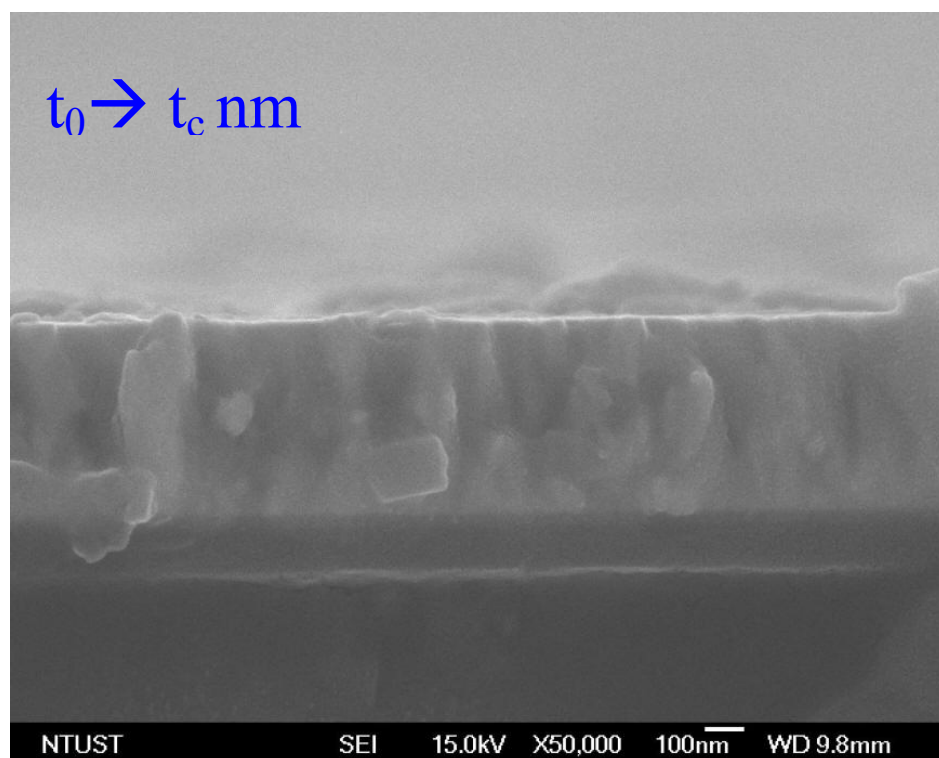


Fig.5-33 化學機械拋光後 SEM 橫切面圖

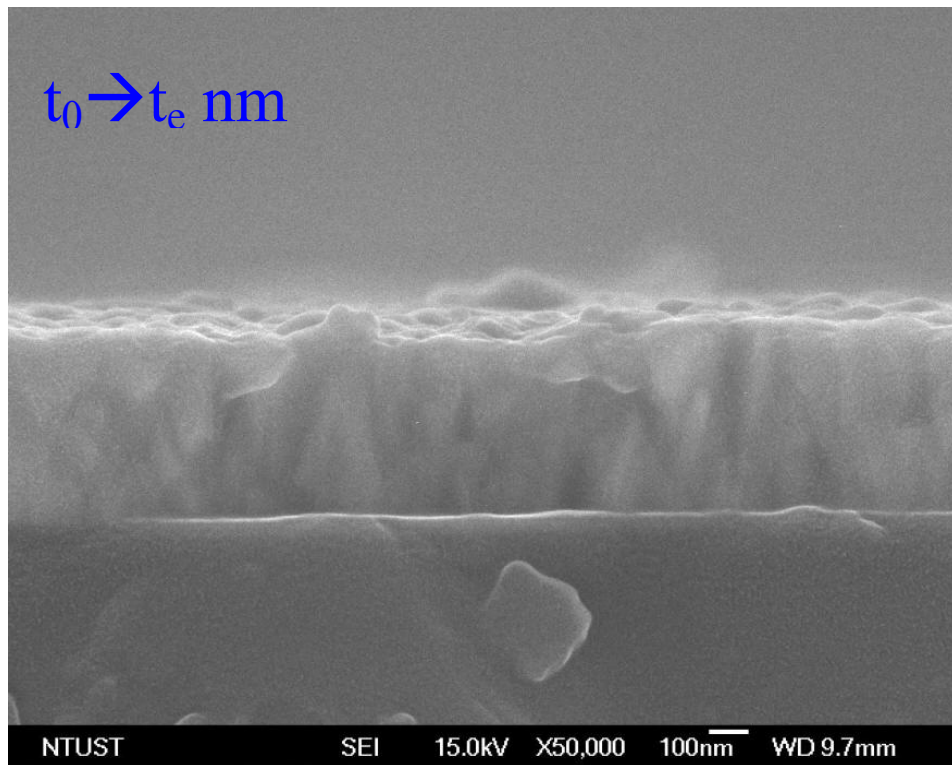


Fig.5-34 電化學拋光後 SEM 橫切面圖

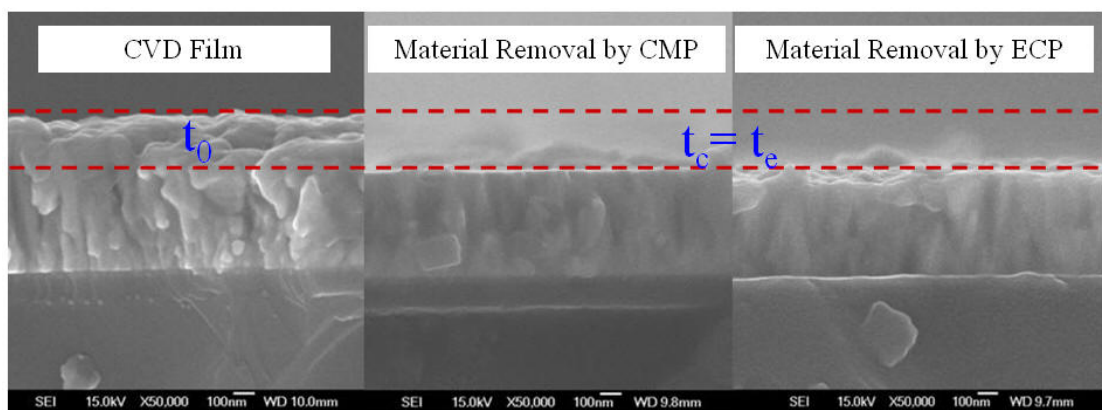


Fig.5-35 CVD 薄膜、化學機械拋光與電化學拋光後橫切面比較

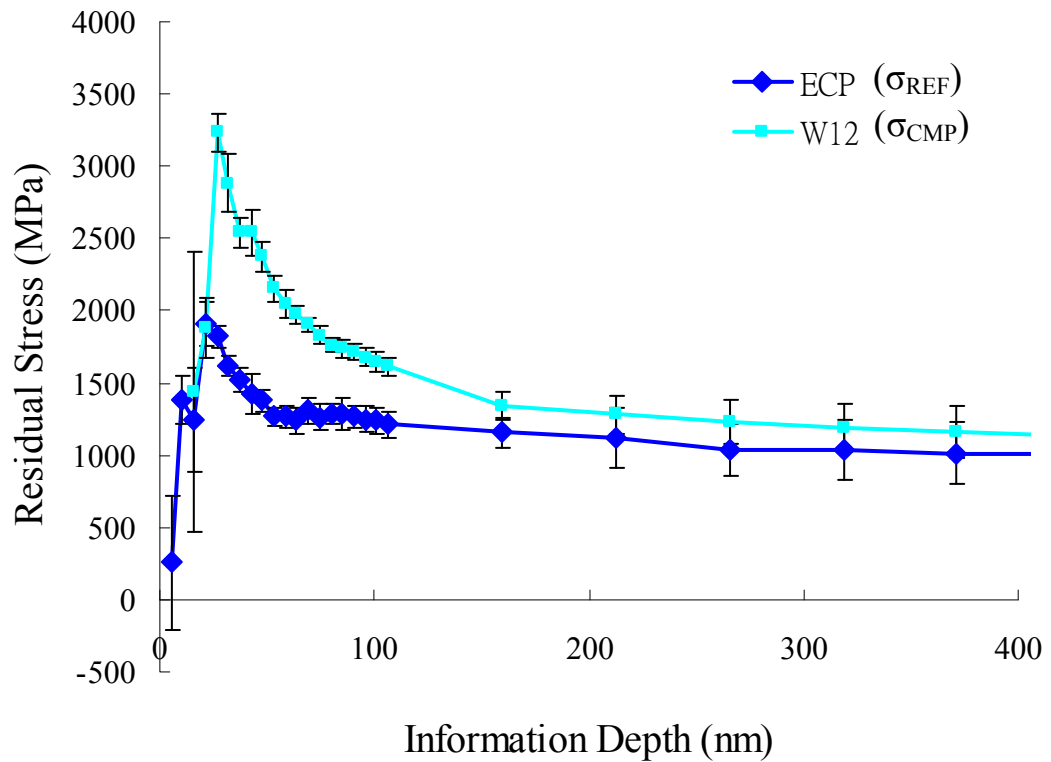


Fig.5-36 化學機械拋光與電化學拋光殘留應力梯度分佈

5.4 實驗迴歸分析結果

薄膜表面因化學機械拋光之後產生的變質層，同時 X-Ray 也會受到粗糙度的影響，影響繞射波的訊號，為了觀察拋光對薄膜殘留應力的影響，取入射角度為 1° 時，穿透深度大約在次表面 53.2nm 位置進行分析。

薄膜 CMP 殘留應力的變化 ($\Delta\sigma_{RS} = \sigma_{CMP} - \sigma_{REF}$)， σ_{CMP} 與 σ_{REF} 的量測結果如 Tab.5-9、Tab.5-10 所示。

(1) 計算因子對實驗結果之影響度

利用式 Eq.(4-1)、Eq.(4-2) 及 Eq.(4-3) 計算因子的影響度如下：

$$X_1 = \frac{(761.74 + 943.54)}{2} - \frac{(438.81 + 904.1)}{2} = 181.19$$

$$X_2 = \frac{(904.1 + 943.54)}{2} - \frac{(438.81 + 761.74)}{2} = 323.55$$

$$X_1 X_2 = \frac{(438.81 + 943.54)}{2} - \frac{(761.74 + 904.1)}{2} = -141.75$$

(2) 迴歸方程式係數

利用式 Eq.(4-7) 計算迴歸方程式的係數如下：

$$\begin{bmatrix} \beta_0 \\ \beta_1 \\ \beta_2 \\ \beta_{12} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 1 & -1 & -1 & 1 \\ 1 & -1 & 1 & -1 \\ 1 & 1 & -1 & -1 \\ 1 & 1 & 1 & 1 \end{bmatrix}^{-1} \begin{bmatrix} 438.81 \\ 761.74 \\ 904.1 \\ 943.54 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 762.05 \\ 90.59 \\ 161.77 \\ -70.87 \end{bmatrix}$$

(3) 殘值誤差與殘值之計算

利用式 Eq.(4-8) 計算迴歸方程式的殘值誤差如下：

$$\begin{bmatrix} \varepsilon_{11} \\ \varepsilon_{12} \\ \varepsilon_{13} \\ \varepsilon_{21} \\ \varepsilon_{22} \\ \varepsilon_{23} \\ \varepsilon_{31} \\ \varepsilon_{32} \\ \varepsilon_{33} \\ \varepsilon_{41} \\ \varepsilon_{42} \\ \varepsilon_{43} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 386.74 \\ 450.34 \\ 479.34 \\ 780.32 \\ 770.19 \\ 734.72 \\ 898.48 \\ 953.54 \\ 860.28 \\ 977.17 \\ 957.06 \\ 896.38 \end{bmatrix} - \begin{bmatrix} 1 & -1 & -1 & 1 \\ 1 & -1 & -1 & 1 \\ 1 & -1 & -1 & 1 \\ 1 & 1 & -1 & -1 \\ 1 & 1 & -1 & -1 \\ 1 & 1 & -1 & -1 \\ 1 & -1 & 1 & -1 \\ 1 & -1 & 1 & -1 \\ 1 & -1 & 1 & -1 \\ 1 & 1 & 1 & 1 \\ 1 & 1 & 1 & 1 \\ 1 & 1 & 1 & 1 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} 762.05 \\ 90.59 \\ 161.77 \\ -70.87 \end{bmatrix}$$

