

结构化晶圆表面厚胶喷涂工艺

杨 芳, 武忙虎, 王浩亮, 翟鑫月, 王 勋, 李宝霞

(西安微电子技术研究所, 西安 710000)

摘要: 采用超声雾化喷涂技术, 以 AZ4620 光刻胶为研究对象, 以硅通孔 (TSV) 刻蚀后的硅片为基材, 在 12 英寸 (1 英寸=2.54 cm) 结构化晶圆表面喷涂光刻胶形成薄膜。分别研究了稀释质量比、超声功率、氮气体积流量、喷嘴与晶圆表面的间距、载台温度等工艺参数对 TSV 硅片表面喷涂质量的影响, 最终通过优化过程工艺参数, 得到表面胶颗粒细小、膜厚均匀性好、台阶覆盖率高的涂覆刻蚀片。实验结果表明, 超声雾化喷涂法可以很好地应用于三维结构表面涂覆, 克服了旋涂方法在三维结构应用中带来的缺陷, 同时有效地提高了光刻胶的利用率, 在集成电路 (IC) 制造和微电子机械系统 (MEMS) 工艺中有着广阔的应用前景。

关键词: 喷胶; AZ4620 光刻胶; 硅通孔 (TSV); 胶颗粒粒径; 台阶覆盖率

中图分类号: TN305.7 **文献标识码:** A **文章编号:** 1671-4776 (2019) 11-0933-06

Spray Coating Technique for the Thick Photoresist on Structured Wafers

Yang Fang, Wu Manghu, Wang Haoliang, Zhai Xinyue, Wang Xun, Li Baoxia
(Xi'an Institute of Microelectronics Technology, Xi'an 710000, China)

Abstract: With the through silicon vias (TSV) etched silicon wafer as the substrate, the ultrasonic atomizing spraying technique was used to form a film with AZ4620 photoresist on the surface of a 12 inch (1 inch = 2.54 cm) structured wafer. The influences of process parameters, such as the dilution mass ratio, ultrasonic power, volume flow of N₂, the distance between the nozzle and wafer, chuck temperature, etc on the spraying quality of the TSV silicon wafer surface were investigated. Finally, through the optimization of the process parameters, the coating etched wafer with fine surface photoresist particles, good film uniformity and high step coverage rate was obtained. The experiment result shows that the ultrasonic atomizing spraying technique can be well used for surface coating on the three-dimensional structure, which overcomes the defects induced by spin coating for the three-dimensional structure and effectively improves the utilization ratio of the photoresist, having a broad application prospect in the field of the integrated circuit (IC) production and the process of the micro-electromechanical system (MEMS).

收稿日期: 2019-04-24

基金项目: 国家重点研发计划项目 (2017YFB0406400); 陕西省重点研发计划项目 (2018ZDXM-GY-109)

通信作者: 李宝霞, E-mail: Libaoxia163@163.com

Key words: spray coating; AZ4620 photoresist; through silicon vias (TSV); photoresist particle diameter; step coverage

DOI: 10.13250/j.cnki.wndz.2019.11.010 **EEACC:** 2550G

0 引言

随着微电子机械系统 (MEMS) 和三维 (3D) 微系统不断朝着小型化和高密度集成方向发展, 对半导体制造关键工艺——光刻制程的要求越来越高, 特别是在一些 3D 集成封装结构以及 MEMS 传感器芯片都需要通过后通孔工艺实现芯片焊盘与外部结构的电互连, 这就需要在形貌起伏很大的凹凸结构晶圆表面均匀地涂覆光刻胶。目前广泛应用于光刻领域的旋转涂覆技术多采用中心滴定方式, 利用载台旋转时的离心作用进行匀胶和甩胶, 在该过程中滴到晶圆表面的胶大部分被甩出, 特别是对于 12 英寸 (1 英寸=2.54 cm) 超大晶圆, 胶的利用率更低, 使生产成本大幅提高^[1]。另一方面, 因光刻胶多为有机物, 不能自行降解, 进入环境中后会对人体和环境带来一定的损害, 而预处理费用几乎逼近光刻胶消耗费用。从应用角度来讲, 旋转滴胶的方法在形貌起伏很大、高深宽比的非平面表面涂覆后均匀性差, 在后续光刻工艺中得到的图形一致性差, 不能满足使用要求。

