



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) DE 697 21 957 T2 2004.03.11

(12)

Übersetzung der europäischen Patentschrift

(97) EP 0 851 042 B1

(21) Deutsches Aktenzeichen: 697 21 957.7

(96) Europäisches Aktenzeichen: 97 403 168.4

(96) Europäischer Anmeldetag: 26.12.1997

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: 01.07.1998

(97) Veröffentlichungstag
der Patenterteilung beim EPA: 14.05.2003

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: 11.03.2004

(51) Int Cl.⁷: C30B 23/02

C30B 23/06, C23C 14/24

(30) Unionspriorität:
34980896 27.12.1996 JP

(84) Benannte Vertragsstaaten:
DE, FR, GB

(73) Patentinhaber:
Shin-Etsu Chemical Co., Ltd., Tokio/Tokyo, JP

(72) Erfinder:
**Kimura, Noboru, Annaka-shi, Gunma-ken, JP;
Hagiwara, Koji, Annaka-shi, Gunma-ken, JP**

(74) Vertreter:
**propindus Patentanwälte Niedmers Jaeger Köster,
82131 Gauting**

(54) Bezeichnung: **Tiegel aus pyrolytischem Bornitrid zur Verwendung in der Molekularstrahlepitaxie**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99 (1) Europäisches Patentübereinkommen).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

Beschreibung

Hintergrund der Erfindung

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft einen Tiegel aus pyrolytischem Bornitrid, nachfolgend genannt PBN, zu verwenden zum Schmelzen eines Ausgangsmaterials in der Molekularstrahlepitaxie sowie ein Verfahren zur Herstellung desselben. Insbesondere betrifft die Erfindung einen PBN-Tiegel, der in der Molekularstrahlepitaxie als Schmelzgefäß für das Ausgangsmaterial dient und in der Lage ist, eine epitaxische Schicht zu schaffen, die eine erheblich verminderte Anzahl von Fehlern aufweist, die auf einen ungeregelten molekularen Strahlausstoß des Tiegels zurückgehen, der durch Anhaftungen der Schmelze in Tropfen an der inneren Oberfläche des Tiegels verursacht wird.

[0002] Als vielversprechendes Verfahren zur Herstellung einer dünnen Schicht, deren Struktur auf die Dicke von nur einigen wenigen Atomen hin eingestellt werden kann, ist die oben genannte Molekularstrahlepitaxie eine sich schnell entwickelnde Technologie.

[0003] Beispielsweise unterliegen Technologien, die sich auf eine sogenannte Überstrukturschicht beziehen, eine kontrollierte Aufhäufung von Schichten, bestehend aus Atomen der Elemente wie Aluminium, Gallium und Arsen, energetischer Entwicklungsarbeit für die Anwendung als Hochgeschwindigkeitstransistor, da die innenwohnende Elektronenmobilität unter gewissen Bedingungen um vieles größer sein kann, als in einer konventionellen epitaxialischen Schicht, die aus denselben Elementen besteht.

[0004] Die Molekularstrahlepitaxie ist ein Verfahren, in der eine Schicht durch die Abscheidung von Atomen in Form von Molekularstrahlen auf eine Substratoberfläche hergestellt wird, während die Molekularstrahlen von einer Molekularstrahlquelle, das ist die Schmelze des Ausgangsmaterials (bzw. Quellenmaterials), in einer Molekularstrahlzelle, wie z. B. eine sogenannte Knutzenzelle, bestehend aus einem Tiegel zum Schmelzen des Ausgangsmaterials, einem Erhitzer, einem Reflektor und einem Temperatursensor, wie z. B. ein Thermoelement ausgesendet werden. Obwohl das Material in Abhängigkeit mit dem Ausgangsmaterial, das im Tiegel geschmolzen werden soll, ausgesucht werden sollte, ist PBN in Bezug auf die hohe Reinheit, ausgezeichnete Hitzebeständigkeit, hohe mechanische Festigkeit usw. das Material für den Tiegel zur Molekularstrahlepitaxie, das die größte Vielseitigkeit besitzt.

