

(12)

PATENTSCHRIFT

(21) Anmeldenummer: 2110/88

(51) Int.Cl.⁵ : **C23C 14/24**

(22) Anmeldetag: 29. 8.1988

(42) Beginn der Patentdauer: 15. 9.1990

(45) Ausgabetag: 10. 4.1991

(56) Entgegenhaltungen:

DE-A 2823911 US-A 4700660

(73) Patentinhaber:

HAINZL INDUSTRIESYSTEME GESELLSCHAFT M.B.H.
A-4040 LINZ, OBERÖSTERREICH (AT).

(54) VERFAHREN UND VORRICHTUNG ZUM AUFDAMPFEN EINER BESCHICHTUNG AUF EINEM TRÄGER IM VAKUUM

(57) Zum Aufdampfen einer Beschichtung auf einem Träger (6) im Vakuum wird vorgeschlagen, den Dampf zunächst in einer dem eineinhalbfachen kleinsten Durchmesser des Strömungsquerschnittes entsprechenden Mindestlänge zwischen heißen Wänden (14) zu führen, bevor er unter freien molekularen Strömungsverhältnissen zwischen den heißen Wänden (14) austritt und nach einem mittleren Strömungsweg entsprechend dem halben bis zweieinhalbfachen kleinsten Durchmesser des Strömungsquerschnittes auf der zu beschichtenden Trägeroberfläche kondensiert wird.

AT 392 486 B

Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zum Aufdampfen einer Beschichtung auf einem Träger im Vakuum, wobei der durch ein Erwärmen wenigstens eines Beschichtungsmaterials gewonnene Dampf vor seinem Kondensieren auf der zu beschichtenden Trägeroberfläche zwischen heißen Wänden geführt wird, die einen über die Führungslänge zumindest im wesentlichen konstanten Strömungsquerschnitt begrenzen, sowie auf eine

5

Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens.

Um die beispielsweise für die Herstellung von Halbleiterelementen hohen Anforderungen an die Materialqualität beim Aufbringen einer epitaxialen Schicht auf einem Träger erfüllen zu können, läßt man diese epitaxialen Schichten im Vakuum aus der Dampfphase auf dem Träger aufwachsen. Zu diesem Zweck ist es bekannt, das Beschichtungsmaterial in einer Verdampfungskammer zu verdampfen und den Dampf durch eine

10

15

20

Öffnung mit einem vergleichsweise geringen Querschnitt in eine Vakuumkammer austreten zu lassen, in der in einem vorgegebenen Abstand von der Verdampfungskammer der zu beschichtende Träger gehalten wird, so daß der den Träger erreichende Dampf auf der zu beschichtenden Trägeroberfläche und zwar mit einer von den Temperaturverhältnissen abhängigen und daher über die Dampf- und die Trägertemperatur einstellbaren Aufwachsungsgeschwindigkeit. Die Austrittsöffnung der Verdampfungskammer bildet dabei eine Blendenöffnung für den austretenden Dampfstrahl, der somit gegenüber dem Träger ausgerichtet werden kann. Da keine gleichmäßige Verteilung der Dichte des Dampfes über den Strömungsquerschnitt des aus der Verdampfungskammer austretenden Dampfstrahles erreicht werden kann, muß für eine gleichmäßige Beschichtungsstärke die zu beschichtende Trägeroberfläche erheblich kleiner als der Strömungsquerschnitt des Dampfstrahles im Bereich des Trägers gewählt werden, was wegen der geringen Ausnützung des verdampften Materials für den Aufbau einer epitaxialen Schicht zu einem hohen Materialverbrauch führt.

25

30

Damit zumindest ein erheblicher Teil des verdampften, aber nicht auf dem Träger kondensierten Beschichtungsmaterials für weitere Beschichtungen ausgenützt werden kann, ist es bekannt (US-A-4 700 660), den aus einer Verdampfungskammer austretenden Dampf des Beschichtungsmaterials innerhalb eines Rohres zu führen, das im Austrittsbereich eine Temperatur unterhalb der Kondensierungstemperatur des Dampfes aufweist, so daß in diesem Rohrbereich ein Großteil jener Dampfströmung kondensiert wird, die beim Fehlen eines solchen Rohres an der zu beschichtenden Trägeroberfläche vorbeiströmt. Da dieses Rohr im Bereich der Verdampfungskammer jedoch auf die Verdampfungstemperatur des Beschichtungsmaterials erwärmt wird, kann das auf dem Rohr im Bereich des kalten Endes abgeschiedene Beschichtungsmaterial nach dem Wenden des Rohres um eine Querachse wieder verdampft und zur Beschichtung eines weiteren Trägers eingesetzt werden. Durch diese

