

白皮书

2011年4月

确保LED应用的蓝宝石晶体质量 深入核心的优质

作者 David B. Joyce 博士 GT晶体系统公司 研发总监

测量材料质量

蓝宝石由于具有与GaN大体匹配的晶格，以及与同质衬底相比的成本效益，是LED开盒即用晶片的卓越材料。在诸如商业和住宅照明等应用不断增加的需求推动下，为了满足今后数年里预期的市场增长，LED市场将需要越来越多的低成本LED级蓝宝石。蓝宝石的高熔点导致诸如氧空位和间隙原子等点缺陷的平衡量 [1]。缺陷的浓度足够高时，就会导致小角度晶界；后者以具有极高位错密度的线性区域作为特征。

确定蓝宝石材料的质量，以及是否达到LED应用的要求，乃是整个制造价值链不可缺少的组成部分。评估开盒即用晶片质量方法之一的一种参照测试方法称为腐蚀坑密度 (etch pit density, 简称EPD) 测试法。EPD测量值一般用于确定衬底上外延层的质量。近来，LED行业已将EPD (腐蚀坑密度法) 用于评估蓝宝石衬底的质量，以及其生产优质LED的适用性。

EPD测试方法包括制作一块高质量抛光的衬底，然后对该衬底进行蚀刻 (通常使用KOH在320°C下蚀刻15分钟)。在材料晶格结构中的位错与表面相交处，该晶格受到局部张力，与未张紧的晶格相比更容易溶解，因此留下一个小坑。此方法的要点在于抛光的质量要很好且一致，从而可以避免产生因表面下抛光损伤而引起的腐蚀坑。

腐蚀坑的尺寸很小，因此必须在显微镜的观察下计数。通常的视场可能为3.3 mm²，因此在典型的腐蚀坑分析中，只有不到2%的晶片面积会得到检查。腐蚀坑密度测量值会受蚀刻的温度与持续时间影响，因此必须用一致的方式完成，方可相互比较 [2]。图1显示了LED级蓝宝石晶片之典型EPD分析的显微照片。

摘要

LED行业要求其晶片在晶向、纯度、弯曲度、翘曲度、总厚度偏差、粗糙度、洁净度诸项指标上均达到严格的质量标准。某些线性晶体缺陷，例如小角度晶界或材料微观尺度取向的改变，能够给 GaN (氮化镓) 沉积带来不利影响，从而使得该材料在高质量LED应用方面受到限制。GT先进科技公司 (GT公司) 利用一项“光学均匀性技术” (Optical Homogeneity Technique, 简称OHT) 来筛选和检验用于生产LED的蓝宝石材料。这项技术不具破坏性，经济有效，而且能够用来检测所生产的全部材料。本篇论文讨论了GT公司的OHT蓝宝石材料等级检测技术，并重点介绍了GT公司如何运用OHT技术，确保了其ASFT™长晶炉生产的蓝宝石材料满足或超越LED级别的材料质量要求。

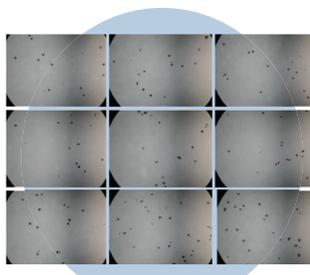
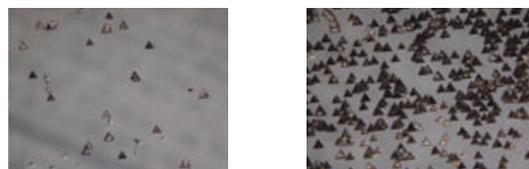


图1：对用经验证属于LED质量晶棒制成的晶片进行EPD测试的显微照片。每个光斑代表约2 mm直径区域，检查的总面积少于晶片面积的2%。

因此，EPD腐蚀坑密度测试代表一片晶片表面的局部小面积的统计抽样。在晶片上有高密度腐蚀坑之处，可以找到非LED质量材料。这些区域可能不大，并且可能被EPD统计抽样漏检。图2所示的两幅显微照片来自使用非LED级蓝宝石制造的晶片。该晶片同时包含良好区域（2a）和具有高腐蚀坑密度的线性区域（2b）。GT公司的OHT测试方法能够可靠地将此材料作为非LED级而剔除。

由于EPD测试是在制成晶片后进行，此时对晶片进行EPD测试，其晶片已经经过多项工艺而显著增值。在制造工艺的这一点剔除材料质量不良的晶片不仅代价高昂，而且并非必要。提早在晶锭或晶棒阶段，利用OHT方法检测材料的内在质量，将可降低成本、提高生产效率、以及确保更高百分比的LED级材料进入价值链。



