

## PL 測定に用いる応力低減用治具の製作

林 大吾

九州大学 応用力学研究所技術室

### 1.はじめに

九州大学応用力学研究所新エネルギーシステム工学分野では、パワー半導体に使用されるシリコン結晶の評価に関する研究が行われている。本研究で用いられている評価手法の一つが、フォトルミネッセンス (PL) 法による結晶内不純物の定量測定である。測定においては、レーザー光源で励起させたシリコン結晶の PL 発光からスペクトルを取得し、結晶中の不純物に束縛された励起子 (Bound Exciton, BE) の発光強度と自由励起子 (Free Exciton, FE) の発光強度比 (BE/FE) から不純物濃度を算出する。

### 2.応力による PL ピークの分裂

通常の PL 測定においては、サンプルをクライオスタット内で固定・冷却した状態で測定を行う。当研究室では、図 1 (左) に示すような試料ホルダーにリン青銅製の板ばねを用いて試料を固定し、液体ヘリウムに浸漬して冷却を行っている。この際、板ばねで押さえられた結晶には少なからず応力が生じている。この応力が過大である場合、スペクトル内のピークに分裂を生じさせることがあり、ピーク強度から不純物濃度を算出する本手法においてはこのピーク分裂、ひいては試料にかかる応力を可能な限り低減・回避する必要がある。

図 2 (上) は JIS 規格の測定で使用される Al ドープ標準結晶のノンフォノン (NP) 線領域を測定した PL スペクトルである。ドーパントである Al と残留不純物の P に由来する NP 線ピークが明瞭に検出されているように見えるが、拡大すると Al 由来ピークの近傍に同定困難なピークが生じている (図 2 下左参照)。このピークを応力によって生じたピーク分裂によるものと推測し、それを回避するため、応力を可能な限り生じさせない固定方法を考案する運びとなった。

### 3.試料固定用治具の製作

低応力の固定方法としては、糸を用いた方法やグリスで貼り付ける方法などが過去に用いられてきた。これらの方法でも測定は可能であるが、取り付け作業が煩雑であったり試料が脱落しやすかったりといったデメリットがあった。そこで今回、新たな固定方法として、図 1 (右) に示すようなフレーム状治具を用いる方法を考案した。この治具は 3D プリンタで造形されており、材質はアクリルライクの光硬化樹脂である。フレーム裏面には、試料を収める溝が作られており、溝の深さは様々な厚みの試料に対応できるよう、0.1mm 刻みで変化させたものを用意した (フレームに刻印された数字で識別)。この治具を用いれば、試料と治具・試料ホルダーの間にわずかなクリアランスが生じるため、応力を生じさせることなく試料の固定が可能である。

図 2 (下右) はこの治具を用いて前述の試料を再測定した際のスペクトルである。問題となっていたピークが消滅し、Al 由来の NP 線ピークが明確な単一のピークとして検出されていることが分かる。この結果から、当該のピークが応力によって生じたピーク分裂によるものであることが判明し、同時に本治具を用いることで低応力での測定が可能であることが示された。

