



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公告本

(11)證書號數：TW I686466 B

(45)公告日：中華民國 109 (2020) 年 03 月 01 日

(21)申請案號：108126599

(22)申請日：中華民國 106 (2017) 年 02 月 20 日

(51)Int. Cl. : **C09K3/14 (2006.01)**

(30)優先權：2016/03/11 美國 62/306,795

(71)申請人：美商富士軟片電子材料美國股份有限公司 (美國) FUJIFILM ELECTRONIC
MATERIALS U. S. A., INC. (US)
美國

(72)發明人：周仕斌 CHOU, SHIH PIN (TW)；張文宏 CHANG, WEN HUNG (TW)；馬休理克
狄帕克 MAHULIKAR, DEEPAK (US)；瓦爾瓜 塔瑪斯 VARGA, TAMAS
(US)；米斯拉 阿布達雅 MISHRA, ABHUDAYA (IN)

(74)代理人：劉法正；尹重君

(56)參考文獻：

TW 201446730A

US 2014/0261824A1

審查人員：陳建安

申請專利範圍項數：35 項 圖式數：7 共 47 頁

(54)名稱

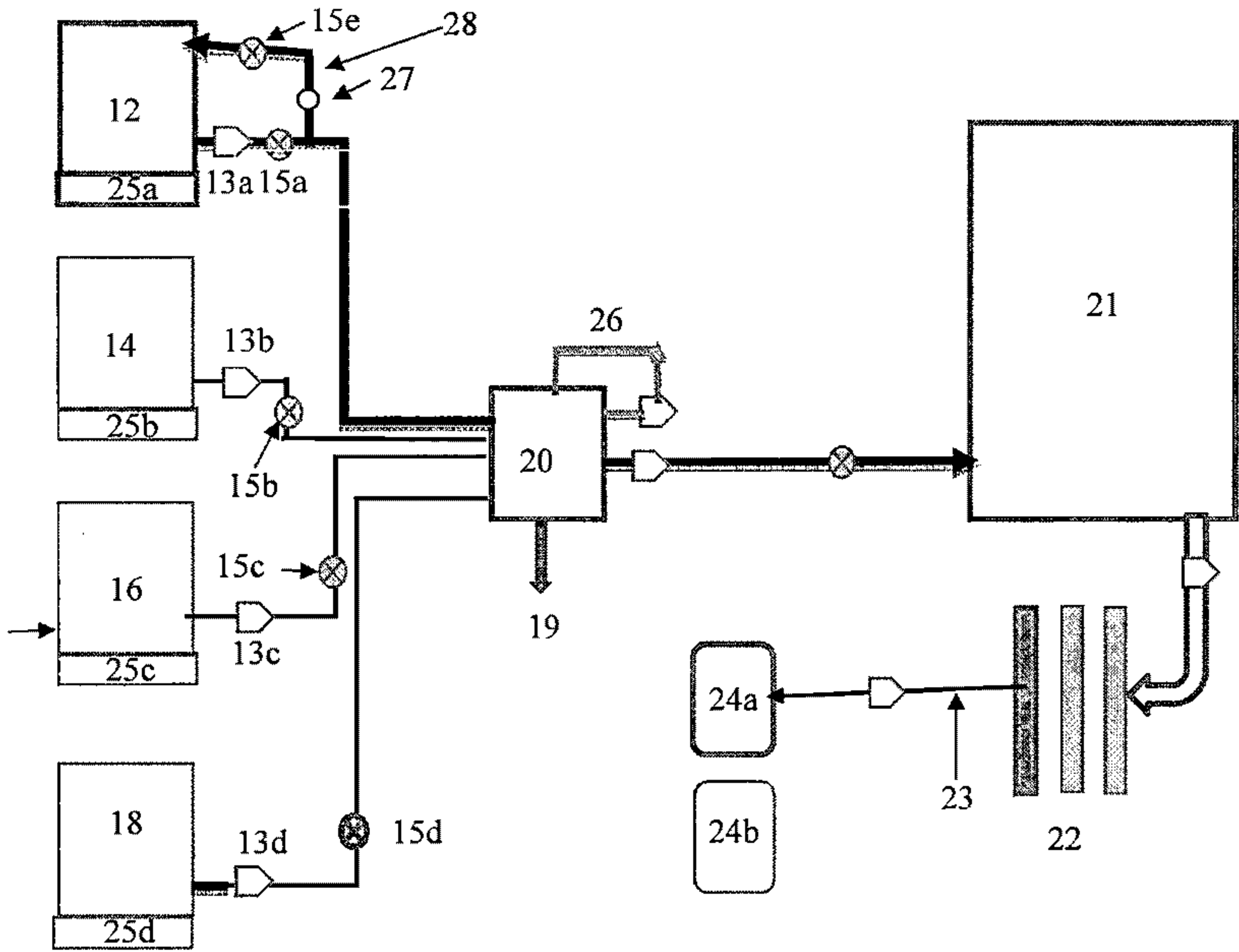
先進流體處理方法及系統

(57)摘要

本發明提供了形成化學組合物的方法。所述方法包括(1)在混合槽中混合多個連續材料流以形成化學組合物，每個連續材料流包括所述組合物的至少一種組分；及(2)使所述化學組合物的連續流移動到所述混合槽下游的包裝台。所述混合及移動步驟連續地執行。本發明還提供了可以用以執行所述方法的系統。

This disclosure features methods of forming chemical compositions. The method includes (1) mixing a plurality of continuous material flows in a mixing tank to form a chemical composition, each continuous material flow including at least one component of the composition; and (2) moving a continuous flow of the chemical composition to a packaging station downstream of the mixing tank. The mixing and moving steps are performed continuously. This disclosure also features systems that can be used to perform such methods.

指定代表圖：



【圖1】

符號簡單說明：

- 12、14、16、18 . . . 材料槽
- 13a、13b、13c、13d . . . 泵
- 15a、15b、15c、15d、15e . . . 質量流量控制器
- 19、23 . . . 品管步驟
- 20 . . . 混合槽
- 21 . . . 儲存槽
- 22 . . . 過濾設備
- 24a、24b . . . 包裝台
- 25a、25b、25c、25d . . . 荷重計
- 26、28 . . . 再循環回路
- 27 . . . 切換閥

I686466

【發明摘要】

【中文發明名稱】

先進流體處理方法及系統

【英文發明名稱】

ADVANCED FLUID PROCESSING METHODS AND SYSTEMS

【中文】

本發明提供了形成化學組合物的方法。所述方法包括(1)在混合槽中混合多個連續材料流以形成化學組合物，每個連續材料流包括所述組合物的至少一種組分；及(2)使所述化學組合物的連續流移動到所述混合槽下游的包裝台。所述混合及移動步驟連續地執行。本發明還提供了可以用以執行所述方法的系統。

【英文】

This disclosure features methods of forming chemical compositions. The method includes (1) mixing a plurality of continuous material flows in a mixing tank to form a chemical composition, each continuous material flow including at least one component of the composition; and (2) moving a continuous flow of the chemical composition to a packaging station downstream of the mixing tank. The mixing and moving steps are performed continuously. This disclosure also features systems that can be used to perform such methods.

【指定代表圖】 圖1

【代表圖之符號簡單說明】

12、14、16、18...材料槽

13a、13b、13c、13d...泵

15a、15b、15c、15d、15e...質量流量控制器

19、23...品管步驟

20...混合槽

21...儲存槽

22...過濾設備

24a、24b...包裝台

25a、25b、25c、25d...荷重計

26、28...再循環回路

27...切換閥

【特徵化學式】

(無)

【發明說明書】

【中文發明名稱】

先進流體處理方法及系統

【英文發明名稱】

ADVANCED FLUID PROCESSING METHODS
AND SYSTEMS

【技術領域】

【0001】 相關申請的交叉引用

本申請要求2016年3月11日提交的美國臨時申請第62/306,795號的優先權，其內容以全文引用的方式併入本文中。

技術領域

【0002】 本發明涉及連續流體處理方法以及相關系統及組件。

【先前技術】

【0003】 發明背景

混合是兩種或更多種物質經組合同時每種物質的化學性質基本上保持不變的過程。然而，整體混合物的性質可能不同於組分物質的性質。因此，混合通常用以製造一具有所欲物理及化學性質的介質，且該等性質可藉分析技術予以確認。

【0004】 舉例來說，在半導體製造中，化學機械平坦化/拋光(CMP)係用以使晶片表面扁平。此工藝需要使用一漿液，其含有分散於液體化學組合物(例如含酸及/或鹼的組合物)中的磨料顆粒。CMP漿液典型地藉由混合各種化

學品及磨料顆粒以形成分散液(例如，膠態分散液)來製造。在CMP期間，磨料顆粒在晶片上的移動會機械性地從晶片表面去除材料。漿液中的酸或鹼藉由與待去除的材料進行反應而促進材料的化學去除作用。因此，所述工藝被稱為「化學」「機械」拋光。為了製造具有所欲性質的CMP漿液，可能有用的是過濾CMP漿液以實現磨料顆粒分散於化學反應性試劑內的所欲分佈。過濾還確保最終CMP產品具有高純度。

【0005】 隨著半導體晶片變得更先進，晶片表面上的特徵變得更精細並且更複雜。將這些複雜精細特徵平坦化需要非常窄的拋光製程區間(processing window)。因此，CMP工藝所需要的CMP漿液性質規格非常嚴格。這轉而迫使CMP漿液製造商顯著改良其生產工藝能力同時減小批次之間的變化。常規漿液生產工藝不能滿足這些嚴苛要求。

【0006】 常規漿液製造工藝包括分批工藝(圖2)及連續工藝(圖3)。在分批工藝中，所有漿液組分逐一添加到大槽中(通常藉由流體傳輸單元，例如泵，及/或流量控制器單元)，隨後通過攪動器型裝置及QC(品管)步驟混合所述組分。在那之後，混合漿液通常通過過濾台傳送到包裝台。分批工藝有許多缺點，包括環境占地面積大、添加及混合時間長、性質變化大、輸貫量(throughput)低及生產成本高。

【0007】 另一方面，常規連續工藝(圖3)用較小的槽替換了分批工藝中的極大的槽且引入了線上靜態或動態混合

器。原材料逐一饋送到這些線上混合器中(但決不所有全部在一個混合器中)。此設計使得所述工藝得以連續且增加了輸貫量。然而，線上混合器很小並且形成高背壓。每個原材料流組分回路通向線上混合器形成了導致顯著性質變化的流量控制問題。因此，連續工藝也無法滿足嚴格規格要求。

【0008】 本發明描述了解決了這些缺點的一種先進連續工藝及相關系統。

【發明內容】

【0009】 發明概要

本發明是基於以下出乎意料的發現：使用在其中材料(例如，用於製造CMP漿液的材料)在連續流體工藝中同時被接收及混合的槽(例如，相對小的槽)可以減小產品變化並且減少產品浪費，從而顯著增加製造效率、製造產率及產品一致性並且降低製造成本(例如，對於製造CMP漿液)。

【0010】 在一個方面，本發明提供了一種形成化學組合物(例如，拋光組合物，例如CMP漿液)的方法。所述方法包括A)在至少一個混合槽中混合多個連續材料流以形成化學組合物，每個連續材料流包含所述化學組合物的至少一種組分；及B)使所述化學組合物的連續流移動到所述至少一個混合槽下游的包裝台。所述混合及移動步驟連續地執行，所述材料流及化學組合物流處於過程穩態下(in-process steady state)；並且所述至少一個混合槽中的

