

文章编号:1007-2780(2016)03-0276-07

# TFT 制程中高厚度 ITO 残留因素的研究

王 灿,陈 宁,刘英伟,赵 磊,薛大鹏,杜建华,郭 炜,王 路  
(京东方科技集团股份有限公司,北京 100176)

**摘要:**氧化铟锡(ITO)是薄膜晶体管工艺中最常用的透明导电薄膜,随着 OLED 技术的发展,ITO 作为透明阳极材料也被广泛应用。在高厚度(尤其是大于 70 nm)非晶 ITO 工艺过程中,由于多种因素的影响,很容易产生残留,发生残留后会严重影响产品质量和项目进度。本文通过多次实验测试,综合多种不同厚度,尤其是针对高厚度非晶 ITO,分析了 TFT 制程中影响残留的多种因素,考察重点因素及影响规律,有效地修正工艺条件,为之后的项目和生产过程提供了很好的参考价值。

**关 键 词:**薄膜晶体管;非晶氧化铟锡;残留;成膜;刻蚀

**中图分类号:** TN141.9      **文献标识码:** A      **doi:** 10.3788/YJYXS20163103.0276

## Influence factors of high thickness ITO residual in TFT process

WANG Can, CHEN Ning, LIU Ying-wei, ZHAO Lei,  
XUE Da-peng, DU Jian-hua, GUO Wei, WANG Lu

(BOE TECHNOLOGY GROUP CO., LTD., Beijing 100176, China)

**Abstract:** ITO(Indium Tin Oxide) is the most common transparent conductive film in the process of TFT(Thin Film Transistor). With the development of OLED, ITO has been widely used as the transparent anode. Due to various factors, the a-ITO film which thickness is more than 70 nm is easy to make residues during wet etch process. The residues seriously affect the product quality and project schedule. Based on many different thickness test, the factors of affecting residues was analyzed in the technical process. At the same time, the key factors and influence laws were found out. The result can be a good reference for the future technical process experiment.

**Key words:** TFT; a-ITO; residual; sputtering; etch

## 1 引 言

氧化铟锡(Indium Tin Oxide,简称 ITO)薄膜是宽禁带半导体材料<sup>[1]</sup>,具有高电导率和可见光范围的高透射率,被广泛应用到光电器件中<sup>[2]</sup>。

ITO 薄膜的制备方法有很多,如喷涂、蒸发、射频溅射和磁控溅射等。随着显示技术的高精细化和大型化的发展,磁控溅射法备受欢迎<sup>[3-5]</sup>。在 TFT 器件制作工艺中<sup>[6]</sup>,ITO 工艺顺序为“薄膜沉积—图形化曝光—刻蚀—剥离”,最终形成所需的图形。

ITO 根据结晶的状况可以分为非晶 ITO(a-ITO)与多晶 ITO(poly-ITO)<sup>[7-10]</sup>。多晶 ITO 由于晶粒较大,形成的薄膜透过率和导电性能相应较高,但多晶 ITO 常使用氯化系的刻蚀液进行刻蚀,对设备的损伤大;并且在沉积过程中需要 400 多度的高温进行沉积,成膜设备耗能成本也大。为了减少以上问题,目前 TFT 生产中一般是先沉积非晶 ITO,使用硝酸和硫酸混合液进行刻蚀,形成图案后,再通过退火形成多晶 ITO。

2 背景介绍

TFT 工艺中的 ITO 图形化过程中,很容易发生 ITO 的残留问题。如图 1 和图 2 所示(135 nm a-ITO)。

ITO 残留会造成像素内部的电极短路,引起

面板出现亮点缺陷;大面积的 ITO 残留,会造成多个亮点连成一片,无法显示,使产品报废。

ITO 残留,主要发生在工艺工程中。ITO 对温度比较敏感,温度较高时,ITO 晶化程度会加剧,而形成的晶化 ITO 不能够被非晶 ITO 的刻蚀液所刻蚀,造成残留。具体来讲,在膜衬底温度低于 130 ℃时所形成的 ITO 膜是非晶态的,当衬底温度超过 130 ℃时,晶体开始生长,且随着温度的升高,晶体生长变得非常活跃,在 150 ℃时,可以清楚的观测到晶体的生长<sup>[8]</sup>。

