

〈一般研究課題〉 ラマン分光による曲げ応力負荷された
ワイドギャップ半導体表面の物性解明
助成研究者 中京大学 須田 潤



ラマン分光による曲げ応力負荷された ワイドギャップ半導体表面の物性解明

須田 潤
(中京大学)

Study of Physical Properties on Surface of Widegap Semiconductor by Uniaxial Tensile Stress Loading by In-situ Raman Spectroscopy

Jun Suda
(Chukyo University)

Abstract :

Raman spectra for both the E_2 and $LOPC$ modes in n-type 4H-SiC crystals with Ti/Au film electrode were measured from room temperature to 150°C by micro-Raman spectroscopy. Thermal stress near the interface between 4H-SiC and the film electrode was analyzed by Raman shift, and the obtained values were compared by *FEM*. The experimental values of thermal stress near the interface in the center of the electrode were in good agreement with those by *FEM* analysis qualitatively. We obtained that the value of thermal stress of electrode interface on n-type 4H-SiC at 150°C equals to 33MPa approximately, and the value of linear coefficient as 323MPa/cm⁻¹ by using high-temperature Raman experiments and *FEM* analysis. Those values of thermal stress increase with temperature, and both thermal stress and thermal expansion broaden the linewidth due to crystal distortion. We calculate the electron density values near the interface in n-type 4H-SiC by spectral analysis for the $LOPC$ mode. The resistivity values near the interface tend to increase slightly with increasing temperature above 100°C in comparison with those far from the interface. Using the in-situ Raman spectroscopy under uniaxial tensile stress was applied by three-point-bending test at room temperature, we obtained the value of linear coefficient as 312cm⁻¹/MPa that equals to 323MPa/cm⁻¹ within $\pm 3.5\%$. Therefore, uniaxial tensile stress was dominant over thermal stress that occurred in near the interface in the center of the electrode up to 150°C.

1. はじめに

新しいワイドギャップ半導体を次世代の省エネ大電力PE(パワーエレクトロニクス)システムに応用するためには、大電力動作時のワイドギャップ半導体素子の高い信頼性を獲得することが必要不可欠であり、200℃程度の高温動作する車載用ワイドギャップ半導体において電極界面の曲げ熱応力による剥離や閾値の変動の問題を明らかにすることが必要である。一般に電極付半導体で高温になると半導体より熱膨張率の高い金属電極膜が相対的に伸びるため、半導体界面に曲げ熱応力が働く。顕微ラマン分光法は、パワー半導体ICにおいて振動数シフトから半導体界面の残留応力を非破壊で求める最も有力な方法の1つであるが、一般に半導体の残留応力による振動数シフトは 0.1cm^{-1} 程度の微小な値であり、高温の熱膨張時の熱応力測定には難しくあまり利用されてこなかった。現状においてワイドギャップ半導体の残留応力に関する多くの研究は、室温に限定されている。ごく最近、我々は高温の半導体電極界面の高分解能ラマンイメージングの新しい測定法[1,2]を用い、界面熱応力と電子物性のその場測定より界面の比抵抗が熱応力の大きさに比例して増加することを示し、それが転移による結晶欠陥密度の増加に起因することを明らかにした[1]。しかし、半導体の高温電子物性は熱応力以外に熱膨張効果による温度依存性を含むため、電極界面の電子物性の純粋な曲げ熱応力効果は十分に調べられていない。そこで、本研究は半導体電極界面の純粋な曲げ熱応力効果を詳しく調べるため、高温状態の電極付ワイドギャップ半導体(4H-SiC)の界面熱応力発生時と同一条件の曲げ熱応力負荷を室温のワイドギャップ半導体表面に印加し、ラマンスペクトルのその場測定を行う。得られたLOPCモードのラマンスペクトルからワイドギャップ半導体表面の電子物性の曲げ熱応力効果を解明することを目的とする。ワイドギャップ半導体の電極界面の曲げ熱応力による電子物性変化を調べることは、パワー半導体ICの低応力電極材料開発の指針を与えるとともに、局所的な電子物性から半導体由来の高周波応答性と抵抗率分布を明らかにすることにより次世代の省エネ大電力PEシステムの高い信頼性の獲得ができる点が極めて重要である。

