

# 高加速試験による評価期間短縮と保護膜の解析技術向上

井上昇一\*  
Koichi Inoue  
佐々木 肇†  
Hajime Sasaki  
日坂隆行†  
Takayuki Hisaka

Shortening of Evaluation Time by Highly Accelerated Stress Test and Improvement of Analysis Technique for Protection Coating

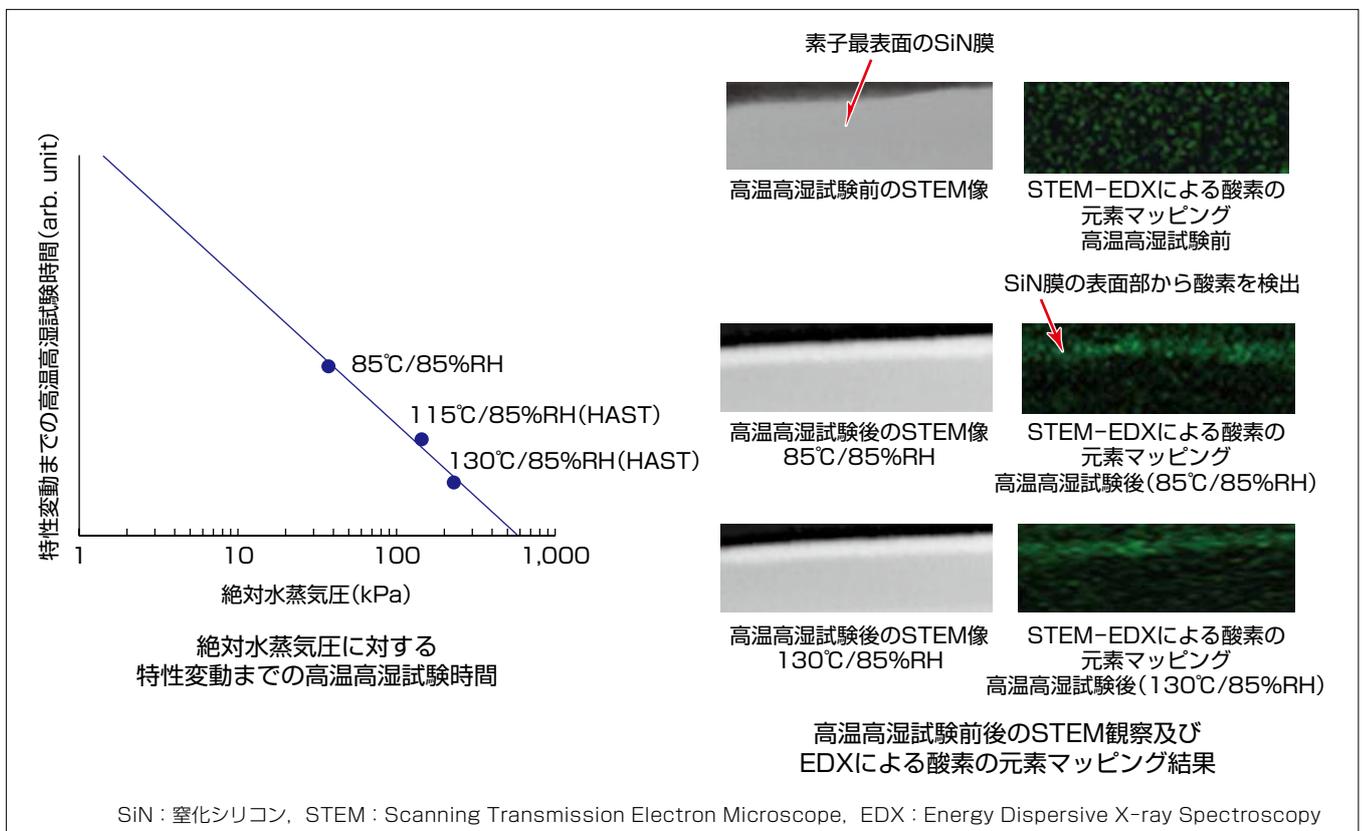
## 要 旨

光半導体素子は、温湿度環境による特性変動を防止するため、ハーメチックパッケージに封入されることが多い。しかし、データセンターでは封入せずに使用されることが主流になり、素子そのものの耐湿性の確保が不可欠になってきた。