毛联波等<sup>[7]</sup>认为减少 ITO 残留可以通过两个路径进行调整,一是控制沉积的功率,较低的功率有利于得到较小的晶粒结构,在一定程度上可以减少残留。二是在一定范围内加大水汽量能增强 ITO 的无定型程度。本文通过对工艺流程中多种因素的考察,最终解决非晶 ITO 残留问题。

3 实验方案

综合 ITO 制作的整个工艺过程,产生残留的原因可能包含以下几个方面:沉积条件、工艺过程和刻蚀条件。沉积条件中有预成膜数量、成膜功率、成膜水流量和沉积时间等<sup>[11]</sup>,工艺过程指的是 ITO 工艺段中所有可能的高温过程,具体有清洗后的烘干、曝光过程中的前烘和后烘、显影后的烘干等,刻蚀条件中有刻蚀方式、刻蚀时间和刻蚀温度。本实验针对所有潜在因素,进行了测试和分析,分析了影响比重。

表 1 影响残留可能涉及的因素

| Tab. 1 Probable factors of affecting the residual |          |       |      |
|---------------------------------------------------|----------|-------|------|
| 工艺段                                               | 沉积条件     | 工艺过程  | 刻蚀条件 |
| 因素 1                                              | 沉积前预成膜数量 | 清洗烘干炉 | 刻蚀方式 |
| 因素 2                                              | 成膜功率     | 前烘烘干炉 | 刻蚀温度 |
| 因素 3                                              | 成膜水流量    | 显影烘干炉 | 刻蚀时间 |
| 因素 4                                              | 沉积时间     | 后烘烘干炉 |      |

在沉积条件中,成膜功率的减小有利于得到较小的晶粒结构,但在一定的沉积厚度下,尤其是高厚度下(>70 nm),单纯的减小沉积功率,会延长 ITO 的沉积时间,沉积时间的延长反而会引起

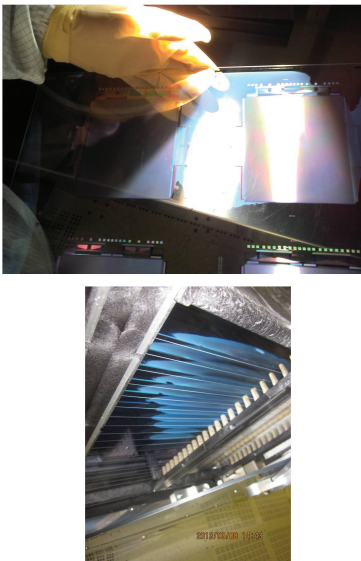


图 1 ITO 残留宏观照片  
Fig. 1 Macro photos for ITO residual

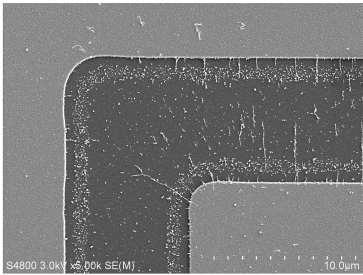


图 2 ITO 残留 SEM 下图片  
Fig. 2 SEM photo for ITO residual

沉积温度的升高,增加结晶化的概率,故沉积功率可调范围较窄。调整沉积中水流量可以进行大范围的测试和分析。

3.1 沉积前预成膜情况

测试发现残留情况与成膜顺序有一定的相关性,发生残留的基板往往是成膜的前几片,因此研

究了正式成膜前的预成膜数量及机台的待机时间,两者与残留之间的关系,具体结果见表 2。结果显示,待机时间大于 3 h,必须进行预成膜。且预成膜数量与待机时间有直接的关联,若不进行预成膜,残留会较严重。简单应用来说,若待机时间超过 3 h,ITO 预成膜需要大于 5 片。

表 2 残留与待机中预成膜关系  
Tab. 2 Relationship between residual and idle time

| 测试编号 | 实验时间               | 残留情况      | 残留分布情况   |
|------|--------------------|-----------|----------|
| 测试 1 | 待机 12 h 以上,实验前无预成膜 | 7 片肉眼可见残留 | 成膜的前 7 片 |
| 测试 2 | 待机 3 h 内,无预成膜      | 无残留       | 无        |
| 测试 3 | 待机 12 h,无预成膜       | 3 片肉眼可见残留 | 成膜的前 3 片 |