超声雾化喷涂法具有液滴平均粒径小、电源功耗低、均匀性好等特点, 不仅能够在三维形貌结构上涂胶, 同时可以提高光刻胶的利用率, 因此被认为是一种绿色的光刻胶薄膜制备工艺。N. P. Pham 等人^[2]、C. Brubaker 等人^[3]和 Q. Michael 等人^[4]的研究表明光刻胶薄膜的厚度、均匀性和粗糙度主要取决于光刻胶的稀释浓度、喷嘴的扫描速度和光刻胶的供给速度等工艺参数^[2-4]。但对于超声雾化喷涂法, 目前在 12 英寸超大晶圆高深宽比硅通孔 (TSV) 结构中的应用研究较少, 且喷涂后表面较大尺寸的胶颗粒不利于微纳尺寸图形的制备^[5]。本文基于超声雾化原理及喷涂工艺过程, 以 AZ4620 光刻胶为研究对象, 以完成孔槽刻蚀的硅片为基材, 分别研究了稀释质量比、超声功率、氮气体积流量、喷嘴与晶圆表面的间距和载台温度对喷胶颗粒大小、晶圆表面粗糙度和凹槽台阶覆盖率的影响。通过对工艺过程影响因素的优化, 得到了光刻

胶薄膜表面颗粒细小、均匀性好、台阶覆盖率高的凹槽结构, 为 MEMS 和三维集成微系统的发展奠定良好的基础。

1 雾化喷涂工艺

1.1 雾化喷涂过程

在雾化喷涂系统中, 当机械泵向喷头供液后, 胶滴在超声振动的作用下雾化, 雾化后的小胶滴在氮气气流的作用下加速喷向晶圆表面。因晶圆处于加热状态, 微小光刻胶液滴到达晶圆表面后迅速固化, 避免了因重力、表面张力等流变因素发生流动或堆积现象。

1.2 TSV 内部结构

本文采用经刻蚀得到的具有孔槽结构的 12 英寸 TSV 晶圆为基材, 重点研究孔表面光刻胶喷涂指标。在该结构中, 孔的底部开口 $55\ \mu\text{m}$, 倾角 70° , 槽的底部开口 $130\ \mu\text{m}$, 倾角 60° , 结构如图 1 所示。

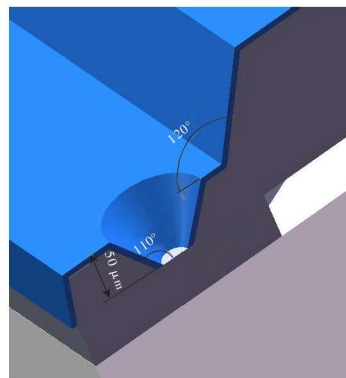


图 1 TSV 内部结构图

Fig. 1 Schematic of the structure inside the TSV

1.3 工艺参数

根据雾化喷涂过程可知, 光刻胶的黏度、喷嘴与晶圆表面的间距、氮气体积流量、超声波的功率及载台温度等会影响光刻胶涂覆的质量^[6]。光刻胶的黏度对光刻涂覆质量的影响很大, 较高的黏度不利于超声雾化过程及表面粗糙度的控制, 因此采用

MOS级丙酮对其进行稀释，研究不同稀释质量比下的光刻胶涂覆指标；喷嘴与晶圆表面的间距影响喷胶直径和工作效率，研究不同间距下的光刻胶涂覆指标；氮气体积流量影响胶滴到达晶圆表面的速度，研究不同氮气体积流量下的光刻胶涂覆指标；超声功率影响光刻胶空化效应，研究不同功率下光刻胶颗粒尺寸；载台温度影响光刻胶的流动性，研究不同温度下的 TSV 孔侧壁台阶覆盖率变化，最终得到光刻胶最佳喷涂工艺。