素子を長期間使用したときの特性変動を見る目的で信頼性試験を実施しているが、この信頼性試験を製品の使用温湿度で実施すると数年単位の時間がかかることがあるため、条件を厳しくした加速試験を行うのが一般的である。ただし、本来の使用条件での変動メカニズムと異なる現象が現れた場合には加速試験にならない。そのため、試験後の素子を解析し、本来の使用条件での変動メカニズムと同一であることを確認する必要がある。

今回、開発中の光半導体素子の耐湿性を評価するに当たって、高加速試験(Highly Accelerated Stress Test : HAST)が適用できるか検証した。まず、素子が特性変動するまでの時間に関して、絶対水蒸気圧と相関があることが分かった。また、変動メカニズムに関して試験前後の素子を解析し、素子の保護膜最表面部の数nmが酸化することで体積が膨張し、応力が変化したことが特性変動の原因であることを明らかにした。この変動メカニズムはHASTである130℃/85%RH(Relative Humidity)の条件でも、一般に用いられる85℃/85%RHの条件と同一であった。

これらの結果、HASTが適用できることを実証できたため、今後の製品開発では信頼性試験の短期化が図れる。



## 絶対水蒸気圧に対する特性変動までの高温高湿試験時間と試験後の解析結果

光半導体素子の高温高湿試験でHASTを検証し、特性変動までの時間と絶対水蒸気圧に相関があることが分かった。加速試験として適用できるか判断するため、試験後の素子を解析した。変動メカニズムは高加速条件である130℃/85%RHでの試験でも、一般に用いられる85℃/85%RHの条件と同一で、素子の保護膜最表面部の数nmが酸化することで体積が膨張し、応力が変化したことが特性変動の原因であることを明らかにした。

## 1. ま え が き

インターネット上のクラウドサービスやスマートフォンなどの移動体通信端末が普及することによって、日々増大する通信トラフィックに対応するため、光通信半導体素子の需要が高まっている。情報化社会を支えるキーデバイスとして、光半導体素子の使用に際して現れる経時的変化及び変動の要因を把握することはますます重要になっている。

光半導体素子の特性に影響を与える要因として、温度、湿度、電流、電圧が挙げられる。このうち温湿度の環境条件に対する特性変動を防止するためには、ガラス、セラミックや金属などを用いたハーメチックパッケージに封入して一定の条件に保つ方法が採られることが多い。しかし、データセンターではハーメチックパッケージに封入せずに使用されることが主流になりつつあり、光半導体素子そのものの耐湿性の確保・検証が要求されるようになってきた。

素子を長期間使用したときの特性変動を見る目的で信頼性試験を実施しているが、この信頼性試験を製品の使用温湿度で実施すると数年単位の時間がかかることがあるため、条件を厳しくした加速試験を行うのが一般的である。光半導体素子に要求される信頼性規格として、Telcordia GR-468-CORE issue2<sup>(1)</sup>が用いられることが多く、三菱電機もそれに準拠した試験を長年行ってきた。しかし、そのTelcordia GR-468-CORE issue2の仕様に準拠した温湿度条件(85℃/85%RH)での高温高湿試験でも、試験時間は数千時間も必要で、製品開発スケジュールでネックになり得る。市場で起こる特性変動を検証するには、これらの時間を短縮する必要がある。

