



(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 I544214 B

(45)公告日：中華民國 105 (2016) 年 08 月 01 日

(21)申請案號：103100964

(22)申請日：中華民國 103 (2014) 年 01 月 10 日

(51)Int. Cl. : G01N22/00 (2006.01)

G01R31/308 (2006.01)

H01L29/786 (2006.01)

(30)優先權：2013/01/11 日本

2013-004061

2013/03/26 日本

2013-065193

2013/12/03 日本

2013-250627

(71)申請人：神戶製鋼所股份有限公司(日本) KABUSHIKI KAISHA KOBE SEIKO SHO (KOBE STEEL, LTD.) (JP)

日本

(72)發明人：岸智弥 KISHI, TOMOYA (JP)；林和志 HAYASHI, KAZUSHI (JP)；釘宮敏洋 KUGIMIYA, TOSHIHIRO (JP)

(74)代理人：林志剛

(56)參考文獻：

TW 201226892A

岸智弥，日野綾，森田晋也，小坂修司，林和志，釘宮敏洋，"酸化物半導体の電氣的、光学的特性評価(I) - カソードルミネッセンスによる電子状態のプロセス依存性-"，第 59 回応用物理学関係連合講演会，15-18 March, 2012, page 21-078.(17p-E4-11)

審查人員：楊謹瑋

申請專利範圍項數：12 項 圖式數：21 共 62 頁

(54)名稱

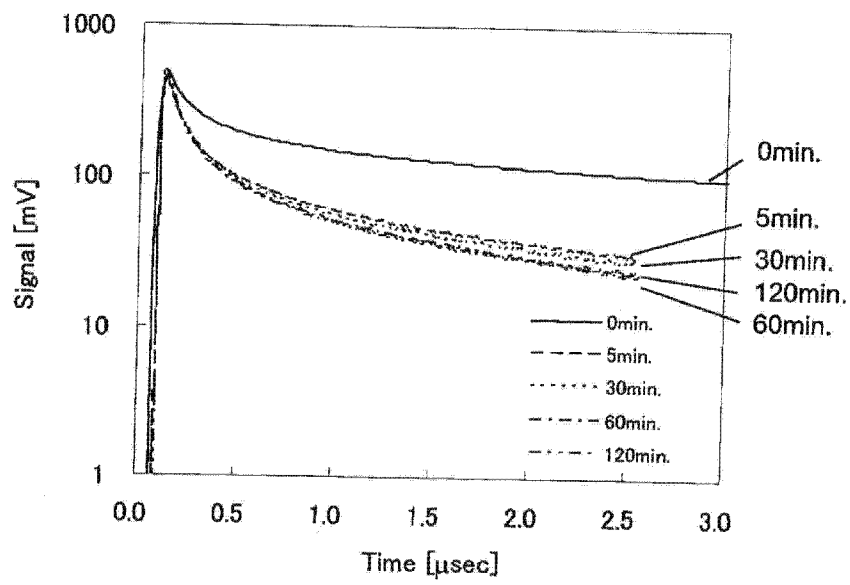
氧化物半導體薄膜之評估方法，及氧化物半導體薄膜之品質管理方法以及使用於前述評估方法的評估元件及評估裝置

(57)摘要

本發明提供以非接觸的方式，正確而且簡便地測定氧化物半導體薄膜的壓迫耐性，進行評估(預測/推定)的方法，以及氧化物半導體之品質管理方法。相關於本發明之氧化物半導體薄膜之評估方法，包含：對被形成氧化物半導體薄膜的試料照射激發光及微波，測定藉由前述激發光的照射而改變的前述微波之由前述氧化物半導體薄膜反射的反射波的最大值後，停止前述激發光的照射，測定前述激發光停止照射後前述微波由前述氧化物半導體薄膜反射的反射波的反射率隨時間之變化的第 1 步驟，以及由前述反射率隨時間之變化，算出對應於激發光停止照射後 1 μ s 程度所見的延遲衰減的參數，評估前述氧化物半導體薄膜之壓迫耐性的第 2 步驟。

指定代表圖：

圖 1



發明摘要

※申請案號：103100964

G^{01N} 22/00 (2006.01)

※申請日：103 年 01 月 10 日

※IPC 分類：

G^{01R} 31/308 (2006.01)H^{01L} 29/786 (2006.01)

【發明名稱】(中文/英文)

氧化物半導體薄膜之評估方法，及氧化物半導體薄膜之品質管理方法以及使用於前述評估方法的評估元件及評估裝置

【中文】

本發明提供以非接觸的方式，正確而且簡便地測定氧化物半導體薄膜的壓迫耐性，進行評估（預測／推定）的方法，以及氧化物半導體之品質管理方法。相關於本發明之氧化物半導體薄膜之評估方法，包含：對被形成氧化物半導體薄膜的試料照射激發光及微波，測定藉由前述激發光的照射而改變的前述微波之由前述氧化物半導體薄膜反射的反射波的最大值後，停止前述激發光的照射，測定前述激發光停止照射後前述微波由前述氧化物半導體薄膜反射的反射波的反射率隨時間之變化的第 1 步驟，以及由前述反射率隨時間之變化，算出對應於激發光停止照射後 1 μ s 程度所見的延遲衰減的參數，評估前述氧化物半導體薄膜之壓迫耐性的第 2 步驟。

【英文】

【代表圖】

【本案指定代表圖】：第(1)圖。

【本代表圖之符號簡單說明】：無

【本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式】：無

發明專利說明書

(本說明書格式、順序，請勿任意更動)

【發明名稱】(中文/英文)

氧化物半導體薄膜之評估方法，及氧化物半導體薄膜之品質管理方法以及使用於前述評估方法的評估元件及評估裝置

【技術領域】

[0001] 本發明係關於用於液晶顯示器或有機 EL (電致發光) 顯示器等顯示裝置的薄膜電晶體 (Thin Film Transistor、TFT) 之半導體層用氧化物 (氧化物半導體薄膜) 之評估方法及品質管理方法，以及使用於前述評估方法的評估元件及評估裝置。詳細地說，係關於以非破壞而且非接觸的方式判定/評估氧化物半導體薄膜的壓迫耐性之技術。

【先前技術】

[0002] 非晶質 (amorphous) 氧化物半導體薄膜，與泛用的非晶質矽 (a-Si) 相比具有高的載子移動度，光學能帶間隙很大，可以在低溫成膜，所以被期待著適用於要求大型/高解析度/高速驅動的次世代顯示器，或耐熱性低的樹脂基板等。

[0003] 氧化物半導體薄膜之中，特別以銦 (In)、鎵 (Ga)、鋅 (Zn)、及氧所構成的非晶質氧化物半導

體薄膜（In-Ga-Zn-O、以下亦稱為「IGZO」），具有非常高的載子移動度，所以適於使用。例如於非專利文獻 1 及 2，揭示了把 $\text{In} : \text{Ga} : \text{Zn} = 1.1 : 1.1 : 0.9$ （原子百分比）之氧化物半導體薄膜使用於 TFT 之半導體層（活性層）者。此外，在專利文獻 1，揭示了包含 In、Zn、Sn、Ga 等元素與 Mo，Mo 對非晶質氧化物中的所有金屬原子數之原子組成比率為 0.1～5 原子百分比的非晶質氧化物，於實施例，揭示了使用把 Mo 添加於 IGZO 的活性層之 TFT。

[0004] 然而，氧化物半導體薄膜，已知會因為在成膜步驟、以及其後的熱處理產生種種離散而使特性改變。例如，起因於在成膜步驟產生的晶格缺陷或膜中的氫，而使支配 TFT 特性的載子濃度大幅改變，容易使 TFT 特性產生散布。因此，於顯示裝置等的製造步驟，由提高生產性的觀點來看，評估成膜的氧化物半導體薄膜的特性，回饋其結果調整製造條件而進行膜質的品質管理是很重要的。

[0005] 作為從前的氧化物半導體薄膜的特性評估方法，通常，進行在氧化物半導體薄膜形成閘極絕緣膜或鈍化絕緣膜而賦予電極，而且測定霍爾效果，測定移動度或閾值等特性。然而，在如前所述有賦予電極的必要之接觸型的特性評估方法，要花費賦予電極的時間或成本。此外，在進行賦予電極時，亦有在氧化物半導體薄膜產生新的缺陷的疑慮。由提高製造生產率的觀點來看，尋求著不

需要賦予電極的非接觸型特性評估方法的確立。

[0006] 在此，作為不賦予電極，以非接觸方式，管理氧化物半導體薄膜的膜質的方法，在專利文獻 2，揭示了藉由微波光導電衰減法，定性或者定量地評估氧化物半導體薄膜的移動度的方法。

[0007] 此外，在使用氧化物半導體薄膜之 TFT，不僅要求前述之移動度，也要求對光照射或電壓施加等壓迫的耐性（壓迫耐性）要優異。所謂壓迫耐性，意味著對電晶體等半導體元件，施加例如持續照射光，或是持續施加閘極電壓等壓迫，於汲極電流-閘極電壓特性（IV 特性），閾值電壓（ V_{th} ）不會偏移〔亦即，施加壓迫前後的 V_{th} 的變化量（ ΔV_{th} ）很少〕。