[0005] Wenn ein Ausgangsmaterial, wie z. B. Gallium zur Molekularstrahlepitaxie in einem aus PBN hergestellten Tiegel für das Ausgangsmaterial geschmolzen wird, begegnet man zuweilen der Schwierigkeit, dass die Schmelze des Ausgangsmaterials entlang oder in der Nachbarschaft der Peripherie der Öffnung des Tiegels in Tropfen an der inneren Oberfläche des Tiegels anhaftet, so dass die Molekularstrahlen, die von der Masse der Schmelze emittiert

werden, in großem Maße von den Strahlen, die von den Tropfen der Schmelze, die an den Wänden des Tiegels anhaften, gestört werden, was zu einer großen Anzahl von Fehlern in der durch die Molekularstrahlepitaxie epitaxialisch gewachsenen Schicht führt. Dieses Problem der ungeregelten Molekularstrahlen ist in dem Moment besonders schwerwiegend, wenn die an der Oberfläche der inneren Wandung des Tiegels anhaftenden Tropfen von der Wandung herunterfallen und auf den Boden des Tiegels fallen oder auf die darin enthaltene Schmelze. Als Gegenmaßnahme wird zur Lösung der oben genannten Probleme ein Verfahren vorgeschlagen, die innere Oberfläche eines PBN-Tiegels mit Spiegelpolitur zu bearbeiten (vergleiche: Preprints for the 52nd Scientific Lecture Symposium of the Society of Applied Physics, No. 2, Seite 488, 12P-P-13).

[0006] Dieses Verfahren ist jedoch weit davon entfernt befriedigend zu sein, da allein durch die Spiegelpoliturenbearbeitung der Oberfläche des Tiegels keine reproduzierbaren Ergebnisse erreicht werden können.

Zusammenfassung der Erfindung

[0007] Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, einen neuen und verbesserten PBN-Tiegel bereitzustellen, der in der Molekularstrahlepitaxie als Schmelzgefäß für Ausgangsmaterial dienen kann, mit dem durch die Molekularstrahlepitaxie eine hochwertige epitaxiale Schicht geschaffen werden kann, befreit von den oben beschriebenen Problemen und Nachteilen, die sich bei der Molekularstrahlepitaxie ergeben, wenn ein konventioneller PBN-Tiegel als Schmelzgefäß für Ausgangsmaterial verwendet wird.

[0008] Demnach ist der erfindungsgemäße Tiegel zum Einsatz in der Molekularstrahlepitaxie ein aus pyrolytischem Bornitrid hergestelltes Gefäß. Hergestellt aus einer Wand, die eine Dicke aufweist, die bedeutend größer ist als $0,5 \pm 0,1$ mm und aus solch einer Struktur, dass die Oberfläche, die durch Ablösen (bzw. Strippen) einer Oberflächenschicht geschaffen wird, auf einer inneren Oberfläche des PBN-Tiegels eine Dicke von $0,5 \pm 0,1$ mm aufweist und eine Oberflächenrauhigkeit Ra bzw. Rmax besitzt, die $2,0 \mu\text{m}$ bzw. $18 \mu\text{m}$ nicht übersteigt.

[0009] Der erfindungsgemäße oben definierte einzigartige PBN-Tiegel kann durch ein Verfahren hergestellt werden, das folgende Schritte umfasst:

- Abscheidung von pyrolytischem Bornitrid auf die Oberfläche eines Graphitkerns mit Hilfe der Abscheidung aus einer chemischen Dampfphase, wobei der Graphitkern eine Außenkontur aufweist, die mit der inneren Aushöhlung des Tiegels konform ist, so dass eine Schicht aus pyrolytischem Bornitrid in Form eines Tiegels entsteht;
- Entfernen des Graphitkerns von der Schicht aus pyrolytischem Bornitrid in Form eines Tiegels und
- Aussetzen der Schicht aus pyrolytischem Bornitrid

in Form eines Tiegels einer Backbehandlung in einer oxidierenden Atmosphäre, um das kohlenstoffhaltige Material wegzuxoxidieren, das an der Oberfläche der Bornitridschicht, die in Schritt b) gewonnen wurde, anhaftet, der Graphitkern, der in Schritt a) verwendet wird, hat eine Oberflächenrauhigkeit Ra, die 2 µm nicht übersteigt.

[0010] Obwohl der oben definierte, nach dem oben beschriebenen Verfahren hergestellte PBN-Tiegel höchst wirksam ist bei der Verringerung der Fehlerhäufigkeit in der epitaxialischen Schicht, hergestellt durch die Verwendung des Tiegels in der Molekularstrahlepitaxie, ist die Verbesserung noch bemerkenswerter, wenn die innere Oberfläche des PBN-Tiegels mit Spiegelpolitur endbearbeitet wird, um eine Oberflächenrauhigkeit, von nicht mehr als Ra 0,5 µm und Rmax 4 µm zu erzielen, im Bereich der Peripherie der Öffnung des Tiegels bis hinunter auf ungefähr die halbe Tiefe des Tiegels oder, z. B. hinunter auf ein Level von ungefähr 45% der Tiefe des Tiegels unter der Peripherie der Öffnung.