2 实验结果及讨论

取一张 12 英寸双面抛光的裸硅片，经光刻刻蚀工艺后得到如图 1 所示的孔槽结构。采用超声雾化喷涂法在其表面喷涂稀释后的 AZ4620 光刻胶，采用 DEKTAK XTL 台阶轮廓仪测定喷涂后的硅片，并计算其平面平均厚度 (D)，则薄膜均匀性 (τ) 为

$$\tau = (\sigma/D) \times 100\% \quad (1)$$

式中： σ 为膜厚测量值的标准偏差； τ 越小，膜厚均匀性越好，薄膜质量越好^[7]。理想状态下喷涂后凹槽结构内与平面上膜厚应相同，但喷涂过程中光刻胶颗粒受重力、比表面积等因素的影响，会导致孔槽侧壁和底部胶偏薄，太薄的膜厚会影响后续工艺的进行，对样品切片后在高倍显微镜下测得孔槽内光刻胶膜最薄处厚度 (N)，采用最小台阶覆盖率 (C) 来表征孔槽结构内膜厚涂覆的均匀性，则有

$$C = (N/M) \times 100\% \quad (2)$$

式中 M 为光刻胶薄膜的目标厚度，产品要求为 $10 \mu\text{m}$ 。 M 一定的条件下， N 越小则 C 越小，孔槽结构内膜厚均匀性越好。

2.1 稀释质量比影响分析

为满足良好雾化的要求，选用的光致抗蚀剂的黏度必须小于 $0.02 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ ^[8]，在保持其他工艺相同的条件下，用 MOS 级丙酮稀释后的光刻胶进行喷涂，设置丙酮和光刻胶的稀释质量比分别为 3 : 1、4 : 1 和 5 : 1，在高倍显微镜下观察喷涂后的样品，晶圆表面光刻胶颗粒直径分布如图 2 所示。不同稀释质量比下最小台阶覆盖状态如图 3 所示。

