

Univerzita Hradec Králové  
Přírodovědecká fakulta  
Katedra fyziky

# Aparatura pro měření barevných CIE souřadnic luminoforů pro LED

## Bakalářská práce

Autor: Štěpán Novotný  
Studijní program: B1701 Fyzika  
Studijní obor: Fyzikálně-technická měření a výpočetní technika  
Vedoucí práce: RNDr. Daniel Jezbera

Prohlášení:

Prohlašuji, že jsem bakalářskou práci vypracoval samostatně a že jsem v seznamu použité literatury uvedl všechny prameny, z kterých jsem vycházel.

V Hradci Králové dne

Štěpán Novotný

## **Anotace**

NOVOTNÝ, Š. Aparatura pro měření barevných CIE souřadnic luminoforů pro LED, Hradec Králové, 2018. Bakalářská práce na Přírodovědecké fakultě Univerzity Hradec Králové. Vedoucí bakalářské práce Daniel Jezbera. 43 s.

Práce pojednává o sestavení a ověření spolehlivosti aparatury na měření barevných souřadnic CIE 1931 polotovarů na výrobu monokrystalických luminoforů pro LED – tzv. waferů. Teoretická část se věnuje LED, jejich charakterizaci a výrobě luminoforů pro výkonné LED. Ověření spolehlivosti a opakovatelnosti sestavené aparatury bylo provedeno dle metodiky MSA v.4.

### **Klíčová slova**

LED, luminofor, CIE barevné souřadnice, CCD spektrometr, integrační koule, MSA

## **Annotation**

NOVOTNÝ, Š. CIE color coordinates measurement instrument for LED luminophores, Hradec Králové, 2018. Bachelor thesis on Faculty of Science University of Hradec Králové. Bachelor thesis' supervisor Daniel Jezbera. 43 p.

The bachelor thesis is about construction and reliability verification of apparatus for measuring CIE 1931 color coordinates of monocrystalline wafers for LED luminophore fabrication. Theoretical part deals with LED, its characterization and luminophore fabrication. Reliability and repeatability verification is done according to MSA v.4.

### **Keywords**

LED, luminophore, CIE color coordinates, CCD spectrometer, integration sphere, MSA

## Seznam zkratk

LED	light emitting diode = světlo emitující dioda
WPE	wall plug efficiency = účinnost přeměny elektrické energie
YAG	yttrium aluminium garnet = yttritohlinitý granát
UV	ultraviolet = ultrafialové světlo
PCB	printed circuit board = deska tištěného spoje
MCPCB	metal core printed circuit board = deska tišt. spoje s kovovým jádrem
SMD	surface mount device = součástka pro povrchovou montáž plošných spojů
DIP	dual/direct in-line package – druh LED
CoB	chip on board – druh LED
CSP	chip scale package – druh LED
SSL	solid state lighting = osvětlení na bázi polovodičů, tj. hlavně LED
Li-Fi	light fidelity – systém přenosu dat a polohy pomocí světla
CCFL	col cathode fluorescent light = výbojka se studenou katodou
CCD	charge-coupled device = zařízení s vázanými náboji, elektron. součástka
PiG	phosphor in glass = luminofor na bázi skla/sklokeramiky
PTFE	polytetrafluorethylen
TTW	total thickness variation = celková odchylka tloušťky
CCT	correlated color temperature = korelovaná barevná teplota
CAD	computer-aided design = počítačem podporované projektování
MSA	measurement systém analysis = analýza měřicího systému
ARM	average and range method = metoda průměru a rozpětí
RM	range method = metoda rozpětí
ANOVA	analysis of variance = analýza rozptylu

# Obsah

Úvod.....	6
1. LED .....	6
1.1. Historie.....	6
1.2. Fyzikální podstata.....	9
1.3. Druhy LED.....	11
1.3.1. DIP (Dual/Direct In-line Package) .....	12
1.3.2. SMD LED .....	12
1.3.3. COB (Chip-on-board).....	13
1.3.4. High power .....	13
1.3.5. CSP (Chip Scale Package) .....	13
1.4. Výroba .....	14
1.5. Využití.....	16
1.5.1. Osvětlení .....	16
1.5.2. Telekomunikace.....	18
1.5.3. Kontrolky.....	18
1.5.4. Displeje.....	18
2. Proces výroby waferů pro PC W-LED ve firmě Crytur .....	18
2.1. Pěstování monokrystalů.....	20
2.2. Řezání krystalu na wafery .....	20
2.3. Čištění waferů.....	21
2.4. Charakterizace waferů .....	22
2.4.1. Binning .....	23
2.5. Broušení a leštění.....	24
2.6. Řezání waferu (dicing) .....	25
2.7. Výstupní kontrola .....	26
3. Přehled přístrojů používaných pro měření vlastností LED.....	27
3.1. Integrační koule.....	27
3.2. Optické vlákno.....	28
3.3. CCD Spektrometr.....	29
3.4. Fotometr, fotodiodová čidla.....	31
4. Praktická část .....	32
4.1.1. Držák LED.....	32
4.1.2. Integrační koule .....	33

4.1.3. Optické vlákno .....	33
4.1.4. Spektrometr .....	33
4.2. Kalibrace.....	34
4.3. Popis měření světelného výstupu .....	35
4.4. Analýza systému měření dle metodiky MSA – ANOVA v. 4.....	35
Závěr.....	39
Zdroje .....	40

## Úvod

Cílem této práce je popsat konstrukci a ověření spolehlivosti aparatury na měření barevných souřadnic CIE 1931 polotovarů na výrobu monokrystalických luminoforů – tzv. waferů. Pro přiblížení tematiky je součástí této práce i popis výroby luminoforů ve firmě Crytur, spol. s r.o. a část věnující se obecně LED, pro něž jsou tyto luminofory určeny.

Komponenty vhodné pro sestavení aparatury pro měření světelného výstupu jsou popsány nejdříve všeobecně včetně alternativ. V experimentální části jsou pak detailně popsány konkrétní použité prvky použité v aparatuře.

Ověření spolehlivosti a opakovatelnosti sestavené aparatury bylo provedeno dle metodiky MSA v. 4 používané v průmyslové praxi.

## 1. LED

Elektroluminiscenční dioda (neboli LED – light emitting diode = světlo emitující dioda) je dioda, jejíž PN přechod při průchodu elektrického proudu v propustném směru vyzařuje nekoherentní světlo (od UV po IR).

Oproti žárovce a jiným zdrojům světla je výhodou LED velká účinnost přeměny elektrické energie na světlo (tzv. WPE – wall plug efficiency – dosahuje u některých typů přes 60 %). Pro některé aplikace pak může být výhodou úzké emisní spektrum či směrovost vyzařování.

### 1.1. Historie

První doložené pozorování elektroluminiscence je z roku 1907 od britského fyzika z Marconiho laboratoří H. J. Rounda – bodový kontakt hrotové elektrody a krystalu SiC (karbid křemíku) se zeleně rozsvítil.

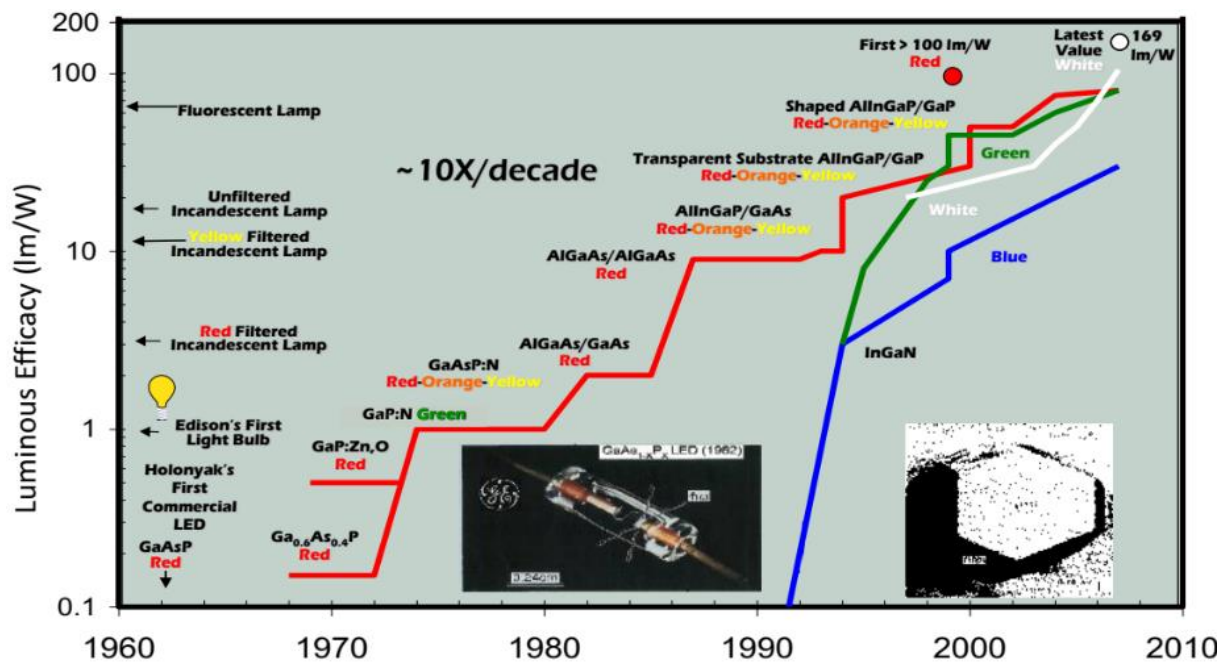
Nicméně za objevitele LED je považován ruský fyzik O. V. Losev, který publikoval několik prací ve dvacátých a třicátých letech – první LED sestavil v roce 1927. Bohužel jeho objevy nedošly k praktickému použití a Losev zahynul během obléhání Leningradu.

V práci s krystaly SiC pokračoval až Kurt Lehovec a spol. v roce 1951. V roce 1955 Rubin Brauenstein, G. A. Wolff a spol. z Radio Corporation of America (RCA) pracovali s polovodičovými slitinami GaAs, GaSb, InP a SiGe, které vyzařovaly v IR oblasti.

V roce 1957 pak Brauenstein sestavil první aparaturu, která pomocí IR diody a PbS fotodiody dokázala bezdrátově přenést zvuk.

První prakticky využitelnou LED, vyzařující na 900 nm, sestrojili a v roce 1962 si nechali patentovat J. R. Biard a Garry Pittman z Texas Instruments. Na podzim téhož roku se již rozběhla sériová výroba IR LED SNX-100 na bázi GaAs s výstupem na 890 nm. O rok později pak následovala SNX-110 s hemisférickým vyzařovacím povrchem a kvantovou účinností 2,5 %.

První LED vyzářující ve viditelné oblasti zkonstruoval Nick Holonyak Jr. z General Electric, tyto červené LED však byly velice drahé (až 200 \$). K většímu rozšíření došlo až po roce 1968, kdy firma Monsanto začala masovou výrobu červených LED na bázi GaAsP. Tyto LED sloužily hlavně jako indikátory, jejich světelný výstup na nic jiného nepostačoval. V sedmdesátých letech pak produkce firmy Fairchild Optoelectronics srazila ceny až na řád centů. [1]



Graf 1 Historický vývoj účinnosti různých barev LED [2]

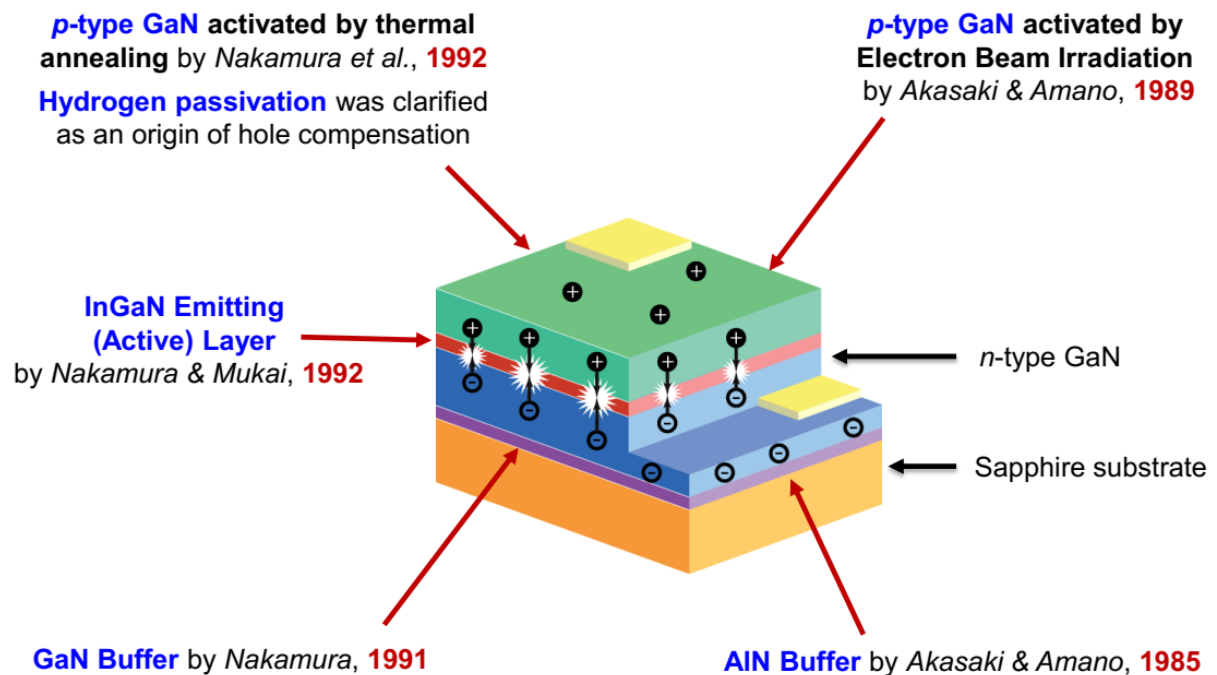
První modrou LED sestavil v roce 1972 H. P. Maruska, za použití polovodiče GaN na korundovém ( $Al_2O_3$ ) substrátu. První sériově vyráběná modrá LED ale byla k dispozici až v roce 1989 od firmy Cree na bázi SiC. Firma Cree stále SiC používá, u modrých LED nicméně už jen jako podklad pro růst GaN.

Revoluci však spustil až objev technologie umožňující růst GaN a InGaN na korundovém substrátu, za což byla v roce 2014 udělena Nobelova cena za fyziku. Objev byl učiněn japonskými vědci Isamem Akasakim, Hiroshi Amanem a inženýrem z firmy Nichia Shujim Nakamurou (viz Obr. 1 a Obr. 2). [3]



	Year	Researcher(s)	Achievement
GaN	1969	Maruska & Tietjen	GaN epitaxial layer by HVPE
	1973	Maruska <i>et al.</i>	1 <sup>st</sup> blue Mg-doped GaN MIS LED
	1983	Yoshida <i>et al.</i>	High quality GaN using AlN buffer by MBE
	1985	Akasaki & Amano <i>et al.</i>	<b>High quality GaN using AlN buffer by MOCVD</b>
	1989	Akasaki & Amano <i>et al.</i>	<b>p-type GaN using LEEBI</b> (p is too low to fabricate devices)
	1991	Nakamura	<b>Invention of Two-Flow MOCVD</b>
	1991	Moustakas	High quality GaN using GaN buffer by MBE
	1991	Nakamura	<b>High quality GaN using GaN buffer by MOCVD</b>
	1992	Nakamura <i>et al.</i>	<b>p-type GaN using thermal annealing, Discovery hydrogen passivation</b> (p is high enough for devices)
InGaN	1992	Nakamura <i>et al.</i>	<b>InGaN layers with RT Band to Band emission</b>
	1994	Nakamura <i>et al.</i>	<b>InGaN Double Heterostructure (DH) Bright Blue LED (1 Candela)</b>
	1995	Nakamura <i>et al.</i>	<b>InGaN DH Bright Green LED</b>
	1996	Nakamura <i>et al.</i>	<b>1<sup>st</sup> Pulsed Violet InGaN DH MQW LDs</b>
	1996	Nakamura <i>et al.</i>	1 <sup>st</sup> CW Violet InGaN DH MQW LDs
	1996	Nichia Corp.	Commercialization <b>White LED using InGaN DH blue LED</b>

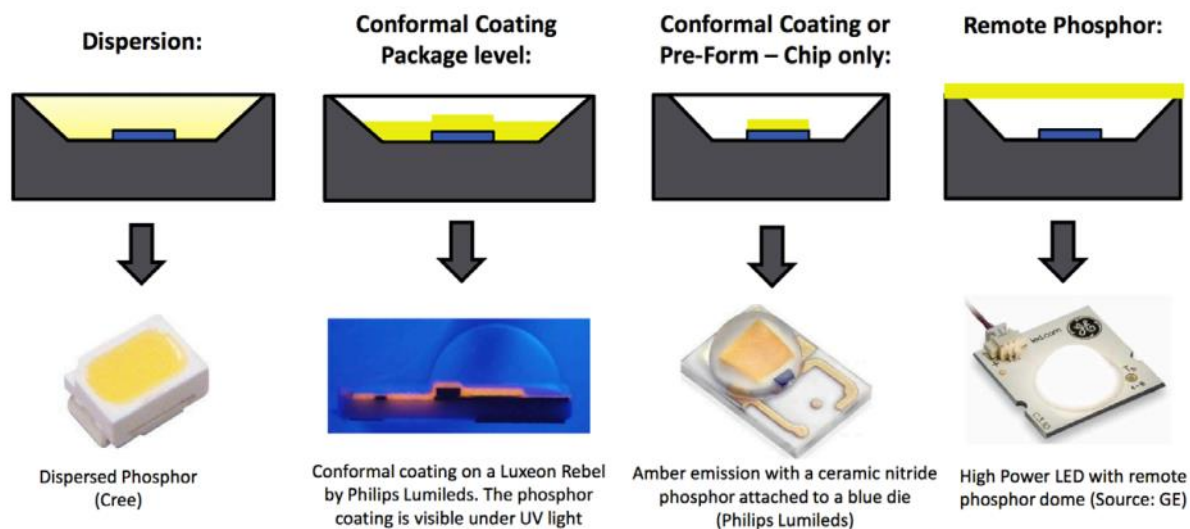
Obr. 1 Historie vývoje modré LED [3]



Obr. 2 Modrá LED [3]

Firma Nichia také jako první použila tzv. phosphor-converted LED – bílou LED s luminoforem. Na modrou LED je nanесena tenká vrstva světlokonvertujícího prášku – luminoforu, jenž převádí modré fotony na záření s nižší energií (tj. vyšší vlnovou délkou – např. zelenou, žlutou či červenou). Nichia vlastnila patent na využití YAG:Ce jako

luminoforu, který je ve výrobě bílých LED klíčový. Tento patent již vypršel, nicméně pro firmu Nichia přinesl obrovské zisky z licenčních poplatků.



