

# Développement de la gravure plasma O<sub>2</sub> pour la réalisation de composants de puissance diamant

Raid GOURAD<sup>1</sup>, Ralph MAKHOUL<sup>1</sup>, Karine ISOIRD<sup>1</sup>, Josiane TASSELLI<sup>1</sup>,  
Alain CAZARRE<sup>1</sup>, Aurélie LECESTRE<sup>1</sup>, Guillaume LIBAUDE<sup>1</sup>

<sup>1</sup> LAAS-CNRS, Université de Toulouse, CNRS, UPS, Toulouse, France

**RESUME** – Le projet ANR MOVeToDIAM vise la réalisation de diodes TMBS et de transistors MOSFET verticaux à canal P et à grille en U. Cela nécessite la maîtrise d'étapes technologiques clés comme la gravure sèche RIE-ICP pour former la structure mesa de la diode TMBS et pour l'ouverture de la grille du transistor MOSFET. Nous présentons ici les travaux d'optimisation de la gravure sèche du diamant à base d'Oxygène.

**Mots-clés**—Diamant, MOS, gravure sèche RIE

## 1. INTRODUCTION

Les exigences de l'électronique de puissance en termes de fortes tensions, de fortes densités de puissance, de température et de fréquences plus élevées étant de plus en plus sévères, des matériaux alternatifs au silicium sont étudiés pour concevoir les composants de demain. C'est le cas du diamant, semi-conducteur à très large bande interdite ( $E_g = 5,5$  eV) aux propriétés prometteuses [1].

La fabrication de composants de puissance tels que les transistors MOS nécessite la maîtrise de nombreuses étapes technologiques [2]. Certaines restent un défi à relever comme le dépôt de diélectrique et le contrôle de l'interface entre diamant et diélectrique [3], et d'autres sont partiellement contrôlées, comme la réalisation de contacts ohmiques faiblement résistifs, ou encore la gravure et restent à optimiser en fonction des structures de composant choisies ou des applications.

Pour réaliser des diodes TMBS à base de diamant (Trench MOS Barrier Schottky diodes) ainsi que des transistors MOS à canal P à grille en tranchée (U-pMOS) [4], démonstrateurs du projet MOVeToDiam, il est impératif d'optimiser l'étape de gravure. Elle doit permettre d'obtenir des tranchées dont les flancs sont parfaitement verticaux, tout en limitant la rugosité de surface et la surgravure au pied de la tranchée.

Nous présentons ici les résultats de l'étude menée sur la gravure ICP-RIE du diamant à base d'oxygène, pour deux types de masque de gravure : un masque métallique en aluminium et un masque de diélectrique, le SiO<sub>2</sub>.

## 2. GRAVURE PLASMA DU DIAMANT

L'inertie chimique extrême du diamant le rend pratiquement imperméable aux solutions standards de gravure humide. La gravure des couches diamant par la voie sèche au moyen d'un plasma ou d'un faisceau d'ions est donc incontournable. L'objectif est donc de développer un procédé de gravure sèche RIE-ICP visant un profil de gravure anisotrope, une faible rugosité de surface après gravure et la

réduction du phénomène de surgravure au pied des tranchées communément appelé trenching.

Cette limitation du trenching est primordiale lors de la fabrication de composants MOS afin de s'affranchir de l'accroissement local du champ électrique au pied de la gravure et donc du claquage prématuré des composants.

Nous présentons ici les travaux menés afin de graver des épaisseurs de diamant de l'ordre de 4 à 6  $\mu\text{m}$  pour la définition de la grille des transistors MOS à canal P à grille en tranchée (U-pMOS) et pour la réalisation du mesa des diodes TMBS [4]. L'objectif est d'obtenir des gravures de diamant avec absence de trenching tout en assurant le meilleur compromis vitesse de gravure, rugosité de surface et sélectivité.