[0008] 例如在有機 EL（電致發光）顯示器，在使有機 EL 元件發光的期間，在驅動 TFT（薄膜電晶體）的閘極電極持續被施加正電壓，但藉由電壓的施加在閘極絕緣膜與半導體層之界面會有電荷被捕捉（trap），而有 V_{th} 改變，開關特性改變的問題。如此在使用 TFT 時，藉由電壓施加導致的壓迫（stress）使開關特性改變的話，會招致液晶顯示器或有機 EL 顯示器等顯示裝置自身的可信賴性降低，所以有提高壓迫耐性的迫切需求。

[0009] 關於前述壓迫耐性的評估，也受到氧化物半導體薄膜的膜質的影響，所以最好是與前述的移動度同樣，以非接觸方式簡便地進行評估為佳。然而，現在有著不只要進行電極接附，而且實際上必須在長時間的壓迫條

件下進行測定的問題。

〔 先前技術文獻 〕

〔 專利文獻 〕

[0010]

〔 專利文獻 1 〕 日本特開 2009-164393 號公報

〔 專利文獻 2 〕 日本特開 2012-33857 號公報

〔 非專利文獻 〕

[0011]

〔 非專利文獻 1 〕 固體物理， Vol 44， P621（ 2009 ）

〔 非專利文獻 2 〕 Nature、 Vol 432、 P488（ 2004 ）

【發明內容】

〔 發明所欲解決之課題 〕

[0012] 本發明係有鑑於前述情形而完成之發明，其目的在於提供以非接觸的方式，正確而且簡便地測定氧化物半導體薄膜的壓迫耐性（藉由壓迫而產生的閾值電壓的偏移量， ΔV_{th} ），進行評估（預測/推定）的方法，及氧化物半導體薄膜的品質管理方法。

[0013] 本發明之其他目的，在於提供使用於前述評估方法的評估元件及評估裝置。

〔 供解決課題之手段 〕

[0014] 相關於可以解決前述課題之相關於本發明之氧化物半導體薄膜之評估方法，特徵為包含：對被形成氧

化物半導體薄膜的試料照射激發光及微波，測定藉由前述激發光的照射而改變的前述微波之由前述氧化物半導體薄膜反射的反射波的最大值後，停止前述激發光的照射，測定前述激發光停止照射後前述微波由前述氧化物半導體薄膜反射的反射波的反射率隨時間之變化的第 1 步驟，以及由前述反射率隨時間之變化，算出對應於激發光停止照射後 $1\mu\text{s}$ 程度所見的延遲衰減的參數，評估前述氧化物半導體薄膜之壓迫耐性的第 2 步驟。

[0015] 於本發明之較佳的實施型態，前述第 2 步驟，以對應於激發光停止照射後 $1\mu\text{s}$ 程度所見的微波反射率的延遲衰減的參數以及微波反射率的最大值雙方來評估前述氧化物半導體薄膜的壓迫耐性。

[0016] 於本發明之較佳的實施型態，前述參數為壽命值。

[0017] 於本發明之較佳的實施型態，前述氧化物半導體薄膜，包含由 In、Ga、Zn、及 Sn 構成的群所選擇的至少 1 種以上的元素。

[0018] 於本發明之較佳的實施型態，前述氧化物半導體薄膜，被成膜於閘極絕緣膜的表面。

[0019] 於本發明之較佳的實施型態，前述氧化物半導體薄膜，於其表面具有保護膜。

[0020] 此外，可以解決前述課題之相關於本發明的氧化物半導體薄膜之品質管理方法，其要旨係於半導體製造步驟之任一步驟，是用前述之氧化物半導體薄膜之評估

方法。

[0021] 此外，於本發明，在半導體製造步驟之任一步驟，使用前述之品質管理方法的氧化物半導體薄膜之品質管理裝置也包含在內。

[0022] 此外，可以解決前述課題之本發明的評估元件，要旨係使用於前述之任一所記載的評估方法的在基板上被形成氧化物半導體薄膜的評估元件。

[0023] 於本發明之較佳的實施型態，前述氧化物半導體薄膜，係直接被形成於基板的表面。

[0024] 於本發明之較佳的實施型態，前述氧化物半導體薄膜，係直接被形成於閘極絕緣膜的表面。

[0025] 於本發明之較佳的實施型態，於前述氧化物半導體薄膜的表面被形成保護膜。

[0026] 此外，可以解決前述課題之本發明的評估裝置，係前述任一所記載的評估元件在基板上被排列複數個。

〔發明之功效〕

[0027] 根據本發明的話，可以非接觸的方式，正確而且簡便地評估/預測/測定氧化物半導體薄膜的壓迫耐性（藉由壓迫產生的閾值電壓的偏移量， ΔV_{th} ）。

[0028] 藉由把本發明之評估方法，適用於半導體製造步驟之任一步驟，可以進行在 TFT 之製造製程途中之氧化物半導體薄膜之品質管理。

[0029] 根據本發明的話，也提供使用於前述各步驟的評估元件及評估裝置。

【圖式簡單說明】

[0030]

圖 1 係顯示實施例 1 之微波光導電衰減測定結果之圖。

圖 2 係顯示用於實施例 1 及 2 的氧化物半導體 TFT 的構造之概略圖。

圖 3 係於實施例 1，顯示退火時間，與 ΔV_{th} 或者壽命之關係之圖。

圖 4 係於實施例 2，顯示試料 1~3 之微波光導電衰減測定結果之圖。

圖 5 係顯示相關於本發明的評估元件的構成之一例之概略圖。

圖 6 係概略顯示相關於本發明的評估元件之其他構成之一例，對應於實施例 3 的評估元件 1。

圖 7 係概略顯示相關於本發明的評估元件之其他構成之一例，對應於實施例 3 的評估元件 2。

圖 8 係概略顯示相關於本發明的評估元件之其他構成之一例，對應於實施例 3 的評估元件 3。

圖 9 係顯示相關於本發明的評估裝置的構成之一例之概略圖。

圖 10 係於實施例 3，顯示評估元件 1~3 之微波光導

電衰減測定結果之圖。

圖 11 係於實施例 4，顯示評估元件 1~3 之微波光導電衰減測定結果之圖。

圖 12 係概略顯示相關於本發明的評估元件之其他構成之一例，對應於實施例 1 以及實施例 5 的評估元件。

圖 13 係概略顯示相關於本發明的評估元件之其他構成之一例，對應於實施例 4 的評估元件 2。

圖 14 係概略顯示相關於本發明的評估元件之其他構成之一例，對應於實施例 6 的評估元件。

圖 15 係顯示實施例 5 之微波光導電衰減測定結果之圖，圖 15 (a) 為氧添加量 4%，圖 15 (b) 為氧添加量 8% 的測定結果。

圖 16，係於實施例 5，顯示退火溫度，與 ΔV_{th} 或壽命之關係之圖，圖 16 (a) 為氧添加量 4%，圖 16 (b) 為氧添加量 8% 的測定結果。

圖 17 係顯示實施例 6 之微波光導電衰減測定結果之圖。

圖 18 係於實施例 6，顯示成膜溫度，與 ΔV_{th} 或者壽命的關係之圖。

圖 19 係顯示實施例 7 的結果之圖，縱軸為在有無保護層的狀態之峰值比以及壽命之比。

圖 20 係於實施例 8，顯示退火時間與 ΔV_{th} (圖中為 ●)、以及預退火時間與 τ_2 (圖中、△) 之關係之圖。

圖 20 (a) 係藉由評估 2 而得到的 τ_2 ，圖 20 (b) 係

藉由評估 3 而得到的 τ_2 。

圖 21 係顯示實施例 9 的結果之圖。圖 21 (a)，係顯示預退火時間與 ΔV_{th} (圖中為 ●)，以及預退火時間與參數 B (圖中為 ■) 之關係之圖，圖 21 (b) 係顯示預退火時間與 ΔV_{th} (圖中為 ●)，以及預退火時間與參數 C (圖中為 ◆) 之關係之圖。

【實施方式】

[0031] 相關於本發明之氧化物半導體薄膜之評估方法，包含：對被形成氧化物半導體薄膜的試料照射激發光及微波，測定藉由前述激發光的照射而改變的前述微波之由前述氧化物半導體薄膜反射的反射波的最大值後，停止前述激發光的照射，測定前述激發光停止照射後前述微波由前述氧化物半導體薄膜反射的反射波的反射率隨時間之變化的第 1 步驟，以及由前述反射率隨時間之變化，算出對應於激發光停止照射後 $1\mu s$ 程度所見的延遲衰減的參數，評估前述氧化物半導體薄膜之壓迫耐性的第 2 步驟。

[0032] 亦即，本發明，係利用前述專利文獻 2 所記載的微波光導電衰減法者。具體而言，本發明，特徵係發現藉由前述之專利文獻 2 的方法所得到的微波的衰減之中，激發光停止照射後 $1\mu s$ 程度所見到的延遲微波衰減波形（微波衰減的程度），與氧化物半導體薄膜的壓迫耐性（ ΔV_{th} ）有密切的相關關係，作為能夠以非接觸方式正確而且簡便地評估/預測/測定壓迫耐性的指標是極有用的。