$$\begin{aligned}\varepsilon &= \varepsilon_{11}^2 + \varepsilon_{12}^2 + \varepsilon_{13}^2 + \varepsilon_{21}^2 + \varepsilon_{22}^2 + \varepsilon_{23}^2 \\ &+ \varepsilon_{31}^2 + \varepsilon_{32}^2 + \varepsilon_{33}^2 + \varepsilon_{41}^2 + \varepsilon_{42}^2 + \varepsilon_{43}^2 = 20481.4\end{aligned}$$

對於實驗之量測結果，其分佈必須是隨機(Random)，因為統計學中強調隨機抽樣，如此才能保有母體特性。所以殘值誤差之分佈必須為隨機分佈(Random Distribution)，如此才能確定性能指標(Performance Index)隨機分佈。由 Fig.5-37 得知殘值誤差的分佈為隨機分佈。

薄膜拋光殘留應力之迴歸方程式：

$$y_{RS} = 762.05 + 90.59P + 161.77V - 70.87PV + \varepsilon. \quad (5-1)$$

此方程式之反應曲面如 Fig.5-38 所示。

(4)變異數分析

由變異數分析的試算表，將數值代入計算，結果如 Tab.5-11 所示，取信心指數為 95%時，下壓力、相對轉速及交互作用影響皆會影響殘留應力的變化。

(5)驗證實驗結果

驗證實驗的設計為內插一組實驗參數(0.15 kg/cm²、30 rpm)。

(a)將其代入殘留應力變化的迴歸方程式可得預測值為：

$$y_{RS} = 762.05 + 90.59 \times (0) + 161.77 \times (0) - 70.87 \times (0) = 762.05 \text{ MPa}$$

(b)驗證實驗量測結果如 Tab.5-12 所示，其實驗值為 915.92 MPa 預測誤差值為 16.8 %。

(6)迴歸方程式結果討論

由迴歸分析之後，薄膜 CMP 殘留應力的變化($\Delta\sigma_{RS}$)，不同拋光參數設定之下由實驗之量測結果，其殘差值分佈為隨機，取信心指數為 95%時，得知下壓力、相對轉速及交互作用影響皆會影響殘留應力的變化，預測值為 762.05MPa，由實驗的驗證結果，其實驗值為 915.92MPa，預測誤差值為 16.8%本實驗的迴歸方程式可當作化學機械拋光時殘留應力量測的預測式。

Tab.5-9 殘留應力量測結果

	(MPa)			
	σ_{REF} M0	M1	σ_{CMP} M2	M3
W5	1462	1848.74	1912.34	1941.34
W9	1462	2242.32	2232.19	2196.72
W6	1317.7	2216.18	2271.24	2177.98
W12	1317.7	2294.87	2274.76	2214.08

Tab.5-10 拋光後殘留應力量測值變化結果

	(MPa)						
	P	V	PV	$\Delta\sigma_{RS1}$	$\Delta\sigma_{RS2}$	$\Delta\sigma_{RS3}$	$\Delta\sigma_{RSavg}$
W5	-1	-1	1	386.74	450.34	479.34	438.81
W9	1	-1	-1	780.32	770.19	734.72	761.74
W6	-1	1	-1	898.48	953.54	860.28	904.1
W12	1	1	1	977.17	957.06	896.38	943.54

