

(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
2018 年 6 月 21 日 (21.06.2018)



(10) 国际公布号
WO 2018/107523 A1

(51) 国际专利分类号:
C23C 16/40 (2006.01) **C23C 16/455** (2006.01)

(21) 国际申请号: PCT/CN2016/112524

(22) 国际申请日: 2016 年 12 月 28 日 (28.12.2016)

(25) 申请语言: 中文

(26) 公布语言: 中文

(30) 优先权:
201611147744.1 2016 年 12 月 13 日 (13.12.2016) CN

(71) 申请人: 武汉华星光电技术有限公司 (WUHAN CHINA STAR OPTOELECTRONICS TECHNOLOGY CO., LTD.) [CN/CN]; 中国湖北省武汉市东湖开发区高新大道 666 号生物城 C5 栋, Hubei 430070 (CN)。

(72) 发明人: 王选芸 (WANG, Xuanyun); 中国湖北省武汉市东湖开发区高新大道 666 号生物城 C5 栋, Hubei 430070 (CN)。

(74) 代理人: 深圳市德力知识产权代理事务所 (COMIPS INTELLECTUAL PROPERTY OFFICE); 中国广东省深圳市福田区上步中路深勘大厦 15E, Guangdong 518028 (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, 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,

(54) Title: C-AXIS CRYSTALLINE IGZO FILM AND PREPARATION METHOD THEREFOR

(54) 发明名称: C轴结晶IGZO薄膜及其制备方法

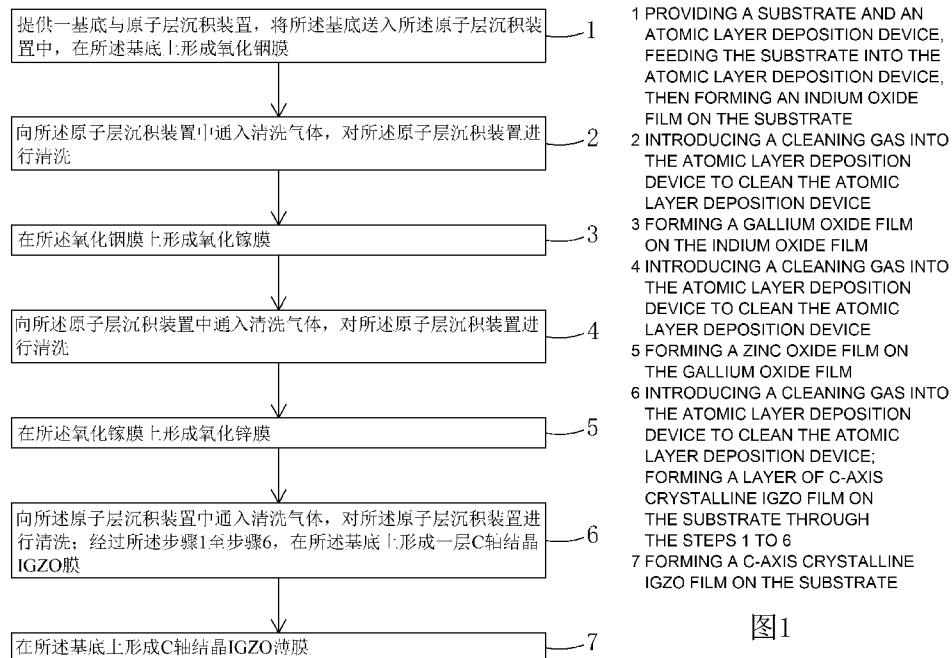


图1

(57) Abstract: Disclosed are a C-axis crystalline IGZO film and a preparation method therefor. In the preparation method for the C-axis crystalline IGZO film, an atomic layer deposition method is used to prepare the C-axis crystalline IGZO film, such that the structure of the C-axis crystalline IGZO can be accurately controlled at an atomic level, and the resulting C-axis crystalline IGZO has a good crystallization quality and fewer oxygen defects, able to improve the stability of TFT. Furthermore, the area of the crystallization region in the resulting C-axis crystalline IGZO film is relatively large, can reach the order of hundred microns to millimeters, so that the

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。

- (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))。

large-scale application of C-axis crystalline IGZO can be promoted. Moreover, the use of the optimized process conditions to prepare the C-axis crystalline IGZO film can improve the production yield and reduce the production cost. The C-axis crystalline IGZO has a good crystallization quality and fewer oxygen defects, can improve the stability of TFT, and at the same time, the area of the crystallization region is relatively large, so that the large-scale application of the C-axis crystalline IGZO can be facilitated.

(57) 摘要: 一种C轴结晶IGZO薄膜及其制备方法。C轴结晶IGZO薄膜的制备方法, 通过采用原子层沉积的方法来制备C轴结晶IGZO薄膜, 能够在原子水平上精确控制C轴结晶IGZO的结构, 制得的C轴结晶IGZO的结晶质量好, 氧缺陷较少, 能够提高TFT的稳定性; 并且由于制得的C轴结晶IGZO薄膜中的结晶区域的面积较大, 达百微米级至毫米级, 因此可促进C轴结晶IGZO的规模化应用; 同时利用最优化的工艺条件来制备C轴结晶IGZO薄膜, 可提高生产良率, 降低生产成本。C轴结晶IGZO的结晶质量好, 氧缺陷较少, 能够提高TFT的稳定性, 同时结晶区域的面积较大, 有利于C轴结晶IGZO的规模化应用。

C 轴结晶 IGZO 薄膜及其制备方法

技术领域

5 本发明涉及显示技术领域，尤其涉及一种 C 轴结晶 IGZO 薄膜及其制备方法。

背景技术

薄膜晶体管 (Thin Film Transistor, TFT) 是目前液晶显示装置 (Liquid Crystal Display, LCD) 和有源矩阵驱动式有机电致发光显示装置 (Active Matrix Organic Light-Emitting Diode, AMOLED) 中的主要驱动元件，直接
10 关系到高性能平板显示装置的发展方向。

随着智能手机与平板显示等终端应用的兴起，250PPI (Pixels Per Inch, 每英寸所拥有的像素数目) 以上的高精细度面板要求逐渐成为搭配趋势，也促使更多面板厂投入高精细度的低温多晶硅 (Low Temperature Poly Silicon, LTPS) 薄膜晶体管扩产，但由于低温多晶硅薄膜晶体管 (LTPS TFT) 生产线的制程复杂度高，且良率也是一大问题，因此面板厂积极投入金属
15 氧化物半导体的研发工作，目前以非结晶氧化铟镓锌 (amorphous Indium Gallium Zinc Oxide, a-IGZO) 技术较为成熟。

IGZO (Indium Gallium Zinc Oxide) 为氧化铟镓锌的缩写，它是一种薄膜电晶体技术，在 TFT-LCD 主动层之上打上的一层金属氧化物。IGZO 技术由夏普 (Sharp) 掌握，是与日本半导体能源研究所共同开发的产品。除了夏普外，三星 SDI 以及乐金显示也同样具备生产 IGZO 面板的能力。
20