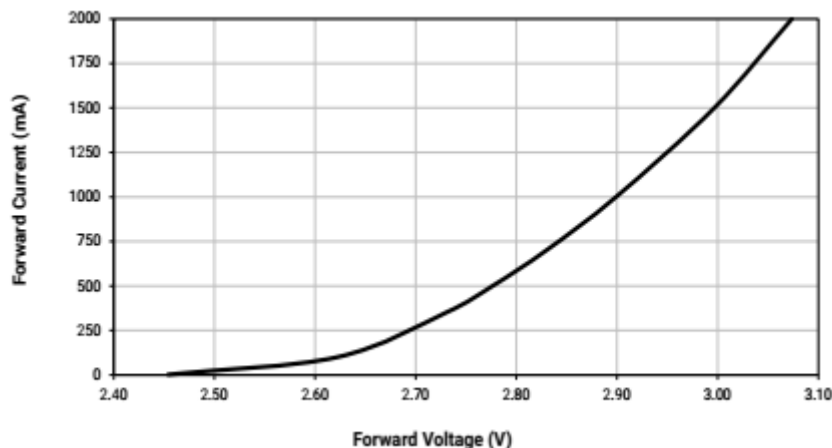
Obr. 3 Nejběžnější způsoby nanášení luminoforu na LED čip [4]

## 1.2. Fyzikální podstata

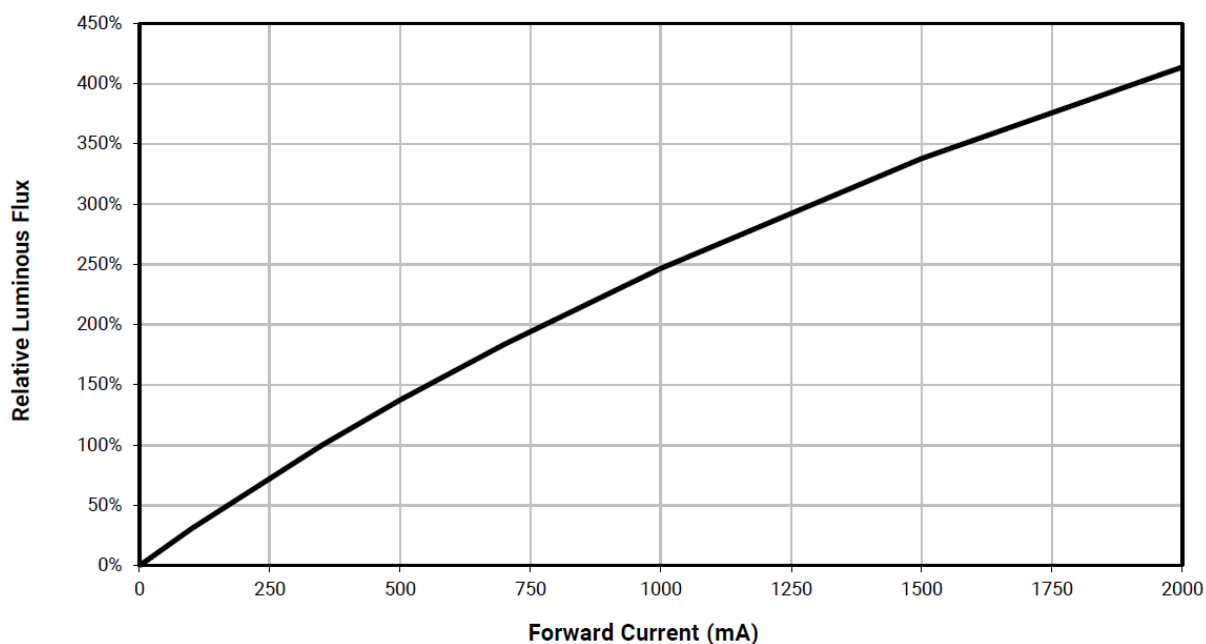
Elektrony z polovodiče typu N rekombinují s dírami z polovodiče typu P, uvolněná energie se přemění na fotony a teplo. Schéma modré LED je na Obr. 2. LED nejsou určeny pro provoz v závěrném směru, snadno může dojít k průrazu (a tím i zničení diody). Většina výrobců ve svých datasheetech na tuto problematiku upozorňuje [5].

LED bývají napájeny převážně proudovými zdroji. Kvůli teplotní závislosti voltampérové charakteristiky by se totiž snadno mohlo stát, že by se LED dostala při stejném napětí nad přípustnou hodnotu proudu [6]. Komerčně dostupné hotové zdroje dodávají stálý proud od 300 mA až po několik ampérů, ve formě velkých zdrojů pro vestavbu i venkovní použití až po malé SMD součástky.

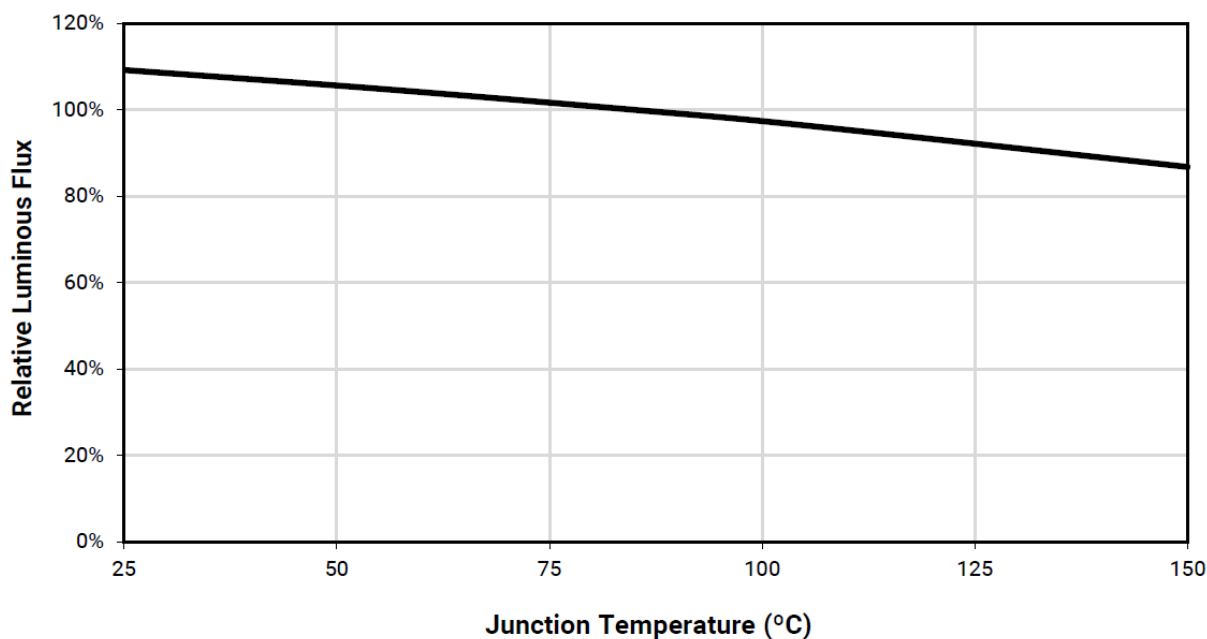
Důležité je LED chladit, protože s rostoucí teplotou klesá světelný výstup (Graf 4) a navíc může při překročení teploty cca 130 °C dojít ke zničení diody [5].



Graf 2 Voltampérová charakteristika LED Cree Xlamp XD16 při teplotě PN přechodu 85 °C [5]

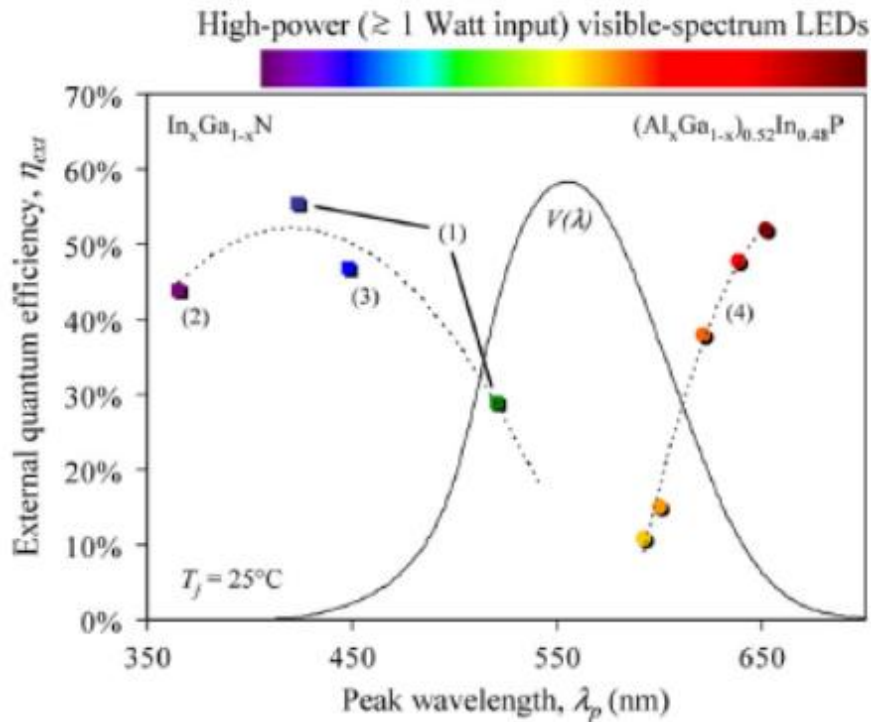


*Graf 3 Závislost světelného výstupu na proudu – pro koncové uživatele nejdůležitější graf v datasheetu Cree XLamp XD16 [5]*



*Graf 4 Závislost světelného výstupu na teplotě PN přechodu [5]*

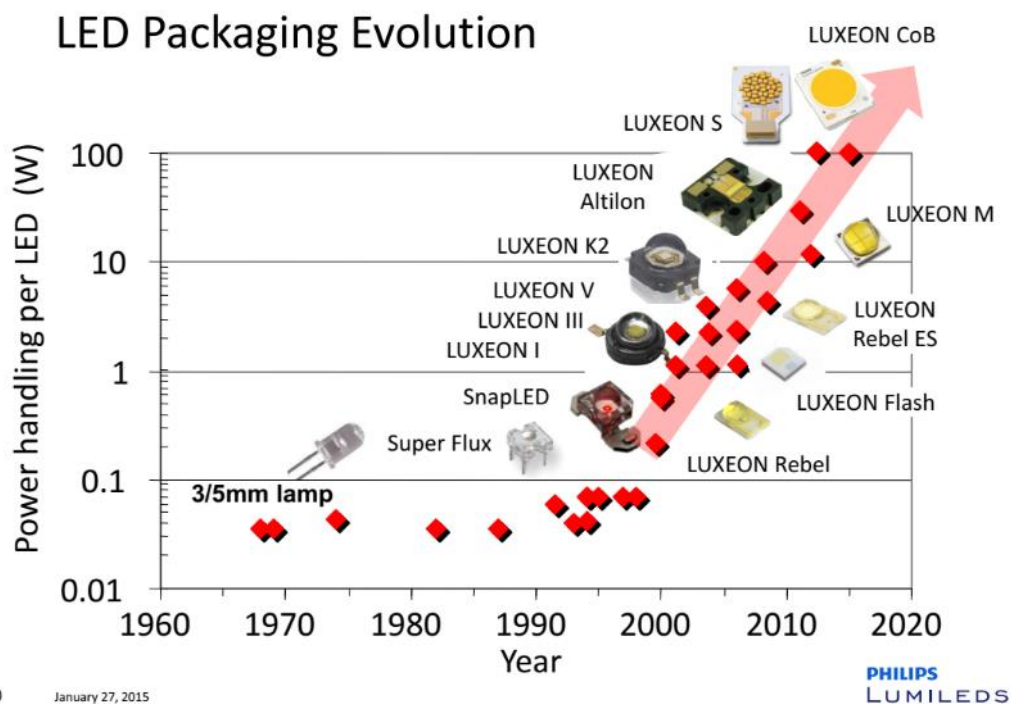
Polovodičové materiály dnes používané pro LED jde rozdělit na dvě skupiny – nitridy (GaN, InGaN, AlN, AlGaIn...) vyzařující od UV po zelenou a na arsenidy a fosfidy (GaAs, GaP...) vyzařující od žluté až do IR oblasti, viz Graf 5.



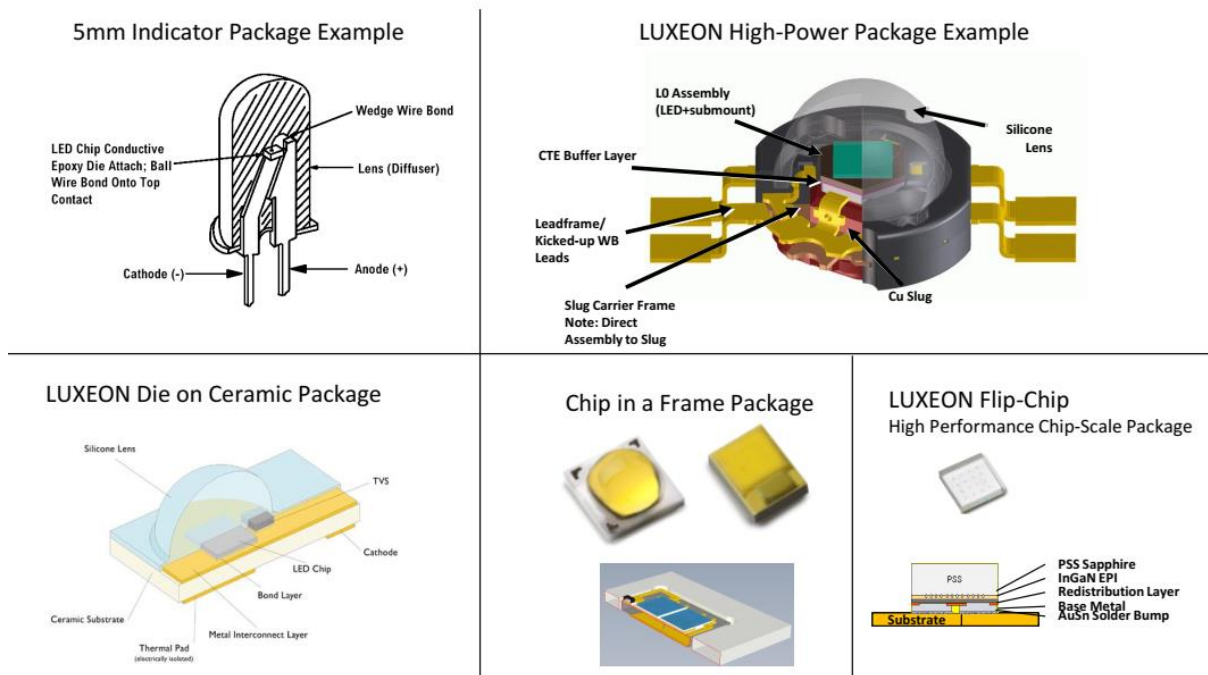
Graf 5 Účinnost různých barev LED a tzv. "green gap" – absence účinného polovodiče pro zelenou oblast. (1), (2) a (3) InGaN, (4) AlGaInP,  $V(\lambda)$  je křivka citlivosti oka dle CIE [7]

### 1.3. Druhy LED

LED jsou dnes dostupné v několika různých formách, které se liší nejen svým vzhledem (viz Graf 6 a Obr. 4). Nároky na kontrolku nebo LED do projektoru se velmi liší – kontrolka (nejčastěji DIP nebo SMD) má proti projektorové LED mnohem nižší výkon, nemusí se tak příliš zabývat odvodem tepla z čipu.



Graf 6 Vývoj forem LED od DIP po CoB [8]



Obr. 4 Různé formy LED [2]

### 1.3.1. DIP (Dual/Direct In-line Package)

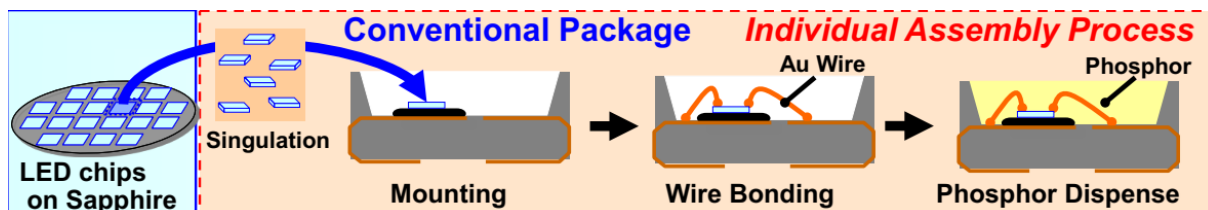
Nejpoužívanější typ pro nízko výkonné LED, určený hlavně pro indikátory a nesložité (a mechanicky větší) aplikace. Čip je přilepený vodivou pastou ke kontaktu, druhý kontakt je drátkový (tzv. wire-bond), vše je zalito v plastovém pouzdře. Určeno pro tzv. through-hole na PCB.