本稿では、開発中の光半導体素子で検証した、高温高湿試験の時間短縮と、試験で変化した耐湿性保護膜を評価するために用いた解析技術について述べる。

## 2. HAST条件の適用とその加速性

### 2.1 HAST条件の適用

今回、Telcordia GR-468-CORE issue2の仕様に準拠した85℃/85%RHでの高温高湿試験に対して、更なる加速試験としてHASTの適用を検討することにした。HASTの導入に当たって特に注意すべきことは、本来の使用環境での変動メカニズムと異なる現象が現れた場合には、加速試験にならないことである。

今回は、HASTの温湿度条件として、絶対水蒸気圧の変化量を大きく取るために温度は115℃及び130℃の2条

件、湿度は85%RHの1条件で検証することにした。表1に温湿度環境に対する絶対水蒸気圧を示す。温度を上げるとともに絶対水蒸気圧も上がり、HASTの条件では大気圧(101.3kPa)を超えてくることが分かる。

### 2.2 HAST条件の加速性

図1にHAST試験槽を示す。水を加熱して発生させた水蒸気を更に加熱し、ファンによる攪拌(かくはん)と弁での圧力調整で高温高湿の環境を作り出す一槽式装置を用いた。図2に絶対水蒸気圧に対して、光半導体素子の特性が変動するまでの高温高湿試験時間をプロットしたグラフを示す。Telcordia GR-468-CORE issue2に準拠した85℃/85%RHでの試験結果と合わせた計3条件に対して評価した。その結果、特性変動が起きるまでの試験時間を絶対水蒸気圧のべき乗でプロットすると相関があることが分かった。

表1. 温湿度環境に対する絶対水蒸気圧

温湿度環境	絶対水蒸気圧(kPa)	
55℃/85%RH	13.3	従来条件
65℃/85%RH	21.3	
85℃/85%RH	49.1	
115℃/85%RH	143.0	HAST条件
130℃/85%RH	229.0	

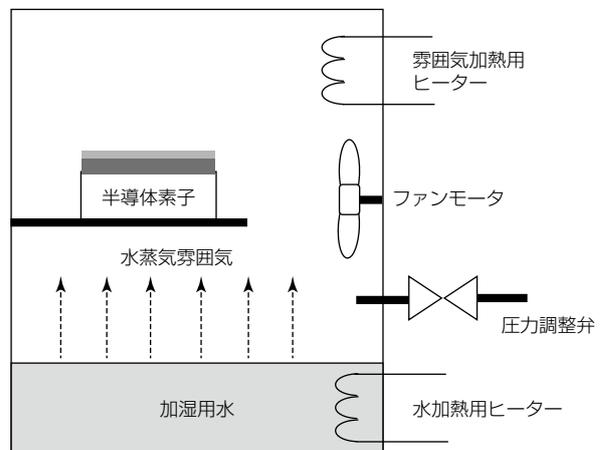


図1. HAST試験槽

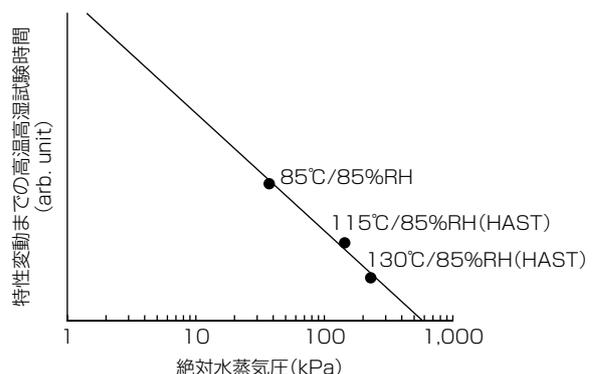


図2. 絶対水蒸気圧に対する特性変動までの高温高湿試験時間

### 3. 試験後の解析手法と解析結果

#### 3.1 試験後の解析手法

高温高湿試験の結果はHAST条件でも加速性が得られていることを示唆する結果になったが、その結果が妥当であると判断するためには、試験前後の光半導体素子を解析し、従来の試験条件と同じ変動メカニズムであるかを確認する必要がある。また、温湿度環境で現れる変動メカニズムの知見を得ることも、今後のデバイス開発、プロセス条件の決定や工程管理技術などの改善を進めていくために重要であると考えられる。

