

(12) 按照专利合作条约所公布的国际申请

(19) 世界知识产权组织
国际局

(43) 国际公布日
2019 年 4 月 25 日 (25.04.2019)



(10) 国际公布号
WO 2019/075898 A1

(51) 国际专利分类号:
H01L 21/768 (2006.01) **C25D 7/12** (2006.01)

(21) 国际申请号: PCT/CN2017/117068

(22) 国际申请日: 2017 年 12 月 19 日 (19.12.2017)

(25) 申请语言: 中文

(26) 公布语言: 中文

(30) 优先权:
201710992119.5 2017 年 10 月 19 日 (19.10.2017) CN

(71) 申请人: 华中科技大学(HUAZHONG UNIVERSITY OF SCIENCE AND TECHNOLOGY) [CN/CN]; 中国湖北省武汉市洪山路喻路 1037 号, Hubei 430074 (CN)。

(72) 发明人: 李操 (LI, Cao); 中国湖北省武汉市洪山路喻路 1037 号, Hubei 430074 (CN)。 费鹏 (FEI, Peng); 中国湖北省武汉市洪山路喻路 1037 号, Hubei 430074 (CN)。 刘胜 (LIU,

Sheng); 中国湖北省武汉市洪山路喻路 1037 号, Hubei 430074 (CN)。

(74) 代理人: 华中科技大学专利中心 (HUAZHONG UNIVERSITY OF SCIENCE AND TECHNOLOGY PATENT AGENCY CENTER); 中国湖北省武汉市洪山区珞喻路 1037 号华中科技大学东一楼 340 室, Hubei 430074 (CN)。

(81) 指定国(除另有指明, 要求每一种可提供的国家保护): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW。

(54) Title: THREE-STEP PRE-WETTING METHOD IN THROUGH-SILICON-VIA ELECTROPLATING

(54) 发明名称: 一种硅通孔电镀的三步预浸润方法

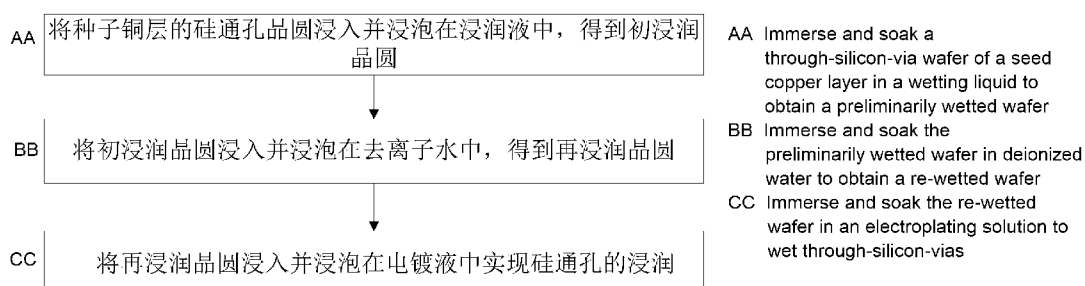


图 1

(57) Abstract: A three-step pre-wetting method in through-silicon-via electroplating, comprising: immersing and soaking a through-silicon-via wafer of a seed copper layer in a wetting liquid, to obtain a preliminarily wetted wafer when the through-silicon-via wafer of the seed copper layer is completely wetted; immersing and soaking the preliminarily wetted wafer in deionized water to obtain a re-wetted wafer; and immersing and soaking the re-wetted wafer in an electroplating solution such that solute in the electroplating solution is diffused into through-silicon-vias to wet the interiors of the through-silicon-vias. By means of the method, wetting of through-silicon-vias with high aspect ratios can be implemented, the problem of fall-off of the seed layer is avoided, the costs are reduced, the process time is greatly shortened, and the efficiency is improved.

(57) 摘要: 一种硅通孔电镀的三步预浸润方法, 包括: 将种子铜层的硅通孔晶圆浸入并浸泡在浸润液中, 当种子铜层的硅通孔晶圆完全被浸润时, 得到初浸润晶圆; 将初浸润晶圆浸入并浸泡在去离子水中, 得到再浸润晶圆; 将再浸润晶圆浸入并浸泡在电镀液中, 此时电镀液中的溶质扩散至硅通孔内部, 从而实现硅通孔的孔内部浸润。上述方法可以实现高得多的深径比的硅通孔的浸润, 而且不会导致种子层脱落等问题, 降低了成本, 大大缩短了工艺时间, 提高了效率。

(84) 指定国(除另有指明, 要求每一种可提供的地区保护): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), 欧亚 (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), 欧洲 (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG)。

本国际公布:

— 包括国际检索报告(条约第21条(3))。

一种硅通孔电镀的三步预浸润方法

[技术领域]

本发明属于 3D 封装领域，更具体地，涉及一种硅通孔电镀的三步预浸润方法。

[背景技术]

硅通孔电镀中，小孔径的 TSV（硅通孔）可以支持更高的电路密度。然而，较小的孔径意味着更高的深径比，此外，为了兼容其他 3D 集成过程，TSV 电镀过程中往往是在晶圆减薄之前完成，这意味着必须电镀填充深径比超过 10:1 的盲孔。由于电镀液表面张力的存在，这样的深径比会使镀液很难完全浸润盲孔内部，这会导致盲孔电镀后内部存在孔隙甚至完全无法填充。

高的真空度可浸润的深径比越高，因此对于高深径比的 TSV，需要使用昂贵的真空泵和复杂的工艺程序。同时，由于水的沸点在高真空度环境中会大大降低，容易沸腾，因此抽真空浸润还需要对温度环境进行严格控制。此外，对于有特殊结构的芯片，例如带薄膜结构的压力传感器芯片，还容易对其特殊结构造成不可逆损坏，导致 TSV 技术与芯片制造工艺的不兼容问题。超声波浴方法容易导致种子层脱落，且对于高深径比的 TSV 效果不理想，可靠性低。