[0033] 於本說明書，作為前述「對應於激發光停止照射後 $1\mu\text{s}$ 程度所見到的延遲衰減的參數」，例如可以舉出微波反射強度成為最大值的 $1/e^2$ 為止的時間；把微波反射強度由最大值的 $1/e$ 變成最大值 $1/e^2$ 為止的反射波強度衰減曲線予以對數變換之斜率，或者該斜率的倒數的絕對值；激發光停止照射後 $1\mu\text{s} \sim 2\mu\text{s}$ 程度之反射波強度衰減曲線的斜率，或者該斜率的倒數的絕對值；激發光停止照射後 $1\mu\text{s}$ 程度所見之微波的反射波強度；把微波的反射波的衰減以 2 個指數函數之和來表示的場合，所得到的對數變換的斜率之中的比較長者之值，或者是該斜率的倒數的絕對值等等。此處，前述「把微波的反射波的衰減以 2 個指數函數之和來表示的場合所得到的對數變換的斜率」，意味著例如為後述實施例 8 的式 (1)、式 (2) 所記載的 τ_1 、 τ_2 。於前述實施例 8，前述「把微波的反射波的衰減以 2 個指數函數之和來表示的場合所得到的對數變換的斜率之中的比較長者之值」，意味著 τ_2 。

[0034] 前述參數之中，較佳者為把某個範圍之微波反射強度的衰減曲線予以對數變換之後的斜率，或者該斜率的倒數的絕對值。特佳的參數，係為把由最大值的 $1/e$ 變成最大值 $1/e^2$ 為止的反射波強度衰減曲線予以對數變換之斜率，或者該斜率的倒數的絕對值，以及 $1\mu\text{s}$ 附近到 $2\mu\text{s}$ 附近的反射波強度衰減曲線予以對數變換後之斜率，或者該斜率的倒數的絕對值。

[0035] 本說明書，把前述所有特佳的參數，都定義

為壽命值。在後述的實施例 1~9，把如以下所述進行而算出的壽命值，作為「對應於激發光停止照射後 $1\mu\text{s}$ 程度所見到的延遲衰減的參數」使用。

實施例 1~7，實施例 8 的評估 1，及實施例 9 的評估 1：微波反射強度由最大值的 $1/e$ 變成最大值的 $1/e^2$ 為止的反射波強度予以對數變換後之斜率的倒數（在這些實施例，只記載為「壽命值」）。

實施例 8 的評估 2：把微波反射強度以後述之式（1）表示，參數擬合（parameter fitting）時之壽命值 τ_2 。

實施例 8 的評估 3：把微波反射強度以後述之式（2）表示，參數擬合時之壽命值 τ_2 。

實施例 9 的評估 2：把微波反射率以後述之式（3）表示，參數擬合時之壽命值（在此，為了與其他壽命值區別，記載為壽命值（參數 B））。

實施例 9 的評估 3：把微波反射率以後述之式（4）表示，參數擬合時之壽命值（在此，為了與其他壽命值區別，記載為壽命值（參數 C））。

[0036] 此處，前述參數中的「 $1\mu\text{s}$ 程度」，主旨並非嚴密限定於 $1\mu\text{s}$ ，也意味著包含激發光停止照射後的反射率衰減變慢（斜率變小）之後的微波反射率的範圍。因此，要根本地規定前述時間是困難的，但例如可以舉出 $0.5\mu\text{s} \sim 1\mu\text{s}$ 、 $0.5\mu\text{s} \sim 1.5\mu\text{s}$ 、 $1\mu\text{s} \sim 2\mu\text{s}$ 等作為代表。

[0037] 以下，詳細說明本發明之評估方法。作為用於本發明的裝置，例如，可以舉出前述專利文獻 2 的圖 1

所式的壽命測定裝置。前述裝置的說明，已詳述於前述專利文獻 2，只需參照該文獻即可。以下，說明根據壽命值之評估方法，但本發明之要旨並不以此為限。

[0038] 首先，準備被形成氧化物半導體薄膜的試料。

[0039] 作為前述氧化物半導體薄膜，最好使用包含由 In、Ga、Zn、及 Sn 構成的群所選擇的至少 1 種以上的元素的非晶質氧化物半導體薄膜。這些元素亦可單獨含有，亦可併用二種以上。具體而言，例如可以舉出 In 氧化物、In-Sn 氧化物、In-Zn 氧化物、In-Sn-Zn 氧化物、In-Ga 氧化物、Zn-Ga 氧化物、In-Ga-Zn 氧化物、Zn 氧化物等。

[0040] 前述氧化物半導體薄膜的厚度，例如為數十 nm～500nm 程度為佳。前述厚度的上限，較佳為 200nm 以下，更佳者為 100nm 以下。此外，前述厚度的下限，較佳為 10nm 以上，更佳者為 30nm 以上。

[0041] 用於本發明的前述試料，係在基板之上被形成前述氧化物半導體薄膜者。前述基板，可以使用通常用於本發明的技術領域之各種基板，例如可以使用厚度 0.7mm 程度，大小（寬度）被稱為第 1 代～第 10 代的數十 cm^2 到超過數 m^2 的液晶顯示裝置用的玻璃基板等。

[0042] 對這樣的試料，照射激發光及微波。

[0043] 對氧化物半導體薄膜試料照射激發光的話，被氧化物半導體薄膜吸收而產生過剩載子（激發載子）。

此時，在過剩載子密度增加的同時其消失速度也增加，在載子注入速度與消失速度變成相等時，過剩載子密度為一定之峰值。接著該過剩載子的生成與消滅的速度變成相等時飽和而成為維持一定的值。在該狀態停止激發光的照射的話，由於過剩載子的再結合、消滅而使過剩載子減少，最終回到激發光照射前之值的過程係屬已知。

[0044] 可以利用這樣的微波光導電衰減法，藉由測定壽命值而評估氧化物半導體薄膜的壓迫耐性的原因，應該是基於以下的理由。

[0045] 被照射於氧化物半導體薄膜試料的微波，係以根據氧化物半導體薄膜的自由載子密度決定的電阻率之反射率來反射。藉由激發光的照射而產生過剩載子時，氧化物半導體薄膜的電阻率會減少，所以伴隨著該電阻率的減少而微波的反射率增加。此外，藉由激發光停止照射，隨著過剩載子數減少而電阻率上升，所以微波的反射率減少。

[0046] 本來，微波的反射波的強度，受到藉由激發光的照射而在測定部位產生的過剩載子的影響，其影響程度，也依存於試料中的缺陷等的程度。亦即，照射於氧化物半導體薄膜試料的微波的反射波的強度，藉由激發光的照射而一時變強之後衰減。過剩載子藉由再結合而減少，但試料中缺陷等很多的話，過剩載子會被缺陷所捕獲，妨礙載子的再結合，所以壽命值會變長。另一方面，壓迫耐性也會受到載子捕獲影響，所以壽命值越長，就可以評估

壓迫耐性越低（亦即 ΔV_{th} 變大）。

[0047] 亦即，可以對被形成氧化物半導體薄膜的試料照射激發光及微波，測定藉由激發光的照射而改變的微波由氧化物半導體薄膜反射的反射波之最大值（峰值）之後，停止激發光的照射，測定由停止照射激發光後微波由氧化物半導體薄膜反射的反射波的反射率變化，由測定之值算出壽命值，藉以評估氧化物半導體薄膜的壓迫耐性。

[0048] 以上，詳述了相關於本發明的氧化物半導體薄膜之評估方法。

[0049] 於本發明，也包含把前述評估方法，適用於半導體製造步驟之任一步驟，而進行氧化物半導體薄膜之品質管理的方法。藉由把這樣之前述評估方法適用於前述製造步驟之任一步驟，可以把評估氧化物半導體薄膜的電氣特性（壓迫耐性）的結果與以反饋，調整製造條件等而進行膜質的管理，所以可以適切地進行氧化物半導體的品質管理。

[0050] 此處，前述「任一步驟」，意味著半導體製造步驟之任意的步驟。根據本案發明人等檢討的結果，得知作為對壓迫耐性造成影響的製造步驟，有（i）閘極絕緣膜的成膜步驟、（ii）氧化物半導體薄膜的成膜步驟、（iii）前述氧化物半導體薄膜成膜後的熱處理（預退火，pre-annealing）步驟、（iv）能夠被形成於氧化物半導體薄膜的表面的保護膜之成膜步驟等，例如於這些步驟適用前述評估方法的話，可以精度佳地管理氧化物半導體薄膜

的品質。

[0051] 此處，於前述保護膜（鈍化絕緣膜），包含直接保護氧化物半導體薄膜的表面之保護膜（蝕刻停止層），以及進而保護該保護膜的表面之用的保護膜（最終保護膜）雙方（參照後述之圖 8）。

[0052] 具體而言，例如往基板上形成閘極絕緣膜後（或者不形成閘極絕緣膜而直接地）形成氧化物半導體薄膜，其後進行前述評估方法亦可。或者是對著往基板上（或者閘極絕緣膜上）形成的氧化物半導體薄膜，進行例如根據氧或水蒸氣之熱處理（預退火處理）之後進行前述評估方法亦可，或者是在保護膜（鈍化絕緣膜）形成之前進行亦可。進而，前述評估方法，亦可在前述製造步驟之一步驟（單點，one point）進行，亦可在二個以上的步驟（複數點）進行。藉著如後者那樣再 2 個以上的步驟適用本發明的評估方法，可以測定氧化物半導體薄膜的面內分布（面內之 V_{th} 的散佈（dispersion））。