所述混合過程包括至少一種選自由以下組成的群組的混合方法：擾動混合所述材料流、機械攪拌所述材料流、再循環所述化學組合物及其組合。

【0011】 在另一方面，本發明提供了一種系統，其包括(1)多個材料槽，每個材料槽經配置以接收用以形成化學組合物(例如，拋光組合物，例如CMP漿液)的材料；(2)至少一個混合槽，在所述混合槽中來自所述材料槽的所述材料混合以形成化學組合物，其中所述混合槽與所述多個材料槽流體連通，所述混合槽經配置以從所述材料槽連續地接收所述材料及向下游連續地傳送所述化學組合物，並且所述混合槽任選地包括與所述混合槽流體連通的再循環回路；(3)任選地，至少一個在所述混合槽下游並且與所述混合槽流體連通的儲存槽；及(4)任選地，至少一個與所述混合槽流體連通的過濾設備，所述過濾設備經配置以接收及過濾所述化學組合物。所述系統在每個材料槽與所述混合槽之間不包括線上靜態或動態混合器。

【0012】 實施例可以包括以下特徵中的一者或多者：

【0013】 在一些實施例中，所述方法進一步包括在所述混合步驟之前獲得具有基本上恆定流速的材料流。在所述實施例中，獲得具有基本上恆定流速的材料流包括使材料槽中的所述材料流連續再循環通過至少一個流體傳輸單元及至少一個流量控制單元直到達到預定流速。

【0014】 在一些實施例中，所述方法進一步包括在不中斷所述連續工藝的情況下對所述混合槽中的所述化學組

合物執行過程品管測量。

【0015】 在一些實施例中，所述方法進一步包括測量所述混合槽中組分的量以確定所述量是否在預定範圍內。在一些實施例中，所述測量步驟在不終止所述混合或移動步驟的情況下執行。

【0016】 在一些實施例中，在使所述化學組合物的所述連續流移動到所述包裝台前，所述方法進一步包括至少一個選自由以下組成的群組的步驟：測量每個連續材料流的質量流速、測量每個連續材料流的體積流速及測量供應含有至少一種組分的連續材料流的槽中的內含物重量。

【0017】 在一些實施例中，所述混合槽不包括攪拌器或擋板。

【0018】 在一些實施例中，所述混合槽的體積是約40升到約1,500升。

【0019】 在一些實施例中，所述化學組合物是由包括以下的組分製備的拋光組合物：稀釋劑、酸、鹼、鹽及磨料顆粒。

【0020】 在一些實施例中，所述稀釋劑包括去離子水。

【0021】 在一些實施例中，所述酸包括有機酸、無機酸或其混合物。

【0022】 在一些實施例中，所述鹼包括氫氧化鉀、氫氧化銨、季銨化合物(例如，四甲基氫氧化銨或四丁基氫氧化銨)、單乙醇胺、二乙醇胺、三乙醇胺或其混合物。

【0023】 在一些實施例中，所述鹽包括檸檬酸鉀、碳酸鉀、硝酸鉍、硫酸鉍、檸檬酸鉍、草酸鉍、硝酸鉀、硫酸鉀、氯化鉀或其混合物。

【0024】 在一些實施例中，所述磨料顆粒包括二氧化矽(例如，膠態二氧化矽)、二氧化銻、二氧化鈦、氧化鋁或其混合物。

【0025】 在一些實施例中，所述化學組合物的所述連續流包括至多約50重量%二氧化矽。

【0026】 在一些實施例中，所述化學組合物的所述連續流的pH是約2到約11(例如，約2到約9)。

【0027】 在一些實施例中，所述方法進一步包括在包裝之前使所述化學組合物連續地移動到儲存槽中。

【0028】 在一些實施例中，所述方法進一步包括在使所述化學組合物的所述連續流移動到所述包裝台前過濾所述化學組合物的所述連續流。

【0029】 在一些實施例中，離開所述混合槽的所述化學組合物的所述連續流的體積流速是至少約20升/分鐘。

【0030】 在一些實施例中，所述方法形成在組分重量方面的總批次間變化或總批次內變化為至多約1%的化學組合物。

【0031】 在一些實施例中，所述混合槽包括至少一個混合系統。在所述實施例中，所述混合系統可以包括攪動器(例如，機械攪拌器)、渦流、擾動混合器、再循環回路或其組合。

【0032】 在一些實施例中，所述系統進一步包括至少一個一體地連接到系統組件的品質確認單元。在所述實施例中，所述品質確認單元可以包括pH計、電導率計、濃度計或LPC(大顆粒數)計。

【0033】 在一些實施例中，所述系統進一步包括與每個材料槽流體連通的流體傳輸單元(例如，泵)，所述流體傳輸單元經配置以將每個材料槽中的所述材料連續地傳輸到所述混合槽。

【0034】 在一些實施例中，所述系統進一步在每個材料槽與所述混合槽之間包括流體流量控制器單元(例如，質量流量控制器)，所述流體流量控制器單元經配置以調節所述材料從每個材料槽傳輸到所述混合槽的流速(例如，質量流速)。

【0035】 在一些實施例中，所述系統包括與每個材料槽接觸的荷重計，所述荷重計經配置以測量每個材料槽中的內含物重量。

【0036】 在一些實施例中，所述系統進一步包括與所述混合槽流體連通的儲存槽，所述儲存槽經配置以從所述混合槽連續地接收所述化學組合物。

【0037】 在一些實施例中，所述儲存槽的體積是約1,500升到約20,000升。

【0038】 在一些實施例中，所述系統進一步包括所述過濾設備。

【0039】 在一些實施例中，所述系統進一步在所述混

合槽的下游包括包裝台，所述包裝台經配置以包裝所述化學組合物。

【0040】 在一些實施例中，所述系統進一步包括與所述混合槽流體連通的再循環回路，所述再循環回路經配置以使所述化學組合物再循環回到所述混合槽。

【0041】 在一些實施例中，所述系統進一步包括多個流體傳輸單元，其中每個流體傳輸單元經配置以將材料從一系統組件(例如，材料槽、混合槽或儲存槽)連續地傳輸到另一系統組件(例如，混合槽、儲存槽或包裝台)。

【0042】 在一些實施例中，所述系統進一步包括至少一個加熱單元，其中所述加熱單元經配置以獨立地加熱系統組件(例如，材料槽、混合槽或儲存槽)。

【0043】 本發明中的主題的其它特徵、目標及優勢將從說明書、圖式及申請專利範圍顯而易見。

【圖式簡單說明】

【0044】 圖1是本發明中所描述的摻合系統的一實施例的示意圖。此摻合系統也被稱為ACP(先進連續工藝)摻合系統。

【0045】 圖2是常規分批工藝的圖。

【0046】 圖3是常規連續工藝的圖。

【0047】 圖4是本發明中所描述的ACP摻合系統的另一實施例的圖。

【0048】 圖5是描繪三種不同製造工藝(即，常規分批工藝、常規連續工藝(CP)及ACP工藝)的標準化製造輸貫

量的長條圖，其各自基於100批次規模獲得。

【0049】 圖6是基於100批次規模描繪獲自圖2到4中提及的三種不同製造工藝的標準化電導率批次間變化(即，總及 $\pm$ 變化)的長條圖。

【0050】 圖7是基於100批次規模描繪獲自圖2到4中提及的三種不同製造工藝的標準化鹼及酸濃度批次間總變化的長條圖。

【0051】 各種圖式中的相同參考符號指示相同元件。

【實施方式】

【0052】 較佳實施例之詳細說明

例如CMP漿液、濕式蝕刻配製品及其它濕式組合物的半導體化學品典型地應具有高品質但又具有低成本。高品質需求為確保高半導體晶圓產率所需。因此，半導體用戶對於CMP漿液及其它濕式組合物要求非常嚴格的規格。在大批量化學製造中，確保非常嚴格的規格同時還縮減成本是一個重大挑戰。常規分批工藝(例如圖2中展示的分批工藝)典型地在相對大的儲存槽中執行，並且不連續地執行混合及包裝。在典型分批摻合工藝中，個別原材料逐一添加到槽中，這花費超長的時間。隨後，其通常通過原位攪動器混合一段時間，隨後進行品管(QC)測量。如果QC測量在規格內，那麼將摻合組合物移動到過濾及包裝。分批工藝佔據很大環境占地面積，花費很長時間，並且因此成本高。常規連續工藝連續地執行混合及包裝，但典型地在材料槽與儲存槽之間使用靜態線上混合器混合材料流。線上

混合器在其上產生壓降並且需要較大的泵來克服這些壓降。其還可能導致組分變化。這些常規工藝都不滿足先進半導體節點應用的挑戰。令人驚訝地，本發明人已經發現，本文所描述的系統及方法(也被稱為先進連續工藝(ACP))可以以高輸質量製造高品質並且低成本的化學組合物，以滿足先進半導體節點應用。

【0053】 一般來說，本發明涉及連續流體處理以形成化學組合物的方法以及相關系統及組件。

【0054】 在一些實施例中，化學組合物可以是基於液體的組合物(例如，含有水、一種或多種有機溶劑或其混合物的組合物)，例如半導體工藝中使用的組合物。可以通過本文所描述的方法及系統形成的適合化學組合物的實例包括拋光組合物(例如，化學機械平坦化(CMP)漿液)、顯影劑(例如，TMAH顯影劑)、蝕刻組合物及清潔組合物。可以通過本文所描述的系統及方法製備的拋光組合物的實例已經描述於例如美國申請公開第2013-0067998號中。可以通過本文所描述的系統及方法製備的蝕刻組合物的實例已經描述於例如美國申請公開第2015-0267112號及第2012-0231632號中。可以通過本文所描述的系統及方法製備的蝕刻組合物的實例已經描述於例如美國申請公開第2015-0159125號、第2015-0159124號及第2015-0111804號中。

【0055】 圖1說明了用於製造化學組合物(例如，拋光組合物，例如CMP漿液)的摻合系統的一實施例。如圖1中

所示，系統包括多個材料槽12、14、16及18，多個泵13a、13b、13c及13d，多個質量流量控制器15a、15b、15c、15d及15e，混合槽20，任選的儲存槽21，任選的過濾設備22，包裝台24a或24b，任選的荷重計25，及任選的再循環回路26及28，及任選的切換閥27。如下文將進一步詳細描述，摻合系統可以經操作以在連續流動工藝中以小產品變化、高輸質量及低產品浪費組合拋光組合物的組分。

【0056】 在ACP工藝通過使用圖1中展示的摻合系統全面開始前，所有原材料(例如CMP漿液的組分)可以“經穩定化”(例如，通過獲得具有基本上恆定流速的材料流)以確保進入混合槽中的原材料的量滿足預定量。在一些實施例中，取決於最終化學組合物中每種組分的所欲量，離開材料槽12、14、16及18的材料流的基本上恆定流速可能彼此不同。在一些實施例中，穩定化通過使原材料通過一個或多個流體流量控制器單元(例如，質量流量控制器)再循環回到其對應的材料槽來進行。在達到預定量後，再循環可以斷開並且材料可以傳送到混合槽。舉例來說，如圖1中所示，材料槽12包括再循環回路28，所述再循環回路包括切換閥27及質量流量控制器15e。在一些實施例中，再循環回路28可以包括兩個或更多個質量流量控制器15e。

【0057】 在ACP工藝開始前，材料槽12中的材料可以通過打開切換閥27並且關閉材料槽12與混合槽20之間的切換閥(圖1中未展示)而通過再循環回路28。在達到預定量

(如通過質量流量控制器15a或15e所測量)後，關閉切換閥27並且打開材料槽12與混合槽20之間的切換閥，以便材料槽12中的材料可以傳送到混合槽20。儘管圖1顯示僅一個材料槽(即，材料槽12)具有再循環回路28，但其它材料槽(即，材料槽14、16及18)可能各自具有再循環回路。就ACP工藝而言，此新穎並且重要的步驟減小了混合槽中的變化並且幫助確立過程穩態。