IGZO 与非晶质硅 (a-Si) 材料相比，电子迁移率较 a-Si TFT 快 20 到 50 倍，IGZO 使用铟、镓、锌、氧气，取代了传统的 a-Si 现用图层，可以
25 大大降低屏幕的响应时间，缩小电晶体尺寸，提高面板画素的开口率，较易实现高精细化，由此将简单的外部电路整合至面板之中，使移动装置更轻薄，耗电量也降至之前的三分之二。

IGZO 规模化使用中存在的最大问题是 IGZO 中氧空位 (或者氧缺陷) 的迅速变化会导致 TFT 的稳定性较差。这是 IGZO 材料本身缺陷导致的问题，想要解决此问题，必须从材料本身结构出发来控制氧空位的变化，以
30 提高 TFT 的稳定性。C 轴结晶 IGZO (C-axis Aligned Crystalline, 简称 CAAC) 具有层状的结晶结构，无晶界，材料本身的氧缺陷非常少，因此在 TFT 稳定性方面具有 a-IGZO 不可比拟的优势。SEL 公司 (Semiconductor Energy

Laboratory Co., Ltd) 的研究团队采用磁控溅射的方式制备 C 轴结晶 IGZO 薄膜, 但是制得的 C 轴结晶 IGZO 薄膜中只有直径为 1nm-3nm 的区域为结晶状态, 绝大部分的区域都是非晶状态, 也就是说, 所述 C 轴结晶 IGZO 薄膜中, 只有极小的区域为 C 轴结晶 IGZO, 其余区域均为 a-IGZO, 由于

5 结晶区域的面积较小, 因此不利于 C 轴结晶 IGZO 的规模化应用。

发明内容

本发明的目的在于提供一种 C 轴结晶 IGZO 薄膜的制备方法, 制得的 C 轴结晶 IGZO 的结晶质量好, 氧缺陷较少, 能够提高 TFT 的稳定性; 同时

10 制得的 C 轴结晶 IGZO 薄膜中的结晶区域的面积较大, 可促进 C 轴结晶 IGZO 的规模化应用。

本发明的目的还在于提供一种 C 轴结晶 IGZO 薄膜, C 轴结晶 IGZO 的结晶质量好, 氧缺陷较少, 能够提高 TFT 的稳定性, 同时结晶区域的面积较大, 有利于 C 轴结晶 IGZO 的规模化应用。

为实现上述目的, 本发明提供一种 C 轴结晶 IGZO 薄膜的制备方法, 包括如下步骤:

15

步骤 1、提供一基底与原子层沉积装置, 将所述基底送入所述原子层沉积装置中, 向所述原子层沉积装置中通入氧化铟前驱体物质, 同时通入氧气与惰性气体的混合气体, 在所述基底上形成氧化铟膜;

20 步骤 2、向所述原子层沉积装置中通入清洗气体, 驱逐出所述原子层沉积装置中多余的氧化铟前驱体物质, 从而对所述原子层沉积装置进行清洗;

步骤 3、向所述原子层沉积装置中通入氧化镓前驱体物质, 同时通入氧气与惰性气体的混合气体, 在所述氧化铟膜上形成氧化镓膜;

步骤 4、向所述原子层沉积装置中通入清洗气体, 驱逐出所述原子层沉积装置中多余的氧化镓前驱体物质, 从而对所述原子层沉积装置进行清洗;

25

步骤 5、向所述原子层沉积装置中通入氧化锌前驱体物质, 同时通入氧气与惰性气体的混合气体, 在所述氧化镓膜上形成氧化锌膜;

步骤 6、向所述原子层沉积装置中通入清洗气体, 驱逐出所述原子层沉积装置中多余的氧化锌前驱体物质, 从而对所述原子层沉积装置进行清洗;

30 经过所述步骤 1 至步骤 6, 在所述基底上形成一层 C 轴结晶 IGZO 膜, 所述 C 轴结晶 IGZO 膜包括在 C 轴方向上依次排列的氧化铟膜、氧化镓膜及氧化锌膜;

步骤 7、在所述基底上形成 C 轴结晶 IGZO 薄膜。

所述步骤 7 中重复所述步骤 1 至步骤 6 数次, 所述 C 轴结晶 IGZO 薄

膜包括层叠设置的数层 C 轴结晶 IGZO 膜, 所述 C 轴结晶 IGZO 膜的层数与重复所述步骤 1 至步骤 6 的次数相同。

所述步骤 1 中, 所述氧化铟前驱体物质包括氯化铟与水。

所述步骤 3 中, 所述氧化镓前驱体物质包括三甲基镓与水。

5 所述步骤 5 中, 所述氧化锌前驱体物质包括二乙基锌与双氧水。

所述步骤 1、步骤 3 及步骤 5 中, 控制所述原子层沉积装置中的温度为 310℃-335℃, 压力为 5mTorr-8mTorr, 所述原子层沉积装置的工作功率为 180W-200W; 所述氧气与惰性气体的混合气体中, 氧气的浓度为 15v%-17v%。

10 所述步骤 1、步骤 3 及步骤 5 中, 控制所述原子层沉积装置中的温度为 320℃, 压力为 7mTorr, 所述原子层沉积装置的工作功率为 190W; 所述氧气与惰性气体的混合气体中, 氧气的浓度为 16v%。

所述步骤 1、步骤 3 及步骤 5 中, 所述氧气与惰性气体的混合气体中, 所述惰性气体为氩气。

15 所述步骤 2、步骤 4 及步骤 6 中, 所述清洗气体为氮气或者惰性气体。

本发明还提供一种 C 轴结晶 IGZO 薄膜, 包括层叠设置的数层 C 轴结晶 IGZO 膜, 所述 C 轴结晶 IGZO 膜包括在 C 轴方向上依次排列的氧化铟膜、氧化镓膜及氧化锌膜。

本发明还提供一种 C 轴结晶 IGZO 薄膜的制备方法, 包括如下步骤:

20 步骤 1、提供一基底与原子层沉积装置, 将所述基底送入所述原子层沉积装置中, 向所述原子层沉积装置中通入氧化铟前驱体物质, 同时通入氧气与惰性气体的混合气体, 在所述基底上形成氧化铟膜;

步骤 2、向所述原子层沉积装置中通入清洗气体, 驱逐出所述原子层沉积装置中多余的氧化铟前驱体物质, 从而对所述原子层沉积装置进行清洗;

25 步骤 3、向所述原子层沉积装置中通入氧化镓前驱体物质, 同时通入氧气与惰性气体的混合气体, 在所述氧化铟膜上形成氧化镓膜;

步骤 4、向所述原子层沉积装置中通入清洗气体, 驱逐出所述原子层沉积装置中多余的氧化镓前驱体物质, 从而对所述原子层沉积装置进行清洗;

30 步骤 5、向所述原子层沉积装置中通入氧化锌前驱体物质, 同时通入氧气与惰性气体的混合气体, 在所述氧化镓膜上形成氧化锌膜;

步骤 6、向所述原子层沉积装置中通入清洗气体, 驱逐出所述原子层沉积装置中多余的氧化锌前驱体物质, 从而对所述原子层沉积装置进行清洗;