3.2 成膜条件测试

3.2.1 成膜功率

在成膜影响因素中测试了成膜功率和成膜水流量的测试,成膜功率由之前的 4.0 kW 调整至 3.0 kW,残留依然存在,且 SEM 照片显示线与线之间空隙处的结晶改善效果并不明显。

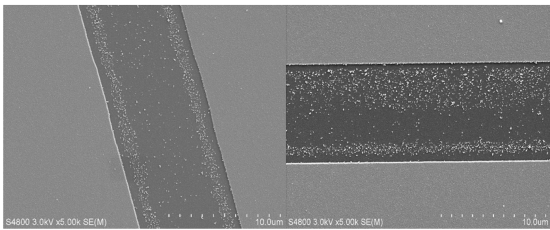


图 3 成膜功率为 4 kW 和 3 kW 时 SEM 测试结果  
Fig. 3 Results of SEM test in the condition of different power (left: 4 kW, right: 3 kW)

3.2.2 成膜水流量

初次选定水流量的范围从 0.6~4.0 cm<sup>3</sup>/min,对两种厚度的 ITO 使用不同的水流量进行沉积,沉积后对刻蚀残留进行测试,135 nm 和 70 nm ITO 的测试结果分别如图 4 和图 5 所示。

由上两图结果可知,随着水流量的增加,ITO 线条与线条之间空隙处的残留越来越少。但通过对上述两种厚度 ITO 退火后 R<sub>s</sub> 的测试可知,水流量增大会导致方块电阻增加,测试结果见图 6 和图 7。故水流量不能无限加大,需在一定的范围内进行测试。对测试结果再次进行分析,退火后方块电阻随水流量的增大而增大,尤其是当水流量大于 2 cm<sup>3</sup>/min 后,增加的幅度更加明显。故

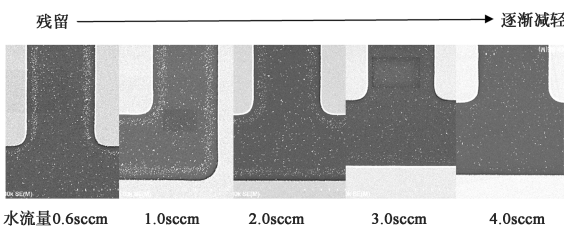


图 4 135 nm ITO 水流量不同的 SEM 测试结果  
Fig. 4 SEM test results in the condition of different water flow for 135 nm ITO

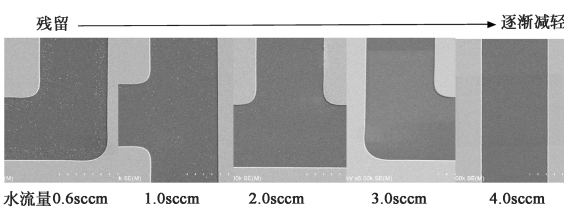


图 5 70 nm ITO 水流量不同的 SEM 测试结果  
Fig. 5 SEM test results in the condition of different water flow for 70 nm ITO

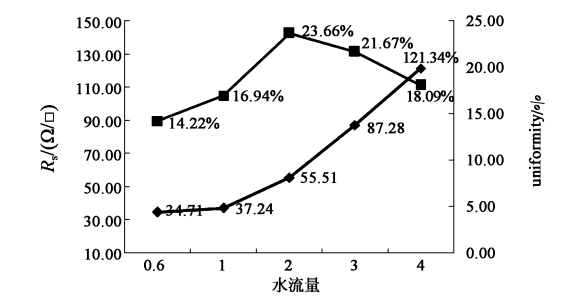


图 6 70 nm ITO 退火后 R<sub>s</sub> 测试结果  
Fig. 6 R<sub>s</sub> result after annealed for 70 nm ITO

