

利用 ICP 设备制备图形化蓝宝石基底的工艺控制

李 燕¹, 曹 亮¹, 李 晖¹, 唐代华¹, Wonsik YOO², 梁 栋¹, 杨正兵¹, 李 昕¹

(1. 中国电子科技集团公司第 26 研究所, 重庆 400060; 2. 韩国先进微波技术有限公司, 首尔 150834)

摘 要: 该文对利用感应耦合等离子体(ICP)刻蚀设备来制作图形化蓝宝石基底(PSS)的工艺控制进行了研究。在工艺制作过程中, 选用了 C 轴(0001)取向的 $\varnothing 100$ mm 蓝宝石平片作为实验样品, 通过光刻工艺和 ICP 刻蚀工艺控制, 制作出了具有圆锥状图形结构的图形化蓝宝石基底。借助扫描电子显微镜, 对该图形化蓝宝石基底进行了测量和分析。测量结果显示, 基底表面上的单粒圆锥状图形结构的底部直径为 $\varnothing(3.45 \pm 0.25) \mu\text{m}$, 刻蚀高度/深度为 $(1.75 \pm 0.25) \mu\text{m}$, 整个图形化蓝宝石基底成品片的均匀性控制在 3% 以内。

关键词: 蓝宝石; 基底; 刻蚀; 感应耦合等离子体(ICP); 图形化蓝宝石基底; 发光二极管; 刻蚀设备

中图分类号: TN371

文献标识码: A

The Process Control of Patterned Sapphire Substrates Fabricated by Inductively-Coupled-Plasma Etcher

LI Yan¹, CAO Liang¹, LI Hui¹, TANG Daihua¹, WONSIK YOO²,

LIANG Dong¹, YANG Zhengbing¹, LI Xin¹

(1. 26th Institute of China Electronics Technology Group Corporation, Chongqing 400060, China;

2. AMT Solution Co. Ltd of Korea, Seoul 150834, Korea)

Abstract: The process control of patterned sapphire substrates fabricated by inductively-coupled-plasma(ICP) etcher is researched in this paper. In fabrication, the $\varnothing 100$ mm flat sapphire wafers with C-axis (0001) orientation are selected as experimental samples, and the patterned sapphire substrates with conical patten shape are fabricated by photolithographic etching technique and ICP etching technique. Finally, the fabricated substrates are measured and analyzed by the scanning electron microscope. The measured and analyzed results show that the diameter of single conical pattern on the substrate surface is $\varnothing(3.45 \pm 0.25) \mu\text{m}$, the etching height/depth is $(1.75 \pm 0.25) \mu\text{m}$, and the uniformity of the whole substrate is controlled within 3%.

Key words: sapphire; substrate; etch; inductively coupled plasma(ICP); patterned sapphire substrate; light-emitting diode; etcher

0 引言

近年来, 蓝宝石晶体因其具有化学和物理性质稳定、透光性好、成本合适等优点, 俨然成为了 III-V 族发光二极管(LED)外延薄膜的主流基底材料。目前, 用于 LED 产品制作的蓝宝石基底材料主要有平面蓝宝石基底和图形化蓝宝石基底(PSS)两种。而由于采用 PSS 制作的 LED 产品, 其输出光强与光效通常比采用平面蓝宝石基底制作的 LED 产品高^[1-3], 因此, 高亮度的 LED 大多采用 PSS 为基底材料。

一般来说, PSS 就是利用干法或湿法刻蚀工艺技术蓝宝石晶片上制备微细的周期性几何图形结构, 使之成为适合于生长 LED 外延薄膜的基底^[4-8]。从 PSS 应用情况来看, 已经开发出来的图形结构主要包括条状、柱状、半球状、圆孔状和圆锥状等^[9]。近年兴起的感应耦合等离子体(ICP)刻蚀技术可谓是最具代表性^[10]的。ICP 技术属于干法刻蚀工艺类型, 因其具有高密度等离子体、工艺重复性好及易于实现与控制等优点, 而在国际上被众多 PSS 制造厂家广泛使用。