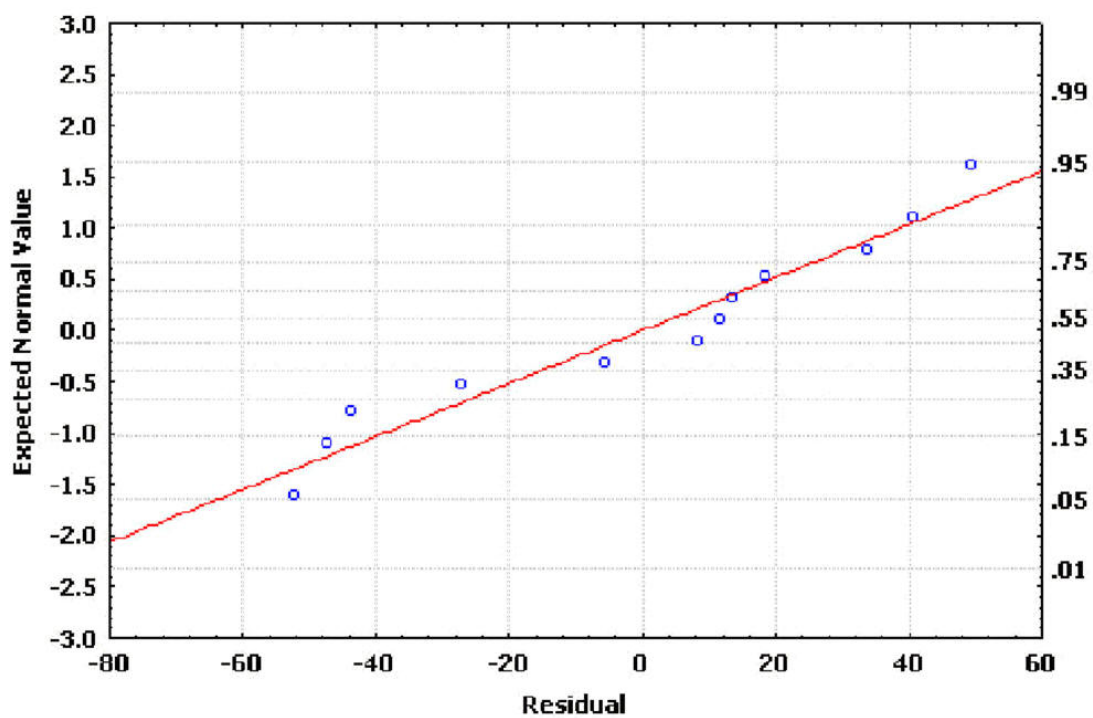


Fig.5-37 殘差值分佈圖

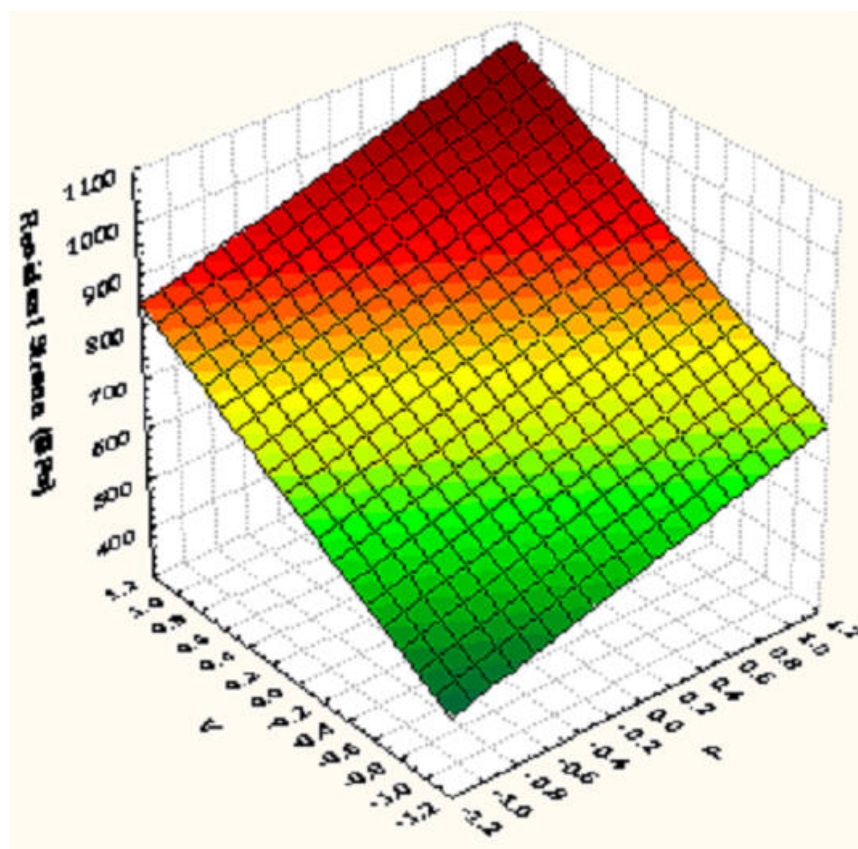


Fig.5-38 反應曲面圖

Tab.5-11 變異數分析結果

Source	SS	DOF	MS	F	F _{crit}
mean	6968596.71	1	6968596.71	2721.92	5.32
P	98484.01	1	98484.01	38.47	
V	314044.10	1	314044.10	122.67	
PV	60274.94	1	60274.94	23.54	
ϵ	20481.40	8	2560.18		
total	3048.19	12			

Tab.5-12 驗證實驗量測結果

	σ_{REF}	σ_{CMP}	
	M0	M1	M2
σ_{RS}	1317.7	2251.57	2215.67
$\sigma_{\Delta\text{RS}}$		915.92	

5.5 結果與討論總結

- (1)當拋光時間超過 60 秒曲線漸趨平緩，因此拋光時間對殘留應力的影響有限。
- (2)薄膜 CMP 殘留應力(σ_{CMP})量測結果，殘留應力為張應力的狀態，隨著深度的增加而遞減，且 σ_{CMP} 曲線分佈大於薄膜 CVD 殘留應力曲線分佈(σ_{f})。
- (3)薄膜 CMP 次表面變質層檢測結果，次表面由於拋光液與薄膜之間的化學作用生成氧化物，同時薄膜受到磨料顆粒刮損的影響產生次表面破壞(Subsurface Damage)，變質層分佈區(Transition Zone)約 21.3nm，深度超過 21.3nm 為殘留應力區(Residual Stress Zone)。

- (4) 薄膜 ECP 殘留應力(σ_{ECP})量測結果，殘留應力為張應力的狀態，而且隨著深度的增加而遞減， σ_{ECP} 曲線分佈接近 σ_f 。
- (5) 薄膜 ECP 次表面變化層檢測結果，次表面因為電解過程中受到電化學作用，電解液與薄膜之間生成氧化物，變質層分佈區(Transition Zone)約 16nm，深度超過 16nm 為殘留應力區(Residual Stress Zone)。
- (6) 薄膜 CMP 移除厚度(t_c)與薄膜 ECP 移除厚度(t_e)之 SEM 比對結果，表示薄膜 CMP 移除厚度與薄膜 ECP 移除厚度相同($t_c=t_e$)，則薄膜 CMP 移除厚度殘留應力和薄膜 ECP 移除厚度殘留應力可視為相同($\sigma_{t_c}=\sigma_{t_e}$)。
- (7) 薄膜 CMP 製程參數殘留應力(σ_{PV})得知化學機械拋光製程會對薄膜殘留應力產生影響，影響的結果包含薄膜次表面變質層及殘留應力的增加。
- (8) 迴歸方程式如 Equ.5-1 所示，當下壓力(P)與相對轉速(V)增加時，薄膜殘留應力也會增加，可用於薄膜 CMP 殘留應力變化($\Delta\sigma_{\text{RS}}$)的預測式。