当社はこれまでも製品開発での信頼性試験で発生した変動に対して解析調査を行い、その原因を明らかにしてきた。解析調査では、対象とする材料や推定した変動メカニズムによって様々な装置や手法を適切に使い分けことが重要になる。

今回は絶対水蒸気圧に対して加速性があることから、光半導体素子の最表面の保護膜として用いたSiN膜が吸湿によって酸化することで体積が膨張し、応力が変化したのではないかと変動メカニズムを推定した。そこで、最表面のSiN膜を走査透過型電子顕微鏡(STEM)で観察し、従来行ってきた元素分析方法であるエネルギー分散型X線分析(EDX)及び、電子エネルギー損失分光法(Electron Energy Loss Spectroscopy : EELS)による組成分析と化学結合状態の評価を行った。図3にSTEM, EDX, EELSの測定系を示す。STEM観察は図のように集束イオンビーム(Focused Ion Beam : FIB)やイオンミリングなどで薄片に加工した固体試料に電子線照射し、透過した電子線を検出して像を得る観察方法である。EDXは試料に電子線を照射した際

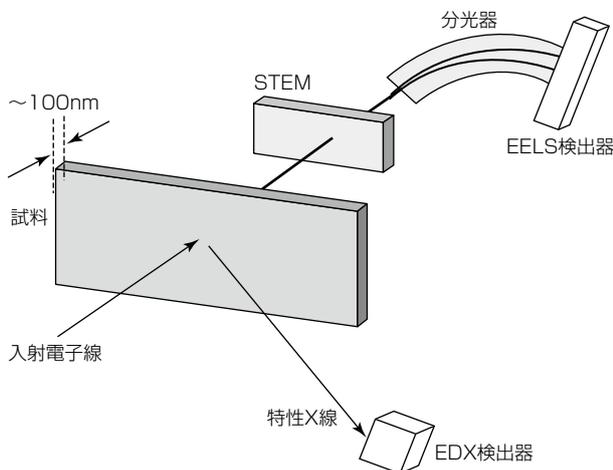


図3. STEM, EDX, EELSの測定系

に、試料から放出される特性X線のエネルギーを検出する。特性X線のエネルギーが元素固有の値であるため、試料の構成元素を特定できるが、化学結合状態を含めた組成までは識別できない。一方、EELSは、電子線が透過した際に試料内の電子を励起するために失ったエネルギーを計測することで、組成、構造、電子状態を解析する手法である。EELS測定時の電子ビーム径は0.2nmであり原子1個レベルの分解能でサンプルの状態を分析できる。内殻励起とプラズモン励起の多重散乱効果を抑制するため、サンプルの厚さはできるだけ薄い方が良く、表面ダメージがなければ30nm程度が理想であるが、今回用いたサンプルはFIB加工の精度やダメージを考慮し、サンプルの厚さは約100nmとした。

#### 3.2 STEM観察とEDXマッピングによる解析

高温高湿試験前のSiN膜と高温高湿試験を行った後のSiN膜に対してSTEM観察及びEDXマッピングで解析した結果を比較した。図4に酸素の元素マッピング結果を示す。図から、光半導体素子最表面にあるSiN膜のさらに表面部で、試験後にSTEM像でのコントラストが変化しており、かつその部分からは酸素が検出されることが明らかになった。この変動は、HAST条件である130℃/85%RHでの高温高湿試験でも、Telcordia GR-468-CORE issue2に準拠した85℃/85%RHでの高温高湿試験と同じ変動であることが確認できた。このことから、HASTが適用できることを実証できた。今後、開発品の耐湿性検証の効率化に大きく寄与できる。

