

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第6283273号
(P6283273)

(45) 発行日 平成30年2月21日 (2018. 2. 21)

(24) 登録日 平成30年2月2日 (2018. 2. 2)

| | |
|---------------------------|-----------------------|
| (51) Int. Cl. | F I |
| H O 1 L 21/66 (2006. 01) | H O 1 L 21/66 L |
| H O 1 L 21/336 (2006. 01) | H O 1 L 29/78 6 2 4 |
| H O 1 L 29/786 (2006. 01) | H O 1 L 29/78 6 1 8 B |
| H O 1 L 21/28 (2006. 01) | H O 1 L 21/28 3 0 1 B |
| | H O 1 L 21/28 3 0 1 R |
| 請求項の数 7 (全 24 頁) 最終頁に続く | |

| | | | |
|-----------|------------------------------|-----------|-----------------------|
| (21) 出願番号 | 特願2014-136349 (P2014-136349) | (73) 特許権者 | 000001199 |
| (22) 出願日 | 平成26年7月1日 (2014. 7. 1) | | 株式会社神戸製鋼所 |
| (65) 公開番号 | 特開2016-15390 (P2016-15390A) | | 兵庫県神戸市中央区脇浜海岸通二丁目2番4号 |
| (43) 公開日 | 平成28年1月28日 (2016. 1. 28) | (74) 代理人 | 110002000 |
| 審査請求日 | 平成28年9月1日 (2016. 9. 1) | | 特許業務法人栄光特許事務所 |
| | | (72) 発明者 | 林 和志 |
| | | | 兵庫県神戸市西区高塚台1丁目5番5号 |
| | | | 株式会社神戸製鋼所 神戸総合技術研究所内 |
| | | (72) 発明者 | 三木 綾 |
| | | | 兵庫県神戸市西区高塚台1丁目5番5号 |
| | | | 株式会社神戸製鋼所 神戸総合技術研究所内 |
| | | 最終頁に続く | |

(54) 【発明の名称】 薄膜トランジスタ評価用の積層構造体の評価方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

酸化物半導体薄膜の表面に保護膜を有する積層構造体の評価方法であって、

前記酸化物半導体薄膜のシート抵抗または比抵抗を非接触式方法によって測定することにより、前記酸化物半導体薄膜と前記保護膜との界面準位に起因する欠陥を評価する場合

前記積層構造体に励起光及びマイクロ波を照射し、前記励起光の照射により変化する前記マイクロ波の前記酸化物半導体薄膜からの反射波の最大値を測定した後、前記励起光の照射を停止し、前記励起光の照射停止後の前記マイクロ波の前記酸化物半導体薄膜からの反射波の反射率の時間的な変化を測定する第1の工程と、

前記反射率の時間的な変化から、励起光の照射停止後に見られる遅い減衰に対応するパラメータを算出し、前記酸化物半導体薄膜のシート抵抗または比抵抗を評価する第2の工程と、を含むことを特徴とする薄膜トランジスタ評価用の積層構造体の評価方法。

【請求項 2】

前記界面準位に起因する欠陥は、下記(1)～(3)のいずれかである請求項1に記載の評価方法。

(1) 薄膜トランジスタのしきい値電圧 V_{th} 、(2) 薄膜トランジスタに正バイアスを印加したとき、印加前後のしきい値電圧の差 V_{th} 、

(3) 薄膜トランジスタのしきい値電圧を複数回測定したとき、1回目に測定したときの

しきい値電圧と、複数回測定後のしきい値電圧との差

【請求項 3】

前記界面準位に起因する欠陥を、基板上に、酸化物半導体薄膜と、前記酸化物半導体薄膜の表面に形成される保護膜を有し、前記保護膜の側部かつ前記酸化物半導体薄膜の側部の一方に接する第 1 の電極および前記保護膜の側部かつ前記酸化物半導体薄膜の側部の他方に接する第 2 の電極を有する積層構造体を用いて評価するものである請求項 1 または 2 に記載の評価方法。

【請求項 4】

前記第 2 の工程が、前記反射率の変化から、励起光の照射停止後 $0.1 \sim 10 \mu s$ に見られる遅い減衰に対応するパラメータを算出し、前記酸化物半導体薄膜のシート抵抗または比抵抗を評価するものである請求項 1 ～ 3 のいずれかに記載の評価方法。

10

【請求項 5】

前記酸化物半導体薄膜が、In、Ga、Zn、およびSnよりなる群から選択される少なくとも 1 種以上の元素を含むものである請求項 1 ～ 4 のいずれかに記載の評価方法。

【請求項 6】

前記酸化物半導体薄膜が、ゲート絶縁膜の表面に成膜されているものである請求項 1 ～ 5 のいずれかに記載の評価方法。

【請求項 7】

半導体製造工程のいずれかの工程に、請求項 1 ～ 6 のいずれかに記載の評価方法を適用することを特徴とする酸化物半導体薄膜の品質管理方法。

20

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、液晶ディスプレイや有機ELディスプレイなどの表示装置に用いられる薄膜トランジスタ(thin film transistor、TFT)評価用の積層構造体の評価方法および品質管理方法に関する。詳細には、酸化物半導体薄膜と、当該酸化物半導体薄膜の表面に形成される保護膜との界面準位に起因する欠陥を、接触的または非接触的に判定・評価する方法に関する。

【背景技術】

【0002】

アモルファス(非晶質)酸化物半導体薄膜は、汎用のアモルファスシリコン(a-Si)に比べて高いキャリア移動度を有し、光学バンドギャップが大きく、低温で成膜できるため、大型・高解像度・高速駆動が要求される次世代ディスプレイや、耐熱性の低い樹脂基板などへの適用が期待されている。

30

【0003】

酸化物半導体薄膜のなかでも特に、インジウム(In)、ガリウム(Ga)、亜鉛(Zn)、および酸素からなるアモルファス酸化物半導体薄膜(In-Ga-Zn-O、以下「IGZO」と呼ぶ場合がある。)は、非常に高いキャリア移動度を有するため、好ましく用いられている。例えば非特許文献1および2には、 $In:Ga:Zn = 1.1:1.1:0.9$ (原子%比)の酸化物半導体薄膜をTFTの半導体層(活性層)に用いたものが開示されている。また、特許文献1には、In、Zn、Sn、Gaなどの元素と、Moと、を含み、アモルファス酸化物中の全金属原子数に対するMoの原子組成比率が $0.1 \sim 5$ 原子%のアモルファス酸化物が開示されており、実施例には、IGZOにMoを添加した活性層を用いたTFTが開示されている。

40

【0004】

しかしながら、酸化物半導体薄膜は、成膜工程、およびその後の熱処理で生じる様々なばらつきに起因して特性が変化することが知られている。例えば、成膜工程で生じる格子欠陥や膜中の水素に起因して、TFT特性を支配するキャリア濃度が大きく変化し、TFT特性にばらつきが生じやすい。そのため、表示装置などの製造工程においては、成膜した酸化物半導体薄膜の特性を評価し、その結果をフィードバックして製造条件を調整して

50

膜質の品質管理を行うことが、生産性向上の観点からは重要となる。

【 0 0 0 5 】

また、酸化物半導体を用いた T F T では、上述した酸化物半導体の成膜工程およびその後の熱処理以外の工程で施されるプロセス条件によって T F T 特性に大きな違いが生じることが報告されている。例えば非特許文献 3 には、上記 T F T に用いられるゲート絶縁膜の種類によって、酸化物半導体薄膜をアニールした後の当該酸化物半導体の膜中の電子状態が変化し、その結果、T F T の特性に大きな影響を及ぼすことが開示されている。また、非特許文献 4 には、酸化物半導体薄膜の表面に形成される保護膜の種類によって T F T 特性が大きく影響されることが詳細に報告されている。

【 0 0 0 6 】

ところで、酸化物半導体薄膜を用いた T F T では、トランジスタ特性として基本的な移動度だけでなく、光照射や電圧印加などのストレスに対する耐性（ストレス耐性）に優れていることも要求される。ストレス耐性とは、トランジスタ等の半導体素子に、例えば光を照射し続けたり、ゲート電圧を印加し続けたりするなどのストレスを加えても、良好な特性を有することを意味する。

【 0 0 0 7 】

ストレス耐性の一つとして、ドレイン電流 - ゲート電圧特性（I V 特性）において、しきい値電圧（ V_{th} ）がシフトしないこと；すなわち、ストレス印加前後の V_{th} の変化量（ V_{th} ）が少ないことが挙げられる。例えば有機 E L ディスプレイでは、有機 E L 素子を発光させる間、駆動 T F T のゲート電極に正電圧（正バイアス）が印加され続けることになるため、 V_{th} が変化し、スイッチング特性が変化することが問題となっている。

【 0 0 0 8 】

上記の他、ストレス耐性として、初期繰返し特性に優れることも必要である。初期繰返し特性とは、T F T を製造した後、I V 特性を複数回測定したとき、最初の測定で得られた I V 特性から算出される V_{th} と、複数回測定後に得られ I V 特性から算出される V_{th} との差を意味し、この差（ V_{th} のずれ）は小さい程良い。上述した V_{th} のずれは測定後、数日経過すると元に戻るため、トランジスタの動作カーブを変化させ、想定どおりの表示をすることができなくなるためである。

【 0 0 0 9 】

更にストレス耐性として、T F T の V_{th} が適正な範囲内に抑えられていることも必要である。これは、 V_{th} の値がマイナスの値をとると、ゲート電圧を印加していないときに電流が流れてしまうため、消費電力が増えること；一方、 V_{th} の正の値が大きすぎると、T F T の動作に大きな電圧が必要になるためである。

【 0 0 1 0 】

このように T F T を使用する際、電圧印加によるストレスによりスイッチング特性が変化すると、液晶ディスプレイや有機 E L ディスプレイなどの表示装置自体の信頼性低下を招くため、ストレス耐性の向上、特に正バイアス印加後におけるストレス耐性の向上が切望されている。

【 0 0 1 1 】

上記ストレス耐性の評価に関しては通常、酸化物半導体薄膜にゲート絶縁膜やパッシベーション絶縁膜を形成して電極付けを行って T F T を作製した上で、長時間のストレス条件下での測定を実際に行わなければならないという問題があった。