【0058】 在使用期間，原材料(例如，CMP漿液的組分)在連續流中從材料槽12、14、16及18通過混合槽20、任選的儲存槽21及任選的過濾設備22傳輸到包裝台24。如本文所用，“連續流”包括在下游方向上連續(例如，在穩態操作期間變化小於約百分之十五的淨流速)及/或在下游方向上基本上連續(例如，在穩態操作期間在下游方向上具有淨移動的規則脈衝流)的總體流。

【0059】 本發明中所描述的ACP系統及工藝經設計以實現過程穩態。舉例來說，在此狀態下，在工藝運行期間的質量輸入及質量輸出基本上相等。質量輸入包括進入混合槽中的所有原材料的量的總和。質量輸出包括離開混合槽的充分混合漿液產品的量，所述產品進入任選的儲存槽、任選的過濾設備或包裝台。當整個摻合系統的質量平衡確立時，原材料連續流及下游組合物流處於過程穩態下。在此狀態下，最終組合物在不中斷的情況下(例如，在混合槽再循環及線上品管測量進行的同時)以穩定預靶向速率包裝。一般來說，材料槽12、14、16及18可以是任何

適合槽並且經配置以接收用以形成化學組合物的材料。在一些實施例中，材料槽可以包括用於接收一種或多種用以形成化學組合物的組分的入口。在一些實施例中，材料槽可以包括用於將組分轉移到混合槽20的出口。在一些實施例中，材料槽可以具有充當入口及出口兩者的開口。在一些實施例中，材料槽可以是供使用製造商用於供應組分的槽。

【0060】 在一些實施例中，當系統用以製造拋光組合物時，每個材料槽12、14、16及18可以接收以下材料中的一者或多者：稀釋劑、酸、鹼及含有磨料顆粒的磨料顆粒組合物(例如，磨料顆粒分散液)。在所述實施例中，每個材料槽12、14、16或18可以任選地接收以下其它材料中的一者或多者：腐蝕抑制劑(例如，苯並三唑、三唑及唑)、氧化劑(例如，過氧化氫、過硫酸銨、硝酸銀、鐵硝酸鹽或氯化物、過酸或過酸鹽、臭氧水、鐵氰化鉀、重鉻酸鉀、碘酸鉀、溴酸鉀、三氧化釩、次氯酸、次氯酸鈉、次氯酸鉀、次氯酸鈣、次氯酸鎂、硝酸鐵、 KMgO_4 、其它無機或有機過氧化物或其混合物)、絡合劑、殺生物劑、pH調節劑及表面活性劑(例如，陽離子表面活性劑、陰離子表面活性劑、非離子表面活性劑及兩性表面活性劑)。

【0061】 在一些實施例中，單種原材料可以引入到材料槽12、14、16及18中的多於一者(例如，以提高混合品質)。在一些實施例中，任何數量(例如，兩個、三個或四個)的材料槽12、14、16及18可以用以將組分引入到混合

槽20。在一些實施例中，僅兩個材料槽12及14可以用於圖1中展示的系統中。舉例來說，稀釋劑、酸及鹼可以預混合並且混合物可以引入到材料槽12，而磨料顆粒組合物可以引入到材料槽14。在某些實施例中，多於四個(例如，五個、六個、七個或更多個)材料槽可以在圖1中展示的系統中用以將組分引入到混合槽20。

【0062】 如圖1中所示，每個泵13a、b、c、d安置在對應的材料槽12、14、16及18與對應的質量流量控制器15a、b、c、d之間並且與其流體連通。每個泵13a、b、c、d經配置以使原材料從對應的材料槽12、14、16及18通過對應的質量流量控制器15a、b、c、d移動(例如，連續地)到混合槽20。在一些實施例中，泵13a、b、c、d可以是包括密封隔膜的機電隔膜泵，一側與工作流體流體連通並且另一側與電動機驅動連通。隨著電動機驅動使隔膜彎曲，流體被泵送。

【0063】 在一些實施例中，系統可以包括與每一個材料槽12、14、16及18接觸的荷重計，以便荷重計經配置以測量材料槽中的內含物重量。舉例來說，如圖1中所示，每一個荷重計25a、25b、25c及25d可以安置在材料槽(即，槽12、14、16或18)下方以測量其內含物重量。在操作期間，每個荷重計可以監測材料槽中的內含物重量並且可以確保每一個材料槽12、14、16及18具有足夠材料以傳輸到混合槽20。在一些實施例中，荷重計可以是液壓荷重計、氣動荷重計或應變計荷重計。

【0064】 在一些實施例中，每個泵13a、b、c、d與每個材料槽12、14、16及18流體連通並且可以從材料槽12、14、16及18連續地抽吸對應的材料。每個泵13a、b、c、d的速度可以經調節(例如，獨立地調節)以改變材料移動通過對應的泵13a、b、c、d的體積流速。在一些實施例中，每個泵13a、b、c、d的速度可以經調節以調節混合槽20中連續材料流(例如，包括稀釋劑、酸、鹼及/或磨料顆粒組合物的流)的組合流的雷諾數(Reynolds number)。

【0065】 在一些實施例中，每個質量流量控制器15a、b、c、d可以包括可調節孔口及內部調節閥，所述內部調節閥在孔口上維持恆定壓降以實現恆定質量流速。通過流量控制器15a、b、c、d的質量流速可以獨立地調節以便原材料可以以所欲比例組合。舉例來說，通過流量控制器15a、b、c、d的質量流速可以經調節以實現磨料顆粒分散於拋光組合物內的目標濃度。在某些實施例中，通過流量控制器15a、b、c、d的質量流速可以經調節以調節混合槽20中的組合連續材料流的雷諾數。

【0066】 當圖1中展示的系統用以製造拋光組合物時，每個材料槽12、14、16及18可以接收以下材料中的一者或多者：稀釋劑、酸、鹼及磨料顆粒組合物。

【0067】 稀釋劑可以包括例如去離子水。在一些實施例中，與不經去離子的水相比，去離子水降低了離子活性，導致形成鹽及/或另外導致顆粒聚結。通過材料槽12、14、16及18中的一者或多者添加稀釋劑可以有助於使用濃的

酸、鹼及/或磨料顆粒組合物，這通常比輸送相應稀組合物更便宜。

【0068】 酸可以包括例如有機酸(例如，羧酸或磺酸)、無機酸(例如，鹽酸、硝酸或硫酸)或其混合物。舉例來說，酸可以包括羧酸(例如，檸檬酸、琥珀酸、乙酸、丙酸或草酸)、鹽酸、硫酸、硝酸或其混合物。在一些實施例中，通過一個或多個材料槽12、14、16及18引入的酸的初始酸濃度可以是至少約15重量%並且可以在本文所描述的連續流體工藝中稀釋以便在拋光組合物中酸的濃度小於約10重量%(例如，小於約1重量%)。

【0069】 鹼可以包括例如氫氧化鉀、氫氧化銨、季銨化合物(例如，四甲基氫氧化銨或四丁基氫氧化銨)、單乙醇胺、二乙醇胺、三乙醇胺或其混合物。在一些實施例中，鹼可以以至少約15重量%的初始濃溶液通過材料槽12、14、16及18中的一者或多者引入並且可以在本文所描述的連續流體工藝中稀釋以便在拋光組合物中鹼的濃度小於約10重量%(例如，小於約1體積%)。

【0070】 磨料顆粒組合物可以包括例如二氧化矽、二氧化鈾、二氧化鈦、氧化鋁或其混合物的水分散液。磨料顆粒組合物的一實例是膠態二氧化矽。在一些實施例中，磨料顆粒組合物可以包括至少約30重量%(例如，至少約35重量%或至少約40重量%)及/或至多約50重量%(例如，至多約45重量%或至多約40重量%)的磨料顆粒(例如，二氧化矽)。在一些實施例中，由磨料顆粒組合物製備的拋光組

合物可以包括至多約15重量%(例如，至多約12重量%、至多約10重量%或至多約8重量%)及/或至少約1重量%(例如，至少約3重量%、至少約5重量%或至少約7重量%)的磨料顆粒(例如，二氧化矽)。

【0071】 在一些實施例中，拋光組合物可以進一步包括一種或多種鹽。鹽的性質可以是中性、鹼性或酸性的。在一些實施例中，鹽可以由添加到拋光組合物中的酸及鹼形成。在一些實施例中，鹽可以獨立於上文所述的酸及鹼添加到拋光組合物中。可以包括於拋光組合物中的例示性鹽包括羧酸鹽、硫酸鹽、硝酸鹽、鹵化物鹽及磷酸鹽，例如與鉀或銨陽離子一起形成的鹽。舉例來說，鹽可以包括檸檬酸鉀、碳酸鉀、硝酸鉀、硫酸鉀、氯化鉀、硝酸銨、硫酸銨、檸檬酸銨、草酸銨。

【0072】 在一些實施例中，由此形成的拋光組合物的pH可以範圍介於至少約2(例如，至少約3、至少約4或至少約5)到至多約11(例如，至多約10、至多約9或至多約8)。

【0073】 作為一實例，材料槽12、14、16及18可以接收去離子水、氫氧化鉀、檸檬酸及pH為7的膠態二氧化矽分散液中的一者或多者，上述各者根據下文描述的方法組合成最終pH為約10.2的拋光組合物。

【0074】 如圖1中所示，摻合系統可以包括混合槽20，在所述混合槽中來自材料槽12、14、16及18的材料混合以形成膠體分散液。混合槽20通常與材料槽12、14、16及18(例如，通過質量流量控制器15a、b、c、d)流體連

通。在一些實施例中，混合槽20經配置以從材料槽12、14、16及18連續地接收材料以形成拋光組合物及向下游連續地傳送拋光組合物(例如，到包裝台24a或24b)。在一些實施例中，本文所描述的摻合系統可以包括兩個或更多個(例如，三個或四個)混合槽20。

【0075】 在一些實施例中，混合槽20可以具有一個或多個用於從材料槽12、14、16及18接收材料的入口及至少一個用於向下游傳送混合拋光組合物的出口。在一些實施例中，混合槽20在槽中不包括任何混合裝置，例如攪拌器(例如，機械或電攪拌器)或擋板。在所述實施例中，來自材料槽12、14、16及18的連續材料流當其被引入到混合槽20中時可以形成湍流並且通過此擾動混合。如本文所用，“湍流”是雷諾數高於約4000的流。在不希望受理論束縛的情況下，據相信，混合槽20中材料的湍流可以促進形成穩定拋光組合物。在某些實施例中，混合槽20可以在槽中包括混合裝置，例如攪拌器(例如，機械或電攪拌器)或擋板。舉例來說，圖4展示了包括混合裝置17的摻合系統的一實施例。

【0076】 在一些實施例中，混合槽20可以包括與混合槽20流體連通並且促進槽中的混合的再循環回路26。再循環回路26可以包括連接於混合槽20上的出口與入口之間的管道，以便混合槽20中的液體組合物可以從槽20流動通過再循環回路26回到槽20中。在一些實施例中，再循環回路26可以包括控制再循環回路26中的液體流的流速的泵

(圖1中未展示)。在一些實施例中，泵可以切斷再循環回路26以使得回路不再使用。在一些實施例中，再循環回路26可以包括一個或多個線上混合器(例如，靜態或動態混合器)。在一些實施例中，混合槽20中化學組合物的再循環在整個ACP工藝中(即，在不中斷ACP工藝的情況下)持續以確保徹底混合。