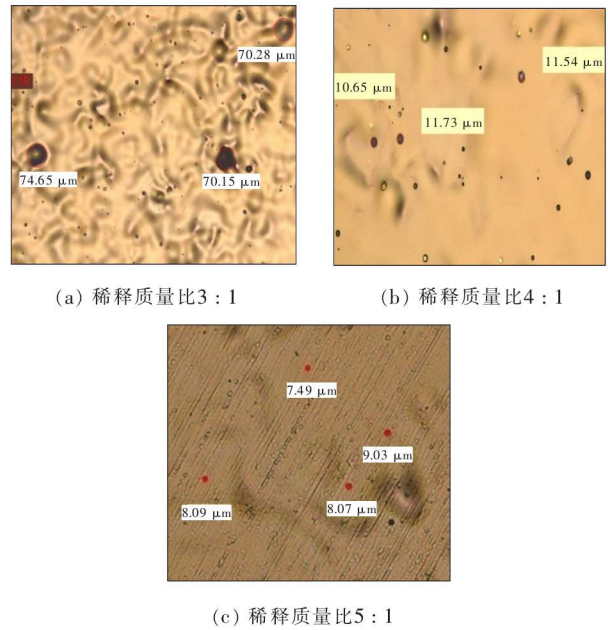


图 2 不同稀释质量比下光刻胶颗粒直径

Fig. 2 Diameters of the photoresist particle for different dilution mass ratios

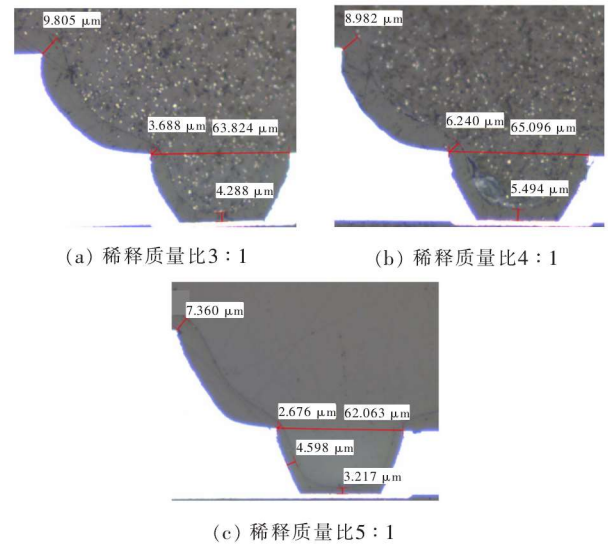


图 3 不同稀释质量比下台阶覆盖状态

Fig. 3 Step coverage status for different dilution mass ratios

从图 2 和图 3 中可以看到，随着稀释质量比的增大，涂覆后薄膜表面的胶颗粒粒径逐渐减小，而侧壁最小台阶覆盖率先增大后减小（依次为 36.8%、54.9% 和 26.7%）。这是因为当光刻胶液体的黏度高时，光刻胶分子之间的结合力越强，其产生空化效应的阈值越大，空化气泡越难产生，使

空化效应不明显,导致超声雾化的效果较差,胶颗粒变大。当稀释质量比为 3 : 1 时,胶颗粒粒径高达 74 μm ,不能满足产品胶颗粒粒径 $< 20 \mu\text{m}$ 的要求。产品随着丙酮含量的增加,胶的黏度逐渐降低,胶分子间结合力降低,光刻胶溶液中的静压力减小,空化效应明显,超声雾化效果加强,胶颗粒变小。同时由于丙酮的极易挥发性,使单位体积内胶颗粒的含量减少,当稀释质量比为 5 : 1 时,台阶覆盖率降低至 26.7%,不能满足产品台阶覆盖率 $> 30\%$ 的使用要求。因此,丙酮和 AZ4620 光刻胶的最佳稀释质量比为 4 : 1。

2.2 超声功率影响分析

喷胶颗粒粒径随超声功率变化关系如图 4 所示。从图中可以看到,随着超声功率的增大,喷胶颗粒的粒径先逐渐减小后趋于稳定,这是因为随着超声功率的增大,其能量越大,则声波振动的振幅越大,此时光刻胶溶液中的静压力与超声波的交变声强振幅差值越大,在液体中产生局部的负压作用越强,使在负压拉力作用下产生空化气泡越多,空化效应越明显,胶颗粒粒径越小。当超声功率大于 1.5 kW 时,胶颗粒粒径基本不变,这是因为受光刻胶自身性质的影响,空化气泡的数量已经趋向饱和,考虑工艺稳定性,将超声功率定为 2 kW。

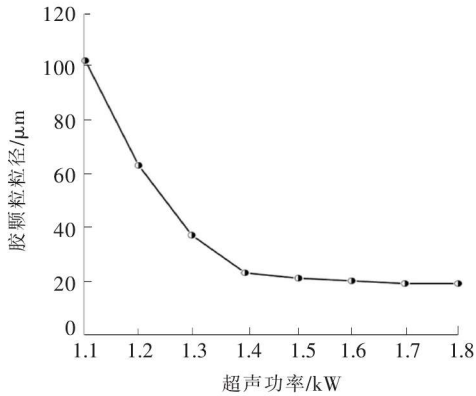


图 4 胶颗粒粒径随超声功率的变化图

Fig. 4 Variation schematic of the diameters of photoresist particles with the ultrasonic power

2.3 氮气体积流量影响分析

光刻胶经超声振动雾化成胶滴后,为避免胶滴随空气四处飘散造成涂覆不均,需在气流的引导作用下飞向晶圆表面。光刻胶涂覆指标随氮气体积流量的变化如图 5 所示。从图中可以看到,随着氮气

体积流量的增加,胶颗粒粒径先减小后增大,最小台阶覆盖率先增大后减小,膜厚均匀性先减小后增大。这是因为喷胶过程中雾化后的胶颗粒需要在氮气气流的作用下加速喷向晶圆表面,当液滴刚离开喷头时,相对速度很低,当氮气体积流量很低时,液滴到达晶圆表面的时间增加,且雾化呈收缩聚拢状,液滴之间的空气有足够的时间被完全排开而缓慢接触,发生聚合,使液滴直径变大,导致胶颗粒变大。随着氮气体积流量的增加,在气流作用下,液滴沉积到晶圆表面的时间缩短,有效降低了液滴发生聚合的概率,使胶颗粒的粒径减小。但是随着氮气体积流量的进一步增加,液滴动能增加,液滴之间的气体膜遭到破坏,液滴重新发生聚合,导致胶颗粒再次增大,膜厚均匀性和台阶覆盖率变差。综合考虑氮气体积流量对胶颗粒、最小台阶覆盖率和膜厚均匀性的影响,氮气体积流量选择为 110 L/min。