经过所述步骤 1 至步骤 6, 在所述基底上形成一层 C 轴结晶 IGZO 膜, 所述 C 轴结晶 IGZO 膜包括在 C 轴方向上依次排列的氧化铟膜、氧化镓膜

及氧化锌膜；

步骤 7、在所述基底上形成 C 轴结晶 IGZO 薄膜；

其中，所述步骤 1 中，所述氧化铟前驱体物质包括氯化铟与水；

其中，所述步骤 3 中，所述氧化镓前驱体物质包括三甲基镓与水。

5 本发明的有益效果：本发明提供的一种 C 轴结晶 IGZO 薄膜的制备方法，通过采用原子层沉积的方法来制备 C 轴结晶 IGZO 薄膜，能够在原子水平上精确控制 C 轴结晶 IGZO 的结构，制得的 C 轴结晶 IGZO 的结晶质量好，氧缺陷较少，能够提高 TFT 的稳定性；并且由于本发明制得的 C 轴结晶 IGZO 薄膜中的结晶区域的面积较大，达百微米级至毫米级，因此可促进 C 轴结晶 IGZO 的规模化应用；同时本发明利用最优化的工艺条件来制备 C 轴结晶 IGZO 薄膜，可提高生产良率，降低生产成本。本发明提供的一种 C 轴结晶 IGZO 薄膜，C 轴结晶 IGZO 的结晶质量好，氧缺陷较少，能够提高 TFT 的稳定性，同时结晶区域的面积较大，有利于 C 轴结晶 IGZO 的规模化应用。

15 为了能更进一步了解本发明的特征以及技术内容，请参阅以下有关本发明的详细说明与附图，然而附图仅提供参考与说明用，并非用来对本发明加以限制。

附图说明

20 下面结合附图，通过对本发明的具体实施方式详细描述，将使本发明的技术方案及其它有益效果显而易见。

附图中，

图 1 为本发明的 C 轴结晶 IGZO 薄膜的制备方法的流程图；

图 2 为本发明的 C 轴结晶 IGZO 薄膜的制备方法的步骤 1 的示意图；

25 图 3 为本发明的 C 轴结晶 IGZO 薄膜的制备方法的步骤 3 的示意图；

图 4 为本发明的 C 轴结晶 IGZO 薄膜的制备方法的步骤 5 的示意图；

图 5 为本发明的 C 轴结晶 IGZO 薄膜的制备方法的步骤 7 的示意图暨本发明的 C 轴结晶 IGZO 薄膜的结构示意图。

30 具体实施方式

为更进一步阐述本发明所采取的技术手段及其效果，以下结合本发明的优选实施例及其附图进行详细描述。

原子层沉积（Atomic Layer Deposition, ALD）是通过将气相前驱体脉冲交替地通入反应器中在沉积基体上化学吸附并反应而形成沉积膜的一种

方法。当前驱体达到沉积基体表面，它们会在其表面化学吸附并发生表面反应。在前驱体脉冲之间需要用惰性气体对原子层沉积反应器进行清洗。由此可知沉积反应前驱体物质能否在被沉积材料表面化学吸附是实现原子层沉积的关键。气相物质在基体材料的表面吸附特征可以看出，任何气相物质在材料表面都可以进行物理吸附，但是要实现在材料表面的化学吸附必须具有一定的活化能，因此能否实现原子层沉积，选择合适的反应前驱体物质是很重要的。

本发明采用原子层沉积的方法来制备 C 轴结晶 IGZO, 通过将适当的前驱体在基底表面进行反应，按照其 C 轴排布的原子层顺序沉积并使其结晶，经过 n 次循环后，在所述基底上形成大面积的 C 轴结晶 IGZO 薄膜。

采用原子层沉积的方法进行 C 轴结晶 IGZO 薄膜沉积的过程中，沉积温度 (deposition temperature)、氧气浓度 (O_2 concentration)、沉积功率 (deposition power) 及工作压力 (working pressure) 是四个非相关的重要因素。为了确定 C 轴结晶 IGZO 薄膜的最佳沉积条件，本发明进行了 DOE 试验设计，设计四因素三水平的试验，在一定的范围内按照低水平、中水平、高水平三个实施数值进行设计，确定试验参数与试验结果的相关性，设计的 DOE 正交试验的 4 因素与 3 水平的实施数值如表 1 所示, DOE 正交试验的具体实施方案如表 2 所示。

表 1. DOE 试验设计的 4 因素与 3 水平的实施数值

因素	单位	低水平 (1)	中水平 (2)	高水平 (3)
沉积温度 (A)	℃	210	270	330
氧气浓度 (B)	%	5	10	20
沉积功率 (C)	W	50	100	200
工作压力 (D)	mTorr	2	5	8

表 2. DOE 试验设计的具体实施方案

列号 试验号	A	B	C	D
1	1	1	1	1
2	1	2	2	2
3	1	3	3	3
4	2	1	2	3

5	2	2	3	1
6	2	3	1	2
7	3	1	3	2
8	3	2	1	3
9	3	3	2	1

上述表 2 中，A、B、C、D 分别指代上述表 1 中的沉积温度 (A)、氧气浓度 (B)、沉积功率 (C)、及工作压力 (D) 四因素，除试验号外的阿拉伯数字 1、2、3 分别指代上述表 1 中的低水平 (1)、中水平 (2)、及高水平 (3) 的实验数值。

5 通过上述 DOE 试验最终得出 C 轴结晶 IGZO 薄膜的最优化沉积工艺参数为：沉积温度 310 °C -335 °C，氧气浓度 15v%-17v%，工作压力 5mTorr-8mTorr，沉积功率 180W-200W，在该工艺条件下，采用原子层沉积的方法制得的 C 轴结晶 IGZO 薄膜的结晶区域的面积较大，结晶区域的结晶质量较好，从而能够提高生产良率，降低生产成本。

10 请参阅图 1，基于上述 DOE 试验结果，本发明提供一种 C 轴结晶 IGZO 薄膜的制备方法，包括如下步骤：

步骤 1、如图 2 所示，提供一基底 10 与原子层沉积装置 50，将所述基底 10 送入所述原子层沉积装置 50 中，向所述原子层沉积装置 50 中通入氧化铟前驱体物质，同时通入氧气与惰性气体的混合气体，在所述基底 10 上
15 形成氧化铟 (In_2O_3) 膜 20；

步骤 2、向所述原子层沉积装置 50 中通入清洗气体，驱逐出所述原子层沉积装置 50 中多余的氧化铟前驱体物质，从而对所述原子层沉积装置 50 进行清洗；

步骤 3、如图 3 所示，向所述原子层沉积装置 50 中通入氧化镓前驱体物质，同时通入氧气与惰性气体的混合气体，在所述氧化铟膜 21 上形成氧化镓 (Ga_2O_3) 膜 22；
20

步骤 4、向所述原子层沉积装置 50 中通入清洗气体，驱逐出所述原子层沉积装置 50 中多余的氧化镓前驱体物质，从而对所述原子层沉积装置 50 进行清洗；

25 步骤 5、如图 4 所示，向所述原子层沉积装置 50 中通入氧化锌前驱体物质，同时通入氧气与惰性气体的混合气体，在所述氧化镓膜 22 上形成氧化锌 (ZnO) 膜 23；

步骤 6、向所述原子层沉积装置 50 中通入清洗气体，驱逐出所述原子层沉积装置 50 中多余的氧化锌前驱体物质，从而对所述原子层沉积装置 50

进行清洗;