收稿日期: 2013-10-22

基金项目: 国家国际科技合作专项基金资助项目(2011DFA52960)

作者简介: 李燕(1972-), 女, 重庆人, 高级工程师, 主要从事声表面波工艺技术研究。

然而,利用 ICP 设备来制备 PSS 的刻蚀工艺相对复杂,整个过程将涉及到前后多道工艺,要制作出品质良好的 PSS,必须对各道工艺严格控制,其中,ICP 刻蚀工艺至关重要。为此,本文对 ICP 设备制备 PSS 的工艺控制进行了研究,并选择 $\varnothing 100$ mm C 轴(1000)方向的蓝宝石晶片作为刻蚀样片,通过严格的工艺控制,成功地制备出了具有圆锥状图形结构的 PSS 样品。

1 ICP 设备及其刻蚀机理

本实验采用的 ICP 设备为法国的 Corial 300IL 高密度等离子刻蚀机,其基本结构如图 1 所示。该刻蚀机的 ICP 功率可达 2 kW,使用 Al 托盘和石英盖板,可在单个工艺过程中一次完成 21 片 $\varnothing 76.2$ mm 或 7 片 $\varnothing 100$ mm 蓝宝石晶片的图形化刻蚀。

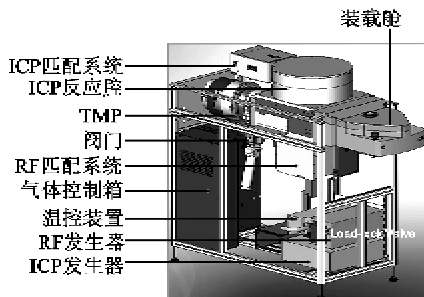
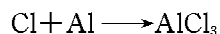
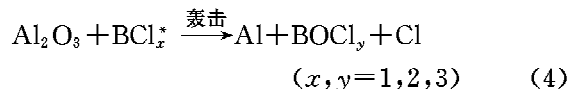


图 1 Corial 300IL 刻蚀机结构示意图

针对 PSS 的制备,该刻蚀机通常采用氯基 BCl_3 作为蓝宝石晶片的主刻蚀气体。蓝宝石的化学分子式为 Al_2O_3 ,其 Al—O 键能较强,为 512 kJ/mol。ICP 刻蚀工艺主要就是利用偏置电场下的高密度等离子体来对蓝宝石晶片进行垂直轰击,打断其 Al—O 共价键,并通过离子间的化学反应来实现所需的 PSS 刻蚀图形。其刻蚀机理和过程^[5]具体如下:



由式(1)~(5)可看出, BCl_3 气体放电时,会产生等离子体 BCl_x 和反应自由基粒子 Cl。通过等离子体 BCl_x 轰击 Al_2O_3 ,使 Al—O 键断裂,随即,Al

将与等离子体中的 Cl 粒子反应生成气态的 AlCl_3 ,O 将与 BCl_x 粒子结合生成气态的 BOCl_y ,最后,将生成的气态物质排出,便可完成刻蚀过程。

2 ICP 工艺控制与实验

2.1 工艺流程

PSS 的制作工艺流程如图 2 所示。整个过程将涉及到一系列的加工工序,主要包括晶片的选择与预处理、涂覆光刻胶(PR)、光刻胶柱体制作(曝光和显影)、ICP 刻蚀、反应物去除等。由图可见,利用 ICP 刻蚀方法来制作 PSS 并非仅限于等离子体刻蚀这个单独的工艺过程,它包含了两个基本的工艺环节,即半导体光刻工艺和干法刻蚀工艺环节。