35

40

Maßnahme kann zwar ein Teil des sonst für die Beschichtung verlorenen Verdampfungsmaterials wiedergewonnen werden, doch ist mit einer ungleichmäßigen Dichteverteilung der aus dem Rohr austretenden Dampfströmung zu rechnen, was zum Einsatz von Blenden bzw. Abschirmungen zwingt, wenn eine gleichmäßige Beschichtung größerer Trägeroberflächen sichergestellt werden soll.

45

Um den im Vergleich zum Volumen der Beschichtung hohen Materialeinsatz verringern zu können, ist es außerdem bekannt, den aus einer Verdampfungskammer austretenden Dampf des Beschichtungsmaterials nicht innerhalb eines kalten, sondern eines beheizten Rohres zu führen, das austrittseitig den zu beschichtenden Träger aufnimmt. Diese Führung der Dampfströmung zwischen heißen Wänden, an denen wegen der höheren Wandtemperatur praktisch kein Dampf kondensieren kann, beschränkt den Materialverbrauch, weil sich zwischen der Verdampfungskammer und dem Träger eine zumindest im wesentlichen geschlossene Dampfleitung ergibt.

50

Aufgrund der über den Strömungsquerschnitt des Rohres ungleichmäßigen Dichteverteilung des Dampfes können allerdings wiederum keine größeren Trägeroberflächen ohne aufwendige Maßnahmen gleichmäßig beschichtet werden. Außerdem besteht die Gefahr, daß sich der Träger durch die benachbarten Wände in unerwünschter Weise über die für das Aufwachsen der epitaxialen Schicht vorteilhafte Oberflächentemperatur aufwärmt.

Der Erfindung liegt somit die Aufgabe zugrunde, diese Mängel zu vermeiden und ein Verfahren anzugeben, mit dessen Hilfe eine gleichmäßige Beschichtung auch größerer Trägeroberflächen mit wenigstens einem verdampften Beschichtungsmaterial unter einer vorteilhaften Materialausnützung sichergestellt werden kann.

Ausgehend von einem Verfahren der eingangs geschilderten Art löst die Erfindung die gestellte Aufgabe dadurch, daß der Dampf zunächst in einer dem eineinhalbfachen kleinsten Durchmesser des Strömungsquerschnittes entsprechenden Mindestlänge zwischen den heißen Wänden geführt wird, bevor er unter freien molekularen Strömungsverhältnissen zwischen den heißen Wänden austritt und nach einem mittleren Strömungsweg entsprechend dem halben bis zweieinhalbfachen kleinsten Durchmesser des austrittseitig von den heißen Wänden begrenzten Strömungsquerschnittes auf der zu beschichtenden Trägeroberfläche kondensiert wird.

55

60

Die Führung des Beschichtungsmaterialdampfes zwischen den heißen Wänden über eine Länge, die wenigstens dem eineinhalbfachen kleinsten Durchmesser des Strömungsquerschnittes zwischen diesen Wänden entspricht, bedingt zunächst eine gewisse Parallelisierung der Molekularströmung, wenn für freie molekulare Strömungsverhältnisse gesorgt wird, weil in diesem Fall vor allem nur die Dampfmoleküle den durch die heißen Wände begrenzten Strömungskanal verlassen können, die sich zumindest angenähert in Richtung der durch die heißen Wände bestimmten Strömungsachse bewegen. Freie molekulare Strömungsverhältnisse sind einzuhalten, um diesen Parallelisierungseffekt nicht durch den Zusammenstoß einer größeren Anzahl von Molekulateilchen zu beeinträchtigen. Es muß daher die Bedingung für solche Strömungsverhältnisse erfüllt sein, daß die mittlere freie Weglänge der Dampfmoleküle bzw. -atome des Beschichtungsmaterials wenigstens dem kleinsten Durchmesser des Strömungsquerschnittes entspricht. Kommen mehrere Beschichtungsmaterialien zum Einsatz, so gilt diese

Bedingung für das Beschichtungsmaterial mit der geringsten mittleren freien Weglänge. Da die mittlere freie Weglänge der Molekularteilchen des Dampfes maßgebend von der Dampftemperatur abhängt, können die geforderten freien molekularen Strömungsverhältnisse auch in einfacher Weise über eine entsprechende Temperatursteuerung eingehalten werden.