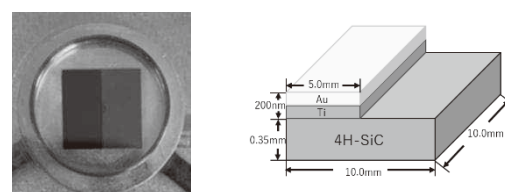
2. 試料および実験及びシミュレーション方法

2.1 高温ラマン分光実験用電極付サンプルの作成

高温ラマン分光実験において使用した4H-SiC半導体は高性能ウェハ(マイクロパイプ数2個/ cm^2 以下)であり、表面(Si面)がCMP仕上げであり、裏面(C面)は光学鏡面仕上げされている。所定の寸法にカットして側面を光学研磨した後、真空蒸着法で半分の領域のSi面にTi/Au電極薄膜(各膜厚:100nm)を作成した(図1)。ここでTi/Au電極は4H-SiCに対するオーミックコンタクト[3]の1つとしてされている。

2.2 高温ラマン分光実験

ラマン分光測定室において、XYZ精密ステージ(位置精度 $0.1\mu\text{m}$)に搭載された温度制御サンプルホルダー内にサンプルをマウントし(図3)、電極付サンプルの電極界面の3Dラマンイメージングを高温領域で測定した。ここで偏光条件は $z(xx)\bar{z}$ とし、後



(a) サンプル写真 (b) サンプルの寸法
図1. Ti/Au電極付4H-SiCサンプル

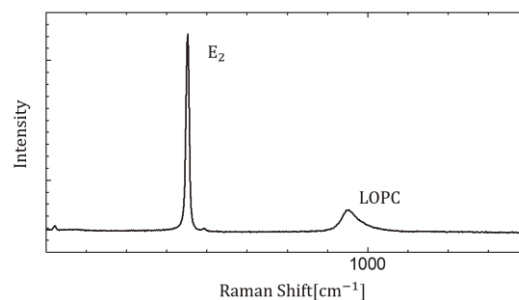
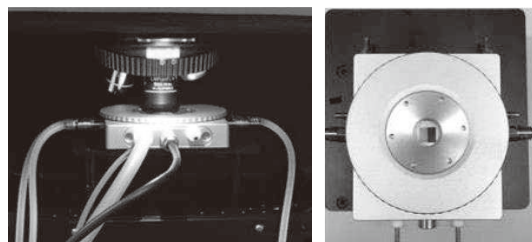


図2. サンプルのラマンスペクトル(室温)

方散乱配置で行った。電極遠方の4H-SiCのC面より半導体レーザー($\lambda=532.00\text{nm}$)を入射させ、反射したラマン散乱光を測定した。ラマンスペクトル測定領域は xy 方向に対して($30\mu\text{m}\times 30\mu\text{m}$, $10\mu\text{m}$ 間隔), z 方向は, 4H-SiC半導体の屈折率($n=2.7$)を考慮して $64.3\mu\text{m}$ 間隔(最大 $128.6\mu\text{m}$)とし, 最も深い測定面は界面から約 $7.64\mu\text{m}$ 離れた測定位置となる様に設定した(図4)。半導体電極界面側に z 方向の位置を移動して超長作動レンズ(50倍)により面測定することにより3Dラマンイメージング測定を行った。ここで冷却型CCD検出器に対して露光時間は5秒, 積算回数は3回と設定した。測定温度は室温(24.5°C)~高温(150°C)とし, 高温測定時はサンプル表面に N_2 ガスをブローした。得られた E_2 モードのラマンシフト(図2)より高温の界面熱応力の温度変化量の実験値を求めることができる[1,2]。 E_2 モードのスペクトル幅は電極界面の方が表面より広がってくるのが観測された。これは電極近傍の熱応力歪に起因していること[1,2]を示すものである。また同時に得られたLOPCモードのスペクトル(図2)を誘電分散解析[1,2]して, 電極界面の電子物性と, 界面と反対側の表面(C面)の電子物性を求めた。