[0053] 在本發明，例如在：於基板上形成氧化物半導體薄膜的場合；形成閘極絕緣膜後，於其上形成氧化物半導體薄膜的場合；形成氧化物半導體薄膜後（又，於氧化物半導體薄膜之形成前形成閘極絕緣膜亦可，不形成亦可）、進行熱處理（預退火）的場合；或者是，於前述任一之後，在所得到的氧化物半導體薄膜之上形成保護膜（也包括進而保護該保護膜的最終保護膜）的場合；或者是，於其後進行熱處理（對應於前述之預退火，被稱為後

退火（post-annealing））的場合等，可以適用本發明之評估方法。

[0054] 使用本發明的評估方法的話，於氧化物半導體薄膜的材料開發階段，可以簡易而短時間地，而且以低成本來評估種種組成或濃度的氧化物半導體薄膜的壓迫耐性。此外，使用本發明的評估方法的話，於液晶顯示裝置等製造生產線，可以線上（in-line）短時間地評估氧化物半導體薄膜的電氣特性，進而以非接觸的方式進行，所以可達成生產率的提高等，提高生產性，適切地進行氧化物半導體的品質管理。

[0055] 於本發明，也包含使用於前述任一記載之評估方法的評估元件。前述評估元件，係於基板之上被形成氧化物半導體薄膜者，係由對應於前述之（i）～（iv）步驟等所代表的「任一步驟」之構成所構成的。

[0056] 具體而言，例如可以舉出（a）氧化物半導體薄膜直接被形成於基板的表面者，（b）氧化物半導體薄膜直接被形成於閘極絕緣膜的表面者，（c）在前述（a）或者前述（b）的氧化物半導體薄膜的表面被形成保護膜（保護膜，包括圖 8 記載的蝕刻停止層或最終保護膜等）者等等。

[0057] 本發明之評估元件，如記載於前述（a）或者前述（b）那樣，在基板或閘極絕緣膜的表面直接被形成氧化物半導體薄膜是很重要的。亦即，於氧化物半導體薄膜之正下方不存在金屬電極（例如閘極電極）。氧化物半

導體薄膜的正下方存在閘極電極等的話，閘極電極的自由載子（電子）多達 10^{18}cm^{-3} 以上，對於前述微波的反射率，該閘極電極的影響會比較大（變成優位）。

[0058] 相關於本發明的評估元件的構成之一例顯示於圖 5～8、12～14。如圖 5～8 所示，於氧化物半導體薄膜的正下方不設置金屬電極。

[0059] 其中，例如圖 5 是在玻璃基板等基板上依序形成閘極絕緣膜以及氧化物半導體層者，對應於在後述的實施例 2 製作的壽命測定用試料 1（沒有氧化物半導體薄膜之圖案化）。

[0060] 圖 6 是在玻璃基板等基板上依序形成閘極絕緣膜及氧化物半導體薄膜之後，將氧化物半導體層圖案化者，對應於後述之實施例 3 的評估元件 1。

[0061] 圖 7 係於玻璃基板等基板上依序形成閘極絕緣膜、被圖案化的氧化物半導體層以及被圖案化的保護膜（蝕刻停止層）者，對應於後述的實施例 3 的評估元件 2。

[0062] 圖 8 係於玻璃基板等基板上依序形成閘極絕緣膜、被圖案化的氧化物半導體層、被圖案化的保護膜（蝕刻停止層）、最終保護膜者，對應於後述的實施例 3 的評估元件 3。

[0063] 圖 12 係於玻璃基板等基板上形成氧化物半導體層者，對應於後述的實施例 1 及實施例 5。

[0064] 圖 13 係於玻璃基板等基板上依序形成閘極絕

緣膜、氧化物半導體層以及保護膜（蝕刻停止層）者，對應於後述的實施例 4 的評估元件 2。

[0065] 圖 14 係於玻璃基板等基板上依序形成氧化物半導體層以及保護膜（蝕刻停止層）者，對應於後述的實施例 6。

[0066] 進而於本發明，也包含前述任一記載之評估元件被配置複數個於基板上之評估裝置。

[0067] 圖 9 係顯示前述評估裝置的構成之一例之概略圖。如圖 9 所示，在量產生產線使用的玻璃基板上，規則排列而設置複數個評估元件。藉由使用這樣的評估裝置，可以測定氧化物半導體薄膜之品質管理〔基板面內分布（面內之 V_{th} 之散佈（dispersion））、基板間分布（基板間之 V_{th} 之散佈）〕。

[0068] 本發明根據 2013 年 1 月 11 日提出申請的日本專利申請案第 2013-004061 號、2013 年 3 月 26 日提出申請的日本專利申請案第 2013-065193 號、2013 年 12 月 3 日提出申請的日本專利申請案第 2013-250627 號主張優先權的利益。2013 年 1 月 11 日提出申請的日本專利申請案第 2013-004061 號、2013 年 3 月 26 日提出申請的日本專利申請案第 2013-065193 號、2013 年 12 月 3 日提出申請的日本專利申請案第 2013-250627 號之各申請案的說明書全部內容，供參考而援用於本申請案。

〔實施例〕

[0069] 以下，舉出實施例更具體地說明本發明，但本發明並不為以下實施例所限制，可以在適合於前述/後述要旨的範圍內加以變更而實施，這些之任一也都包含於本發明的技術範圍。

[0070]

[實施例 1]

在實施例 1，為了評估根據微波光導電衰減法算出的氧化物半導體薄膜（在此為 InGaZnO、IGZO）之壽命值，與壓迫耐性（ ΔV_{th} ）之相關關係，進行了以下的實驗。本實施例，以及後述之實施例 2～7，把微波反射強度由最大值之 $1/e$ 變成最大值之 $1/e^2$ 為止的反射波強度

的衰減曲線與以對數變換後之斜率的倒數，算出作為壽命值。

[0071]

（1）壽命值測定用試料的製作

首先，於玻璃基板（康寧公司製造的 EAGLE XG、直徑 100mm×厚度 0.7mm）之上，以下列條件以濺鍍法形成了氧化物半導體薄膜（IGZO）。

濺鍍裝置：（股）ULVAC 製造「CS-200」

濺鍍靶的組成：InGaZnO₄ [In : Ga : Zn = 1 : 1 : 1
（原子比）]

基板溫度：室溫

氧化物半導體層的膜厚：40nm

氧添加量： $O_2 / (Ar + O_2) = 4\%$ （體積比）

氣壓：1mTorr

[0072] 其次，爲了使氧化物半導體薄膜的 ΔV_{th} 改變，改變預退火處理的條件（在此爲預退火時間）製作了種種試料。具體而言，作爲預退火處理條件，使預退火時間以外的條件（大氣中，在 350°C 大氣壓下）爲一定，使在前述溫度（ 350°C ）之預退火時間如表 1 所示在 0 分鐘～120 分鐘之間改變，得到種種試料。

[0073] 針對如此得到的各試料，進行微波光導電衰減法之壽命測定。具體而言，使用具有如前述之專利文獻 2 的圖 1 所示的構成之裝置，以如下之條件實施微波光導電衰減法，測定了反射率的變化。

[0074]

雷射波長：349nm（紫外線）

脈衝寬幅：15ns

脈衝能量： $1\mu\text{J} / \text{pulse}$

光束直徑：1.5mm ϕ

每 1 測定之脈衝數=64 照射

裝置：LTA-1820SP（（股）Kobelco Research Institute. Inc.製造）

[0075] 於圖 1 顯示根據前述微波光導電衰減法測定之結果。圖 1 中縱軸爲微波的反射波強度（Signal）。

[0076] 進而，由圖 1 所得到的峰值（微波之由氧化物半導體薄膜反射的反射波的最大值），與壽命值之解析

結果顯示於表 1。

[0077]

[表1]

退火時間 (min.)	峰值 (mV)	壽命值 (us)
0	487	0.541
5	445	0.153
30	491	0.131
60	488	0.126
120	440	0.131

[0078] 由這些結果，可知隨著預退火時間由 0～60 分鐘變長而氧化物半導體薄膜膜中的缺陷減少，載子之捕獲減少，所以壽命值變短。但是，預退火時間長達 120 分鐘變得太長時，膜中的 Zn 會脫離，所以缺陷增加，壽命值變長。

[0079]

(2) TFT 特性及壓迫耐性測定用 TFT 試料之製作

爲了確認在前述 (1) 所製作的試料的 TFT 特性，製作圖 2 所示的 TFT，評估了 TFT 特性及壓迫耐性。

[0080] 首先，於玻璃基板（康寧公司製造的 EAGLE 2000、直徑 100mm×厚度 0.7mm）之上，依序成膜了作爲閘極電極之 Mo 薄膜 100nm，以及閘極絕緣膜 SiO₂（200nm）。閘極電極使用純 Mo 之濺鍍靶藉由 DC 濺鍍

法形成（濺鍍條件：基板溫度：室溫、氣壓：2mTorr）。此外，閘極絕緣膜使用電漿 CVD 法，以運載氣體：SiH₄ 與 N₂O 之混合氣體（N₂O=100sccm、SiH₄=4sccm、N₂=36sccm），成膜功率：300W、成膜溫度：320℃進行了成膜。

[0081] 其次，藉由濺鍍法形成氧化物半導體薄膜。作為氧化物薄膜，使用了 IGZO〔In：Ga：Zn（組成比、原子比）=1：1：1〕。使用於濺鍍的裝置為（股）ULVAC 製造之「CS-200」，濺鍍條件如下。