【 先行技術文献 】

【 特許文献 】

【 0 0 1 2 】

【 特許文献 1 】 特開 2 0 0 9 - 1 6 4 3 9 3 号公報

【 特許文献 2 】 特開 2 0 1 2 - 3 3 8 5 7 号公報

【 非特許文献 】

【 0 0 1 3 】

【非特許文献1】固体物理、VOL 44、P 621 (2009)

【非特許文献2】Nature、VOL 432、P 488 (2004)

【非特許文献3】Journal Of Applied Physics Vol. 112、114515 (2012)

【非特許文献4】Proceedings of IDW、587 (2011)

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0014】

本発明は上記事情に鑑みてなされたものであり、その目的は、酸化物半導体薄膜と、当該酸化物半導体薄膜の表面に形成される保護膜を有するTFETにおいて、酸化物半導体薄膜と保護膜との界面準位に起因する欠陥；具体的には、上記TFETに正バイアスのストレスを印加したときのストレス耐性（しきい値電圧のシフト量 V_{th} 、初期繰返し特性、およびしきい値電圧の絶対値 V_{th} ）を、これらの特性を実際に測定することなく簡便に評価（予測・推定）する方法、および酸化物半導体薄膜の品質管理方法を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0016】

上記課題を解決し得た本発明に係る薄膜トランジスタ評価用の積層構造体の評価方法は、酸化物半導体薄膜の表面に保護膜を有する積層構造体の評価方法であって、前記酸化物半導体薄膜のシート抵抗または比抵抗を非接触式方法によって測定することにより、前記酸化物半導体薄膜と前記保護膜との界面準位に起因する欠陥を評価する場合、

前記積層構造体に励起光及びマイクロ波を照射し、前記励起光の照射により変化する前記マイクロ波の前記酸化物半導体薄膜からの反射波の最大値を測定した後、前記励起光の照射を停止し、前記励起光の照射停止後の前記マイクロ波の前記酸化物半導体薄膜からの反射波の反射率の時間的な変化を測定する第1の工程と、

前記反射率の時間的な変化から、励起光の照射停止後に見られる遅い減衰に対応するパラメータを算出し、前記酸化物半導体薄膜のシート抵抗または比抵抗を評価する第2の工程と、を含むところに要旨を有する。

【0017】

本発明の好ましい実施形態において、前記界面準位に起因する欠陥は、下記（1）～（3）のいずれかである。

（1）薄膜トランジスタのしきい値電圧 V_{th} 、

（2）薄膜トランジスタに正バイアスを印加したとき、印加前後のしきい値電圧の差 V_{th} 、

（3）薄膜トランジスタのしきい値電圧を複数回測定したとき、1回目に測定したときのしきい値電圧と、複数回測定後のしきい値電圧との差

【0018】

本発明の好ましい実施形態において、前記界面準位に起因する欠陥を、基板上に、酸化物半導体薄膜と、前記酸化物半導体薄膜の表面に形成される保護膜を有し、前記保護膜の側部かつ前記酸化物半導体薄膜の側部の一方に接する第1の電極および前記保護膜の側部かつ前記酸化物半導体薄膜の側部の他方に接する第2の電極を有する積層構造体を用いて評価する。

【0023】

本発明の好ましい実施形態において、上記第2の工程は、前記反射率の変化から、励起光の照射停止後 $0.1 \sim 10 \mu s$ に見られる遅い減衰に対応するパラメータを算出し、前記酸化物半導体薄膜のシート抵抗または比抵抗を評価するものである。

【0024】

本発明の好ましい実施形態において、上記酸化物半導体薄膜は、In、Ga、Zn、およびSnよりなる群から選択される少なくとも1種以上の元素を含むものである。

【0025】

10

20

30

40

50

本発明の好ましい実施形態において、上記酸化物半導体薄膜は、ゲート絶縁膜の表面に成膜されているものである。

【 0 0 2 7 】

また、上記課題を解決し得た本発明に係る酸化物半導体薄膜の品質管理方法は、半導体製造工程のいずれかの工程に、上述した酸化物半導体薄膜の評価方法を適用するところに要旨を有する。

【発明の効果】

【 0 0 3 3 】

本発明によれば、酸化物半導体薄膜とその上に形成される保護膜との界面準位に起因する欠陥；代表的には、正バイアスのストレスを付与したときに生じるストレス耐性（しきい値電圧のシフト量、初期繰り返し特性、およびしきい値電圧の絶対値）を実際に測定することなく、上記酸化物半導体薄膜の電気抵抗率を直接または間接的に測定することによって、評価・予測・測定することができる。本発明の方法を用いれば、上記ストレス耐性を、例えば T F T を実際に製造することなく、T F T と同様の断面構造を有する積層構造体を用いて簡便に評価・予測・測定することができる。

10

【 0 0 3 4 】

本発明の評価方法を、半導体製造工程のいずれかの工程に適用することにより、T F T の製造プロセス途中での酸化物半導体薄膜の品質管理が可能となる。

【図面の簡単な説明】

【 0 0 3 6 】

20

【図 1】図 1 は、マイクロ波減衰波形の一例を示す図である。

【図 2】図 2 は、実施例 1 および 2 に用いた酸化物半導体 T F T の構造を示す概略図である。

【図 3】図 3 は、本発明に係る評価素子の他の構成の一例を示す概略図である。

【図 4】図 4 は、本発明に係る評価素子の他の構成の一例を示す概略図である。

【図 5】図 5 は、本発明に係る評価素子の他の構成の一例を示す概略図である。

【図 6】図 6 は、本発明に係る評価素子の他の構成の一例を示す概略図である。

【図 7】図 7 は、本発明に用いられる評価装置の構成の一例を示す概略図である。

【図 8】図 8 は、実施例 1 における V_{th} と電気抵抗との関係を示すグラフである。

【図 9】図 9 は、実施例 1 における V_{th} と繰り返しスweepのしきい値シフト量との関係を示すグラフである。

30

【図 10】図 10 は、実施例 1 における V_{th} と静特性におけるしきい値電圧の絶対値との関係を示すグラフである。

【図 11】図 11 は、実施例 2 における I V 特性の結果を示すグラフである。

【図 12】図 12 は、実施例 2 における SiH_4 / N_2O の流量比と V_{th} との関係を示すグラフである。

【図 13】図 13 (a) の上図は実施例 2 におけるストレス印加時間と V_{th} の関係を示すグラフであり、図 13 (b) の下図は実施例 2 における SiH_4 / N_2O の流量比と、傾き B を構成する A 値、n 値との関係を示すグラフであり、

【図 14】図 14 は、実施例 2 における SiH_4 / N_2O の流量比とシート抵抗との関係を示すグラフである。

40

【図 15】図 15 は、実施例 2 における V_{th} と、傾き B 値との関係を示すグラフである。

【図 16】図 16 は、本発明に用いられる評価装置の一例を示す概略説明図である。

【発明を実施するための形態】

【 0 0 3 7 】

本発明者らは上記目的を達成するため、鋭意検討を行った。その結果、基板上に、ゲート絶縁膜、酸化物半導体薄膜、前記酸化物半導体薄膜の表面に形成される保護膜、およびソース電極・ドレイン電極を有する薄膜トランジスタ (T F T) に正バイアスのストレスを付与したときに生じるしきい値電圧のシフト量 (V_h) の増大は、酸化物半導体とそ

50

の上部に形成される保護膜との界面に存在する界面準位の欠陥に起因して生じることを突き止めた。

【 0 0 3 8 】

更に上記界面準位の欠陥は酸化物半導体薄膜にバンドベンディングを引き起こし、その結果、当該酸化物半導体薄膜膜の見かけの抵抗（電気抵抗率）が変化することを突き止めた。すなわち、正バイアスの印加後に生じる V_{th} の増大は、酸化物半導体の電気抵抗率と良好な相関関係を有することが判明した。

【 0 0 3 9 】

よって、正バイアスの印加後に生じる V_{th} の大きさを評価するに当たっては、実際に T F T を製造して正バイアスを印加するストレス試験を実施して V_{th} を測定しなくても、酸化物半導体の電気抵抗率を測定するだけで簡便に評価できることが分かった。また、 V_{th} は、初期繰返し特性、およびしきい値電圧の絶対値と密接に相関するため、結局のところ、酸化物半導体薄膜の電気抵抗率を測定すれば、正バイアス印加に伴うストレス耐性の指標となる下記（１）～（３）のすべてを評価できることが判明した。

（１）薄膜トランジスタのしきい値電圧 V_{th} 、

（２）薄膜トランジスタに正バイアスを印加したとき、印加前後のしきい値電圧の差 V_{th} 、

（３）薄膜トランジスタのしきい値電圧を複数回測定したとき、１回目に測定したときのしきい値。

【 0 0 4 0 】

更に本発明者らの検討結果によれば、上記電気抵抗率を測定するに当たっては、例えば４端子法や４探針法などの公知の測定手段によって直接測定しても良いが、後述する μ -P C D 法に基づき、非破壊的且つ非接触で測定できることも見出した。

【 0 0 4 1 】

更に本発明者らの検討結果によれば、上記電気抵抗率を測定するに当たっては、実際に T F T を製造して上記のいずれかの方法によって測定しても良いが、上記 T F T の替わりに、上記 T F T と同様の断面構造を有する積層構造体；具体的には、基板上に、酸化物半導体薄膜と、前記酸化物半導体薄膜の表面に形成される保護膜を有し、前記保護膜の両側に接するように第１の電極および第２の電極を有する積層構造体における上記酸化物半導体薄膜の電気抵抗率を、上記と同様にして測定しても初期の目的が達成されることを見出し、本発明を完成した。

【 0 0 4 2 】

例えば上記（１）に記載の、正バイアス印加時に生じるしきい値電圧のシフトは、前述したように酸化物半導体薄膜と、当該酸化物半導体薄膜の表面を直接保護するための保護膜（エッチストップ層、E S L）の界面で起こるため、当該酸化物半導体薄膜の電気抵抗率を測定すれば良い。具体的には、上記構成要件を有する T F T を用いて電気抵抗率を測定しても良い。上記 T F T は、E S L のみを有していても良いし、E S L の上に E S L 全体を保護する保護膜を更に有していても良い。或いは、T F T の替わりに、T F T と類似の断面構造を有する積層構造体を用いて電気抵抗率を測定しも良い。