经过所述步骤 1 至步骤 6, 在所述基底 10 上形成一层 C 轴结晶 IGZO 膜 20, 所述 C 轴结晶 IGZO 膜 20 包括在 C 轴方向上依次排列的氧化铟膜 21、氧化镓膜 22 及氧化锌膜 23;

5 步骤 7、如图 5 所示, 在所述基底 10 上形成 C 轴结晶 IGZO 薄膜 30。

具体的, 所述步骤 7 中重复所述步骤 1 至步骤 6 数次, 所述 C 轴结晶 IGZO 薄膜 30 包括层叠设置的数层 C 轴结晶 IGZO 膜 20, 所述 C 轴结晶 IGZO 膜 20 的层数与重复所述步骤 1 至步骤 6 的次数相同。

10 图 5 为所述步骤 7 制得的 C 轴结晶 IGZO 薄膜 30 的结构示意图, 从图 5 中可以看出, 所述 C 轴结晶 IGZO 薄膜 30 包括层叠设置的数层 C 轴结晶 IGZO 膜 20, 每层 C 轴结晶 IGZO 膜 20 中, 所述氧化铟膜 21、氧化镓膜 22 及氧化锌膜 23 在 C 轴方向上依次排列。

具体的, 所述步骤 1 中, 所述氧化铟前驱体物质包括氯化铟 (Cl_3In) 与水 (H_2O)。

15 具体的, 所述步骤 3 中, 所述氧化镓前驱体物质包括三甲基镓 ($(\text{CH}_3)_3\text{Ga}$) 与水 (H_2O)。

具体的, 所述步骤 5 中, 所述氧化锌前驱体物质包括二乙基锌 ($\text{Zn}(\text{C}_2\text{H}_5)_2$) 与双氧水 (H_2O_2)。

20 优选的, 所述步骤 1、步骤 3 及步骤 5 中, 控制所述原子层沉积装置 50 中的温度为 310°C - 335°C , 压力为 5mTorr-8mTorr, 所述原子层沉积装置 50 的工作功率为 180W-200W; 所述氧气与惰性气体的混合气体中, 氧气的浓度为 15v%-17v%。

25 最优选的, 所述步骤 1、步骤 3 及步骤 5 中, 控制所述原子层沉积装置 50 中的温度为 320°C , 压力为 7mTorr, 所述原子层沉积装置 50 的工作功率为 190W; 所述氧气与惰性气体的混合气体中, 氧气的浓度为 16v%。

具体的, 所述步骤 1、步骤 3 及步骤 5 中, 所述氧气与惰性气体的混合气体中, 所述惰性气体为氩气。

30 具体的, 所述步骤 1、步骤 3 及步骤 5 中, 通过向所述原子层沉积装置 50 中通入氧气与惰性气体的混合气体, 利用氧气中的氧原子来填补制得的氧化铟膜 21、氧化镓膜 22 及氧化锌膜 23 中的氧缺陷, 从而减少最终制得的 C 轴结晶 IGZO 薄膜 30 中的氧缺陷, 提高 C 轴结晶 IGZO 薄膜 30 的结晶质量。

具体的, 所述步骤 2、步骤 4 及步骤 6 中, 所述清洗气体为氮气或者惰性气体, 所述惰性气体优选为氩气。

具体的，本发明制备的 C 轴结晶 IGZO 薄膜 30 中的结晶区域的面积可达百微米级至毫米级，与现有的 C 轴结晶 IGZO 薄膜的制作工艺相比，本发明制得的 C 轴结晶 IGZO 薄膜 30 中的结晶区域的面积要大得多，可促进 C 轴结晶 IGZO 的规模化应用。

5 通常情况下，所述步骤 7 制得的 C 轴结晶 IGZO 薄膜 30 中的结晶区域的面积为 $100\mu\text{m}^2\sim 50\text{mm}^2$ 。

通常情况下，所述步骤 7 中重复所述步骤 1 至步骤 6 的次数为 100-200 次，所述步骤 7 制得的 C 轴结晶 IGZO 薄膜 30 的厚度可达 100nm~200nm。

上述 C 轴结晶 IGZO 薄膜的制备方法，通过采用原子层沉积的方法来
10 制备 C 轴结晶 IGZO 薄膜，能够在原子水平上精确控制 C 轴结晶 IGZO 的结构，制得的 C 轴结晶 IGZO 的结晶质量好，氧缺陷较少，能够提高 TFT 的稳定性；并且由于本发明制得的 C 轴结晶 IGZO 薄膜中的结晶区域的面积较大，达百微米级至毫米级，因此可促进 C 轴结晶 IGZO 的规模化应用；同时本发明利用最优化的工艺条件来制备 C 轴结晶 IGZO 薄膜，可提高生
15 产良率，降低生产成本。

请参阅图 5，基于上述 C 轴结晶 IGZO 薄膜的制备方法，本发明还提供一种 C 轴结晶 IGZO 薄膜，包括层叠设置的数层 C 轴结晶 IGZO 膜 20，所述 C 轴结晶 IGZO 膜 20 包括在 C 轴方向上依次排列的氧化铟膜 21、氧化镓膜 22 及氧化锌膜 23。

20 具体的，所述数层至少为一层。

具体的，所述 C 轴结晶 IGZO 薄膜中的结晶区域的面积为 $100\mu\text{m}^2\sim 50\text{mm}^2$ 。

具体的，所述 C 轴结晶 IGZO 薄膜的厚度为 100nm~200nm。

上述 C 轴结晶 IGZO 薄膜，C 轴结晶 IGZO 的结晶质量好，氧缺陷较少，
25 能够提高 TFT 的稳定性，同时结晶区域的面积较大，有利于 C 轴结晶 IGZO 的规模化应用。

综上所述，本发明提供一种 C 轴结晶 IGZO 薄膜及其制备方法。本发明的 C 轴结晶 IGZO 薄膜的制备方法，通过采用原子层沉积的方法来制备 C 轴结晶 IGZO 薄膜，能够在原子水平上精确控制 C 轴结晶 IGZO 的结构，
30 制得的 C 轴结晶 IGZO 的结晶质量好，氧缺陷较少，能够提高 TFT 的稳定性；并且由于本发明制得的 C 轴结晶 IGZO 薄膜中的结晶区域的面积较大，达百微米级至毫米级，因此可促进 C 轴结晶 IGZO 的规模化应用；同时本发明利用最优化的工艺条件来制备 C 轴结晶 IGZO 薄膜，可提高生产良率，降低生产成本。本发明的 C 轴结晶 IGZO 薄膜，C 轴结晶 IGZO 的结晶质量

好，氧缺陷较少，能够提高 TFT 的稳定性，同时结晶区域的面积较大，有利于 C 轴结晶 IGZO 的规模化应用。

以上所述，对于本领域的普通技术人员来说，可以根据本发明的技术方案和技术构思作出其他各种相应的改变和变形，而所有这些改变和变形

5 都应属于本发明权利要求的保护范围。

权 利 要 求

1、一种 C 轴结晶 IGZO 薄膜的制备方法，包括如下步骤：

步骤 1、提供一基底与原子层沉积装置，将所述基底送入所述原子层沉积装置中，向所述原子层沉积装置中通入氧化铟前驱体物质，同时通入氧气与惰性气体的混合气体，在所述基底上形成氧化铟膜；