基板溫度：室溫

氣壓：1mTorr

氧分壓：O₂/（Ar+O₂）=4%

膜厚：40nm

[0082] 如前所述形成氧化物半導體薄膜後，藉由光蝕刻法及濕式蝕刻進行圖案化。作為濕式蝕刻劑液，使用關東化學製造之「ITO-07N」。

[0083] 如此進行圖案化氧化物半導體薄膜後，為了提高膜質，進行了預退火。預退火，在 100%氧氛圍，大氣壓下 350℃進行了 0 分鐘～120 分鐘。

[0084] 其次，使用純 Mo，藉由 DC 濺鍍法成膜（膜厚為 100nm）之後，進行圖案化，形成了源極/汲極電極。純 Mo 膜之成膜方法及圖案化方法，與前述之閘極電極的場合相同，使 TFT 的通道長度為 10μm，通道寬幅為 200μm。

[0085] 如此進行形成源極/汲極電極後，形成供保護氧化物半導體薄膜之用的保護膜。作為保護膜使用了 SiO_2 （膜厚 200nm）與 SiN （膜厚 200nm）之層積膜（合計膜厚 400nm）。前述 SiO_2 及 SiN 之形成，使用 Samco 公司製造之「PD-220NL」，使用電漿 CVD 法進行。在本實施例，藉由 N_2O 氣體進行電漿處理後，依序形成 SiO_2 、以及 SiN 膜。 SiO_2 膜的形成，使用 N_2O 及 SiH_4 之混合氣體， SiN 膜之形成使用 SiH_4 、 N_2 、 NH_3 之混合氣體。任一場合均使成膜功率為 100W，成膜溫度為 150℃。

[0086] 其次，藉由光蝕刻法及乾式蝕刻，在保護膜形成供電晶體特性評估用針探（probbering）之用的接觸孔，得到 TFT。

[0087] 針對如此得到的各 TFT，如以下所述進行，調查了壓迫施加前後之（A）電晶體特性〔汲極電流（ I_d ）-閘極電壓（ V_g ）特性〕，以及（B）閾值電壓（ V_{th} ）的變化（ ΔV_{th} ）。

[0088]

（A）電晶體特性的測定

電晶體特性的測定使用 National Instruments 公司製造之「4156C」之半導體參數分析儀。詳細的測定條件如下。

源極電壓：0V

汲極電壓：10V

閘極電壓：-30～30V（測定間隔：1V）

[0089]

(B) 作為壓迫耐性之 ΔV_{th} 之評估（作為壓迫施加光照射+負偏壓）

在本實施例，模擬實際面板驅動時的環境（壓迫），進行了對閘極電極施加負偏壓同時照射光之壓迫施加試驗。壓迫施加條件如下。作為光的波長，選擇了接近氧化物半導體的能帶間隙，電晶體特性容易波動的 400nm 程度。

閘極電極：-20V

基板溫度：60℃

光壓迫

光源：白色光源

照度（被照射至 TFT 的光的強度）：25,000NIT

光照射裝置：Yang 電子製造之 YSM-1410

壓迫施加時間：2 小時

[0090] 此處，所謂閾值電壓，大致來說，是電晶體由關閉（OFF）狀態（汲極電流（ I_d ）很低的狀態）移至導通（ON）狀態（汲極電流很高的狀態）時之閘極電壓（ V_g ）之值。在本實施例，把汲極電流為導通電流與關閉電流之間的 1nA 附近時之電壓定義為閾值（ V_{th} ）電壓，測定了壓迫施加前後之閾值電壓的變化量（偏移量， ΔV_{th} ）。 ΔV_{th} 越小，壓迫耐性越優異。

[0091] 於圖 3 顯示預退火時間與 ΔV_{th} （圖 3 中，●）之關係，以及預退火時間與壽命值（圖 3 中，△）之

關係。

[0092] 由圖 3 可知，這些顯示同樣的輪廓（profile）， ΔV_{th} 與壽命值的舉動是一致的。亦即，實證了使用根據本發明的壽命值之評估方法的話，可以間接地精度佳地評估 TFT 的壓迫耐性。

[0093]

〔實施例 2〕

在本實施例，爲了調查是否可以藉由本發明的評估方法，評估閘極絕緣膜之形成後，於其上形成氧化物半導體薄膜的步驟之壓迫耐性，而進行了以下的實驗。具體而言，爲了改變氧化物半導體薄膜的 ΔV_{th} ，藉由如表 2 所示地改變種種閘極絕緣膜中的氫濃度以及氧化物半導體薄膜成膜時之氣壓，製作了各種試料。

[0094]

（1）壽命值測定用試料的製作

首先，於玻璃基板（康寧公司製造的 EAGLE 2000、直徑 100mm×厚度 0.7mm）之上，作爲閘極絕緣膜，以電漿 CVD 法分別成膜了膜中氫含量不同的（A） SiO_2 層積膜（二層）以及（B） SiO_2/SiN 層積膜（三層）。各閘極絕緣膜的詳細成膜條件如下。

[0095]

（A）膜中氫含量爲 1.2 原子百分比的 SiO_2 層積膜（二層）

第 1 層（閘極絕緣膜側， SiO_2 層）

運 載 氣 體 : $\text{N}_2\text{O} = 100\text{sccm}$ 、 $\text{SiH}_4 = 6\text{sccm}$ 、 $\text{N}_2 = 54\text{sccm}$

氣 壓 : 133Pa

成 膜 功 率 : 100W

成 膜 溫 度 : 320°C

膜 厚 : 150nm

第 2 層 (半 導 體 側 , SiO_2 層)

運 載 氣 體 : $\text{N}_2\text{O} = 100\text{sccm}$ 、 $\text{SiH}_4 = 2.2\text{sccm}$ 、 $\text{N}_2 = 19.8\text{sccm}$

氣 壓 : 200Pa

成 膜 功 率 : 300W

成 膜 溫 度 : 320°C

膜 厚 : 100nm

[0096]

(B) 膜 中 氫 含 量 為 4.3 原 子 百 分 比 的 SiO_2/SiN 層 積 膜
(三 層)

第 1 層 (閘 極 絕 緣 膜 側 , SiN 層)

運 載 氣 體 : $\text{NH}_3 = 100\text{sccm}$ 、 $\text{SiH}_4 = 30.4\text{sccm}$ 、 $\text{N}_2 = 321.6\text{sccm}$

氣 壓 : 200Pa

成 膜 功 率 : 100W

成 膜 溫 度 : 320°C

膜 厚 : 350nm

第 2 層 (中 間 , SiN 層)

運載氣體： $\text{NH}_3 = 100\text{sccm}$ 、 $\text{SiH}_4 = 22\text{sccm}$ 、 $\text{N}_2 = 677\text{sccm}$

氣壓： 160Pa

成膜功率： 100W

成膜溫度： 320°C

膜厚： 50nm

第 3 層（半導體側， SiO_2 層）

運載氣體： $\text{N}_2\text{O} = 375\text{sccm}$ 、 $\text{SiH}_4 = 8.4\text{sccm}$ 、 $\text{N}_2 = 75.6\text{sccm}$

氣壓： 200Pa

成膜功率： 100W

成膜溫度： 320°C

膜厚： 50nm

[0097] 其次，以濺鍍法形成氧化物半導體薄膜（IGZO）。具體而言，除了使 IGZO 成膜時之氣壓，如表 2 所記載地改變以外，與前述實施例 1 之前述（1）同樣進行而成膜了氧化物半導體薄膜（IGZO）。

[0098] 其後，在大氣中， 350°C 下進行 60 分鐘的預退火處理，得到以下之試料 1~3。

試料 1：（A）膜中氫含量為 1.2 原子百分比的 SiO_2 層積膜（二層）

（IGZO 成膜時之氣壓為 1mTorr ）

試料 2：（B）膜中氫含量為 4.3 原子百分比的 SiO_2 / SiN 層積膜（三層）（IGZO 成膜時之氣壓為 1mTorr ）

試料 3：（B）膜中氫含量為 4.3 原子百分比的 SiO_2 / SiN 層積膜（三層）（IGZO 成膜時之氣壓為 5mTorr）

[0099] 其次，針對前述各試料 1~3，與前述實施例 1 同樣進行了微波光導電衰減法。其結果顯示於圖 4。圖 4 中縱軸為微波的反射波強度（Signal）。

[0100]

（2）壓迫耐性測定用 TFT 試料之製作

爲了測定在前述（1）製作的試料 1~3 之壓迫耐性，製作了前述之圖 2 所示的 TFT。具體而言，爲了製作分別對應於前述試料 1~3 之 TFT，除了進行對應於前述試料 1~3 的閘極絕緣條件以及 IGZO 成膜時的氣壓條件以外，與前述實施例 1 同樣地製作各 TFT，測定閾值電壓的偏移量（ ΔV_{th} ）。表 2 顯示各試料的壽命值與 ΔV_{th} 之結果。

[0101]

[表2]

試料	閘極絕緣膜中 氫含量 (at%)	氧化物半導體成 膜時之氣壓 (mTorr)	壽命值 (μs)	閾值電壓之 偏移量 ΔV_{th} (V)
1	1.2	1	0.40	1.75
2	4.3	1	1.11	5.25
3	4.3	5	0.90	4.00

