



(10) **DE 10 2013 103 603 A1** 2014.10.16

(12) **Offenlegungsschrift**

(21) Aktenzeichen: **10 2013 103 603.1**

(22) Anmeldetag: **10.04.2013**

(43) Offenlegungstag: **16.10.2014**

(51) Int Cl.: **B01F 3/04 (2006.01)**

C23C 16/448 (2006.01)

(71) Anmelder:
**OSRAM Opto Semiconductors GmbH, 93055
Regensburg, DE**

(72) Erfinder:
**Koller, Andreas, 93049 Regensburg, DE; Behres,
Alexander, Dr., 93102 Pfatter, DE**

(74) Vertreter:
**Epping Hermann Fischer,
Patentanwaltsgesellschaft mbH, 80639 München,
DE**

(56) Ermittelter Stand der Technik:

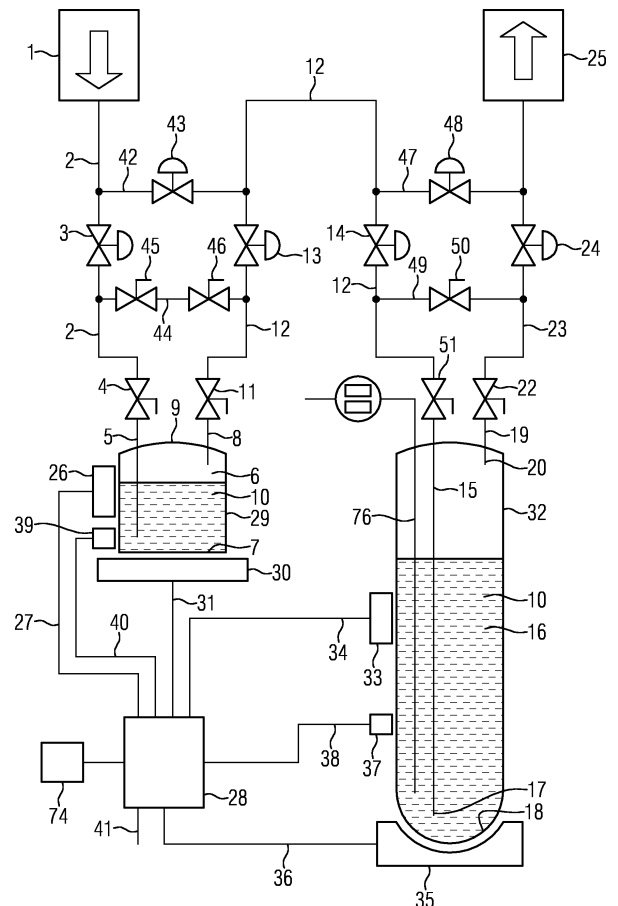
US	5 078 922	A
US	4 140 735	A
WO	2010/ 103 487	A1

Rechercheantrag gemäß § 43 Abs. 1 Satz 1 PatG ist gestellt.

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

(54) Bezeichnung: **Verfahren zum Versorgen eines Prozesses mit einem angereicherten Trägergas**

(57) Zusammenfassung: Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Versorgen eines Prozesses mit einem angereicherten Trägergas, wobei eine erste Vorrichtung und eine zweite Vorrichtung vorgesehen sind, wobei die erste Vorrichtung einen Precursor aufweist und ausgebildet ist, um ein Trägergas mit dem Precursor in Kontakt zu bringen und mit dem Precursor anzureichern, wobei die zweite Vorrichtung einen Precursor aufweist und ausgebildet ist, um ein Trägergas mit dem Precursor in Kontakt zu bringen und mit dem Precursor anzureichern, wobei die erste Vorrichtung die zweite Vorrichtung mit einem angereicherten Trägergas versorgt, wobei die zweite Vorrichtung das angereicherte Trägergas für den Prozess bereitstellt, wobei eine Temperatur der ersten Vorrichtung abhängig von einer Menge an Precursor in der zweiten Vorrichtung gesteuert wird. Zudem betrifft die Erfindung eine Vorrichtung zum Anreichern eines Trägergases mit einem Precursor und eine Steuerung zum Steuern des Verfahrens.



Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Versorgen eines Prozesses mit einem angereichertem Trägergas gemäß Patentanspruch 1, einen Bubbler zum Anreichern eines Trägergases gemäß Patentanspruch 7, ein System mit einem ersten und einem zweiten Bubbler gemäß Patentanspruch 13 und eine Steuerung zum Steuern einer Temperatur einer Vorrichtung zum Anreichern eines Trägergases gemäß Patentanspruch 15.

[0002] Im Stand der Technik sind Vorrichtungen zum Anreichern eines Trägergases bekannt, die beispielsweise die Form von Bublern mit flüssigen Precursoren aufweisen. Der flüssige Precursor wird vom Trägergas durchströmt, sodass Moleküle des Precursors im Trägergas mittransportiert werden. Anstelle eines flüssigen Precursors kann jedoch auch ein fester Precursor vorgesehen sein. Das beschriebene Verfahren wird beispielsweise dazu eingesetzt, um Halbleiterschichten mit Hilfe einer MOVPE- oder einer CVD-Anlage aufzuwachsen. Beispielsweise werden als Precursor metallorganische flüssige Precursor verwendet. Mit Hilfe des beschriebenen Verfahrens werden beispielsweise Halbleiterschichten für Halbleiterlaser und LED-Strukturen hergestellt.

[0003] Die bekannten Vorrichtungen und Verfahren zum Anreichern eines Trägergases können nur geringe Trägergasflüsse von beispielsweise einem Liter pro Minute bei einer konstanten Konzentration des Precursors bereitstellen.

[0004] Die Aufgabe der Erfindung besteht darin, ein verbessertes Verfahren zum Versorgen eines Prozesses mit einem angereichertem Trägergas bereitzustellen. Eine weitere Aufgabe der Erfindung besteht darin, eine verbesserte Vorrichtung zum Anreichern eines Trägergases bereitzustellen. Eine weitere Aufgabe der Erfindung besteht darin, ein verbessertes System zur Bereitstellung eines angereichertem Trägergases bereitzustellen. Zudem besteht eine weitere Aufgabe der Erfindung darin, eine verbesserte Steuerung des Verfahrens zur Bereitstellung eines angereichertem Trägergases bereitzustellen.

[0005] Die Aufgaben der Erfindung werden durch das Verfahren gemäß Patentanspruch 1, den Bubbler gemäß Patentanspruch 7, das System gemäß Patentanspruch 13 und die Steuerung gemäß Patentanspruch 15 gelöst.

[0006] Ein Vorteil des beschriebenen Verfahrens besteht darin, dass große Volumenflüsse des Trägergases bereitgestellt werden können. Zudem können große Volumenflüsse des Trägergases mit einer konstanten Konzentration an Precursoren bereitgestellt werden.

[0007] Der neue Bubbler weist den Vorteil auf, dass große Volumenströme von Trägergas mit einer konstanten Sättigung an Precursor bereitgestellt werden können.

[0008] Der Vorteil des beschriebenen Verfahrens wird dadurch erreicht, dass eine erste Vorrichtung zum Anreichern eines Trägergases mit einem Precursor vorgesehen ist, wobei die erste Vorrichtung ein angereichertes Trägergas an eine zweite Vorrichtung leitet. Die zweite Vorrichtung ist ebenfalls ausgebildet, um ein Trägergas mit einem Precursor anzureichern. Die zweite Vorrichtung leitet das von ihr angereicherte Trägergas an einen Prozess, beispielsweise einen Schichtabscheidungsprozess für optoelektronische Halbleiterbauelemente weiter. Eine Temperatur der ersten Vorrichtung, die die Konzentration der Anreicherung des Trägergases mit dem Precursor der ersten Vorrichtung bestimmt, wird in Abhängigkeit von einer Menge an Precursor in der zweiten Vorrichtung gesteuert. Auf diese Weise wird eine sichere und zuverlässige Anreicherung des Trägergases in der zweiten Vorrichtung auch bei einem hohen Volumenfluss des Trägergases mit einer konstanten Konzentration des angereichertem Precursors im Trägergas erreicht. Damit können Realisierungen von Trägergasflüssen von beispielsweise größer als einem Liter pro Minute bis zu beispielsweise 10 Litern pro Minute oder mehr mit einer konstanten Konzentration an Precursor realisiert werden. Somit werden eine erhöhte Prozessstabilisierung des Abscheidungsprozesses und eine hohe Abscheiderate auch mit einer Quelle für das angereicherte Trägergas erreicht.