由此可见，现有技术存在成本高、工艺复杂、容易导致种子层脱落、效率低且效果不理想的技术问题。

[发明内容]

针对现有技术的以上缺陷或改进需求，本发明提供了一种硅通孔电镀的三步预浸润方法，由此解决现有技术存在成本高、工艺复杂、容易导致

种子层脱落、效率低且效果不理想的技术问题。

为实现上述目的，本发明提供了一种硅通孔电镀的三步预浸润方法，包括：

(1) 将种子铜层的硅通孔晶圆浸入并浸泡在浸润液中，当种子铜层的硅通孔晶圆完全被浸润时，得到初浸润晶圆；

(2) 将初浸润晶圆浸入并浸泡在去离子水中，得到再浸润晶圆；

(3) 将再浸润晶圆浸入并浸泡在电镀液中，此时电镀液中的溶质扩散至硅通孔内部，从而实现硅通孔的孔内部浸润。

进一步的，步骤(1)的具体实现方式为：将种子铜层的硅通孔晶圆浸入并浸泡在浸润液中，种子铜层的硅通孔晶圆与浸润液的液面夹角为 0° 至 90° ，种子铜层的硅通孔晶圆的浸入速度小于等于 20mm/s ，当种子铜层的硅通孔晶圆完全被浸润时，得到初浸润晶圆，所述硅通孔的孔径为 $3\mu\text{m}$ - $50\mu\text{m}$ 、孔深径比为 $15:1$ - $1:1$ 。

进一步的，步骤(2)的具体实现方式为：将初浸润晶圆浸入并浸泡在去离子水中，初浸润晶圆与去离子水的液面夹角为 0° 至 90° ，初浸润晶圆的浸入速度大于等于 3mm/s ，得到再浸润晶圆。

进一步的，步骤(3)的具体实现方式为：将再浸润晶圆浸入并浸泡在电镀液中，再浸润晶圆与电镀液的液面夹角为 0° 至 90° ，再浸润晶圆的浸入速度大于等于 3mm/s ，此时电镀液中的溶质扩散至硅通孔内部，从而实现硅通孔的孔内部浸润。

进一步的，浸润液为无水乙醇、丙酮或者异丙醇。

总体而言，通过本发明所构思的以上技术方案与现有技术相比，能够取得下列有益效果：

(1) 采用本发明的预浸润方法，可以实现与抽真空相同的预浸润效果，且省去了昂贵抽真空设备，降低了成本，同时相对于较长的抽真空过程，大大缩短了工艺时间，提高了效率；

(2) 本发明对于一些具有特殊脆弱结构的芯片或晶圆，例如带薄膜空腔结构的压力传感器芯片，由于其没有产生较明显的力学过程，因此也不对其特殊结构造成破坏；

(3) 本发明相对于超声波浴的预浸润方法，可以实现高的多的深径比的 TSV 的浸润，而且不会导致种子层脱落等问题。

(4) 将种子铜层的硅通孔晶圆浸入并浸泡在浸润液中，确保 TSV 完全被浸润，将初浸润晶圆浸入并浸泡在去离子水中，浸入速度大于等于 3mm/s，保证孔内浸润液挥发之前浸入到去离子水中，去离子水不影响电镀液，将再浸润晶圆浸入并浸泡在电镀液中，浸入速度大于等于 3mm/s，保证孔内去离子水挥发之前浸入电镀液中，可以实现高的多的深径比的硅通孔的浸润，而且不会导致种子层脱落等问题，降低了成本，大大缩短了工艺时间，提高了效率。

[附图说明]

图 1 是本发明实施例提供的一种硅通孔电镀的三步预浸润方法的流程图；

图 2 是本发明实施例 1 提供的一种硅通孔电镀的三步预浸润方法的示意图；

图 3 是本发明实施例 1 提供的竖直向下浸入浸润液、去离子水、电镀液的示意图；

图 4 是本发明实施例 2 提供的向下与液面夹角为 45° 时浸入浸润液、去离子水、电镀液的示意图；

在所有附图中，相同的附图标记用来表示相同的元件或结构，其中：

1 为种子铜层的硅通孔晶圆，2 为种子铜层的硅通孔晶圆中的 TSV，3 为浸入的液体，4 为水槽。

[具体实施方式]

为了使本发明的目的、技术方案及优点更加清楚明白，以下结合附图

及实施例，对本发明进行进一步详细说明。应当理解，此处所描述的具体实施例仅仅用以解释本发明，并不用于限定本发明。此外，下面所描述的本发明各个实施方式中所涉及到的技术特征只要彼此之间未构成冲突就可以相互组合。

如图 1 所示，一种硅通孔电镀的三步预浸润方法，包括：

(1) 将种子铜层的硅通孔晶圆浸入并浸泡在浸润液中，种子铜层的硅通孔晶圆与浸润液的液面夹角为 0° 至 90° ，种子铜层的硅通孔晶圆的浸入速度小于等于 20mm/s ，当种子铜层的硅通孔晶圆完全被浸润时，得到初浸润晶圆，所述硅通孔的孔径为 $3\mu\text{m}$ - $50\mu\text{m}$ 、孔深径比为 $15:1$ - $1:1$ ，浸润液为无水乙醇、丙酮或者异丙醇。

