

Mesures μ -OBIC sur diode bipolaire Diamant : une première !

Dominique PLANSON¹, Camille SONNEVILLE¹, Gabrielle MOULIN¹, Karine ISOIRD², Florent SEVELY², Luong Viet PHUNG¹, Mohamed BOURAS³, Rémi GILLET³, François JOMARD³, Marie-Amandine PINAULT-THAURY³, Rémi MESPLES-CARRERE⁴, Riadh ISSAOUI⁴, Jocelyn ACHARD⁴

¹ Univ Lyon, INSA Lyon, Ecole Centrale de Lyon, Université Claude Bernard Lyon 1, CNRS, Ampère, F-69621, Villeurbanne, France

² LAAS-CNRS, Université de Toulouse, CNRS, UPS, Toulouse, France

³ Université Paris-Saclay, UVSQ, CNRS, GEMaC, 78000 Versailles, France

⁴ LSPM-CNRS, Université Sorbonne Paris Nord, 93430 Villetaneuse, France

RESUME - Cette communication décrit pour la première fois la réalisation d'une diode bipolaire verticale en diamant qui présente des caractéristiques I(V) en direct et en inverse, pouvant donner lieu à des mesures micro-OBIC. L'OBIC est une technique de caractérisation spécifique permettant d'obtenir une image du champ électrique au sein d'un composant et ainsi d'analyser l'efficacité de ses protections périphériques.

Mots-clés—composant de puissance, composant vertical, diode bipolaire, diamant monocristallin, croissance CVD, technologie diamant, OBIC.

1. INTRODUCTION

Dans le contexte de la transition énergétique au profit des énergies décarbonées, on assiste au développement de convertisseurs adaptés au réseau HVDC. Ces convertisseurs nécessitent des composants actifs à semi-conducteur dont la tenue en tension visée est supérieure à 10 kV. Le diamant est un matériau prometteur pour les applications à très forte puissance, car il présente des propriétés électriques et thermiques nettement supérieures au Si, au SiC, ainsi qu'au GaN [1]. Dans ce cadre, des diodes bipolaires verticales en diamant ont été réalisées. Il existe peu d'études publiées sur les diodes bipolaires verticales en diamant en dehors de [2]. Bien que la tenue en tension de ces diodes ne soit pas encore optimisée, ce travail reporte l'utilisation de la mesure OBIC (Optical Beam Induced Current en anglais) pour obtenir l'image de la répartition du champ électrique en périphérie des diodes bipolaires diamant et ainsi tester l'efficacité des protections périphériques sur des diodes bipolaires en diamant.

2. ELABORATION DES DIODES BIPOLAIRES NiP

Les projets ANR MOVEToDiam (ANR-17-CE05-0019) et LAPIN113 (ANR-20-CE05-0032) ont abouti à l'élaboration de couches de diamant permettant la réalisation de diodes bipolaires PIN verticales, dont la structure est représentée sur la figure 1 [3].

2.1. Croissance des couches diamant (100)

L'échantillon étudié a été réalisé en deux temps, par dépôt chimique en phase vapeur, assisté par plasma micro-onde (MPCVD). Dans un premier temps, une couche très épaisse (>

500 μ m) de type p^+ a été mise en œuvre au LSPM sur un substrat de diamant commercial orienté selon (100) et de 3x3 mm² de surface. Les conditions de croissance utilisées sont celles de la référence [1] qui permettent l'élargissement de la surface jusqu'à 4.6x4.8 mm². La couche de type p^+ a été séparée du substrat par découpe laser, puis polie sur ses deux faces ; elle possède une épaisseur finale de l'ordre de 500 μ m. Une des faces a été polie de façon à présenter une surface désorientée d'environ 3.5° par rapport au plan (100). La couche autosupportée de type p^+ ainsi obtenue a servi, dans un second temps, de substrat p^+ pour l'empilement, sur la face désorientée, des couches i puis n^+ .