### 2.1. Les paramètres de la gravure plasma

La gravure sèche RIE-ICP est une combinaison des deux mécanismes de gravure physique et chimique dû aux espèces en présence lors de la gravure. Le générateur ICP (Inductively Coupled Plasma) permet de générer le plasma et de contrôler la densité des espèces chimiques réactives dans le plasma : la puissance ICP, notée  $P_{\text{ICP}}$ , favorise la gravure chimique. La puissance de polarisation, notée  $P_{\text{bias}}$ , permet de diriger les espèces ioniques vers l'échantillon et favorise donc la gravure physique.

Il est également nécessaire de contrôler la pression dans le bâti de gravure : les fortes pressions de gaz diminuent l'énergie des ions et favorisent la gravure chimique.

Le choix des espèces utilisées dans le plasma a aussi un impact sur la gravure. Elles permettent soit de favoriser la gravure physique par l'accélération des ions chimiquement non réactifs, soit de favoriser la gravure chimique qui s'obtient en choisissant des espèces qui réagiront chimiquement avec le matériau à graver. Le contrôle de ces deux aspects de gravure liés aux espèces présentes dans le plasma permet d'assurer un bon état de surface et une absence de surgravure.

Le masque de gravure a également son importance. Il doit assurer une bonne adhérence sur le matériau à graver et une bonne résistance au bombardement ionique notamment pour les gravures profondes afin de minimiser la rugosité de surface résultant du micromasquage.

L'évaluation d'un procédé de gravure est basée sur les critères suivants : une bonne vitesse de gravure, l'anisotropie du procédé, une bonne sélectivité et un bon état de surface.

### 2.2. La gravure plasma O<sub>2</sub> avec masque d'aluminium

Des procédés de gravure Ar/O<sub>2</sub> ont précédemment été développés au laboratoire pour des couches de diamant

supérieures à 10  $\mu\text{m}$  avec des vitesses de gravure de 8,3  $\mu\text{m}/\text{h}$  et une sélectivité de 28 [5]. Ce mélange permet de combiner deux mécanismes, la gravure chimique liée à l'oxygène et la gravure physique due aux ions argon. Bien que ce procédé présente une vitesse de gravure élevée, il induit une dégradation de la rugosité de surface du diamant provoquée par du micromasquage et une surgravure au niveau des pieds des motifs. Pour pallier ces contraintes, des tests de gravure à base de  $\text{Ar}/\text{O}_2 + \text{CF}_4/\text{O}_2$  basée sur la méthode « Bosch » ont été réalisés et ont donné des vitesses de gravure de 7  $\mu\text{m}/\text{h}$ , une sélectivité de 27, une rugosité de surface réduite mais avec l'apparition de trenching [6].

Le changement de réacteur de gravure ICP/RIE nous a conduit à recalibrer les gravures, en cherchant à privilégier la composante chimique du procédé. En effet, le mélange  $\text{Ar}/\text{O}_2$  dégrade la rugosité de surface du diamant et provoque le phénomène de trenching. Nous avons donc choisi de caractériser un procédé de gravure du diamant à base d'oxygène seul.

Les échantillons de test sont de type diamant CVD monocristallin d'orientation (100) et de dimension 3x3  $\text{mm}^2$ , de chez Element Six. Le réacteur de gravure est de type SENTECH SI500-DRIE. Nous avons utilisé dans un premier temps un masque d'aluminium, d'une épaisseur de 700 nm déposé par évaporation thermique. Des plots métalliques sont réalisés à la surface par lithographie laser en utilisant la technique de lift off.

En effet, différents travaux bibliographiques ont été menés sur le choix du masque pour la gravure diamant. On peut citer les études de D.T. Tran et al [7] portant sur l'utilisation de divers masques pour évaluer leur influence sur la gravure du diamant : des masques de  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Si}_3\text{N}_4$  et aluminium ont été utilisés avec un plasma  $\text{Ar}/\text{O}_2$ . Il en résulte que le masque en aluminium présente une sélectivité élevée du fait de sa bonne résistance aux gaz de gravure  $\text{Ar}/\text{O}_2$ .