(2) 将初浸润晶圆浸入并浸泡在去离子水中，初浸润晶圆与去离子水的液面夹角为 0° 至 90° ，初浸润晶圆的浸入速度大于等于 3mm/s ，得到再浸润晶圆。

(3) 将再浸润晶圆浸入并浸泡在电镀液中，再浸润晶圆与电镀液的液面夹角为 0° 至 90° ，再浸润晶圆的浸入速度大于等于 3mm/s ，此时电镀液中的溶质扩散至硅通孔内部，从而实现硅通孔的孔内部浸润。

实施例 1

如图 2 所示，将种子铜层的硅通孔晶圆竖直向下浸入并浸泡在浸润液中，种子铜层的硅通孔晶圆与浸润液的液面夹角为 90° ，如图 3 所示，种子铜层的硅通孔晶圆的浸入速度为 5mm/s ，当种子铜层的硅通孔晶圆完全被浸润时，得到初浸润晶圆，由于乙醇对种子铜的高度浸润性质（接触角接近于 0° ），乙醇将可以完全浸润并填充 TSV 内部。所述硅通孔的孔径为 $3\mu\text{m}$ 、孔深径比为 $15:1$ ，浸润液为无水乙醇。将初浸润晶圆竖直向下浸入并浸泡在去离子水中，由于无水乙醇与水的任意比例互溶性质，TSV 中的乙醇将溶解于水中，从而使得去离子水完全填充 TSV，实现对 TSV 内部的清洗。初浸润晶圆与去离子水的液面夹角为 90° ，初浸润晶圆的浸入速度为

10mm/s, 得到再浸润晶圆。将再浸润晶圆竖直向下浸入并浸泡在电镀液中, 再浸润晶圆与电镀液的液面夹角为 90° , 再浸润晶圆的浸入速度为 10mm/s, 此时电镀液中的溶质扩散至硅通孔内部, 从而实现硅通孔的孔内部浸润。

实施例 2

将种子铜层的硅通孔晶圆浸入并浸泡在浸润液中, 种子铜层的硅通孔晶圆与浸润液的液面夹角为 45° , 如图 4 所示, 种子铜层的硅通孔晶圆的浸入速度为 5mm/s, 当种子铜层的硅通孔晶圆完全被浸润时, 得到初浸润晶圆, 由于乙醇对种子铜的高度浸润性质 (接触角接近于 0°), 乙醇将可以完全浸润并填充 TSV 内部。所述硅通孔的孔径为 $3\mu\text{m}$ 、孔深径比为 15:1, 浸润液为无水乙醇。将初浸润晶圆浸入并浸泡在去离子水中, 由于无水乙醇与水的任意比例互溶性质, TSV 中的乙醇将溶解于水中, 从而使得去离子水完全填充 TSV, 实现对 TSV 内部的清洗。初浸润晶圆与去离子水的液面夹角为 45° , 初浸润晶圆的浸入速度为 10mm/s, 得到再浸润晶圆。将再浸润晶圆浸入并浸泡在电镀液中, 再浸润晶圆与电镀液的液面夹角为 45° , 再浸润晶圆的浸入速度为 10mm/s, 此时电镀液中的溶质扩散至硅通孔内部, 从而实现硅通孔的孔内部浸润。

实施例 3

将种子铜层的硅通孔晶圆竖直向下浸入并浸泡在浸润液中, 种子铜层的硅通孔晶圆与浸润液的液面夹角为 0° , 种子铜层的硅通孔晶圆的浸入速度为 5mm/s, 当种子铜层的硅通孔晶圆完全被浸润时, 得到初浸润晶圆, 由于乙醇对种子铜的高度浸润性质 (接触角接近于 0°), 乙醇将可以完全浸润并填充 TSV 内部。所述硅通孔的孔径为 $3\mu\text{m}$ 、孔深径比为 15:1, 浸润液为无水乙醇。将初浸润晶圆竖直向下浸入并浸泡在去离子水中, 由于无水乙醇与水的任意比例互溶性质, TSV 中的乙醇将溶解于水中, 从而使得去离子水完全填充 TSV, 实现对 TSV 内部的清洗。初浸润晶圆与去离子水的液面夹角为 0° , 初浸润晶圆的浸入速度为 10mm/s, 得到再浸润晶圆。将

再浸润晶圆竖直向下浸入并浸泡在电镀液中，再浸润晶圆与电镀液的液面夹角为 0° ，再浸润晶圆的浸入速度为 10mm/s ，此时电镀液中的溶质扩散至硅通孔内部，从而实现硅通孔的孔内部浸润。

实施例 1-实施例 3 中的变量为浸入角度，当种子铜层的硅通孔晶圆与浸润液的液面夹角为 90° ，初浸润晶圆与去离子水的液面夹角为 90° ，再浸润晶圆与电镀液的液面夹角为 90° 时，浸润效果最好。当种子铜层的硅通孔晶圆与浸润液的液面夹角为 45° ，初浸润晶圆与去离子水的液面夹角为 45° ，再浸润晶圆与电镀液的液面夹角为 45° 时，浸润效果较好。当种子铜层的硅通孔晶圆与浸润液的液面夹角为 0° ，初浸润晶圆与去离子水的液面夹角为 0° ，再浸润晶圆与电镀液的液面夹角为 0° 时，浸润效果一般。

