



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 111982991 A

(43) 申请公布日 2020.11.24

(21) 申请号 202010872044.9

(22) 申请日 2020.08.26

(71) 申请人 广东工业大学

地址 510060 广东省广州市东风东路729号

(72) 发明人 罗继业 谭柏照 李真

(74) 专利代理机构 北京金智普华知识产权代理有限公司 11401

代理人 杨采良

(51) Int. Cl.

G01N 27/30 (2006.01)

G01N 27/42 (2006.01)

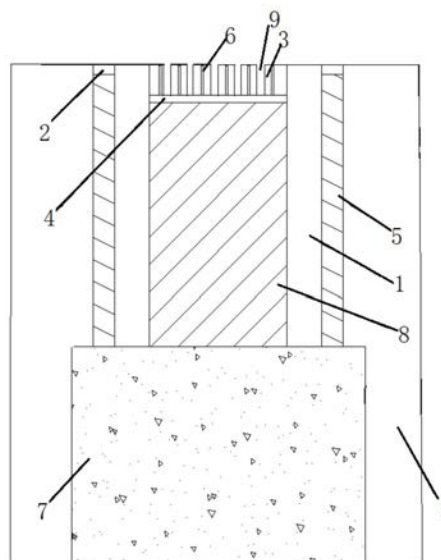
权利要求书1页 说明书4页 附图2页

(54) 发明名称

一种带有孔的旋转电极装置及电化学测试系统

(57) 摘要

本发明属于电极测试技术领域,公开了一种带有孔的旋转电极装置及电化学测试系统,一体化聚四氟乙烯支持体上侧设置有圆盘电极和圆环电极,圆环电极设置于所述圆盘电极外侧;圆盘电极与圆环电极之间和圆环电极外侧均设置有聚四氟乙烯层;圆盘电极上侧设置有第一贵金属铂层,第一贵金属铂层上侧设置有带通孔的聚四氟乙烯薄膜;圆环电极上侧设置有第二贵金属铂层。带通孔的聚四氟乙烯薄膜上开设有若干通孔;通孔直径为 $10\mu\text{m}$ 和 $100\mu\text{m}$ 。圆盘电极高度低于所述圆环电极 $100\mu\text{m}$ ,带通孔的聚四氟乙烯薄膜上侧与所述圆环电极齐平。本发明能够同时模拟在电镀时孔底部与铜面的情况,本发明能够提高测试的准确性,降低系统误差。



1. 一种带有孔的旋转电极装置,其特征在于,所述带有孔的旋转电极装置设置有:  
一体化聚四氟乙烯支持体;

所述一体化聚四氟乙烯支持体上侧设置有圆盘电极和圆环电极,所述圆环电极设置于所述圆盘电极外侧;所述圆盘电极与圆环电极之间和圆环电极外侧均设置有聚四氟乙烯层;

所述圆盘电极上侧设置有第一贵金属铂层,所述第一贵金属铂层上侧设置有带通孔的聚四氟乙烯薄膜;所述圆环电极上侧设置有第二贵金属铂层。

2. 如权利要求1所述的带有孔的旋转电极装置,其特征在于,所述一体化聚四氟乙烯支持体为内部中空的圆柱体,所述一体化聚四氟乙烯支持体内部设置有导体层。

3. 如权利要求1所述的带有孔的旋转电极装置,其特征在于,所述带通孔的聚四氟乙烯薄膜上开设有若干通孔;所述通孔直径为 $10\mu\text{m}$ ,深度为 $100\mu\text{m}$ 。

所述带通孔的聚四氟乙烯薄膜上的另一种通孔直径为 $100\mu\text{m}$ ,深度也为 $100\mu\text{m}$ 。

4. 如权利要求1所述的带有孔的旋转电极装置,其特征在于,所述圆盘电极高度低于所述圆环电极 $100\mu\text{m}$ 。

5. 如权利要求1所述的带有孔的旋转电极装置,其特征在于,所述带通孔的聚四氟乙烯薄膜上侧与所述圆环电极齐平。

6. 如权利要求1所述的带有孔的旋转电极装置,其特征在于,所述一体化聚四氟乙烯支持体、圆盘电极、圆环电极和聚四氟乙烯层的轴线都在同一直线上。

7. 一种带有孔的旋转电极装置的应用方法,其特征在于,所述带有孔的旋转电极装置的应用方法包括:

该电极模拟实际的盲孔,镀液经过对流扩散通过带通孔的聚四氟乙烯薄膜,到达圆盘电极进行反应。

8. 一种用于测试权利要求1~6任意一项所述带有孔的旋转电极装置电化学性能的电化学测试系统,其特征在于,所述电化学测试系统为带有孔的旋转电极的电化学测试系统,在同一时间,同一镀液体系中测试出镀液中的添加剂分子在铜面上与孔底部的相互作用情况。

9. 一种搭载权利要求1~6任意一项所述带有孔的旋转电极装置的电化学测试仪器。

## 一种带有孔的旋转电极装置及电化学测试系统

### 技术领域

[0001] 本发明属于电极测试技术领域,尤其涉及一种带有孔的旋转电极装置及电化学测试系统。

### 背景技术

[0002] 目前,旋转圆环-圆盘电极(Rotating Ring Disk Electrode,RRDE)是一种理想的电化学测试仪器,在研究电化学反应的各种机理中占有重要地位。RRDE是一种可控旋转速度的电极,在反应溶液中以不同的转速旋转可以模拟反应液中溶质的对流扩散速率,也即RRDE将扩散变成可控的。因此,在目前的电化学研究中,RRDE是应用较为广泛的电极之一。在电镀铜填孔的电化学研究中,由于需要分别测出电镀添加剂在铜面和孔底的电化学行为,以此判断该该添加剂体系能否实现盲孔的自下而上填充。通常情况下,用RRDE较低的转速来模拟孔底的低对流速率情况;用RRDE较高的转速来模拟铜面的高对流速率情况。若要用传统的RRDE电极测试镀铜添加剂的电化学行为,当需要模拟添加剂在盲孔底部的电化学行为时,则需要低的电极转速(如:100rpm),当需要模拟添加剂在铜面上的电化学行为时,则需要高的电极转速(如:1000rpm)。传统的RRDE若需要测出同一添加剂在盲孔底部和铜面上的电化学行为时,则需要进行两次的测试;若还需要进行重复验证实验,则还需要付出双倍测试时间。此外,两次测试必定存在系统误差,影响测试结果准确性。本发明针对上述不足,特别是涉及一种带有孔的旋转圆环-圆盘电极装置,对传统的旋转环盘电极进行了进一步的创新。

[0003] 通过上述分析,现有技术存在的问题及缺陷为:由于传统的RRDE的圆盘电极与圆环电极在同一平面上,无法同时模拟测试需要测试的两种情况。当传统的RRDE用于测试盲孔填充添加剂的电化学行为时,需要用高低两种转速搭配相同的两个电镀液体体系前后测得添加剂作用时的电化学信号,才能得到这个添加剂的分子分别在铜面和孔底的电化学行为。由于是两个电镀液体体系测得的实验结果,则实验数据必然存在一定的系统误差。此外,为了得到合适的数据而进行两次电化学测试会增加时间成本。

[0004] 解决以上问题及缺陷的难度为:中等。由于现有的传统的RRDE电极对于普遍的电化学测试已经相对理想,但是对于电镀铜填孔添加剂的电化学测试来说,传统的RRDE表现出其不足之处,因此对传统的RRDE进行进一步的创新,以此更适配与电镀铜填孔添加剂的电化学测试。

[0005] 解决以上问题及缺陷的意义为:对于电化学测试领域来说,更进一步完善了电化学测试的准确性。对于电镀铜填孔的机理研究来说,更加准确更加完整地模拟实际的电镀情况,提高了电化学实验结果的准确性,以及与实际情况的契合度。