【 0 0 4 3 】

なお、二種以上の試料における、界面準位に起因する欠陥の優劣を評価する場合、バルクの中身は同じであることが前提となるため、酸化物半導体薄膜が成膜されるまでの一連の製造条件は同じ条件にする。例えば、T F T と類似の断面構造を有する積層構造体の場合、基板上に酸化物半導体薄膜を成膜するときの製造条件は、膜の種類、熱処理工程を含めて全て同じ条件にする。或いは、T F T を製造する場合、基板上にゲート電極、ゲート電極、酸化物半導体薄膜を成膜するときの製造条件は、膜の種類、熱処理工程を含めて全て同じ条件にする。

【 0 0 4 4 】

まず、酸化物半導体薄膜の電気抵抗率を接触式方式によって直接、測定する場合について説明する。

【 0 0 4 5 】

このように酸化物半導体薄膜の電気抵抗率を接触方式によって測定する場合、酸化物半導体薄膜の上に形成された電極に電圧を印加して、その電流値を測定することが好ましい。例えば、酸化物半導体薄膜の上にオーミック電極を形成して、その2点間の電気抵抗率を測定するのが簡便である。具体的には、例えば1Vの電圧を印加し、電極間に流れる電流値を測定すれば良い。

【 0 0 4 6 】

上記方法において、酸化物半導体薄膜の上に形成された少なくとも一対の電極間に電流を流して、上記電極とは異なる少なくとも一方の電極間の電圧を測定することが、より好ましい。この方法は、あらかじめ4つの電極を作製して電気抵抗率を測定するものであり、所謂4端子法と呼ばれるものである。4端子法では、あらかじめ2対のオーミック電極を形成しておく。

【 0 0 4 7 】

或いは、上記4端子法の替わりに、4探針法により電気抵抗率を測定しても良い。4探針法によって電気抵抗率を測定する方法は、例えばJIS H 602などで標準化されており、上記方法を参照することができる。4探針法の測定原理を要約すると以下のとおりである。まず、測定したい半導体材料の上に4本の金属針（プローブ）を一直線上に並べて適当に加圧しながら接触させ、外側の2本の金属針に電流を流して内側の2本の金属針間に電圧を発生させる。このときの電流と電圧からオームの法則により抵抗値を求める。このようにして求めた抵抗値に、半導体ウェーハの厚さ、大きさ、ウェーハ内の測定場所、測定温度などによる補正を加えることで、上記半導体の測定領域における電気抵抗率を求めるというものである。

【 0 0 4 8 】

なお、4探針法で電気抵抗率を測定する場合、表面が保護膜などで覆われていると測定できない。その場合は、針が酸化物半導体表面に接するところのみ保護膜を除去して、酸化物半導体薄膜の表面と針を接触可能な状態にすれば、4探針法により電気抵抗率を測定することができる。

【 0 0 4 9 】

次に、酸化物半導体薄膜の電気抵抗率を非接触式方式によって間接的に測定する場合について説明する。

【 0 0 5 0 】

酸化物半導体薄膜の電気抵抗率を非接触式方法によって測定する場合、上記TFTに励起光及びマイクロ波を照射し、前記励起光の照射により変化する前記マイクロ波の前記酸化物半導体薄膜からの反射波の最大値を測定した後、前記励起光の照射を停止し、前記励起光の照射停止後の前記マイクロ波の前記酸化物半導体薄膜からの反射波の反射率の時間的な変化を測定する第1の工程と、前記反射率の時間的な変化から、励起光の照射停止後に見られる遅い減衰に対応するパラメータを算出し、前記酸化物半導体薄膜の電気抵抗率を評価する第2の工程と、を含む。上記電気抵抗率として、シート抵抗（ $\Omega \cdot \text{cm}$ ）または比抵抗（ $\Omega \cdot \text{cm}$ ）が挙げられる。比抵抗はシート抵抗に膜厚を掛けたものである。

【 0 0 5 1 】

すなわち、本発明は、前述した特許文献2に記載のマイクロ波光導電減衰法を利用したものである。具体的には、本発明は、前述した特許文献2の方法によって得られるマイクロ波の減衰のうち、励起光の照射停止後1 μs 程度に見られる遅いマイクロ波減衰波形（マイクロ波減衰の程度）が、酸化物半導体薄膜の正バイアスのストレス印加試験（以下、PBTsと略記する場合がある。）後のストレス耐性などと密接な相関関係を有しており、ストレス耐性を、非接触型で、正確且つ簡便に評価・予測・測定し得る指標として極めて有用であることを見出したところに特徴がある。

【 0 0 5 2 】

本明細書において、上記「励起光の照射停止後1 μs 程度に見られる遅い減衰に対応す

10

20

30

40

50

るパラメータ」としては、例えば、マイクロ波反射強度が最大値の $1/e^2$ となるまでの時間；マイクロ波反射強度が最大値の $1/e$ から最大値の $1/e^2$ になるまでの反射波強度の減衰曲線に対数変換した傾き、または当該傾きの逆数の絶対値；励起光の照射停止後 $1\ \mu\text{s} \sim 2\ \mu\text{s}$ 程度の反射波強度の減衰曲線の傾き、または当該傾きの逆数の絶対値；励起光の照射停止後 $1\ \mu\text{s}$ 程度に見られるマイクロ波の反射波強度；マイクロ波の反射波の減衰を2つの指数関数の和で表した場合、得られる対数変換した傾きのうちの長い方の値、または当該傾きの逆数の絶対値；などが挙げられる。例えば後記する実施例2に記載の式(1)のべき乗の関係式で表されるB値(傾き)が挙げられる。ここで、上記「マイクロ波の反射波の減衰を2つの指数関数の和で表した場合、得られる対数変換した傾き」とは、例えば下式(1)に記載の τ_1 、下式(2)に記載の τ_2 を意味する。

10

【0053】

【数1】

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

【0054】

【数2】

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

【0055】

上記パラメータのうち、好ましいのは、ある範囲におけるマイクロ波反射波強度の減衰曲線に対数変換した傾き、または当該傾きの逆数の絶対値である。特に好ましいパラメータは、最大値の $1/e$ から最大値の $1/e^2$ になるまでの反射波強度の減衰曲線に対数変換した傾き、または当該傾きの逆数の絶対値、および $1\ \mu\text{s}$ 付近から $2\ \mu\text{s}$ 付近の反射波強度の減衰曲線に対数変換した傾き、または当該傾きの逆数の絶対値である。

20

【0056】

ここで、上記パラメータ中の「 $1\ \mu\text{s}$ 程度」とは、厳密に $1\ \mu\text{s}$ に限定する趣旨ではなく、励起光照射停止後の反射率減衰が遅く(傾きが小さく)なってからのマイクロ波反射率の範囲をも含む意味である。よって、上記時間を一義的に規定するのは困難であるが、例えば、 $0.5\ \mu\text{s} \sim 1\ \mu\text{s}$ 、 $0.5\ \mu\text{s} \sim 1.5\ \mu\text{s}$ 、 $1\ \mu\text{s} \sim 2\ \mu\text{s}$ などが代表として挙げられる。

30

【0057】

上記「遅い減衰」について、図1を用いて、より詳細に説明する。図1は、マイクロ波光導電減衰法における過剰のキャリア密度の変化の様子を示す図である。図1の縦軸は、マイクロ波の反射率に対応する。酸化物半導体薄膜試料に励起光を照射すると、酸化物半導体薄膜に吸収されて過剰キャリア(励起キャリア)が生成される。その際、過剰キャリア密度が増加すると共に、その消失速度も増えるが、キャリア注入速度と消失速度が等しくなったときに過剰キャリア密度は一定のピーク値となる。そして該過剰キャリアの生成と消滅の速度が等しくなると飽和して一定の値を維持するようになる。その状態で励起光の照射を停止すると、過剰キャリアの再結合、消滅により、過剰キャリアが減少し、最終的には励起光照射前の値に戻ることが知られている。

40

【0058】

図1に示すようにマイクロ波の酸化物半導体薄膜からの反射波の反射率は、一旦最大値を示すが、励起光の照射を停止すると同時に急速に減衰する。その後、ある一定の傾きを持った減衰が見られるが、おおむね、この傾きが上述した「励起光の照射停止後に見られる遅い減衰に対応するパラメータ」に対応する。

【0059】

具体的には、上記傾きとして、例えば、上記範囲の時間と反射波強度(反射率)との傾き、上記範囲の時間を対数変換した値に対する、反射波強度を対数変換した値の傾きなどが挙げられる。後記する実施例2では、式(1)中のB値を用いた。なお、前述したように、この傾きには、励起光照射停止後の反射率減衰が遅くなったときの傾きも含まれる。

50

【0060】

以下、上記評価方法を詳しく説明する。繰り返し述べるように上記方法では、マイクロ波光導電減衰法を利用するため、本発明に用いられる装置は、試料である酸化物半導体薄膜に対して励起光及びマイクロ波を照射し、その励起光の照射により変化するマイクロ波の試料からの反射波の強度を検出することが必要である。このような装置として、例えば、後に詳述する図16に示す装置や、上記特許文献2の図1に示すライフタイム測定装置が挙げられる。上記特許文献2の装置の説明は、上記特許文献2に詳述しているので、それを参照すればよい。但し、本発明に用いられる装置はこれに限定されない。

【0061】

まず、酸化物半導体薄膜が形成された試料を用意する。

10

【0062】

上記酸化物半導体薄膜として、In、Ga、Zn、およびSnよりなる群から選択される少なくとも1種以上の元素を含む非晶質の酸化物半導体薄膜が好ましく用いられる。これらの元素は単独で含有しても良く、二種以上を併用しても良い。具体的には例えば、In酸化物、In-Sn酸化物、In-Zn酸化物、In-Sn-Zn酸化物、In-Ga酸化物、Zn-Ga酸化物、In-Ga-Zn酸化物、Zn酸化物などが挙げられる。

【0063】

上記酸化物半導体薄膜の厚さは、例えば、数十nm～500nm程度であることが好ましい。上記厚さの上限について、より好ましくは200nm以下であり、更に好ましくは100nm以下である。また、上記厚さの下限について、より好ましくは10nm以上であり、更に好ましくは30nm以上である。