Kurze Beschreibung der Figuren

[0011] **Fig. 1** ist eine schematische Darstellung von Wölbungen, die sich auf der Außenoberfläche der PBN-Schicht zeigen, wenn Partikel in dem auf der Kernoberfläche abgeschiedenen PBN enthalten sind, in vertikaler Querschnittsansicht;

[0012] **Fig. 2** ist eine schematische Darstellung von Wölbungen und Vertiefungen, die sich auf der Oberfläche der PBN-Schicht zeigen, wenn die Oberfläche des Graphitkerns nicht glatt genug ist; sondern Vertiefungen und Vorsprünge aufweist, in einer vertikalen Querschnittsansicht;

[0013] **Fig. 3** ist eine schematische Darstellung des Verfahrens zur Gewinnung einer Spaltoberfläche der Wachstumsebene in einer PBN-Schicht durch Ablösen mit einer Messerschneide als vertikale Querschnittsansicht;

[0014] **Fig. 4** ist eine schematische Darstellung für das Auftreten von Diskontinuität, dargestellt auf der inneren Oberfläche des PBN-Tiegels mit einer relativ großen Rauigkeit der Wachstumsebene in einer vertikalen Querschnittsansicht und

[0015] **Fig. 5** ist eine schematische Darstellung für das Auftreten von Vertiefungen auf der inneren Oberfläche des PBN-Tiegels, hervorgerufen durch das Abfallen von Diskontinuitätsstücken aus der Wachstumsebene in der PBN-Schicht in einer vertikalen Querschnittsansicht.

Detaillierte Beschreibung der bevorzugten Ausführungsformen

[0016] Im Weiteren erfolgt unter Bezugnahme auf die begleitenden Zeichnungen eine Erklärung für das Anhaften der Schmelztropfen an der inneren Oberfläche eines PBN-Tiegels, erzeugt nach dem Verfahren zur chemischen Dampfphasenabscheidung (CVD). Bekanntermaßen wird ein PBN-Tiegel durch Abscheidung von, in der Gasphase gebildetem PBN auf die Oberfläche eines Kerns aus feuerfestem Material hergestellt, wie z. B. Graphit mit einer Form, die mit der inneren Aushöhlung des Tiegels übereinstimmt. Das PBN wird nach dem CVD-Verfahren in einer Niedrigdruckdampfphase aus einer gasförmigen Mischung hergestellt. Sie besteht aus einer Bor-Quelle, wie z. B. Bortrifluorid, Bortrichlorid und Bortribromid und einer Stickstoffquelle, wie z. B. Ammoniak, Hydrazin und Stickstoffgas in einem geeigneten Mischungsverhältnis und wird wie in den **Fig. 1** und **2** dargestellt, auf der Oberfläche eines Graphitkerns **4** abgeschieden, um eine Schicht **2** aus PBN, in Form einer Tiegelwand mit einer gewünschten Dicke zu bilden. Die PBN-Schicht **2** hat eine laminare Textur. Sie besteht aus Wachstumsebenen **5**, wie anhand der gestrichelten Linien zu sehen ist, im Allgemeinen parallel zu der Oberfläche des Graphitkerns **4**, so dass die PBN-Schicht **2** wie in **Fig. 3** gezeigt, für die Spaltung zugänglich ist, wenn z. B. eine Messerschneide **6** in Richtung entlang der Oberfläche **10** in die Schicht **2** gestoßen wird.

[0017] Wenn bestimmte Partikelkörper **3**, wie z. B. Staubpartikel, die in der Atmosphäre im Inneren der CVD-Kammer schweben, in das auf den Graphitkern **4** abzuscheidende PBN eindringen, werden die Partikel **3** auf der Oberfläche des Graphitkerns **4** abgeschieden und wirken als ein Kernkörper störend auf eine einheitliche Abscheidung von PBN aus der Dampfphase ein, was zur Entstehung von Auswölbungen **1** auf der äußeren Oberfläche **11** der PBN-Schicht **2** führt. Die Situation ist ähnlich, wenn wie dargestellt in **Fig. 2**, anstatt der Abscheidung von Partikeln **3**, die Oberfläche des Graphitkerns **4** nicht glatt genug ist, sondern Vorsprünge **3a** und/oder Vertiefungen **3b** aufweist. Dies führt zum Entstehen von erhöhten oder abgesenkten Wachstumsebenen **5** der Laminarstruktur in der PBN-Schicht **2**. Diese Oberflächenunregelmäßigkeiten können klar durch seitliches Draufrichten eines Lichtstrahls ausgemacht werden, um bei jeder Auswölbung und Einkerbung einen Schatten hervorzurufen. Dadurch wird ermöglicht, deren Größe und Anzahl zu erfassen.