[0009] In einer weiteren Ausführungsform wird die zweite Vorrichtung mit Hilfe der ersten Vorrichtung mit Precursor aufgefüllt. Dies wird dadurch erreicht, dass die Temperatur der ersten Vorrichtung so eingestellt wird, dass mehr Precursor von der ersten Vorrichtung zur zweiten Vorrichtung über das Trägergas transportiert wird, als von der zweiten Vorrichtung über das Trägergas an den Prozess abgegeben wird. Somit ist es nicht erforderlich, die zweite Vorrichtung nach einer erstmaligen Befüllung mit Precursor während des Betriebs mit Precursor laufend aufzufüllen. Die zweite Vorrichtung wird beispielsweise zu Beginn eines Prozesses mit einem Precursor bis zu einem festgelegten Füllstand aufgefüllt. Während des Prozesses wird die zweite Vorrichtung mit Hilfe der ersten Vorrichtung mit Precursor versorgt. Da in der zweiten Vorrichtung ein ausreichender Precursor vorgehalten wird, kann das Trägergas weiterhin mit Precursor angereichert werden, auch wenn der Precursor der ersten Vorrichtung aufgebraucht ist. Somit kann eine leer gewordene erste Vorrichtung gegen eine neue, gefüllte Vorrichtung ausgetauscht werden, ohne den Anreicherungsprozess durch die zweite Vorrichtung negativ zu beeinflussen. Zudem werden dadurch Wartungen an der ersten Vorrichtung leichter möglich, ohne die Bereitstellung des an-

gereicherten Trägergases durch die zweite Vorrichtung zu beeinflussen.

[0010] In einer weiteren Ausführungsform wird eine genaue Steuerung der Temperatur der ersten Vorrichtung erreicht. Dazu wird die Temperatur der ersten Vorrichtung abhängig von der Menge an Precursor in der zweiten Vorrichtung gesteuert. Auf diese Weise kann ein gewünschter Füllstand des Precursors in der zweiten Vorrichtung eingehalten oder eingestellt werden. In einer weiteren Ausführungsform wird das Verfahren dahingehend vereinfacht, dass die Menge an Precursor in der zweiten Vorrichtung abhängig vom Gewicht der zweiten Vorrichtung beurteilt wird. Somit ist es nicht erforderlich, den aktuellen Füllstand des Precursors tatsächlich zu messen. Ausreichend ist eine einfache Messung des Gewichts der zweiten Vorrichtung. In einer weiteren Ausführungsform wird die Temperatur der zweiten Vorrichtung unabhängig von der Temperatur der ersten Vorrichtung gesteuert. Insbesondere wird abhängig von der Menge des Precursors in der zweiten Vorrichtung und/oder abhängig vom Volumenstrom des Trägergases durch die zweite Vorrichtung und/oder abhängig von einer gewünschten Sättigung des Trägergases für den Prozess gesteuert.

[0011] Das beschriebene Verfahren kann beispielsweise für die Verwendung eines flüssigen Precursors, insbesondere für etallorganische Precursor eingesetzt werden. Insbesondere bei der Verwendung eines flüssigen Precursors ist es von Vorteil, dass eine Befüllung der zweiten Vorrichtung nicht erforderlich ist. Die Befüllung einer Vorrichtung mit einem flüssigen Precursor, d. h. eines Bubblers ist relativ aufwendig und kann mit dem beschriebenen System vermieden werden.

[0012] Der beschriebene Bubbler weist den Vorteil auf, dass ein hoher Volumenstrom vom Trägergas konstant mit einem Precursor insbesondere mit einer konstanten Sättigung des Precursors bereitgestellt werden kann. Dies wird insbesondere dadurch erreicht, dass im flüssigen Precursor wenigstens ein Ablenkelement vorgesehen ist, dass die Strömung des Trägergases im Precursor dahingehend beeinflusst, dass das Trägergas eine größere Oberfläche bildet und/oder einen längeren Weg vollführen muss, das heißt eine längere Zeit in Kontakt mit dem Precursor steht. Dies wird beispielsweise dadurch erreicht, dass das Ablenkelement in Form einer Platte mit Öffnungen ausgebildet ist. Die Öffnungen können beispielsweise in Form von Löchern ausgebildet sein. Die Öffnungen weisen beispielsweise eine Größe auf, die kleiner ist als eine vom Trägergas in einem flüssigen Precursor gebildete Blase. Insbesondere kann das Ablenkelement in Form eines Siebes ausgebildet sein. Durch die Ausbildung der Öffnungen wird die Bildung von kleinen Blasen des Trägergases im flüssigen Precursor unterstützt. Dadurch