Výhodou je přítomnost čočky – LED může mít velmi úzký vyzařovací úhel i pod  $10^\circ$ . Pouzdro také chrání LED před vlivy počasí, proto se tyto LED často používají v outdoorových aplikacích (semafony, poziční světla). Nevýhodou je velmi nízký výkon, špatný odvod tepla a jejich velikost. [6]

Někdy se pro dražší LED používají i transistorová pouzdra.

### 1.3.2. SMD LED

Tělo SMD LED (tzv. leadframe) je vyrobeno z plastu. Čip je zalitý větším množstvím silikonu s rozmíchaným luminoforem, čipy se pájí přímo na PCB. Výhodou tohoto typu diod je nízká výrobní cena a velký vyzařovací úhel, nevýhodou je nízký výkon a špatný odvod tepla. [6]



Obr. 5 Proces výroby mid-power SMD LED [8]

Tento typ čipů se používá nejčastěji na LED páscích a v levných žárovkách, trubicích a svítidlech s vyšším počtem LED čipů.

### 1.3.3. COB (Chip-on-board)

Typ velmi blízký SMD, obsahuje ale více čipů na jednom podložním substrátu, nejčastěji keramickém nebo kovovém. Zvenku se tváří jako jedna dioda, nicméně parametry záleží na vnitřním zapojení (paralelní x sériové x sérioparalelní).

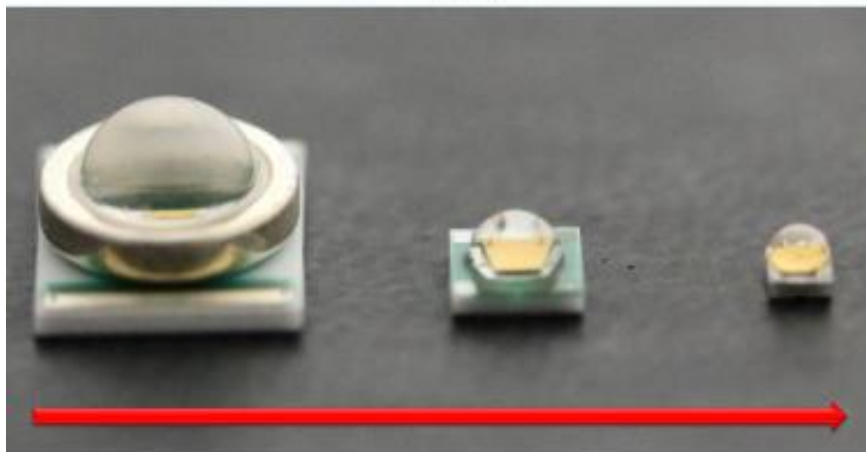
Vhodné pro aplikace vyžadující velký výkon – reflektory, bodová světla.

### 1.3.4. High power

Proud může být až 1 A, proto jsou tyto LED často na keramickém nebo kovovém substrátu. Nejčastěji jsou používány ve svítelnách, bodových světlech a předních světlometech v automobilech. Luminofor je nanesen v tenké vrstvě na čipu, často je LED osazena i silikonovou čočkou.

Vzhledem k velkému výkonu musí být LED opatřena chladičem, osazuje se na MCPCB (tištěný spoj s hliníkovým nebo měděným jádrem). Speciální moduly pro světlometry a projektory se dodávají přímo na měděné desce pro lepší odvod tepla.

### Different Die and Package, Same Performance



**96% Reduction in Size (volume)**

*Obr. 6 High power LED od CREE – časové rozmezí cca 10 let [9]*

### 1.3.5. CSP (Chip Scale Package)

Jde o nejnovější způsob výroby, který s velkou pravděpodobností nahradí ostatní. Jedná se o výrobu na úrovni waferu, tak aby se pokud možno co nejvíce snížilo množství operací a materiálu nutných k výrobě LED. V současnosti jsou CSP LED bez silikonové čočky,

Výrobci kvůli horší manipulaci s takovými čipy dodávají převážně hotové desky s již osazenými LED. Hlavní výhodou CSP LED je snížení ceny v důsledku snížení celkového počtu výrobních kroků.

## 1.4. Výroba

Modré LED se nejčastěji vyrábí metodou MOCVD (metalorganic chemical vapour deposition), či jinak MOVPE (metalorganic vapour phase epitaxy). Do chemického reaktoru se přivádějí plyny metalorganických sloučenin, které se pyrolýzou rozkládají na waferu. Polovodič zůstane, vytvoří tenkou, často monokrystalickou, vrstvu a organický plyn (nejčastěji metan) je odváděn pryč. Obrázek tohoto zařízení – konkrétně firmy Lumileds můžete vidět na Obr. 7. [10]

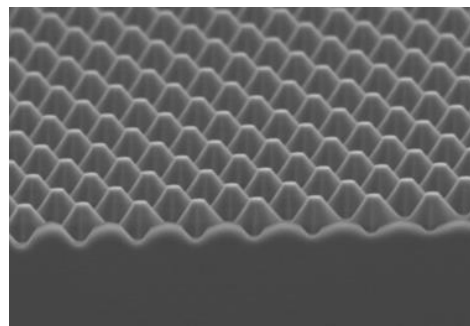


Obr. 7 Depozice polovodičové vrstvy (Lumileds) [11]

V reaktoru se vytvoří několik vrstev GaN na substrátu – nejčastěji korundovém waferu, nicméně např. Cree používá jako substrátu SiC, Plessey křemík a Sora a přímo GaN (výhody a nevýhody pak v Obr. 8). Podložní wafer musí být bez defektů, s dokonalou rovinností. Kvůli lepšímu vyvazování světla z polovodiče je substrát ještě texturován (kužely nebo jehlany, Obr. 9).

Substrate	Advantages	Disadvantages
Sapphire	Globally dominant, Relatively low cost	Difficult to scale size
SiC	Lattice match closer than sapphire, Unique device structures possible	Not widely available at low cost
GaN	Lattice matched, Reduced droop	Cost, large diameters not available
Silicon	Takes advantage of low-cost semiconductor manufacturing infrastructure	Epi growth difficult to master

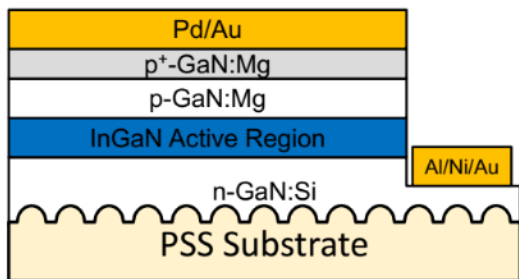
Obr. 8 Substráty pro výrobu LED [8]



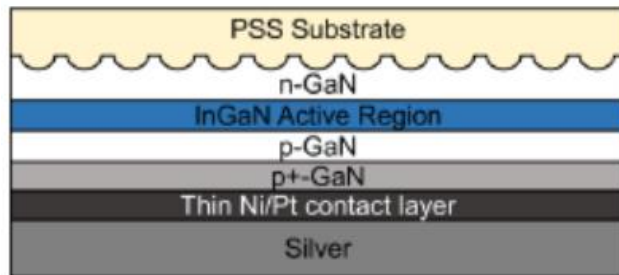
Obr. 9 Texturovaný povrch safirového waferu pro výrobu LED [11]

Kvůli rozdílným mřížkovým konstantám GaN a korundu se na wafer nanáší ještě tzv. buffer – nejčastěji AlN. [3]

Jako první se nanáší vrstva typu N – GaN dopovaný křemíkem (GaN:Si), pak následuje vrstva InGaN, kde dochází k rekombinaci a vrstva typu P – GaN dopovaný hořčíkem (GaN:Mg), viz Obr. 10 a Obr. 11. [3]



Obr. 10 Klasická LED, PSS = patterned sapphire substrate (korundový texturovaný substrát) [3]



Obr. 11 Flip-chip architektura [3]

Následuje napařování kontaktních vrstev – zlato, hliník, nikl, platina (Obr. 13). Případně se ještě odleptávají části čipu pro nakontaktování spodní polovodičové vrstvy. U architektury flip-chip se někdy odstraňuje i původně podložní korundový wafer. [12]



Obr. 12 Zjednodušené schema výroby LED (Cree) [13]



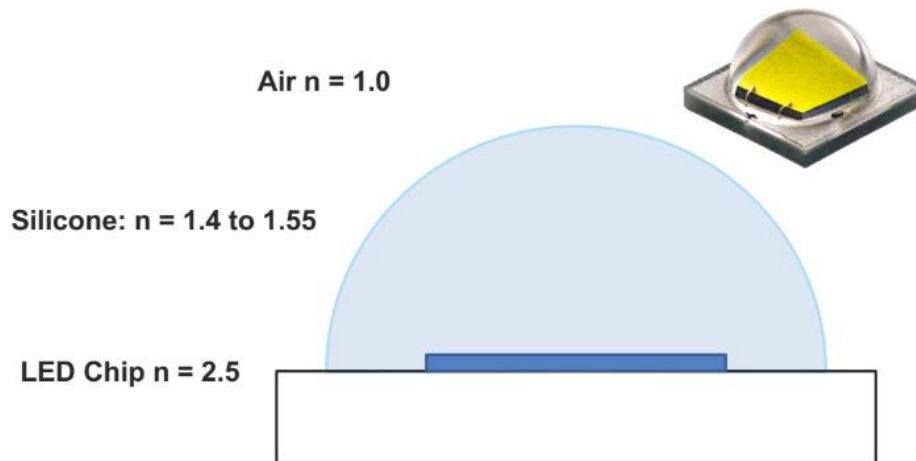
Obr. 13 Wafery po napařování tenkých vrstev – budoucích zlatých kontaktů [13]

Opracovaný wafer je rozřezán na jednotlivé čipy, které se lepí nebo pájí na desku či substrát. Následuje případně bodování zlatých drátků na kontakty – toto u flip-chip LED odpadá, kontakty jsou zespodu. [12]

Poté je nanesen luminofor, případně silikonová čočka. V dalším kroku probíhá testování a tzv. binning (určení výkonu a barevných parametrů čipu, dle toho je pak zařazen do určité skupiny – tzv. binu). [6]

Silikonová čočka je důležitá kromě tvarování světelného svazku i pro vyvážení světla z čipu. Polovodiče mají zpravidla vysoký index lomu (až  $n = 3$ ) a totální odraz pak limituje množství světla vyvážaného ven z diody (viz Obr. 14). [14]





Obr. 14 Schéma LED – indexy lomu [14]

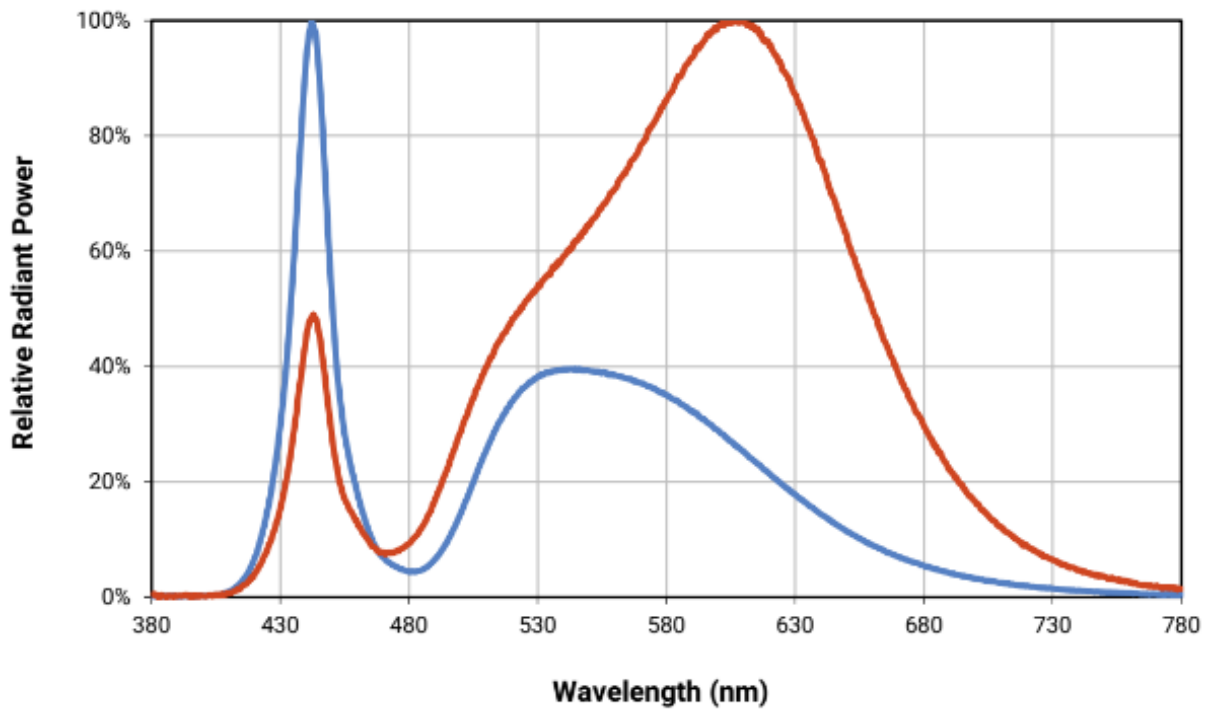
## 1.5. Využití

### 1.5.1. Osvětlení

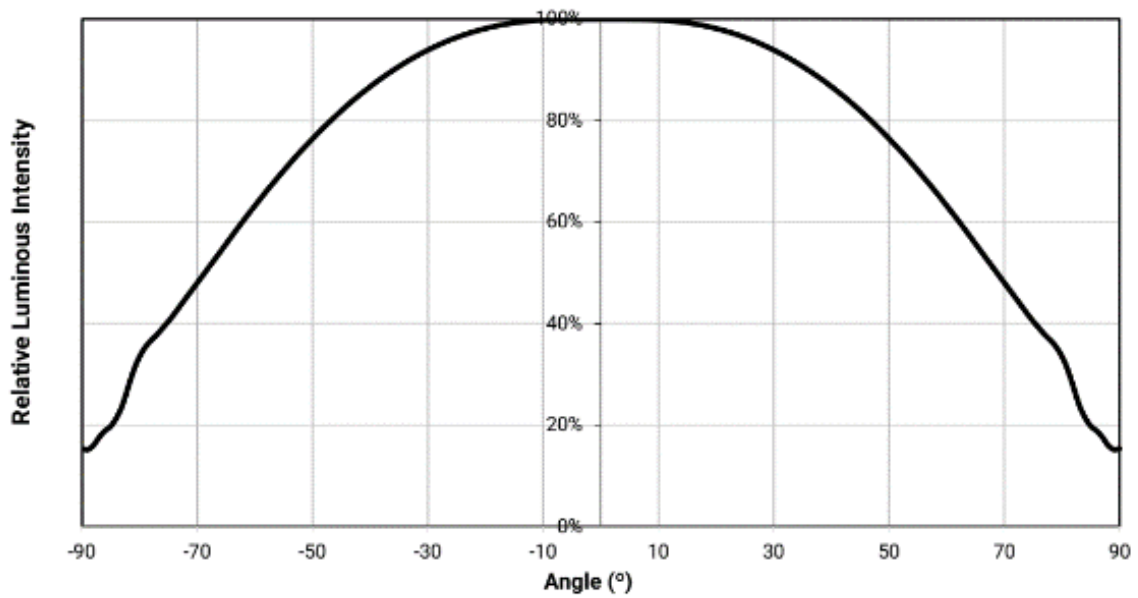
Dnes je největší oblast využití LED v osvětlovací technice, v anglické literatuře se často používá termín SSL (solid state lighting). Po dvaceti letech od prvních bílých LED se SSL stalo nejefektivnějším zdrojem světla. Od malých svítilen po velká světla na stadionech, od ledniček po automobily, LED dnes najdeme všude.