### 2.2.1. Influence de la puissance du plasma $P_{\text{ICP}}$

Afin d'éviter le phénomène de trenching, nous avons privilégié la diminution de la composante physique de la gravure en utilisant le gaz  $\text{O}_2$ . Les paramètres choisis sont ceux d'un procédé développé précédemment au sein du LAAS, seul le masque a été modifié [8] : débit de  $\text{O}_2$  de 25 sccm, puissance de polarisation  $P_{\text{bias}}$  de 5 W, pression de 5 mTorr. La puissance du plasma  $P_{\text{ICP}}$  est fixée à 500 W. Un cycle de gravure est limité à 30 min afin d'éviter l'auto-échauffement créé par le plasma à la surface de l'échantillon.

La Fig. 1 montre les vues MEB du fond et des flancs de gravure pour des temps de gravure de 1 h (2 cycles de 15 min + 1 cycle de 30 min) et 2 h (4 cycles de 30 min). La gravure est anisotrope, il n'y a pas de micromasquages liés à des redépôts du masque d'Aluminium. On ne note pas de trenching au pied de la gravure de par la diminution de la gravure physique. Les vitesses de gravure restent cependant faibles, avec une saturation au-delà de 20 min (Fig. 2). On mesure alors une vitesse de gravure de l'ordre de 10 nm/min, valeur trop faible pour atteindre la profondeur souhaitée entre 4 et 6  $\mu\text{m}$ .

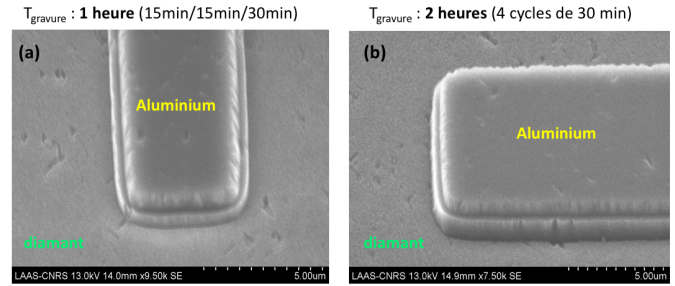


Fig. 1. Images MEB du fond et du flanc de gravure pour différents temps de gravure à  $P_{\text{ICP}} = 500 \text{ W}$  et  $P_{\text{Bias}} = 5 \text{ W}$  : a) 1 heure pour 3 cycles successifs (15min/15min/30min) ; b) 2 heures pour 4 cycles successifs de 30 min

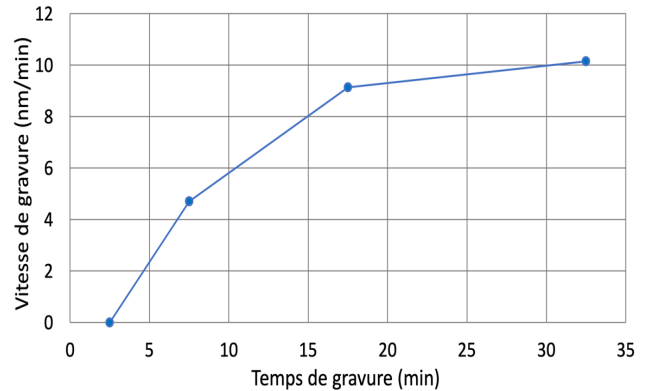


Fig. 2. Evolution de la vitesse de gravure  $\text{O}_2$  à  $P_{\text{ICP}} = 500 \text{ W}$  et  $P_{\text{Bias}} = 5 \text{ W}$  en fonction du temps de gravure

Nous avons alors augmenté la puissance du plasma à 750 W : la vitesse de gravure diminue de 10 nm/min à 2 nm/min. La densité des ions et de radicaux d'oxygène dissociés augmentant dans le plasma, l'énergie des ions n'est plus suffisante pour atteindre la surface à graver.