Avant d'être introduit dans le réacteur MPCVD « fait maison » du GEMaC, le substrat p^+ est nettoyé par traitement chimique pour éliminer les contaminations organiques et métalliques issues du polissage [3]. Le substrat p^+ est ensuite introduit dans le réacteur de croissance et déposé sur le porte-substrat. Après plusieurs heures de pompage secondaire pour atteindre la gamme de vide de quelques 10⁻⁸ mbar, de l'hydrogène est introduit dans le réacteur pour atteindre la pression de travail sous un flux total de gaz de 400 sccm. Le plasma est initié sous hydrogène et régulé à une puissance micro-onde de 230W et une pression de 75 mbar. La couche de type i est synthétisée par l'introduction de méthane pendant une durée de 1h10 ([C]/[H₂] = 1.8%). La couche de type n est ensuite réalisée en introduisant le précurseur du phosphore [4], avec un ratio [P]/[C] de 25% pendant 9 minutes. La croissance est arrêtée en stoppant l'alimentation de la source de micro-ondes. Les températures de croissance des couches, mesurées par un pyromètre Williamson bichromatique, sont de l'ordre de 900-925°C.

L'échantillon obtenu a été analysé par spectrométrie de masse d'ions secondaires (SIMS) sur l'équipement IM7f CAMECA du GEMaC. Dans le diamant, la technique SIMS est principalement utilisée pour détecter les impuretés, comme les dopants, en mesurant leur distribution sur la profondeur des couches épitaxiées. Les échantillons à analyser sont fixés dans un porte-échantillon maintenu en chambre d'analyse sous ultravide ($\sim 5 \times 10^{-10}$ mbar). La configuration Cs^+/M^- est employée : ions primaires positifs avec une source Cs^+ et détection d'ions secondaires négatifs de masse M [5]. L'énergie du faisceau primaire Cs^+ est fixée à 10 keV. Les ions secondaires

sont détectés en mode négatif en polarisant l'échantillon à -5 kV, ce qui conduit à une énergie d'impact des ions primaires de 15 keV et à un angle d'incidence d'environ 23° par rapport à la normale de l'échantillon. Le faisceau primaire est de quelques micromètres de diamètre et balaye la surface de l'échantillon sur une zone de $150 \times 150 \mu\text{m}^2$. Afin d'éviter les effets de bord dus à la pulvérisation du cratère, la zone analysée est restreinte à 40% à l'intérieur de la zone balayée, grâce à l'utilisation du système optique de transfert dynamique (DTOS) et d'une porte électronique (e-gate). A l'issue de l'analyse, la profondeur du cratère SIMS est mesurée à l'aide d'un profilomètre Dektak8 de Veeco-Bruker. En utilisant une intensité primaire de 60 nA, la vitesse de pulvérisation est d'environ 0,4 nm/s dans la matrice de diamant. Ces conditions SIMS ont été appliquées avec des réglages de haute résolution de masse (HMR). Les ions analysés sont l'ion carbone, $^{12}\text{C}^-$, qui est l'élément de matrice, l'ion bore, $^{11}\text{B}^-$, l'ion phosphore $^{31}\text{P}^-$ et l'ion moléculaire $^{11}\text{B}^{12}\text{C}^-$.

Afin de quantifier les résultats SIMS, des échantillons de référence sont analysés dans la même séquence et dans les mêmes conditions. Ce sont des substrats de diamant implantés en bore et en phosphore, dont les profils d'implantation sont connus. Leur mesure permet de déterminer le facteur de sensibilité relatif (RSF) nécessaire pour quantifier les résultats en transformant des intensités, mesurées en coups par seconde, en concentrations, exprimées en atomes par centimètre cube [5]. Les limites de détection sont également déterminées : 2.6×10^{14} at/cm³ pour le phosphore et 1.5×10^{15} at/cm³ pour le bore. Le schéma de l'échantillon est présenté en Fig. 1.a). Il est issu de l'analyse du profil SIMS de la Fig. 2b). La concentration en bore est très importante dans le substrat p⁺, de l'ordre de 4.0×10^{20} at/cm³, puis inférieure à la limite de détection sur les empilements. Le niveau de phosphore est quant à lui, à la limite de détection dans le substrat p⁺, puis faible dans la couche i (ou n⁻), avec une valeur de 2.3×10^{15} at/cm³, et enfin très important dans la couche n⁺ avec 2.5×10^{19} at/cm³. Le profil SIMS montre également que les interfaces présentent des variations de composition abruptes entre la couche n⁺ de 230 nm, avec la couche n⁻ de 2 240 nm, et la couche n⁻ avec le substrat p⁺.