2a — LED质量材料

2b — 非LED质量材料

图2：同一块非LED级晶片上的两个位置显示了低EPD区域和高EPD区域。这反映了包含小角度晶界的晶片上腐蚀坑密度高度变化的性质。

深入核心的优质

2010年7月，GT先进科技公司收购了晶体系统公司（Crystal Systems）；后者是一家公认的高质量蓝宝石材料生产商。晶体系统公司的工艺工程师已经完善其OHT蓝宝石分级方法并形成了规范，使之成为极为可靠的和可重复的蓝宝石分级检测方法。

OHT方法利用蓝宝石的双折射生成干涉图样，由此分析在交叉偏振光照射下的蓝宝石晶锭。此方法生成的干涉图样（图3）不需要高度抛光或平直的表面，而且能够轻易地传授。

随着LED行业的成长，此分级工艺得到修正，以包括对适合下游外延晶片加工之LED级材料的确认。

此OHT方法已通过与激光干涉测量分析进行比较而得到验证 [3]。在这项测试中，制备了具有不同程度晶格畸变之蓝宝石的（0001）和（1120）晶向样本，然后用交叉偏振光镜方法将这些蓝宝石分成五个等级。测试样本在制备时已尽量减少表面效应，因而可将波前畸变归咎于蓝宝石的晶格畸变。使用一台Zygo Mark IV干涉计对测试样本进行传输波前畸变测量。图4和图5中显示了这五个蓝宝石等级之折射率均匀性的均方根值（rms）和峰值（pv）。这些图表显示了光学分级系统与传输波前误差的干涉测量值及折射率均匀性的相关性。因此，对这些光学性质变化的适当分析可用来评估蓝宝石晶体是否完美。图6显示了一个小角度晶界的干涉图。

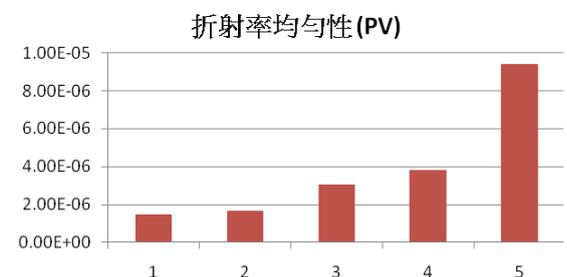


图4：不同光学等级的折射率均匀性最大变化量（峰值）。

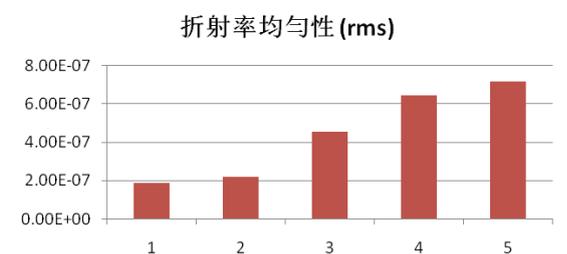


图5：折射率均匀性的平均（均方根值）变化量与光学等级的相关性。

这些插图表明，使用干涉计测得的折射率均匀性均方根值和最大值，定量地验证了蓝宝石分级系统的科学性。这一检测工艺亦由40年来为满足多种多样的蓝宝石质量规格而成功进行材料分级的深厚经验加以证实。

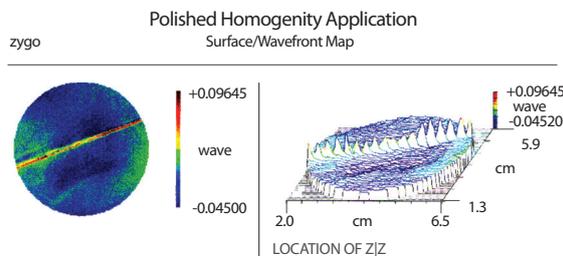


图6: 传输波前误差显示了小角度晶界的光学效应。

干涉技术需要昂贵的设备且只能用于抛光度极高的相对小样本。交叉偏振光镜方法能够应用于原切割晶锭、对晶锭掏棒而得到的晶棒、甚至晶片。此方法的一个重要方面在于，甚至在进行晶锭掏棒前，就可以对整块蓝宝石进行分析。此方法的另一个重要方面在于，类似小角度亚晶粒等线性特征尤其容易发现和剔除。

EPD与OHT方法的比较

为了检验已经验证的OHT测试法与EPD分析的相对优点，使用LED级和非LED级蓝宝石晶棒制作了一系列的晶片。图7显示了此实验的结果。如我们预期，非LED级材料的样本同时显示了相对高EPD区域和低EPD区域。在某些例子中，只在一个区域发现很高的EPD。

图7显示了由低质量、不适合LED应用的晶片取得的标准化EPD数据。EPD测试因为只查看晶片上分散的局部取样区域，并且晶片上超过95%的部分都没有检测，因此不能可靠地确认LED质量级的蓝宝石。许多EPD测试部位显示材料适用于生产LED，并且其中一些晶片基于 $>2500/\text{cm}^2$ 的EPD标准将被认定为合格；但OHT测试剔除了其中的全部五张晶片。此外，倘若1号晶片的高EPD部位被错过，则此晶片将因其相对低的EPD计数而通过检验。然而，光学均匀性测试对100%的材料进行LED合格检测，因此发现全部五张晶片都不适合LED应用。