### 2.2.2. Influence de la puissance de polarisation $P_{\text{Bias}}$

La vitesse de gravure obtenue étant trop faible, nous avons augmenté la puissance de polarisation  $P_{\text{Bias}}$  jusqu'à 50 W, afin de favoriser la composante physique de la gravure, pour  $P_{\text{ICP}}$  fixé à 500 W. Le Tableau 1 regroupe les différentes caractéristiques de la gravure pour un temps de gravure de 15 min et pour des puissances de polarisation de 20 W, 35 W et 50 W. En augmentant le  $P_{\text{Bias}}$  de 5 W à 50 W, on multiplie par 10 la vitesse de gravure jusqu'à atteindre 5  $\mu\text{m}/\text{h}$ .

Tableau 1. Résultats de la gravure  $\text{O}_2$  avec masque Al en fonction de  $P_{\text{Bias}}$  pour  $P_{\text{ICP}} = 500 \text{ W}$  et un temps de gravure de 15 min.

$P_{\text{Bias}}$ (W)	20	35	50
Épaisseur gravée ( $\mu\text{m}$ )	0,63	0,95	1,22
Vitesse de gravure ( $\mu\text{m}/\text{h}$ )	2,5	3,9	4,9
Sélectivité	33	21	11
Rugosité avant gravure (nm)	3,3	1,8	1,5
Rugosité après gravure (nm)	7,9	3,5	6

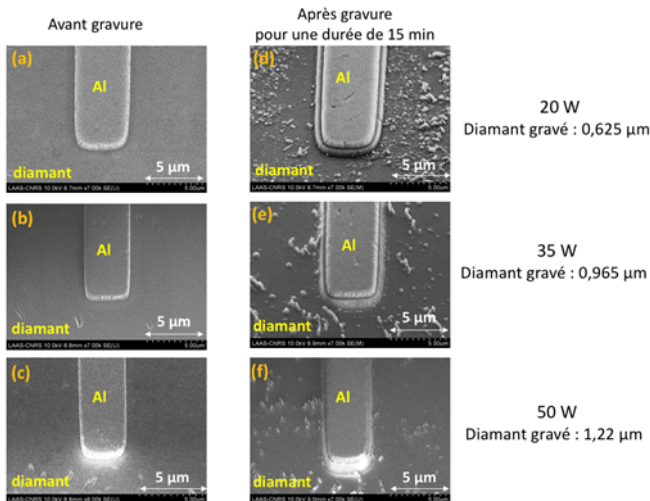


Fig. 3 : Images MEB du fond et du flanc de gravure avant (a, b, c) et après gravure  $O_2$  pour un temps de gravure de 15 minutes à  $P_{ICP} = 500$  W et pour différentes puissances de polarisation : d) 20 W ; e) 35 W ; f) 50 W.

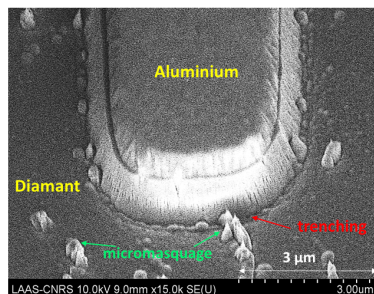


Fig. 4. –Image MEB de la gravure  $O_2$  à  $P_{ICP} = 500$  W et  $P_{Bias} = 50$  W pour un temps de gravure de 15 min.

Les résultats obtenus pour une puissance de polarisation de 35 W semblent satisfaisants avec une sélectivité de 21, une vitesse de gravure de l'ordre de  $4 \mu\text{m/h}$  et surtout l'absence de trenching. La rugosité de surface n'augmente que d'un facteur 2, elle varie de  $2,86 \text{ nm}$  à  $4,48 \text{ nm}$ . Mais du micromasquage apparaît lié à l'érosion du masque d'aluminium. Ce masque est sensible aux attaques physiques des ions d'oxygène ce qui crée des résidus d'aluminium qui se redéposent sur la surface.