Nejdůležitější neelektrické parametry bílých LED jsou tyto [6]:

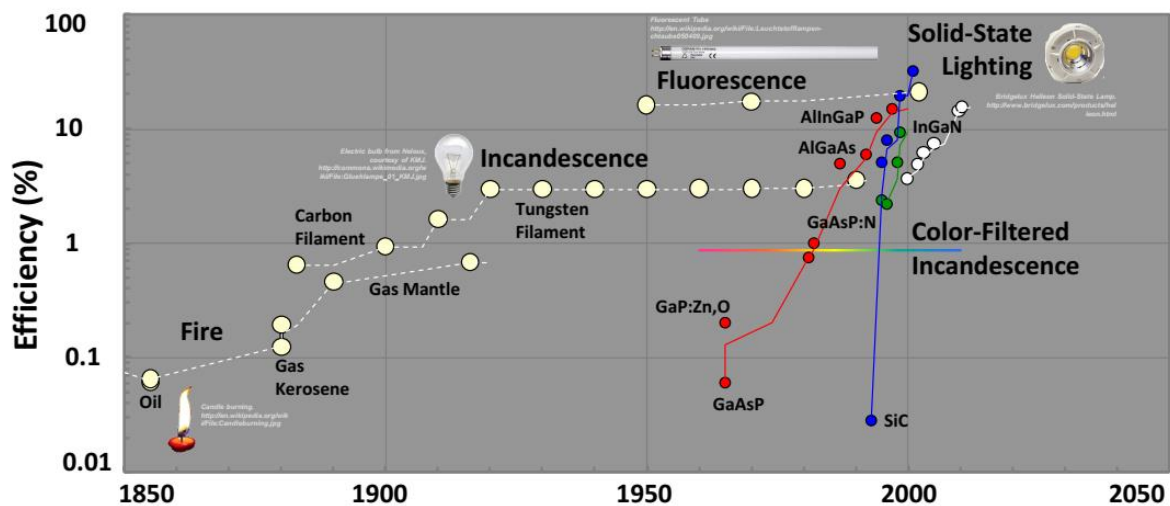
- Světelný výstup v lumenech – výkon LED přepočítaný na citlivost oka (maximální citlivost je na 555 nm)
- Korelovaná barevná teplota (CCT) v kelvinech – teplota černého tělesa, jehož barevné souřadnice jsou dané LED nejbližší
- Barevné podání CRI (někdy Ra) – od 0 do 100 (100 = nejvěrnější). Nově se prosazuje stupnice TM-30, jež je pro LED vhodnější (parametry Rf a Rg – barevná věrnost a barevný gamut)
- Emisní spektrum (Graf 7)
- Vyzařovací úhel (úhel, ve kterém je vyzařeno 50 % energie, FWHM, Graf 8)



Graf 7 Emisní spektra Cree Xlamp XD16, modře LED s CCT 6 500 K a nízkým CRI 67, červeně pak CCT 3000 K a CRI 80 [5]



Graf 8 Úhlová vyzařovací charakteristika Cree Xlamp XD16 [5]



Graf 9 Historický přehled osvětlovacích zdrojů [2]

### 1.5.2. Telekomunikace

Již první LED koncem padesátých let byly testovány pro bezdrátový přenos informací. K ničemu jinému kvůli své vlnové délce a nízkému výkonu využít nešly. Jejich roli ale postupně převzaly lasery, které mají užší emisní spektra, vyšší jas a hlavně kolimovaný svazek. [14]

Nejnámější použití IR LED je v dálkovém ovládání.

Novou metodou pro přenos dat se zdá být Li-Fi (variace na zkratku bezdrátového přenosu dat Wi-Fi), kde pomocí modulování intenzity lampy lze v rámci místnosti přenášet data. Oproti Wi-Fi je výhodou větší šířka pásma, vyšší dosažitelné rychlosti a větší odolnost proti rušení.

### 1.5.3. Kontrolky

Jedno z nejstarších je využití LED jako kontrolky, nejčastěji ve formě klasických plastových 5 či 3mm diod, nebo pro SMD osazování ve formě mid-power LED.

### 1.5.4. Displeje

V současnosti se LED v zobrazování nejvíce používá v podsvětlování, kde nahradily CCFL trubice. Buď přes bočně nasvícené deskové světlovody (monitory, televize, mobily) nebo přímo za LCD.

U velkých displejů (stadiony, velké reklamní displeje) se používají LED přímo. Již se však začínají objevovat i menší displeje, které využívají miniaturizované LED. Vzhledem k tomu, že každá barva vyžaduje jiný polovodič, je na této technologii nejtěžší transfer a sesazování jednotlivých LED do celků.

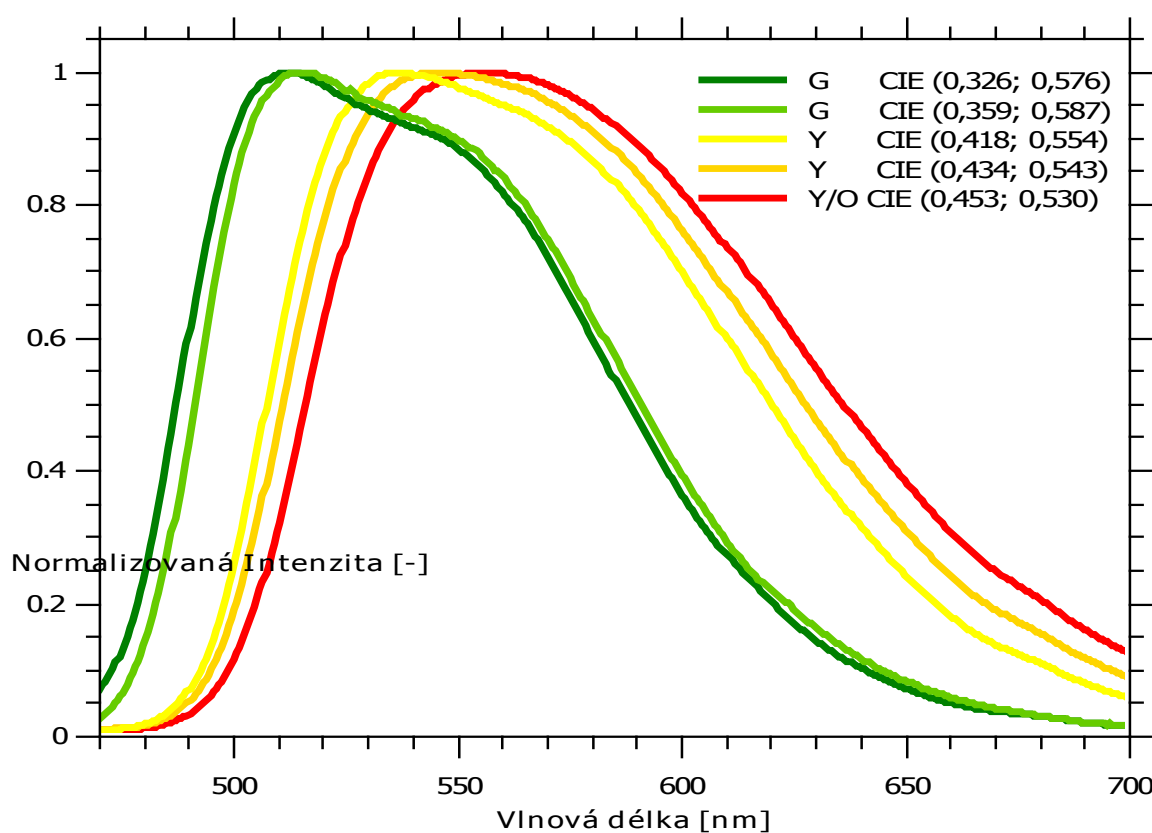
## 2. Proces výroby waferů pro PC W-LED ve firmě Crytur

Jak již bylo řečeno, drtivá většina dostupných bílých LED se v dnešní době skládá z polovodičového LED čipu na bázi GaN s emisí v modré oblasti (tzv. royal blue – oblast

viditelného spektra kolem 445 nm) a luminoforu (v cizí literatuře někdy tzv. fosforu), který konvertuje modré záření na žluté, zelené a červené.

Nejrozšířenějším (a také nejúčinnějším) luminoforem je YAG:Ce – yttritohlinitý granát dopovaný cerem. Kvantová účinnost luminiscence je skoro 100 %, tj. skoro každý modrý foton je přeměněn a vyzářen v jiné podobě. Energetická účinnost je však nižší, neboť emitované fotony mají nižší energii než původní modré – tato ztráta se nazývá Stokesův posuv. [12]

Emisní spektrum luminoforu na bázi YAG:Ce lze měnit kodopací dalšími prvky – zejména galiem, gadoliniem a luteciem, které nahrazují atomy v základní mřížce a ovlivňují tak velikost mřížkové konstanty a tím i energetické hladiny.



Graf 10 Emisní spektra luminoforů vyráběných firmou Crytur, žlutě – YAG:Ce, zeleně – kodopace luteciem (LuYAG:Ce), oranžově a červeně – kodopace gadoliniem (YGdAG:Ce)

Luminofor je nejčastěji na LED ve formě prášku, u některých vysokovýkonných LED pak ve formě destičky z keramiky, sklokeramiky (tzv. PiG – phosphor in glass) nebo, jako je tomu ve firmě Crytur, ve formě monokrystalu.

Informace uvedené v této části vycházejí z interních dokumentů a dat firmy Crytur, není-li uvedeno jinak.

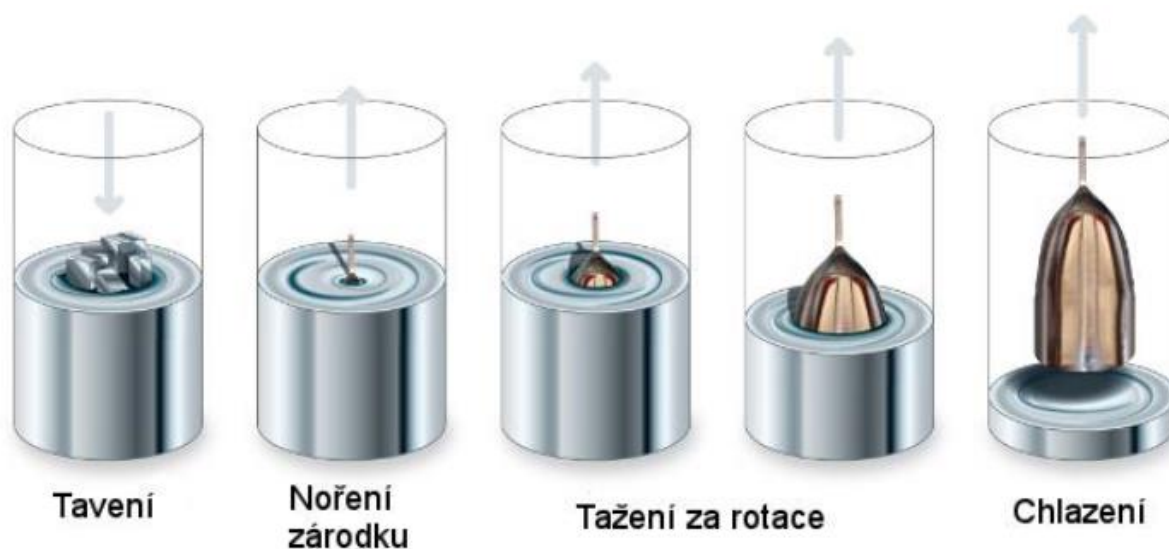
## 2.1. Pěstování monokrystalů

V současné době pěstuje krystaly pro výrobu luminoforů pouze Crytur a japonská společnost KOHA, několik dalších společností a výzkumných ústavů se zatím nedostalo až ke komercializaci.

Nejčastěji používaná metoda pro yttritohlinité granáty je Czochralského metoda. Crytur pak pro velké krystaly používá vlastní patentovanou modifikaci Czochralského metody – CRIG.

V prvním kroku jsou suroviny – prášky o chemické čistotě 99,999 % - smíchány a slisovány při vysokém tlaku a vysoké teplotě, tak aby došlo k jejich vzájemné reakci. Tento proces se nazývá sintrace, kdy kromě zreagování surovin jde i o zmenšení objemu, tak aby po roztavení nedošlo k velké změně objemu.

Takto připravený sintrát je vložen do kelímku z těžko tavitelného kovu (obvykle platina, iridium, molybden či wolfram) a je buď pomocí odporového či indukčního ohřevu přiveden na teplotu tání (YAG:Ce má teplotu tání 1970°C). Po roztavení je do taveniny, která má teplotu těsně nad bodem tání, vložen zárodek – tyčka z monokrystalu s odpovídající krystalografickou orientací. Zárodek je pak pomalu vytahován, navíc ještě pomalu rotuje, viz Obr. 15.



Obr. 15 Schéma pěstování monokrystalů Czochralského metodou

Růst krystalu je velmi pomalý, může trvat i několik týdnů, navíc nájezd na teplotu tání i chlazení musí být velmi pozvolné, aby nedošlo k poškození krystalu a kelímku.

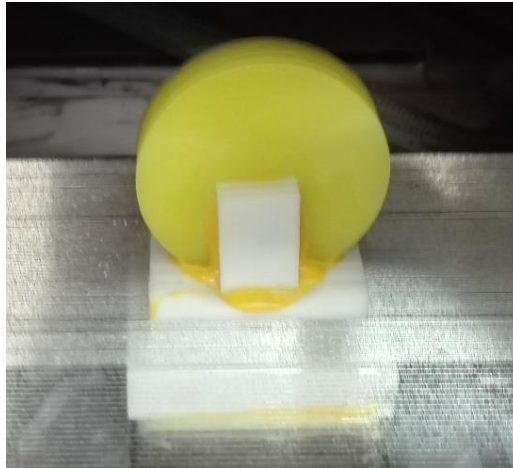
## 2.2. Řezání krystalu na wafery

Po vypěstování proběhne vyhodnocení krystalu (složení, pnutí, praskliny, obsah bublin a jiných defektů). Pokud je vše v pořádku, je pomocí drátové pily (více viz níže) odříznuta vrchní a spodní část (tzv. kužel). Dále je krystal zkulacen na požadovaný průměr a odbroušena jedna část – tzv. faseta. Faseta se hodí pro další opracování, ale také pro orientaci při vyhodnocování.

Dále následuje řezání na multidrátové pile. I když jméno napovídá jinak, je při řezání použit jen jeden drát, který je pomocí vodicích válců natažen s přesně vymezenou roztečí.

K řezání se používá ocelový drát posázený diamantovými zrny, často ještě poniklovaný. K jednomu řezu se použije řádově několik kilometrů drátu.

Krystal je natmelen fasetou na podložku, v případě potřeby se přidávají příložky ze speciálního plastu tak, aby v průběhu řezání nedošlo k předčasnému oddělení waferů od podložky – viz Obr. 16.



*Obr. 16 Čerstvě rozřezaný krystal v multidrátové pile*

### 2.3. Čištění waferů

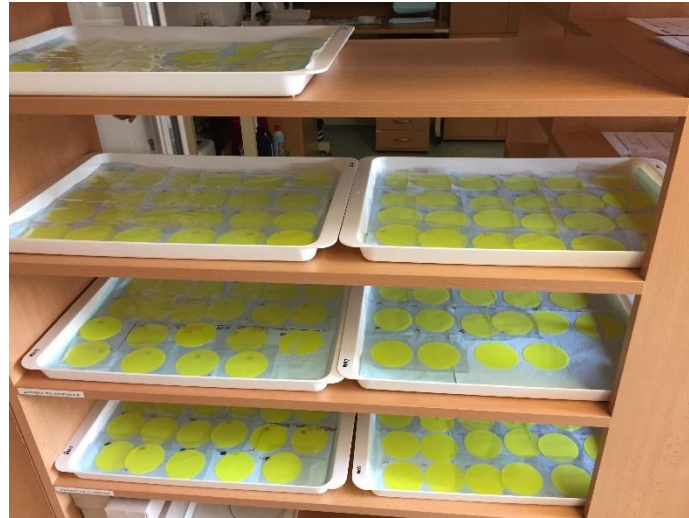
Wafery jsou po řezu opatrně odděleny od podložky. Poté následuje čištění – povrch waferů je pokryt zbytky chladicí kapaliny, brusiva a krystalu. Wafery jsou umístěny do speciálního držáku a ponořeny do čisticí ultrazvukové lázně s detergentem. Wafery jsou po očištění osušeny



*Obr. 17 Wafery v ultrazvukové čisticí lázni*

## 2.4. Charakterizace waferů

Po čištění následuje optická inspekce celistvosti kvůli využitelnosti pro další výrobu a také kvůli zpětné vazbě pro případné úpravy parametrů řezu.

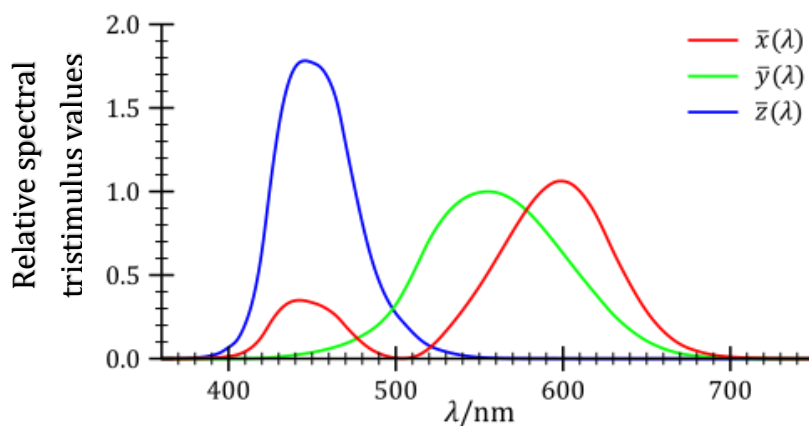


Obr. 18 Wafery po optické kontrole

Následuje měření tloušťky – důležité jsou kromě samotné tloušťky i další parametry, např. TTV (total thickness variation – celková odchylka tloušťky) a bow – prohnutí.

Měření optických vlastností se provádí pomocí CCD spektrometru. Wafer (nebo jen jeho část) je osvětlen excitační modrou LED. Vzniklé světlo je zachyceno detektorem – buď integrační koulí, nebo kosinovým korektorem – a přeneseno optickým vláknem do CCD spektrometru, který zaznamená spektrální rozložení.

Naměřené spektrum je dále vyhodnocováno. Může být vyhodnocena absolutní intenzita jednotlivých složek, nebo se vypočítají barevné souřadnice, nebo se hledá např. vlnová délka maxima.



Graf 11 Funkce  $\bar{x}$ ,  $\bar{y}$  a  $\bar{z}$  definované pro výpočet barevných souřadnic [6]

Nejčastěji používaným prostorem barevných souřadnic je CIE 1931, který byl sice již dávno překonán, ale setrvačnost v LED průmyslu je velká. K výpočtu se využívají funkce odvozené od citlivosti jednotlivých světločivných buněk lidského oka – čípků. Tyto funkce se od reálné spektrální citlivosti čípků liší, neboť jejich rozložení se v oku mění. Pro zjednodušení byly definovány funkce  $\bar{x}$ ,  $\bar{y}$  a  $\bar{z}$ . (Graf 11). [6]

Pomocí těchto funkcí a naměřeného spektra tedy spočítáme parametry X, Y a Z, které můžeme dále převést na x a y – a tyto pak zobrazit v barevném diagramu (viz Graf 12).