[0102] 由這些結果，可知與前述之實施例 1 同樣，壽命值與 ΔV_{th} ，顯示相同的舉動。

[0103] 詳細地說，首先由圖 4，可知閘極絕緣膜中的



氫含量，與壽命值具有良好的相關關係，與試料 1 相比氫含量多的試料 2 及試料 3，壽命值也比試料 1 還要長。此外由表 2，可知當閘極絕緣膜中的氫含量變多時， ΔV_{th} 變大，壓迫耐性劣化。因此，實證了起因於閘極絕緣膜中的氫含量的壓迫耐性的降低，也可以良好地評估。

[0104] 又，對比試料 2 與試料 3 的話，這些是閘極絕緣膜中的氫含量為相同，但 IGZO 成膜時的氣壓改變之例。與試料 2 相比，氣壓大的試料 3 的壽命值及 ΔV_{th} 都比試料 2 還要低。這是因為 IGZO 成膜時的氣壓變大時膜密度降低，缺陷也變多，使得壽命值變長（壓迫耐性降低）的緣故。因此，實證了使用本發明的評估方法的話，起因於 IGZO 成膜時的氣壓之壓迫耐性的降低，也可以精度佳地評估。

[0105]

〔實施例 3〕

在本實施例，為了調查是否可以藉由使用前述之圖 6～圖 8 所示的評估元件 1～3，來評估各步驟〔閘極絕緣膜形成後，於其上形成氧化物半導體薄膜的步驟（圖 6）；進而，於其上形成蝕刻停止層的步驟（圖 7）；進而於其上形成最終保護膜的步驟（圖 8）〕之壓迫耐性，而進行了以下的實驗。在本實施例 3 的評估元件 1，在圖案化氧化物半導體薄膜電晶體這一點，與不圖案化氧化物半導體薄膜電晶體的前述實施例 2 有所不同。

[0106]

(1) 壽命值測定用元件的製作

首先，於玻璃基板上，不形成閘極電極而製作了下列評估元件 1~3。

評估元件 1 (圖 6 之評估元件)

評估元件 2 (圖 7 之評估元件)

評估元件 3 (圖 8 之評估元件)

[0107] 各評估元件 1~3 的製造條件如下。

[0108]

(1-1) 評估元件 1 的製造

首先，於玻璃基板（康寧公司製造的 EAGLE 2000、直徑 100mm×厚度 0.7mm）之上，依序成膜了作為閘極電極之 Mo 薄膜 100nm，以及閘極絕緣膜 SiO₂（200nm）。閘極電極使用純 Mo 之濺鍍靶藉由 DC 濺鍍法形成（濺鍍條件：基板溫度：室溫、氣壓：2mTorr）。此外，閘極絕緣膜使用電漿 CVD 法，以運載氣體：SiH₄ 與 N₂O 之混合氣體（N₂O = 100sccm、SiH₄/N₂ = 4/36sccm），壓力 200Pa，成膜功率：300W、成膜溫度：320℃進行了成膜。

[0109] 其次，藉由濺鍍法形成氧化物半導體薄膜。作為氧化物薄膜，使用了 InGaZnO₄ [In : Ga : Zn（組成比、原子比）= 1 : 1 : 1]。使用於濺鍍的裝置為（股）ULVAC 製造之「CS-200」，濺鍍條件如下。

基板溫度：室溫

氣壓：1mTorr

氧分壓： $O_2 / (Ar + O_2) = 4\%$ （體積比）

膜厚：40nm

[0110] 如前所述形成氧化物半導體薄膜後，藉由光蝕刻法及濕式蝕刻進行圖案化。作為濕式蝕刻劑液，使用關東化學製造之「ITO-07N」。在本實施例，使圖案化後的氧化物半導體薄膜的尺寸（參照圖 6）為 15mm 正方形。

[0111] 如此進行圖案化氧化物半導體薄膜後，為了提高膜質，進行了預退火，製造了評估元件 1。預退火，在 100%氧氛圍，大氣壓下 350℃進行了 60 分鐘。

[0112]

（1-2）評估元件 2 的製造

在如前所述得到的評估元件 1，形成被稱為蝕刻停止層的保護膜製造了評估元件 2。保護膜的形成條件如下。

運載氣體： $N_2O = 100\text{sccm}$ 、 $SiH_4/N_2 = 4/36\text{sccm}$

氣壓：133Pa

成膜功率：100W

成膜溫度：230℃

膜厚：100nm

[0113]

（1-3）評估元件 3 的製造

於如前所述而得到的評估元件 2，形成被稱為最終保護膜（由基板側起依序以第 1 層 SiO_2 與第 2 層 SiN 之層積膜構成）的保護膜。最終保護膜的形成條件如下。

[0114]

(第 1 層)

運載氣體： $\text{N}_2\text{O} = 100\text{sccm}$ 、 $\text{SiH}_4/\text{N}_2 = 4/36\text{sccm}$

氣壓： 133Pa

成膜功率： 100W

成膜溫度： 150°C

膜厚： 100nm

[0115]

(第 2 層)

運載氣體： $\text{N}_2\text{O} = 100\text{sccm}$ 、 $\text{SiH}_4 = 12.5\text{sccm}$ 、 $\text{N}_2 = 297.5\text{sccm}$

氣壓： 133Pa

成膜功率： 100W

成膜溫度： 150°C

膜厚： 150nm

[0116] 其次，使用如此進行而得到的前述之評估元件 1~3，與實施例 1 同樣進行了微波光導電衰減法。其結果顯示於圖 10。圖 10 中縱軸為微波的反射波強度 (Signal)。

[0117] 進而，由圖 10 所得到的峰值 (微波之由氧化物半導體薄膜反射的反射波的最大值)，與壽命值之解析結果顯示於表 3。

[0118]

[表3]

	峰值 (mV)	壽命值 (us)
評估元件 1	586	0.248
評估元件 2	680	0.173
評估元件 3	662	0.193

[0119] 由表 3，可知與評估元件 1 相比，評估元件 2 與評估元件 3 之壽命值變短。這應該是起因於在評估元件 2 與評估元件 3，藉由被形成於氧化物半導體薄膜的表面的蝕刻停止層（絕緣膜），使得產生於氧化物半導體薄膜的表面的缺陷被修復的緣故。

[0120] 如此，即使如前述評估元件 2 及 3 那樣被形成蝕刻停止層或最終保護膜等保護膜的場合，也可以觀測到保護膜的形成導致由氧化物半導體薄膜反射的微波的波形變化。因此，實證了使用本發明的評估方法的話，不僅沒有保護膜的評估元件 1，連具有保護膜的評估元件 2 及 3，也可以利用作為使本發明的評估法具體化之用的評估元件來利用。

[0121]

[實施例 4]

在本實施例，於前述之實施例 3 的評估元件 3（有保護膜），使用圖案化尺寸不同的下列評估元件，進行同樣的實驗。

[0122]

(1) 壽命值測定用元件的製作

評估元件 1：圖案化尺寸 15mm 正方（與實施例 3 的評估元件 3 相同）

評估元件 2：未圖案化（與前述圖 5 相同）

評估元件 3：圖案化尺寸 5mm 正方

[0123] 前述評估元件 2，係除了於前述實施例 3 的評估元件 3，不進行圖案化以外以相同方式製造者。

[0124] 前述評估元件 3，係除了於前述實施例 3 的評估元件 1，使圖案化尺寸為 5mm 正方以外以相同的方式製造者。又，圖案化尺寸藉由使用不同圖案尺寸的遮罩來調整。

[0125] 其次，使用前述的評估元件 1~3，與實施例 1 同樣進行了微波光導電衰減法。其結果顯示於圖 11。圖 11 中縱軸為微波的反射波強度（Signal）。

[0126] 進而，由圖 11 所得到的峰值（微波之由氧化物半導體薄膜反射的反射波的最大值），與壽命值之解析結果顯示於表 4。

[0127]

[表4]

	峰值 (mV)	壽命值 (us)
評估元件 1	662	0.193
評估元件 2	667	0.194
評估元件 3	627	0.193



[0128] 由表 4 可知，各評估元件 1~3 之峰值以及壽命值，大致為相同程度。亦即，實證了使用本發明的評估方法的話，不管有無圖案化或圖案化尺寸的大小為何，都可以評估壓迫耐性。

[0129] 特別是使用如評估元件 3 那樣圖案化尺寸為 5mm 平方，比微波導波管的尺寸（10mm 平方）更小者的場合也可以適用本發明的評估方法是非常有用的。此一情形，也印證了可以精度佳地進行如圖 9 所示那樣，複數評估元件規則排列的氧化物半導體薄膜的品質管理（玻璃基板面內分布、玻璃基板間分布等）。

[0130]

〔實施例 5〕

在實施例 5，爲了要針對氧化物半導體薄膜的壽命值，與壓迫耐性（ ΔV_{th} ）之預退火溫度依存性，評估其相關關係，進行了以下的實驗。

[0131]

（1）壽命值測定用試料的製作

首先，於玻璃基板（康寧公司製造的 EAGLE XG、直徑 100mm×厚度 0.7mm）之上，以下列條件以濺鍍法形成了氧化物半導體薄膜（IGZO）。

濺鍍裝置：（股）ULVAC 製造「CS-200」

濺鍍靶的組成： InGaZnO_4 [In : Ga : Zn = 1 : 1 : 1
（原子比）]