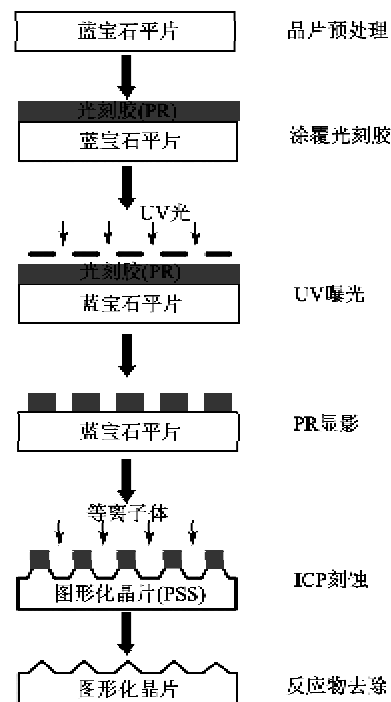


图 2 PSS 制作的工艺流程示意图

2.2 材料选取与光刻工艺控制

实验过程中,选用了 $\varnothing 100$ mm 的 C 面(0001)的蓝宝石晶片作为刻蚀样片。样片直径为 $\varnothing(100 \pm 0.25)$ mm,厚度为 (650 ± 20) μm ,背面粗糙度(R_a) ≤ 1 nm,正面粗糙度为 $0.8 \mu\text{m} \leq R_a \leq 1.2 \mu\text{m}$, $\text{TTV} \leq 15 \mu\text{m}$, $\text{BOW} \leq 10 \mu\text{m}$, $\text{WARP} \leq 15 \mu\text{m}$ 。

在光刻工艺环节中,我们以 AZ601 光刻胶作为掩模,并利用德国的 Gama 60 型涂胶显影设备、荷兰的 ASML 步进光刻机(Stepper 机),通过涂/甩胶、软烘、UV 曝光、显影、清洗和硬烘等工艺处理,完成了对蓝宝石样片的光刻处理。

光刻之后,在蓝宝石样片上制得的光刻胶柱体

为圆柱形,胶柱直径应控制在 $\varnothing(1.8\sim 2.0)\mu\text{m}$ 的范围,胶柱高度控制在 $2.3\sim 2.5\mu\text{m}$ 的范围,柱体间距保持约在 $1.5\mu\text{m}$,整片可接受均匀性 $<5\%$ 。

2.3 ICP 刻蚀的工艺控制

ICP 刻蚀工艺是制作 PSS 图形结构的一个关键环节。实验过程中,采用 BCl_3 作为主刻蚀气体, H_2 作为调整 PR 选择比的辅助气体, CHF_3 和 O_2 作为清洗气体。整个 ICP 刻蚀工艺的工作压力设为 2 mT , ICP 功率设为 900 W , 温度控制为 $40\text{ }^\circ\text{C}$ 。图 3 为本实验的工艺控制过程示意图。

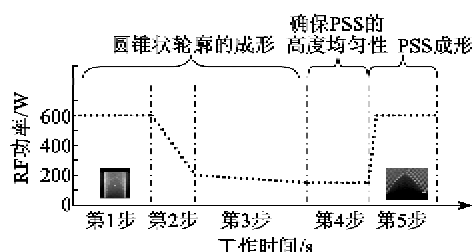


图3 PSS制作的工艺控制过程示意图

如图3所示,利用ICP刻蚀机制备PSS共包括5个步骤,每个步骤的具体操作控制如下:

1) 辅以很高的RF功率和低选择比进行刻蚀,以使圆柱形的光刻胶柱体变成圆锥形。其基本工艺参数设置:RF功率为 500 W , BCl_3 流量为 $60\text{ cm}^3/\text{min}$, H_2 流量为 $1\text{ cm}^3/\text{min}$, He 流量为 $25\text{ cm}^3/\text{min}$,持续时间 120 s 。

2) 由低选择比向高选择比过渡,逐渐在蓝宝石样片上刻蚀出图形结构的圆锥雏形。其基本工艺参数设置:RF功率降至 180 W , BCl_3 流量降至 $50\text{ cm}^3/\text{min}$, H_2 流量升至 $15\text{ cm}^3/\text{min}$, He 流量为 $25\text{ cm}^3/\text{min}$,持续时间 150 s 。

3) 以高选择比(约为 0.8)进行刻蚀,以形成较为清晰的圆锥轮廓。其基本工艺参数设置:RF功率降至 150 W , BCl_3 流量为 $50\text{ cm}^3/\text{min}$, H_2 流量为 $15\text{ cm}^3/\text{min}$, He 流量为 $25\text{ cm}^3/\text{min}$,持续时间 580 s 。