wird die Oberfläche des Trägergases erhöht. Somit kann eine höhere Sättigung des Trägergases mit dem Precursor auch bei einem hohen Volumenstrom des Trägergases erreicht werden.

[0013] In einer weiteren Ausführungsform ist das Ablenkelement in der Weise ausgebildet, dass der Weg des Trägergases im Precursor erhöht ist. Dies wird beispielsweise dadurch erreicht, dass das Ablenkelement in Form einer Platte mit Schlitzen ausgebildet ist. Insbesondere kann die Platte Flächen aufweisen, die in Form von Kreissegmenten ausgebildet sind und vorzugsweise geneigt zu einer Ebene der Platte angeordnet sind. Dadurch wird das Trägergas zu einer Querbewegung, insbesondere zu einer kreisartigen und/oder spiralartigen Strömungsbahn gezwungen.

[0014] Vorzugsweise sind mehrere Ablenkelemente übereinander angeordnet. Damit werden eine weitere Vergrößerung der Oberfläche des Trägergases und/oder eine weitere Verwirbelung des Trägergases im Precursor erreicht. Dies bewirkt eine weitere Vergrößerung der Oberfläche des Trägergases und/oder eine Verlängerung des vom Trägergas zurückgelegten Wegs. Das beschriebene System mit einem ersten und einem zweiten Bubbler weist die anhand des Verfahrens erläuterten Vorteile auf.

[0015] Ein einfacher und kostengünstiger Aufbau eines Bubblers mit einer sicheren Temperierung wird dadurch erreicht, dass der Bubbler eine Kühlmanschette aufweist, die auf dessen Außenseite angebracht ist. Somit kann zum einen die Temperatur des Bubblers ausreichend genau mit Hilfe einer Kühlflüssigkeit eingestellt werden. Zudem kann die Steuerung der Temperatur des Bubblers durch eine einfache Steuerung des Kühlstroms eingestellt werden. Weiterhin kann ein geschlossener Kühlmittelstrom verwendet werden, so dass kein Kühlmittel verdunsten kann.

[0016] Die beschriebene Steuerung weist den Vorteil auf, dass eine einfache und sichere Durchführung des beschriebenen Verfahrens ermöglicht wird.

[0017] Die oben beschriebenen Eigenschaften, Merkmale und Vorteile dieser Erfindung sowie die Art und Weise, wie diese erreicht werden, werden klarer und deutlicher verständlich im Zusammenhang mit der folgenden Beschreibung der Ausführungsbeispiele, die im Zusammenhang mit den Zeichnungen näher erläutert werden, wobei

[0018] Fig. 1 eine schematische Darstellung eines Systems mit zwei Vorrichtungen zum Anreichern eines Trägergases mit einem Precursor,

[0019] Fig. 2 einen Bubbler mit einer Kühlmanschette,

[0020] Fig. 3 einen schematischen Querschnitt durch eine Vorrichtung zum Anreichern eines Trägergases mit einem Precursor,

[0021] Fig. 4 zeigt eine schematische Draufsicht auf das erste Ablenkelement,

[0022] Fig. 5 eine schematische Draufsicht auf ein Ablenkelement, und

[0023] Fig. 6 eine schematische Seitenansicht des Ablenkelements der Fig. 5 zeigt.