基板溫度：室溫

氧化物半導體層的膜厚：40nm

氧添加量： $O_2 / (Ar + O_2) = 4\%、8\%$ （體積比）

氣壓：1mTorr

[0132] 其次，爲了使氧化物半導體薄膜的 ΔV_{th} 改變，改變預退火處理的條件（在此爲預退火溫度）製作了種種試料。具體而言，作爲預退火處理條件，使預退火溫度以外的條件（大氣中 1 小時）爲一定，使預退火溫度在 250℃、300℃、350℃之間改變，得到種種試料。

[0133] 針對如此得到的各試料，進行微波光導電衰減法之壽命測定。具體而言，使用具有如前述之專利文獻 2 的圖 1 所示的構成之裝置（具體而言爲（股）Kobelco Research Institute. Inc.製造之 LTA-1820SP），以如下之條件實施微波光導電衰減法，測定了反射率的變化。

雷射波長：349nm（紫外線）

脈衝寬幅：15ns

脈衝能量：1μJ/pulse

光束直徑：1.5mm ϕ

每 1 測定之脈衝數=64 照射

裝置：LTA-1820SP（（股）Kobelco Research Institute. Inc.製造）

[0134] 於圖 15 顯示根據前述微波光導電衰減法測定之結果。圖 15（a）爲氧添加量 4%，圖 15（b）爲氧添加量 8%的測定結果。圖中縱軸爲微波的反射波強度（Signal）。如前述圖所示，可知隨著預退火溫度變高而

氧化物半導體薄膜膜中的缺陷減少，載子之捕獲減少，所以壽命值變小。

[0135]

(2) TFT 特性及壓迫耐性測定用 TFT 試料之製作

爲了確認在前述(1)所製作的試料的 TFT 特性，製作前述的圖 2 所示的 TFT，評估了 TFT 特性及壓迫耐性。

[0136] 首先，於玻璃基板（康寧公司製造的 EAGLE 2000、直徑 100mm×厚度 0.7mm）之上，依序成膜了作爲閘極電極之 Mo 薄膜 100nm，以及閘極絕緣膜 SiO₂（200nm）。閘極電極使用純 Mo 之濺鍍靶藉由 DC 濺鍍法形成（濺鍍條件：基板溫度：室溫、氣壓：2mTorr）。此外，閘極絕緣膜使用電漿 CVD 法，以運載氣體：SiH₄ 與 N₂O 之混合氣體（N₂O=100sccm、SiH₄=4sccm、N₂=36sccm），

成膜功率：300W、成膜溫度：320℃進行了成膜。

[0137] 其次，藉由濺鍍法形成氧化物半導體薄膜。作爲氧化物薄膜，使用了 IGZO〔In：Ga：Zn（組成比、原子比）=1：1：1〕。使用於濺鍍的裝置爲（股）ULVAC 製造之「CS-200」，濺鍍條件如下。

基板溫度：室溫

氣壓：1mTorr

氧分壓：O₂／（Ar+O₂）=4%、8%（體積比）

膜厚：40nm

[0138] 如前所述形成氧化物半導體薄膜後，藉由光

蝕刻法及濕式蝕刻進行圖案化。作為濕式蝕刻劑液，使用關東化學製造之「ITO-07N」。

[0139] 如此進行圖案化氧化物半導體薄膜後，為了提高膜質，進行了預退火。預退火在大氣中進行了 60 分鐘。

[0140] 其次，作為保護層（蝕刻停止層），藉由電漿 CVD 法形成 SiO_2 （膜厚：100nm）後，藉由光蝕刻法、乾式蝕刻進行了圖案化。

[0141] 其次，使用純 Mo，藉由 DC 濺鍍法成膜（膜厚為 100nm）之後，進行圖案化，形成了源極/汲極電極。純 Mo 膜之成膜方法及圖案化方法，與前述之閘極電極的場合相同，使 TFT 的通道長度為 $10\mu\text{m}$ ，通道寬幅為 $200\mu\text{m}$ 。

[0142] 如此進行形成源極/汲極電極後，形成供保護氧化物半導體薄膜之用的保護膜。作為保護膜使用了 SiO_2 （膜厚 200nm）與 SiN （膜厚 200nm）之層積膜（合計膜厚 400nm）。前述 SiO_2 及 SiN 之形成，使用 Samco 公司製造之「PD-220NL」，使用電漿 CVD 法進行。在本實施例，依序形成 SiO_2 、及 SiN 膜。 SiO_2 膜的形成，使用 N_2O 及 SiH_4 之混合氣體， SiN 膜之形成使用 SiH_4 、 N_2 、 NH_3 之混合氣體。任一場合均使成膜功率為 100W，成膜溫度為 150°C 。

[0143] 其次，藉由光蝕刻法及乾式蝕刻，在保護膜形成供電晶體特性評估用針探（probber）之用的接觸

孔，得到 TFT。

[0144] 針對如此得到的各 TFT，如以下所述進行，調查了壓迫施加前後之（A）電晶體特性〔汲極電流（ I_d ）-閘極電壓（ V_g ）特性〕，以及（B）閾值電壓（ V_{th} ）的變化（ ΔV_{th} ）。

[0145]

（A）電晶體特性的測定

電晶體特性的測定使用 National Instruments 公司製造之「4156C」之半導體參數分析儀。詳細的測定條件如下。

源極電壓：0V

汲極電壓：10V

閘極電壓：-30～30V（測定間隔：1V）

[0146]

（B）作為壓迫耐性之 ΔV_{th} 之評估（作為壓迫施加光照射+負偏壓）

在本實施例，模擬實際面板驅動時的環境（壓迫），進行了對閘極電極施加負偏壓同時照射光之壓迫施加試驗。壓迫施加條件如下。作為光的波長，選擇了接近氧化物半導體的能帶間隙，電晶體特性容易波動的 400nm 程度。

閘極電極：-20V

基板溫度：60℃

光壓迫

光源：白色光源

照度（被照射至 TFT 的光的強度）：25,000NIT

光照射裝置：Yang 電子製造之 YSM-1410

壓迫施加時間：2 小時

[0147] 此處，所謂閾值電壓，大致來說，是電晶體由關閉（OFF）狀態（汲極電流（ I_d ）很低的狀態）移至導通（ON）狀態（汲極電流很高的狀態）時之閘極電壓（ V_g ）之值。在本實施例，把汲極電流為導通電流與關閉電流之間的 $1nA$ 附近時之電壓定義為閾值（ V_{th} ）電壓，測定了壓迫施加前後之閾值電壓的變化量（偏移量， ΔV_{th} ）。 ΔV_{th} 越小，壓迫耐性越優異。

[0148] 於圖 16 顯示預退火時間與 ΔV_{th} （圖中，●）之關係，以及預退火時間與壽命值（圖中，△）之關係。圖 16（a）為氧添加量 4%，圖 16（b）為氧添加量 8%者。

[0149] 由前述圖可知，這些顯示同樣的輪廓（profile）， ΔV_{th} 與壽命值的舉動是一致的。亦即，實證了使用根據本發明的壽命值之評估方法的話，可以間接地精度佳地評估 TFT 的壓迫耐性。

[0150]

〔實施例 6〕

在實施例 6，為了針對氧化物半導體薄膜的表面具有保護膜的氧化物半導體膜，評估壽命值，與壓迫耐性（ ΔV_{th} ）之相關關係，進行了以下的實驗。

[0151]

(1) 壽命值測定用試料的製作

首先，於玻璃基板（康寧公司製造的 EAGLE XG、直徑 100mm×厚度 0.7mm）之上，以下列條件以濺鍍法形成了氧化物半導體薄膜（IGZO）。

濺鍍裝置：（股）ULVAC 製造「CS-200」

濺鍍靶的組成： InGaZnO_4 [In : Ga : Zn = 1 : 1 : 1
（原子比）]

基板溫度：室溫

氧化物半導體層的膜厚：40nm

氧添加量： $\text{O}_2 / (\text{Ar} + \text{O}_2) = 4\%$ （體積比）

氣壓：1mTorr

[0152] 其次，爲了提高氧化物半導體薄膜的膜質，在大氣中 350℃進行 1 小時的預退火處理。

[0153] 進而於氧化物半導體膜上作爲保護膜形成了 SiO_2 。前述 SiO_2 之形成，使用 Samco 公司製造之「PD-220NL」，藉由電漿 CVD 法進行。成膜條件如以下所述，改變成膜溫度而成膜，得到 3 種試料。

運載氣體： $\text{N}_2\text{O} = 100\text{sccm}$ 、 $\text{SiH}_4 = 4\text{sccm}$ 、 $\text{N}_2 = 36\text{sccm}$

氣壓：133Pa

成膜功率：100W

成膜溫度：150℃、200℃、230℃

膜厚：100nm

[0154] 針對如此得到的各試料，藉由與實施例 1 同樣的方法，進行微波光導電衰減法之壽命測定。

[0155] 於圖 17 顯示根據前述微波光導電衰減法測定之結果。圖中縱軸為微波的反射波強度（Signal）。隨著 SiO₂ 的成膜溫度變高，壽命值變小。

[0156]

（2）TFT 特性及壓迫耐性測定用 TFT 試料之製作

爲了確認在前述（1）所製作的試料的 TFT 特性，以與實施例 1 同樣的方法製作前述的圖 2 所示的 TFT，評估了 TFT 特性及壓迫耐性。

[0157] 於圖 18 顯示成膜溫度與 ΔV_{th} （圖中，●）之關係，以及成膜溫度與壽命值（圖中，△）之關係。

[0158] 由前述圖可知，這些顯示同樣的輪廓（profile）， ΔV_{th} 與壽命值的舉動是一致的。亦即，實證了使用根據本發明的壽命值之評估方法的話，即使帶有保護膜的試料也可以間接地精度佳地評估 TFT 的壓迫耐性。