### 发明内容

[0006] 为了解决现有技术存在的问题,本发明提供了一种带有孔的旋转电极装置及电化学测试系统。

- [0007] 本发明是这样实现的,一种带有孔的旋转电极装置设置有:
- [0008] 一体化聚四氟乙烯支持体;
- [0009] 所述一体化聚四氟乙烯支持体上侧设置有圆盘电极和圆环电极,所述圆环电极设置于所述圆盘电极外侧;所述圆盘电极与圆环电极之间和圆环电极外侧均设置有聚四氟乙烯绝缘层;
- [0010] 所述圆盘电极上侧设置有第一贵金属铂层,所述第一贵金属铂层上侧设置有带通孔的聚四氟乙烯薄膜;所述圆环电极上侧设置有第二贵金属铂层。
- [0011] 进一步,所述一体化聚四氟乙烯支持体为内部中空的圆柱体,所述一体化聚四氟乙烯支持体内部设置有导体层;
- [0012] 进一步,所述带通孔的聚四氟乙烯薄膜上开设有若干通孔;所述通孔直径为 $10\mu\text{m}$ ,深度为 $100\mu\text{m}$ 。
- [0013] 所述带通孔的聚四氟乙烯薄膜上的另一种通孔直径为 $100\mu\text{m}$ ,深度也为 $100\mu\text{m}$ 。
- [0014] 进一步,所述圆盘电极高度低于所述圆环电极 $100\mu\text{m}$ ,所述带通孔的聚四氟乙烯薄膜上侧与所述圆环电极齐平。
- [0015] 进一步,所述一体化聚四氟乙烯支持体、圆盘电极、圆环电极和聚四氟乙烯层的轴线都在同一直线上。
- [0016] 本发明另一目的在于提供一种带有孔的旋转电极装置的应用方法,包括:
- [0017] 该电极模拟实际的盲孔,镀液经过对流扩散通过带通孔的聚四氟乙烯薄膜,到达圆盘电极进行反应。
- [0018] 具体地,将BV-RRDE用于测试电镀添加剂的电化学行为时,先将带有孔的旋转电极(Blind Via-Rotating Ring Disk Electrode, BV-RRDE)的电极面没入镀液,电极旋转速度选取一恒定值以模拟实际电镀时的空气搅拌速度,进而镀液中的添加剂分子与电极面发生相互作用而进行电化学反应。在圆环电极上吸附的添加剂分子有如实际电镀时铜面上吸附的添加剂分子;经过对流扩散通过带通孔的聚四氟乙烯薄膜的通孔而吸附到圆盘电极上的添加剂分子有如实际电镀时添加剂分子经过对流扩散而吸附到孔底。因此,该电化学测试只要用电化学工作站收集圆环电极与圆盘电极的电信号,即可同时得到孔底与铜面的添加剂的电化学行为数据。
- [0019] 本发明另一目的在于提供一种用于测试所述带有孔的旋转电极装置电化学性能的电化学测试系统,所述电化学测试系统为带BV-RRDE的电化学测试系统,在同一时间,同一镀液体系中测试出镀液中的添加剂分子在铜面上与盲孔底部的相互作用情况。
- [0020] 本发明另一目的在于提供一种搭载所述带有孔的旋转电极装置的电化学测试仪器。
- [0021] 结合上述的所有技术方案,本发明所具备的优点及积极效果为:本发明能够同时模拟在电镀时通孔底部与铜面的情况,因此本发明能够提高测试的准确性,降低系统误差。
- [0022] 本发明能够模拟实际电镀过程中不同尺寸的微盲孔孔底与铜面的情况,使得电化学工作站测出的添加剂电化学行为及铜离子的沉积情况更加贴合实际电镀,提高了实验数据的精确度。此外,由于该电极同时模拟了孔底与铜面的情况,避免了使用传统的RRDE需要用不同的转速来模拟两种测试情况。

## 附图说明

[0023] 为了更清楚地说明本申请实施例的技术方案,下面将对本申请实施例中所需要使用的附图做简单的介绍,显而易见地,下面所描述的附图仅仅是本申请的一些实施例,对于本领域普通技术人员来讲,在不付出创造性劳动的前提下还可以根据这些附图获得其他的附图。

[0024] 图1是本发明实施例提供的带有孔的旋转电极装置的结构示意图;

[0025] 图2是本发明实施例提供的带有孔的旋转电极装置的剖面结构示意图;

[0026] 图中:1、一体化聚四氟乙烯支持体;2、第二贵金属铂层;3、带通孔的聚四氟乙烯薄膜;4、第一贵金属铂层;5、圆环电极;6、通孔;7、导体层(BV-RRDE的内部导体);8、圆盘电极;9、模拟盲孔。