2.3 曲げ応力負荷によるその場ラマン分光実験

本研究で新たに導入した, 3点曲げ試験用治具(図5)を既存の応力試験制御システムを組み合わせることにより曲げ応力負荷によるその場ラマン分光測定システムを構築した。高温の界面熱応力と同一の条件の曲げ応力負荷を4H-SiC半導体表面に印加し, 顕微ラマン分光システムによりサンプル側面の表面近傍のラマンスペクトルを室温で点測定した。ここで偏光条件は $z(xx)z$ とし, 後方散乱配置で行った。曲げ治具を装着した応力負荷システムにおいて, たわみ量(変位量)[μm]と応力荷重[N]を得ることにより, 良く知られた3点曲げ試験の関係式[4]より曲げ応力[MPa]の実験値を求めることができる。



(a)顕微ラマンイメージング (b)温度制御サンプルホルダー
図3. 高温ラマン分光のサンプル配置

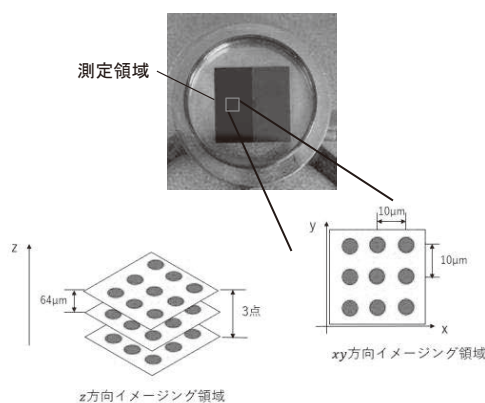


図4. 高温ラマン分光測定の位置条件

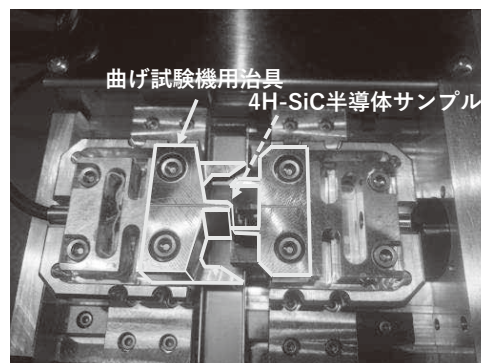


図5. 曲げ応力負荷制御システムの構築

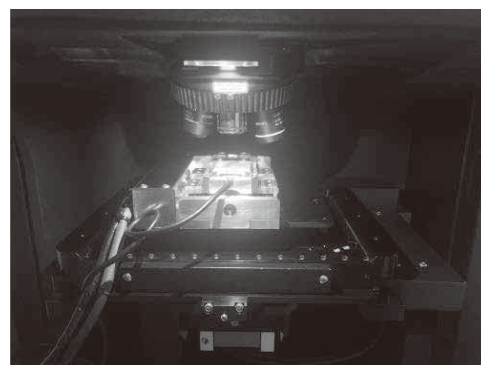


図6. 曲げ応力負荷によるその場ラマン分光測定

2.4 3D-FEM解析による応力解析

本研究では高速計算機を用いて3D-FEM解析により電極付半導体の界面熱応力を解析し、熱応力の実験値を評価する。FEMによる熱応力解析で使用した4H-SiCと電極膜(Ti/Au)の各物性パラメータ(弾性係数,線膨張係数,メッシュ数)と解析モデルを表1と図7にそれぞれ示す。熱応力解析において4H-SiCのTi電極界面に熱応力が集中しているのがわかる。次に曲げ応力分布を3D-FEM解析により計算し、3点曲げ試験の近似式[4]を用いた曲げ応力[MPa]の実験値を検討した。

3. 実験結果と考察

高温顕微ラマン分光システムを用いて、Ti/Au電極付半導体の電極界面の中央付近(図1)の3Dラマンイメージングを室温(24.5℃)～高温(150℃)で測定し、 E_2 モードのスペクトルのラマンシフトより熱応力の実験値の温度依存性を求めた。得られた熱応力の実験値の温度依存性は、ほぼ温度に比例しFEM解析の結果とほぼ一致している(図8)。ここで熱応力の相関係数の値は $323\text{MPa}/\text{cm}^{-1}$ となった。また、高温(150℃)の界面熱応力の実験値は約33MPaと得られた。同時に得られたLOPCモードのスペクトルを誘電分散解析して、電極界面の高温電子物性を求めた。電極界面の比抵抗の温度依存性は表面の場合に比較して100℃以上で比抵抗の増大が顕著である(図9)。得られた研究成果は国内学会[5,6]にて発表した。本研究で新たに3点曲げ治具を導入し、既存の応力負荷制御システムと組み合わせ、その場ラマン分光測定用の曲げ試験システムを構築した。また3点曲げ試験