实施例 4

对于部分情形，例如浸润液与电镀液可溶，且浸润液残留不影响电镀液的电镀效果，则可以省略掉利用去离子水浸润步骤。即先浸入浸润液中，然后浸入电镀液中。将种子铜层的硅通孔晶圆竖直向下浸入并浸泡在浸润液中，种子铜层的硅通孔晶圆与浸润液的液面夹角为 90° ，种子铜层的硅通孔晶圆的浸入速度为 2mm/s ，当种子铜层的硅通孔晶圆完全被浸润时，得到初浸润晶圆，由于无水乙醇对种子铜的高度浸润性质（接触角接近于 0° ），无水乙醇将可以完全浸润并填充 TSV 内部。所述硅通孔的孔径为 $3\mu\text{m}$ 、孔深径比为 15:1，浸润液为无水乙醇。将初浸润晶圆竖直向下浸入并浸泡在电镀液中，再浸润晶圆与电镀液的液面夹角为 90° ，再浸润晶圆的浸入速度为 50mm/s ，此时电镀液中的溶质扩散至硅通孔内部，从而实现硅通孔的孔内部浸润。

实施例 5

将种子铜层的硅通孔晶圆竖直向下浸入并浸泡在浸润液中，种子铜层的硅通孔晶圆与浸润液的液面夹角为 90° ，种子铜层的硅通孔晶圆的浸入速度为 20mm/s ，当种子铜层的硅通孔晶圆完全被浸润时，得到初浸润晶圆，

所述硅通孔的孔径为 $10\mu\text{m}$ 、孔深径比为 12:1，浸润液为无水乙醇。将初浸润晶圆竖直向下浸入并浸泡在去离子水中，由于无水乙醇与水的任意比例互溶性质，TSV 中的乙醇将溶解于水中，从而使得去离子水完全填充 TSV，实现对 TSV 内部的清洗。初浸润晶圆与去离子水的液面夹角为 90° ，初浸润晶圆的浸入速度为 3mm/s ，得到再浸润晶圆。将再浸润晶圆竖直向下浸入并浸泡在电镀液中，再浸润晶圆与电镀液的液面夹角为 90° ，再浸润晶圆的浸入速度为 3mm/s ，此时电镀液中的溶质扩散至硅通孔内部，从而实现硅通孔的孔内部浸润。

实施例 6

将种子铜层的硅通孔晶圆竖直向下浸入并浸泡在浸润液中，种子铜层的硅通孔晶圆与浸润液的液面夹角为 90° ，种子铜层的硅通孔晶圆的浸入速度为 13mm/s ，当种子铜层的硅通孔晶圆完全被浸润时，得到初浸润晶圆，所述硅通孔的孔径为 $10\mu\text{m}$ 、孔深径比为 12:1，浸润液为无水乙醇。将初浸润晶圆竖直向下浸入并浸泡在去离子水中，由于无水乙醇与水的任意比例互溶性质，TSV 中的乙醇将溶解于水中，从而使得去离子水完全填充 TSV，实现对 TSV 内部的清洗。初浸润晶圆与去离子水的液面夹角为 90° ，初浸润晶圆的浸入速度为 5mm/s ，得到再浸润晶圆。将再浸润晶圆竖直向下浸入并浸泡在电镀液中，再浸润晶圆与电镀液的液面夹角为 90° ，再浸润晶圆的浸入速度为 5mm/s ，此时电镀液中的溶质扩散至硅通孔内部，从而实现硅通孔的孔内部浸润。

实施例 7

将种子铜层的硅通孔晶圆竖直向下浸入并浸泡在浸润液中，种子铜层的硅通孔晶圆与浸润液的液面夹角为 90° ，种子铜层的硅通孔晶圆的浸入速度为 10mm/s ，当种子铜层的硅通孔晶圆完全被浸润时，得到初浸润晶圆，所述硅通孔的孔径为 $10\mu\text{m}$ 、孔深径比为 12:1，浸润液为无水乙醇。将初浸润晶圆竖直向下浸入并浸泡在去离子水中，由于无水乙醇与水的任意比例

互溶性质，TSV 中的乙醇将溶解于水中，从而使得去离子水完全填充 TSV，实现对 TSV 内部的清洗。初浸润晶圆与去离子水的液面夹角为 90° ，初浸润晶圆的浸入速度为 10mm/s，得到再浸润晶圆。将再浸润晶圆竖直向下浸入并浸泡在电镀液中，再浸润晶圆与电镀液的液面夹角为 90° ，再浸润晶圆的浸入速度为 20mm/s，此时电镀液中的溶质扩散至硅通孔内部，从而实现硅通孔的孔内部浸润。

实施例 8

将种子铜层的硅通孔晶圆竖直向下浸入并浸泡在浸润液中，种子铜层的硅通孔晶圆与浸润液的液面夹角为 90° ，种子铜层的硅通孔晶圆的浸入速度为 1mm/s，当种子铜层的硅通孔晶圆完全被浸润时，得到初浸润晶圆，所述硅通孔的孔径为 $10\mu\text{m}$ 、孔深径比为 12:1，浸润液为无水乙醇。将初浸润晶圆竖直向下浸入并浸泡在去离子水中，由于无水乙醇与水的任意比例互溶性质，TSV 中的乙醇将溶解于水中，从而使得去离子水完全填充 TSV，实现对 TSV 内部的清洗。初浸润晶圆与去离子水的液面夹角为 90° ，初浸润晶圆的浸入速度为 30mm/s，得到再浸润晶圆。将再浸润晶圆竖直向下浸入并浸泡在电镀液中，再浸润晶圆与电镀液的液面夹角为 90° ，再浸润晶圆的浸入速度为 40mm/s，此时电镀液中的溶质扩散至硅通孔内部，从而实现硅通孔的孔内部浸润。

实施例 9

将种子铜层的硅通孔晶圆竖直向下浸入并浸泡在浸润液中，种子铜层的硅通孔晶圆与浸润液的液面夹角为 90° ，种子铜层的硅通孔晶圆的浸入速度为 0.01mm/s，当种子铜层的硅通孔晶圆完全被浸润时，得到初浸润晶圆，所述硅通孔的孔径为 $10\mu\text{m}$ 、孔深径比为 12:1，浸润液为无水乙醇。将初浸润晶圆竖直向下浸入并浸泡在去离子水中，由于无水乙醇与水的任意比例互溶性质，TSV 中的乙醇将溶解于水中，从而使得去离子水完全填充 TSV，实现对 TSV 内部的清洗。初浸润晶圆与去离子水的液面夹角为 90° ，初浸