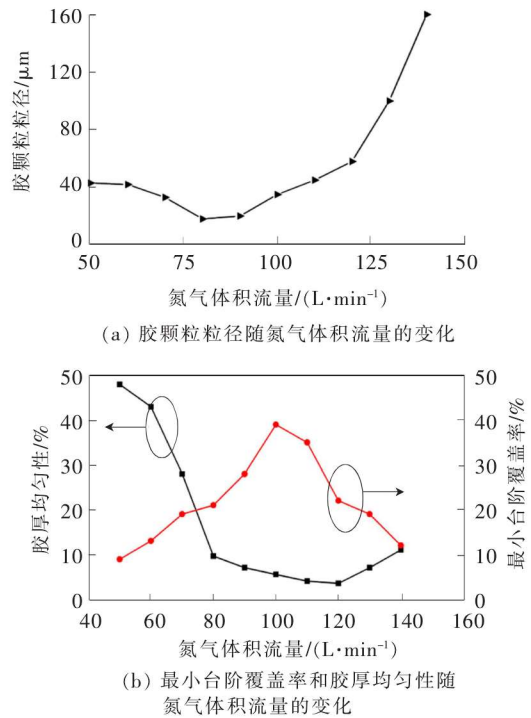


图 5 涂覆指标随氮气体积流量的变化图

Fig. 5 Variation schematic of the spray coating indexes with the nitrogen volume flow

2.4 喷嘴与晶圆表面的间距影响分析

胶涂覆指标随喷嘴与晶圆表面的间距变化如图 6 所示。从图中可以看到,当喷嘴距离晶圆越近时,涂覆区域的直径就会越小,喷嘴蛇形运动过程

中，导致当行喷涂区域与上一行喷涂区域重叠面积减小，膜厚均匀性和台阶覆盖率差。随着喷嘴与晶圆表面间距的增加，涂覆区域直径逐渐变大，台阶覆盖率和膜厚均匀性逐渐改善。而当喷嘴距离晶圆表面过远时，光刻胶液滴在气流引导作用下加速到达晶圆表面时速度越大，则动能越大，此时液滴与基材表面的黏附力小于液滴自身的能量，液滴出现回缩现象。特别是当喷嘴与晶圆表面间距大于 $18\ \mu\text{m}$ 时，回缩后的液滴动能大于势能，液滴发生飞溅或弹起，部分液滴在循环回缩过程中不断撞击晶圆表面造成能量损失，最终使动能小于势能而发生沉积，另一部分飞溅或弹起的液滴可能因为碰撞而发生聚合，快速促使液滴的势能增加，最终沉积至晶圆表面，但同时也使胶颗粒粒径增大。综合考虑膜厚均匀性和台阶覆盖率，选择喷嘴与晶圆表面的间距为 $18\ \mu\text{m}$ 。

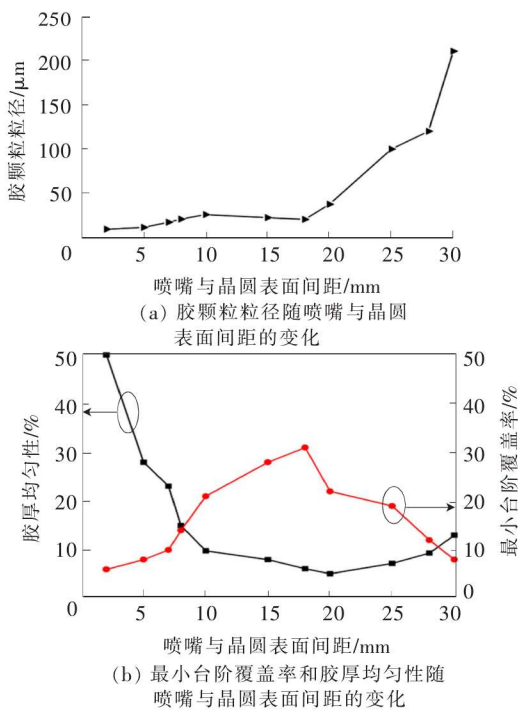


图 6 涂覆指标随喷嘴与晶圆表面间距的变化图

Fig 6 Variation schematics of the spray coating indexes with the distance between the nozzle and wafer surface