20

【0064】

本発明に用いられる上記試料は、基板の上に、上記酸化物半導体薄膜が形成されたものである。上記基板は、本発明の技術分野に通常用いられる各種基板を用いることができるが、例えば、厚み0.7mm程度、大きさ(広さ)が第1世代～第10世代と呼ばれる数十cm²から数m²を超える液晶表示装置用のガラス基板などを用いることができる。

【0065】

このような試料に対し、励起光およびマイクロ波を照射する。

【0066】

酸化物半導体薄膜試料に照射した励起光を照射すると、酸化物半導体薄膜に吸収されて過剰キャリアが生成されるが、該過剰キャリアの生成と消滅の速度が等しくなると飽和して一定の値を維持するようになる。その状態で励起光の照射を停止すると、過剰キャリアの再結合、消滅により、過剰キャリアが減少し、最終的には励起光照射前の値に戻る。

30

【0067】

本発明において、過剰キャリア密度の変化を解析することで酸化物半導体薄膜のキャリア濃度を判定し得、ひいては、電気抵抗率、すなわちシート抵抗または比抵抗を評価することができるのは、次のような理由に基づくものと思われる。

【0068】

酸化物半導体薄膜試料に照射されたマイクロ波は、酸化物半導体薄膜に存在するキャリアによるプラズマ振動により反射される。この反射率は、酸化物半導体薄膜中のキャリア密度に依存する。しかし、定常状態の酸化物半導体薄膜においては、マイクロ波反射を実用的に観測することができるレベルのキャリア数は存在しない。ところが、励起光を照射すると、膜中に過剰キャリアが生成され、該過剰キャリアのプラズマ振動によりマイクロ波の反射率が増加する。一方で、励起光の照射停止により、過剰キャリア数が減少するに従ってマイクロ波の反射率も減少する。

40

【0069】

一般に、シリコン半導体などにおけるキャリアは、エネルギーバンド中において伝導帯下部に存在する浅いドナーレベルに起因して発生する。この場合のエネルギー準位は、伝導帯下、数十meV程度であり、室温付近ではほとんど活性化している。一方で、定常状態における酸化物半導体薄膜中のキャリアは、同じく、エネルギーバンド中において伝導

50

帯下部に存在する浅いドナーレベルに起因することが知られているが、酸化物半導体においては、そのレベルは $0.1 \sim 0.2 \text{ eV}$ 程度であり、比較的深い。このため、励起光の照射によって生成される過剰キャリアは、励起されたホールと電子が再結合する場合のほか、該ドナーレベルにいったん捕獲されて再放出する場合がある。この捕獲、および再放出の割合は、エネルギーバンド中において伝導帯下部に存在する浅いドナーレベルの量に依存する。したがって、励起光の照射によって生成された過剰キャリアについて、励起光停止後に観測される消滅過程をトレースすることで、ドナーレベルの大小の影響を解析することができる。なお、酸化物半導体薄膜の比抵抗は、電荷と自由電子と移動度の積で表されるが、酸化物半導体薄膜の移動度は、当該酸化物半導体薄膜を構成する金属元素の組成が同じであれば大きく変化しない。例えば、IGZOの移動度は約 $10 \text{ cm}^2 / \text{Vs}$ 程度である。よって、マイクロ波光導電減衰法において観測されるマイクロ波の反射率の変化、すなわち、過剰キャリア密度の変化は、キャリア濃度および電気抵抗率と、おおむね、相関することになる。

10

【0070】

なお、酸化物半導体のようなアモルファスな半導体材料においては、例えば、アモルファスシリコン、IGZOなどのように伝導帯～ドナーレベルの間に連続的な準位を有するものもある。このような場合、マイクロ波光導電減衰法において観測されるキャリアの消滅過程は、各準位間での個々のキャリア遷移挙動を重ね合わせたものとして理解することができる。その結果、減衰過程は、一つの準位間での遷移に比較してある程度長い時間範囲に渡って観測されることになる。また、そのときの時間依存性は、時間に対して、べき乗の関係を有する。

20

【0071】

したがって、前述した第1の工程の後、おおむね、 $0.1 \sim 10 \mu\text{s}$ の範囲に渡る時間範囲に見られる遅い減衰に対応するパラメータを算出することによって、酸化物半導体薄膜のキャリア密度を判定することができる。その結果、シート抵抗、比抵抗などの電気抵抗率を評価することができる。

【0072】

以上、本発明に係る酸化物半導体薄膜の電気抵抗率を μ -PCD法によって非接触式方式で測定する方法について詳述した。

【0073】

本発明には、上記の評価方法によって、酸化物半導体薄膜と保護膜との界面準位に起因する欠陥を評価する方法を、半導体製造工程のいずれかの工程に適用して酸化物半導体薄膜の品質管理を行う方法も含まれる。このように上記の評価方法を、酸化物半導体薄膜と保護膜との界面準位に影響を与える製造工程のいずれかの工程に適用することによって、酸化物半導体薄膜の電気抵抗率、すなわち、シート抵抗や比抵抗を評価した結果をフィードバックし、製造条件を調整するなどして膜質の管理を行うことができるため、酸化物半導体の品質管理を適切に行うことができる。

30

【0074】

ここで上記保護膜（以下、「パッシベーション絶縁膜」ということがある）には、酸化物半導体薄膜の表面を直接保護するための保護膜（以下、「エッチストップ層」または「ESL」ということがある）、および当該保護膜の表面を更に保護するための保護膜（以下、「最終保護膜」ということがある）の両方が含まれる。

40

【0075】

本発明では、得られた酸化物半導体薄膜の上に保護膜（ESLのような酸化物半導体薄膜の表面を保護する保護膜のほか、ESLを更に保護するための最終保護膜も含む）を形成する場合；或いは、その後に熱処理（以下、「ポストアニール」ということがある）する場合などに、本発明の評価方法を適用することができる。

【0076】

本発明の評価方法を用いれば、酸化物半導体薄膜の材料開発段階において、酸化物半導体薄膜のストレス耐性を簡易に短時間で、且つ低コストで評価することができる。また本

50

発明の評価方法を用いれば、液晶表示装置などの製造ラインにおいて、酸化物半導体薄膜の電気的特性をインラインで短時間に評価することができ、更に μ -PCD法によれば非接触型で行うことができるため、歩留まりの向上など、生産性を向上することができ、酸化物半導体の品質管理を適切に行うことができる。

【0077】

本発明には、上記のいずれかに記載の評価方法に用いられる評価素子も含まれる。上記評価素子は、基板の上に酸化物半導体薄膜と、当該酸化物半導体薄膜の上に保護膜を有するものである。

【0078】

具体的には、例えば、下記(a)または(b)の評価素子が挙げれる。

10

(a) 基板の表面に酸化物半導体薄膜が直接形成され、当該酸化物半導体薄膜の表面に、例えば図5に記載のエッチストップ層や図4に記載の最終保護膜などの保護膜が形成された評価素子

(b) ゲート絶縁膜の表面に酸化物半導体薄膜が直接形成され、当該酸化物半導体薄膜の表面に、例えば図5に記載のエッチストップ層や図4に記載の最終保護膜などの保護膜が形成された評価素子。

【0079】

本発明の評価素子は、上記(a)または上記(b)に記載のように、基板またはゲート絶縁膜の表面に直接、酸化物半導体薄膜が形成されていることが重要である。すなわち、酸化物半導体薄膜の直下に例えばゲート電極などの金属電極は存在しない。酸化物半導体薄膜の直下にゲート電極などが存在すると、ゲート電極の自由キャリアである電子が 10^{18} cm^{-3} 以上と多いため、前記マイクロ波の反射率に対し、該ゲート電極の影響が優性になるからである。

20

【0080】

本発明に係る評価素子の構成の一例を、図3～6に示す。図3～6に示すように、酸化物半導体薄膜の直下に金属電極は設置されていない。

【0081】

図3は、ガラス基板などの基板上にゲート絶縁膜、パターニングされた酸化物半導体層、およびパターニングされた保護膜であるエッチストップ層をこの順序で形成したものである。

30

【0082】

図4は、ガラス基板などの基板上にゲート絶縁膜、パターニングされた酸化物半導体層、パターニングされた保護膜であるエッチストップ層、最終保護膜をこの順序で形成したものである。

【0083】

図5は、ガラス基板などの基板上にゲート絶縁膜、酸化物半導体層、および保護膜であるエッチストップ層をこの順序で形成したものである。

【0084】

図6は、ガラス基板などの基板上に酸化物半導体層、および保護膜であるエッチストップ層をこの順序で形成したものである。

40

【0085】

更に本発明には、上記のいずれかに記載の評価素子が基板上に複数配置された評価装置も含まれる。

【0086】

図7は、上記評価装置の構成の一例を示す概略図である。図7に示すように、量産ラインで用いられるガラス基板に、複数の評価素子が規則的に配列して設置されている。このような評価装置を用いることにより、酸化物半導体薄膜の品質管理、具体的には基板面内分布、すなわち面内における電気抵抗率のばらつきや、基板間分布、すなわち基板間における電気抵抗率のばらつきを測定することができる。

【0087】

50

以下、本発明の実施形態について図面を用いて詳細に説明する。ただし、本発明の評価装置は以下の構成に限定されず、適宜変更を加えることも可能である。

【0088】

図16は、上記酸化物半導体薄膜の評価方法に用いる装置の構成の一例を示す概略図である。図16に示す評価装置は、基板20aに酸化物半導体薄膜20bが形成された試料20の測定部位に対して励起光を照射して酸化物半導体薄膜中に電子・正孔対を生成する励起光照射手段1、該試料20の測定部位に対してマイクロ波を照射するマイクロ波照射手段3、励起光の照射により変化するマイクロ波の試料20からの反射マイクロ波の強度を検出する反射マイクロ波強度検出手段7、前記反射マイクロ波強度検出手段の検出データに基づいて試料20の電気抵抗率を評価する手段を備えており、該構成により同一の装置で反射率の変化と電気抵抗率を測定・評価できる。