润晶圆的浸入速度为 100mm/s，得到再浸润晶圆。将再浸润晶圆竖直向下浸入并浸泡在电镀液中，再浸润晶圆与电镀液的液面夹角为 90°，再浸润晶圆的浸入速度为 100mm/s，此时电镀液中的溶质扩散至硅通孔内部，从而实现硅通孔的孔内部浸润。

实施例 5-实施例 9 中浸入速度为变量，当种子铜层的硅通孔晶圆的浸入速度较小，初浸润晶圆的浸入速度和再浸润晶圆的浸入速度较大时，浸润效果最好，当种子铜层的硅通孔晶圆的浸入速度为 0.01mm/s，初浸润晶圆的浸入速度为 100mm/s，再浸润晶圆的浸入速度为 100mm/s 时，浸润效果最好。

实施例 10

将种子铜层的硅通孔晶圆竖直向下浸入并浸泡在浸润液中，种子铜层的硅通孔晶圆与浸润液的液面夹角为 90°，种子铜层的硅通孔晶圆的浸入速度为 0.01mm/s，当种子铜层的硅通孔晶圆完全被浸润时，得到初浸润晶圆，所述硅通孔的孔径为 20 μ m、孔深径比为 10:1，浸润液为丙酮。将初浸润晶圆竖直向下浸入并浸泡在去离子水中，实现对 TSV 内部的清洗。初浸润晶圆与去离子水的液面夹角为 90°，初浸润晶圆的浸入速度为 15mm/s，得到再浸润晶圆。将再浸润晶圆竖直向下浸入并浸泡在电镀液中，再浸润晶圆与电镀液的液面夹角为 90°，再浸润晶圆的浸入速度为 15mm/s，此时电镀液中的溶质扩散至硅通孔内部，从而实现硅通孔的孔内部浸润。

实施例 11

将种子铜层的硅通孔晶圆竖直向下浸入并浸泡在浸润液中，种子铜层的硅通孔晶圆与浸润液的液面夹角为 90°，种子铜层的硅通孔晶圆的浸入速度为 0.1mm/s，当种子铜层的硅通孔晶圆完全被浸润时，得到初浸润晶圆，所述硅通孔的孔径为 30 μ m、孔深径比为 8:1，浸润液为异丙醇。将初浸润晶圆竖直向下浸入并浸泡在去离子水中，实现对 TSV 内部的清洗。初浸润晶圆与去离子水的液面夹角为 90°，初浸润晶圆的浸入速度为 25mm/s，得

到再浸润晶圆。将再浸润晶圆竖直向下浸入并浸泡在电镀液中，再浸润晶圆与电镀液的液面夹角为 90° ，再浸润晶圆的浸入速度为 25mm/s ，此时电镀液中的溶质扩散至硅通孔内部，从而实现硅通孔的孔内部浸润。

实施例 12

将种子铜层的硅通孔晶圆竖直向下浸入并浸泡在浸润液中，种子铜层的硅通孔晶圆与浸润液的液面夹角为 90° ，种子铜层的硅通孔晶圆的浸入速度为 3mm/s ，当种子铜层的硅通孔晶圆完全被浸润时，得到初浸润晶圆，所述硅通孔的孔径为 $40\mu\text{m}$ 、孔深径比为 $5:1$ ，浸润液为异丙醇。将初浸润晶圆竖直向下浸入并浸泡在去离子水中，实现对 TSV 内部的清洗。初浸润晶圆与去离子水的液面夹角为 90° ，初浸润晶圆的浸入速度为 35mm/s ，得到再浸润晶圆。将再浸润晶圆竖直向下浸入并浸泡在电镀液中，再浸润晶圆与电镀液的液面夹角为 90° ，再浸润晶圆的浸入速度为 45mm/s ，此时电镀液中的溶质扩散至硅通孔内部，从而实现硅通孔的孔内部浸润。

实施例 13

将种子铜层的硅通孔晶圆竖直向下浸入并浸泡在浸润液中，种子铜层的硅通孔晶圆与浸润液的液面夹角为 90° ，种子铜层的硅通孔晶圆的浸入速度为 2mm/s ，当种子铜层的硅通孔晶圆完全被浸润时，得到初浸润晶圆，所述硅通孔的孔径为 $50\mu\text{m}$ 、孔深径比为 $1:1$ ，浸润液为异丙醇。将初浸润晶圆竖直向下浸入并浸泡在去离子水中，实现对 TSV 内部的清洗。初浸润晶圆与去离子水的液面夹角为 90° ，初浸润晶圆的浸入速度为 55mm/s ，得到再浸润晶圆。将再浸润晶圆竖直向下浸入并浸泡在电镀液中，再浸润晶圆与电镀液的液面夹角为 90° ，再浸润晶圆的浸入速度为 75mm/s ，此时电镀液中的溶质扩散至硅通孔内部，从而实现硅通孔的孔内部浸润。

本领域的技术人员容易理解，以上所述仅为本发明的较佳实施例而已，并不用以限制本发明，凡在本发明的精神和原则之内所作的任何修改、等同替换和改进等，均应包含在本发明的保护范围之内。