[0159]

〔實施例 7〕

在實施例 7，製作下述試料，爲了評估壽命值、峰值與壓迫耐性（ ΔV_{th} ）之相關關係，進行了以下的實驗。

[0160]

（1）壽命值測定用試料的製作

於前述之實施例 6 的試料，追加保護層 SiO₂ 的成膜

溫度 250℃，得到如以下之 4 種試料。SiO₂ 成膜溫度以外的條件與實施例 3 相同。

成膜溫度：150℃、200℃、230℃、250℃

[0161] 針對前述保護層形成後的試料及保護層形成前的試料，藉由與實施例 1 同樣的方法，進行微波光導電衰減法之壽命測定的結果如圖 19 所示。圖 19 中，縱軸為有無保護層之峰值比以及壽命之比。

[0162] 由前述圖，隨著 SiO₂ 的成膜溫度變高，壽命比變小。另一方面，峰值比在 230℃ 成為極大，在 250℃ 變小。

[0163]

(2) TFT 特性及壓迫耐性測定用 TFT 試料之製作

為了確認在前述 (1) 所製作的試料的 TFT 特性，以與實施例 1 同樣的方法製作前述的圖 2 所示的 TFT，評估了 TFT 特性及壓迫耐性。

[0164] 於表 5，顯示 SiO₂ 的成膜溫度、峰值比、壽命比、電晶體動作、 ΔV_{th} 之結果。

[0165]

[表5]

成膜溫度 (°C)	峰值比	壽命比	判定	電晶體動作	ΔV_{th} (V)
150	0.99	0.90	×	○	6.00
200	1.01	0.86	○	○	1.00
230	1.23	0.71	○	○	0.75
250	0.91	0.16	×	×	-

[0166] 如前述表所示在成膜溫度 250℃，氧化物半導體的載子變得太多，電阻變低，所以電晶體不動作。

[0167] 判定係以峰值比 1 以上而且壽命比 0.90 以下者為○。成為○判定者，電晶體動作為○，而且 ΔV_{th} 在 1.00V 以下。

[0168] 亦即，實證了使用根據本發明的峰值以及壽命值之評估方法的話，可以間接地精度佳地評估 TFT 的動作以及壓迫耐性。

[0169]

[實施例 8]

在實施例 8，使用與前述之實施例 1 相同的試料，調查藉由下述評估 1~3 的方法算出的壽命值、與閾值偏移之相關。

[0170] 評估 1.把微波反射強度由最大值的 $1/e$ 變成最大值 $1/e^2$ 為止的反射波強度予以對數變換後的斜率（與實施例 1 相同）

評估 2.把微波反射強度以下述式（1）表示，參數擬合時之壽命值 τ_2

[0171]

〔數學式1〕

$$n_1 \exp(-t/\tau_1) + n_2 \exp(-t/\tau_2) \quad (1)$$

前述式（1）中， t 為測定時間（秒）、 n_1 及 n_2 為常數、 τ_1 為具有短的時間常數的載子的壽命、 τ_2 為具有長的時間常數的載子的壽命。

[0172] 評估 3.把微波反射強度以下述式（2）表示，參數擬合時之壽命值 τ_2

[0173]

〔數學式2〕

$$n_1 \exp(-t/\tau_1) + n_2 \exp(-t/\tau_2)^\beta \quad (2)$$

前述式（2）中， t 為測定時間（秒）、 n_1 及 n_2 為常數、 τ_1 為具有短的時間常數的載子的壽命、 τ_2 為具有長的時間常數的載子的壽命， β 為緩和因子（relaxation factor）。

[0174] 此處，所謂「參數擬合時」，意味著在前述（1）式針對 n_1 、 n_2 、 τ_1 、 τ_2 ，或者在前述式（2）針對 n_1 、 n_2 、 τ_1 、 τ_2 、 β ，根據到目前為止的經驗輸入適當之值，使前述（1）式全體的相關係數或者前述（2）式全體的相關係數成為最小的方式反覆計算進行擬合（fitting）時。後述的實施例 9 也相同。

[0175] 於圖 20 顯示預退火時間與 ΔV_{th} (圖中, ●) 之關係, 以及預退火時間與 τ_2 (圖中, $\triangle$) 之關係。圖 20 (a) 係藉由評估 2 而得到的 τ_2 , 圖 20 (b) 係藉由評估 3 而得到的 τ_2 。

[0176] 與實施例 1 同樣, ΔV_{th} 與 τ_2 顯示同樣的輪廓 (profile), 可知 ΔV_{th} 與 τ_2 的舉動一致。亦即, 實證了使用評估 1~評估 3 之任一方法, 都可以評估 TFT 的壓迫耐性。

[0177]

[實施例 9]

在實施例 9, 使用與前述之實施例 1 相同的試料, 調查藉由下述評估 1~3 的方法算出的壽命值、與閾值偏移之相關。

[0178] 評估 1.把微波反射強度由最大值的 $1/e$ 變成最大值 $1/e^2$ 為止的反射波強度予以對數變換後的斜率 (與實施例 1 相同)

評估 2.把微波反射率以下述式 (3) 表示, 參數擬合時之壽命值 (參數 B)

[0179]

[數學式3]

$$y = A \times \exp^{(-x/B)} \quad (x: \text{測定時間、} y: \text{反射率}) \quad (3)$$

[0180] 評估 3.把微波反射率以下述式 (4) 表示, 參數擬合時之壽命值 (參數 C)

[0181]

[數學式4]

$$y = A \times x^C \quad (x : \text{測定時間、} y : \text{反射率}) \quad (4)$$

[0182] 於圖 21 (a) 顯示預退火時間與 ΔV_{th} (圖中, ●) 之關係, 以及預退火時間與藉由評估 2 得到的參數 B (圖中, ■) 之關係。此外, 於圖 21 (b) 顯示預退火時間與 ΔV_{th} (圖中, ●) 之關係, 以及預退火時間與藉由評估 3 得到的參數 C (圖中, ◆) 之關係。又, 在本實施例, 把前述式 (3) 及式 (4) 之測定時間, 設為深的位準的再結合或裝置的雜訊不容易對微波衰減波形造成影響的 $1\mu s \sim 2\mu s$ 。

[0183] 由這些圖可知, 與實施例 1 同樣, ΔV_{th} 與參數 B 與參數 C 顯示相同的輪廓 (profile), ΔV_{th} 與參數 B 與參數 C 的舉動一致。亦即, 實證了使用評估 1、評估 2 之任一方法, 都可以評估 TFT 的壓迫耐性。此外, 由前述實驗結果可知, 根據本發明的話, 不僅前述之實施例所記載的壽命值, 由前述式 (3) 之指數函數式所算出的壽命值 (參數 B), 以及以前述式 (4) 之階乘的指數所顯示的參數 C, 作為評估氧化物半導體薄膜的壓迫耐性的參數是有用的。

申請專利範圍

1. 一種氧化物半導體薄膜之評估方法，其特徵為包含：對被形成氧化物半導體薄膜的試料照射激發光及微波，測定藉由前述激發光的照射而改變的前述微波之由前述氧化物半導體薄膜反射的反射波的最大值後，停止前述激發光的照射，測定前述激發光停止照射後前述微波由前述氧化物半導體薄膜反射的反射波的反射率隨時間之變化的第 1 步驟，以及由前述反射率隨時間之變化，算出對應於激發光停止照射後 $1\mu\text{s}$ 程度所見的延遲衰減的參數，評估前述氧化物半導體薄膜之壓迫耐性的第 2 步驟。

2. 如申請專利範圍第 1 項之評估方法，其中前述第 2 步驟，以對應於激發光停止照射後 $1\mu\text{s}$ 程度所見的微波反射率的延遲衰減的參數以及微波反射率的最大值雙方來評估前述氧化物半導體薄膜的壓迫耐性。

3. 如申請專利範圍第 1 項之評估方法，其中前述參數為壽命值。

4. 如申請專利範圍第 1 項之評估方法，其中前述氧化物半導體薄膜，包含由 In、Ga、Zn、及 Sn 構成的群所選擇的至少 1 種以上的元素。

5. 如申請專利範圍第 1 項之評估方法，其中前述氧化物半導體薄膜，被成膜於閘極絕緣膜的表面。

6. 如申請專利範圍第 1 項之評估方法，其中前述氧化物半導體薄膜，於其表面具有保護膜。

7. 一種氧化物半導體薄膜之品質管理方法，其特徵

爲在半導體製造步驟之任一步驟，適用申請專利範圍第 1～6 項之任一項之評估方法。

8. 一種評估元件，其特徵係使用於申請專利範圍第 1～6 項之任一項之評估方法之在基板上被形成氧化物半導體薄膜之評估元件。

9. 如申請專利範圍第 8 項之評估元件，其中前述氧化物半導體薄膜，直接形成於基板的表面。

10. 如申請專利範圍第 8 項之評估元件，其中前述氧化物半導體薄膜，直接形成於閘極絕緣膜的表面。

11. 如申請專利範圍第 8 項之評估元件，其中於前述氧化物半導體薄膜的表面被形成保護膜。

12. 一種評估裝置，其特徵爲：申請專利範圍第 8 項之評估元件在基板上被排列複數個。