[0018] Es kommt zuweilen vor, wenn eine Anzahl von relativ großen Auswölbungen in der PBN-Schicht ausgebildet wird, dass eine Unregelmäßigkeit **7** in der Wachstumsebene auf der inneren Oberfläche **10** des PBN-Tiegels auftritt, wie in **Fig. 4** gezeigt ist und schließlich ein Stück der PBN-Schicht aus der PBN-Wand herausfällt. Es wird entlang der unregelmäßigen Wachstumsebene **7** abgetrennt, um eine Aushöhlung **8** zu bilden, wie gezeigt in **Fig. 5**. Diese Situation mag vielleicht den Mechanismus der erhöhten Benetzung der inneren Oberfläche des PBN-Tiegels mit der Schmelze des Ausgangsmaterials und dem Anhaften von Schmelztropfen an der Tiegeloberfläche erklären.

[0019] Der Zustand der Wachstumsebene der PBN-Schicht kann bewertet werden als Oberflächenrauhigkeit, ausgedrückt durch Ra und Rmax, bei der Bestimmung der Oberflächenrauhigkeit der Oberfläche **5**, die durch Spaltung entsteht, indem mit einer Messerklinge **6**, wie in **Fig. 3** gezeigt, die Oberflächenschicht **12** mit einer geeigneten Dicke abgelöst wird. Nach der Erfindung soll die Oberfläche **5** die durch Ablösen der Oberflächenschicht **12** erreicht wird und die eine Dicke von $0,5 \pm 0,1$ mm auf der inneren Oberfläche des PBN-Tiegels aufweist, eine Oberflächenrauhigkeit ausgedrückt durch Ra bzw. Rmax haben, die $2,0 \mu\text{m}$ bzw. $18 \mu\text{m}$ nicht übersteigt. Wenn die Oberflächenrauhigkeit der oben definierten Wachstumsebene die jeweiligen Obergrenzen von Ra und Rmax übersteigt, ist eine bemerkenswerte Zunahme beim Anhaften des geschmolzenen Ausgangsmaterials an der inneren Oberfläche des Tiegels festzustellen, was zu einer Zunahme der Anzahl von Fehlern in der Epitaxialschicht führt, die durch die Molekularstrahlepitaxie gebildet wird, wenn der Tiegel zur Benutzung kommt.

[0020] Die Oberfläche **5** der Wachstumsebene, die der Messung der Oberflächenrauhigkeit mit Hilfe eines Oberflächenrauhigkeitstesters unterworfen wird, kann durch Ablösen der Oberflächenschicht **12** mit einer scharfen Messerklinge **6** von der inneren Oberfläche **10** der Tiegelwand hervorgerufen werden, wobei die Tiegelwand die festgelegte Dicke aufweist.

[0021] Der vorteilhafte Effekt, der durch den Gebrauch des oben definierten PBN-Tiegels in der Molekularstrahlepitaxie erreicht wird, kann zusätzlich gesteigert werden, wenn die innere Oberfläche **10** des PBN-Tiegels einer Endbearbeitung in Form von Spiegelpolieren unterzogen wird, um eine Oberflächenrauhigkeit, die mit Ra bzw. Rmax ausgedrückt wird, zu erreichen und die $0,5 \mu\text{m}$ bzw. $4 \mu\text{m}$ nicht übersteigt. Es ist nicht immer erforderlich, dass die gesamte innere Oberfläche des PBN-Tiegels mit Spiegelpolieren endbearbeitet wird, um die oben genannte Oberflächenrauhigkeit zu erzielen, sondern die Spiegelpoliturenbehandlung kann auf den Bereich auf der inneren Oberfläche **10** des PBN-Tiegels begrenzt werden. Von der offenen Peripherie des Tiegels bis auf ungefähr halbe Tiefe, d. h. 40% bis 50% des Tiegels, zumal das Phänomen des Anhaftens von Schmelztropfen hauptsächlich in dem Bereich in der Nachbarschaft der offenen Peripherie des Tiegels auftritt.