### 2.3. Gravure avec masque $SiO_2$

Les paramètres retenus pour la suite de l'étude sont : débit de  $O_2$  de 25 sccm, puissance de polarisation  $P_{bias}$  de 35 W, pression de 5 mTorr et  $P_{ICP}$  fixée à 500 W.

Parmi les pistes envisagées pour optimiser la gravure du diamant nous avons choisi d'utiliser un masque de  $SiO_2$  afin de s'affranchir des micromasquages souvent liés à l'utilisation du masque d'aluminium [9]. Le  $SiO_2$  étant sensible aux plasmas fluorés et moins au plasma à base d'oxygène seul, il nous est apparu être le candidat idéal pour des gravures avec un plasma d'oxygène pur.

#### 2.3.1. Gravure diamant sans nettoyage BOE

Une couche de  $SiO_2$  de 530 nm est tout d'abord déposée sur l'échantillon par CCPECVD. Le  $SiO_2$  est ensuite gravé par RIE-ICP avec un plasma  $CHF_3$  dans les conditions suivantes : une puissance ICP de 500 W, une puissance RF de 60 W et une pression de 5 mTorr. Ces paramètres ont été choisis afin

d'avoir un profil de gravure anisotrope et ainsi obtenir des flancs de gravure du diamant les plus verticaux possibles.

La détection de fin de gravure s'effectue au moyen d'un laser (DFA) ce qui permet de remonter au temps de gravure qui est de l'ordre de 5 min 50 s. À l'issue de cette étape on élimine la résine avec un nettoyage acétone suivi d'un plasma  $O_2$ .

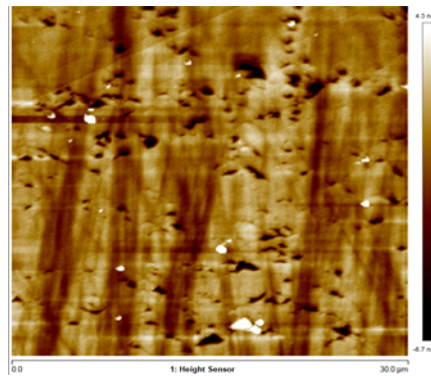


Fig. 5 : Image AFM de la surface du diamant après gravure  $CHF_3$  du masque  $SiO_2$

L'image AFM de la Fig. 5 montre l'état de surface du diamant après gravure du masque  $SiO_2$  à base de  $CHF_3$ . On retrouve bien les défauts intrinsèques du diamant sur la surface après gravure ce qui signifie qu'on a enlevé la totalité de la couche de  $SiO_2$ . La rugosité moyenne mesurée est de  $0,47 \text{ nm}$ .

Cinq cycles de gravure sont réalisés, d'une durée de 15 min chacun, pour atteindre une épaisseur de diamant gravé de  $6 \mu\text{m}$ . La gravure par cycle a permis d'éviter l'auto-échauffement de l'échantillon afin d'avoir une vitesse de gravure constante.

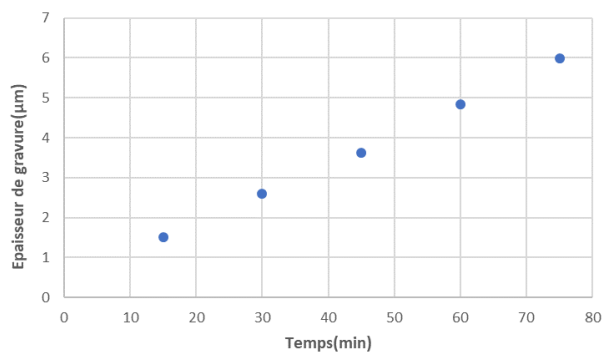


Fig. 6 : Evolution de l'épaisseur de gravure en fonction du temps pour un plasma  $O_2$  avec  $P_{ICP} = 500$  W et  $P_{bias} = 35$  W