2.5 载台温度影响分析

丙酮稀释后的 AZ4620 光刻胶黏度很低，喷到晶圆表面之后流动性较强，使涂胶均匀性降低，因此采用对载台加热的方式使喷到晶圆表面的光刻胶

迅速凝固。载台温度对光刻胶颗粒粒径和膜厚均匀性的影响不大，其主要影响台阶覆盖率，二者变化关系如图 7 所示。

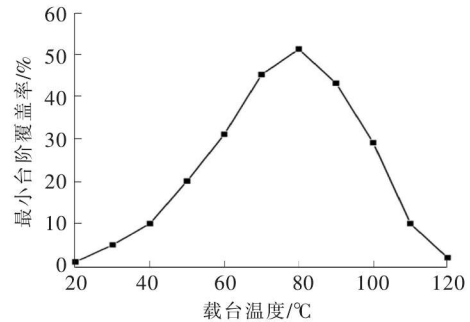


图 7 不同载台温度下的最小台阶覆盖率

Fig 7 Minimum step coverage at different chuck temperatures

从图 7 中可以看到，最小台阶覆盖率随着载台温度的升高先增大后减小。这是因为在温度较低时，喷到晶圆表面的胶滴凝固速度较慢，胶滴受到的重力作用大于与侧壁的黏附力使胶滴向下流淌^[9]，导致侧壁顶端胶薄。随着载台温度的升高，胶滴凝固速度增大，向下流淌的趋势降低，侧壁胶最小台阶覆盖率增加。当继续增加载台温度时，附着在晶圆表面的六甲基二硅胺 (HMDS) 会被蒸发掉，使晶圆表面与 HMDS 发生化学反应的 OH^- 减少，导致晶圆表面的接触角变小，降低了光刻胶的黏附力。另一方面，持续的高温加热使光刻胶出现熔胶现象，侧壁表面胶的重力大于光刻胶的分子间作用力而向下流淌，导致侧壁最小台阶覆盖率降低。考虑工艺稳定性，将载台温度设置为 $80\ ^\circ\text{C}$ 。综合以上所有最优工艺条件进行工艺整合，得到的 TSV 内光刻胶喷涂状态如图 8 所示，从图中可以看到孔内光刻胶覆盖均匀，侧壁台阶覆盖率达 52% ，符合产品工艺要求。

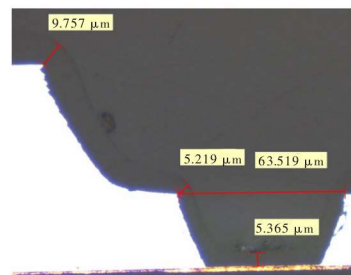


图 8 喷涂后 TSV 截面图

Fig 8 Sectional view of the TSV after spraying

3 结 论

本文通过对 12 英寸结构化晶圆表面喷胶工艺制作, 分别研究了喷涂过程因素对涂胶工艺指标的影响, 得到 AZ4620 光刻胶喷涂的最优工艺参数。当稀释质量比为 5:1、超声功率为 2 kW、氮气体积流量为 110 L/min、喷嘴与晶圆表面间距为 18 μm 、载台温度为 80 $^{\circ}\text{C}$ 时, 能够得到胶颗粒细小、胶厚均匀性好、台阶覆盖率高的涂覆刻蚀片。结果表明, 喷涂工艺能够很好地应用于表面凹凸结构中, 可以有效地促进 3D 微组装工艺的发展, 在微电子和 MEMS 领域应用前景广阔。

参考文献:

- [1] MOREAU W M, CORNETT K M, FAHEY J T, et al. Shot-size reduction of photoresist formulations [J]. Proceedings of SPIE, 1995, 4 (11): 1-17.
- [2] PHAM N P, SCHOLTES T L M, RUUD K, et al. Direct spray coating photoresist—a new method for patterning 3D structures [J]. Euro Sensors, 2002, 16: 15-18.
- [3] BRUBAKER C, WIMPLINGER M, LINDNER P, et al. Investigating the use of spray coating technology in MEMS applications [J]. Micro Santa Monica, 2004, 22 (2): 45-55.
- [4] MICHAEL Q, JULIAN S. 半导体制造技术 [M]. 北京: 电

子工业出版社, 2007: 310-403.

- [5] PHAM N P, TEZCAN D S, RUYTHOOREN W, et al. Photoresist coating and patterning for through-silicon via technology [J]. Journal of Micromechanics & Microengineering, 2008, 18 (12): 125008-1-125008-8.
- [6] PHAM N P, BURGHARTZ J N, SARRO P M. A model for film thickness using direct spray coating [C] // Proceedings of the Electronics Packaging Technology Conference. Piscataway, NJ, USA, 2004: 773-775.
- [7] 胡磊, 石树正, 高翔, 等. AZ4620 光刻胶掩膜的氮化硅图形化工艺 [J]. 微纳电子技术, 2017, 54 (6): 65-69.
- [8] 魏晓旻, 柳龙华, 邱颖霞. 薄膜电路穿孔结构光刻胶喷涂工艺 [J]. 电子工业专用设备, 2014, 43 (4): 42-45.
- [9] 朱赤, 王溯源, 章军云, 等. 光刻胶流淌实现深亚微米栅工艺 [J]. 固体电子学研究与发展, 2018, 38 (4): 75-79.



作者简介:

杨芳 (1990—), 女, 河南信阳人, 工程师, 主要从事三维立体封装工艺和设计研究;

李宝霞 (1977—), 女, 陕西西安人, 博士, 副研究员, 硕士生导师, 副总工艺师, 主要从事三维立体集成封装技术研究。

(上接第 932 页)

- [14] WANG M T, WANG P C, CHUANG M C, et al. Thermal stability of selective chemical vapor deposited tungsten contact and effects of in situ N_2 plasma treatment [J]. Journal of Vacuum Science & Technology: B, 1998, 16 (4): 2026-2033.
- [15] SCHMID K, MANHARD A, LINSMEIER C, et al. Interaction of nitrogen plasmas with tungsten [J]. Nucleation Fusion, 2010, 50 (2): 1-8.
- [16] SEKIGUCHI M, FUJII T, YAMANAKA M. Suppression of resistance increase in annealed Al/W interconnects by capacitively coupled plasma nitridation on W surface [J]. Japanese Journal of Applied Physics. 1996, 35 (2): 1111-1114.
- [17] OHRING M. The materials science of thin films [M]. New York: Academic Press, 1992: 41-43.
- [18] KIM C H, RHO II C, KIM S H, et al. Pulsed CVD-W nucleation layer using WF_6 and B_2H_6 for low resistivity W [J]. Journal of the Electrochemical Society, 2009, 156 (9): H685-H689.
- [19] KIM S H, HWANG E S, KIM B M, et al. Effects of B_2H_6 pretreatment on ALD of W film using a sequential supply of

WF_6 and SiH_4 [J]. Electrochemical and Solid-State Letters, 2005, 8 (10): C155-C159.

- [20] YU M L, AHN K Y, JOSHI R V. Surface reactions in the chemical vapor deposition of tungsten using WF_6 and SiH_4 on Al, PtSi, and TiN [J]. Journal of Applied Physics, 1990, 67 (2): 1055-1061.



Biographies:

Zhang Nianhua (1993—), his research interests include the tungsten film and dielectric film in three dimensional memory;

Zeng Chuanbin (1979—), got his Ph. D degree in microelectronics and solid State Electronics. He is a professor of Institute of Microelectronics of Chinese Academy of Sciences. His research area covers high reliability integrated circuit, process/device, advanced testing technology and equipment.