[0022] Das CVD-Verfahren per se für die Herstellung des PBN-Tiegels für die Molekularstrahlepitaxie kann im allgemeinen nach einem bekannten Verfahren durchgeführt werden. Zum Beispiel wird eine Mischung aus einem Stickstoffquellgas, wie z. B. Ammoniak und einem Borquellegas, wie z. B. Bortrichlorid in einem geeigneten Mischungsverhältnis in eine CVD-Kammer unter einem Druck von $1.333,2 \text{ Pa}$ (10 Torr) oder kleiner eingebracht, und die Gase reagieren bei einer Temperatur von ungefähr 1900°C pyrolytisch zu Bornitridmolekülen, die auf die Oberfläche

eines Kerns aus feuerfestem Material, z. B. Graphit abgeschieden werden. Der Kern weist den Aufbau der inneren Aushöhlung des Tiegels auf, damit eine PBN-Schicht entsteht bis die Dicke der PBN-Schicht einen gewünschten Wert erreicht. Es ist wesentlich, dass der hier verwendete Graphitkern eine Oberflächenrauhigkeit Ra besitzt, die $2 \mu\text{m}$ nicht übersteigt. Es ist natürlich wichtig, dass die Atmosphäre innerhalb der CVD-Kammer soweit wie möglich frei von jeglichen Staubpartikeln ist. Die Zuführung der Ausgangsgase sollte ruhig und gleichmäßig erfolgen, um unregelmäßige Abscheidungen von PBN zu vermeiden. Nach Fertigstellung der PBN-Schicht in der Weise, dass sie die Dicke der Tiegelwand aufweist, wird der Graphitkern von der PBN-Schicht in der Form eines Tiegels mit Hilfe eines geeigneten mechanischen Hilfsmittels entfernt. Es ist mehr oder weniger unvermeidbar, dass eine geringe Menge Graphit auf der inneren Oberfläche des PBN-Tiegels nach mechanischer Entfernung des Graphitkerns verbleibt, so dass der PBN-Tiegel einer Hitzebehandlung in einer oxidierenden Atmosphäre, beispielsweise Luft ausgesetzt wird. Ziel ist, das Graphitmaterial, das auf der inneren Oberfläche des PBN-Tiegels verblieben ist, wegzuoxidieren. Abschließend wird der PBN-Tiegel, wenn auch wahlweise mit einem geeigneten Poliermittel endbearbeitet, so dass die innere Oberfläche auf der oberen Hälfte die oben genannte Oberflächenrauhigkeit aufweisen kann.

[0023] Die Molekularstrahlzelle für die Molekularstrahlepitaxie, z. B. eine Knudsenzelle kann durch Zusammenbau des oben hergestellten PBN-Tiegels mit einem Heizgerät, einem Reflektor und einem Thermoelement hergestellt werden. Wenn die Molekularstrahlepitaxie unter Nutzung dieser Zelle zur Schmelzung des Ausgangsmaterials, z. B. Gallium, durchgeführt wird, ist in dem erfundungsgemäßen PBN-Tiegel nur ein geringes Anhaften des geschmolzenen Ausgangsmaterials auf der inneren Oberfläche des PBN-Tiegels feststellbar. Das führt zu einem bedeutenden Rückgang beim Auftreten von Fehlern in der Epitaxialschicht, die durch die Molekularstrahlepitaxie hergestellt wurde.

[0024] Im folgenden wird die vorliegende Erfindung anhand von Beispielen und Vergleichsbeispielen im weiteren Detail beschrieben.

Beispiel 1

[0025] Ein Graphitkern mit einem Durchmesser von 12 mm und einer Länge von 77 mm und mit einer Oberflächenrauhigkeit Ra von $1,5 \mu\text{m}$ wurde durch Sinterung einer Zusammensetzung auf Kohlenstoffbasis hergestellt, die aus Kohlenstofffasern und einem Binderharz besteht. Der Graphitkern wurde in eine CVD-Kammer gesetzt und darin unter Evakuierung der Kammer, bis auf eine Temperatur von 1900°C aufgeheizt. Abschließend wurden Ammoniak bzw. Bortrichloridgase als die Ausgangsmaterialien für PBN in Mengen von 4 l/min bzw. 1 l/min in die