权 利 要 求

1、一种硅通孔电镀的三步预浸润方法，其特征在于，包括：

(1) 将种子铜层的硅通孔晶圆浸入并浸泡在浸润液中，当种子铜层的硅通孔晶圆完全被浸润时，得到初浸润晶圆；

(2) 将初浸润晶圆浸入并浸泡在去离子水中，得到再浸润晶圆；

(3) 将再浸润晶圆浸入并浸泡在电镀液中，此时电镀液中的溶质扩散至硅通孔内部，从而实现硅通孔的孔内部浸润。

2、如权利要求 1 所述的一种硅通孔电镀的三步预浸润方法，其特征在于，所述步骤 (1) 的具体实现方式为：将种子铜层的硅通孔晶圆浸入并浸泡在浸润液中，种子铜层的硅通孔晶圆与浸润液的液面夹角为 0° 至 90° ，种子铜层的硅通孔晶圆的浸入速度小于等于 20mm/s ，当种子铜层的硅通孔晶圆完全被浸润时，得到初浸润晶圆，所述硅通孔的孔径为 $3\mu\text{m}$ - $50\mu\text{m}$ 、孔深径比为 15:1-1:1。

3、如权利要求 1 所述的一种硅通孔电镀的三步预浸润方法，其特征在于，所述步骤 (2) 的具体实现方式为：将初浸润晶圆浸入并浸泡在去离子水中，初浸润晶圆与去离子水的液面夹角为 0° 至 90° ，初浸润晶圆的浸入速度大于等于 3mm/s ，得到再浸润晶圆。

4、如权利要求 1 所述的一种硅通孔电镀的三步预浸润方法，其特征在于，所述步骤 (3) 的具体实现方式为：将再浸润晶圆浸入并浸泡在电镀液中，再浸润晶圆与电镀液的液面夹角为 0° 至 90° ，再浸润晶圆的浸入速度大于等于 3mm/s ，此时电镀液中的溶质扩散至硅通孔内部，从而实现硅通孔的孔内部浸润。