[0024] Fig. 1 zeigt in einer schematischen Darstellung eine Anordnung zur Anreicherung eines Trägergases mit einem Precursor. Als Trägergas kann beispielsweise Argon oder Helium von einer Quelle 1 mit einem vorgegebenen Druck zur Verfügung gestellt werden. Die Quelle 1 ist an eine Zuleitung 2 angeschlossen. Die Zuleitung 2 steht über ein erstes Ventil 3 mit einem ersten Einlassventil 4 in Verbindung. Das erste Einlassventil 4 verbindet die Zuleitung 2 mit einem Zulaufrohr 5, das in einen Raum 6 eines Gefäßes 29 mündet. Das Zulaufrohr 5 endet knapp über einem Boden 7 des Raums 6. Zudem ist ein Ablaufrohr 8 in den Raum 6 geführt, wobei das Ablaufrohr 8 knapp unterhalb einer Deckenwand 9 endet. Im Betriebszustand befindet sich im Raum 6 ein Precursor 10. Der Precursor 10 kann beispielsweise in fester Form oder in flüssiger Form vorliegen. Beispielsweise kann als Precursor 10 eine metallorganische Verbindung verwendet werden.

[0025] Das Ablaufrohr 8 ist über ein erstes Auslassventil 11 mit einer Verbindungsleitung 12 verbunden. Die Verbindungsleitung 12 weist ein zweites und ein drittes Ventil 13, 14 auf. Das zweite und das dritte Ventil 13, 14 sind hintereinander in Serie geschaltet. Nach dem dritten Ventil 14 ist die Verbindungsleitung 12 an ein zweites Einlassventil 51 angeschlossen. Das zweite Einlassventil 51 verbindet die Verbindungsleitung 12 mit einem zweiten Zulaufrohr 15. Das zweite Zulaufrohr 15 ist in einen zweiten Raum 16 eines zweiten Gefäßes 32 geführt. Das zweite Zulaufrohr 15 endet mit einer Auslassöffnung 17 nahe einem zweiten Boden 18 des zweiten Raumes 16. Zudem ist ein zweites Ablaufrohr 19 aus dem zweiten Raum 16 heraus geführt, wobei eine Ablauföffnung 20 knapp unterhalb einer zweiten Deckenwand 21 des zweiten Raumes 16 angeordnet ist. Das zweite Ablaufrohr 19 ist über ein zweites Auslassventil 22 mit einer Ableitung 23 verbunden. In der Ableitung 23 ist ein viertes Ventil 24 vorgesehen. Nach dem vierten Ventil 24 mündet die Ableitung 23 in eine Prozesskammer 25.

[0026] Im Betrieb der Anlage ist im zweiten Raum 16 die gleiche Art Precursor wie im ersten Raum 6 vorgesehen. Beispielsweise kann der Precursor 10 in Form eines flüssigen Precursors vorgesehen sein. Der flüs-

sige Precursor weist im Betrieb einen Füllstand auf, der zwischen der Auslassöffnung 17 des zweiten Zulaufrohrs 15 und der Ablauföffnung 20 des zweiten Ablaufrohrs 19 angeordnet ist.

[0027] Weiterhin weist der erste Raum 6 eine Temperiereinrichtung 26 auf. Mithilfe der Temperiereinrichtung 26 kann die Temperatur im Raum 6 und damit die Temperatur des Precursors 10 beeinflusst, insbesondere eingestellt werden. Die Temperiereinrichtung 26 steht über eine Steuerleitung 27 mit einem Steuergerät 28 in Verbindung. Das Steuergerät 28 ist mit einem Datenspeicher 74 verbunden. Der Raum 6 wird durch das abgedichtete Gefäß 29 begrenzt, wobei über das Zulaufrohr 5 Trägergas zugeführt und über das Ablaufrohr 8 abgeführt wird. Das Gefäß 29 ist in der dargestellten Ausführungsform auf einer Waage 30 angeordnet. Die Waage 30 steht über eine Signalleitung 31 mit dem Steuergerät 28 in Verbindung.