Des caractérisations sont faites par MEB et AFM après chaque cycle afin de contrôler l'apparition de défauts, observer l'évolution des flancs de gravure et analyser l'état de surface. Les mesures au profilomètre mécanique indiquent que l'épaisseur de diamant gravé après chaque cycle est de  $1,1 \mu\text{m}$ , ce qui donne une vitesse de gravure de l'ordre de  $4,5 \mu\text{m/h}$ . Cela montre une amélioration de la vitesse de gravure de  $0,6 \mu\text{m/h}$  par rapport à celle avec le masque d'aluminium qui est de  $3,9 \mu\text{m/h}$ .

La Fig. 6 montre une variation linéaire de l'épaisseur de gravure au cours du temps ce qui signifie qu'au cours des

cycles l'épaisseur gravée reste quasiment constante, et donc la recette de gravure utilisée permet de conserver la même épaisseur après chaque cycle de gravure.

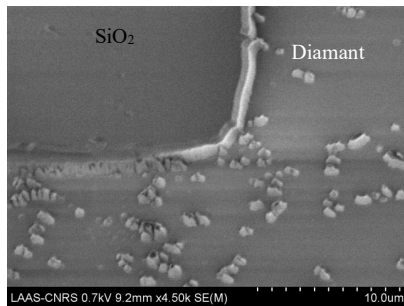


Fig. 7 : Image MEB après 15 min de gravure O<sub>2</sub> avec un masque en SiO<sub>2</sub>, pour P<sub>ICP</sub> = 500 W et P<sub>bias</sub> = 35 W

Sur la Fig. 7 on observe des défauts à la surface du diamant après 15 min de gravure. Lors des cycles de gravure suivants, on constate la présence des mêmes défauts, ce qui semblerait indiquer que ces derniers sont dus à des micromasquages de SiO<sub>2</sub> conséquence de résidus d'oxyde qui seraient restés après la gravure CHF<sub>3</sub>.

Une étape de nettoyage avec plasma O<sub>2</sub> a donc été ajoutée avant d'entamer la gravure de l'oxyde pour retirer tous les résidus de résine qui pourraient masquer la gravure de la couche de SiO<sub>2</sub>. Cependant on observe la présence du même type de défauts après gravure du diamant.

### 2.3.2. Gravure diamant avec nettoyage BOE

Afin d'éliminer les résidus de SiO<sub>2</sub> présents sur la surface du diamant après la gravure CHF<sub>3</sub>, on a procédé à un traitement chimique avec le BOE 1/7 (Buffered Oxide Etch) pendant 10 s.

Cette solution grave une couche d'oxyde avec une vitesse de 2 nm/s à 25 °C. La faible vitesse de gravure permet d'assurer un meilleur contrôle du retrait de l'oxyde résiduel tout en limitant l'isotropie de cette gravure humide et en préservant les dimensions du masque d'oxyde.

L'image MEB de la Fig. 8 présente l'état de surface après 5 cycles de gravure de 15 min avec une épaisseur de 5,9 μm. On constate l'absence des défauts observés précédemment, ce qui confirme l'élimination des résidus de la couche d'oxyde par le nettoyage BOE. Ceci montre aussi l'absence de redépôts qui pourraient être liés à la pulvérisation du masque SiO<sub>2</sub>.