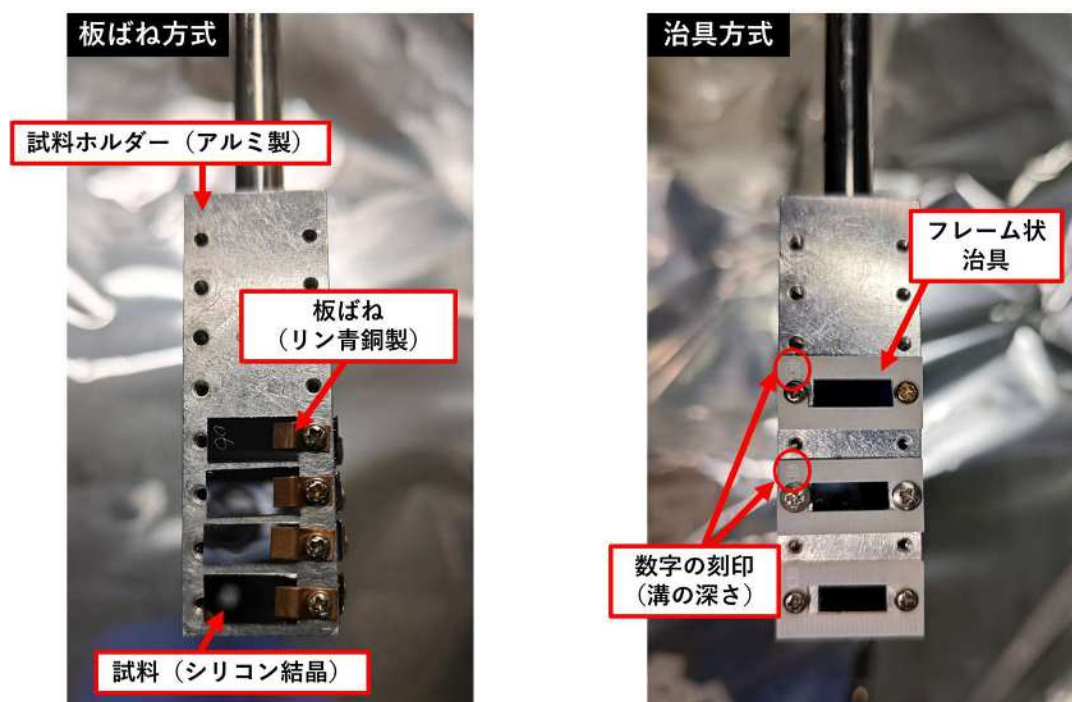


図 1 試料ホルダーに固定された結晶試料（左：板ばね方式、右：治具方式）

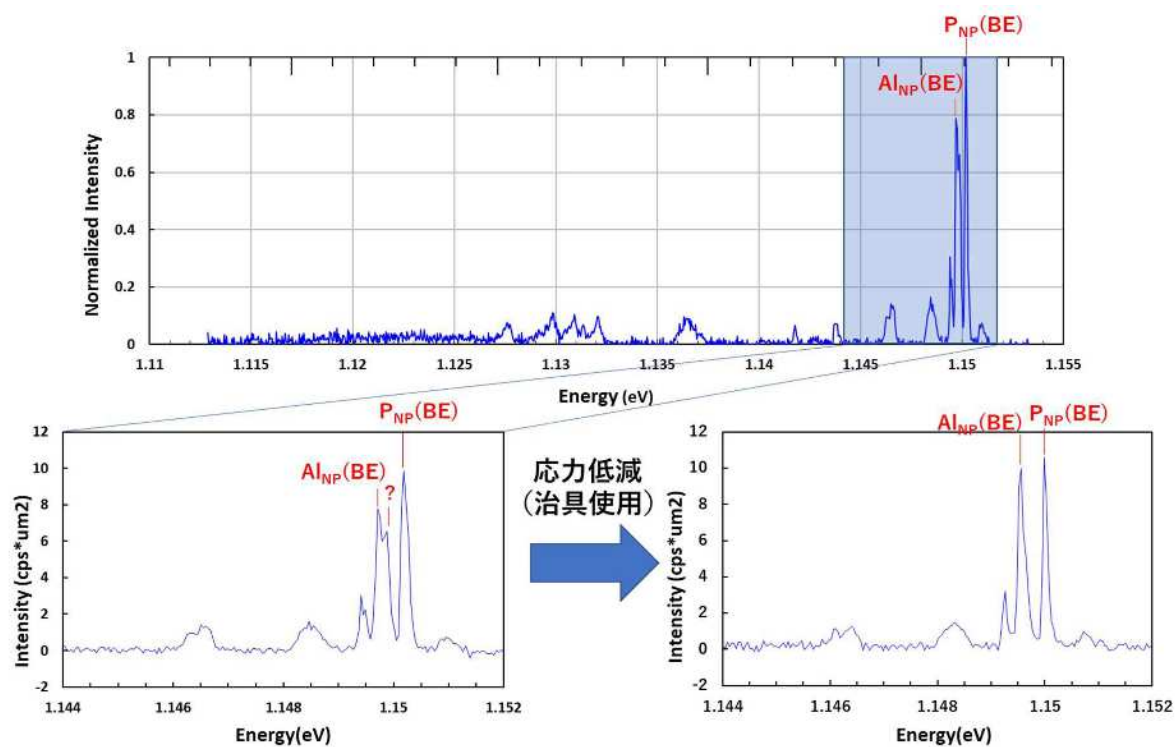


図 2 Al 標準試料の NP 線領域 PL スペクトル

（上：全体図 下：NP 線近傍を拡大、応力の有無でピークが変化）