5 Der zwischen den heißen Wänden austretende Dampf wird jedoch nicht unmittelbar nach seinem Austritt auf der zu beschichtenden Trägeroberfläche kondensiert, sondern erst nach dem Durchlaufen eines bestimmten Strömungsweges. Es hat sich nämlich gezeigt, daß sich im Gegensatz zur Dichteverteilung im Fernfeld innerhalb eines bestimmten Abstandsbereiches vom Austrittsende der heißen Wände im Nahfeld eine gleichmäßige Dichteverteilung über einen vergleichsweise großen Strömungsquerschnitt ergibt, so daß im Bereich des Nahfeldes auch größere Trägeroberflächen gleichmäßig mit einer epitaxialen Schicht versehen werden können. In einem Abstandsbereich zwischen dem halben bis zweieinhalbfachen kleinsten Durchmesser des Strömungsquerschnittes im Bereich des Austrittsendes der heißen Wände kann dieser Effekt vorteilhaft ausgenützt werden, wobei die Dichte der Molekularteilchen mit größer werdendem Abstand von der Strömungsachse im Anschluß an die gleichmäßige Dichteverteilung rasch abfällt, so daß die dadurch bedingten Materialverluste begrenzt bleiben und die Forderung nach einer gleichmäßigen Beschichtung mit der Forderung nach einer guten Materialausnützung vorteilhaft verbunden werden kann.

10 Besonders vorteilhafte Aufwuchsbedingungen der epitaxialen Schicht werden in weiterer Ausbildung der Erfindung dadurch sichergestellt, daß der zwischen den heißen Wänden austretende Dampf einen mittleren Strömungsweg entsprechend dem ein- bis eineinhalbfachen kleinsten Durchmesser des austrittseitig von den heißen Wänden begrenzten Strömungsquerschnittes frei durchströmt, bevor er an der zu beschichtenden Trägeroberfläche kondensiert, weil bei diesen Abstandsverhältnissen für die meisten Beschichtungsmaterialien eine Optimierung hinsichtlich des gleichmäßigen Aufwachsens der Beschichtung auf dem Träger und bezüglich der Materialausnützung sichergestellt werden kann.

15 Zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens kann von einer Vorrichtung mit wenigstens einer in einer Vakuumkammer vorgesehenen Verdampfungskammer, die zwischen beheizbaren, einen Strömungskanal mit zumindest im wesentlichen konstantem Strömungsquerschnitt begrenzenden Wänden mündet, und mit einem in Achsrichtung des Strömungskanales angeordneten Halter für einen zu beschichtenden Träger ausgegangen werden. Diese Vorrichtung ist so auszubilden, daß die Länge des Strömungskanales zwischen den beheizbaren Wänden wenigstens dem eineinhalbfachen kleinsten Durchmesser des Strömungskanales entspricht und daß der Halter mit einem auf die Trägerlage bezogenen Abstand vom Austrittsende des Strömungskanales im Ausmaß des halben bis zweieinhalbfachen kleinsten Durchmessers des Austrittsquerschnittes des Strömungskanales in der Vakuumkammer angeordnet ist. Durch die entsprechende Bemessung der beheizbaren Wände in Strömungsrichtung und die Anordnung des Halters für den zu beschichtenden Träger mit dem vorgegebenen Abstand vom Austrittsende des Strömungskanales wird zwangsläufig eine Dampfströmung erreicht, die im Bereich des Trägers eine gleichmäßige Dichteverteilung aufweist, und zwar über einen Querschnitt, der zumindest dem Querschnitt der Austrittsöffnung des Strömungskanales zwischen den heißen Wänden entspricht. Dies gilt insbesondere dann, wenn der in Achsrichtung des Strömungskanales gemessene Abstand zwischen dem zu beschichtenden Träger und dem Austrittsende des Strömungskanales dem ein- bis eineinhalbfachen kleinsten Durchmesser des Austrittsquerschnittes des Strömungskanales entspricht.