CVD-Kammer zugeführt. Die Kammer wurde unter einem Druck von 1.333,2 Pa (10 Torr) gehalten, um die pyrolytische Reaktion der Ausgangsmaterialien für 20 h zu bewirken, damit eine PBN-Schicht mit einer Dicke von 0,8 mm auf der Oberfläche des Graphitkerns in Form eines Tiegels abgeschieden wurde, welche aus der CVD-Kammer entnommen und von der Graphitschicht befreit wurde, um einen PBN-Tiegel mit einem Außendurchmesser von 13,6 mm, einem Innendurchmesser von 12,0 mm und einer Tiefe von 77 mm zu erhalten. Der so hergestellte PBN-Tiegel wurde einer Hitzebehandlung in Luft für 3 h bei 800 °C ausgesetzt, um das kohlenstoffhaltige Material, das an der inneren Oberfläche des Tiegels nach Entfernung des Graphitkerns anhaftet, wegzoxidieren. Schließlich wurde die innere Oberfläche dieses PBN-Tiegels einer Spiegelpolitur unterzogen, wobei Aluminiumschleifpuder der # 1200 verwendet wurde, um eine Oberflächenrauhigkeit Ra von 0,1 µm und Rmax von 1,4 µm zu erreichen.

[0026] Die Oberflächenrauhigkeit der Wachstumsebene des PBN-Tiegels von 0,5 mm Dicke wurde gemessen durch Ablösen der Oberflächenschicht mit einer Messerklinge, wie gezeigt in **Fig. 3**, in dem Bereich 20 mm unter der offenen Peripherie des Tiegels, um eine Oberflächenrauhigkeit Ra von 1,3 µm und Rmax von 11,2 µm zu erreichen.

[0027] Eine GaAsAl Epitaxialschicht wurde unter Nutzung von drei PBN-Tiegeln geschaffen, die jeweils nach dem oben beschriebenen Verfahren hergestellt wurden. Dazu wurden 0,34 g metallisches Gallium in einen der PBN-Tiegel gegeben, der zusammen mit zwei weiteren Tiegeln in eine Molekularstrahlepitaxiekammer gestellt wurde. Die beiden weiteren Tiegel enthielten elementares Aluminium oder Arsen und wurden unter einem Vakuumdruck von $1,333.2 \times 10^{-8}$ Pa (10 Torr) mit einer Temperaturerhöhungsgeschwindigkeit von 10°C/min bis zu einer Temperatur von 1000°C aufgeheizt und für 1 h bei dieser Temperatur gehalten. Die Anzahl von flüssigen Galliumtropfen, die an der inneren Oberfläche des PBN-Tiegels anhafteten, lag bei 2 Tropfen/cm². Zusätzlich wurde die so geschaffene GaAsAl Epitaxialschicht untersucht, mit dem Ergebnis, dass die Anzahl der Fehler in der Epitaxialschicht 10 Fehler/cm² betrug.

Beispiel 2

[0028] Das experimentelle Verfahren war im wesentlichen dasselbe, wie im Beispiel 1, mit der Ausnahme, dass die Spiegelierung mit Aluminiumschleifpuder zur Endbehandlung der inneren Oberfläche des PBN-Tiegels weggelassen wurde, wobei die Wachstumsebene der PBN-Schicht, die durch Spaltung der Oberflächenschicht freigelegt wurde, eine Oberflächenrauhigkeit Ra bzw. Rmax von 1,4 µm bzw. 12,3 µm aufwies.

[0029] Die Oberflächenrauhigkeit Ra bzw. Rmax der inneren Oberfläche des PBN-Tiegels betrug 0,7

µm bzw. 8,6 µm.

[0030] Die Anzahl von anhaftenden flüssigen Galliumtropfen betrug 5 Tropfen/cm² auf der inneren Oberfläche des Tiegels im Test der Molekularstrahlepitaxie unter Benutzung des PBN-Tiegels. Die Anzahl von Fehlern in der GaAsAl Epitaxialschicht, die durch die Molekularstrahlepitaxie geschaffen wurde, lag bei 35 Fehlern/cm².

Vergleichsbeispiel 1

[0031] Das experimentelle Verfahren war im wesentlichen dasselbe wie in Beispiel 1 mit der Ausnahme, dass der Graphitkern zur CVD-Erzeugung eines PBN-Tiegels eine Oberflächenrauhigkeit Ra von 2,5 µm aufwies. Die Oberflächenrauhigkeit der Wachstumsebene der PBN-Schicht Ra bzw. Rmax lag bei 2,8 µm bzw. 22,4 µm. Die Oberflächenrauhigkeit Ra bzw. Rmax der inneren Oberfläche des endbehandelten PBN-Tiegels lag bei 0,2 µm bzw. 2,5 µm.