【0077】 在一些實施例中，混合槽20的體積是至少約10升(例如，至少約20升、至少約40升、至少約50升、至少約80升、至少約100升、至少約200升、至少約500升或至少約1000升)到至多約1500升(例如，至多約1200升、至多約1000升、至多約750升、至多約500升、至多約400升或至多約250升)。在不希望受理論束縛的情況下，據相信，混合槽20的體積通常可以大於常規連續工藝中典型地使用的線上混合器(例如，靜態混合器或動態混合器)的體積，以便混合槽20使得拋光組合物(例如，CMP漿液)的組分可同時組合及混合。槽體積的下限可能由原材料的量及流速決定。舉例來說，如果僅2種化學品以低流速進入混合槽20中，那麼小混合槽體積(例如，10升)可能就足夠。此外，在不希望受理論束縛的情況下，據相信，混合槽20的體積通常可以小於常規分批工藝中典型地使用的槽的體積，從而降低工藝的製造成本及環境影響。

【0078】 在操作期間，來自材料槽12、14、16及18的材料可以基本上同時連續地傳輸到混合槽20中，在所述混合槽中材料組合及混合以形成化學組合物(例如，拋光組

合物)。由此形成的化學組合物可以向下游連續地移動(例如，到過濾設備或包裝台)。在以上連續工藝期間，混合槽20中至少一種組分的量(例如，兩種、三種或所有組分的量)可以在品管步驟19中進行測量(例如，通過使用HPLC、LC-MS或ICP-OES，其全部可於賽默飛世爾科技(Thermo Fisher Scientific)，沃爾瑟姆(Waltham)，馬薩諸塞州(MA)獲得)以確定其是否在所述組分的預定範圍內。如果組分的量在預定範圍內，那麼連續工藝可以在不改造的情況下繼續。如果組分的量在預定範圍外，那麼組分的量可以經調節(例如，通過調節質量流量控制器15a、b、c、d之一)以便其落於預定範圍內。除了組分的量之外，其它品質相關參數也可以使用來自混合槽的樣品來測量。這些參數包括(但不限於)pH、電導率、密度及平均粒度。基於這些測量值，對材料流的進一步調節可以視需要來執行。在一些實施例中，對混合槽20中化學組合物的這種過程品管測量可以在不中斷連續工藝的情況下執行。在一些實施例中，這種過程品管測量可以通過使用至少一個一體地連接到混合槽20的品質確認單元來執行。品質確認單元的實例包括pH計、電導率計、濃度計及LPC(大顆粒數)計。所述品質確認單元可以一體地連接到其它系統組件(例如材料槽、儲存槽、過濾設備或連接管道)以執行過程品管測量。

【0079】 在不希望受理論束縛的情況下，據相信，與常規連續工藝(例如拋光組合物的組分使用材料槽與儲存

槽之間的線上混合器(例如，線上靜態或動態混合器)依序逐一混合的連續工藝)或常規分批工藝相比，在連續工藝中使用混合槽20可以減小產品變化並且減少產品浪費。舉例來說，本發明人令人驚訝地發現，通過圖1中展示的ACP系統製造的拋光組合物在組分(例如，每種組分)重量及/或品質相關參數(例如，pH、電導率、密度及平均粒度)方面的總批次間變化或總批次內變化是至多約1%(例如，至多約0.9%、至多約0.8%、至多約0.7%、至多約0.6%、至多約0.5%、至多約0.4%、至多約0.3%、至多約0.2%或至多約0.1%)。如本文所用，術語“批次間變化”是指最終產品的參數在不同批次之間的變化(例如，從一個批次到另一批次的平均變化)。如本文所用，術語“批次內變化”是指最終產品的參數在特定批次內的變化(例如，從一個包裝到另一包裝的平均變化)。如本文所用，術語“總變化”是指既定參數的最高變化與最低變化之間的差異。舉例來說，由此製備的拋光組合物在至少一種組分的重量方面或在至少一個品質相關參數(例如，pH、電導率、密度及平均粒度)方面的總批次間變化可以是至多約0.5%。相比之下，常規連續工藝或常規分批工藝中使用的系統及方法典型地製造出的產品在組分重量或品質相關參數(例如，pH、電導率、密度及平均粒度)方面的總批次間變化顯著高於0.5%。

【0080】 在一些實施例中，本文所描述的摻合系統在材料槽12、14、16及18與混合槽20之間不包括線上混合器(例如靜態或動態混合器)。線上混合器典型地包括混合

裝置(例如，擋板)，僅具有一個入口及一個出口，並且具有小體積(例如，至多約10升)。這種線上混合器典型地未經設計以同時混合三種或更多種組分並且因此顯著不同於混合槽20(其可以同時混合三種或更多種組分)。在一些實施例中，本文所描述的系統可以在除了材料槽12、14、16及18與混合槽20之間以外的位置處，例如在任選的再循環回路26或28中包括一個或多個線上混合器。

【0081】 在一些實施例中，圖1中展示的摻合系統可以包括任選的過濾設備22。舉例來說，當製造拋光組合物(例如，CMP漿液)時，系統可以包括用以過濾離開混合槽20的拋光組合物以去除聚結顆粒或雜質的過濾設備22。可以用作過濾設備22的過濾器的細節提供於例如2010年2月9日提交並且以美國專利申請公開2010/0320127 A1公開的標題為“流體處理(Fluid Processing)”的美國專利申請第12/702,602號中，其全部內容以引用的方式併入本文中。過濾設備可以是具有各種孔隙等級的深度/輪廓(Depth/Profile)過濾器或是膜(Membrane)過濾器。用於深度過濾器的過濾介質典型地由聚丙烯製成，而用於膜過濾器的過濾介質典型地由尼龍製成。過濾器可以購自商業來源，例如帕爾公司(Pall Corporation)(華盛頓港(Port Washington)，紐約州(NY))、英特格公司(Entegris Inc.)(比勒利卡(Billerica)，馬薩諸塞州(MA))及美國羅基有限公司(Roki America Co. Ltd.)(芬德利(Findlay)，俄亥俄州(OH))。

【0082】 在一些實施例中，任選的品管步驟23可以執行以分析經過濾的拋光組合物的內容物(例如，以確定經過濾的拋光組合物中組分的量是否在預定範圍內)。如果經過濾的拋光組合物滿足了目標規格，那麼其然後可以流動到包裝台24a或24b。在一些實施例中，在包裝台24a或24b處，拋光組合物可以直接使用(例如，在製造光滑晶片的CMP工藝中)或經包裝供未來使用(例如，在另一位置)。

【0083】 在一些實施例中，當本文所描述的ACP系統用以製造不含有顆粒或含有顆粒但其數量及/或大小並沒有意義的化學組合物(例如，顯影劑、蝕刻組合物或清潔組合物)時，過濾設備22可以省略掉或可以是精細得多並且適於過濾精細化學配製品的膜型(絕對)過濾器。

【0084】 在一些實施例中，圖1中描述的摻合系統可以包括至少一個(例如，兩個、三個或更多個)任選的儲存槽21。儲存槽21可以安置在混合槽20與任選的過濾設備22之間並且與混合槽20及過濾設備22流體連通。在一些實施例中，儲存槽21可以經配置以從混合槽20連續地接收拋光組合物。在一些實施例中，儲存槽21的相對大體積可以範圍介於至少約1,500升(例如，至少約2,000升、至少約4,000升、至少約5,000升、至少約6,000升、至少約8,000升或至少約10,000升)到至多約20,000升(例如，至多約18,000升、至多約16,000升、至多約15,000升、至多約14,000升或至多約12,000升)。在一些實施例中，儲存槽21可以用作用以存放混合槽20中形成的拋光組合物的儲

料槽。在一些實施例中，儲存槽21可以用以控制混合槽20中形成的拋光組合物的品質。舉例來說，如果不清楚混合槽20中形成的拋光組合物是否滿足目標規格，那麼拋光組合物可以首先移動到儲存槽21，在所述儲存槽中對其內容物進行測量。在證實了儲存槽21中的拋光組合物滿足目標規格後，分散液可以傳輸到過濾設備22及/或包裝台24。

【0085】 在一些實施例中，圖1中展示的系統可以在混合槽20與任選的儲存槽21之間、在任選的儲存槽21與任選的過濾設備22之間及/或在任選的過濾設備22與包裝台24之間包括任選的泵。這種泵可以與這些組件流體連通以促進流體在這些組件之間的傳輸及控制流體的體積流速。

【0086】 在一些實施例中，圖1中展示的系統可以在混合槽20與任選的儲存槽21之間、在任選的儲存槽21與任選的過濾設備22之間及/或在任選的過濾設備22與包裝台24之間包括任選的質量流量控制器。這種質量流量控制器可以與這些組件流體連通以促進流體在這些組件之間的傳輸及控制流體的質量流速。

【0087】 圖4說明了用於製造化學組合物的摻合系統的另一實施例。如圖4中所示，系統包括多個材料槽12、14、16及18，多個泵13a、13b、13c及13d，多個質量流量控制器15a、15b、15c及15d，混合槽20，連接到混合槽20的混合裝置17，任選的儲存槽21，任選的過濾設備22，包裝台24，及任選的再循環回路26。每一個材料槽12、14、16及18包括位於(未標記)槽下方的荷重計。

【0088】 儘管圖1中展示的系統已經描述為用於製造拋光組合物，但系統也可以用以製造除了拋光組合物以外的化學組合物，例如顯影劑、蝕刻組合物及清潔組合物。拋光組合物與其它化學組合物之間的一個差異在於，拋光組合物具有顆粒，而其它化學組合物可能不具有任何顆粒。在製造不含有顆粒的化學組合物的ACP系統中，材料槽12、14、16及18中的原材料進料可以包括酸、鹼及稀釋劑而不具有顆粒原材料進料。

【0089】 本發明還提供了形成化學組合物(例如，拋光組合物，例如CMP漿液)的連續方法。所述方法可以包括至少以下兩個步驟：(1)在至少一個混合槽中混合多個連續材料流以形成化學組合物，每個連續材料流含有所述化學組合物的至少一種組分；及(2)使所述化學組合物的連續流移動到所述混合槽下游的包裝台。所述混合及移動步驟可以連續地執行。在一些實施例中，所述材料及化學組物流處於過程穩態下，以便在連續操作期間工藝存在質量平衡。在一些實施例中，所述至少一個混合槽中的所述混合過程包括至少一種選自由以下組成的群組的混合方法：擾動混合所述材料流、機械攪拌所述材料流、再循環所述化學組合物及其組合。

【0090】 在一些實施例中，在於所述混合槽中混合所述多個連續材料流前，本文所描述的方法可以進一步包括提供多個材料槽，每一個材料槽含有化學組合物的至少一種組分；及使多個連續材料流從所述材料槽移動(例如，連

續地)到所述混合槽。在一些實施例中，本文所描述的方法可以進一步包括在所述混合槽中的所述混合過程之前獲得具有基本上恆定流速(例如，質量流速)的材料流。舉例來說，這可以通過使材料槽中的所述材料流連續再循環通過至少一個流體傳輸單元及至少一個流量控制單元直到達到預定流速來實現。

【0091】 在一些實施例中，本文所描述的方法可以進一步包括在不中斷所述連續工藝的情況下對所述混合槽中的所述化學組合物執行過程品管測量。舉例來說，在所述混合步驟之後，本文所描述的方法可以包括測量所述混合槽中的至少一種組分(例如，每種組分)的量以確定所述量是否在預定範圍內的測量步驟。所述測量步驟可以在不終止所述混合步驟(例如，在所述混合槽中混合組分以形成化學組合物)及/或所述移動步驟(例如，將所述化學組合物的連續流移動到包裝台)的情況下執行。如果所測量的量在預定範圍外，那麼混合槽中所述組分的量可以通過使得更多或更少的所述組分添加到混合槽中來調節。