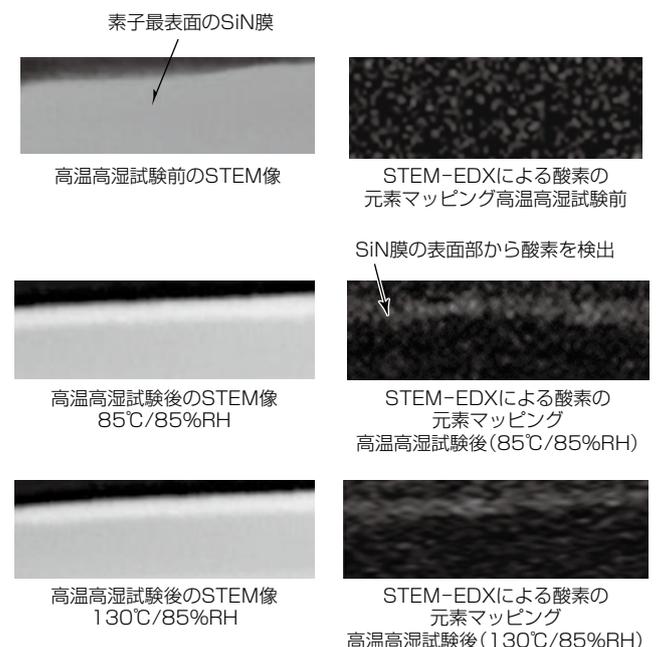


図4. STEM観察及びEDXによる酸素の元素マッピング結果

### 3.3 EELSによる解析

EDX分析によって高温高湿試験後のSiN膜の最表面部に酸素が存在することが明らかになったが、その部分の組成と化学結合状態を詳細に調査するため、EELSによる解析を実施した。図5に高温高湿試験(130°C/85%RH)後のSiN膜のSTEM拡大像及びEELS分析箇所を、図6にSTEM-EELSによる点分析のスペクトルをそれぞれ示す。分析箇所は図5の分析点1及び分析点2である。このデータは測定したデータからノイズを差し引くことで求められる最終的なスペクトルである。表層から4nm以上内側の分析点1はSiNである<sup>(2)(3)</sup>。106eV付近にL<sub>2</sub>, L<sub>3</sub>殻の吸収によるピークが、160eV付近にL<sub>1</sub>殻の吸収によるピークが見られる。

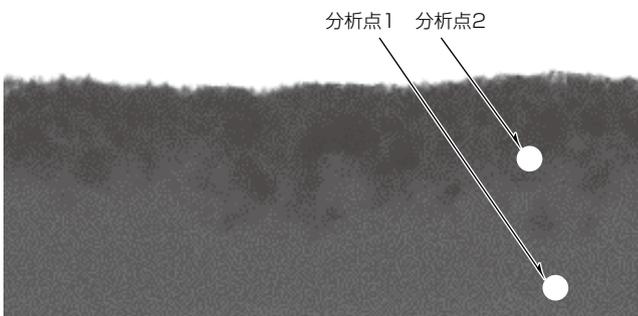
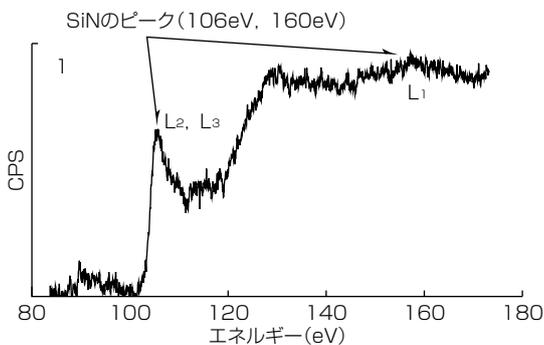
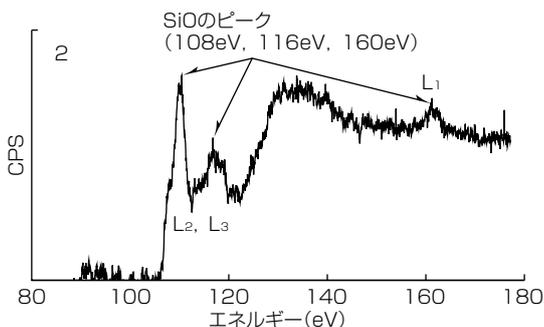