[0028] Der zweite Raum 16 wird von dem zweiten abgedichteten Gefäß 32 gebildet, wobei über das zweite Zulaufrohr 15 Trägergas zu und über das zweite Ablaufrohr abgeführt wird. Das zweite Gefäß 32 weist eine zweite Temperiereinrichtung 33 auf, um die Temperatur des zweiten Gefäßes einzustellen. Die zweite Temperiereinrichtung 33 ist über eine zweite Steuerleitung 34 mit dem Steuergerät 28 verbunden. Weiterhin ist das zweite Gefäß 32 auf einer zweiten Waage 35 angeordnet. Die zweite Waage 35 ist über eine zweite Signalleitung 36 mit dem Steuergerät 28 verbunden. Zudem kann ein zweiter Temperatursensor 37 am oder im zweiten Gefäß 32 vorgesehen sein. Der zweite Temperatursensor 37 ist über eine dritte Signalleitung 38 mit dem Steuergerät 28 verbunden. Zudem kann das Gefäß 29 einen ersten Temperatursensor 39 aufweisen, der über eine vierte Signalleitung 40 mit dem Steuergerät 28 verbunden ist.

[0029] Mithilfe der Waagen 30, 34 kann das Gewicht der Gefäße 29, 32 und damit die Menge an Precursor im Gefäß 29, 32 erfasst werden. Das Steuergerät 28 weist weitere Ein-/Ausgänge 41 auf, über die Signale von weiteren Sensoren erfasst und/oder Steuersignale an die Ventile abgegeben werden.

[0030] In Strömungsrichtung eines Trägergases gesehen ist vor dem ersten Ventil 3 eine Überbrückungsleitung 42 mit einem fünften Ventil 43 angeordnet. Die Überbrückungsleitung 42 ist zu der Verbindungsleitung 12 in Strömungsrichtung nach dem zweiten Ventil 13 und vor dem dritten Ventil 14 geführt. Zudem ist eine zweite Überbrückungsleitung 44 mit einem ersten und einem zweiten Schaltventil 45, 46 vorgesehen, die die Zuleitung 2 mit der Verbindungsleitung 12 jeweils angrenzend an das erste Einlassventil 4 bzw. das erste Auslassventil 11 verbindet. Weiterhin ist eine dritte Überbrückungsleitung 47

vorgesehen, die ein sechstes Ventil **48** aufweist. Die dritte Überbrückungsleitung **47** verbindet die Zuleitung **12** in Strömungsrichtung gesehen vor dem dritten Ventil **14** mit der Ableitung **23** nach dem vierten Ventil **24**.

[0031] Weiterhin ist eine vierte Überbrückungsleitung **49** vorgesehen, die ein drittes Schaltventil **50** aufweist, wobei die vierte Überbrückungsleitung **49** die Zuleitung **12** in Strömungsrichtung gesehen vor dem zweiten Einlassventil **51** mit der Ableitung **23** in Strömungsrichtung gesehen nach dem zweiten Auslassventil **22** verbindet. Die Aus- und Einlassventile **4**, **11**, **51**, **52** sind ebenfalls als Schaltventile ausgebildet, wobei ein Schaltventil händisch geschaltet wird. Die anderen Ventile **3**, **13**, **14**, **24**, **43**, **48** sind jeweils als pneumatische Ventile ausgebildet, die vom Steuergerät **28** angesteuert, das heißt geöffnet oder geschlossen werden.

[0032] Mithilfe der in **Fig. 1** beschriebenen Vorrichtung kann eine Prozesskammer **25** mit einem gewünschten Volumenstrom eines Trägergases mit einer gewünschten Anreicherung eines Precursors versorgt werden. Dazu sind entsprechende Programme im Datenspeicher **74** für das Steuergerät **28** abgelegt. Die Anreicherung des Trägergases beim Durchströmen des ersten Raumes **6** und des zweiten Raumes **16** hängt von der Strömungsgeschwindigkeit des Trägergases und der Temperatur des Precursors **10** ab. Entsprechende Tabellen sind im Datenspeicher **29** abgelegt. Das Trägergas wird von der Quelle **1** mit einem vorgegebenen Druck zur Verfügung gestellt. Abhängig vom gewünschten Volumenstrom des Trägergases werden das erste, zweite, dritte und vierte Ventil **3**, **13**, **14**, **24** entsprechend geöffnet. Die Einlass- und Auslassventile **4**, **11**, **51**, **52** sind ebenfalls geöffnet. Die Schaltventile **45**, **46**, **50** der zweiten und vierten Überbrückungsleitungen **44**, **49** sind im Normalbetrieb geschlossen. Ebenso sind das fünfte Ventil **43** und das sechste Ventil **48** im normalen Betrieb geschlossen.