第六章 結論與建議

6.1 結論

本研究應用低掠角繞射法(GIXRD)量測 CVD 鎢薄膜殘留應力，探討化學機械拋光對薄膜殘留應力的影響，由實驗結果與討論，歸納結論如下：

- (1) 本研究完成將 CVD 鎢薄膜經化學機械拋光與電化學拋光，以 GIXRD 量測薄膜 CMP 殘留應力分佈曲線(σ_{CMP})與薄膜 ECP 殘留應力分佈曲線(σ_{ECP})。
- (2) 本研究編輯程式可估算鎢薄膜殘留應力，三個不同方位誤差值的分佈結果分別為 0.096%、0.078%與 0.124%，計算值誤差來自不同的近似方式。
- (3) 化學機械拋光製程會對薄膜殘留應力產生影響，影響的結果包含薄膜次表面變質層及殘留應力的增加。
- (4) 本研究以 GIXRD 法檢測薄膜 CMP 次表面變質層分佈與薄膜 ECP 次表面變質層分佈，薄膜 CMP 因為化學作用產生氧化層與機械作用生次表面破壞，經由量測結果，變質層的分佈約 21.3 nm；薄膜 ECP 因為化學作用產生氧化層，變質層的分佈約 16 nm。
- (5) 迴歸分析，薄膜 CMP 殘留應力的變化($\Delta\sigma_{\text{RS}}$)，下壓力、相對轉速及交互作用影響皆會影響殘留應力的變化，預測誤差值為 16.8% 本實驗的迴歸方程式可當作化學機械拋光時殘留應力變化的預測式。

6.2 建議

對未來研究方向提供以下建議：

- (1) 本研究對多晶的鎢金屬薄膜量測殘留應力，因為金屬的結晶性良好，可以得到較佳的繞射結果，未來可以應用低掠角繞射法 (GIXRD) 對其它不同材料例如單晶結構、銅、TiN、Low-K 及 ITO 等，量測薄膜殘留應力，探討不同材料性質殘留應力的變化。
- (2) 化學機械拋光廣泛應用在半導製程上作為材料移除與平坦化的方法，因為加工過程中，對薄膜元件產生次表面破壞，影響元件的特性，GIXRD 提供非破壞性的方法檢測次表面破壞，如何降低製程中次表面破壞對薄膜性質的影響，是一項重要的議題。
- (3) 化學機械拋光材料移除的理論推導很多，本研究透過實驗設計的方式探討拋光參數與殘留應力的關係，未來可以針對殘留應力的變化建立數學模型或數值模擬分析，對製程中殘留應力的變化能有更深的瞭解，改善薄膜的品質。

參考文獻

- [1] Wagner, T., “Thin Film Science”, Materials Synthesis and Processing, 196-200.
- [2] 莊達人, “VLSI 製造技術”, 高立圖書.
- [3] 謝耀儀, “薄膜應力與拋光應力對銅化學機械拋光行為影響之研究”, 國立中興大學機械工程學系碩士論文, 2002.
- [4] Quirk, M., J., Serda, “Semiconductor Manufacturing Technology”, Prentice Hall, chapter 12, 2001.
- [5] 蔡宏榮, “顆粒流體在粗糙表面之潤滑理論模式的建立與應用”, 國立中正大學機械工程研究所博士論文, 2003.
- [6] 許厲生, “矽晶圓薄化與平坦化加工研究”, 國立台灣科技大學機械工程研究所博士論文, 2003.
- [7] Preston, F. W., “The Theory and Design of Plate Glass Polishing Machine”, Journal of the Society of Glass Technology, Vol. 11, 214, 1927.
- [8] Srinivasa, C., D., Wang, S. P., Beaudoin, T., Bibby, K., Holland, T. S., Cale, “Stress distribution in chemical mechanical polishing”, Thin Solid Films, 308–309, 533–537, 1997.

- [9] Lin, Y. Y., S. P., Lo, “A study of a finite element model for the chemical mechanical polishing process”, *Int J Adv Manuf Technol*, 23, 644 – 650, 2004.
- [10] Seok, J., P. S., Cyriaque, A. T., Kim, J. A., T. S. Cale, “Material removal model for chemical–mechanical polishing considering wafer flexibility and edge effects”, *Wear*, 257, 496–508, 2004.
- [11] Larsen, J., H. Liang, “Probable role of abrasion in chemo-mechanical polishing of tungsten”, *Wear* 233–235, 647–654, 1999.
- [12] Runnels, S. R., M. L., Eyman, “Tribology Analysis of Chemical-Mechanical Polishing”, *J. Electrochem. Soc.*, Vol. 141, No. 6, 1994.
- [13] Yu et al., T. K. Yu, C. C., Yu, M. Orlowski, “A Statistical Polishing Pad Model for Chemical Mechanical Polishing,” *International Electron Devices Meeting Technical Digest*, pp. 865-868, 1993.
- [14] Kaufman et al., F. B. Kaufman, D. B. Thmpson, R. E. Broadie, M.A. Jaso, W. L. Guthrie, D. J. Pearson, and M. B. Small, “Chemiocl- Mechanical Polishing for Fabricating Patterned withMetal Feature as Chip Interconnects”, *Journal of Electrochemical Society*, Vol. 138, No.11, 1991.
- [15] Can, D., S. Yoon, P. S. Ho, “Effects of passivation layer on stress relaxation in Cu line structures”, *IEEE*,

0~7803~7797~4103, 2003.

- [16] Haapalinna, A., S. Nevas, D. Pähler, “Rotational grinding of silicon wafers—sub-surface damage inspection”, *Materials Science and Engineering*, B107, 321–331, 2004.
- [17] Ring, T. A., P. Feeney, D. Boldridge, J. Kasthurirangan, S. Li, J. A. Dirksenb, “Brittle and Ductile Fracture Mechanics Analysis of Surface Damage Caused During CMP”, *Journal of The Electrochemical Society*, H239-H248, 154-3, 2007.
- [18] Shen, Z., B. Ma, Z. Wang, Y. Ji, T. Liu, H. Liu, “Fabrication of supersmooth surfaces with low subsurface damage”, *SPIE*, Vol 6722, 67223W, 2007.
- [19] 朱樹敏, “電化學加工技術”, 化學工業出版社, 2006.
- [20] Kao, P. S., H. Hocheng, “Optimization of electrochemical polishing of stainless steel by grey relational analysis”, *Journal of Materials Processing Technology*, 140, 255–259, 2004.
- [21] Teh, W. H., L.T. Koh, S.M. Chen, J. Xie, C.Y. Li, P.D. Foo, “Study of microstructure and resistivity evolution for electroplated copper films at near-room temperature”, *Microelectronics Journal*, 32, 579-585, 2001.
- [22] Sutta, P., Q. Jackuliak, “Macrostress Formation in Thin Films and Its Investigation by X-ray Diffraction”, *IEEE*, 227-230, 1998.