【0092】 在一些實施例中，在使所述化學組合物的所述連續流移動到所述包裝台前(例如，在於混合槽中混合所述多個連續材料流前)，本文所描述的方法可以進一步包括至少一個選自由以下組成的群組的步驟(例如，兩個或三個步驟)：測量每個連續材料流的質量流速(例如，通過使用質量流量控制器)、測量每個連續材料流的體積流速(例如，通過使用泵)及測量供應含有至少一種組分的連續材料

流的槽中的內含物重量(例如，通過使用荷重計)。在不希望受理論束縛的情況下，據相信，這些測量可以確保通過本文所描述的ACP方法形成的化學組合物在高輸貫量工藝下可以具有高產物一致性、高產率及可靠性能。

【0093】 在一些實施例中，離開混合槽的化學組合物的連續流的相對高體積流速可以是例如至少約20升/分鐘(例如，至少約30升/分鐘、至少約40升/分鐘、至少約50升/分鐘或至少約60升/分鐘)及/或至多約1,000升/分鐘(例如，至多約500升/分鐘、至多約100升/分鐘、至多約90升/分鐘、至多約80升/分鐘、至多約70升/分鐘或至多約60升/分鐘)。因此，本文所描述的ACP方法可以具有相對高輸貫量，從而顯著增加製造效率及降低製造成本。

【0094】 在一些實施例中，在使所述化學組合物的連續流移動到包裝台前，本文所描述的方法可以包括使所述化學組合物的連續流移動到任選的儲存槽(例如，以確保離開混合槽的化學組合物滿足預定規格)。

【0095】 在一些實施例中，在使所述化學組合物的連續流移動到包裝台前，本文所描述的方法可以包括任選的過濾步驟，其包括(1)使所述化學組合物的連續流移動到過濾設備，及(2)過濾從所述混合槽離開的所述化學組合物(例如，以去除聚結顆粒或雜質)。在所述實施例中，經過濾的化學組合物然後可以移動到包裝台，在所述包裝台中化學組合物可以直接使用或包裝成供未來使用的產品。在本文所描述的方法不包括過濾步驟的實施例中，離開混合

槽的化學組合物可以直接傳輸到包裝台。

【0096】 在一些實施例中，本文所描述的方法中至少兩個(例如，三個、四個、五個或所有)以下子步驟可以連續地執行：(1)使多個連續材料流從材料槽移動到混合槽，(2)在混合槽中混合多個連續材料流以形成化學組合物，(3)使化學組合物的連續流移動到任選的儲存槽，(4)使化學組合物的連續流移動到任選的過濾設備，(5)任選地過濾化學組合物，及(6)使化學組合物(例如，經過濾的化學組合物)移動到包裝台。

【0097】 在一些實施例中，本文所描述的ACP方法可以通過使用圖1中說明的系統來執行。參考圖1，本文所描述的ACP方法可以包括提供多個材料槽12、14、16及18，每一個材料槽含有化學組合物(例如，拋光組合物，例如CMP漿液)的至少一種組分。多個連續材料流(各自含有化學組合物的至少一種組分)然後可以通過使用泵13a、b、c、d從材料槽12、14、16及18移動到混合槽20。在使連續材料流移動到混合槽20前，所有原材料(例如CMP漿液的組分)可以通過再循環回路(例如，回路28)以獲得所欲值下的基本上恆定流速。在混合槽20中，組分可以連續地組合及混合以形成化學組合物。多個連續材料流的質量流速可以通過使用質量流量控制器15a、b、c、d連續地測量及調節以確保適當量的組分添加到混合槽20中以形成所欲化學組合物。每個連續材料流的體積流速及每個材料槽12、14、16及18中的內含物重量也可以經測量及監測以確

保形成所欲化學組合物。

【0098】 品管步驟19然後可以執行以測量混合槽20中至少一種組分(例如，兩種、三種或所有組分)的量以確定所述量是否在預定範圍內。此步驟可以在不中斷連續方法(例如終止連續方法中的其它連續步驟(例如，混合步驟或使化學組合物的連續流向下游移動的步驟))的情況下執行。

【0099】 當圖1中展示的系統包括過濾設備22(例如，以製造拋光組合物)時，混合槽20中形成的化學組合物的連續流可以移動到過濾設備22以過濾化學組合物。經過濾的化學組合物然後可以移動到包裝台24，在所述包裝台中化學組合物可以直接使用或包裝成供未來使用的產品。

【0100】 在化學組合物移動到包裝台24前，任選的品管步驟23可以執行以分析化學組合物的內容物(例如，以確定化學組合物中組分的量是否在預定範圍內)。如果化學組合物滿足了目標規格，那麼其然後可以流動到包裝台24。

【0101】 在圖1中展示的系統在混合槽20與過濾設備22之間包括儲存槽21的實施例中，所述連續方法可以包括使化學組合物的連續流從混合槽20移動到儲存槽21並且從儲存槽21移動到過濾設備22。

【0102】 雖然已經公開了某些實施例，但其它實施例也是可能的。

【0103】 在一些實施例中，雖然結合圖1及4中展示的系統描述了泵，但其它流體傳輸單元(例如重力進料單元、加壓槽或虹吸管進料單元)也可以用於本發明中所描述的摻合系統中。

【0104】 在一些實施例中，雖然結合圖1及4中展示的系統描述了質量流量控制器，但其它流體流量控制器單元(例如體積流量控制器)也可以用於本發明中所描述的摻合系統中。

【0105】 本文引用的所有出版物(例如，專利、專利申請公開及論文)的內容以全文引用的方式併入本文中。

【0106】 以下實例是說明性的並且並不打算限制性的。

實例

實例1、2及3的概述：

【0107】 下文展示了三個代表性實例。這些實例將本發明中所描述的ACP工藝與常規分批工藝(下文也稱為“分批工藝”，如圖2中所示)及常規連續工藝(下文也稱為“連續工藝”，如圖3中所示)比較。對於三個實例中的每一者，測試結果都經100個製造批次收集。

實例1：生產輸質量實驗

【0108】 對ACP工藝、常規分批工藝及常規連續工藝執行輸質量分析的詳細研究。下文描述了用於這三種工藝的程序。

分批工藝(比較)

【0109】 使用分批製造工藝製造100批次的拋光組合物。拋光組合物含有化學品、水及二氧化矽磨料顆粒。化學品包括羧酸(酸2)、有機鹼(鹼2)及其它化學品。如圖2中所說明，對於每個批次，將以上化學品及水逐一從材料槽12、13及16通過泵13a、b、c及質量流量控制器15a、b、c泵送到3000加侖的槽20(其充當混合槽及儲存槽兩者)中。然後將二氧化矽磨料分散液從材料槽18通過泵13d及質量流量控制器15d泵送到槽20中。槽20含有槳型混合器17，所述混合器經促動以混合所有組分。在數小時的混合之後，開始過濾及包裝操作。具體來說，將來自所述槽的混合拋光組合物泵送通過過濾設備20(其含有若干過濾器組)到容納成品產品的包裝台24(其包括圓筒(drum)或搬運箱(tote))中。對經包裝的拋光組合物執行品管。通過用所包裝的加侖數除以用以製造所述特定批次拋光組合物的總時間來測量生產輸貫量。總時間包括引入所有化學品、水及磨料分散液的時間，混合時間，及過濾及包裝時間。標準化輸貫量數據概述於圖5中。

連續工藝(比較)

【0110】 使用連續靜態混合器摻合工藝製造100批次的拋光組合物。拋光組合物類似於通過分批工藝制得的拋光組合物，但其含有酸1及鹼1(而非酸2及鹼2)。在此工藝中，例如化學品、水及磨料分散液的原材料使用多個線上靜態混合器混合。這如下依序進行：

如圖3中所說明，將原材料1及原材料2從材料槽12及

14通過泵13a、b及質量流量控制器15a、b泵送到第一線上靜態混合器17a中。然後將混合器17a中的此混合物及來自材料槽16的原材料3泵送到第二線上靜態混合器17b中。然後將混合器17b中的此混合物及來自材料槽18的原材料4泵送到第三線上靜態混合器17c中。將材料3及4通過使用泵13c、d及質量流量控制器15c、d泵送到線上混合器17b、c中。此連續流工藝繼續直到所有原材料混合。最終，將由此獲得的混合物引入到儲存槽21中。對所選參數(例如，電導率)執行快速品管步驟19，並且將經混合的拋光組合物傳送到過濾台22並且然後傳送到包裝台24。連續工藝繼續直到一定數量的圓筒或搬運箱被填滿。通過用所包裝的加侖數除以總生產時間來測量生產輸質量。標準化輸質量數據概述於圖5中。

本發明的先進連續工藝(ACP)

【0111】 使用圖1或4中描述的摻合系統來製造100批次的相同拋光組合物。

【0112】 通過用所包裝的加侖數除以生產時間來測量ACP工藝的生產輸質量。

【0113】 分批、連續及ACP工藝的以加侖/單位時間為單位的標準化輸質量展示於圖5中。如圖5中可以看出，當分批工藝的標準化輸質量是100加侖/分鐘時，連續工藝的輸質量是293加侖/分鐘並且ACP工藝的輸質量是356加侖/分鐘。換句話說，ACP工藝的輸質量是分批工藝的輸質量的約3.5倍及連續工藝的輸質量的約1.2倍。圖5明顯證實，

與比較分批及連續工藝相比，本發明中所描述的ACP工藝具有顯著更大的輸質量，這將實現相當大的成本節約。

實例2：產品整體品質及生產工藝一致性實驗

【0114】 執行詳細研究以分析獲自實例1中描述的三種工藝的產品的品質及工藝變化如何影響產品品質。如先前所陳述，收集以下三種工藝中的每一者的100個生產運行的分析QC數據/工藝參數：分批、連續及ACP。對於三種樣品，測量成品批次的這些參數。因此，對於每種製造工藝，因為存在100個生產運行，所以對於任何參數都收集了300個數據點。分別從特定批次的起始包裝(例如，第一圓筒)、所述批次的中間包裝及同一批次的最後包裝獲取所述批次中的三種樣品。

【0115】 一般來說，組合物中的每種組分具有特定電子遷移率。通過電導率測量個別組分的電子遷移率。組合物的整體電導率是組分的個別電導率的總和。因此，如果多個生產批次的電導率一致，那麼表明工藝變化最小並且最終產品的品質視為良好。因此，組合物的電導率“變化”可能是整體產品品質及生產工藝一致性的關鍵指示。

【0116】，在此實例中，對於三種工藝中的每一者，測量100個生產運行中的每一者的電導率。電導率使用梅特勒托利多(METTLER TOLEDO)S-47 pH/電導率計進行測量。計算通過電導率計測量的電導率值的平均值。隨後，對於3種工藝中的每一者，以與此平均值的標準差形式測量標準化電導率變化。分批、連續及ACP工藝的標準化總

批次間電導率變化及標準化 $\pm$ 批次間電導率變化繪製於圖6中。應注意， $\pm$ 變化是總變化的一半。圖6明顯證實，ACP工藝令人驚訝地優於兩種常規製造工藝，ACP工藝的總批次間電導率變化(即，0.52)顯著小於分批工藝的總批次間電導率變化(即，0.75)或連續工藝的總批次間電導率變化(即，0.79)。因此，ACP工藝的產品品質遠優於兩種比較工藝並且ACP工藝的生產工藝一致性遠勝於兩種比較工藝。