[0032] Die Anzahl von anhaftenden flüssigen Galliumtropfen lag bei 14 Tropfen/cm² auf der inneren Oberfläche des Tiegels beim Test der Molekularstrahlepitaxie unter Benutzung des PBN-Tiegels. Die Anzahl von Fehlern in der GaAsAl Epitaxialschicht, die mit der Molekularstrahlepitaxie hergestellt wurde, lag bei 95 Fehlern/cm².

Vergleichsbeispiel 2

[0033] Das experimentelle Verfahren war im wesentlichen dasselbe wie in Beispiel 2 mit der Ausnahme, dass der Graphitkern für die CVD-Herstellung eines PBN-Tiegels eine Oberflächenrauhigkeit Ra von 2,5 µm aufwies. Die Oberflächenrauhigkeit der Wachstumsebene der PBN-Schicht Ra bzw. Rmax lag bei 2,6 µm bzw. 20,1 µm. Die Oberflächenrauhigkeit Ra bzw. Rmax der inneren Oberfläche des PBN-Tiegels betrug 1,1 µm bzw. 15,3 µm.

[0034] Die Anzahl von anhaftenden flüssigen Galliumtropfen lag bei 35 Tropfen/cm² auf der inneren Oberfläche des Tiegels im Molekularstrahlepitaxietest unter Benutzung des PBN-Tiegels. Die Anzahl der Fehler in der GaAsAl Epitaxialschicht, die durch die Molekularstrahlepitaxie hergestellt wurde, lag bei 500 Fehlern/cm².

Patentansprüche

1. Tiegel aus pyrolytischem Bornitrid zur Molekularstrahlepitaxie aus einer Wand (**2**) mit einer Dicke, die wesentlich größer ist als $0,5 \pm 0,1$ mm, und einer solchen Struktur, dass die durch Ablösen einer Oberflächenschicht (**12**) gebildete Oberfläche (**5**) mit einer Dicke von $0,5 \pm 0,1$ mm auf einer inneren Oberfläche (**10**) des PNB-Tiegels eine Oberflächenrauhigkeit Ra hat, die $2,0 \mu\text{m}$ nicht übersteigt, und Rmax $18 \mu\text{m}$ nicht übersteigt.

2. Schmelztiegel aus pyrolytischem Bornitrid zur

Molekularstrahlepitaxie nach Anspruch 1, dessen innere Oberfläche (**10**) zumindest in der Nachbarschaft der offenen Peripherie des Tiegels eine Oberflächenrauhigkeit Ra aufweist, die 0,5 µm nicht übersteigt und Rmax 4 µm nicht übersteigt.

3. Verfahren zur Herstellung eines Tiegels aus pyrolytischem Bornitrid zur Molekularstrahlepitaxie, welches die folgenden Schritte umfasst:

- (a) Abscheiden von pyrolytischem Bornitrid mit Hilfe eines Verfahrens zur chemischen Dampfphasenabscheidung aus einer gasförmigen Mischung aus einem Stickstoffquellgas und einem Borquellegas auf die Oberfläche eines Graphitkerns, der eine Außenkontur aufweist, die mit der inneren Aushöhlung des Tiegels übereinstimmt, um eine Schicht aus pyrolytischem Bornitrid in der Form eines Tiegels zu schaffen;
- (b) mechanisches Entfernen des Graphitkerns von der Schicht aus pyrolytischem Bornitrid in Form eines Tiegels; und
- (c) Aussetzen der Schicht aus pyrolytischem Bornitrid in der Form eines Tiegels einer Hitzebehandlung in einer oxydierenden Atmosphäre, um das kohlenstoffhaltige Material weg zu oxidieren, das an der Oberfläche der in Stufe (b) erhaltenen Oberfläche aus Bornitrid anhaftet, wobei der in Schritt (a) verwendete Graphitkern eine Oberflächenrauhigkeit Ra aufweist, die 2 µm nicht übersteigt.

4. Verfahren zur Herstellung eines Tiegels aus pyrolytischem Bornitrid nach Anspruch 3, bei dem sich an Schritt (c) ein Schritt (d) anschließt, in dem die innere Oberfläche des Tiegels aus pyrolytischem Bornitrid derart poliert wird, dass wenigstens in der Nachbarschaft des offenen Umfangs des Tiegels eine Oberflächenrauhigkeit Ra erzielt wird, die 0,5 µm nicht übersteigt, und Rmax 4 µm nicht übersteigt.