20 In diesem Zusammenhang ist zu erwähnen, daß im allgemeinen ein Kreisquerschnitt für den Strömungskanal vorgesehen sein wird, so daß die heißen Wände durch ein entsprechendes Rohr gebildet werden können. Für Träger mit einer vom Kreisquerschnitt abweichenden Umrißform können aber auch andere, an die Umrißform des Trägers angepaßte Querschnittsformen für den Strömungskanal vorgesehen sein, wobei es keineswegs zwingend erforderlich ist, für eine geschlossene Begrenzung des Strömungskanales durch die heißen Wände zu sorgen. Es ist ja lediglich eine ausreichende Führung der Dampfströmung zwischen den heißen Wänden erforderlich.

25 Anhand der Zeichnung wird das erfindungsgemäße Verfahren näher erläutert, und zwar wird eine erfindungsgemäße Vorrichtung zum Aufdampfen einer Beschichtung auf einem Träger im Vakuum in einem schematischen Axialschnitt gezeigt.

30 Die Vorrichtung gemäß dem dargestellten Ausführungsbeispiel besteht im wesentlichen aus einer lediglich strichpunktiert angedeuteten Vakuumkammer (1) mit einem Restgasdruck von höchstens 10^{-6} mbar. In dieser Vakuumkammer (1) sind mehrere konzentrische Verdampfungskammern (2), (3) und (4) innerhalb eines Quarzrohres (5) vorgesehen, um den zu beschichtenden Träger (6) mit einer epitaxialen Schicht aus mehreren Beschichtungsmaterialien versehen zu können. Zur Beheizung der Verdampfungskammern (2), (3) und (4) sind diesen Heizungen (7), (8) und (9) zugeordnet, die jeweils aus um den Umfang des Quarzrohres (5) verteilten elektrischen Widerstandsheizleitern (10) zwischen entsprechenden Anschlußringen (11) bestehen. Diese Heizungen (7), (8), (9) werden nach außen durch mehrere Molybdänschirme (12) abgeschirmt, die die Widerstandsheizleiter (10) umschließen.

35 Die Verdampfungskammern (2), (3) und (4) münden jeweils in einem Rohr (13), das im Bereich seines unteren Endes die Verdampfungskammer (2) bildet und dessen Wände (14) ebenfalls über eine Heizeinrichtung (15) erwärmt werden können, die in vergleichbarer Art und Weise aus zwischen Anschlußringen (11) angeordneten Widerstandsheizleitern (10) aufgebaut ist. Dieses Rohr (13) begrenzt mit seinen heißen Wänden (14) somit einen Strömungskanal (16) für den aus den Verdampfungskammern (2), (3) und (4) erhaltenen

Dampf, der am Austrittsende (17) des Rohres (13) in die Vakuumkammer (1) ausströmt und nach einem freien Strömungsweg auf der zu beschichtenden Oberfläche des mit Abstand vom Austrittsende (17) in einem Halter (18) angeordneten Trägers (6) kondensiert wird. Die Aufwachsungsgeschwindigkeit der epitaxialen Schicht wird über den Dampfdruck der Quellenmaterialien und über die Temperatur des Trägers (6) gesteuert, dem zu diesem Zweck eine Heizung (19) zugeordnet ist.

Zwischen dem Austrittsende (17) des Rohres (13) und dem Halter (18) für den Träger (6) ist eine um eine Achse (20) drehverstellbare Blende (21) vorgesehen, über die der Beginn und das Ende des Beschichtungsvorganges genau festgelegt werden kann.

Gemäß einem Ausführungsbeispiel besteht der Träger (6) aus einer Scheibe aus Galliumarsenid mit einem Durchmesser von 25 mm. Diese Galliumarsenid-Scheibe soll mit einer Cadmiumtelluridschicht versehen werden, die je nach Anforderung mit einem geringen Überschuß an Tellur bzw. Cadmium dotiert ist. Zu diesem Zweck wird das Hauptbeschichtungsmaterial Cadmiumtellurid in die Verdampfungskammer (2) und die Beschichtungsmaterialien Tellur und Cadmium in die Verdampfungskammern (3) und (4) eingebracht. Die Verdampfungskammer (2) wird dabei auf eine Temperatur von 460 bis 520 °C, die Verdampfungskammer (3) auf eine Temperatur von 350 bis 420 °C und die Verdampfungskammer (4) auf eine Temperatur von 250 bis 300 °C erwärmt, so daß die aus den Materialien austretenden Dampfmoleküle aus den Verdampfungskammern (2), (3) und (4) in den Strömungskanal (16) innerhalb des Rohres (13) gelangen, dessen Wände (14) auf eine Temperatur von 520 bis 570 °C beheizt werden. Das Rohr (13) weist einen Durchmesser von ca. 30 mm und eine wirksame Führungslänge für den Dampfstrom von ca. 90 mm auf. Der Abstand zwischen dem Austrittsende (17) des Rohres (13) und dem zu beschichtenden Träger (6) wurde mit 45 mm gewählt.