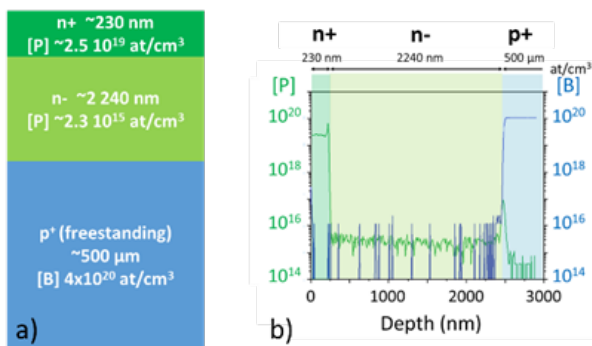


Fig. 1. a) Vue en coupe de l'empilement n⁺/n⁻/p⁺ & b) profils SIMS de la structure.

Cet échantillon de grande taille a permis la fabrication de diodes PIN verticales.

2.2. Procédé de fabrication des diodes

Pour fabriquer des diodes PIN de différentes formes (circulaire et carrée) et tailles (de 150 μm à 300 μm de diamètre/côté), l'échantillon a été nettoyé pour éliminer les contaminations liées à la croissance, principalement des traces de silicium et d'hydrogène, avec des solvants dans un bain à

ultrasons, suivi de bains acides (H₂SO₄/H₂O₂, HF, HNO₃, HCl). Une métallisation face arrière pleine plaque et une métallisation face avant avec masque de résine obtenu par lithographie laser ont été réalisées par dépôt physique en phase vapeur (PVD). Les contacts métalliques Ti/Pt/Au (50/50/500 nm) ont été recuits à 500 °C pendant 1 h sous azote. Deux étapes de gravure de méso par gravure plasma oxygène (RIE) ont été réalisées : l'une de ~200 nm, correspondant à l'épaisseur de la couche n⁺ et l'autre de 1000 nm, générant trois structures possibles de diodes : sans méso, avec méso peu profond et avec méso profond. Un schéma des différentes structures possibles, méso de 1000 nm, méso de 200 nm et sans de méso, est présenté Fig. 2 [6].

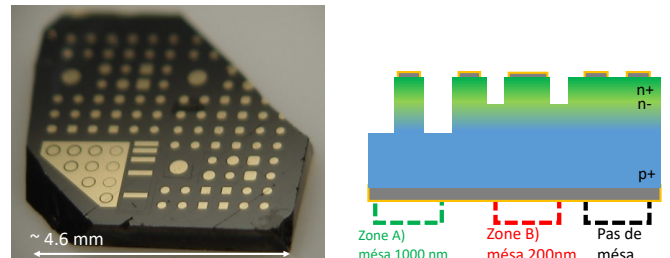


Fig. 2. a) Image des diodes réalisées sur l'échantillon diamant autosupporté. b) schéma des structures réalisées : diodes avec méso de 1000 nm, 200 nm et sans. L'anode se trouve en face arrière, et les contacts en surface correspondent à la cathode.

3. TECHNIQUE DE MESURE OBIC

Pour la première fois, la technique de caractérisation μ-OBIC a été appliquée à des diodes en diamant. Elle permet de mesurer le courant photo-induit par un faisceau optique (voir figure 3). Pour cela, un faisceau laser de longueur d'onde 349 nm est focalisé grâce à un objectif de microscope (15X), de manière à générer des paires électron-trou à l'intérieur du semi-conducteur. Le laser pulsé avec une fréquence de 1 kHz délivre une énergie de quelques μ-Joules par impulsion. Le dispositif sous test est placé sur une platine (x,y,z) et est soumis à une polarisation électrique inverse. Le déplacement de la platine permet de balayer la surface du dispositif par le laser et le courant photo-induit est alors mesuré à l'aide d'un microampèremètre. Cela permet ainsi de réaliser une cartographie du courant induit ou courant OBIC (Optical Beam Induced Current en anglais). La résolution spatiale, liée à la taille du spot lumineux, a été estimée à 1 μm, on peut alors parler de micro-OBIC [8]. Un programme de pilotage (langage Labview) permet de piloter la tension appliquée par la SMU Keithley 237 et de contrôler précisément la position de l'échantillon, grâce à des moteurs pas à pas.