[0027] 图3是本发明实施例提供的带有孔的旋转电极装置模拟实际盲孔的对比图。

## 具体实施方式

[0028] 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。

[0029] 针对现有技术存在的问题,本发明提供了一种带有孔的旋转电极装置及电化学测试系统,下面结合附图对本发明作详细的描述。

[0030] 如图1至图2所示,本发明提供的带有孔的旋转电极装置包括:一体化聚四氟乙烯支持体1、第二贵金属铂层2、带通孔的聚四氟乙烯薄膜3、第一贵金属铂层4、圆环电极((圆环电极及其覆铂面))5、通孔6、导体层7、圆盘电极((内缩的圆盘电极及其覆铂面))8。

[0031] 圆环电极5与圆盘电极8之间间隔有聚四氟乙烯绝缘层。

[0032] 本实施例的一体化聚四氟乙烯支持体1为聚四氟乙烯或其他耐酸材料,一体化聚四氟乙烯支持体1内侧设置有圆盘电极8和圆环电极5,圆环电极5设置于圆盘电极8外侧;圆盘电极8与圆环电极5之间和圆环电极5外侧均设置有聚四氟乙烯绝缘层;一体化聚四氟乙烯支持体1、圆盘电极8、圆环电极5和聚四氟乙烯层的轴线都在同一直线上。

[0033] 圆盘电极8上侧设置有第一贵金属铂层4,第一贵金属铂层5上侧设置有带通孔的聚四氟乙烯薄膜3;圆环电极5上侧设置有第二贵金属铂层2。

[0034] 本实施例中,一体化聚四氟乙烯支持体1为内部中空的圆柱体,一体化聚四氟乙烯支持体1内部设置有导体层7。

[0035] 本实施例中,带通孔的聚四氟乙烯薄膜3上开设有若干通孔6;通孔6直径为 $10\mu\text{m}$ ,深度为 $100\mu\text{m}$ 。

[0036] 所述带通孔的聚四氟乙烯薄膜上的另一种通孔直径为 $100\mu\text{m}$ ,深度也为 $100\mu\text{m}$ 。

[0037] 其中, $10\mu\text{m}$ 的通孔径模拟的是先进封装技术领域用的硅通孔(TSV),

[0038]  $100\mu\text{m}$ 的通孔径模拟的是高密度印制电路板(PCB)中的盲孔9;

[0039] 两种不同孔径的通孔分别在两个电极上,即一个旋转电极的聚四氟乙烯薄膜3只含有一种孔径的通孔。

[0040] 本实施例中,圆盘电极8高度低于圆环电极5  $100\mu\text{m}$ ,带通孔的聚四氟乙烯薄膜3上侧与圆环电极5齐平。

[0041] 本发明的工作原理为:如图3所示,圆环电极5下方的第二贵金属铂层2相当于实际的铜面区域,带通孔的聚四氟乙烯薄膜3上方的圆盘电极8的第一贵金属铂层5相当于实际的孔底区域。

[0042] 铜镀液直接与圆环电极5的第二贵金属铂层2接触反应即铜镀液直接与实际铜面接触反应,铜镀液需要对流扩散经过带通孔的聚四氟乙烯薄膜3才可到达圆盘电极8的第一贵金属铂层4进行反应,即铜镀液需要扩散通过实际的盲孔9才能到达实际盲孔的底部进行反应。

[0043] 在第一贵金属铂层4和第二贵金属铂层2表面铜离子从电极上得到电子被还原为铜单质而沉积到电极表面,使用带有BV-RRDE的电化学测试系统分别收集圆环电极5和圆盘电极8的电化学信号,即可在同一时间,同一铜镀液体系中测试出铜镀液中的添加剂分子在实际铜面上与实际的通孔底部的相互作用效果,避免了传统的RRDE只能通过不同的转速模拟实际的盲孔底部与实际铜面的情况。