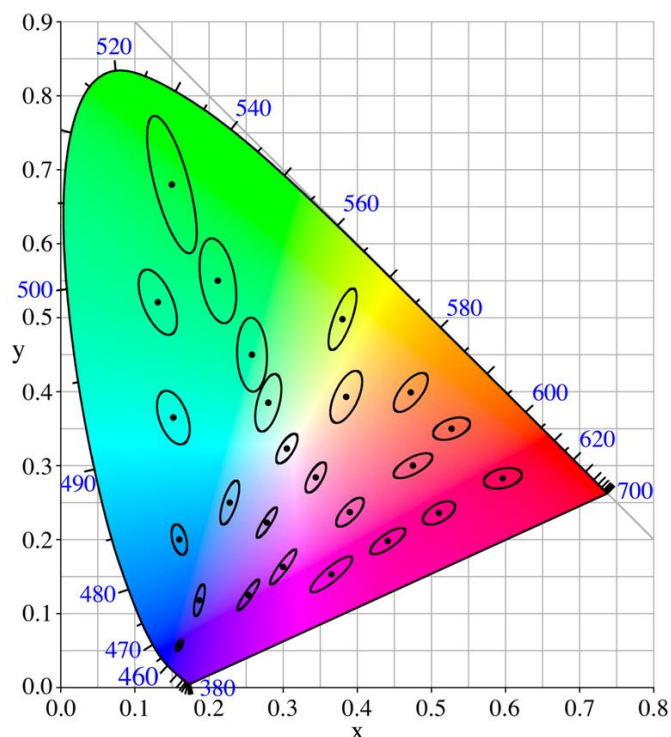
#### 2.4.1. Binning

Vzhledem k tomu, že každý wafer se může lišit obsahem dopantu nebo kodopantu – ať již kvůli počáteční vsázce nebo kvůli rozdělovacímu koeficientu, je nutné všechny wafery rozřadit do skupin. V LED průmyslu se používají tzv. biny – barevné souřadnice emisního spektra LED z daného binu se nacházejí v přesně vymezené oblasti barevného prostoru. Toto je důležité pro výrobce svítidel, kteří pak mohou dosahovat lepší homogenity světla.

Lidské oko totiž dokáže rozeznat i malé rozdíly v barvě světla. Pokud by pak LED „žárovky“ jedné řady obsahovaly LED z různých binů, nepůsobilo by pak třeba osvětlení delších chodeb příliš esteticky (viz Obr. 19). Světlo, jež nedokáže lidské oko od sebe odlišit, se nachází v tzv. MacAdamově elipse. [6]



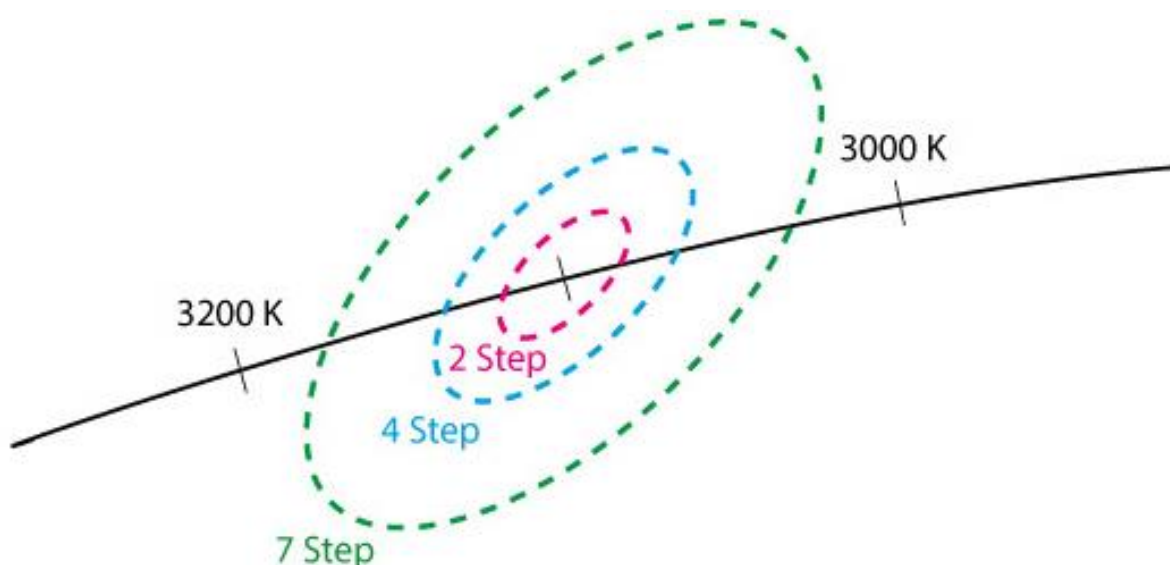
Obr. 19 Špatně vybrané LED při výrobě svítidel mohou způsobit i takovéto barevné rozdíly [15]



Graf 12 MacAdamovy elipsy v barevném prostoru CIE 1931, 10x zvětšeny [6]

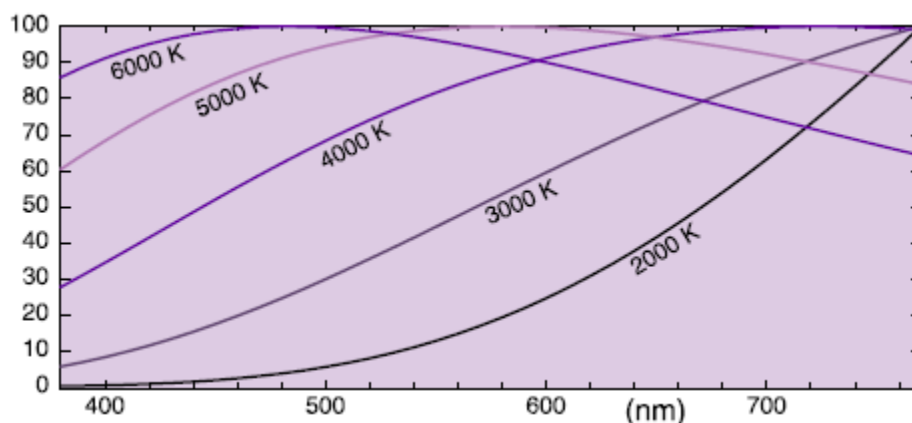


Kosodélníkové biny proto opisují právě tyto MacAdamovy elipsy (Graf 12). Toto rozřazování je náročné, proto se používají větší oblasti – násobky MacAdamových elips – viz Obr. 20.



Obr. 20 Násobky MacAdamovy elipsy v barevném prostoru CIE 1931 pro barevnou teplotu 3100 K [6]

Pro svítidla se obvykle neuvádějí CIE souřadnice, ale barevná teplota (CCT). Jde o teplotu černého tělesa, jehož barevným souřadnicím se barevné souřadnice daného svítidla nebo LED nejvíce blíží. Spektra černého tělesa s nejběžnějšími teplotami jsou v Graf 13.



Graf 13 Spektra černých těles ve viditelné oblasti [16]

## 2.5. Broušení a leštění

Pokud by byly luminofory „příliš žluté“ – tj. obsah dopantu (u YAG:Ce ceru) by byl příliš velký, je nutné wafer ztenčit tak, aby vyhovoval požadavkům zákazníka.

V polovodičovém průmyslu se k tomu používají tzv. lapovací stroje (Obr. 21). Wafery se nalepí na podložku (tzv. tmelku, Obr. 22) pomocí tmelu či teplo- nebo UV-citlivých folií, případně jsou na brusném kotouči uchyceny pomocí šablony.



Obr. 21 Broušící a leštící stroje firmy Lumileds [17]



Obr. 22 Wafery připravené na broušení na tmelce

Po zbroušení na požadovanou tloušťku je tmelka nahřata/osvícena UV, folie díky tomu ztratí přilnavost a wafery je možné dále zpracovávat. Opět následuje čištění a charakterizace (měření tloušťky a barevných souřadnic).

## 2.6. Řezání waferu (dicing)

Vyčištěný wafer, který splňuje požadavky pro danou aplikaci, je pak připraven pro poslední výrobní operaci – dicing. Wafer je rozřezán na jednotlivé luminofory. Vzniklé destičky mají často navíc i výřezy. Tyto výřezy jsou kvůli kontaktům – některé LED mají kontakty na vrchní straně, ke kterým je nutné připájet tenký napájecí drát pomocí tzv. bondingu.

Velikost luminoforu je nejčastěji 1x1 mm, nicméně je možné připravit i menší či naopak mnohem větší. Výřezy jsou často velmi malé – nejčastěji 50x50  $\mu\text{m}$ . Nejvhodnějším nástrojem pro takto přesné řezání je pulzní vláknový laser.

Obrábění laserem je však pomalé (a tím pádem i drahé), proto se dělení na jednotlivé luminofory, tzv. dicing, provádí diamantovými pilami (Obr. 23). Tyto pily jsou určeny speciálně pro polovodičový průmysl, mají malý prořez a vysokou přesnost.

Kvůli manipulaci se wafery před dicingem lepí na nosnou folii, která je napnuta ve speciálním rámečku (Obr. 24).



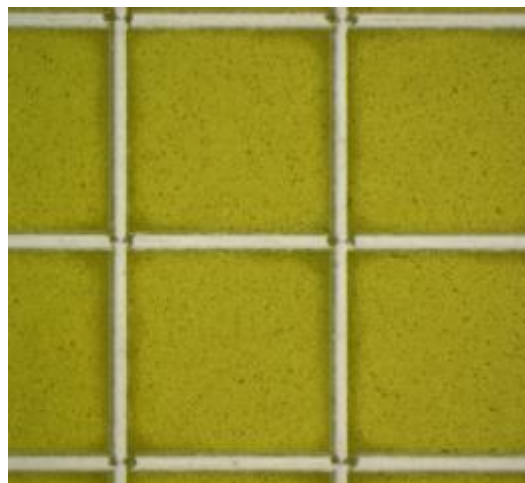
*Obr. 23 Diamantová pila pro dicing*



*Obr. 24 Rozřezaný wafer nalepený na folii ve speciálním rámečku*

## 2.7. Výstupní kontrola

Před odesláním je ještě nutné zkontrolovat velikost a tvar jednotlivých luminoforů. Zejména na krajích se vyskytují luminofory, které kvůli umístění na úplném kraji nejsou celé. Tyto defektní kousky je nutné detekovat a označit.



*Obr. 25 Snímek jednotlivých luminoforů z optického mikroskopu*

Také je třeba provést finální binning, aby zákazník mohl správně spárovat jednotlivé luminofory s daným binem modré LED, případně některé kusy nepoužít. Také je potřeba spočítat množství jednotlivých luminoforů.

V polovodičovém průmyslu se někdy používá i přeskládání jednotlivých dílů pomocí pick-and-place manipulátoru. Každý bin je umístěn na zvláštní nosič, který tak může obsahovat čipy i z více waferů. Defektní čipy se nepřenáší.

### 3. Přehled přístrojů používaných pro měření vlastností LED

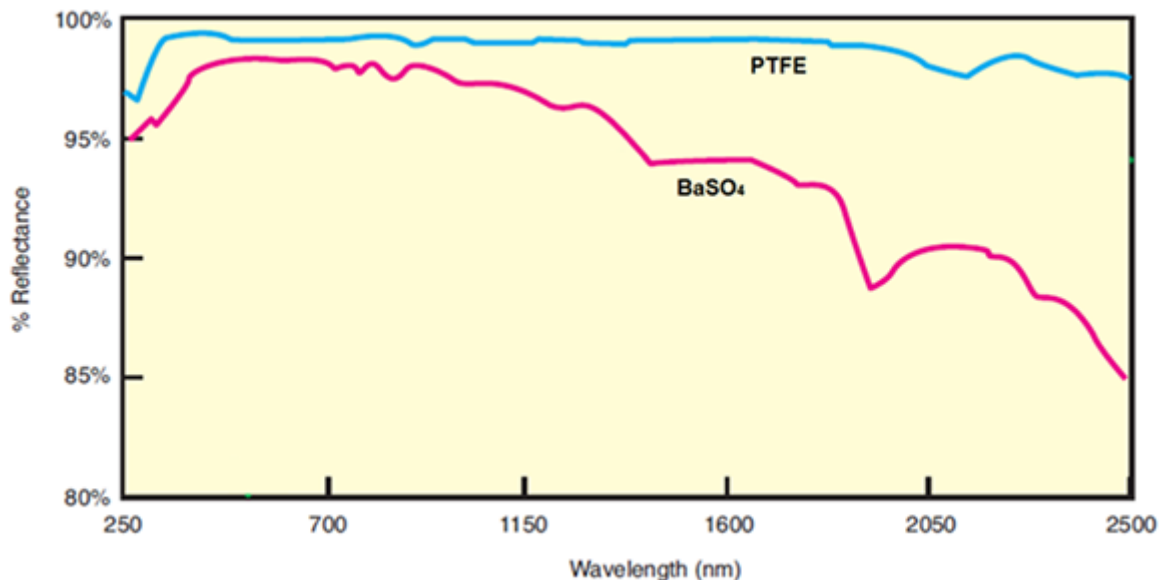
#### 3.1. Integrační koule

Integrační, v německy mluvících oblastech někdy také označována jako Ulbrichtova, koule slouží pro homogenizaci světla, které chceme analyzovat pomocí spektrometru. Patří mezi základní vybavení pro měření světelných parametrů. Integrační koule zachovává energii, ale eliminuje informace o směru vstupujícího světla. Vstupující světlo se několikanásobnými odrazy na vnitřním vysoce odrazivém matném povrchu difúzně rozptýlí, proto je intenzita osvětlení na celém povrchu stejná. A jelikož je známý celkový vnitřní povrch a povrch výstupního portu (nebo plocha fotodiody či průměr optického vlákna), lze snadno dopočítat tzv. indukovanou intenzitu záření  $E_{ind}$  dopadající do integrační koule:

$$E_{ind} = \frac{\Phi}{4\pi R^2} * \frac{\rho}{1-\rho} = \frac{\Phi}{4\pi R^2} * M(\rho) \quad (1)[6]$$

Kde  $\Phi$  je celkový světelný tok,  $R$  je vnitřní průměr integrační koule a  $\rho$  je odrazivost povrchu,  $M(\rho)$  je odvozený koeficient prostupnosti. Je vidět, že nezáleží na orientaci koule, ale pouze na její velikosti a vlastnostech odrazivého povrchu. Pokud použijeme velkou kouli se špatně odrazivým povrchem, příliš toho neměříme, protože  $E_{ind}$  bude příliš nízká a světlo kvůli malému počtu odrazů nebude dokonale zhomogenizované.

Aby se docílilo vysoké odrazivosti, je vnitřní plocha integračních koulí pro oblast VIS natřena barvou s práškovým síranem barnatým  $BaSO_4$ , či oxidem titaničitým  $TiO_2$ , nebo je, zejména u menších koulí, vyrobena ze spektralonu (PTFE – teflonu speciálně upraveného pro spektroskopické použití), který má vyšší odrazivost (viz Graf 14)



Graf 14 Srovnání odrazivosti síranu barnatého (červeně) a teflonu (modře) [18]

Čím vyšší je odrazivost, tím větší je také citlivost integrační koule na případné změny v konfiguraci. Ať už jde o držáky vzorků u velkých koulí, nebo prach a nečistoty pro malé

koule. Viz srovnání hodnot koeficientu prostupnosti z rovnice (1) pro reflektivitu 99,5 % a 99 %:

$$M_{99,5\%} = \frac{0,995}{1-0,995} = 199 \quad a \quad M_{99\%} = \frac{0,99}{1-0,99} = 99 \quad (2)$$

Jak je vidět, změna koeficientu prostupnosti v rovnicích (2) je dvojnásobná, i když se reflektivita změnila o pouhých 0,5 %. Stejná změna u reflektivity 80 % způsobí změnu koeficientu prostupnosti o pouhých 3 %. Kromě nižšího množství prošlé energie je kvůli menšímu počtu odrazů integrační koule více citlivá na případné vnitřní uspořádání držáků a krytů (hlavně u velkých koulí). Kompromisem je odrazivost kolem 95 % běžně používaná u většiny komerčně dostupných koulí.

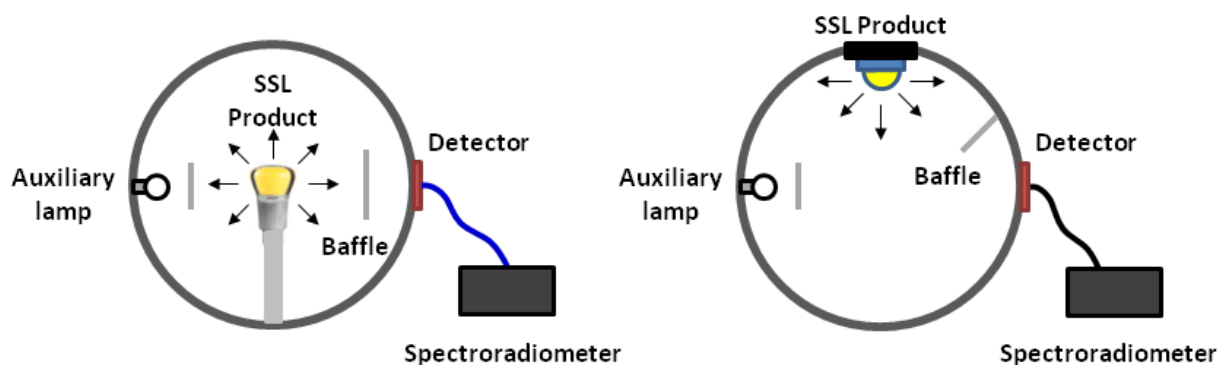
Výstup z integrační koule je buď pomocí otvoru s navázaným optickým vláknem, který je speciálně stíněn, aby nedocházelo k přímému osvětlení, nebo bývá integrační koule osazena přímo fotodetektozem, který je také stíněn. Detektor musí být také kosinově korigovaný (tj. citlivost se mění v závislosti na hodnotě kosinu úhlu dopadajícího světla).