L'intensité du courant photo-généré (OBIC) est liée à l'intensité du champ électrique et à la tension inverse appliquée, permettant ainsi d'évaluer l'efficacité des protections périphériques. Cette technique a déjà été décrite dans d'autres publications [7, 8, 9 et 10], majoritairement appliqué au carbure de silicium (SiC). Pour la première fois, nous allons appliquer cette technique au diamant qui fait partie des matériaux semiconducteur à très large bande interdite ($E_g=5.5$ eV). La génération d'un courant induit dans le diamant nécessite ici une génération avec deux photons. En effet le laser UV utilisé émet à une longueur d'onde de 349 nm correspondant à une énergie de 3.3 eV, inférieure à celle du gap du diamant.

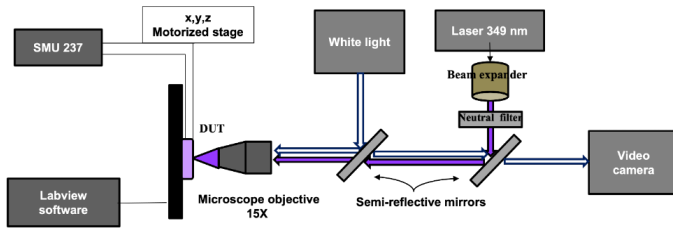


Fig. 3. Schéma de principe de la mesure μ -OBIC.

4. RESULTATS DE MESURES

4.1. Mesures électriques courant-tension $I(V)$ et préparation pour la mesure OBIC

Tout d'abord, une cartographie des caractéristiques courant tension en inverse et en direct des diodes de l'échantillon (voir figure 4) a permis de sélectionner celles qui possèdent un courant de fuite suffisamment faible en inverse et une bonne conduction en direct. Les mesures ont été réalisées sous pointes avec une SMU Keithley 2410, ayant une résolution en courant de 10 pA. Puisqu'il s'agit d'une diode bipolaire sur substrat P^+ , en face arrière (anode), les cathodes se situent à la surface de l'échantillon, comme en témoigne la figure 4.

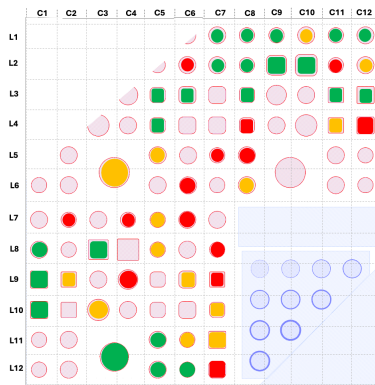


Fig. 4. Cartographie du courant direct sous 10 V de la majorité des diodes. Rouge : courant négatif, orange : courant positif inférieur à 2 nA, vert : courant supérieur à 2 nA. Les diodes en rose pâle n'ont pas été mesurées.

Parmi ces composants, la diode L8C1 présente des caractéristiques en direct et en inverse intéressantes, permettant de réaliser des mesures OBIC, comme en témoigne la figure 5. Le courant direct est de 1 μ A sous 14.8V, alors que le courant de fuite est très faible de l'ordre de -0,5 nA sous -40V, condition indispensable pour mettre en œuvre des mesures OBIC. Ces résultats électriques montrent la qualité de l'élaboration du matériau et de la technologie mise en œuvre pour obtenir une telle diode. Les courants en direct mesurés sont très faibles, mais permettent d'observer l'effet redresseur de la diode bipolaire PIN.