10

【0089】

励起光照射手段1は、試料20に照射する励起光を出力する光源を有するものであり、励起光の照射により酸化物半導体薄膜中に電子・正孔対を生成させるものである。好ましくは酸化物半導体薄膜のバンドキャップ以上のエネルギーを出力する光源を有するものである。酸化物半導体薄膜のバンドキャップ以上のエネルギーを出力することで効率的にキャリアを発生させ、高感度で測定できるため好ましい。励起光照射手段1としては、例えば光源に紫外線レーザを用いればよい。具体的には波長349nm、パワー1μJ/pulse、パルス幅15ns程度、ビーム径1.5mm程度のパルス状の紫外光、例えばYLFレーザ第三高調波等を励起光として出射するパルスレーザなどの半導体レーザ等である。

20

【0090】

また、励起光照射手段1は評価手段9から伝送(図中、破線)されてくるタイミング信号の入力をトリガとして励起光(パルス光)を出力する。なお、タイミング信号は、同時に信号処理装置8に対しても伝送される。また励起光照射手段1から出力される励起光は出力調整用パワーモニター16aと出力調整手段16bによって出力を調整することができる。

【0091】

励起光照射手段1から出力された励起光は、ミラーなどの光路変更手段(以下、ミラーということがある)12で反射されると共に、図示しない集光レンズなどの集光手段(以下、集光レンズということがある)によって集光され、第1導波管6aに設けられた微小開口6cを通過し、その第1導波管6aの試料20に近接する端部(開口部6d)を通じて、試料20の例えば、直径5~10μm程度の測定部位に対して照射される。このように、ミラー12及び集光レンズが、励起光照射手段1から出力された励起光を集光して試料20の測定部位へ導く。これにより、試料20における測定部位である微小な励起光照射領域21において、励起キャリアが発生する。

30

【0092】

マイクロ波照射手段3は、試料20の測定部位に照射するマイクロ波を出力するマイクロ波照射手段である。このマイクロ波照射手段3は、例えば、周波数26GHzのガンダイオード等のマイクロ波発振器が挙げられる。

40

【0093】

方向性結合器4は、マイクロ波照射手段3から出力されたマイクロ波を2分岐するものである。分岐後の一方の出力波(以下、第1マイクロ波Op1という)はマジックT(5)側へ伝送され、他方の出力波(以下、第2マイクロ波Op2という)は相位調整器4a、反射マイクロ波強度検出手段7のLO入力端へ伝送される。この方向性結合器4は、例えば、10dBカプラ等が採用される。

【0094】

マジックT(5)は、第1マイクロ波Op1を2分岐すると共に、2分岐された第1マイクロ波各々の試料20に対する反射波各々の差信号Rt1(以下、反射波差信号ということがある)及び和信号を出力するものである。

50

【 0 0 9 5 】

マジック T (5) により 2 分岐されたマイクロ波 O p 1 の一方 (以下、以下、「第 1 主マイクロ波 O p 1 1」ということがある) は、そのマジック T (5) に接続された第 1 導波管 6 a により、試料 2 0 の測定部位 (励起部を含む部分) に導かれてその先端の開口部 6 d から放射される。これにより、第 1 主マイクロ波 O p 1 1 が試料 2 0 の測定部位に照射される。さらに第 1 導波管 6 a は、前記第 1 主マイクロ波 O p 1 1 を放射するアンテナ (以下、「導波管アンテナ」ということがある) としての機能に加え、測定部位に照射された第 1 主マイクロ波 O p 1 1 の反射波をその先端の開口部 6 d で捕捉し、マジック T (5) まで折り返し導く機能も果たす。

【 0 0 9 6 】

一方、マジック T (5) により 2 分岐された第 1 マイクロ波 O p 1 の他方 (以下、第 1 副マイクロ波 O p 1 2 という) は、マジック T (5) に接続された第 2 導波管 6 b により、試料 2 0 a の測定部位の近傍 (励起光による励起部を含まない部分) に導かれてその先端の開口部 6 e から放射される。これにより、第 1 副マイクロ波 O p 1 2 が、試料 2 0 a の測定部位の近傍に照射される。さらに第 2 導波管 6 b は、第 1 副マイクロ波 O p 1 2 を放射する導波管アンテナとしての機能に加え、測定部位の近傍に照射された第 1 副マイクロ波 O p 1 2 の反射波をその先端の開口部 6 e で捕捉し、マジック T (5) まで折り返し導く機能も果たす。ここで、第 1 導波管 6 a がマイクロ波を導く経路長と、第 2 導波管 6 b がマイクロ波を導く経路長とは等しい。

【 0 0 9 7 】

また第 1 導波管 6 a 及び第 2 導波管 6 b によりマジック T (5) に導かれた 2 つの反射波、すなわち、2 分岐後の第 1 マイクロ波 O p 1 1 , O p 1 2 各々が試料 2 0 に反射したものの差信号、すなわち反射波差信号 R t 1 が、そのマジック T (5) により出力され、反射マイクロ波強度検出手段 7 の R F 入力端に伝送される。

【 0 0 9 8 】

反射マイクロ波強度検出手段 7 は、第 2 マイクロ波 O p 2 及び反射波差信号 R t 1 を混合することによって検波信号 S g 1 を出力する。この検波信号 S g 1 は、反射波差信号 R t 1 の強度、例えば試料 2 0 に照射された第 1 マイクロ波 O p 1 の反射波の強度の一例を表す信号であり、信号処理装置 8 に取り込まれる。反射波差信号 R t 1 は、基板保持部によって所定位置に保持された試料 2 0 に対する励起光の照射によってその強度が変化する。このように反射マイクロ波強度検出手段 7 は、反射波差信号 R t 1 の強度を検出するのであり、この反射マイクロ波強度検出手段 7 としてはミキサーや、マイクロ波を入力してその強度に応じた電気信号、すなわち電流や電圧を出力するマイクロ波検出器 (以下、「検波器」ということがある) が設けられてもよい。

【 0 0 9 9 】

反射マイクロ波強度検出手段 7 により検出される反射波差信号 R t 1 の強度は、試料 2 0 の測定部位に対する励起光の照射により変化する。具体的には、反射波差信号 R t 1 の強度は、励起光 (パルス光) の照射によって一時的に強くなった後に減衰する。また測定部位に不純物や欠陥等が多いほど反射波差信号 R t 1 の強度のピーク値は小さくなり、その減衰時間、すなわちキャリア寿命も短くなる。

【 0 1 0 0 】

ここで励起光 (パルス光) の照射により変化する反射波差信号 R t 1 の強度について、そのピーク値が生じてから励起光照射停止後に見られる遅い減衰に対応するパラメータが、試料 2 0 の電気抵抗率を評価する指標となる。

【 0 1 0 1 】

信号処理装置 8 は、反射マイクロ波強度検出手段 7 により検出される反射波差信号 R t 1 の強度の変化のピーク値 S p を検出し、その検出結果を評価手段 9 に伝送する装置である。より具体的には信号処理装置 8 は、評価手段 9 からのタイミング信号の入力をトリガとして反射波差信号 R t 1 の変化を所定時間監視し、その間に得られる反射波差信号 R t 1 のレベルの最高値を反射波差信号 R t 1 の強度の変化のピーク値 S p として検出する。

ここで信号処理装置 8 は、反射波差信号 $R_t 1$ に対して遅延処理を施す遅延回路を備え、遅延処理後の信号に対して所定のサンプリング周波数で信号強度を順次検出し、その検出値の変化から反射波差信号 $R_t 1$ の強度の変化のピーク値 S_p を検出する。

【0102】

評価手段 9 としては、CPU、記憶部、入出力信号のインターフェース等を備えたコンピュータを用いることができ、CPU が所定のプログラムを実行することによって各種の処理を実行する。

【0103】

例えば、評価手段 9 は、励起光照射手段 1 及び信号処理装置 8 に対して励起光の出力タイミングを表すタイミング信号を出力すると共に、信号処理装置 8 によって検出される反射波差信号 $R_t 1$ のピーク値 S_p を取り込んで当該評価手段 9 が備える記憶部に記録する。記録された反射波差信号 $R_t 1$ (検出データ) は、試料 20 の電気抵抗率の評価に用いられる。

10

【0104】

またステージコントローラ 10 は、評価手段 9 からの指令に従って X - Y ステージ 11 を制御することにより、試料 20 における測定部位の位置決め制御を行う。

【0105】

X - Y ステージ 11 の上側には図示しない試料台が設けられている。試料台は、アルミニウム、ステンレス或いは鉄等の金属又はその他の導体からなる板状の導体部材である。その上側に図示しない基板保持部が設けられ、さらにその基板保持部の上に試料 20 が載置される。これにより試料台は、試料 20 に対して前記第 1 マイクロ波 $Op 1 1$ 、 $Op 1 2$ が照射される側と反対側、すなわち、試料 20 の下側に配置される。

20

【0106】

基板保持部は、試料台に対してその上側に固定された固形の誘電体である。基板保持部は基板と試料台との間に挿入される固形の誘電体であり、その材質は、例えばガラスやセラミック等の比較的屈折率の大きな誘電体である。これにより基板保持部を媒質とするマイクロ波の波長が短くなり、基板保持部としてより厚みの薄い軽量なものを採用できる。

【0107】

以上、本発明の電気抵抗率を評価するための構成によれば、励起光照射手段 1 から照射された励起光によって酸化物半導体薄膜中に光励起キャリアが生成されると共に、マイクロ波照射手段 3 から照射されたマイクロ波の電界で光励起キャリアが運動し、その運動状態は、半導体中の不純物、欠陥等の存在によって影響を受ける。このため、反射マイクロ波強度検出手段 7 で、試料からの反射マイクロ波の強度を検出し、評価手段 9 で既に説明したように過剰キャリア濃度の変化を解析することで、酸化物半導体薄膜のキャリア濃度を判定し、電気抵抗率を評価することができる。この際、評価手段 9 が、X - Y テーブル 11 などから成るステージの位置を制御することで、所定の範囲の電気抵抗率を判定するマッピング測定も可能である。