- [23] Birkholz, M., “Thin Film Analysis by X-Ray Scattering”, Wiley, 2006.
- [24] Behnken, H., V. Hauk, “Determination of steep stress gradients by X-ray diffraction results of a joint investigation_Gradient”, Materials Science and Engineering, A300, 41–51, 2000.
- [25] Ekmekci, B., N. Ekmekçi, A. E. Tekkaya, A. Erden, “Residual Stress Measurement with Layer Removal Method”, Proceedings of the First Cappadocia International Mechanical Engineering Symposium, 14-16, 2004.
- [26] Warrendable, P., “Residual Stress Measurement by X-Ray Diffraction”, SAE International, HS-784, 2003.
- [27] Stoney, G. G., Proc. “R. Soc. (Lond.)”, A82, 172, 1909.
- [28] Vrinceanu, I. D., S. Danyluk, “Measurement of residual stress in single crystal silicon wafers”, IEEE, 297-301, 2002.
- [29] Kusaka, K., T. Hanabusa, M. Nishida, F. Inoko, “Residual stress and in-situ thermal stress measurement of aluminum film deposited on silicon wafer”, Thin Solid Film, 248-253, 1996.
- [30] Welzel, U., J. Ligot, P. Lamparter, A. C. Vermeulen, E. J. Mittemeijer, “Stress analysis of polycrystalline thin films and surface regions by X-ray diffraction”, Journal of Applied Crystallography, 38, 1-29, 2004.

- [31] Cullity, B. D., S. R. Stock, “Elements of X-Ray Diffraction”, Prentice Hall, 2001.
- [32] Ma, C. H., J. H. Huang, H. Chen, “Residual stress measurement in textured thin film by grazing-incidence X-ray diffraction”, *Thin Solid Films*, 418, 73–78, 2002.
- [33] Chen, C-C. A., W. E. Fu, M. K. Chen, “Study on Residual Stress of Metal Thin Film on Silicon Wafer with CMP”, *Advanced Materials Research*, Vol 32, 75-78, 2008.
- [34] William, D., C. Jr., “Materials science and engineering and introduction”, Wiley, 2003.
- [35] Montgomery, “Design and Analysis of Experiments”, John Wiley, 241-300, 1996.
- [36] Yu, D. Y. W., Spaepen, F., “The yield strength of thin copper films on Kapton”, *Journal of Applied Physics*, Vol 95, 2991-2997, 2004.

附錄 A GIXRD 規格說明

X-Ray Tube 的規格如 Fig.A-1 所示，採用 Cu 靶材，波長為 $1.5405980\text{\AA}$ ，機台外觀如 Fig.A-2 所示。

Parameter	Value	Unit
Tube type	RD-Tube	
Technology	Glass	
Polarity	Grounded Anode	
Power (max.)	3000	W
High voltage (max.)	60	kV
Emission current (max.)	60	mA
Focus dimensions	LFF/FF/NF/BF **	mm
Anode material*	Cu, Cr, Mn, Fe, Co, Mo, Ag, W	
Window material and thickness	Be 300	μm
Cooling	Water (closed system)	

Fig.A-1 X-Ray Tube 規格



Fig.A-2 X'Pert PRO Diffractometer (PANalytical, The Netherlands)

附錄 B GIXRD 校正結果

GIXRD 量測校正片是由 PANalytical 公司提供如 Fig.B-1 所示，為無應力(Stress Free)的狀態，量測結果如 Fig.B-2 所示，殘留應力大小為 $0.7 \pm 46.8 \text{ MPa}$ 。