Nachdem der Träger (6) auf eine Temperatur von 200 bis 450 °C aufgewärmt wurde, wurde die Blende (21) aus dem Strömungsweg des Dampfes ausgeschwenkt und die dem Rohr (13) zugekehrte Oberfläche des Trägers (6) beschichtet, wobei bei einer Trägertemperatur von 350 °C und einer Temperatur des Hauptbeschichtungsmaterials von 500 °C eine Wachstumsrate der epitaxialen Schicht von 2,5 µm/h erzielt wurde, und zwar in einer gleichmäßigen Schichtdicke. Die optisch und mechanisch gemessenen Abweichungen der Schichtdicke über die Trägeroberfläche betragen weniger als 4 % und sind nicht durch die Meßgenauigkeit der Meßmethode bestimmt.

Während des Aufdampfens der Beschichtung wurde in der Vakuumkammer ein Restgasdruck von ca. 10^{-10} mbar eingehalten.

Es braucht wohl nicht näher ausgeführt zu werden, daß die Erfindung nicht auf das dargestellte Ausführungsbeispiel beschränkt ist. So könnte beispielsweise der Halter (18) für den Träger (6) in an sich bekannter Weise zusätzlich bewegt werden, um bei großflächigeren Trägern eine gleichmäßigere Schichtstärke zu erhalten.

PATENTANSPRÜCHE

1. Verfahren zum Aufdampfen einer Beschichtung auf einem Träger im Vakuum, wobei der durch eine Erwärmung wenigstens eines Beschichtungsmaterials gewonnene Dampf vor seinem Kondensieren auf der zu beschichtenden Trägeroberfläche zwischen heißen Wänden geführt wird, die einen über die Führungslänge zumindest im wesentlichen konstanten Strömungsquerschnitt begrenzen, **dadurch gekennzeichnet**, daß der Dampf zunächst in einer dem eineinhalbfachen kleinsten Durchmesser des Strömungsquerschnittes entsprechenden Mindestlänge zwischen den heißen Wänden geführt wird, bevor er unter freien molekularen Strömungsverhältnissen zwischen den heißen Wänden austritt und nach einem mittleren Strömungsweg entsprechend dem halben bis zweieinhalbfachen kleinsten Durchmesser des austrittseitig von den heißen Wänden begrenzten Strömungsquerschnittes auf der zu beschichtenden Trägeroberfläche kondensiert wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß der zwischen den heißen Wänden austretende Dampf einen mittleren Strömungsweg entsprechend dem ein- bis eineinhalbfachen kleinsten Durchmesser des austrittseitig von den heißen Wänden begrenzten Strömungsquerschnittes frei durchströmt, bevor er an der zu beschichtenden Trägeroberfläche kondensiert wird.

3. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach Anspruch 1 oder 2 mit wenigstens einer in einer Vakuumkammer vorgesehenen Verdampfungskammer, die zwischen beheizbaren, einen Strömungskanal mit zumindest im wesentlichen konstantem Strömungsquerschnitt begrenzenden Wänden mündet, und mit einem in Achsrichtung des Strömungskanales angeordneten Halter für einen zu beschichtenden Träger, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Länge des Strömungskanales (16) zwischen den beheizbaren Wänden (14)

AT 392 486 B

wenigstens dem eineinhalbfachen kleinsten Durchmesser des Strömungskanales (16) entspricht und daß der Halter (18) mit einem auf die Trägerlage bezogenen Abstand vom Austrittsende (17) des Strömungskanales (16) im Ausmaß des halben bis zweieinhalbfachen kleinsten Durchmessers des Austrittsquerschnittes des Strömungskanales (16) in der Vakuumkammer (1) angeordnet ist.

5

4. Vorrichtung nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß der in Achsrichtung des Strömungskanales (16) gemessene Abstand zwischen dem zu beschichtenden Träger (6) und dem Austrittsende (17) des Strömungskanales (16) dem ein- bis eineinhalbfachen kleinsten Durchmesser des Austrittsquerschnittes des Strömungskanales (16) entspricht.

10

Hiezu 1 Blatt Zeichnung