5、如权利要求 1-4 任意一项所述的一种硅通孔电镀的三步预浸润方法，其特征在于，所述浸润液为无水乙醇、丙酮或者异丙醇。

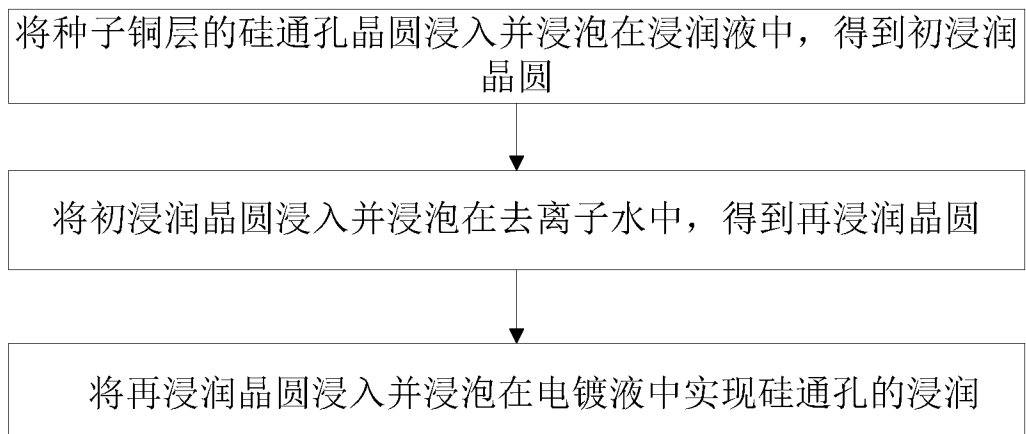


图 1

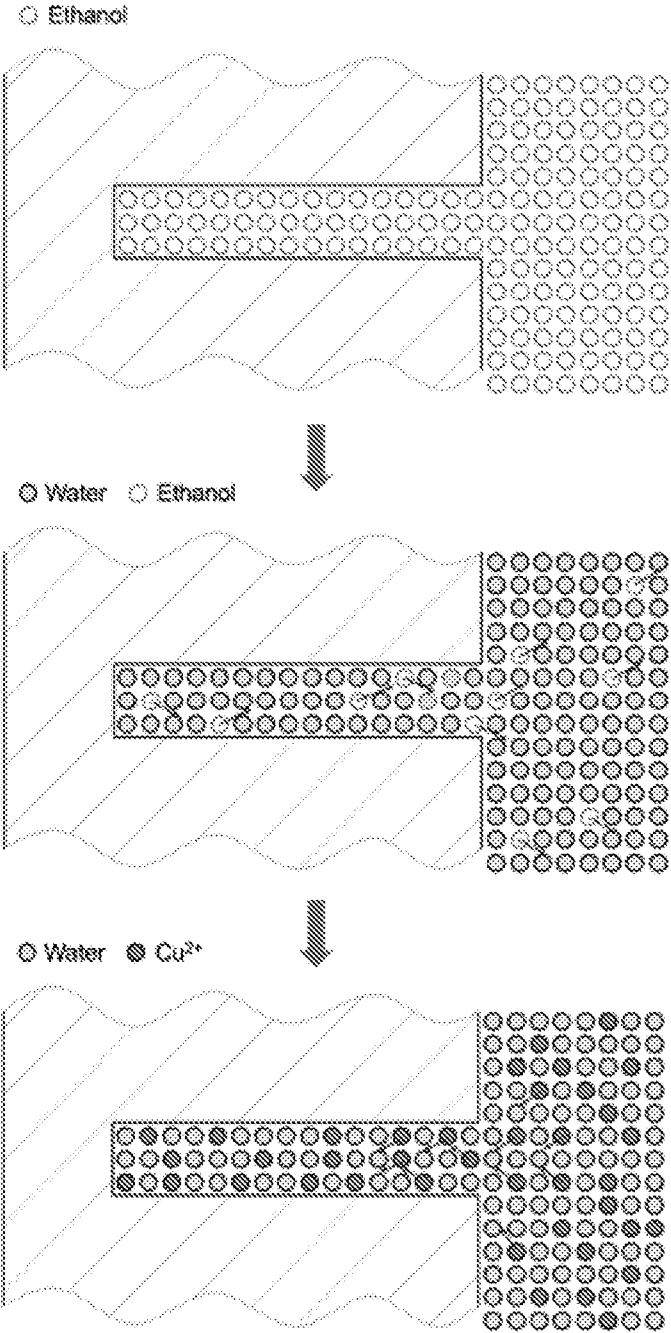


图 2

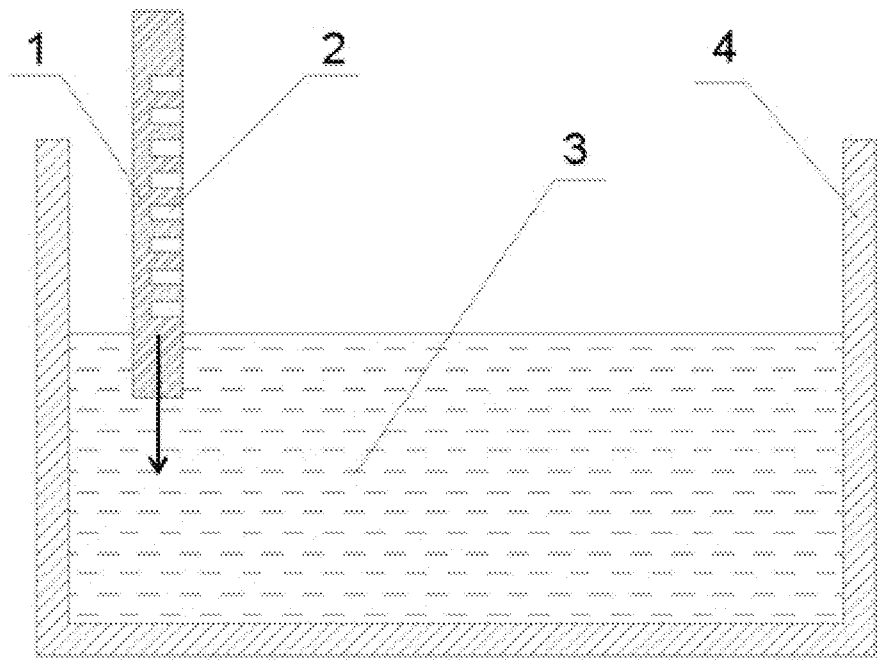


图 3

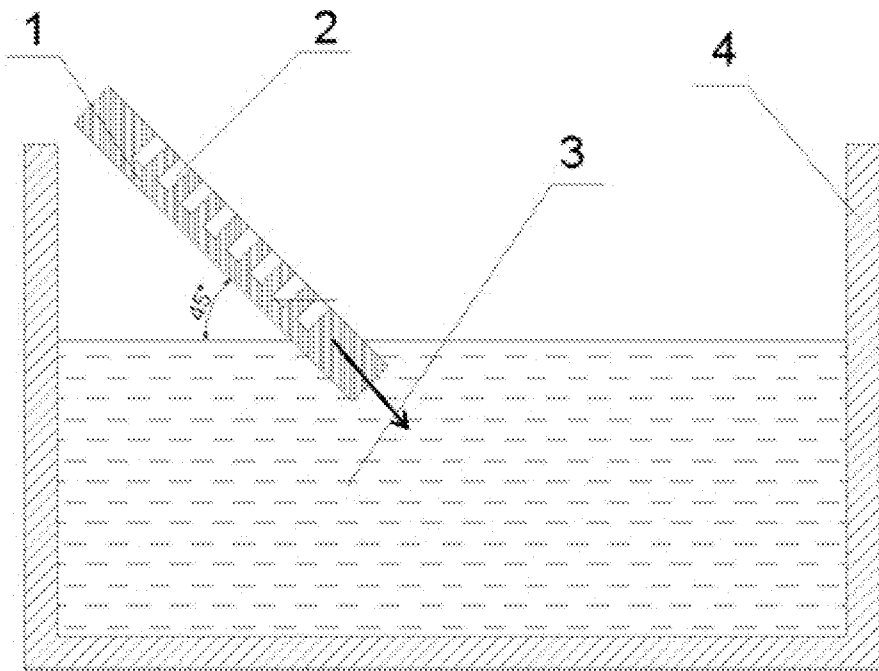


图 4

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/CN2017/117068

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

H01L 21/768(2006.01)i; C25D 7/12(2006.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

H01L,C25D

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

CNPAT, WPI, EPODOC, CNKI: 孔, 电镀, 浸, 润湿, 铜, 水, 乙醇, 异丙醇, 丙酮, 晶圆, electroplat+, wafer, wet+, water, infiltrat+, dip+, soak+, immers+, ethanol, acetone

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	CN 103021933 A (SHANGHAI INTEGRATED CIRCUIT RESEARCH & DEVELOPMENT CENTER) 03 April 2013 (2013-04-03) description, paragraphs 0005-0014	1-5
Y	CN 105047529 A (SHANGHAI INTEGRATED CIRCUIT RESEARCH & DEVELOPMENT CENTER) 11 November 2015 (2015-11-11) description, paragraphs 0011-0029	1-5
A	CN 102804343 A (NOVELLUS SYSTEMS, INC.) 28 November 2012 (2012-11-28) entire document	1-5
A	CN 103726085 A (SHANGHAI JIAO TONG UNIVERSITY) 16 April 2014 (2014-04-16) entire document	1-5



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

“A” document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

“E” earlier application or patent but published on or after the international filing date

“L” document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

“O” document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

“P” document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

“T” later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

“X” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

“Y” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

“&” document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

16 April 2018

Date of mailing of the international search report

15 June 2018

Name and mailing address of the ISA/CN

State Intellectual Property Office of the P. R. China
No. 6, Xitucheng Road, Jimenqiao Haidian District, Beijing
100088
China

Facsimile No. (86-10)62019451

Authorized officer

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.