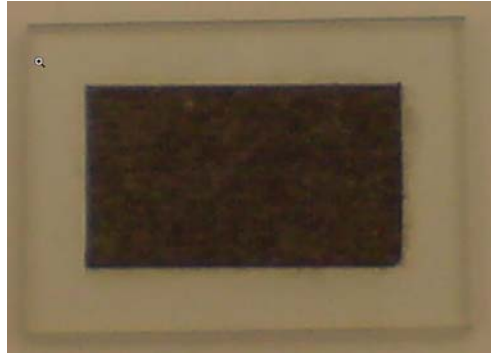


Fig.B-1 鎢金屬校正片

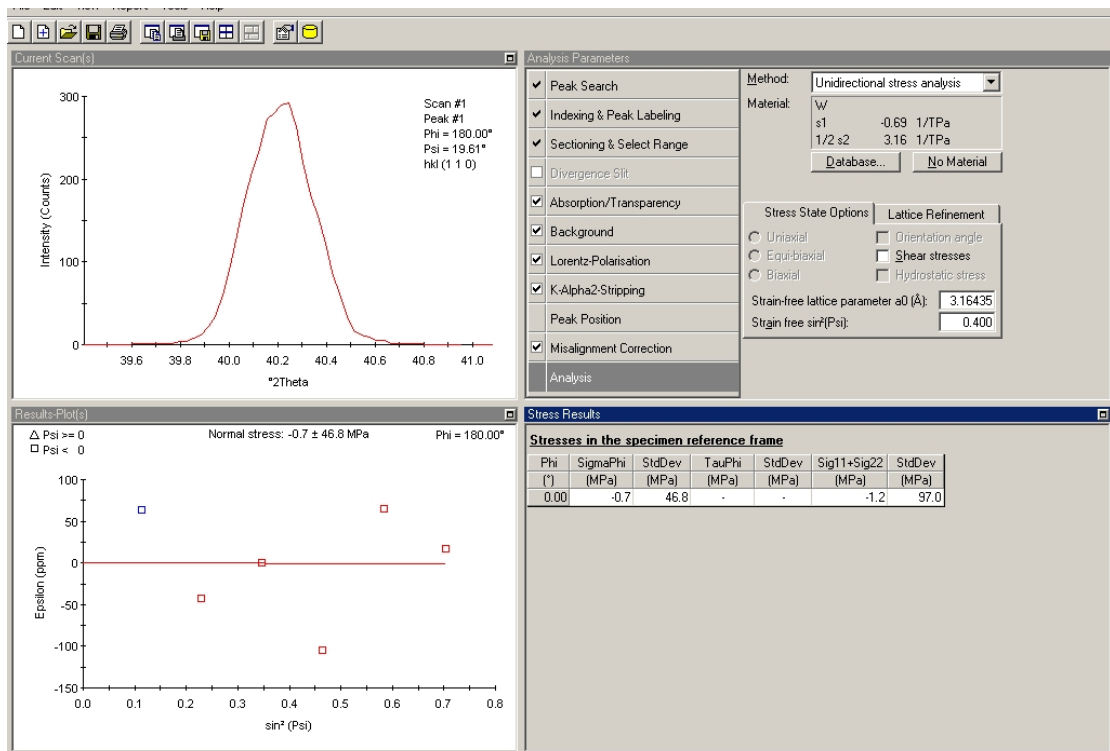


Fig.B-2 校正結果

附錄 C 鎢薄膜試片的 d_0 值

根據 PANalytical X'Pert Stress Database 內定的 d_0 值如 Fig.C-1 及 Tab.C-1 所示，計算殘留應力。

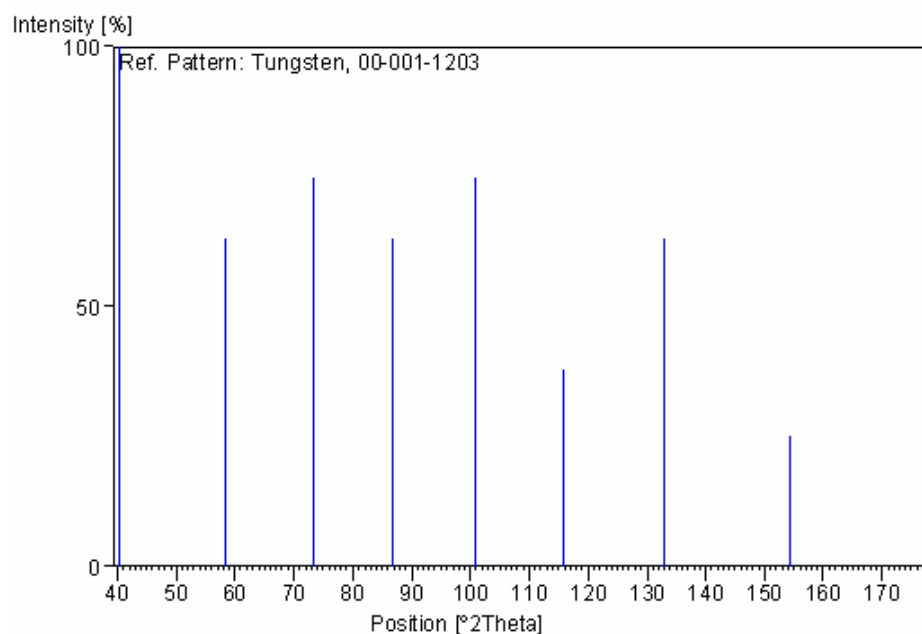


Fig.C-1 鎢薄膜的繞射結果

Tab.C-1 Tungsten Peak Table

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	1	1	0	2.23000	40.416	100.0
2	2	0	0	1.58000	58.357	63.0
3	2	1	1	1.29000	73.330	75.0
4	2	2	0	1.12000	86.907	63.0
5	3	1	0	1.00000	100.762	75.0
6	2	2	2	0.91000	115.662	38.0
7	3	2	1	0.84000	132.990	63.0
8	4	0	0	0.79000	154.356	25.0
9	3	3	0	0.74000	184.693	50.0
10	4	2	0	0.71000	189.744	50.0

附錄 D 四點探針量測簡介

片電阻(Sheet Resistance)是傳導性材料之重要特性之一，尤其是導電薄膜。片電阻值會受到薄膜厚度、晶粒尺寸、合金比例與雜質濃度等因素影響，因此在製程過程中，常常會仔細的監控片電阻值，以建立片電阻與晶片良率之間的關係。薄片電阻為一定義之參數，一條導線之電阻可以表示成：

$$R = \rho(L/A)$$

其中 R 代表電阻， ρ 為導體之電阻係數，L 為導線之長度，而 A 為該導線之截面積。四點探針是最常用來量測薄片電阻的工具，只要在其中兩個探針間加上固定之電流，並同時量測另外兩個探針間之電壓差值，就可以計算出薄片電阻。