表1. FEM解析における各材料の物性パラメータ

	材料 1 : 4H-SiC	材料 2 : Ti	材料 3 : Au
弾性係数(N/mm ²)	553000	160000	79000
線膨張係数($10 \times e^{-6}/^\circ\text{C}$)	4.68	7.9	14.8
メッシュ数	38769	31119	29042

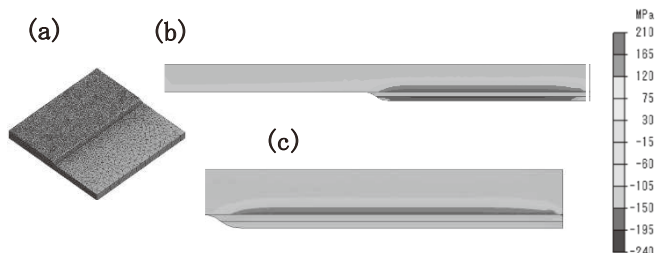


図7. FEM解析モデル(a)と熱応力分布の計算例(b)(c)
(b):サンプル全体の分布, (c):界面付近の分布

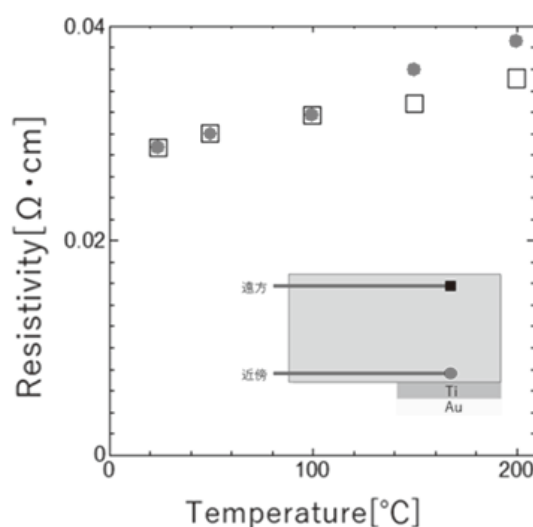
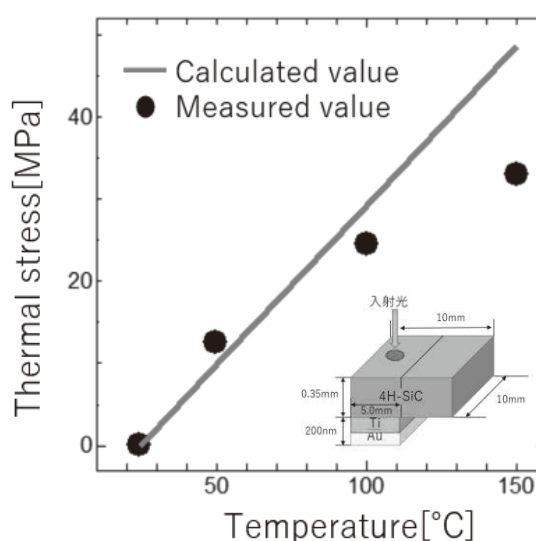


図9. LOPCモードの誘電物性解析による界面比抵抗と表面比抵抗の温度依存性の比較

機による曲げ応力分布をFEM解析(図11)し、3点曲げ試験の近似式を用いた荷重点近傍の曲げ応力 [MPa]の実験値とほぼ一致することを確認した。高温の界面熱応力(33MPa)と同一の条件の曲げ応力負荷をワイドギャップ半導体の表面に印加し、サンプル側面の表面近傍のラマンスペクトルを室温で点測定した(図10)。得られた室温の曲げ応力とラマンシフトはほぼ線形でその相関係数の値は $312\text{cm}^{-1}/\text{MPa}$ であり、高温ラマン分光により熱応力の値 $323\text{MPa}/\text{cm}^{-1}$ と $\pm 3.5\%$ 以内で一致した(図12)。従って高温実験による界面熱応力は曲げ応力が支配的であると考えられる。