后期将水流量范围缩小到 0~2 cm<sup>3</sup>/min 的区间内,进行最佳条件的寻找。

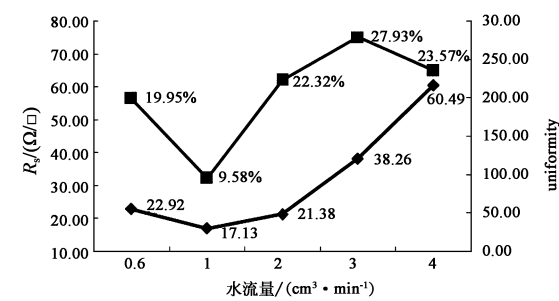


图 7 135 nm ITO 退火后  $R_s$  测试结果  
Fig. 7  $R_s$  result after annealed for 135 nm ITO

3.3 曝光烘烤因素测试

曝光工艺过程,清洗烘干炉、前烘烘干炉和后烘烘干炉中均有烘烤过程,烘烤都有可能对 ITO 进行晶化作用,如果发生了晶化,相应的 ITO 薄膜的方块电阻会有一定程度的减小。对分别在沉积后、清洗后、前烘后和后烘后相应的 ITO 薄膜

进行方块电阻监测,测试结果如表 3 所示。

表 3 不同工序后的方块电阻测试结果  
Tab. 3  $R_s$  results in different process

| 工序段    | 方块电阻值(Ω/□) |
|--------|------------|
| 薄膜沉积后  | 57         |
| 清洗后烘干炉 | 46         |
| 前烘烘干炉  | 44         |
| 后烘烘干炉  | 36         |

从表 3 可知,随着烘干炉的使用,薄膜的方块电阻逐渐减小,说明薄膜逐渐向多晶的趋势发展。那么在薄膜沉积后图案化的过程中,烘干炉工序确实会加剧薄膜多晶化的趋势。

3.4 刻蚀条件测试

3.4.1 刻蚀方式测试

刻蚀方式里面可以使用喷淋(spray)模式、喷淋+浸泡(spray + dip)模式两种,对比结果见表 4。

表 4 喷淋模式和喷淋+浸泡模式对比  
Tab. 4 Comparison of dip mode and dip+spray mode

|          | 喷淋方式 | 喷淋+浸泡方式 |
|----------|------|---------|
| 5 000 倍  |      |         |
| 10 000 倍 |      |         |
| 评价效果     | 差    | 局部略好    |

由结果可知,喷淋+浸泡方式与喷淋方式相比,喷淋+浸泡方式的残留颗粒数少于喷淋方式,尤其在边缘集中区域较为明显。

3.4.2 刻蚀温度和刻蚀时间测试

对刻蚀时间和刻蚀温度进行测试,残留情况不会有太大的改善,不再赘述。

3.5 最佳工艺条件的确定

根据上述的实验可知,在众多的影响因素中,能改善 ITO 残留较为明显的因素是成膜中的水流量。

根据水流量第一次实验结果,水流量范围限定在 0~2.0 cm<sup>3</sup>/min 的范围内,分成不同的 split 来进行测试,目的是选择最优的水流量。实验条件见表 5。

表 5 改变水流量测试实验条件  
Tab. 5 Experiment conditions with different water flow

| Slot 编号 | 预成膜厚度/nm | 成膜功率/kW | 磁场扫描次数 | 水流量/(cm <sup>3</sup> ·min <sup>-1</sup> ) |
|---------|----------|---------|--------|-------------------------------------------|
| 1       | 135      | 3.2     | 13     | 0                                         |
| 2、3     | 135      | 3.2     | 13     | 0.2                                       |
| 4、5     | 135      | 3.2     | 13     | 0.4                                       |
| 6、7     | 135      | 3.2     | 13     | 0.6                                       |
| 8、9     | 135      | 3.2     | 13     | 0.8                                       |
| 10、11   | 135      | 3.2     | 13     | 1.0                                       |
| 12、13   | 135      | 3.2     | 13     | 1.2                                       |
| 14、15   | 135      | 3.2     | 13     | 1.4                                       |
| 16、17   | 135      | 3.2     | 13     | 1.6                                       |
| 18、19   | 135      | 3.2     | 13     | 1.8                                       |
| 20      | 135      | 3.2     | 13     | 2.0                                       |

作为导电薄膜,在保证薄膜无残留的情况下,需要同时满足较优的电学和光学性能。对实验中选取的 3 种不同厚度膜层进行测试,使用以上原则进行水流量最佳使用范围的界定,如图 8 至图 10 所示。