[0044] 在本发明的描述中,除非另有说明,“多个”的含义是两个或两个以上;术语“上”、“下”、“左”、“右”、“内”、“外”、“前端”、“后端”、“头部”、“尾部”等指示的方位或位置关系为基于附图所示的方位或位置关系,仅是为了便于描述本发明和简化描述,而不是指示或暗示所指的装置或元件必须具有特定的方位、以特定的方位构造和操作,因此不能理解为对本发明的限制。此外,术语“第一”、“第二”、“第三”等仅用于描述目的,而不能理解为指示或暗示相对重要性。

[0045] 以上所述,仅为本发明的具体实施方式,但本发明的保护范围并不局限于此,任何熟悉本技术领域的技术人员在本发明揭露的技术范围内,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,都应涵盖在本发明的保护范围之内。

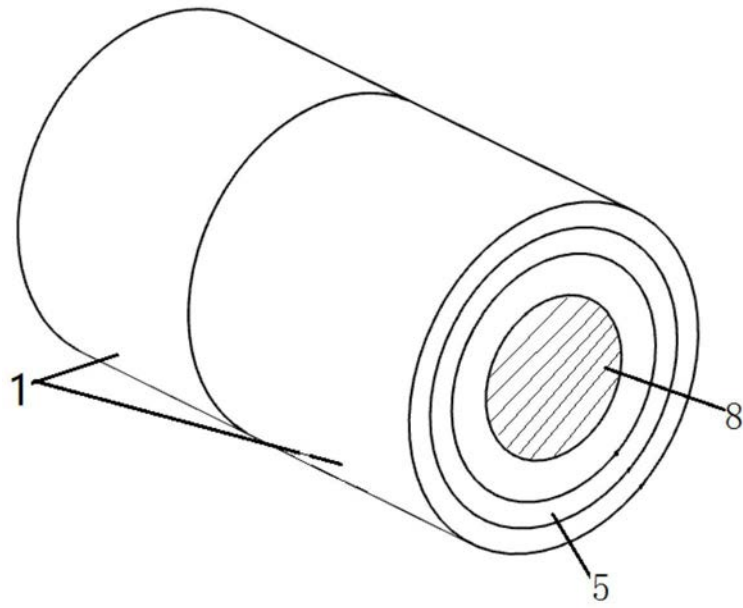


图1

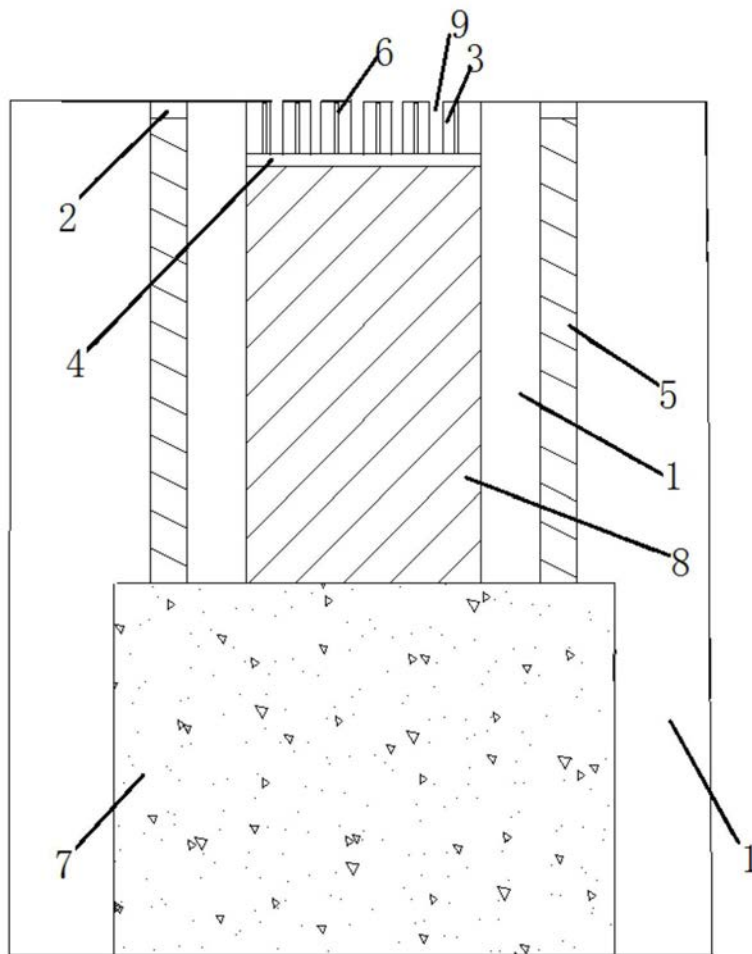


图2

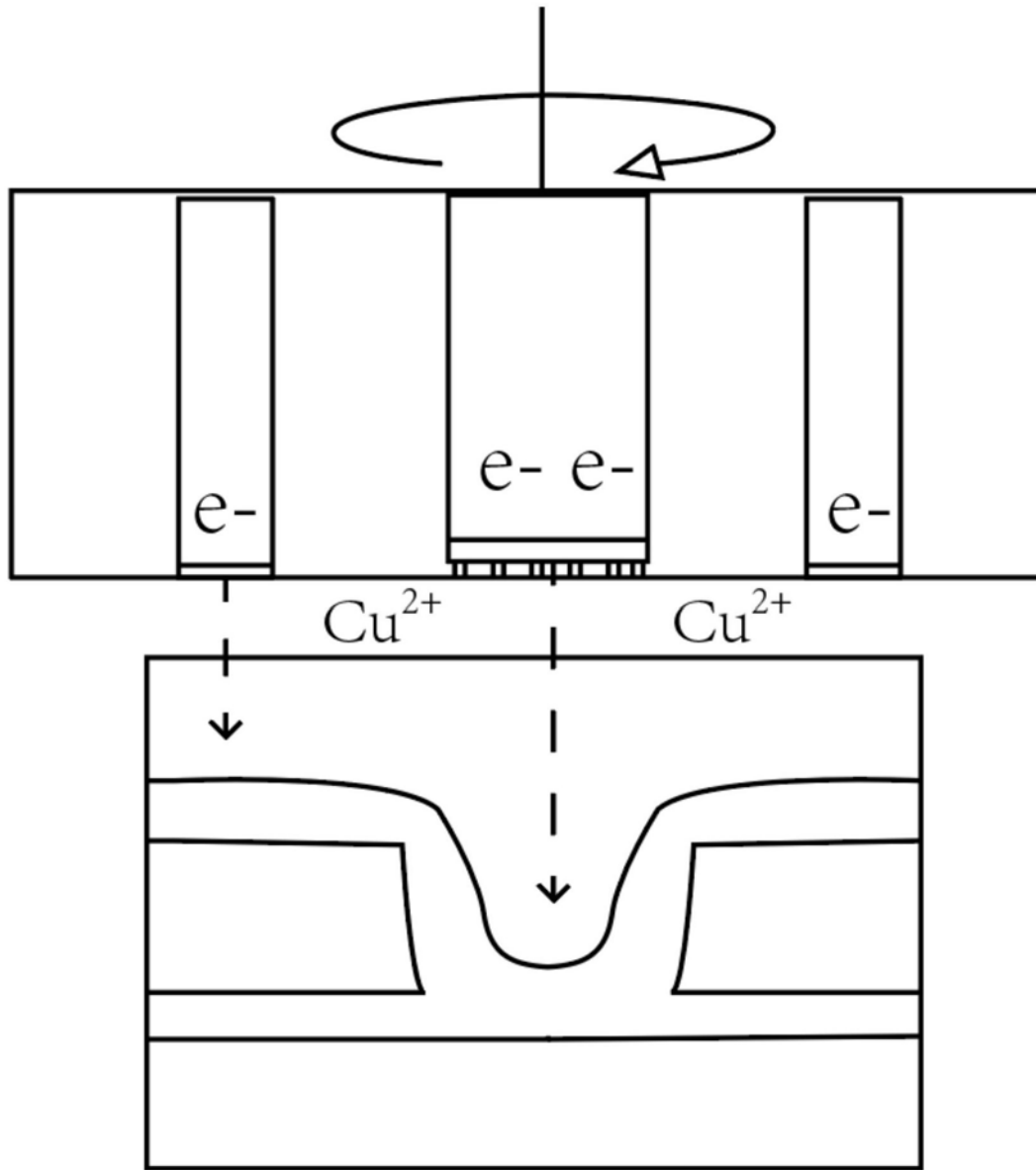


图3