實例3：產品組分品質及原材料進料一致性實驗

【0117】 半導體工業在消耗產品品質方面非常嚴格，因為消耗品整體地影響其最終晶片產品的產率。因此，對於例如拋光組合物或化學組合物的消耗品，監測個別原始組分的濃度並且將其報告於隨附於出售的產品的分析證明書(Certificate of Analysis)中。因此，必要的是，每種產品組分的品質/濃度令人滿意，並且產品的個別組分的濃度變化最小。如果原材料(例如，酸或鹼)的濃度落在由消費者界定的控制界限外，那麼產品視為不可銷售並且必須由供應商丟棄，從而導致產品浪費。

【0118】 因此，執行實驗以確定獲自實例1中描述的三種工藝的產品的組分的濃度一致性。對於三種工藝中的每一者，以與實例2中所描述方式一致的取樣方式測量100個生產運行的酸及鹼濃度。為了測量酸或鹼的濃度，使用由賽默飛世爾科技公司供應的HPLC。在連續工藝中分析鹼1及酸1，而在分批工藝中分析鹼2及酸2。對於ACP工

藝，分析鹼1、鹼2、酸1及酸2所有四者。如從圖7可以看出，ACP的標準化酸/鹼總批次間變化令人驚訝地遠小於獲自分批及連續工藝的變化。這證實，ACP產品的個別組分的濃度的一致性要高得多。具體來說，酸1及鹼1的獲自連續工藝的總批次間變化分別是9.9及1.62，其顯著高於獲自ACP工藝的變化，即酸1的0.92及鹼1的0.89。類似地，酸2及鹼2的獲自分批工藝的總批次間變化分別是0.75及1.14，其顯著高於獲自ACP工藝的變化，即酸2的0.57及鹼2的0.59。

【0119】 因此，此實例進一步證實了ACP工藝相比於兩種比較工藝的優越性。

【0120】 其它實施例在以上申請專利範圍的範圍內。

【符號說明】

【0121】

12、14、16、18...材料槽

13a、13b、13c、13d...泵

15a、15b、15c、15d、15e...質量流量控制器

17...混合裝置

17a、17b、17c...混合器

19、23...品管步驟

20...混合槽

21...儲存槽

22...過濾設備

24、24a、24b...包裝台

25、25a、25b、25c、25d...荷重計

26、28...再循環回路

27...切換閥

【發明申請專利範圍】

【第1項】 一種形成化學組合物的方法，所述方法包含：

混合步驟，在至少一個混合槽中混合多個連續材料流以形成一化學組合物，每個連續材料流是液體且包含所述化學組合物的至少一組分，該至少一個混合槽的體積是約10升到約1500升；及

移動步驟，使所述化學組合物的連續流移動到所述至少一個混合槽下游的包裝台；

其中所述混合及移動步驟係連續地執行，

其中所述材料流及化學組合物之流係處於過程中的穩態下(in-process steady state)；並且

其中在所述至少一個混合槽中的所述混合步驟包含至少一種選自由以下組成的群組的混合方式：擾動混合所述材料流、機械攪拌所述材料流、再循環所述化學組合物、及其等之組合。

【第2項】 如請求項1所述的方法，其進一步包含在所述混合步驟之前獲得具有基本上恆定流速的材料流。

【第3項】 如請求項2所述的方法，其中獲得具有基本上恆定流速的材料流係包含使材料槽中的所述材料流連續再循環通過至少一個流體傳輸單元及至少一個流量控制單元直到達到預定流速。

【第4項】 如請求項1所述的方法，其進一步包含在不中斷該連續過程的情況下對該混合槽中的該化學組合物

執行一過程中的品管測量。

【第5項】 如請求項1所述的方法，其中所述混合槽的體積是約40升到約1500升。

【第6項】 如請求項1所述的方法，其中所述化學組合物是由包含以下的組分製備的拋光組合物：稀釋劑、酸、鹼、鹽及磨料顆粒。

【第7項】 如請求項6所述的方法，其中所述稀釋劑包含去離子水。

【第8項】 如請求項6所述的方法，其中所述酸包含有機酸、無機酸或其混合物。

【第9項】 如請求項6所述的方法，其中所述鹼包含氫氧化鉀、氫氧化銨、單乙醇胺、二乙醇胺、三乙醇胺、四級銨化合物或其混合物。

【第10項】 如請求項6所述的方法，其中所述鹽包含檸檬酸鉀、碳酸鉀、硝酸銨、硫酸銨、檸檬酸銨、草酸銨、硝酸鉀、硫酸鉀、氯化鉀或其混合物。

【第11項】 如請求項6所述的方法，其中所述磨料顆粒包含二氧化矽、氧化銻、二氧化鈦、氧化鋁或其混合物。

【第12項】 如請求項6所述的方法，其中所述磨料顆粒包含膠態二氧化矽。

【第13項】 如請求項12所述的方法，其中所述化學組合物的所述連續流包含至多約50重量%二氧化矽。

【第14項】 如請求項1所述的方法，其中所述化學組合物的連續流的pH是約2到約11。

【第15項】 如請求項14所述的方法，其中所述化學組合物的所述連續流的pH是約2到約9。

【第16項】 如請求項1所述的方法，其進一步包含在包裝之前使所述化學組合物連續地移動到儲存槽中。

【第17項】 如請求項1所述的方法，其進一步包含在使所述化學組合物的所述連續流移動到所述包裝台前過濾所述化學組合物的所述連續流。

【第18項】 如請求項1所述的方法，其中離開所述混合槽的所述化學組合物的所述連續流的體積流速是至少約20升/分鐘。

【第19項】 如請求項1所述的方法，其中該方法形成化學組合物，其於一組分之重量方面的總批次間變化為至多約1%。

【第20項】 如請求項1所述的方法，其中所述方法形成化學組合物，其於一組分之重量方面的總批次內變化為至多約1%。

【第21項】 一種系統，其包含：

多個材料槽，每個材料槽經配置以接收用以形成化學組合物的材料；

至少一個混合槽，在該混合槽中來自該材料槽的所述材料係經混合以形成一化學組合物，其中該混合槽的體積是約10升到約1500升，該混合槽與該多個材料槽流體連通，所述混合槽經配置以從所述材料槽連續地接收所述材料及向下游連續地傳送所述化學組合物，並且所述混合槽

任選地包含一再循環回路，其與所述混合槽流體連通；

任選地至少一個儲存槽，其係於所述混合槽下游並且與所述混合槽流體連通；及

任選地至少一個過濾設備，其係與所述混合槽或所述任選的儲存槽流體連通，所述過濾設備經配置以接收及過濾所述化學組合物；

其中所述系統在每個材料槽與所述混合槽之間不包括線上靜態或動態混合器。

【第22項】 如請求項21所述的系統，其中所述混合槽包含至少一個混合系統。

【第23項】 如請求項22所述的系統，其中所述混合系統包含攪動器、渦流、擾動混合器、再循環回路或其組合。

【第24項】 如請求項21所述的系統，其進一步包含至少一個一體地連接到系統組件的品質確認單元。

【第25項】 如請求項24所述的系統，其中所述品質確認單元包含pH計、電導率計、濃度計或LPC(大顆粒數)計。

【第26項】 如請求項21所述的系統，其進一步包含一與每個材料槽流體連通的流體傳輸單元，所述流體傳輸單元經配置以將每個材料槽中的所述材料連續地傳輸到所述混合槽。

【第27項】 如請求項21所述的系統，其進一步在每個材料槽與所述混合槽之間包含流體流量控制器單元，所述流體流量控制器單元經配置以調節所述材料從每個材料槽傳輸到所述混合槽的流速。

【第28項】 如請求項21所述的系統，其中所述系統包含一與每個材料槽接觸的荷重計，所述荷重計經配置以測量每個材料槽中的內含物重量。

【第29項】 如請求項21所述的系統，其中所述系統包含所述儲存槽，所述儲存槽經配置以從所述混合槽連續地接收所述化學組合物。

【第30項】 如請求項29所述的系統，其中所述儲存槽的體積是約1,500升到約20,000升。

【第31項】 如請求項21所述的系統，其中所述系統包含所述過濾設備。

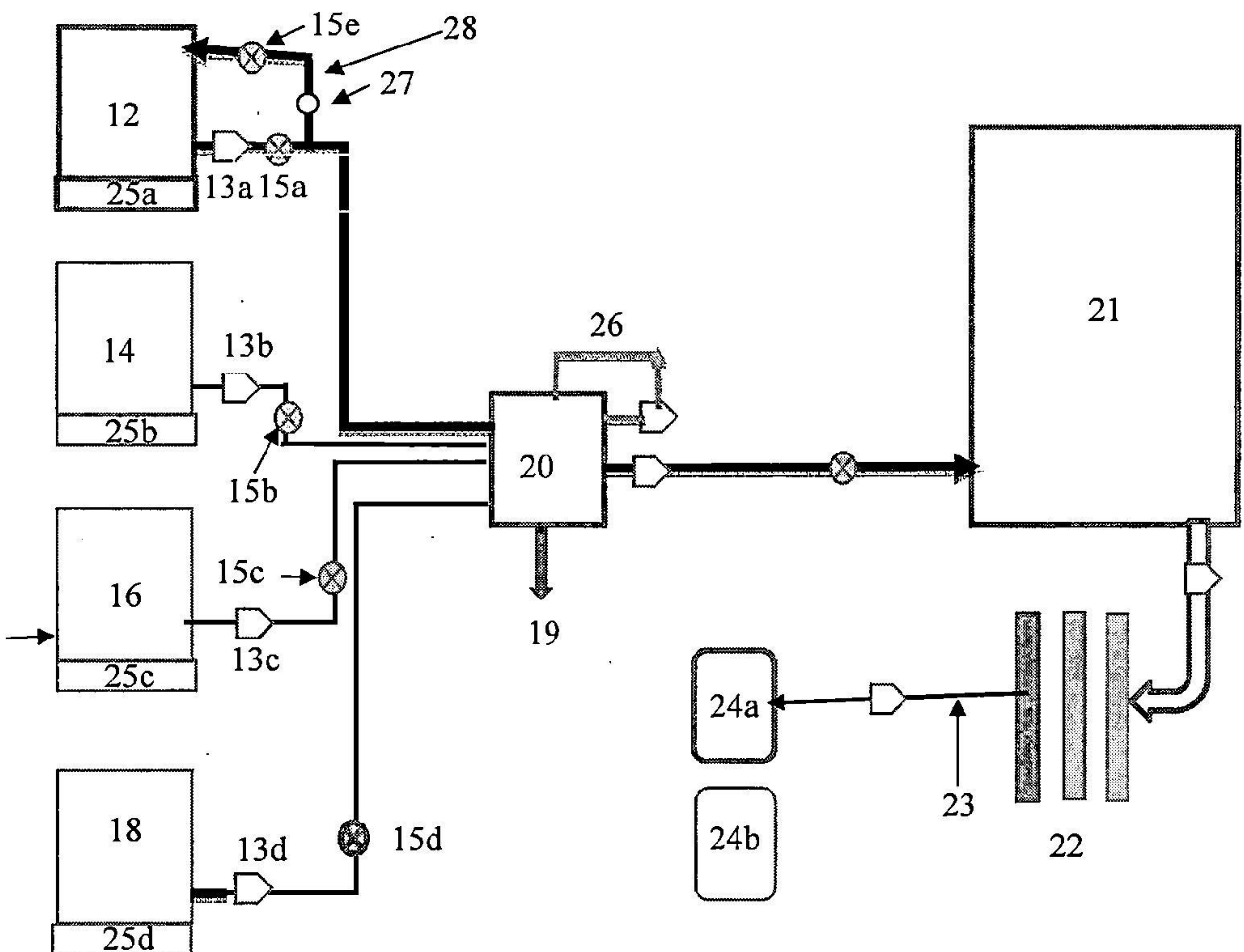
【第32項】 如請求項21所述的系統，其進一步在所述混合槽的下游包含包裝台，所述包裝台經配置以包裝所述化學組合物。