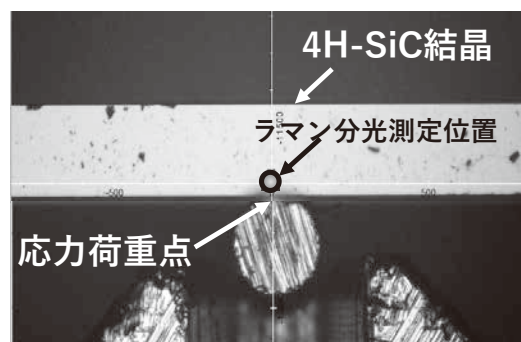


図10. 曲げ応力負荷時のラマン分光測定位置

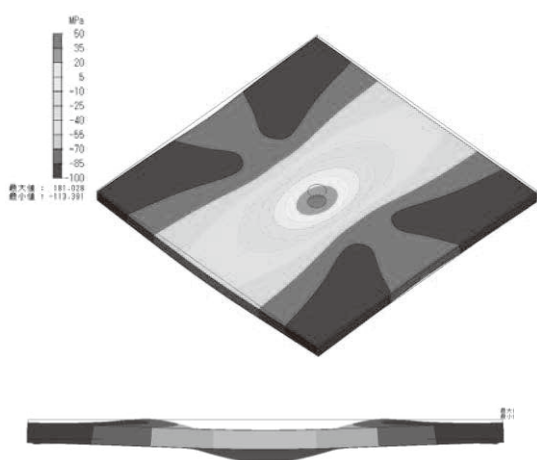


図11. 曲げ応力負荷時の応力分布の計算例

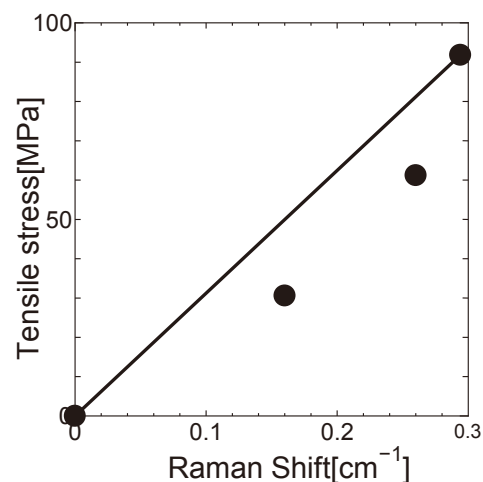


図12. 曲げ応力とラマンシフトの関係

4. まとめ

本研究では、新たに3点曲げ治具を導入して既存の応力負荷制御システムと組み合わせて、その場ラマン分光実験を行い、相関係数を求めた。得られた相関係数の値は高温ラマン分光によりTi/Au電極付半導体の電極界面の熱応力の相関係数とほぼ一致しており、温度領域における界面比抵抗の増大に寄与する熱応力は曲げ応力が支配的であると考えられる。

参考文献

- [1] M. Kawase, J. Suda, “Thermal Stress Effects on Local Electronic Properties on N-type GaN Crystals in Contact with Au/Ti/Cr Electrode Film by Micro-Raman Spectroscopy at High Temperatures” , Vibrational Spectroscopy, 118 (2022), 103331.
- [2] J. Suda, S. Suwa, S. Mizuno, K. Togo, Y. Mastuo: “Micro-Raman imaging on 4H-SiC in contact with the electrode at room temperature” , Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy Vol.193 pp.393-396 (2018).
- [3] R. Kisiel et al, “Stability of Gold Bonding and Ti/Au Ohmic Contact Metallization to n-SiC in High Power Devices” IEEE 32nd International Spring Seminar on Electronics Technology (2004) 5pages.

- [4] 各務良哉, 中京大学大学院工学研究科修士論文(2023).
- [5] 石田秀, 西脇光星, 須田潤, ”ラマン分光法によるTi/Au 電極付4H-SiC の熱応力解析に関する研究” 令和5年度 電気・電子・情報関係学会(2023).
- [6] 石田秀, 西脇光星, 須田潤, ”ラマン分光法によるTi/Au 電極付n形4H-SiC結晶の高温電子物性解析” 第71回応用物理学会春季学術講演会(2024).