30

【0108】

更に本発明の上記評価装置に、電気抵抗測定手段を備えることで、上記電気抵抗率の評価だけでなく、酸化物半導体薄膜の電気的特性をインラインで短時間に評価する装置を提供することができる。上記電気抵抗率の評価では、いわゆる遅い減衰に基づいて電気抵抗率を評価するものであるが、本発明者らの研究の結果、遅い減衰は酸化物半導体薄膜の膜中欠陥に起因することがわかっており、膜中欠陥の多少によって、上記マイクロ波光導電減衰法に基づいて測定・評価する電気抵抗率も変化する。

40

【0109】

また酸化物半導体薄膜の電気抵抗率は同一面内であっても汚染や不純物などに起因して異なる場合があり、測定箇所によって値にバラツキがある。そのため、酸化物半導体薄膜のより適切な品質管理を行うためには、酸化物半導体薄膜の膜中欠陥を評価するためのマイクロ波光導電測定箇所と膜表面欠陥を評価するための電気抵抗率測定箇所が略同一であることが重要となる。

50

【 0 1 1 0 】

そこで、上記評価装置に電気抵抗測定手段を備ければ、X - Yステージを適宜動かすだけで、簡便、かつ正確に略同一箇所を測定することが可能となる。そのため、電気抵抗測定手段を設けた上記評価装置を液晶表示装置などの製造ラインに用いれば、生産性が大きく向上すると共に、酸化物半導体薄膜のより適切な品質管理を行うことができる。

【 0 1 1 1 】

図 1 6 に基づいて電気抵抗測定手段を設けた装置構成について説明する。図 1 6 は、上記説明したマイクロ波光導電減衰法に基づいて反射率の変化と電気抵抗率を測定・評価する装置に、電気抵抗測定手段 3 0 を備えた装置である。電気抵抗測定手段 3 0 は、必ずしも設置されなくても良い。具体的な設置箇所は限定されないが、上記したように X - Y ステージ 1 1 を動かすことによって、酸化物半導体薄膜のマイクロ波光導電測定箇所と略同一箇所において電気抵抗測定手段 3 0 によって電気抵抗率を測定できるように設置することが望ましい。電気抵抗測定手段 3 0 は、好ましくは電気抵抗率測定ヘッド 3 1 と、電気抵抗率測定ヘッド 3 1 の昇降手段 3 2 を有する。電気抵抗測定手段 3 0 によって試料 2 0 の電気抵抗率を測定できる。

10

【 0 1 1 2 】

電気抵抗率測定ヘッド 3 1 は、直線上に針状の 4 本の電極を配したヘッドであり、J I S K 7 1 9 4 に準拠した四探針法による抵抗測定を行うことができる。

【 0 1 1 3 】

また電気抵抗率測定ヘッド 3 1 の昇降手段 3 2 は、試料 2 0 の電気抵抗率を測定する際に所望の位置まで電気抵抗率測定ヘッドを降下させる昇降機構である。電気抵抗率を測定する手段としては各種公知の電気抵抗率測定装置を用いることができる。例えば J A N D E L 製プローブヘッドなどの電気抵抗測定装置が同様に評価可能である。

20

【 0 1 1 4 】

本発明の方法によれば、上記積層構造体を有する試料間の電気抵抗率の優劣を簡易に評価することができる。例えば電気抵抗率は後記する実施例に示すように、保護膜形成時における混合ガス中のシランの流量比を変化することによって変えることができるため、保護膜形成条件を最適化するなどして、所望とする電気抵抗率を得ることも可能である。その際、重要なことは、酸化物半導体薄膜の電気抵抗率は、酸化物半導体そのものの性質が変わると変化するという点である。そのため、本発明の方法によって試料間の電気抵抗率の優劣を評価したり、保護膜の最適な形成条件を決定するに当たっては、前提条件として、同じ条件で成膜され、同じ熱処理を施された、実質的に同じ状態を有する酸化物半導体薄膜を複数用意することが必要である。これにより、実際の電気抵抗率の変化が保護膜の形成に起因することが明確になるため、上記優劣などを正確に判定することが可能となる。

30

【 0 1 1 5 】

本発明の評価方法を用いれば、酸化物半導体薄膜トランジスタの製造工程の最適化の過程で、酸化物半導体薄膜のストレス耐性を簡易に短時間で、且つ低コストで評価することができる。また本発明の評価方法を用いれば、液晶表示装置などの製造ラインにおいて、酸化物半導体薄膜の電気的特性をインラインで短時間に評価することができ、更に非接触型で行うことができるため、歩留まりの向上など、生産性を向上することができ、酸化物半導体の品質管理を適切に行うことができる。

40

【 0 1 1 6 】

更に本発明には、上記のいずれかに記載の評価素子が基板上に複数配置された評価装置も含まれる。

【 0 1 1 7 】

量産ラインで用いられるガラス基板に、複数の評価素子が規則的に配列して設置されている。このような評価装置を用いることにより、酸化物半導体薄膜の品質管理〔基板面内分布（面内における V t h のばらつき）、基板間分布（基板間における V t h のばらつき）を測定することができる。

50

【実施例】

【0118】

以下、実施例を挙げて本発明をより具体的に説明するが、本発明は下記実施例によって制限されず、前・後記の趣旨に適合し得る範囲で変更を加えて実施することも可能であり、それらはいずれも本発明の技術的範囲に包含される。

【0119】

(実施例1)

本実施例では、正バイアス印加後のストレスに起因する特性を、酸化物半導体薄膜の電気抵抗率を直接測定することによって評価した。

【0120】

具体的には、下記(1)のようにして電気抵抗率測定用の積層構造体試料を作製すると共に、下記(2)のようにしてTFT特性測定用のTFTを作製した。上記(1)の積層構造体試料は、基板の上にゲート絶縁膜、酸化物半導体薄膜、および保護膜が形成されている点で下記(2)のTFTと同一の断面構造を有している。

【0121】

(1)電気抵抗率測定用試料の作製

まず、ガラス基板(コーニング社製EAGLE2000、直径100mm×厚さ0.7mm)上にゲート絶縁膜 SiO_2 (200nm)を成膜した。ゲート絶縁膜はプラズマCVD法を用い、キャリアガス： SiH_4 と N_2O の混合ガス($\text{N}_2\text{O}=100\text{ sccm}$ 、 $\text{SiH}_4=4\text{ sccm}$ 、 $\text{N}_2=36\text{ sccm}$)、成膜パワー：300W、成膜温度：320

【0122】

次に、酸化物半導体薄膜をスパッタリング法によって成膜した。酸化物薄膜としては、 $\text{IGZO}[\text{In}:\text{Ga}:\text{Zn}(\text{組成比、原子比})=1:1:1]$ を用いた。スパッタリングに使用した装置は(株)アルバック製「CS-200」であり、スパッタリング条件は以下のとおりである。

基板温度：室温

ガス圧：1mTorr

酸素分圧(体積比)： $\text{O}_2/(\text{Ar}+\text{O}_2)=4\%$

膜厚：40nm

【0123】

上記のようにして酸化物半導体薄膜を成膜した後、フォトリソグラフィおよびウェットエッチングによりパターニングを行った。ウェットエッチャント液としては、関東化学製「ITO-07N」を使用した。

【0124】

このようにして酸化物半導体薄膜をパターニングした後、膜質を向上させるため、プレアニール処理を行った。プレアニールは、100%酸素雰囲気、大気圧下にて、350で60分間行なった。

【0125】

次に、オーミック電極を作製した。具体的には純Moを使用し、DCスパッタリング法により成膜(膜厚は100nm)した後、パターニングを行った。

【0126】

次いで、酸化物半導体薄膜を保護するための保護膜(ESL)を形成した。保護膜の形成は、プラズマCVD法により SiO_2 を100nm形成した。成膜に用いたガスは $\text{SiH}_4/\text{N}_2\text{O}$ の混合ガスであり、その流量(単位はsccm/sccm)を2/50、4/100、6/150、8/200、10/250の範囲で種々変化させた。成膜時の温度は230であった。

【0127】

最後に、外部雰囲気を遮断するための保護膜として、 SiO_2 (膜厚200nm)と SiN (膜厚200nm)の積層膜(合計膜厚400nm)を用いた。上記 SiO_2 および

SiNの形成は、サムコ製「PD-220NL」を用い、プラズマCVD法を用いて行なった。SiO₂膜の形成には、N₂OおよびSiH₄の混合ガスを用い、SiN膜の形成にはSiH₄、N₂、NH₃の混合ガスを用いた。いずれの場合も成膜パワーを100W、成膜温度を150℃とした。

【0128】

次に、フォトリソグラフィ、およびドライエッチングにより、保護膜に電気抵抗を測定するための接続用のコンタクトホールを形成して電気抵抗率測定用試料を得た。

【0129】

上記試料について、電極間に電圧を印加して、そのシート抵抗を測定した。具体的には、National Instruments社製「4156C」の半導体パラメータアナライザーを使用して、電流電圧特性を測定した。

10

【0130】

(2) TFT測定用試料の作製

まず、ガラス基板(コーニング社製EAGLE2000、直径100mm×厚さ0.7mm)上に、ゲート電極としてMo薄膜を100nm形成した。ゲート電極は、純Moのスパッタリングターゲットを使用してDCスパッタ法により形成した。スパッタリング条件は、基板温度:室温、ガス圧:2mTorrである。

【0131】

このようにして得られたゲート電極の上に上記(1)と同様にしてゲート絶縁膜SiO₂(200nm)、酸化物半導体薄膜(40nm)を順次成膜してパターニングし、プレアニールを行った後、上記(1)に記載のオーミック電極を形成する代わりに、ソース電極・ドレイン電極としてMo薄膜を形成した。純Mo膜の成膜方法およびパターニング方法は、前述したゲート電極の場合と同じであり、TFTのチャネル長を10μm、チャネル幅を200μmとした。

20

【0132】

このようにしてソース・ドレイン電極を形成した後、上記(1)と同様にして酸化物半導体薄膜を保護するための保護膜を形成し、コンタクトホールを形成してTFT測定用試料を得た。

【0133】

このようにして得られた各TFTについて、以下のようにしてTFT特性を調べた。詳細には、(ア)トランジスタ特性[ドレイン電流(I_d)-ゲート電圧(V_g)特性]、その中で具体的には、(i)しきい値電圧の絶対値、および(ii)繰り返し初期特性を調べた。また、(イ)正バイアスを印加したストレス印加試験(PBTS試験)を行ったときのしきい値電圧(V_{th})の変化(ΔV_{th})を調査した。