【第33項】 如請求項21所述的系統，其進一步包含多個流體傳輸單元，其中每個流體傳輸單元經配置以將材料從一系統組件連續地傳輸到另一系統組件。

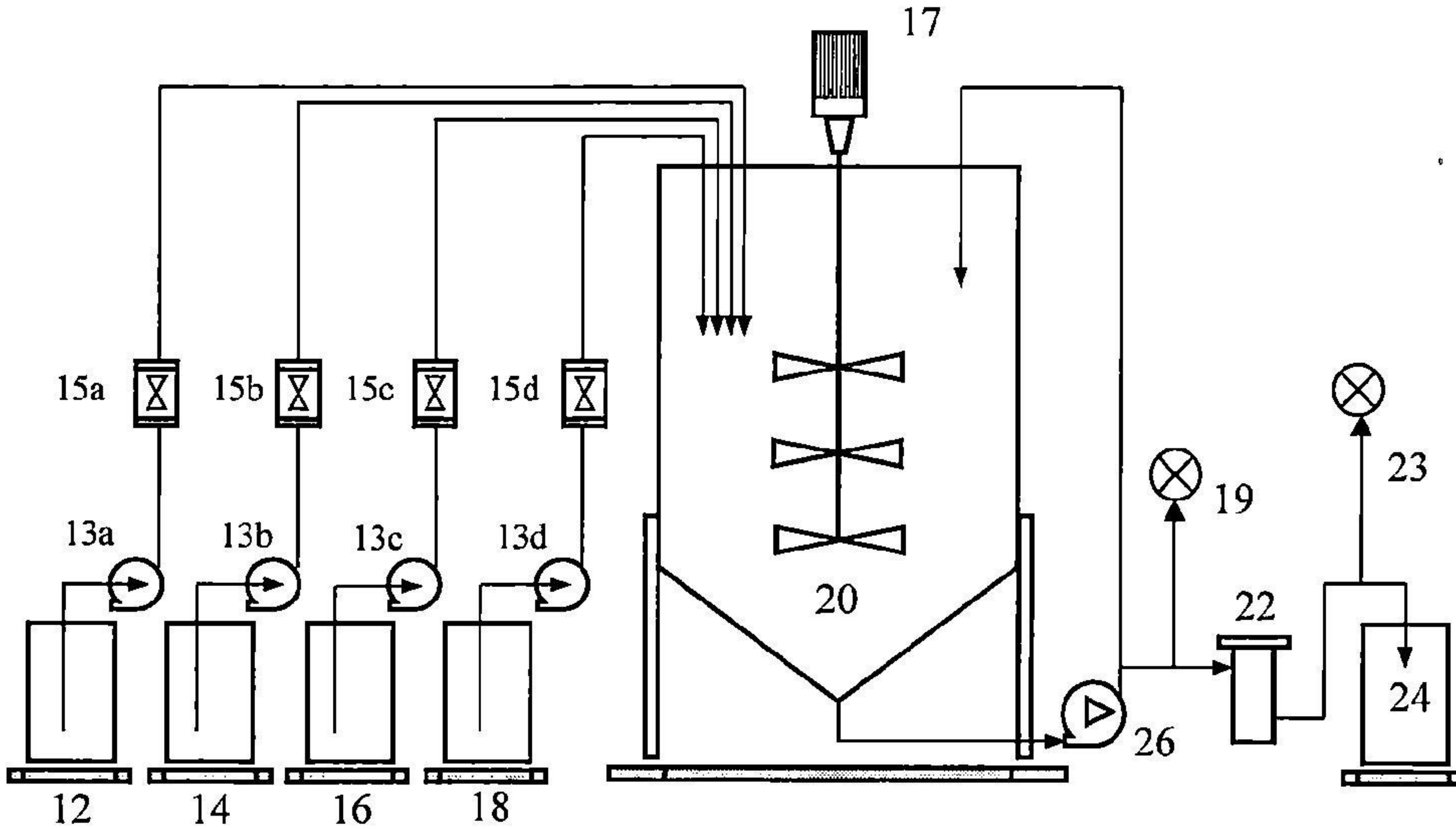
【第34項】 如請求項21所述的系統，其進一步包含至少一個加熱單元，其中所述加熱單元經配置以獨立地加熱系統組件。