Někdy je integrační koule opatřena referenčním světelným zdrojem (nejčastěji halogenovou žárovkou), který je zabudován přímo v dutině integrační koule.

Při měření s integrační koulí rozlišujeme dvě základní uspořádání (Obr. 26):

- $4\pi$  – měřený zdroj je uprostřed integrační koule
- $2\pi$  – měřený zdroj je umístěn ve vstupním otvoru integrační koule

Uspořádání  $4\pi$  se používá hlavně pro žárovky a svítidla, průměr integrační koule bývá nejčastěji 1 metr, pro velká svítidla 2 metry.  $2\pi$  se používá hlavně pro směrové zdroje – např. LED čipy, rozměry integrační koule jsou menší, často mají v průměru jen několik centimetrů. [6] [19]



Obr. 26 Srovnání  $4\pi$  a  $2\pi$  konfigurace, koule je v obou případech opatřena i referenční lampou [19]

### 3.2. Optické vlákno

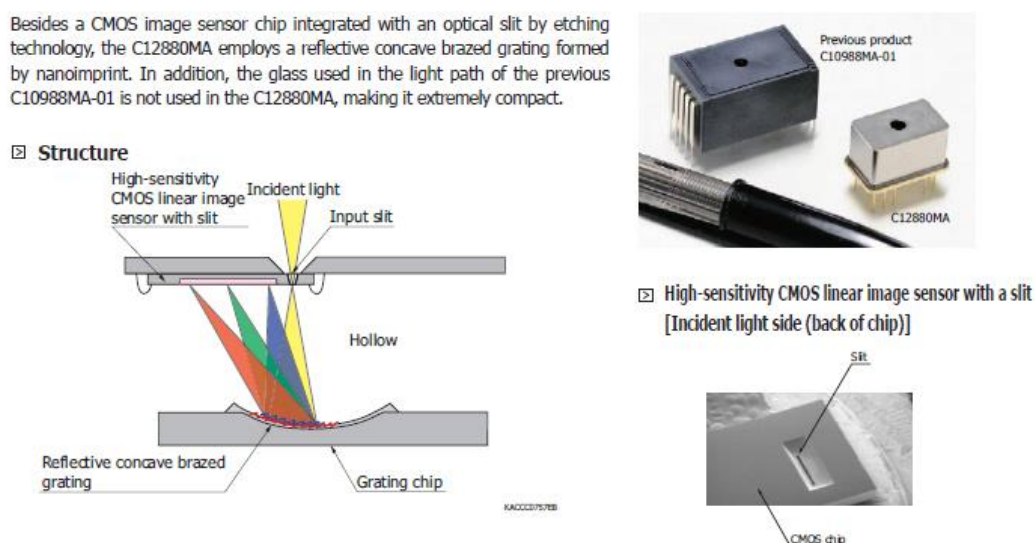
Optické vlákno slouží k transportu světla z integrační koule do spektrometru. Nejčastěji používané koncovky ve spektroskopii jsou šroubovací konektory SMA-905 a FC/PC. Konektor FC/PC má speciální zobáček, aby bylo možné vlákno připojit pouze v jedné

konkrétní poloze, to vede k lepší opakovatelnosti u náchylných měření. Dalším důležitým parametrem je propustnost vláken, která je ovlivněna použitým materiálem. Např. pro použití v UV jsou využitelná pouze křemenná vlákna.

### 3.3. CCD Spektrometr

Základním nástrojem pro charakterizaci LED a světelných zdrojů všeobecně jsou CCD spektrometry. Světlo vstupující štěrbinou do CCD spektrometru je rozloženo optickou mřížkou a dopadá na lineární CCD čip, který vyhodnotí intenzitu jednotlivých složek.

Zajímavostí je mikro-spektrometr Hamamatsu C12880MA, který má štěrbinu přímo součástí čipu a fokusující optika s mřížkou je spojená do jednoho (viz Obr. 27)



Obr. 27 Nejmenší CCD spektrometr Hamamatsu [20]

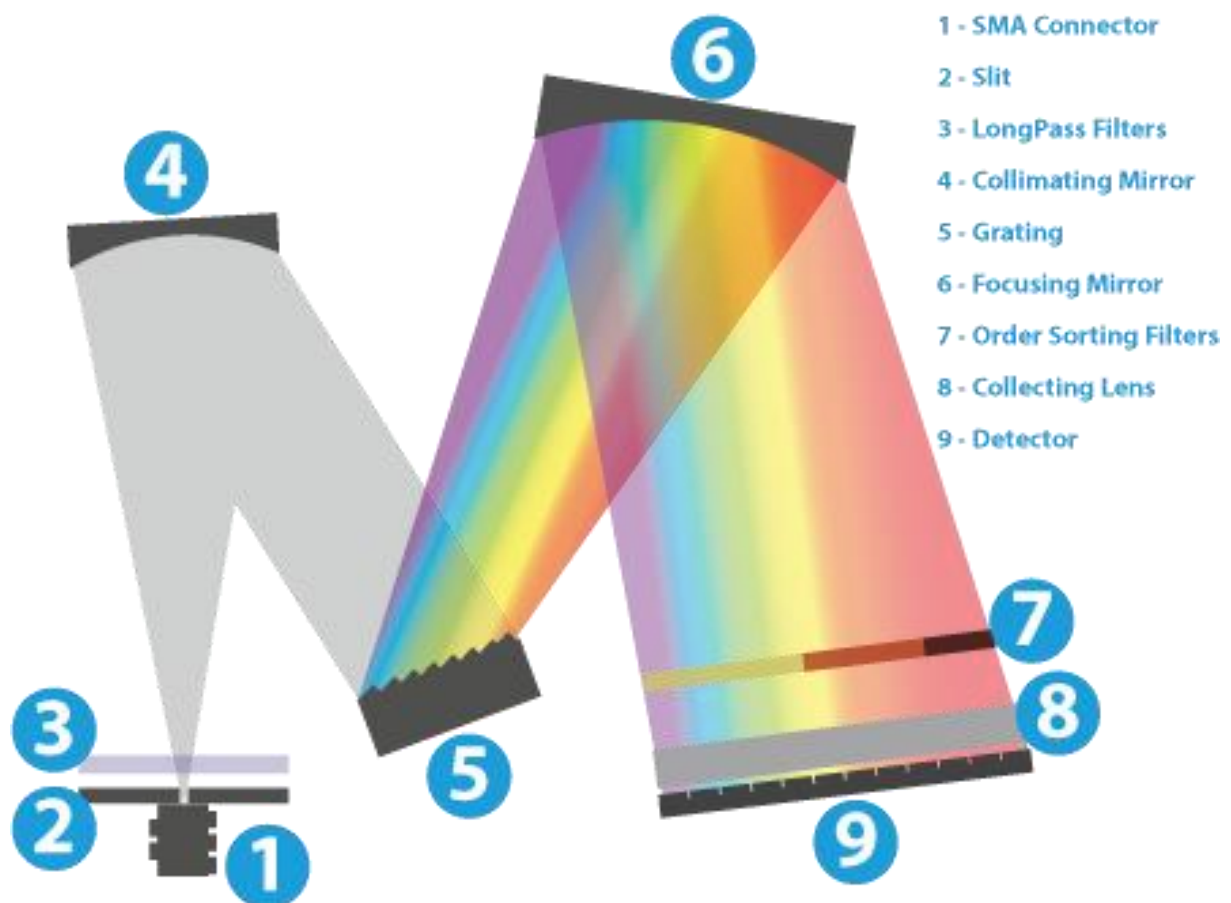
CCD detektory mají obvykle 2048, 3648 nebo 4096 pixelů v jedné řadě, existují ale i vylepšené varianty s širokými pixely nebo více řadami pro zvýšení plochy detektoru (a tím i citlivosti). Kromě klasických CCD jsou dostupné i „obrácené“ varianty – substrát CCD čipu je ztenčen a tato strana je použita k detekci. Tyto čipy jsou mnohem citlivější, zejména pak v UV oblasti. Dalším vylepšením pak může být chlazení Peltierovým článkem, které výrazně potlačí šum a je vhodné zejména pro aplikace s velmi malým množstvím světla. Pro charakterizaci LED však postačují základní modely, neboť množství světla je zde dostatečné.

Důležité pro charakterizaci LED je zejména rozlišení a rychlost vyčítání. Rozlišení je dáno v první řadě velikostí štěrbin – čím užší štěrbin, tím vyšší rozlišení. Nicméně je třeba brát v potaz, že šířka štěrbin přímo ovlivňuje množství světla, které se do spektrometru dostane.

Dalším prvkem, který ovlivňuje rozlišení, je mřížka – konkrétně počet vrypů. Čím více vrypů, tím více se světlo rozptyluje a tím vyšší rozlišení, nicméně také i menší rozsah měřeného spektra. Například mřížka s 300 vrypy poskytuje spektrální rozsah kolem 900 nanometrů a při použití štěrbin o šířce 25 mikrometrů rozlišení 1,5 nanometru.

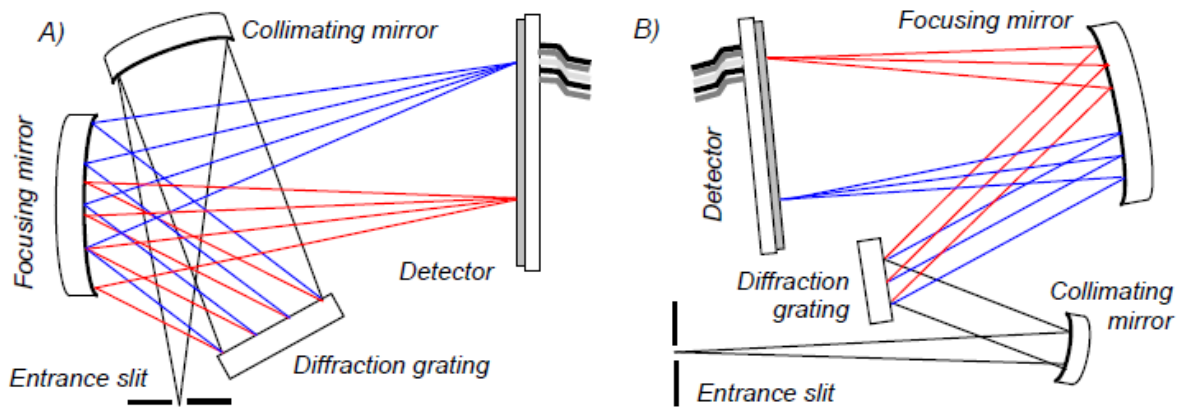
Vysoké rozlišení je důležité hlavně pro charakterizaci laserů, smysl má i u charakterizace monochromatických LED – zde má smysl obětovat spektrální rozsah a zvýšit právě rozlišení. U bílých LED jde naopak o pokrytí celé viditelné oblasti spektra. Zde je asi nejlepší volbou mřížka s 600 vrypů a spektrálním rozsahem kolem 500 nanometrů.

Spektrometr může být opatřen filtry, které pomáhají eliminovat některé nežádoucí jevy. Prvním je filtr na vstupu, který ořízne světlo, které není spektrometrem detekováno. Druhým je tzv. order-sorting filtr, který je umístěn před detektorem a eliminuje světlo, které v dané části detektoru nemá být a které se tam dostalo díky odrazu vyššího řádu na mřížce.



Obr. 28 Schéma optické lavice CCD spektrometru. Vysvětlivky: 1 – vstupní SMA konektor; 2 – štěrba; 3 – vstupní filtr; 4 – kolimační zrcadlo; 5 – optická mřížka; 6 – fokusační zrcadlo; 7 – order-sorting filtr; 8 – sběrná čočka; 9 – CCD detektor [21]

Spektrometry se mohou lišit i seskládáním jednotlivých komponent na optické lavici, nejčastější konstrukce jsou typu Czerny-Turner, které mohou být křížené nebo nekřížené, viz Obr. 29.

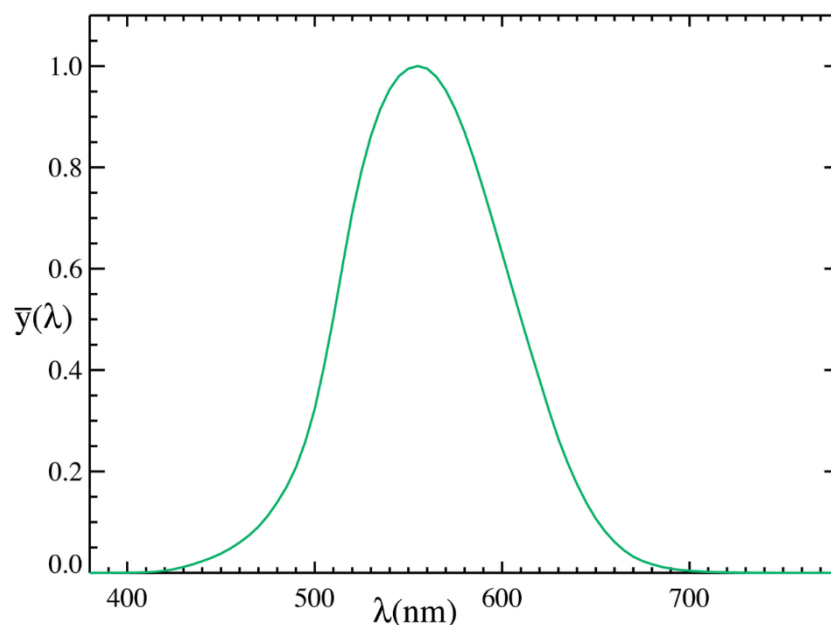


Obr. 29 Srovnání křížené optické lavice (používané např. spektrometry Ocean Optics) a nekřížené [22]

Za zmínku stojí i skenovací spektrometry opatřené monochromátorem, které jsou sice přesnější, nicméně ale kvůli své konstrukci také mnohem dražší a pomalejší. V dnešní době jsou CCD spektrometry na takové úrovni (citlivost, rozlišení), že skenovací spektrometry mají své místo jen ve velmi specializovaných oblastech. [6] [22]

### 3.4. Fotometr, fotodiodová čidla

Pro úplnost zde zmíním i alternativu spektrometrů – konstrukčně mnohem jednodušší zařízení pro charakterizaci LED (a všeobecně světelných zdrojů) jsou fotometry. Obvykle sestávají z fotodiody, jež je opatřena filtrem, tak aby její citlivost odpovídala citlivosti lidského oka (jak jej definovala CIE, viz Graf 15).



Graf 15 Graf citlivosti lidského oka definovaný CIE [6]

Nevýhodou pak je menší přesnost fotometrů u jednosenzorových zejména na krajích viditelné oblasti (400-500 nm a 650-700 nm). Pro klasické osvětlovací zdroje toto



nepředstavovalo až takový problém, nicméně zejména pro LED, které mají výrazný podíl modrého světla ve spektru, je toto velký problém. Z tohoto důvodu jsem ani neuvažoval využití jednosenzorového fotometru pro svá měření. [6]

Dostupné jsou i sofistikovanější detektory, sestavené z několika fotodiod, z nichž každá je opatřena jiným filtrem. Např. ams AS7261 XYZ Chromatic White Color Sensor sestává z šesti fotodiod – tří fotodiod pro jednotlivé barevné funkce x, y, z, detektorem pro blízké infračervené záření, zaslepené diody pro odečet šumu a diody bez filtru. Existuje více variant, nejnovější má dvě fotodiody pro modrou oblast spektra. Takovýto detektor pak stanoví kromě hodnot osvětlení i přímo barevnou teplotu a barevné souřadnice světla.

Tyto detektory mají velkou výhodu v ceně, např. zmiňovaný ams AS7261 se v době psaní této práce dal pořídit za méně než 200 Kč, zatímco spektrometry se pohybují v řádu desetitisíců korun. Takovýto senzor se pak dá umístit i přímo do sofistikovanějšího svítidla a využít ke zpětné vazbě. Výrobce poskytuje i vývojovou sadu (deska s podpůrnou elektronikou a senzorem + základní software). Pomocí podpůrné elektroniky je možné spínat i LED přes dodávaný software. [23]

Uvažuji o využití této vývojové sady při případném dalším rozvoji měřicího zařízení. Základní ideou je jednobodové měření spektrometrem a měření v několika dalších bodech pomocí senzorů ams zároveň, tak aby nebylo nutné hýbat vzorkem a měření se urychlilo.

## 4. Praktická část

### 4.1.1. Držák LED

Pro měření waferů jsem navrhl aparaturu z laserem vypalovaných hliníkových plechů, díky které mohu jednoduše změřit wafer v pěti polohách – ve středu a ve čtyřech bodech po kraji, které jsou všechny od středu stejně vzdálené. Výkresy jsem vytvořil v programu 2D CAD SmartSketch. Výroba pak probíhala ve firmě Rekuper na laserovém řezacím stroji TRUMPF TruLaser 3030 podle dodaných výkresů ve formátu DXF.