PCT/CN2017/117068

Patent document cited in search report			Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)			Publication date (day/month/year)
CN	103021933	A	03 April 2013	None			
CN	105047529	A	11 November 2015	None			
CN	102804343	A	28 November 2012	WO	2010148147	A2	23 December 2010
				WO	2010148147	A3	24 March 2011
				US	8962085	B2	24 February 2015
				US	2015096883	A1	09 April 2015
				US	2010320609	A1	23 December 2010
				CN	102804343	B	10 June 2015
				TW	I575116	B	21 March 2017
				TW	201534771	A	16 September 2015
				TW	201109481	A	16 March 2011
				US	2015179458	A1	25 June 2015
				CN	104966671	A	07 October 2015
				US	2010320081	A1	23 December 2010
				TW	I499695	B	11 September 2015
				KR	20110044834	A	02 May 2011
				KR	1265416	B1	16 May 2013
CN	103726085	A	16 April 2014	CN	103726085	B	01 June 2016

国际检索报告

国际申请号

PCT/CN2017/117068

A. 主题的分类

H01L 21/768(2006.01)i; C25D 7/12(2006.01)i

按照国际专利分类(IPC)或者同时按照国家分类和IPC两种分类

B. 检索领域

检索的最低限度文献(标明分类系统和分类号)

H01L, C25D

包含在检索领域中的除最低限度文献以外的检索文献

在国际检索时查阅的电子数据库(数据库的名称, 和使用的检索词(如使用))

CNPAT, WPI, EPDOC, CNKI; 孔, 电镀, 浸, 润湿, 铜, 水, 乙醇, 异丙醇, 丙酮, 晶圆, electroplat+, wafer, wet+, water, infiltrat+, dip+, soak+, immers+, ethanol, acetone

C. 相关文件

类 型*	引用文件, 必要时, 指明相关段落	相关的权利要求
Y	CN 103021933 A (上海集成电路研发中心有限公司) 2013年 4月 3日 (2013 - 04 - 03) 说明书0005-0014段	1-5
Y	CN 105047529 A (上海集成电路研发中心有限公司) 2015年 11月 11日 (2015 - 11 - 11) 说明书0011-0029段	1-5
A	CN 102804343 A (诺发系统有限公司) 2012年 11月 28日 (2012 - 11 - 28) 全文	1-5
A	CN 103726085 A (上海交通大学) 2014年 4月 16日 (2014 - 04 - 16) 全文	1-5

☐ 其余文件在C栏的续页中列出。☒ 见同族专利附件。

* 引用文件的具体类型:

“A” 认为不特别相关的表示了现有技术一般状态的文件

“E” 在国际申请日的当天或之后公布的在先申请或专利

“L” 可能对优先权要求构成怀疑的文件, 或为确定另一篇引用文件的公布日而引用的或者因其他特殊理由而引用的文件 (如具体说明的)

“O” 涉及口头公开、使用、展览或其他方式公开的文件

“P” 公布日先于国际申请日但迟于所要求的优先权日的文件

“T” 在申请日或优先权日之后公布, 与申请不相抵触, 但为了理解发明之理论或原理的在后文件

“X” 特别相关的文件, 单独考虑该文件, 认定要求保护的发明不是新颖的或不具有创造性

“Y” 特别相关的文件, 当该文件与另一篇或者多篇该类文件结合并且这种结合对于本领域技术人员为显而易见时, 要求保护的发明不具有创造性

“&” 同族专利的文件

国际检索实际完成的日期

2018年 4月 16日

国际检索报告邮寄日期

2018年 6月 15日

ISA/CN的名称和邮寄地址

中华人民共和国国家知识产权局(ISA/CN)
中国北京市海淀区蓟门桥西土城路6号 100088

传真号 (86-10)62019451

受权官员

李发喜

电话号码 86-(10)-53961280

国际检索报告
关于同族专利的信息

国际申请号

PCT/CN2017/117068

检索报告引用的专利文件			公布日 (年/月/日)	同族专利			公布日 (年/月/日)
CN	103021933	A	2013年 4月 3日	无			
CN	105047529	A	2015年 11月 11日	无			
CN	102804343	A	2012年 11月 28日	WO	2010148147	A2	2010年 12月 23日
				WO	2010148147	A3	2011年 3月 24日
				US	8962085	B2	2015年 2月 24日
				US	2015096883	A1	2015年 4月 9日
				US	2010320609	A1	2010年 12月 23日
				CN	102804343	B	2015年 6月 10日
				TW	I575116	B	2017年 3月 21日
				TW	201534771	A	2015年 9月 16日
				TW	201109481	A	2011年 3月 16日
				US	2015179458	A1	2015年 6月 25日
				CN	104966671	A	2015年 10月 7日
				US	2010320081	A1	2010年 12月 23日
				TW	I499695	B	2015年 9月 11日
				KR	20110044834	A	2011年 5月 2日
				KR	1265416	B1	2013年 5月 16日
CN	103726085	A	2014年 4月 16日	CN	103726085	B	2016年 6月 1日

表 PCT/ISA/210 (同族专利附件) (2015年1月)