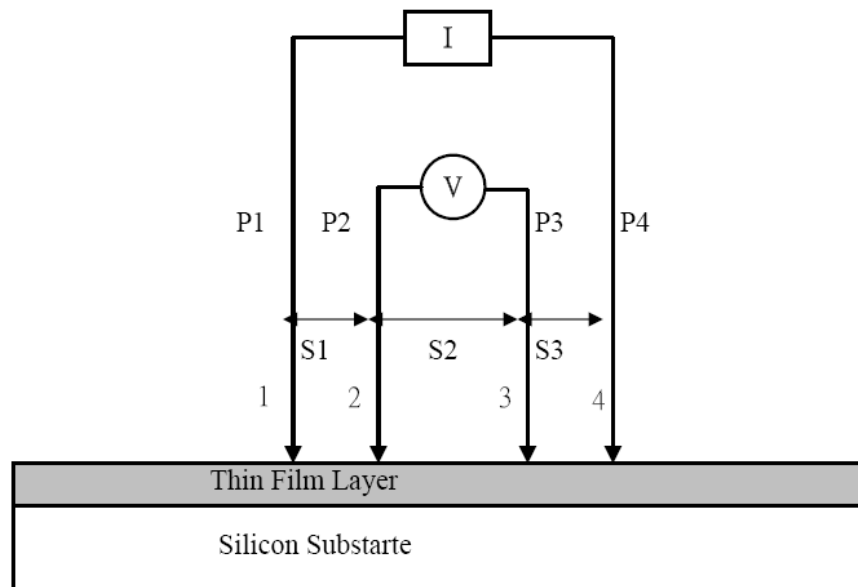


Fig.D-1 四點探針量測薄膜片電阻與厚度示意圖

附錄 E 殘留應力梯度分佈量測值

Tungsten		CVD Film	W5	W6	W9	W12	ECP
ω (°)	Information Depth(nm)	Residual Stress (MPa)					
0.1	5.3	2395.5	*	*	*	*	256.5
0.2	10.6	2115	*	*	*	*	1386.1
0.3	16	2047.1	1664.8	554.9	2855.1	1436.2	1243.9
0.4	21.3	1727.7	2794.7	2941.7	3392.5	1882.7	1909.2
0.5	26.6	1722.8	2821.1	3004.6	3136	3233	1822.8
0.6	31.9	1652.2	2597.6	2737.8	3103.3	2880.9	1621.6
0.7	37.2	1624.9	2529.1	2695.7	2784.5	2540.6	1521.4
0.8	42.5	1668.5	2332.7	2552.7	2428.4	2545.2	1418.3
0.9	47.9	1578.1	2151.6	2296.9	2361.3	2373.1	1378.9
1	53.2	1446.9	2073.6	2140.4	2277	2154	1267.4
1.1	58.5	1468	1948.6	2114.9	2109.7	2051.5	1270.1
1.2	63.8	1411.5	1820.8	2003.3	2006.1	1972.2	1239
1.3	69.1	1395	1792.2	1987.3	1942.1	1903.9	1309.6
1.4	74.4	1361	1777	1891.1	1953.6	1832.8	1264
1.5	79.8	1401	1730.7	1895.9	1888	1763.8	1285.5
1.6	85.1	1370.4	1674	1847.5	1840.8	1741.4	1289.9
1.7	90.4	1404.5	1643.4	1853.3	1831	1715.8	1267.2
1.8	95.7	1332.8	1599.4	1839.8	1774.8	1677.4	1248
1.9	101	1378.71	1584.6	1810.2	1752.1	1648.2	1243.5
2	106.3	1355.2	1571.2	1735.3	1697.7	1613.9	1211
3	159.5	1197	1375.7	1413.1	1304.2	1335.3	1156.1
4	212.5	1118.2	1317.9	1321.8	1299.3	1280.6	1120.8
5	265.5	1065.8	1180.1	1219.3	1200.5	1225	1035.6
6	318.5	1054.8	1125.2	1165.5	1180.3	1193.5	1038.2
7	371.3	1063.1	1128.6	1147.3	1107.2	1157.1	1016
8	424	1052.9	1075.1	*	1091.7	*	*
9	476.6	1016.9	1062.5	*	1126.6	*	*
10	529.1	985.3	1036.7	*	1029.4	*	*
11	581.4	940.6	*	*	*	*	*

*表示無明顯繞射波形

作者簡介

姓名：陳孟科

性別：男

出生：1977 年 01 月 20 日

住址：724 台南縣七股鄉玉成村 59 號

E-mail：chenmonke@yahoo.com.tw



行動電話：0915535197

求學經歷：

國立台灣科技大學	機械工程研究所	畢業(97.7)
國立台灣科技大學	機械工程系	畢業(90.6)
國立高雄工商專科學校	模具工程科	畢業(86.6)

工作經歷：

聯宗光電科技股份有限公司	產品專案工程師 (92~94)
--------------	-----------------

兵籍資料：

中華民國陸軍工兵	退伍(92.5)
----------	----------

專業著作：

1. 陳孟科, 陳炤彰, 傅尉恩, 陳怡菁, “應用 XRD 量測 TiN 薄膜殘留應力研究”, 中華民國力學學會年會暨第 31 屆全國力學會議, J10, 2007.
2. Meng-Ke Chen, Wei-En Fu, Chao-Chang A. Chen, “Residual Stress Estimation of TiN Thin Film Using GIXRD”, The 5th International

Symposium on Mechanical Science Based on Nanotechnology, 87-91, 2007.

3. Chao-Chang A. Chen, Wei-En Fu, Meng-Ke Chen, “Residual Stress Estimation of Tungsten Film by GIXRD”, Advanced Materials Research Vol. 32, 75-78, 2008.
4. Wei-En Fu, Meng-Ke Chen, Chao-Chang A. Chen, “SURFACE QUALITIES AFTER CMP ON THIN FILMS”, Mechanical properties of thin films symposium, 2008.
5. Meng-Ke Chen, Chao-Chang A. Chen, Wei-En Fu, Tzeng-Yow Lin, “Estimation of Transition Layer Thickness in Tungsten CMP by GIXRD”, International Conference on Planarization/CMP Technology, 2008.

國立臺灣科技大學博碩士論文授權書

(本授權書裝釘於紙本論文內)

本授權書所授權之論文為陳孟科〔M9503234〕在國立臺灣科技大學機械工程系 96 學年度第 2 學期取得碩士學位之論文。

論文題目： 應用GIXRD量測薄膜殘留應力與化學機械拋光的影響分析
指導教授： 陳炤彰

茲同意將授權人擁有著作權之上列論文全文〔含摘要〕，非專屬、無償授權本校圖書館及國家圖書館，不限地域、時間與次數，以紙本、微縮、光碟或其他數位化方式將上列論文重製典藏，並提供讀者基於個人非營利性質之線上檢索書目、館內閱覽、或複印。

授權人

陳孟科

陳炤彰

簽章

(請親筆正楷簽名)

陳孟科

陳炤彰

備註：

1. 授權人不因本授權而喪失上述著作之著作權。
2. 本授權書請授權人簽章後，裝釘於紙本論文內。

中 華 民 國 97 年 7 月 21 日