30

【0134】

(ア)トランジスタ特性の測定

トランジスタ特性の測定はNational Instruments社製「4156C」の半導体パラメータアナライザーを使用した。詳細な測定条件は以下のとおりである。

ソース電圧: 0.1V

40

ドレイン電圧: 10V

ゲート電圧: -30~30V(測定間隔: 0.25V)

【0135】

この結果から、静特性における(i)しきい値電圧の絶対値を測定した。また、(ii)初期繰り返し特性の評価として、トランジスタ特性[ドレイン電流(I_d)-ゲート電圧(V_g)特性]評価試験を3回行い、1回目のときのしきい値電圧の絶対値と、3回目のときのしきい値電圧の絶対値の差(繰り返しスweepのしきい値シフト量)を算出した。

【0136】

(イ)ストレス耐性としてV_{th}の評価(ストレスとして正バイアスを印加)

50

本実施例では、実際のパネル駆動時の環境（ストレス）を模擬して、ゲート電極に正バイアスをかけながらストレス印加試験を行った。ストレス印加条件は以下のとおりである。

ゲート電圧：+ 2 0 V

基板温度：6 0

ストレス印加時間：2 時間

【 0 1 3 7 】

ここで、しきい値電圧とは、おおまかにいえば、トランジスタがオフ状態（ドレイン電流（ I_d ）の低い状態）からオン状態（ドレイン電流の高い状態）に移行する際のゲート電圧（ V_g ）の値である。本実施例では、ドレイン電流が、オン電流とオフ電流の間の 1 n A 付近であるときの電圧をしきい値（ V_{th} ）電圧と定義し、ストレス印加前後のしきい値電圧の変化量（シフト量、 V_{th} ）を測定した。 V_{th} が小さいほど、ストレス耐性に優れている。

10

【 0 1 3 8 】

図 8 に、P B T S の V_{th} （縦軸）と電極間の電気抵抗（横軸）のとの関係を示す。上記図より、 V_{th} と電気抵抗率の挙動はほぼ一致していることが分かる。

【 0 1 3 9 】

また、繰り返しスweepのしきい値シフト量（縦軸）と、上記（イ）の方法によって測定した V_{th} （横軸）との関係を図 9 に示す。更に、静特性におけるしきい値電圧の絶対値（縦軸）と、 V_{th} （横軸）との関係を図 1 0 に示す。これらの図より、 V_{th} と、静特性におけるしきい値電圧の絶対値、および繰り返しスweepのしきい値シフト量とはいずれも、良好な相関関係を有することがわかる。

20

【 0 1 4 0 】

上記図 8 ～図 1 0 の結果より、本発明による電気抵抗率に基づく評価方法を用いれば、正バイアス印加のストレスに起因する上記（イ）～（エ）の項目を、間接的に精度良く評価できることが可能であることが実証された。

【 0 1 4 1 】

（実施例 2）

本実施例では、正バイアス印加後のストレスに起因する特性を、酸化物半導体薄膜の電気抵抗率を μ - P C D 法によって間接的に測定することによって評価した。

30

【 0 1 4 2 】

具体的には、上記実施例 1 で作製した T F T を用いて種々の特性を評価した。この結果を表 1 に示す。ここで、 $S i H_4 / N_2 O$ の流量（s c c m / s c c m）を 2 / 5 0、4 / 1 0 0、6 / 1 5 0、8 / 2 0 0、1 0 / 2 5 0 の範囲で変化させて E S L を成膜して得られた各 T F T 1 ～ 5 について、2 時間経過後の V_{th} は以下のとおりである。

T F T - 1 : 5 V

T F T - 2 : 5 . 2 5 V

T F T - 3 : 4 . 5 V

T F T - 4 : 1 . 7 5 V

T F T - 5 : - 0 . 2 5 V。

40

【 0 1 4 3 】

【表 1】

| Sample No | SiH ₄ /N ₂ O flow rate (sccm) | Deposition rate (nm/min) | Mobility (cm ² /Vs) | Subthreshold swing (V/dec) | V _{th} (V) |
|-----------|--|-----------------------------|-----------------------------------|-------------------------------|---------------------|
| TFT-1 | 2/50 | 10.3 | 7.2 | 0.27 | 9.25 |
| TFT-2 | 4/100 | 27.4 | 8.5 | 0.48 | 5.00 |
| TFT-3 | 6/150 | 41.8 | 7.8 | 0.34 | 1.25 |
| TFT-4 | 8/200 | 56.8 | 6.2 | 0.19 | 0.50 |
| TFT-5 | 10/250 | 70.0 | 12.3 | 0.28 | -5.50 |

10

【0144】

更に上記TFTを用いて、マイクロ波光導電減衰法における「励起光の照射後に見られる遅い減衰に対応するパラメータ」の測定を行った。具体的には、前述した特許文献2の図1に示すような構成を有する装置、具体的にはコベルコ科研社製：LTA-1820SP)を用いて、以下の条件でマイクロ波光導電減衰法を実施し、反射率の変化を測定した。

【0145】

レーザ波長：349nmの紫外光

パルス幅：15ns

パルスエネルギー：1μJ/pulse

ビーム径：1.5mm

1測定におけるパルス数＝64ショット

装置：コベルコ科研社製LTA-1820SP

20

【0146】

マイクロ波光導電減衰法より得られる反射率－測定時間との関係に基づいて算出されるパラメータ、すなわち本発明で規定する「遅い減衰に対応するパラメータ」を算出するため、本実施例では、反射率と測定時間との関係を下式(1)で表したときの「B」値(傾き)を算出した。ここでは、測定時間x＝0.3～1.0μsとし、上記測定時間の範囲での傾き(－B)を算出した。

【0147】

【数3】

$$y = Ax^{-B} \quad (x: \text{測定時間}, y: \text{反射率}) \quad \cdots \text{式(1)}$$

30

【0148】

図11に、各TFT1～5のIV特性を示す。上記図より、TFTの動作は、SiH₄/N₂Oの流量比によって変化することが分かる。

【0149】

図12は、SiH₄/N₂Oの流量比とV_{th}の関係を示すグラフである。上記図より、SiH₄/N₂Oの流量を増やすと、PBT試験におけるV_{th}が小さくなることが分かる。

40

【0150】

図13の上図は、各TFTにおける、ストレス印加時間ごとのV_{th}の値をプロットした両対数グラフである。上記図より、これらは良好な直線性を示し、ストレス印加時間に対してべき乗(power-law)で記述される関係を持つことが分かった。

【0151】

この結果から、しきい値の時間変化をA×tⁿの関係でフィッティングし、それぞれのパラメータを、SiH₄/N₂Oの流量に対してプロットした。

【0152】

この結果を図13の下図に示す。上記図より、イニシャル値を決める上記Aは、SiH₄の流量が増加すると共に減少するのに対し、上記nの値は0.25(SiH₄の流量

50

s c c m / N₂O) から 0 . 5 (S i H₄ の流量 6 s c c m / N₂O) に変化した。このように n が 0 . 2 5 付近を取る挙動は、斉藤らにより、酸化物半導体薄膜 (本実施例では I G Z O) と保護膜 (本実施例では E S L) との界面に存在する水素が上記界面の結合からはずれ、界面から拡散して遠ざかることにより、上記界面のトラップ準位が形成することが指摘されている (論文名 : S . Nakano , N . Saito , K . Miura , T . Sakano , T . Ueda , K . Sugii , H . Yamaguchi , I . Amemiya , M . Hiramatsu , A . Ishida , K . Kanomaru , and M . Sawada , IDW ' 11 , 1271 (2011)) 。 よって、上記図の結果は、E S L と I G Z O との界面準位は、S i H₄ / N₂O の流量比を大きくすることで減少することを示している。

10

【 0 1 5 3 】

図 1 4 に、シート抵抗と S i H₄ / N₂O の流量との関係を示す。上記図より、シート抵抗は S i H₄ の流量が増加するに従って減少することが分かる。前述した図 1 5 の結果も含めて考慮すると、V_{t h} とシート抵抗は相関することが分かる。M O S ダイオードを用いて行った容量 - 電圧 (C V) 測定の結果 (この結果は図示せず) から、それぞれのサンプルでドナー密度が $1 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ 程度あることがわかっており、また、膜厚の厚い I G Z O のホール効果測定結果から、同一条件の a - I G Z O 膜の比抵抗は 2 . 7 c m と見積もられており、その結果から予想される値より、上記シート抵抗は大きい。従って、上記シート抵抗の急激な増加は、界面準位の増加によるバンドベンディングに起因することが強く示唆された。

20

【 0 1 5 4 】

なお、繰り返しスweep特性や静特性におけるしきい値電圧は、前述した図 9 および図 1 0 に示すように、P B T S における V_{t h} と良好な相関関係を有することが分かった。この結果は、上述した繰り返しスweep特性や静特性におけるしきい値電圧も、上記 V_{t h} と同様、E S L と I G Z O との界面の界面準位に起因していることを強く示唆している。上記界面準位の増加の原因は詳細には不明であるが、E S L 成膜における成膜時間が大きく異なることを考慮すると、E S L 成膜中のプラズマダメージが界面準位形成の原因であると推察される。

【 0 1 5 5 】

図 1 5 に、上記実施例 1 の方法によって得られた V_{t h} (縦軸) と、上記マイクロ波光導電減衰法より得られる上記「 B 」値 (横軸) の関係を示す。上記図より、V_{t h} と上記 B 値とは U 字曲線を示し、相関していることが分かる。詳細には V_{t h} が U 字型曲線の頂点 (V_{t h} 3 . 5 V) 以下の場合、V_{t h} が小さくなるにつれ、上記 B 値 (絶対値) も大きくなることが判明した。また、上記図より、上記 B 値 (絶対値) は、保護膜形成時のシラン量の比率などの影響を受けることが分かる。

30

【 0 1 5 6 】

前述した図 1 2、図 1 4、および図 1 5 の結果より、上記 B 値は、シート抵抗および V_{t h} の指標として有用であるため、結果的に、上記 B 値を用いれば酸化物半導体薄膜のシート抵抗を評価できることが分かる。