4) 同样以高选择比进行刻蚀,使各样片上PSS图形尺寸保持良好的一致性。其基本工艺参数设置:RF功率为 150 W , BCl_3 流量为 $50\text{ cm}^3/\text{min}$, H_2 流量为 $15\text{ cm}^3/\text{min}$, He 流量为 $25\text{ cm}^3/\text{min}$,持续时间 130 s 。

5) 确定PSS图形的最终形状。其基本工艺参数设置:RF功率为 600 W , BCl_3 流量为 $50\text{ cm}^3/\text{min}$, H_2 流量为 $15\text{ cm}^3/\text{min}$, He 流量为 $25\text{ cm}^3/\text{min}$ 。

min, 持续时间 140 s 。

经过上述工艺操作后,通过真空泵进行抽气,去除刻蚀过程产生气态反应物质,制得PSS成品片。

3 测量结果及分析

蓝宝石样片在经过上述光刻和ICP刻蚀工艺处理之后,在其表面形成了圆锥状的微细图形结构。为了对图形化成品片的形貌进行分析,利用德国LEO Super35扫描电子显微镜(SEM)对其形状和刻蚀尺寸进行了测量和分析。测量结果表明,所制得的PSS单粒图形的底部直径为 $\varnothing(3.45\pm 0.25)\mu\text{m}$,刻蚀高度/深度为 $(1.75\pm 0.25)\mu\text{m}$,图形间距为 $(0.55\pm 0.25)\mu\text{m}$,且测得 $200\mu\text{m}\times 500\mu\text{m}$ 单元区域的缺失图形 <5 ,畸变图形比率 $<3\%$ 。图4为典型PSS成品片的SEM测量结果图。

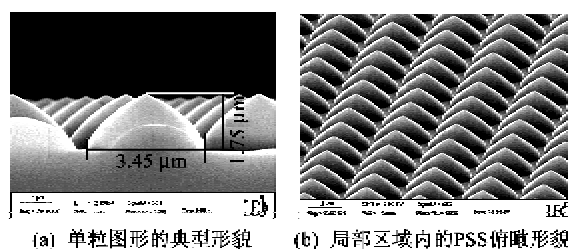


图4 PSS成品片的SEM显微图

为了分析PSS成品片的均匀性,同样利用扫描电子显微镜,并按照“五点测量法”的要求,依次对样片的中心、左端、右端、上端和底端的图形进行了测量。表1为实际测量结果。结果表明,整个PSS成品片的底部直径均匀性为 2.30% ,刻蚀高度/深度均匀性为 2.68% ,均满足均匀性 $<3\%$ 的技术要求。

表1 “五点测量法”的SEM测量数据

测量位置	(高度/深度)/ μm	直径/ μm
中心	1.80	$\varnothing 3.52$
左端	1.75	$\varnothing 3.42$
右端	1.74	$\varnothing 3.46$
上端	1.68	$\varnothing 3.58$
底端	1.72	$\varnothing 3.50$
均匀性	2.68%	$\varnothing 2.30\%$

ICP刻蚀工艺过程中将涉及到ICP功率、RF功率、刻蚀气体流量、工作压力、工作温度等诸多变化因素。很显然,要在 $\varnothing 100\text{ mm}$ 蓝宝石晶片上制作这种 $3.45\mu\text{m}\times 1.75\mu\text{m}$ 的大尺寸圆锥形结构是存在一定难度的。因此,必须对各刻蚀步骤中的工艺参数进行精确设计和控制。一般而言,为达到最佳刻蚀均匀性,ICP功率和工作压力都是出厂设定