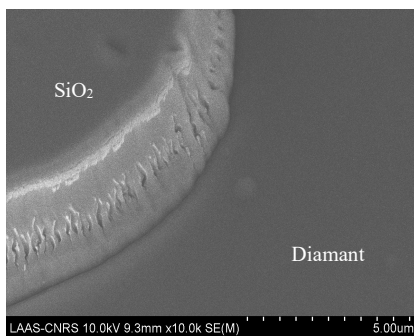


Fig. 8 : Image MEB après 1 h 15 min de gravure O<sub>2</sub> (5 cycles de 15 min) pour P<sub>ICP</sub> = 500 W et P<sub>bias</sub> = 35 W, avec un plasma O<sub>2</sub> avant et un nettoyage BOE après gravure du masque de SiO<sub>2</sub>.

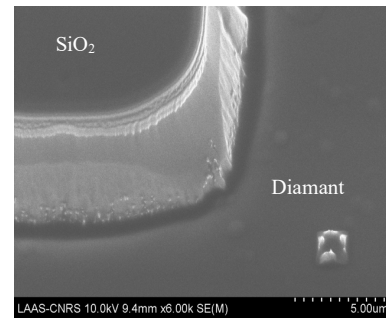


Fig. 9 : Image MEB après 2 h 45 min de gravure O<sub>2</sub> (11 cycles) pour P<sub>ICP</sub> = 500 W et P<sub>bias</sub> = 35 W

Après 2 h 45 min de gravure (11 cycles) l'épaisseur gravée est de 12,28 μm et comme le montre la Fig.9, il n'y a toujours pas de trenching ni de micromasquages. Ces résultats montrent l'efficacité de la recette de gravure avec le plasma O<sub>2</sub> avec une puissance de polarisation limitée à 35 W, qui permet de s'affranchir de la surgravure au pied des motifs.

Les observations AFM (Fig. 10) montre l'évolution de l'état de surface pour un cycle de gravure de 15 min (a) et 75 min (b). On peut observer une très faible augmentation de la rugosité, de 0,43 nm à 0,58 nm, ce qui indique que la recette de gravure à base d'oxygène permet de graver de fortes épaisseurs de diamant sans dégradation de la surface. La faible rugosité indique également la forte diminution de la densité des micromasquages liée à l'érosion du masque par rapport au masque métallique utilisé jusque-là.

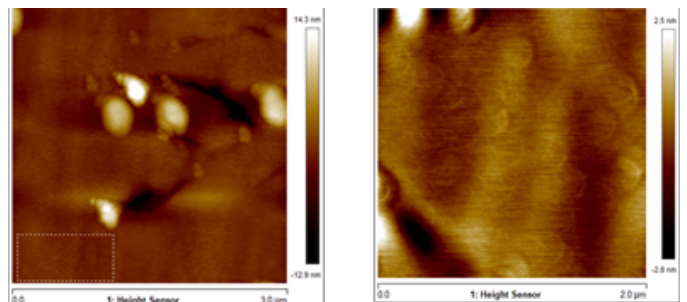


Fig. 10 : AFM après les premiers cycles de gravure O<sub>2</sub> pour P<sub>ICP</sub> = 500 W et P<sub>bias</sub> = 35 W avec un masque de SiO<sub>2</sub>. : a) après 15min, b) après 75min

Les résultats de gravure du diamant avec le masque SiO<sub>2</sub> ont montré que le diamant se grave préférentiellement par rapport au masque d'oxyde avec une sélectivité de 55 et une vitesse de gravure de 4,5 μm/h.

Les paramètres de la gravure O<sub>2</sub> choisis à savoir une puissance de polarisation de 35 W, une puissance ICP de 500 W, une pression de 5 mTorr et un débit de O<sub>2</sub> de 25 sccm ont donc permis d'éviter le trenching et la dégradation de l'état de surface liée au micromasquage.

## 3. CONCLUSIONS

Le développement de briques technologiques clés comme la gravure du diamant ouvre la voie vers la fabrication de composants MOS de puissance en diamant comme les diodes TMBS 6kV (*Trench MOS Barrier Schottky*) en diamant de type P. Ce type de composant de puissance nécessite de contrôler la gravure du diamant jusqu'à 6 μm de profondeur. Il est donc nécessaire pour cela de maîtriser cette étape en termes d'anisotropie et d'absence de résidus de gravure.