【 0 1 5 7 】

更に本発明者らの基礎実験によれば、上記 B 値 (絶対値) が最大になるとき、V_{t h} が最小になり、良好な T F T 特性を有することを知見している。よって、上記 B 値が最大値を有するように、保護膜成膜時の形成条件を適切に調整すれば、良好な T F T 特性が発揮されることが期待される。

40

【 符号の説明 】

【 0 1 5 8 】

- 1 励起光照射手段
- 3 マイクロ波照射手段
- 4 方向性結合器
- 4 a 相位調整器

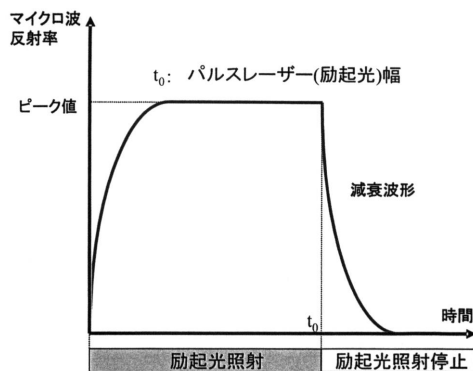
50

- 5 マジック T
- 6 a 第 1 導波管
- 6 b 第 2 導波管
- 6 d、6 e 開口部
- 7 反射マイクロ波強度検出手段
- 8 信号処理装置
- 9 評価手段
- 10 ステージコントローラ
- 11 X - Y ステージ
- 12 光路変更手段
- 16 a 出力調整用パワーモニター
- 16 b 出力調整手段
- 20 試料
- 20 a 基板
- 20 b 酸化物半導体薄膜
- 21 励起光照射領域
- 30 電気抵抗率測定手段
- 31 電気抵抗率測定ヘッド
- 32 昇降手段
- 33 測定値送信ライン

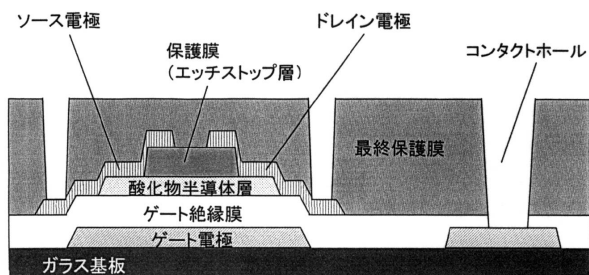
10

20

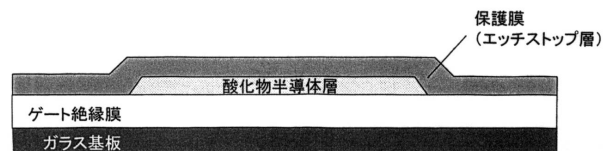
【図 1】



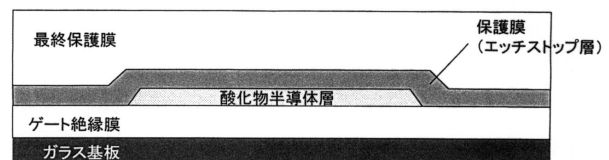
【図 2】



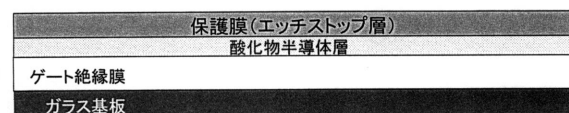
【図 3】



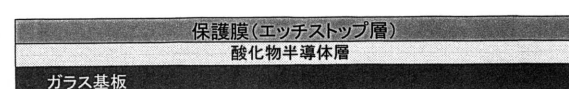
【図 4】



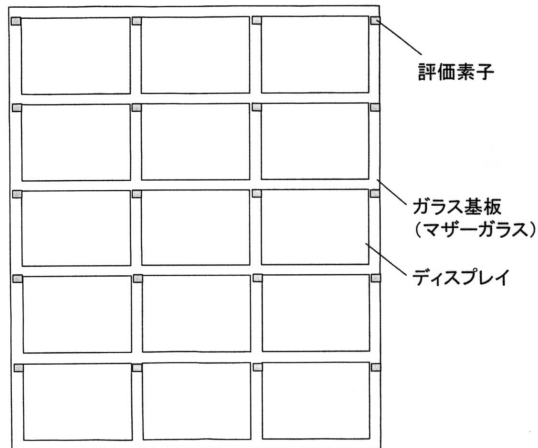
【図 5】



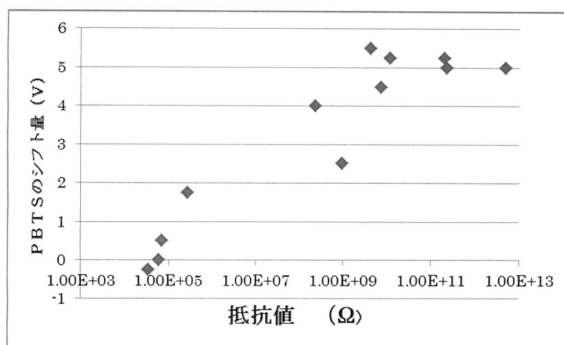
【図 6】



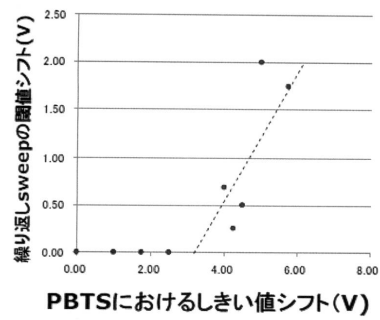
【図 7】



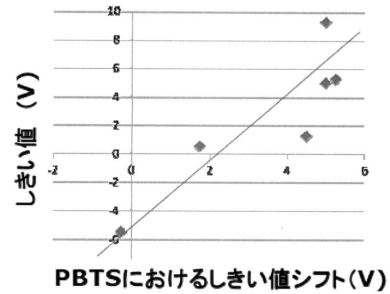
【図 8】



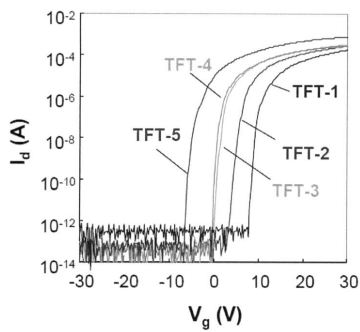
【図 9】



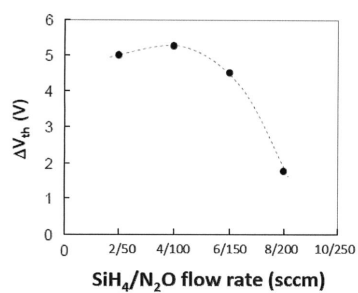
【図 10】



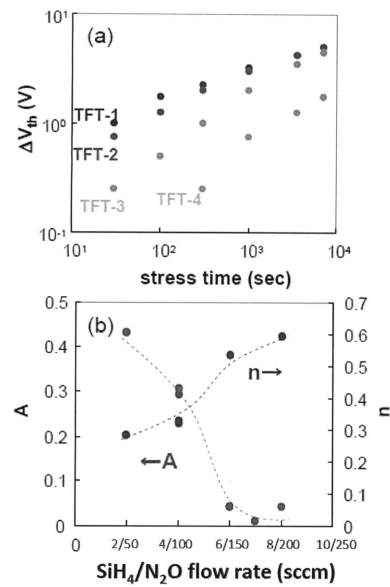
【図 11】



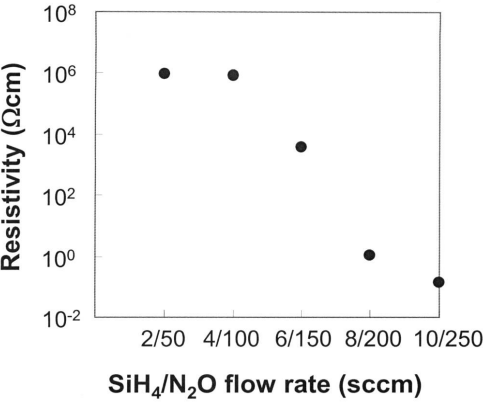
【図 12】



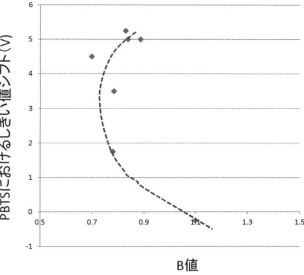
【図 13】



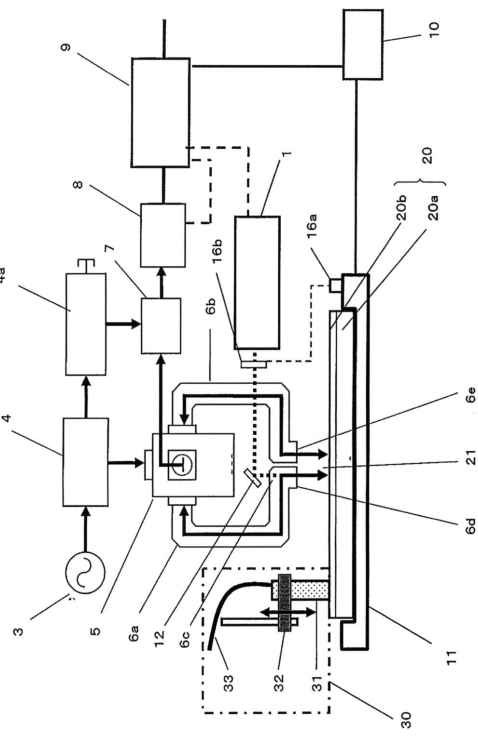
【図 14】



【図 15】



【図 16】



フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I
H 0 1 L 21/66 V

(72)発明者 川上 信之
兵庫県神戸市西区高塚台1丁目5番5号 株式会社神戸製鋼所 神戸総合技術研究所内

審査官 鈴木 和樹

(56)参考文献 特開2011-014761(JP,A)
特開2010-040552(JP,A)
特開2012-033857(JP,A)
特開2013-168575(JP,A)
特開2013-254948(JP,A)
特開2011-249788(JP,A)
特開2011-054863(JP,A)
特開2002-098634(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
H 0 1 L 21/66
H 0 1 L 21/28
H 0 1 L 21/336
H 0 1 L 29/786