【第35項】 如請求項21所述的系統，其中所述系統包含所述再循環回路，所述再循環回路經配置以使所述化學組合物再循環回到所述混合槽。

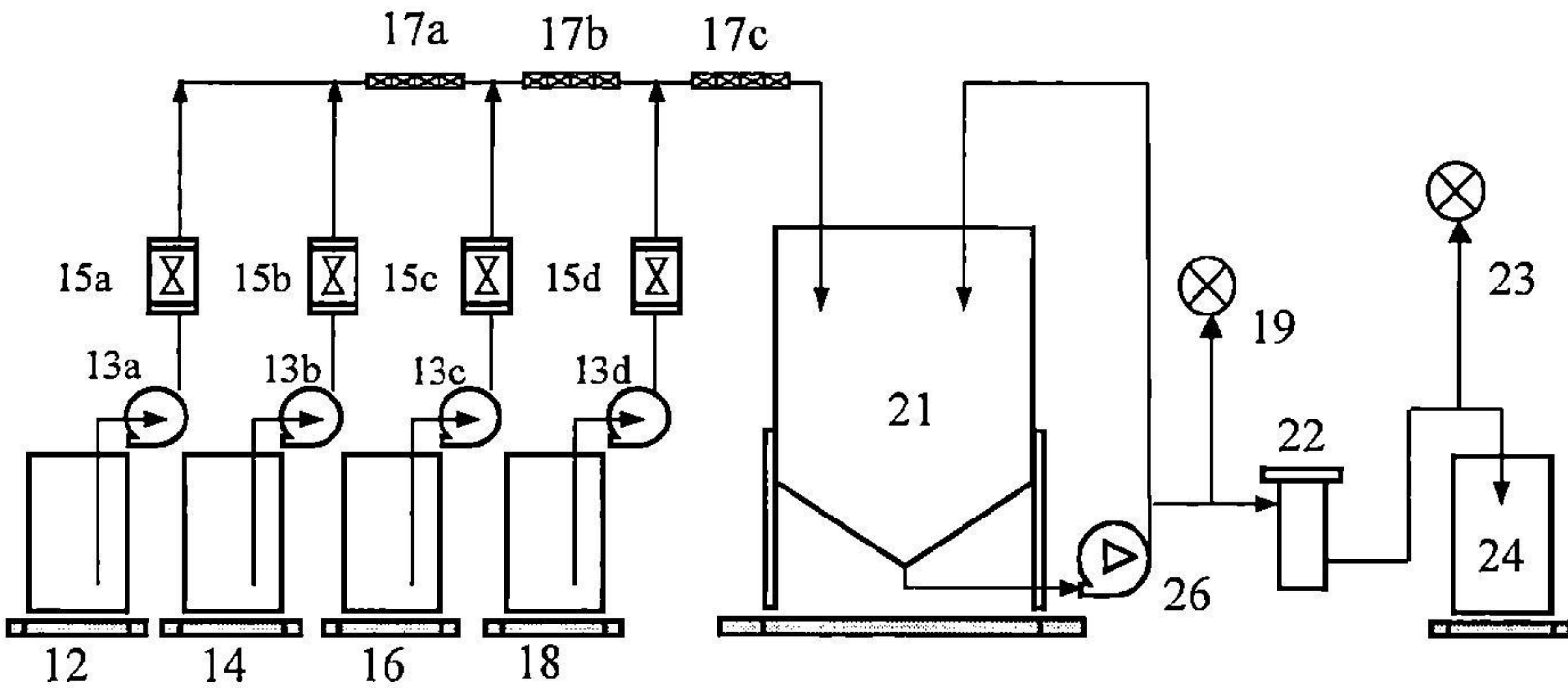
【發明圖式】



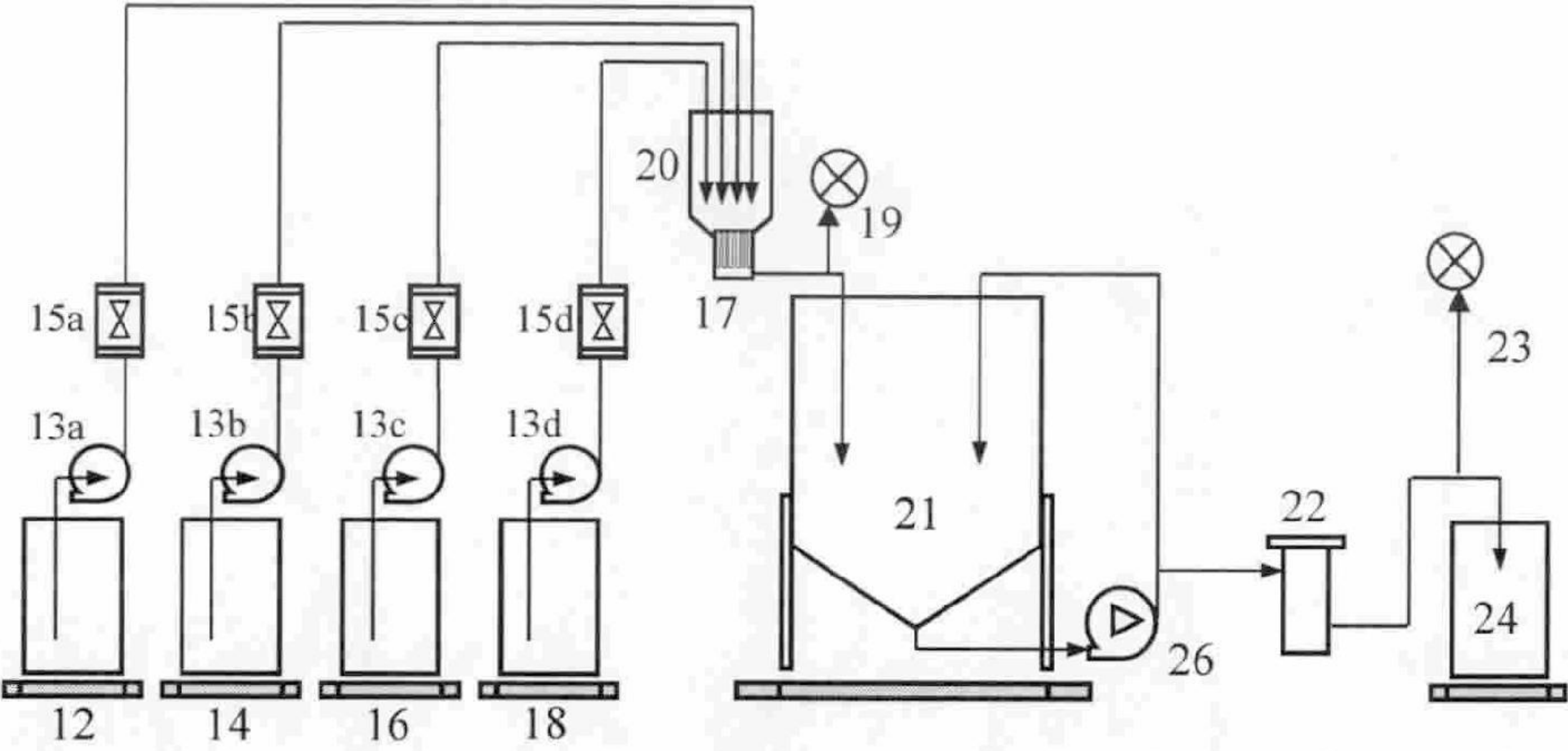
【圖1】



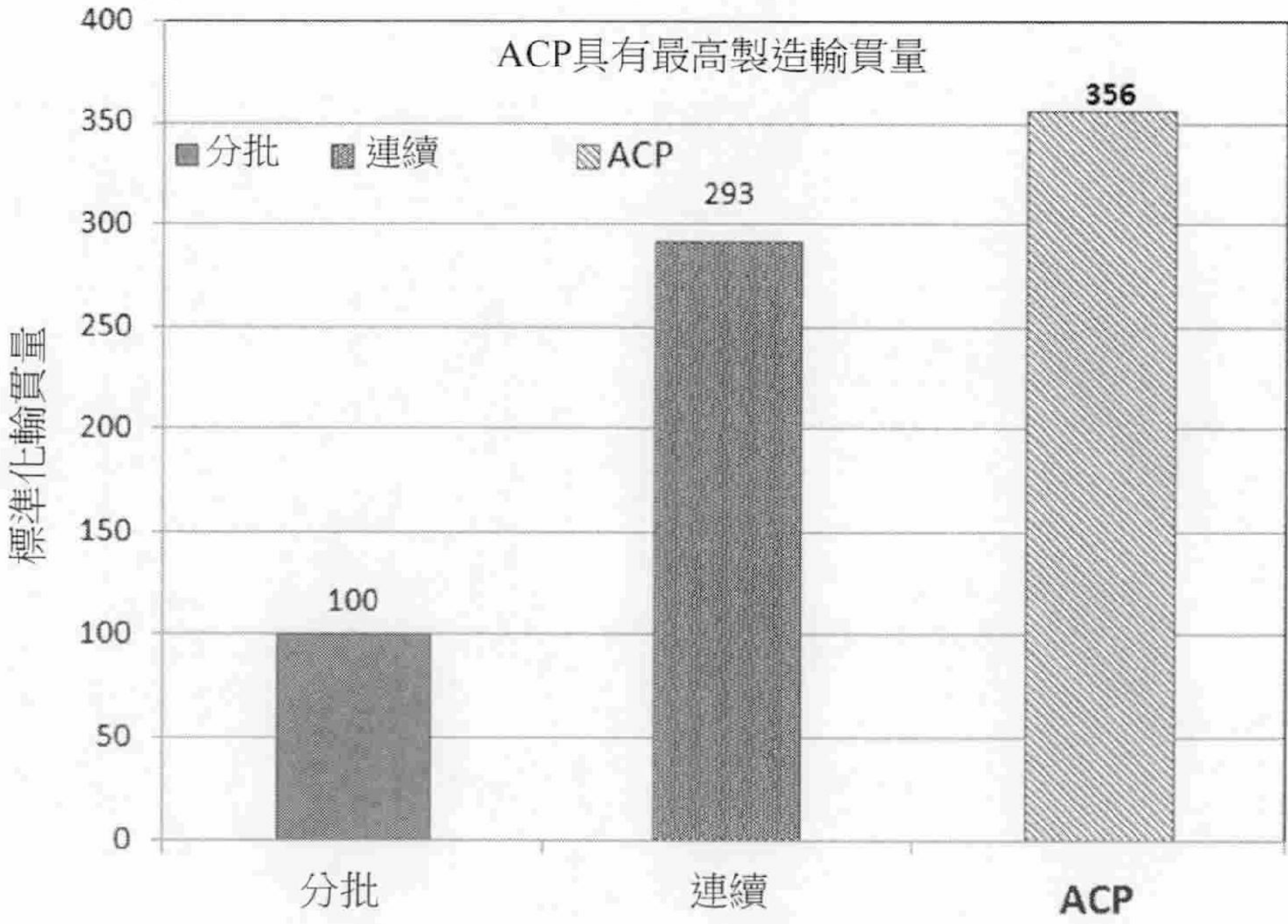
【圖2】



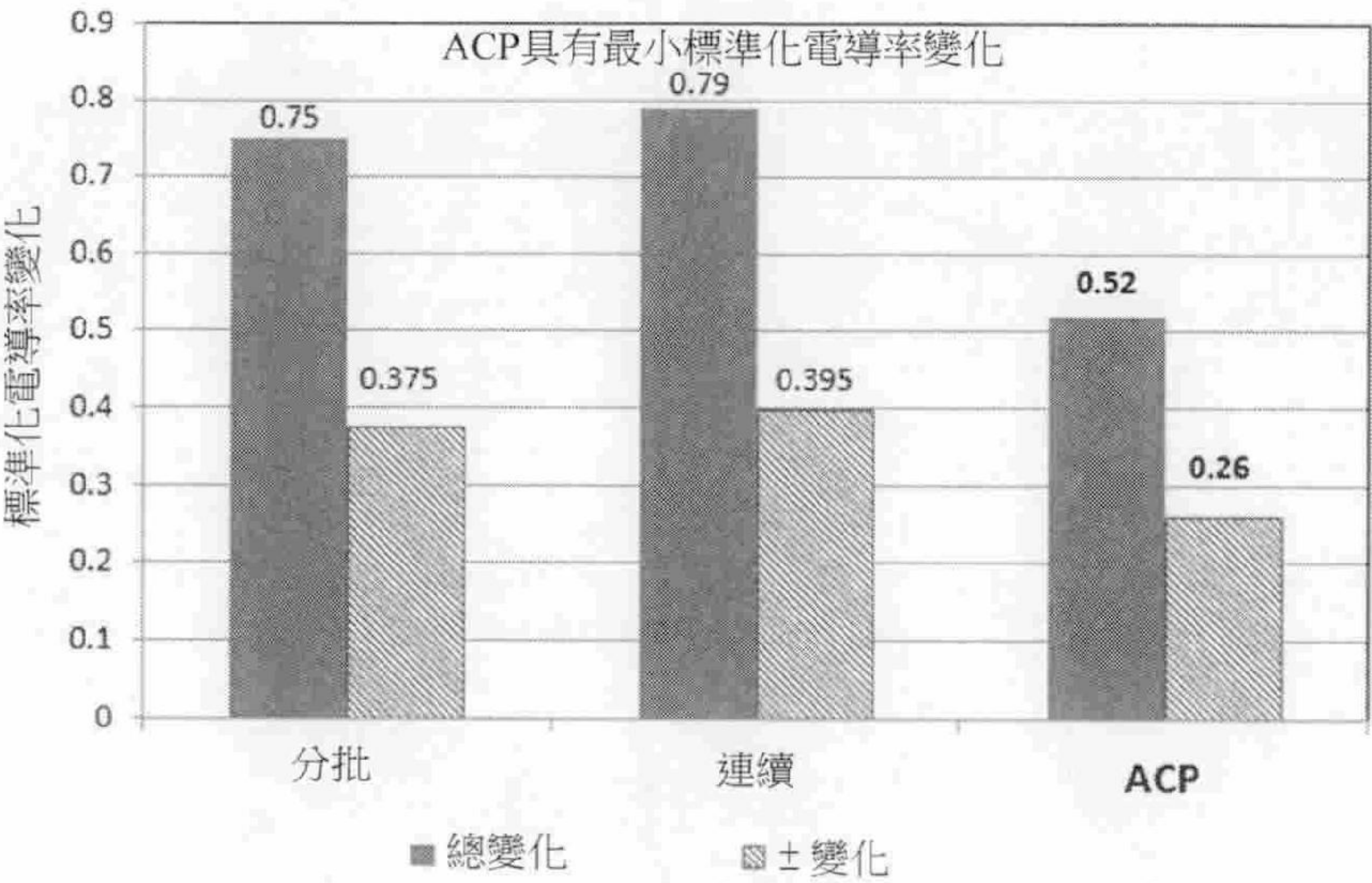
【圖3】



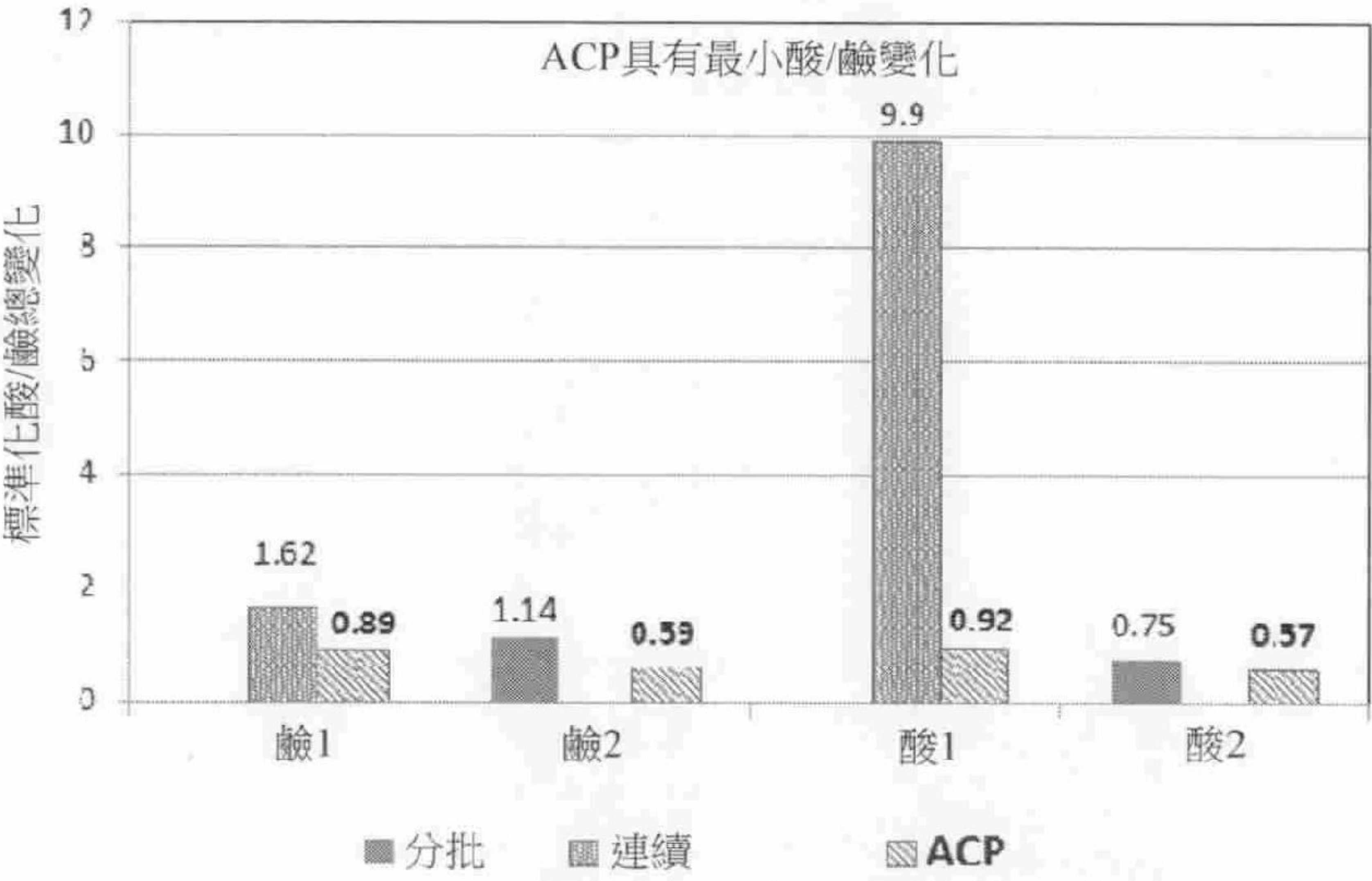
【圖4】



【圖5】



【圖6】



【圖7】