在实验中选择 3 种常用膜层进行分析,发现不同的厚度下需要选用不同的水流量,根据电学和光学实验结果推测出最佳水流量的关系式。在该水流量下,可以保证刻蚀后非晶氧化铟锡的残留降低到最小范围,保证量产工艺的稳定性。

由上述图示可知,在实验范围内,对应 40 nm ITO 较佳的水流量为 0.4 cm<sup>3</sup>/min,70 nm ITO

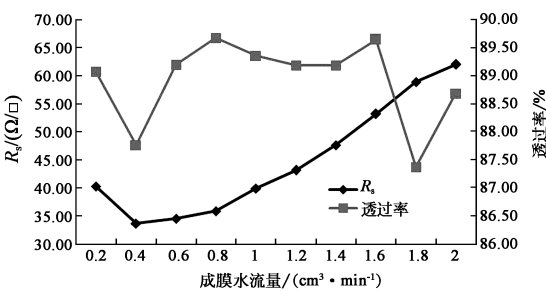


图 9 70 nm ITO 退火后  $R_s$  及透过率  
Fig. 9  $R_s$  and transmittance of annealing for 70 nm ITO

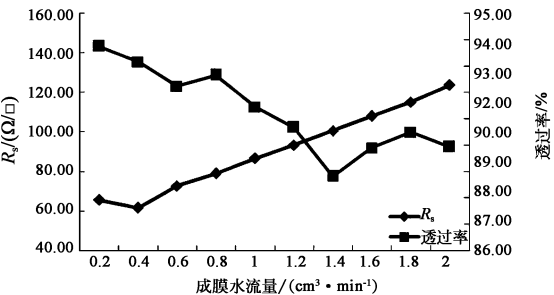


图 8 40 nm ITO 退火后  $R_s$  及透过率  
Fig. 8  $R_s$  and transmittance of annealing for 40 nm ITO

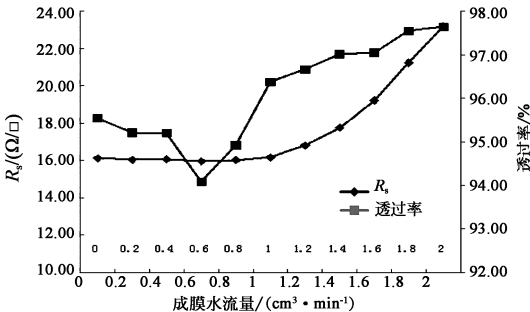


图 10 1350 nm ITO 退火后  $R_s$  及透过率  
Fig. 10  $R_s$  and transmittance of annealing for 135 nm ITO

对应的水流量为  $0.8 \text{ cm}^3/\text{min}$ ,  $135 \text{ nm}$  ITO 对应的较佳的水流量为  $10 \sim 1.2 \text{ cm}^3/\text{min}$ 。总体来讲,最佳水流量值为膜层厚度的千分之一。故:

最佳水流量与膜厚有一定的关系,即

$$Q_{\text{H}_2\text{O}} = \frac{\text{Thickness}_{\text{ITO}}}{1\ 000}.$$

在水流量设置过程中,还要考虑实验中与其他气体的比例,在 a-ITO 沉积过程中其他气体即氩气,该次选用氩气流量为  $100 \text{ cm}^3/\text{min}$ ,首先水流量选择为氩气流量的  $1/100$ ,其次在此基础上根据所用的 ITO 厚度进行参数设定,即最终的通用的水流量选择为

$$Q_{\text{H}_2\text{O}} = \frac{Q_{\text{Ar}}}{100} \times \frac{\text{Thickness}_{\text{ITO}}}{1\ 000}.$$