Nous avons choisi un procédé de gravure à base d'oxygène qui favorise la composante chimique de la gravure RIE afin de diminuer l'effet de surgravure au pied des zones gravées ainsi que le SiO<sub>2</sub> comme masque de gravure pour avoir une faible densité de défauts induits par les redépôts des résidus du masque. En effet de précédentes études ont montré que le masque en aluminium habituellement utilisé était à l'origine de micromasquages.

Les paramètres optimums retenus sont une puissance ICP de 500 W associée à une puissance de polarisation de 35 W pour un débit de O<sub>2</sub> de 25 sccm et une pression de 5 mTorr. Nous avons obtenu des vitesses de gravure de 4,5 µm/h sans altération du masque SiO<sub>2</sub> ni de la rugosité de surface du diamant. La vitesse de gravure et l'état de surface pourront-être sensiblement améliorés en optimisant la puissance de polarisation et la pression des gaz. Des tests d'un mélange de O<sub>2</sub>/CF<sub>4</sub> sont également prévus afin d'obtenir un état de surface du diamant avec une plus faible rugosité.

La poursuite de l'étude permettra la validation de ce procédé sur des échantillons avec une meilleure qualité cristalline et avec différents dopages afin d'évaluer l'impact du dopage sur la gravure.

#### REMERCIEMENTS

Ce travail a été soutenu par l'Agence Nationale de la Recherche ANR à travers le projet MOVEToDIAM : ANR-17-CE05-0019-02 et par la plateforme de micro et nanotechnologies LAAS-CNRS, membre du réseau français RENATECH.

#### 4. REFERENCES

- [1] L. Fontaine.al « Développement de briques technologiques pour la fabrication de composants MOS diamant : contacts ohmiques et capacités MIS sur diamant de type P » P. SYMPOSIUM DE GENIE ELECTRIQUE (SGE 2020), Jul 2021, Nantes, France.
- [2] L. Fontaine « Développement de briques technologiques pour la réalisation de composants de puissance MOS sur diamant », PhD Thesis, Université Paul sabatier, Toulouse III, 2020.
- [3] A. Marechal, « Metal-oxide-semiconductor capacitor for diamond transistor : simulation, fabrication and electrical analysis », Theses, Université Grenoble Alpes, 2015.
- [4] R. Makhoul, « Conception et caractérisation électriques de diodes de type TMBS et de transistors de type MOSFET en diamant pour la microélectronique de puissance ». PhD Thesis, Thèse de doctorat. Université de Lyon, 2022.
- [5] S .Koné, «Développement de briques technologiques pour la réalisation des composants de puissance en diamant monocristallin», PhD Thesis, l'Institut National Polytechnique de Toulouse., 2020.
- [6] Thion al., « Conception de protections périphériques applicables aux diodes Schottky réalisées sur diamant monocristallin », PhD Thesis, INSA de Lyon, 2012.
- [7] D.T. Tran , C. Fansler , T.A. Grotjohn , D.K. Reinhard , J. Asmussen «Investigation of mask selectivities and diamond etching using microwave plasma-assisted etching»Diamond & Related Materials 19 (2010) 778–782, <http://dx.doi.org/10.1016/j.diamond.2010.02.001>.
- [8] Gabriel CIVRAC «Vers la réalisation de composants haute tension, forte puissance sur diamant CVD. Développement des technologies associées.» PhD thesis, l'Institut National Polytechnique de Toulouse , 2009.
- [9] M.-L. Hicks, A. C. Pakpour-Tabrizi and R. B. Jackman, "Diamond Etching Beyond 10 µm with Near-Zero Micromasking," *Sci Rep*, vol. 9, no. 1, p. 15619, Dec. 2019, doi: 10.1038/s4159