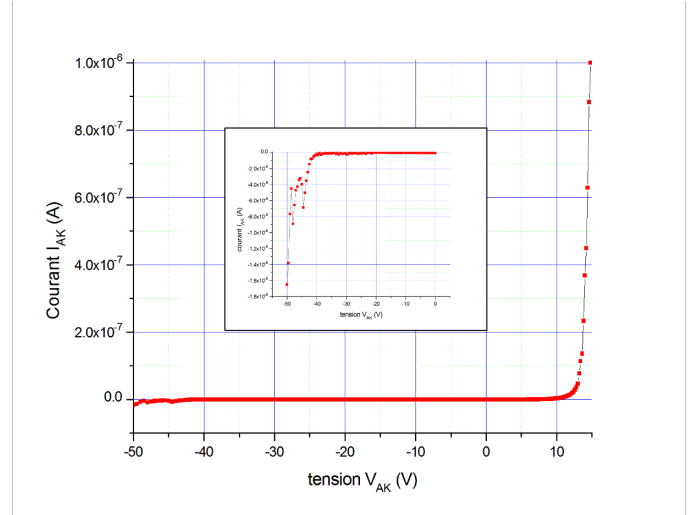


Fig. 5. Mesure $I(V)$ à température ambiante de la diode L8C1. L'encart est un détail du courant de fuite de la diode polarisée en inverse.

Cette diode (L8C1) a alors été sélectionnée pour être caractérisée par micro-OBIC. Pour cela des micro-contacts avec des fils d'or de 25 micro-mètres de diamètre ont été réalisés. La figure 6 est une photographie de l'image optique de la L8C1 (encadrée) reportée sur une platine FR4 de test, permettant de polariser le composant sous test sur le banc OBIC.

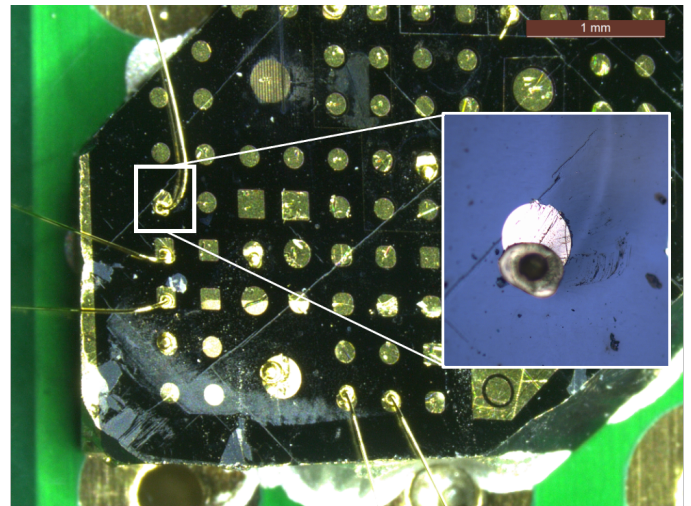


Fig. 6. Photographie binoculaire de l'échantillon de diamant avec les 5 diodes connectées par fil de bonding or 25 μ m. L'encart est une photographie avec le microscope (20X) de la diode L8C1.

4.2. Cartographie μ -obic 2D de la diode

Une première étape consiste à cartographier le courant OBIC induit dans la diode étudiée sous une faible polarisation électrique inverse (ici -5V) et une faible puissance du laser. La figure 6 représente la cartographie du courant ainsi OBIC de la diode L8C1. La cartographie débute au point de départ en haut à droite de la figure 6. Puis le courant est mesuré par la SMU en balayant en x et y une zone de 400 microns par 400 microns avec un pas de 6 microns dans les 2 directions.

La présence de variation du courant induit sur la figure 6 montre la faisabilité de la technique OBIC sur des composants en diamant.

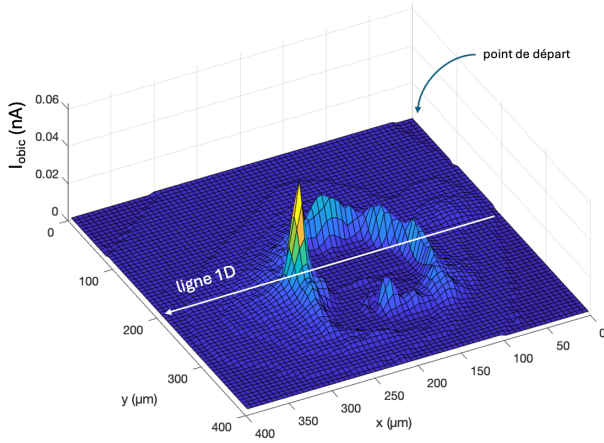


Fig. 6. Cartographie μ -obic en fausse couleur sur une zone carrée de 400 μm de côté avec un pas de déplacement de 6 μm . La diode est polarisée sous une tension inverse de 5 V. La ligne blanche représente la ligne de balayage en 1D.