## 参 考 文 献:

- [1] 曾明刚,陈松岩,陈谋智,等. ITO 薄膜微结构对其光电性质的影响[J]. 厦门大学学报:自然科学版,2004,43(4): 496-499.  
ZENG M G, CHEN S Y, CHEN M Z, *et al.* The effects of the microstructure on the optical and electrical quality of indium tin oxide thin films [J]. *Journal of Xiamen University: Natural Science*, 2004, 43(4): 496-499. (in Chinese)
- [2] 马勇,孔春阳. ITO 薄膜的光学和电学性质及其应用[J]. 重庆大学学报:自然科学版,2002,25(8):114-117.  
MA Y, KONG C Y. Electrical and optical properties and applications of  $\text{In}_2\text{O}_3$ : Sn (ITO) films [J]. *Journal of Chongqing University: Natural Science Edition*, 2002, 25(8): 114-117. (in Chinese)
- [3] 江伟,武光明,王怡,等. 磁控溅射低温沉积 ITO 薄膜及其光电特性研究[J]. 纳米加工工艺,2009,6(4):38-41.  
JIANG W, WU G M, WANG Y, *et al.* Research on photoelectric characteristics of ITO film prepared by DC magnetron sputtering at low temperature [J]. *Nano-Processing Technique*, 2009, 6(4): 38-41. (in Chinese)
- [4] 马卫红,蔡长龙. 磁控溅射制备 ITO 薄膜光电性能的研究[J]. 真空,2011,48(6):18-20.  
MA W H, CAI C L. Study of photoelectrical properties of ITO thin films prepared by magnetron sputtering [J]. *Vacuum*, 2011, 48(6): 18-20. (in Chinese)
- [5] 袁广才,徐征,张福俊,等. 溅射及 RTA 处理对 ITO 薄膜特性的影响[J]. 材料研究学报,2007,21(3):282-286.  
YUAN G C, XU Z, ZHANG F J, *et al.* Influence to photoelectric properties of ITO thin film by sputtering condition and RTA processing [J]. *Chinese Journal of Materials Research*, 2007, 21(3): 282-286. (in Chinese)
- [6] LAN J H, KANICKI J, CATALANO A, *et al.* Patterning of transparent conducting oxide thin films by wet etching for a-Si:H TFT-LCDs [J]. *J. Electronic Materials*, 1996, 25(12): 1806-1817.
- [7] 毛联波,向贤明,张俊瑞,等. TFT-LCD 制程中 ITO 残留的产生与控制[J]. 现代显示,2007(11):35-38.  
MAO L B, XIANG X M, ZHANG J R, *et al.* The occurrence and control of ITO residual in TFT-LCD process [J]. *Advanced Display*, 2007(11): 35-38. (in Chinese)
- [8] 闫金良. 用于彩色滤光片的低阻低应力 ITO 透明导电膜[J]. 光学技术,2004,30(4):455-459.  
YAN J L. Low resistance and low stress ITO films for color filter [J]. *Optical Technique*, 2004, 30(4): 455-459. (in Chinese)
- [9] 王岩,陆建刚,李延辉. 解决单层多点 TP 产品制造中 ITO 残留问题的方法[J]. 科学与财富,2014(11):117-118.  
WANG Y, LU J G, LI Y H. The method of solve problem of ITO residual in single layer multipoint TP products [J]. *Sciences & Wealth*, 2014(11): 117-118. (in Chinese)

## 4 结 论

通过实验结果可知,TFT-LCD 工艺中 ITO 残留问题主要是 ITO 晶化导致的。在 ITO 制程中,尤其在高厚度 ITO 制程中,存在多种因素影响其晶化程度,其中影响最为显著的因素是成膜中水流量的控制。本文通过实验得到无残留 ITO 最为关键的 2 个因素条件,水流量最佳配置关系,即膜层厚度的千分之一;以及较优的刻蚀方式,即喷淋和浸泡的刻蚀方式。可以为以后的生产过程提供有益的参考价值。

[10] 张麦丽,王秀峰,牟强,等. ITO 玻璃光刻工艺的研究[J]. 液晶与显示,2005,20(1):22-26.  
ZHANG M L, WANG X F, MOU Q, *et al.* Photoetching technology of ITO-coated glass [J]. *Chinese Journal of Liquid Crystals and Displays*, 2005, 20(1): 22-26. (in Chinese)

[11] 常天海,孙凯. ITO 薄膜的磁控溅射工艺优化研究[J]. 真空科学与技术学报,2008,29(3):324-327.  
CHANG T H, SUN K. Growth of indium tin oxides films by magnetron sputtering [J]. *Chinese Journal of Vacuum Science and Technology*, 2008, 29(3): 324-327. (in Chinese)

作者简介:王灿(1986—),女,山东单县人,硕士,高级工程师,现从事显示器件薄膜方面的研究。E-mail:wangcan@boe.com.cn