的,这种设定与气体分布器有关,不得随意改动。

对于 RF 功率而言,高的 RF 功率能够产生快速刻蚀速率以及对 PR 低的选择比;对于刻蚀气体而言,控制主刻蚀气体 BCl_3 流量是为了达到最好的蚀刻均匀性,其设定与气体分布器有关,不得随意改动;而辅助刻蚀气体 H_2 可通过 B 和 H_2 的再结合产生挥发性化合物,同时, H_2 还能改良刻蚀选择比、最小化负荷效应及在 PSS 模式不存在光刻胶的情况下提高蓝宝石刻蚀速率。当温度为 $5\sim 50\text{ }^\circ\text{C}$ 时,光刻胶的选择比随着温度的上升而增加。因此,通过 RF 功率和刻蚀气体等的综合控制可使 ICP 刻蚀机达到理想刻蚀效果。

4 结束语

利用 ICP 刻蚀设备来制作 PSS 具有诸多优点:刻蚀深度和形貌容易控制,所刻蚀结构图形的一致性;具有高度各向异性的刻蚀特点,可根据掩模层结构来调节选择比,以刻蚀不同形貌的 PSS 图形结构;刻蚀速率稳定且不接触高温混酸液体,既安全又环保。

ICP 刻蚀是干法制作 PSS 的重要环节,要制作出品质良好的 PSS,必须对各道工艺严格控制。为此,本文借助 ICP 设备,对其工艺过程的控制进行了实验。实验中,通过既定的工艺控制选用了 C 面(0001)的 $\varnothing 100\text{ mm}$ 蓝宝石平片作为实验样品,通过既定的光刻工艺和 ICP 刻蚀工艺刻蚀,制作出了具有圆锥状图形结构的 PSS。测量结果显示,圆锥状图形结构的典型底部直径为 $\varnothing (3.45\pm 0.25)\text{ }\mu\text{m}$,刻蚀高度(深度)为 $(1.75\pm 0.25)\text{ }\mu\text{m}$,整片 PSS 的均匀性控制在 3% 以内。

致谢:感谢德国 SUSS 公司刘文俊服务工程师对 ICP 刻蚀设备及工艺技术的支持和帮助。

参考文献:

- [1] LEE J H, LEE D Y, OH B W, et al. Comparison of InGaN-based LEDs grown on conventional sapphire and cone-shape-patterned sapphire substrate[J]. IEEE Transactions on Electron Devices, 2010, 57(1): 157-163.
- [2] JIAN Peixiao, WEI Guoli, WANG Xiaohui, et al. Enhanced photoluminescence of InGaN/GaN green light-emitting diodes grown on patterned sapphire substrate [J]. Chin Phys Lett, 2009, 26(2): 028101.
- [3] JEONG S M, KISSINGER S, KIMET D W, et al. Characteristic enhancement of the Blue LED chip by the growth and fabrication on patterned sapphire (0001) Substrate[J]. J Cryst Growth, 2010, 312(3): 258-262.
- [4] CHANG S J, LIN Y C, SU Y K, et al. Nitride-based LEDs fabricated on patterned sapphire substrates [J]. Solid-State Electronics, 2003, 4799: 1539-1542.
- [5] TADATOMO K, OKAGQWA H, OHUCHI Y, et al. High output power near-ultraviolet and violet light-emitting diodes fabricated on patterned sapphire substrates using metalorganic vapor phase epitaxy[J]. J Light & Vis Env, 2003, 27(3): 140-145.
- [6] HSU Y P, CHANG S J, SU Y K, et al. ICP Etching of sapphire substrates[J]. Opt Mater, 2005, 27(6): 1171-1174.
- [7] WU D S, WU H W, CHEN S T, et al. Defect reduction of laterally regrown GaN on GaN/patterned sapphire substrates[J]. Crystal Growth, 2009, 311(10): 3063-3066.
- [8] WANG Jing, GUO L W, JIA H Q, et al. Investigation of characteristics of laterally overgrown GaN on stripe sapphire substrates patterned by wet chemical etching[J]. J Cryst Growth, 2006, 290(2): 398-404.
- [9] 汪明刚, 杨威风, 胡冬冬, 等. 图形化蓝宝石衬底技术综述[J]. 激光与光电子学进展, 2012: 08005-1-9.
- [10] HSU Y P, CHANG S J, SU Y K, et al. ICP etching of sapphire substrates[J]. Opt Mater, 2005, 27(6): 1171-1174.