En effet un signal OBIC est clairement visible en périphérie de la diode. Les zones en bleue témoignent d'un courant très faible. Le centre de la diode ne présente pas de courant OBIC car celui-ci est recouvert d'un contact métallique opaque au faisceau laser. On peut supposer que les zones en périphérie pour lesquelles le signal est très faible correspondent à la position du fil de bonding.

4.3. Mesures μ -obic 1D de la diode suivant un diamètre

Etant donné que la cartographie est couteuse en temps de mesure, on peut aussi tracer des lignes pour une ordonnée donnée avec une bonne résolution (1 μm). On a ainsi choisi d'étudier le signal OBIC sur un diamètre de la diode. Cette ligne sélectionnée est représentée sur la figure 6. La figure 7 présente l'amplitude du courant obtenu pour différentes tensions (de -5 à -30V), en parcourant le diamètre de la diode de 150 μm . Dans ce cas, on débute le balayage pour une ordonnée fixe correspondant à peu près au centre de la diode. On incrémente la valeur de l'abscisse à partir de $x=0$ repéré sur la figure 6 jusqu'à 400 μm .

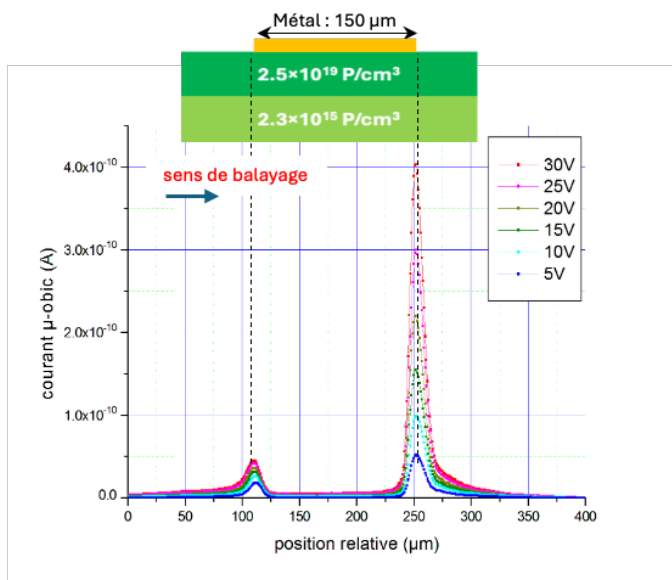


Fig. 7. Lignes suivant un diamètre de la diode pour plusieurs tensions croissantes. Le pas de déplacement du spot est de 1 μm . La structure de la diode est rajoutée sur la figure.

La figure 7, montre la présence de deux pics. Ces deux pics (non symétriques) sont toujours situés à la même position et sont séparés de 150 μm , diamètre de la diode. Ils correspondent ainsi au maximum de champ électrique en bordure de composant. On peut remarquer un courant OBIC quasi-nul sous la métallisation, dû au masquage du faisceau optique car comme précisé précédemment le métal ne laisse pas passer le faisceau laser. La présence d'un pic de plus faible intensité que l'autre est dû très probablement à un effet d'ombre du fil de bonding, comme on peut l'observer sur l'encart de la figure 6.

De part et d'autre de chaque pic on observe une décroissance progressive du courant OBIC, celle-ci s'étale lorsque la polarisation inverse augmente. On constate aussi que l'amplitude du signal OBIC augmente avec la tension appliquée.

L'augmentation de l'amplitude et de l'extension du courant OBIC en périphérie de composant avec la tension inverse appliqué correspond à une augmentation de la valeur du champ électrique ainsi qu'à son extension spatiale en périphérie de composant lorsque la polarisation inverse augmente. Afin de réduire cet effet et ainsi d'éviter un claquage prématuré du composant des protections périphériques dont la structure reste à inventer seront à développer sur les composants diamants.