总结

GT先进科技公司已经完善了一种称为“光学均匀性技术”（Optical Homogeneity Technique，简称OHT）的简单有效的蓝宝石等级鉴

定方法，用于检测和规范化蓝宝石晶体质量水平，从而确保最高的质量控制。此方法已得到先进干涉技术和均匀性测试的验证。其他均匀性和干涉技术材料测试方法需要高质量抛光、楔形几何及昂贵的设备。与此相似，EPD分析具有破坏作用，而且只能在晶片上分散的点进行。亚晶粒的高度非均匀分布需要彻底的、统计显著性极高的评估，才能取得可与GT公司OHT方法相比的结果。

生产人员能够轻而易举地完成OHT方法的培训。在供应高端LED市场的12年里，这个材料分级方法从未造成经过适当分级的蓝宝石晶棒或晶芯中存在废品的问题。与具有破坏性且在昂贵的切割和抛光后只对晶片的一小部分进行抽样的其他检测方法相比，OHT方法让生产的蓝宝石的每个点都得到质量检查。由于OHT方法能够在进行成本高昂的切割、研磨及抛光步骤前对材料进行可靠的合格检验，它是一种保持优质蓝宝石产品质量的高效率方法。

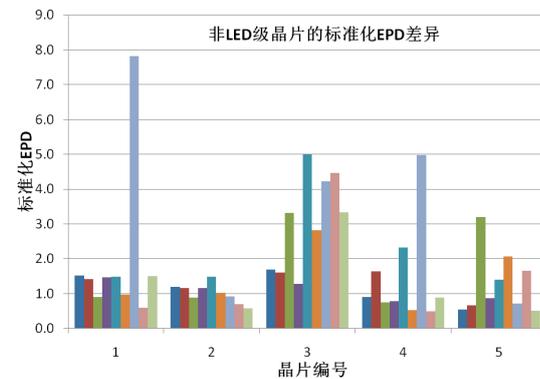


图7: 所示为使用非LED级蓝宝石材料制作的五张晶片之标准化EPD差异。此图显示出不同结果之间很大的差异，以及在1号晶片上漏检高EPD之小区域的可能性。

GT先进科技公司运用其在多晶硅料、光伏、及蓝宝石方面的核心晶体生长技术与材料科学专长，为全球客户传递可持续的价值。我们的创新技术和行业经验，使得我们能实现产品的演进和商业化，为客户提升性能，提高质量，并降低生产成本。

如欲了解更多，请访问：www.gtat.com

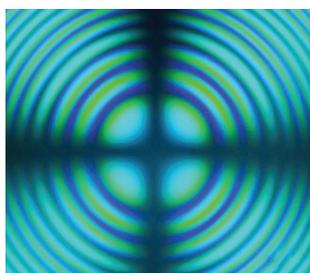


图3: 使用交叉偏振光镜观察到的LED级蓝宝石干涉图形。此图形中的变化能够加以解释，从而探测到小角度晶界。

参考文献

- [1] Kelley, A. 和G. W. Groves (1970) Crystallography and Crystal Defects (长晶学与晶体缺陷), Addison-Wesley (1970) 428页。
- [2] Xie, X.、Li, Y.、Wang, M.、Liang, L.、Hao, Q. 及Liu, C., Investigation on Preferential Chemical Etching of Dislocations in Sapphire (对蓝宝石中位错之优先化学蚀刻的研究); Optoelectronic Materials (光电子材料), doi:10.4028 www.scientific.net/MSG.663-665; 1318; (2011)
- [3] Khattak, C.P.、Schmid, F. 及Smith, M. B., Correlation of Sapphire Quality with Uniformity and Optical Properties (蓝宝石质量与均匀性和光学性质的相关性); SPIE文献; 3060, Window and Dome Technologies and Materials V., 佛罗里达州奥兰多市, 4月21-22日 (1997)。
- [4] Joyce D. B. 和Schmid F., Progress in the Growth of Large Scale Ti: Sapphire Crystals by the Heat Exchanger Method (HEM) for Petawatt Class Lasers (用热交换器法为拍瓦级激光器生长大尺度钛:蓝宝石晶体的进展); J. Crystal Growth, 312 (2010) 1138-1141。



GT Crystal Systems, LLC
35 Congress Street
Salem, MA 01970 (USA)

Phone: +1 978.745.0088
Fax: +1 978.745.5059

GT先进技术公司利用我们在多晶硅、光电和蓝宝石领域的晶棒生长及材料的专业知识，为顾客提供持续的高质量产品。我们的创新意识和行业经验让我们能够不断生产更高性能、更优质量和更低生产成本的产品，并实现这些产品的不断升级和商业化。更多信息参见www.GTAT.com。

© 2011 GTAT Corporation. All rights reserved. Trademarks and trade names are property of their respective owners. WPSAPH.101311.SC