步骤 2、向所述原子层沉积装置中通入清洗气体，驱逐出所述原子层沉积装置中多余的氧化铟前驱体物质，从而对所述原子层沉积装置进行清洗；

步骤 3、向所述原子层沉积装置中通入氧化镓前驱体物质，同时通入氧气与惰性气体的混合气体，在所述氧化铟膜上形成氧化镓膜；

步骤 4、向所述原子层沉积装置中通入清洗气体，驱逐出所述原子层沉积装置中多余的氧化镓前驱体物质，从而对所述原子层沉积装置进行清洗；

步骤 5、向所述原子层沉积装置中通入氧化锌前驱体物质，同时通入氧气与惰性气体的混合气体，在所述氧化镓膜上形成氧化锌膜；

步骤 6、向所述原子层沉积装置中通入清洗气体，驱逐出所述原子层沉积装置中多余的氧化锌前驱体物质，从而对所述原子层沉积装置进行清洗；

经过所述步骤 1 至步骤 6，在所述基底上形成一层 C 轴结晶 IGZO 膜，所述 C 轴结晶 IGZO 膜包括在 C 轴方向上依次排列的氧化铟膜、氧化镓膜及氧化锌膜；

步骤 7、在所述基底上形成 C 轴结晶 IGZO 薄膜。

2、如权利要求 1 所述的 C 轴结晶 IGZO 薄膜的制备方法，其中，所述步骤 7 中重复所述步骤 1 至步骤 6 数次，所述 C 轴结晶 IGZO 薄膜包括层叠设置的数层 C 轴结晶 IGZO 膜，所述 C 轴结晶 IGZO 膜的层数与重复所述步骤 1 至步骤 6 的次数相同。

3、如权利要求 1 所述的 C 轴结晶 IGZO 薄膜的制备方法，其中，所述步骤 1 中，所述氧化铟前驱体物质包括氯化铟与水。

4、如权利要求 1 所述的 C 轴结晶 IGZO 薄膜的制备方法，其中，所述步骤 3 中，所述氧化镓前驱体物质包括三甲基镓与水。

5、如权利要求 1 所述的 C 轴结晶 IGZO 薄膜的制备方法，其中，所述步骤 5 中，所述氧化锌前驱体物质包括二乙基锌与双氧水。

6、如权利要求 1 所述的 C 轴结晶 IGZO 薄膜的制备方法，其中，所述步骤 1、步骤 3 及步骤 5 中，控制所述原子层沉积装置中的温度为 310℃-335℃，压力为 5mTorr-8mTorr，所述原子层沉积装置的工作功率为

180W-200W；所述氧气与惰性气体的混合气体中，氧气的浓度为15v%-17v%。

7、如权利要求6所述的C轴结晶IGZO薄膜的制备方法，其中，所述步骤1、步骤3及步骤5中，控制所述原子层沉积装置中的温度为320℃，
5 压力为7mTorr，所述原子层沉积装置的工作功率为190W；所述氧气与惰性气体的混合气体中，氧气的浓度为16v%。

8、如权利要求1所述的C轴结晶IGZO薄膜的制备方法，其中，所述步骤1、步骤3及步骤5中，所述氧气与惰性气体的混合气体中，所述惰性气体为氩气。

10 9、如权利要求1所述的C轴结晶IGZO薄膜的制备方法，其中，所述步骤2、步骤4及步骤6中，所述清洗气体为氮气或者惰性气体。

10、一种C轴结晶IGZO薄膜，包括层叠设置的数层C轴结晶IGZO膜，所述C轴结晶IGZO膜包括在C轴方向上依次排列的氧化铟膜、氧化镓膜及氧化锌膜。

15 11、一种C轴结晶IGZO薄膜的制备方法，包括如下步骤：

步骤1、提供一基底与原子层沉积装置，将所述基底送入所述原子层沉积装置中，向所述原子层沉积装置中通入氧化铟前驱体物质，同时通入氧气与惰性气体的混合气体，在所述基底上形成氧化铟膜；

20 步骤2、向所述原子层沉积装置中通入清洗气体，驱逐出所述原子层沉积装置中多余的氧化铟前驱体物质，从而对所述原子层沉积装置进行清洗；

步骤3、向所述原子层沉积装置中通入氧化镓前驱体物质，同时通入氧气与惰性气体的混合气体，在所述氧化铟膜上形成氧化镓膜；

步骤4、向所述原子层沉积装置中通入清洗气体，驱逐出所述原子层沉积装置中多余的氧化镓前驱体物质，从而对所述原子层沉积装置进行清洗；

25 步骤5、向所述原子层沉积装置中通入氧化锌前驱体物质，同时通入氧气与惰性气体的混合气体，在所述氧化镓膜上形成氧化锌膜；

步骤6、向所述原子层沉积装置中通入清洗气体，驱逐出所述原子层沉积装置中多余的氧化锌前驱体物质，从而对所述原子层沉积装置进行清洗；

30 经过所述步骤1至步骤6，在所述基底上形成一层C轴结晶IGZO膜，所述C轴结晶IGZO膜包括在C轴方向上依次排列的氧化铟膜、氧化镓膜及氧化锌膜；

步骤7、在所述基底上形成C轴结晶IGZO薄膜；

其中，所述步骤1中，所述氧化铟前驱体物质包括氯化铟与水；

其中，所述步骤3中，所述氧化镓前驱体物质包括三甲基镓与水。

12、如权利要求 11 所述的 C 轴结晶 IGZO 薄膜的制备方法，其中，所述步骤 7 中重复所述步骤 1 至步骤 6 数次，所述 C 轴结晶 IGZO 薄膜包括层叠设置的数层 C 轴结晶 IGZO 膜，所述 C 轴结晶 IGZO 膜的层数与重复所述步骤 1 至步骤 6 的次数相同。

5 13、如权利要求 11 所述的 C 轴结晶 IGZO 薄膜的制备方法，其中，所述步骤 5 中，所述氧化锌前驱体物质包括二乙基锌与双氧水。

14、如权利要求 11 所述的 C 轴结晶 IGZO 薄膜的制备方法，其中，所述步骤 1、步骤 3 及步骤 5 中，控制所述原子层沉积装置中的温度为 310℃-335℃，压力为 5mTorr-8mTorr，所述原子层沉积装置的工作功率为
10 180W-200W；所述氧气与惰性气体的混合气体中，氧气的浓度为 15v%-17v%。

15、如权利要求 14 所述的 C 轴结晶 IGZO 薄膜的制备方法，其中，所述步骤 1、步骤 3 及步骤 5 中，控制所述原子层沉积装置中的温度为 320℃，压力为 7mTorr，所述原子层沉积装置的工作功率为 190W；所述氧气与惰性气体的混合气体中，氧气的浓度为 16v%。
15

16、如权利要求 11 所述的 C 轴结晶 IGZO 薄膜的制备方法，其中，所述步骤 1、步骤 3 及步骤 5 中，所述氧气与惰性气体的混合气体中，所述惰性气体为氩气。