5. CONCLUSIONS

Pour la première fois dans la littérature, nous avons effectué des mesures et obtenu des résultats OBIC sur une diode bipolaire en diamant vertical. La mise en œuvre de ces premières mesures OBIC constitue un fait marquant dans le domaine des composants de puissance en diamant. Cette technique pourra permettre par la suite d'évaluer la qualité des protections périphériques, ainsi que d'estimer les coefficients d'ionisation dans ce matériau.

6. REMERCIEMENTS

Ce travail a été soutenu par la plateforme de micro et nanotechnologies LAAS-CNRS, membre du réseau français RENATECH. Les auteurs remercient également les projets ANR MOVEToDiam et LAPIN113 pour le support financier.

7. REFERENCES

- [1] K. Axxel, C. Arvizu, « Croissance de diamant monocristallin épais et élargi de haute qualité dopé au bore : étude et réduction des défauts étendus pour l'optimisation des dispositifs de haute puissance pour une transition énergétique propre » Rapport de thèse, Université Paris-Nord - Paris XIII (2023)
- [2] H. Surdi, M. Bressler, M. Faizan Ahmad, F. Koeck, B. Winters, S. Goonick, T. Thornton, R. J. Nemanich, J. Chang "P-i-N and ScSchottky P-i-N diamond diodes for high power limiters". Appl. Phys. Lett. 124, 062104 (2024), doi.org/10.1063/5.0176966
- [3] M.-A. Pinault-Thaury, T. Tillocher, D. Kobor, N. Habka, F. Jomard, J. Chevallier and J. Barjon, "Phosphorus donor incorporation in (100) homoepitaxial diamond: role of the lateral growth", J. Cryst. Growth 335 (1), 31 (2011)
- [4] T. Kociniowski, J. Barjon, M.-A. Pinault, F. Jomard, A. Lusson, D. Ballutaud, O. Gorochoy, J. M. Laroche, E. Rzepka, J. Chevallier and C. Saguy, "n-type CVD diamond doped with phosphorus using the MOCVD technology for dopant incorporation", Phys. Status Solidi A 203, 3136 (2006)
- [5] M.-A. Pinault-Thaury and F. Jomard, "Detection Limit of Phosphorus in Diamond by High Mass Resolution Secondary-Ion Mass Spectrometry", Phys. Status Solidi A 220, 2200324 (2023) N. Donato, N. Rouger, J. Pernot, G. Longobardi, and F. Udrea, "Diamond power devices: state of the art, modelling, figures of merit and future perspective," J. Phys. D:

Appl. Phys., vol. 53, no. 9, p. 093001, Feb. 2020, doi: 10.1088/1361-6463/ab4eab

- [6] F. Sevely, J. Tasseli, K. Isoird, L. V. Phung, C. Sonnevile, D. Planson, M.-A. Pinault, M. Bouras, "Realization and characterization of vertical PIN diode on 100 diamond", ICDM 2023 – Palma , Mallorca, Spain – 10-14 Septembre 2023
- [7] C. Raynaud, D.-M. Nguyen, N. Dheilily, D. Tournier, P. Brosselard, M. Lazar, D. Planson "Optical beam induced current measurements: principles and applications to SiC device characterization", Phys. Status Solidi A, vol 206, n°10, pp. 2273-2283, 2009, doi: 10.1002/pssa.200825183
- [8] C. Sonnevile, D. Planson, L.-V. Phung, P. Bevilacqua, B. Asllani "Interest of using a micro-meter spatial resolution to study SiC semiconductor devices by Optical Beam Induced Current (OBIC)", Materials Science Forum Vol. 1004 (2020) pp 290-298, doi: 10.4028/www.scientific.net/MSF.1004.290
- [9] D. Planson, P. Brosselard, K. Isoird, M. Lazar, L.-V. Phung, C. Raynaud, D. Tournier "Wide Bandgap Semiconductors for Ultra-High Voltage Devices. Design and characterization aspects". CAS Conference Sinaia - Romania 13-15 Octobre, 2014, doi: 10.1109/SMICND.2014.6966383
- [10] H. Hamad "Détermination des coefficients d'ionisation de matériaux à grand gap par génération multiphonique". Thèse de Doctorat INSA-Lyon 2015.