Es folgen 2 Blatt Zeichnungen

Anhängende Zeichnungen

FIG. 1

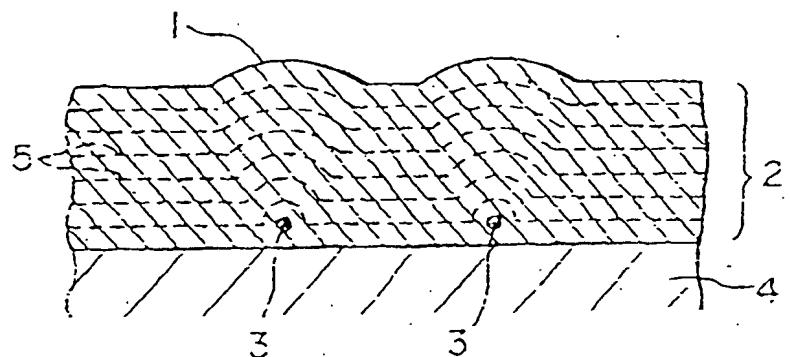


FIG. 2

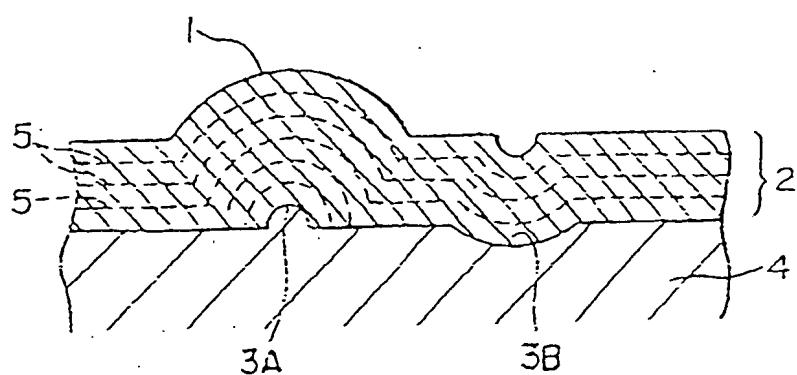


FIG. 3

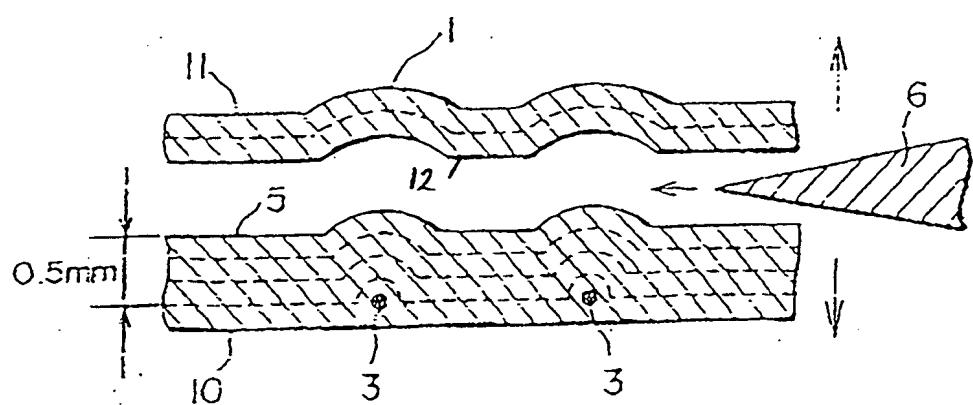


FIG. 4

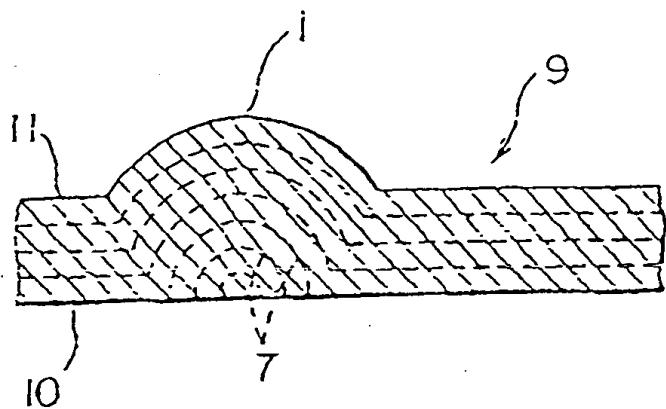


FIG. 5