図5. 高温高湿試験(130°C/85%RH)後のSiN膜のSTEM拡大像及びEELS分析箇所



(a) 分析点1 (図5)



(b) 分析点2 (図5)

CPS : Count Per Second

図6. 高温高湿試験(130°C/85%RH)後のSiN膜の点分析の結果

が見られる。106eVはSi(ケイ素)-N(窒素)結合によるものである。一方で、表層から2~3nm程度の分析点2はSiO(酸化シリコン)である<sup>(2)(3)</sup>。108eVと116eV付近にL<sub>2</sub>, L<sub>3</sub>殻の吸収によるピークが、160eV付近にL<sub>1</sub>殻の吸収によるピークが見られる。EDXでは元素分析しかできないが、EELSを用いた化学状態の分析によって、高温高湿試験によってSiN膜の表層から2~3nm程度の領域が酸素と結合してSiOへと変質し、4nm以上内部はSiNのまま変質していないことがより明確になった。SiN膜の一部がSiOに変化したことで、体積膨張が起きた結果として光半導体素子が受ける応力が変化し、特性変動が起きたと考えられる。

EELS分析によって、高温高湿試験でSiN膜の平坦(へいたん)部は、表面から2~3nmの領域が酸化してSiOに変質することが明らかになったが、SiN膜の成膜が2段階で行われ、表面に露出した成長界面ができた部分では、成長界面も高温高湿試験で酸化しやすいことが判明した。図7に高温高湿試験(130°C/85%RH)後のSiN膜の成長界面部でのSTEM拡大像を示す。図7の分析点Aを含む側が1層目SiN膜、分析点Cを含む側が2層目のSiN膜で、分析点Bが成長界面部になる。図8に分析点A, B, CそれぞれのEELSによる点分析のスペクトルを示す。図のように成長界面であるB地点は表層部と同様に酸化してSiOになっている。一方で成長界面から4nm程度離れた分析点A及び分析点CではSiN膜のまま、酸化はしていなかった。このように、高温高湿試験によって、表面及び露出した成長界面からSiN膜が酸化していくことが明らかになった。この知見を用いてSiN膜の加工方法及び加工条件を最適化し、露出した成長界面を減らすことで耐湿性を更に向上させることが可能であると考えられる。

今回、数nmオーダーの微小領域に対して詳細に解析を行うことで、保護膜の表面からの酸化を捉えることができた。今後、光半導体素子の解析では、更に微細な原子サイズの解析を行える技術が必要になってくるため、より一層の解析技術の向上に努める。