17、如权利要求 11 所述的 C 轴结晶 IGZO 薄膜的制备方法，其中，所述步骤 2、步骤 4 及步骤 6 中，所述清洗气体为氮气或者惰性气体。
20

1/5

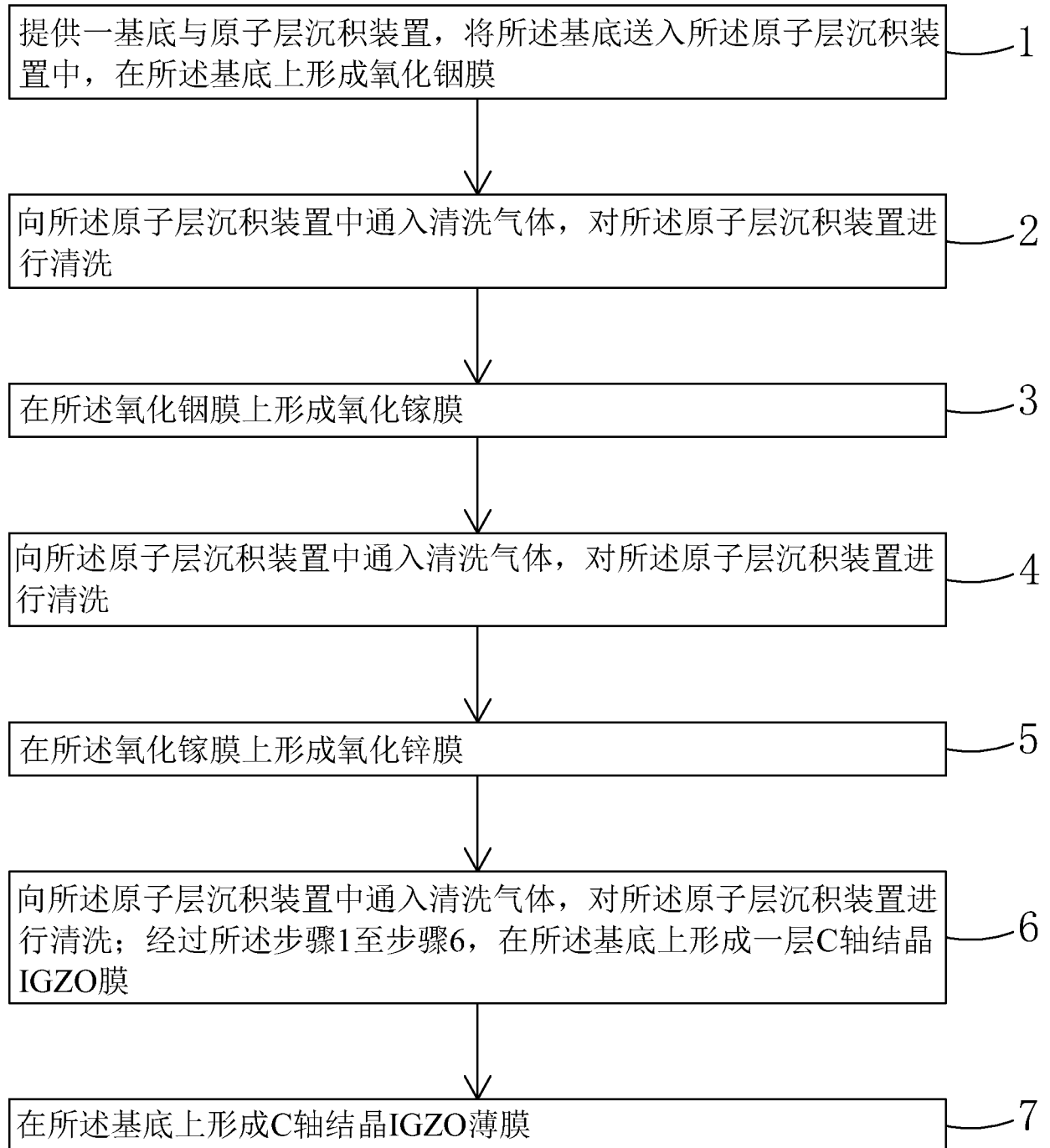


图1

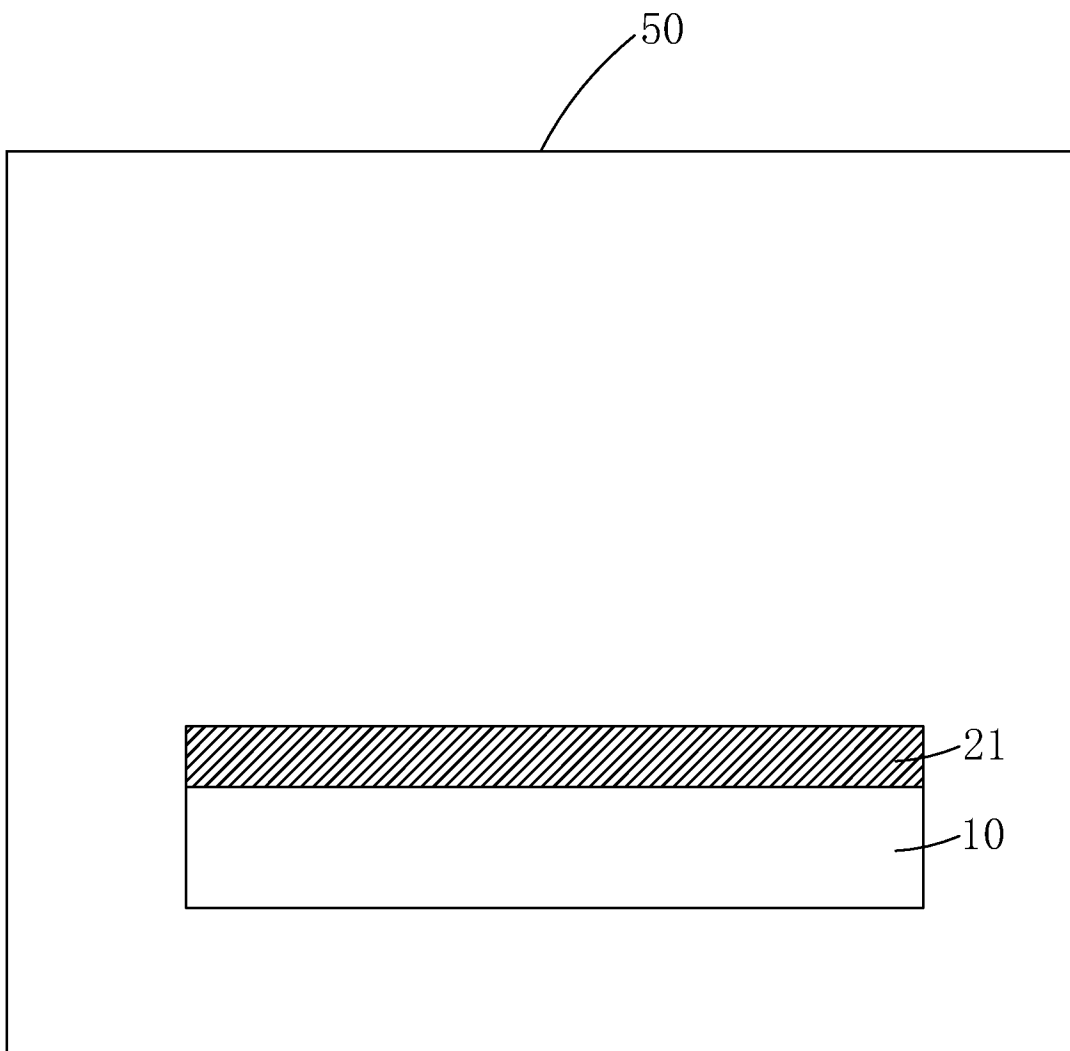


图2

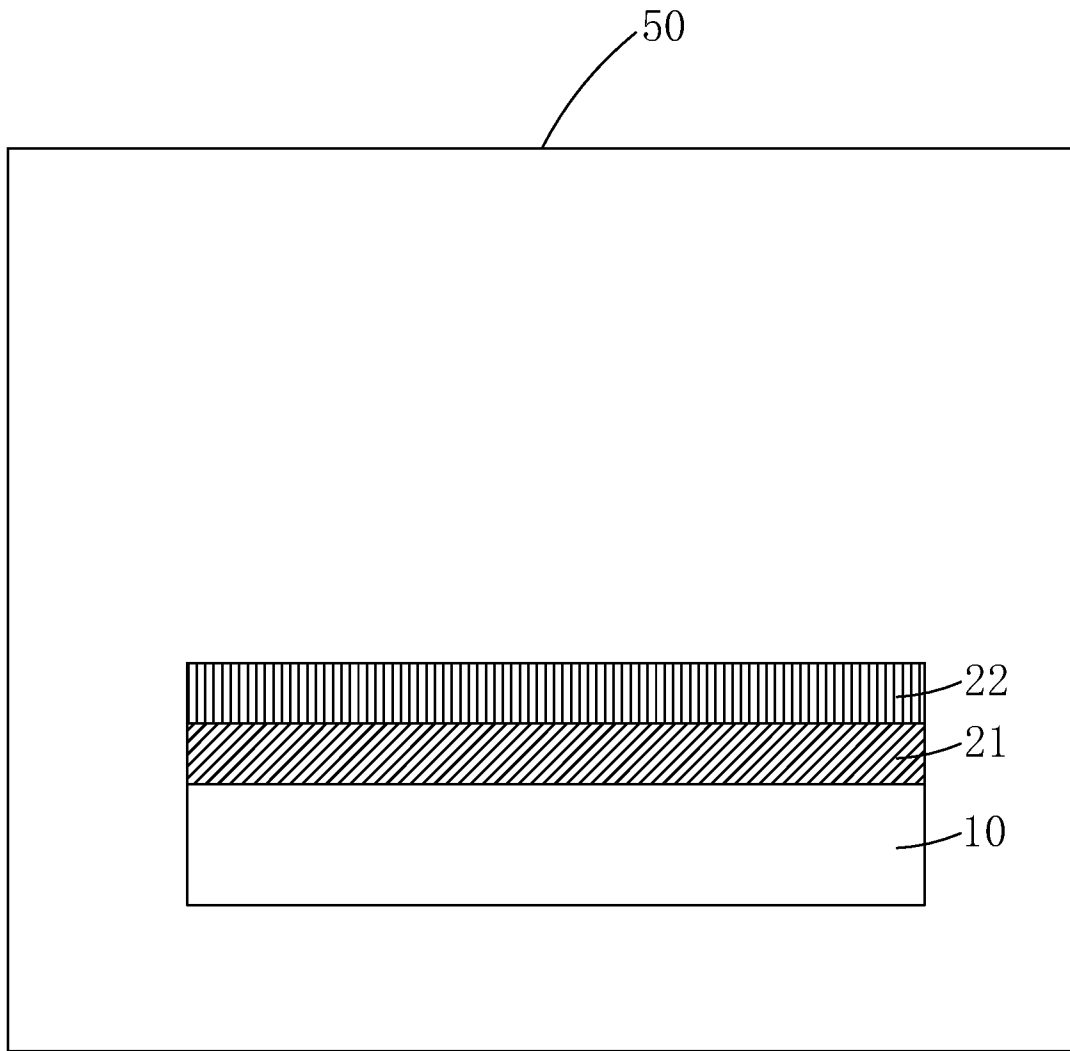


图3

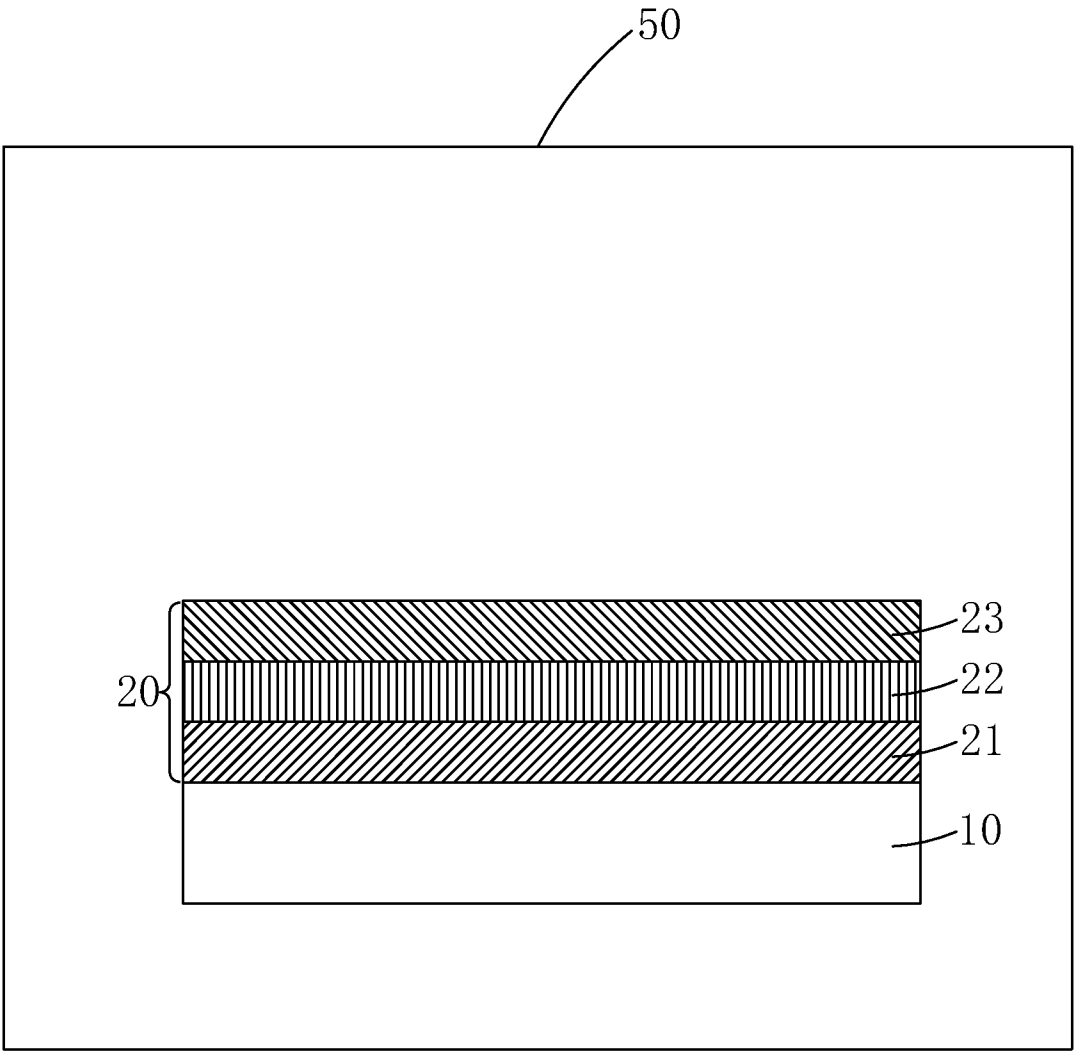


图4

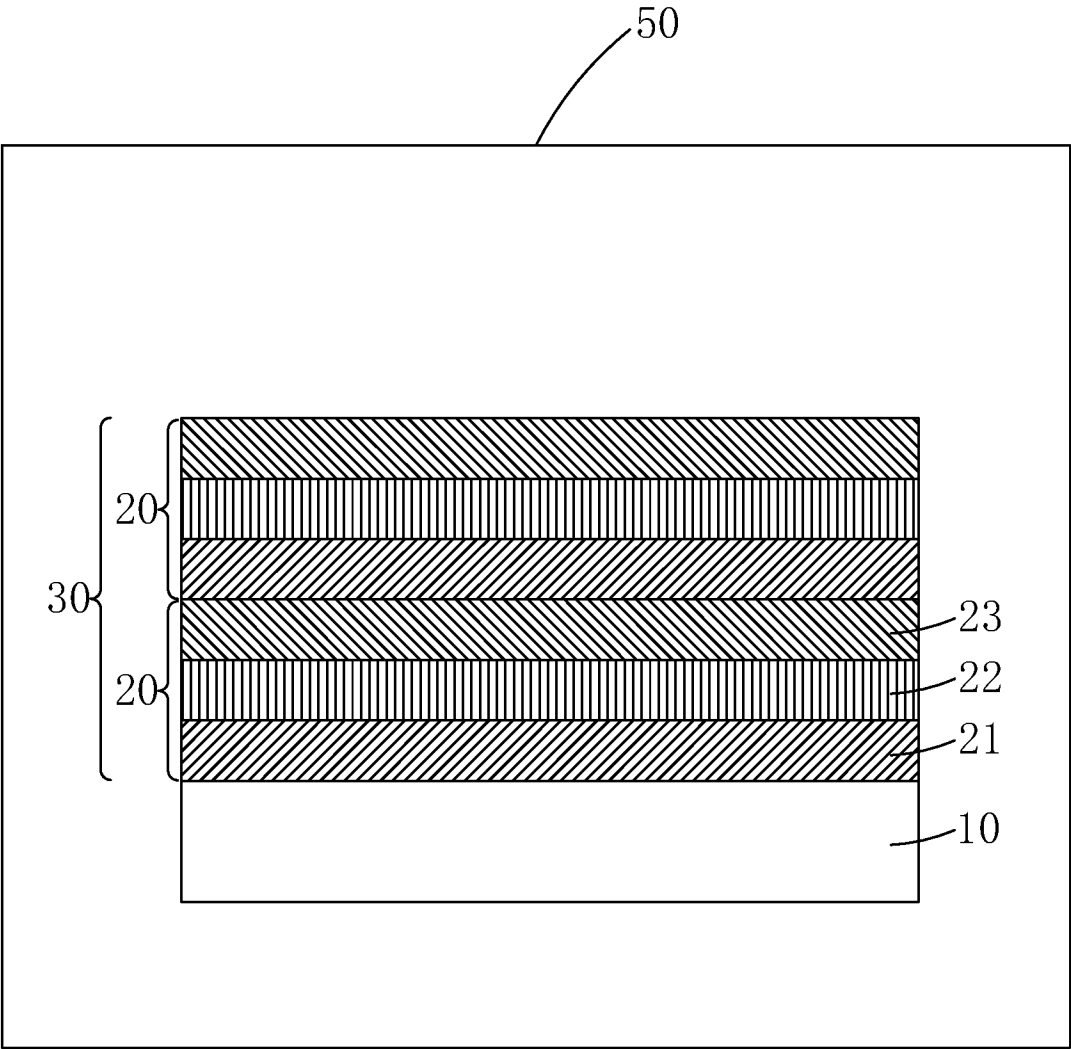


图5

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/CN2016/112524

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C23C 16/40 (2006.01) i; C23C 16/455 (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)

C23C

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)

CNABS; DWPI: 氧化铟镓锌, 沉积, 氧化锌, 氧化镓, 氧化铟, 轴, gallium oxide, zinc oxide, indium oxide, depos+, axis, IGZO

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	CN 102320838 A (KONG, Weihua), 18 January 2012 (18.01.2012), description, paragraphs 30-70	1-17
A	CN 101876059 A (BEIJING UNIVERSITY OF TECHNOLOGY), 03 November 2010 (03.11.2010), entire document	1-17
A	CN 101691651 A (XI'AN JIAOTONG UNIVERSITY), 07 April 2010 (07.04.2010), entire document	1-17