*Obr. 30 Podložka pro vkládání waferů do aparatury*

Plech jsem pak nechal černě eloxovat. Úprava hliníku eloxováním vytváří na povrchu tenkou porézní vrstvičku korundu  $Al_2O_3$ , který je velmi tvrdý (9 dle Mohsovy desetibodové stupnice) a chemicky odolný. Tato vrstvička pak chrání povrch před

mechanickým poškozením a korozí. Navíc je možné do pórů v korundové vrstvě vpravit částičky barviva, které pak po jejich uzavření zůstávají v povrchové vrstvě.

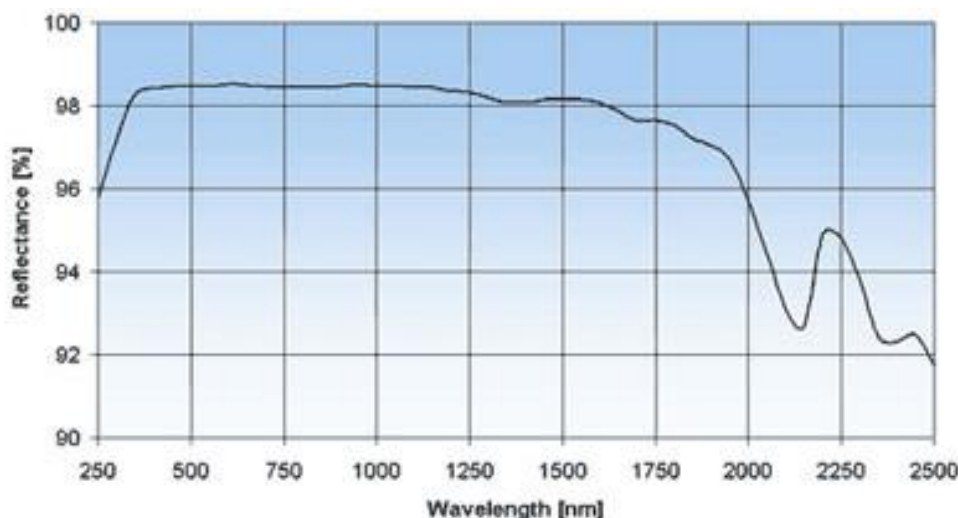
K excitaci waferu je použita LED Cree XP-E Royal Blue s emisí o vlnové délce 450 nm. Označení „Royal Blue“ se v LED průmyslu používá pro modré LED s vlnovou délkou pod 460 nm.

LED je napájena ze stabilizovaného proudového zdroje s pevně nastaveným proudem 350 mA.

LED je umístěna na hliníkovém chladiči od firmy Nuventix s aktivním chlazením technologie SynJet. Jde o větrák bez rotujících lopatek – uvnitř větráku je pulzující membrána, která vytváří turbulentní proud vzduchu, který lépe ochlazuje žebra chladiče a je odolnější vůči prachu, což by ale stejně v laboratorních podmínkách čistých výrobních prostor neměl být problém.

#### 4.1.2. Integrační koule

Ke kolekci měřeného světla slouží integrační koule Avantes AvaSphere-80 o vnitřním poloměru 80 mm, průměr vstupního otvoru je 15 mm. Odrazivost vnitřního povrchu – práškového síranu barnatého  $\text{BaSO}_4$  – je ve viditelné oblasti přes 98% (viz Graf 16). Vzhledem k použití této koule je možné jen  $2\pi$  uspořádání, tj. měřený zdroj světla (wafer) je umístěn na vstupu do integrační koule.



Graf 16 Odraživost vnitřního povrchu integrační koule Avantes AvaSphere-80 [24]

#### 4.1.3. Optické vlákno

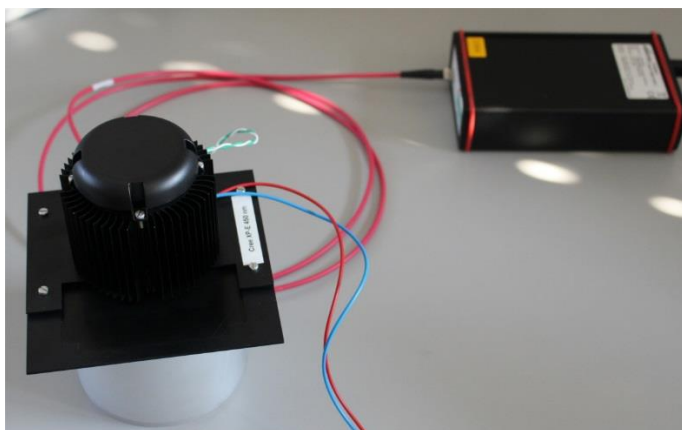
Z integrační koule je světlo vedeno optickým vláknem, které je na jedné straně opatřeno konektorem FC/PC pro přesné připojení do spektrometru a na druhé straně konektorem SMA pro připojení detektoru.

#### 4.1.4. Spektrometr

K vyhodnocování spektra měřeného světla používám CCD spektrometr Avantes AvaSpec-2048-USB2. Spektrometr má rozsah vlnových délek 200–1100 nm, šířku štěrbin 50  $\mu\text{m}$  a mřížku UA s 300 vrypy na mm. Tato konfigurace má teoretické

rozlišení 2,3 nm. Jelikož použitý senzor SONY má v UV oblasti nízkou účinnost, je právě tato část senzoru opatřena speciální vrstvou s luminoforem, která převádí dopadající světlo na jiné, které je lépe detekovatelné. Konstrukce optické lavice spektrometru je symetrická typu Czerny-Turner s ohniskovou vzdáleností 75 mm.

Spektrometr původně byl určen i pro jiná měření, zejména měření propustnosti (transmise) optických materiálů, kdy bylo důležité určit míru absorpce v UV oblasti (kvůli ověření přítomnosti barevných center v krystalech) a NIR oblasti (množství dopantu v krystalech Yb:YAG). Pro měření LED by byla výhodnější varianta s menším spektrálním rozsahem, ale vyšším rozlišením – s mřížkou s 600 vrypů.



Obr. 31 Sestavená aparatura



Obr. 32 Spektrometr Avantes AvaSpec-2048

## 4.2. Kalibrace

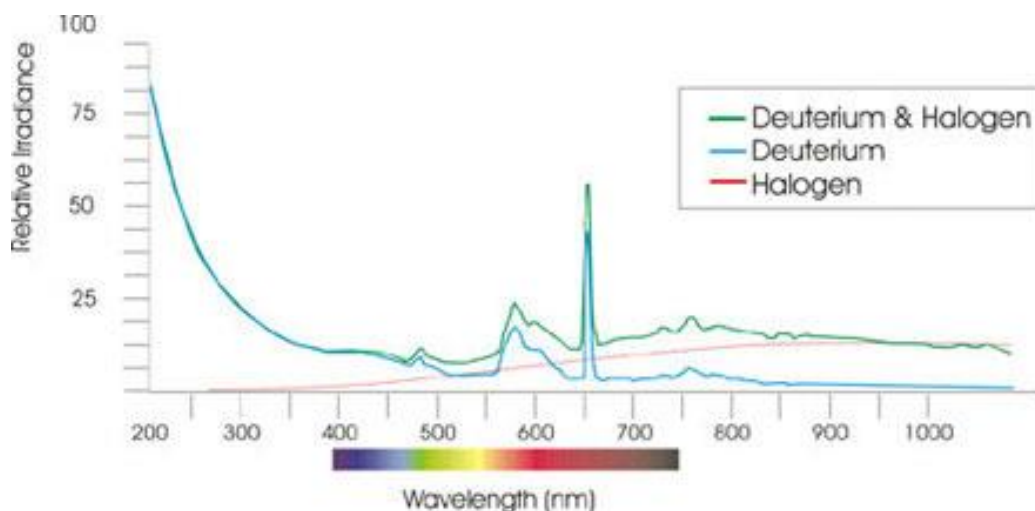
Základem všech fyzikálních měření nejen v průmyslové praxi je kalibrace.

Kalibraci je potřeba provádět pro celou sestavu, tj. pro spektrometr, vlákno a detektor – v našem případě integrační kouli.

Doporučená kalibrační procedura takovéto sestavy zahrnuje tyto kroky: odečet signálu při zatměném detektoru (tzv. dark current), spektrální, intenzitní kalibrace a kalibrace celkového světelného toku.

Spektrální kalibrace se provádí zejména pomocí zdrojů s výbojkami, které mají ostré spektrální čáry – např. pro viditelnou oblast rtuť + argon či neon, dostupné jsou i kryptonové, xenonové, zinkové či kadmiové výbojky. Kutilové a nadšenci pro spektrální kalibraci využívají světlo zářivek, které také obsahuje charakteristické spektrální čáry.

Intenzitní kalibrace se provádí naopak se zdroji s pokud možno spojitým a stejnoměrným emisním spektrem. Nejjednodušší jsou zdroje s halogenovou žárovkou, které ale mají nízký výstup v UV a v modré oblasti. Pro kalibraci v této oblasti se používá hlavně deuteriová výbojka, která má silný UV pík a slabší emisi s několika výraznějšími čarami až do červené oblasti. Dostupné jsou i kombinované zdroje (deuteriová výbojka + halogenová žárovka), které pak dostatečně pokrývají celou viditelnou část světla (viz Graf 17). [6] [19]



Graf 17 Emisní spektrum světelného zdroje Avantes DH-S [25]

Pro ověření spektrální kalibrace používám deuteriovou výbojku, konkrétně čáry  $D_{\alpha}$  na 656,1 nm a  $D_{\beta}$  na 486,0 nm (viz Graf 17). K provádění kalibrace intenzity mám k dispozici stabilizovaný zdroj s halogenovou žárovkou AvaLight-HAL-CAL kalibrovaný v oblasti 350–2500 nm. Pomocí tohoto zdroje jsem také provedl kalibraci použitou pro všechna měření v této práci.

Kalibraci na celkový světelný tok neprovádím, neboť nepatří mezi sledované veličiny – cílem měření je určit pouze barevné souřadnice CIE 1931.

### 4.3. Popis měření světelného výstupu

Pro zřehlednění ještě jednou popíši cestu světla a následně informace v aparatuře.

Modré světlo z LED vstupuje do měřeného waferu a je částečně pohlceno. Zbytek spolu s vybuzeným světlem z waferu vstupuje do integrační koule, kde se několikrát odrazí a rozptýlí. Ve výstupním portu vstupuje do optického vlákna, které ho dopraví do spektrometru. Na vstupní štěrbině je část odstíněna a zbytek je po odrazu od fokusujícího zrcadla rozložen na jednotlivé složky pomocí difrakční optické mřížky.

Rozložené spektrum je promítnuto na CCD čip, kde světlo vyvolá odezvu – na jednotlivých pixelech vznikne díky fotoefektu náboj, jehož velikost je následně pomocí obslužné elektroniky vyčtena a zobrazena v připojeném PC. V PC je signál pomocí provedené kalibrace převeden na iradiační spektrum. Toto spektrum je pak pomocí CIE funkcí převedeno na CIE souřadnice.

### 4.4. Analýza systému měření dle metodiky MSA – ANOVA v. 4

Pro ověření přesnosti sestavené aparatury jsem se rozhodl použít metodiku MSA 4. vydání (Measurement System Analysis), která je v průmyslové praxi pravděpodobně nejrozšířenější. Tato metodika pochází z automobilového průmyslu, u jejího zrodu stály firmy Chrysler, Ford a GM.

Cílem MSA je poskytnout směrnici pro posuzování kvality systému měření. Základním předpokladem pak je, že měření lze na každém dílu opakovat. [26]

Pro určení opakovatelnosti a reprodukovatelnosti lze využít tři metody:

- Metoda průměru a rozpětí – ARM (Average and Range Method)
- Metoda rozpětí – RM (Range Method)
- Metoda ANOVA (Analysis of Variance Method)

Zvolil jsem metodu ANOVA, která je sice náročnější na provedení, ale ze všech tří metod poskytuje nejpresnější výsledky s nejrozsáhlejší vypovídací hodnotou o systému měření.

Rozptyl dělíme do čtyř kategorií:

- Díly
- Operátoři
- Interakce mezi operátory a díly
- Chyba způsobená měřidlem

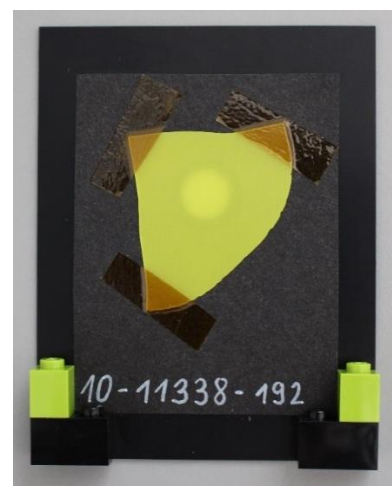
Základními parametry metody ANOVA je počet dílů  $n$ , počet operátorů  $k$  a počet pokusů  $r$ . Moje měření bylo provedeno dvakrát třemi operátory na 22 waferech. [26]

Wafery jsem vybral z celého předpokládaného rozsahu, tedy různé materiály (YAG:Ce, YGdAG:Ce, LuAG:Ce, LuYAG:Ce) a různé tloušťky (0,2 – 0,5 mm), viz Obr. 33. Wafery jsem nalepil na karty z tvrdého černého papíru s otvorem o průměru 15 mm. Otvor byl zvolen větší než v podložce, čímž jsem eliminoval vliv přesnosti vycentrování otvoru na kartě.

Tyto karty byly umístěny na upravenou vkládací podložku s vymezovacími zarážkami, které zajišťovaly spolehlivé uchycení karty pro dobrou opakovatelnost měření, viz Obr. 34.



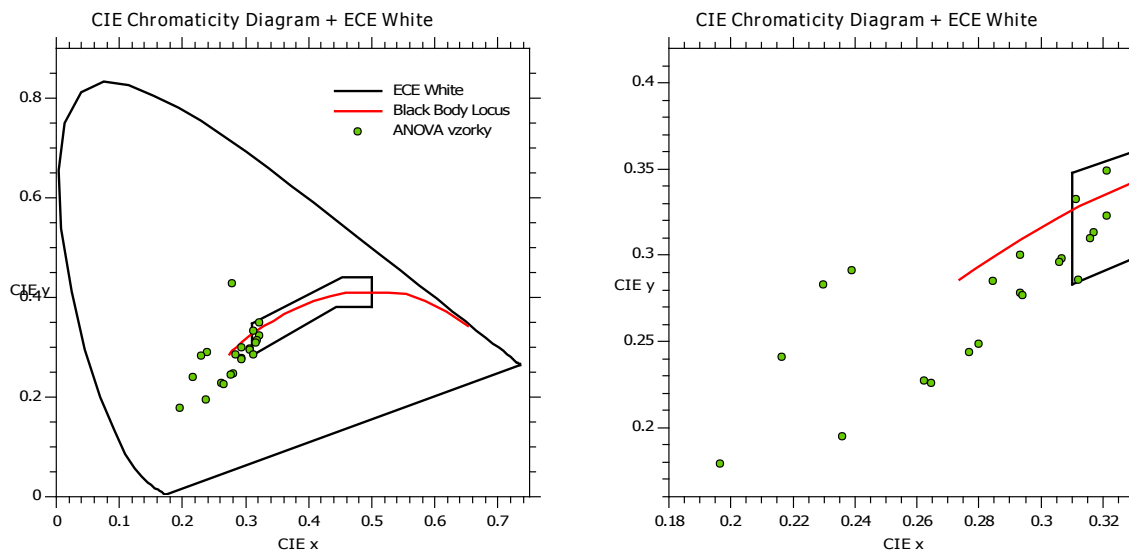
Obr. 33 Karty s nalepenými waferami



Obr. 34 Podložka s vloženou kartou

Na začátek bylo nutné znáhodnit pořadí měření. Na papírky jsem rozepsal kódy XY označující měření, kde X označovalo operátora (A, B, C) a Y číslo waferu (1-22). Po zamíchání se určilo postupným vytahováním pořadí měření daného kusu daným operátorem. Tím se zajistilo, že se operátoři a wafery náhodně střídali.

Naměřená spektra pak byla vyhodnocena pomocí programu Avasoft, ze kterého jsme získali souřadnice CIE x, y. Vyhodnocení dále probíhalo zvlášť (CIE x a CIE y). V Graf 18 jsem vynesl naměřené hodnoty do CIE 1931 diagramu. Vzorky se stejnou koncentrací kodopantů leží vždy v přímce. Hodnoty CIE x a CIE y jsou v Tab. 2 umístěné v příloze.



*Graf 18 Výsledky měření ANOVA vzorků, vyznačena křivka černého tělesa a oblast ECE White (automotive norma)*

Výpočet parametrů ANOVA proběhl v programu Palstat CAQ pro systémy řízení kvality, v modulu MSA.