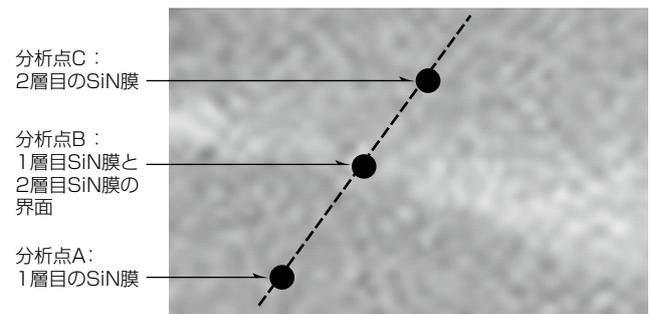


図7. 高温高湿試験(130°C/85%RH)後のSiN膜の成長界面部でのSTEM拡大像

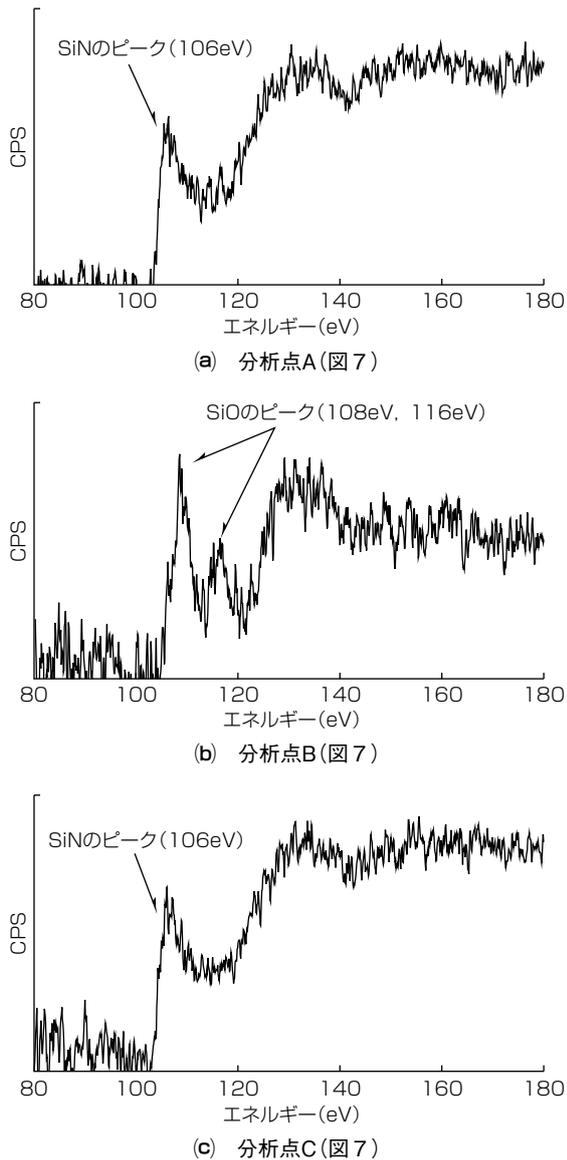


図8. 高温高湿試験(130°C/85%RH)後の保護膜界面のEELSによる点分析結果

## 4. む す び

今回、開発中の光半導体素子の耐湿性評価を行うに当たって、HASTが適用できるかどうかを検証した。その結果、130°C/85%RHでの高温高湿試験でも、Telcordia GR-468-CORE issue2に準拠した85°C/85%RHでの高温高湿試験と光半導体素子の変動メカニズムが同じであることが確認でき、妥当な加速試験として扱えることを実証した。この条件を用いて、高温高湿試験時間を短縮することで、今後の製品開発での信頼性試験の短期化が図れる。

今回の試験前後の素子の解析に当たっては、数nm程度の微小な領域まで観察することで変動メカニズムの同一性を確認した。このように光半導体素子の解析ではnmオーダーの分解能を持つ観察・解析を行う解析設備と技術が必須になっている。

当社は社内で豊富な試験技術及び分析・加工技術を持っており、このような試験から解析までを迅速にできる。今回得られた知見は、今後の解析評価に活かしていく。

## 参 考 文 献

- (1) Telcordia : Generic Reliability Assurance Requirements for Optoelectronic Devices Used in Telecommunications Equipment, GR-468 Issue Number 02 (2004)
- (2) Maigné, A., et al. : Review of recent advances in spectrum imaging and its extension to reciprocal space, J. Electron Microscopy, **58**, No.3, 99~109 (2009)
- (3) Park, J., et al. : Electron Energy Loss Spectroscopy Characterization of TANOS(TaN/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>/SiO<sub>2</sub>/Si)Stacks, Microsc Microanal. 2013, **19**, Suppl 5, 109~113 (2013)