A	CN 103708812 A (NINGXIA ORIENT TANTALUM INDUSTRY CO., LTD. et al.), 09 April 2014 (09.04.2014), entire document	1-17

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☒ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	"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
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"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
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date	"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
"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)	"&" document member of the same patent family
"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	

Date of the actual completion of the international search
10 September 2017

Date of mailing of the international search report
15 September 2017

Name and mailing address of the ISA
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
DOU, Mingsheng
Telephone No. (86-10) 62411819

International application No.
PCT/CN2016/112524

Form PCT/ISA/210 (patent family annex) (July 2009)

国际检索报告

国际申请号

PCT/CN2016/112524

A. 主题的分类 C23C 16/40(2006.01)i; C23C 16/455(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) C23C 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)) CNABS;DWPI:氧化镉镓锌, 沉积, 氧化锌, 氧化镓, 氧化镉, 轴, gallium oxide, zinc oxide, indium oxide, de- pos+, axis, IGZO		
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
A	CN 102320838 A (孔伟华) 2012年 1月 18日 (2012 - 01 - 18) 说明书第30-70段	1-17
A	CN 101876059 A (北京工业大学) 2010年 11月 3日 (2010 - 11 - 03) 全文	1-17
A	CN 101691651 A (西安交通大学) 2010年 4月 7日 (2010 - 04 - 07) 全文	1-17
A	CN 103708812 A (宁夏东方钼业股份有限公司 等) 2014年 4月 9日 (2014 - 04 - 09) 全文	1-17
☐ 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 2017年 9月 10日		国际检索报告邮寄日期 2017年 9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 窦明生 电话号码 (86-10)62411819

国际检索报告
关于同族专利的信息

国际申请号

PCT/CN2016/112524

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	102320838	A	2012年 1月 18日	无	
CN	101876059	A	2010年 11月 3日	无	
CN	101691651	A	2010年 4月 7日	CN 101691651	B 2011年 7月 27日
CN	103708812	A	2014年 4月 9日	无	