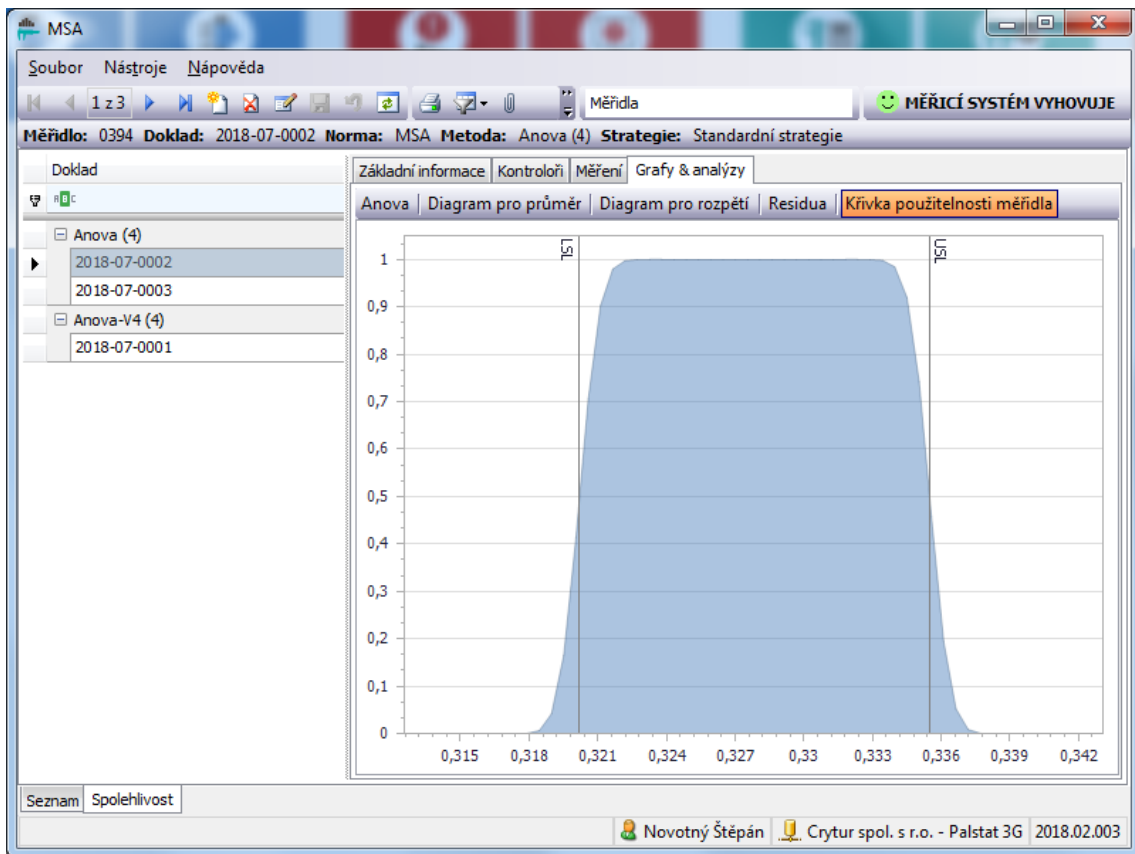
Odhad rozptylu byl pro CIE x = 0,0000 005 (GRR 1,95%) a pro CIE y = 0,0000 022 (GRR 2,78%) při celkové variabilitě CIE x = 0,036 a CIE y = 0,054, což jsou výsledky odpovídající dobře fungujícímu systému měření. Podmínkou způsobilosti systému měření k použití jsou hodnoty celkové variability menší než 5 %.

Vliv kontrolorů na měření a taktéž interakce kontrolorů a dílů se v tomto uspořádání neprokázala. Výsledné hodnoty těchto parametrů analýzy byly nulové (nebo záporné – v tom případě se zobrazuje také 0).

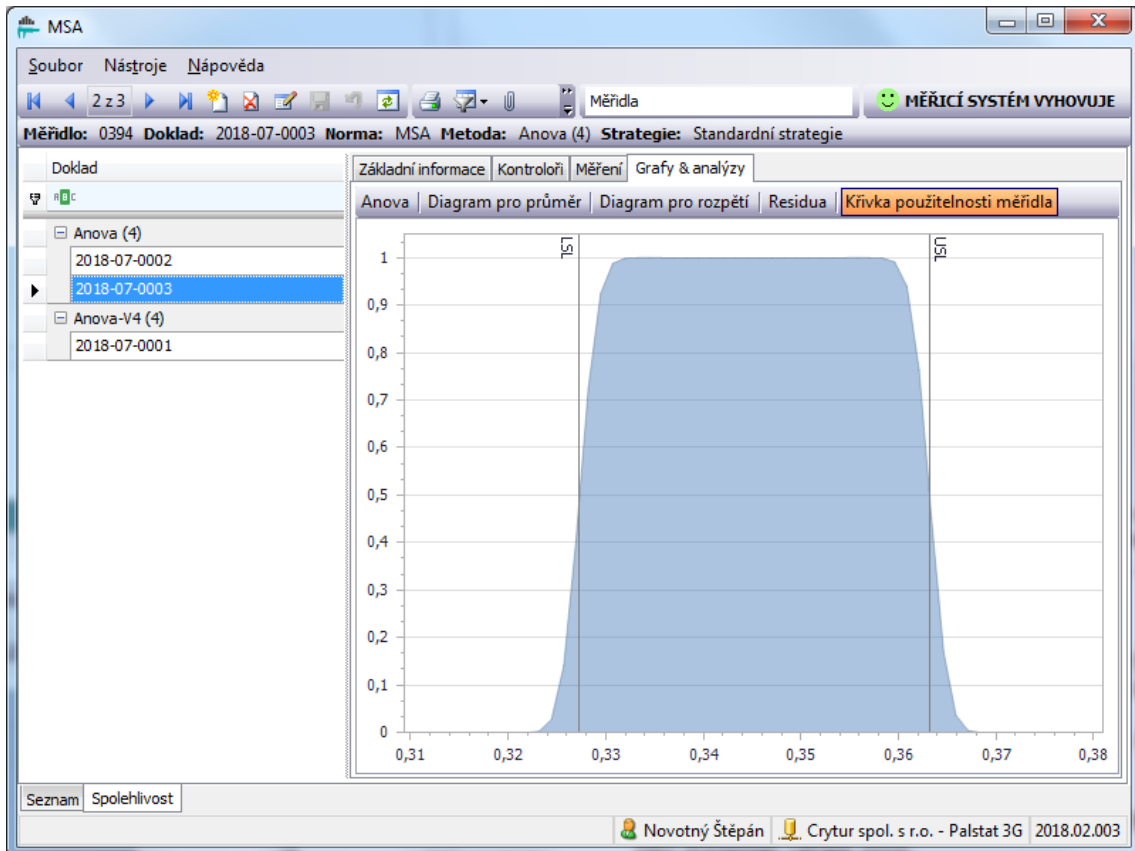
V Graf 19 a Graf 20 je křivka použitelnosti aparatury pro barevné souřadnice CIE x, y. Grafy zobrazují přehledné znázornění intervalů, ve kterých lze s danou hladinou pravděpodobnosti určit, zda je díl vyhovující či ne. Jako spodní (LSL) a horní (USL) hranici tolerančního pole jsem jako příklad zadal minimální, resp. maximální hodnoty z definice binu zákazníka – viz Tab. 1.

	CIE x	CIE y
<b>Bin x</b>	0.3202	0.3273
	0.3349	0.3404
	0.3355	0.3632
	0.3185	0.3486

*Tab. 1 Tabulka se souřadnicemi rohů binu využitými při sestavení křivky použitelnosti měřidla*



Graf 19 Křivka použitelnosti aparatury – CIE x



Graf 20 Křivka použitelnosti aparatury – CIE y

## Závěr

Úkolem této práce bylo sestavení aparatury pro měření vlastností polotovarů, waferů z monokrystalů yttritohlinitých granátů, určených pro výrobu luminoforů pro bílé výkonné LED. Bylo nutné se seznámit s technologií LED a se způsoby měření jejich světelných vlastností.

Práce obsahuje stručnou historii LED, popis jednotlivých druhů a technologií používaných při jejich výrobě. Další kapitola se pak zabývá unikátním procesem výroby monokrystalických luminoforů ve firmě Crytur. Teoretický úvod uzavírá kapitola o přístrojích a metodách pro měření vlastností LED.

Praktická část pojednává o konkrétních přístrojích a pomůckách, které jsem měl k dispozici a které jsem si nechal vyrobit. Obsahuje popis provedeného měření.

Na závěr praktické části je pak popis provedené analýzy systému měření. Ověření způsobilosti proběhlo dle metodiky MSA v. 4, konkrétně metodou ANOVA, která je nejextenzivnější. K ověření byly použity wafery z většiny vyráběných materiálů používaných pro výrobu monokrystalických luminoforů ve firmě Crytur s různou tloušťkou a koncentrací dopantu, čímž byl pokryt celý rozsah barevných souřadnic CIE 1931, ve kterém by měla být popsána aparatura využívána.

Sestavená aparatura je způsobilá k měření barevných souřadnic CIE 1931 x a y waferů z materiálů běžně vyráběných společností Crytur.

V současnosti je již aparatura plně využívána v procesu výroby monokrystalických luminoforů při kontrole waferů po nařezání na multidrátové pile a vyčištění a pak při kontrole po tenčení – před rozřezáním na jednotlivé luminofory.

K měření na aparatuře je však stále nutná ruční obsluha, uvažuje se tak o automatizaci a využití i jiných senzorů (např. zmiňovaná fotodiodová čidla), které by měření zrychlily. Nabízí se tak možnost získané poznatky dále využít při konstrukci vylepšeného zařízení.



## Zdroje

- [1] PAVELKA, Tomáš, Petr BAXANT a Jan ŠKODA. Historie světelných diod LED. *Světlo*. 2016, **2016(2)**.
- [2] CRAFT, George. Innovations in LEDs. In: *DOE SSL R&D Workshop*. San Francisco. 2015.
- [3] NAKAMURA, Shuji. Innovations in Solid State Lighting. In: *DOE SSL R&D Workshop*. Portland. 2017.
- [4] OSINSKI, Julian. Quantum Dot Downconverters: LED Package Integration. In: *DOE SSL R&D Workshop*. Tampa. 2014.
- [5] CREE. *Cree XLamp XD16 LED Data sheet* [online]. Dostupné z: <http://www.cree.com/led-components/media/documents/ds-XD16.pdf>
- [6] LESCHHORN, Günther a Richard YOUNG. *Handbook of LED and SSL metrology*. 1. Auflage. Berlin: Pro BUSINESS GmbH, 2017. ISBN 978-3-86460-643-4.
- [7] KRAMES, Michael R. Status and Future of High-Power Light-Emitting Diodes. *Journal of Display Technology*. 2007, **3(2)**.
- [8] LESTER, Steve. Role of Substrate Choice on LED Packaging. In: *DOE SSL R&D Workshop*. Tampa. 2014.
- [9] HAUGAARD, Eric. Advanced Materials for LED Lighting. In: *DOE SSL R&D Workshop*. San Francisco. 2015.
- [10] VAN ZANDT, Peter. *Microchip Fabrication*. 6. vyd. B.m.: McGraw-Hill Education, nedatováno.
- [11] MORAN, Brendan. Low Cost Illumination-Grade LEDs Enabled by Nitride Epitaxy on 150mm Alternate Substrates. In: *DOE SSL R&D Workshop*. Boston. 2013.
- [12] LIU, S. a Xiaobing LUO. *LED packaging for lighting applications: design, manufacturing and testing*. Singapore: John Wiley & Sons (Asia), 2011. ISBN 978-0-470-82783-3.
- [13] EDMOND, John. Reinventing Lighting. In: *DOE SSL R&D Workshop*. San Francisco. 27. leden 2015.
- [14] TUTTLE, Ralph C. Design Considerations with LED Package Primary Optics. In: *DOE SSL R&D Workshop*. Portland. léto 2017.
- [15] LUMILEDS. *Freedom from Binning and Hot-Targeting* [online]. Dostupné z: <https://www.lumileds.com/technology/luxeon-technology/freedom-from-binning>
- [16] RYER, Alex. *Light measurement handbook*. Newburyport, MA: International Light, 1997. ISBN 978-0-9658356-9-5.

- [17] BLACK, Iain. Evolving Challenges In LED Manufacturing. In: *DOE SSL R&D Workshop*. Boston. 5. červen 2013.
- [18] OPHIR. *Sphere Materials* [online]. Dostupné z: <http://www.ophiropt.com/laser--measurement/de/node/10145>
- [19] LUMILEDS. *Optical Measurement Guidelines* [online]. 2016. Dostupné z: <https://www.lumileds.com/uploads/377/WP17-pdf>
- [20] HAMAMATSU. *Micro-spectrometer C12880MA* [online]. Dostupné z: <https://www.hamamatsu.com/eu/en/product/type/C12880MA/index.html>
- [21] SARSPEC. *SPEC STD UC Product Specication* [online]. Dostupné z: <http://sarspec.com/en/Produtos/Spectrometers/USER-CONFIGURED/SPEC-STD-UC>
- [22] KANTZAS, Euripides, Andrew J. S. MCGONIGLE a Robert BRYANT. Comparison of Low Cost Miniature Spectrometers for Volcanic SO<sub>2</sub> Emission Measurements. *Sensors* [online]. 2009, **9**(5), 3256–3268. ISSN 1424-8220. Dostupné z: doi:10.3390/s90503256
- [23] AMS. *AS7261 senzor* [online]. [vid. 2018-06-05]. Dostupné z: <https://ams.com/as7261>
- [24] AVANTES. *Integrating Spheres* [online]. Dostupné z: <https://www.avantes.com/products/accessories/item/269-integrating-spheres>
- [25] AVANTES. *AvaLight-D(H)-S Deuterium-Halogen Light Sources* [online]. Dostupné z: <https://www.avantes.com/products/light-sources/item/237-avalight-d-h-s-deuterium-halogen-light-sources>
- [26] PALSTAT CAQ. *Analýza systému měření - Příručka SW Palstat CAQ*

Číslo waferu v MSA	Sériové číslo waferu	A1		A2		B1		B2		C1		C2		Průměr	Průměr
		Cie x	Cie y	Cie x	Cie y	Cie x	Cie y	Cie x	Cie y	Cie x	Cie y	Cie x	Cie y	CIE x	CIE y
1	36-11388-097	0.2787	0.2464	0.2805	0.2495	0.2814	0.2508	0.2791	0.2471	0.2810	0.2502	0.2791	0.2471	0.2800	0.2485
2	36-11568-032	0.2933	0.2782	0.2934	0.2785	0.2937	0.2789	0.2927	0.2775	0.2932	0.2783	0.2928	0.2775	0.2932	0.2782
3	36-11568-179	0.3217	0.3234	0.3220	0.3239	0.3208	0.3219	0.3203	0.3212	0.3215	0.3232	0.3212	0.3229	0.3213	0.3227
4	36-11369-067	0.3055	0.2968	0.3064	0.2985	0.3068	0.2990	0.3073	0.2999	0.3056	0.2971	0.3072	0.2996	0.3065	0.2985
5	36-11369-203	0.3171	0.3140	0.3174	0.3146	0.3164	0.3129	0.3174	0.3144	0.3165	0.3130	0.3164	0.3129	0.3169	0.3136
6	36-11515-039	0.3060	0.2960	0.3056	0.2954	0.3061	0.2961	0.3059	0.2959	0.3059	0.2960	0.3058	0.2958	0.3059	0.2959
7	36-11515-175	0.3161	0.3104	0.3153	0.3092	0.3158	0.3100	0.3157	0.3099	0.3159	0.3103	0.3156	0.3098	0.3157	0.3100
8	36-11399-002	0.3109	0.2847	0.3126	0.2869	0.3125	0.2866	0.3119	0.2858	0.3124	0.2866	0.3118	0.2858	0.3120	0.2861
9	36-11359-015	0.2623	0.2277	0.2620	0.2274	0.2624	0.2280	0.2622	0.2276	0.2622	0.2277	0.2620	0.2274	0.2622	0.2276
10	36-11460-012	0.2766	0.2440	0.2772	0.2450	0.2771	0.2448	0.2765	0.2438	0.2767	0.2440	0.2760	0.2431	0.2767	0.2441
11	36-11480-015	0.2648	0.2260	0.2648	0.2260	0.2645	0.2256	0.2647	0.2259	0.2647	0.2259	0.2647	0.2261	0.2647	0.2259
12	36-11633-158	0.2937	0.2762	0.2939	0.2766	0.2942	0.2770	0.2941	0.2769	0.2942	0.2770	0.2936	0.2761	0.2939	0.2766
13	10-10169-025	0.2932	0.3000	0.2948	0.3029	0.2929	0.2994	0.2927	0.2993	0.2931	0.2999	0.2933	0.3003	0.2933	0.3003
14	10-11020-000	0.3221	0.3510	0.3214	0.3498	0.3203	0.3477	0.3213	0.3494	0.3200	0.3472	0.3218	0.3505	0.3211	0.3493
15	10-11188-016	0.2370	0.1968	0.2365	0.1959	0.2349	0.1931	0.2362	0.1955	0.2353	0.1938	0.2361	0.1954	0.2360	0.1951
16	10-11261-162	0.2852	0.2861	0.2838	0.2836	0.2846	0.2849	0.2836	0.2833	0.2862	0.2878	0.2840	0.2840	0.2846	0.2850
17	10-11338-192	0.3112	0.3325	0.3116	0.3333	0.3113	0.3327	0.3120	0.3340	0.3111	0.3324	0.3107	0.3318	0.3113	0.3328
18	15-10037-082	0.2396	0.2921	0.2351	0.2804	0.2402	0.2938	0.2394	0.2919	0.2408	0.2956	0.2397	0.2926	0.2391	0.2911
19	15-10162-011	0.2164	0.2408	0.2167	0.2417	0.2165	0.2411	0.2165	0.2412	0.2162	0.2402	0.2165	0.2412	0.2165	0.2411
20	15-10162-022	0.2298	0.2829	0.2297	0.2827	0.2300	0.2835	0.2297	0.2826	0.2297	0.2828	0.2295	0.2821	0.2297	0.2828
21	15-11137-088	0.1963	0.1794	0.1965	0.1800	0.1962	0.1790	0.1964	0.1795	0.1959	0.1783	0.1964	0.1796	0.1963	0.1793
22	37-12077-000	0.2776	0.4296	0.2768	0.4275	0.2770	0.4281	0.2774	0.4291	0.2773	0.4286	0.2774	0.4291	0.2773	0.4286

Tab. 2 Výsledky měření použité pro MSA analýzu