[0033] Die Temperatur des Precursors **10** im ersten und einem zweiten Raum **6**, **16** wird durch die Temperatursensoren **37**, **39** erfasst. Abhängig von dem vorgegebenen Volumenstrom und der gewünschten Anreicherung mit dem Precursor werden die Temperaturen der Precursor **10** im ersten und im zweiten Raum **6**, **16** durch eine entsprechende Ansteuerung der Temperiereinrichtung **26**, **33** in der gewünschten Höhe vom Steuergerät **28** eingestellt. Zudem hängt die Sättigung des Trägergases im zweiten Raum **16** vom Füllstand des Precursors ab. Dazu sind entsprechende Programme und Tabellen im Datenspeicher **29** abgelegt.

[0034] Zum Einhalten eines gewünschten Füllstands des Precursors **10** im zweiten Raum **16** wird die Temperatur des Precursors **10** im ersten Raum **6** höher

gestellt, als für die Sättigung des Trägergases erforderlich ist. Somit wird vom Raum **6** mehr Precursor über das Trägergas und die Verbindungsleitung **12** in den zweiten Raum **16** befördert, als vom Trägergas über die zweite Ableitung **23** aus dem zweiten Raum **16** zur Prozesskammer **25** geführt wird. Damit wird der Füllstand des Precursors im zweiten Raum **16** erhöht. Zur Erfassung des Füllstands des Precursors **10** im zweiten Raum **16** wird das Gewicht des zweiten Gefäßes **32** mithilfe der zweiten Waage **35** erfasst und an das Steuergerät **28** gemeldet. Im Datenspeicher **74** sind Tabellen abgelegt, die in Abhängigkeit vom erfassten Gewicht des zweiten Gefäßes **32** einen Füllstand berechnen. Zudem wird mithilfe der Waage **30** das Gewicht des ersten Gefäßes **29** erfasst und an das Steuergerät **28** weitergemeldet. Das Steuergerät **28** ermittelt aufgrund des Gewichts des Gefäßes **29** den Füllstand des Precursors **10** im Raum **6**. Abhängig von der gewählten Ausführungsform können anstelle der Waagen **30**, **35** auch andere Messverfahren eingesetzt werden, um den Füllstand bzw. die Menge des Precursors **10** im ersten und/oder im zweiten Raum **6**, **16** zu messen. Das erste und das zweite Gefäß stellen jeweils eine Vorrichtung zum Anreichern eines Trägergases mit einem Precursor in Form eines Bubblers dar.

[0035] Für die Herstellung von Verbindungshalbleitern werden oft metallorganische Verbindungen wie z.B. Trimethylgallium, Trimethylaluminium, Trimethylindium, Dimethylhydrazine usw. verwendet. Der Vorteil dieser Verbindungen ist ein moderater Dampfdruck bei Raumtemperatur, sodass sie nahe Normbedingungen verdampft und durch Rohrleitungen transportiert werden können. Die in **Fig. 1** dargestellten Gefäße **29**, **32** stellen bei Verwendung eines flüssigen Precursors sogenannte Bubbler da, die vom Aufbauprinzip her einer Gaswaschflasche entsprechen. Dabei werden die Metallorganischen Verbindungen bei einem gesättigten Dampf über einer flüssigen metallorganischen Verbindung oder einer festen metallorganischen Verbindung durch die Einbringung eines Trägergases, wie z.B. Wasserstoff, Stickstoff oder Argon, zu der Prozesskammer **25** transportiert. Für eine definierte Anreicherung, das heißt eine definierte Konzentration des Precursor in dem Trägergas ist eine bestimmte Temperatur des Precursors erforderlich. Dazu werden die Gefäße **29**, **32** mit den Temperiereinrichtungen **26**, **33** möglichst genau auf der gewünschten Temperatur gehalten, um einen definierten konstanten Dampfdruck des metallorganischen Precursors zu erreichen. Für die Abscheidung von Aluminium kann beispielsweise Trimethylaluminium, für die Abscheidung von Gallium Trimethylgallium, für die Abscheidung von Indium Trimethylindium, für die Abscheidung von Germanium Isobotylgermanium und für die Abscheidung von Arsen Arsine verwendet werden.

[0036] Fig. 2 zeigt in schematischer Darstellung das Gefäß 29, das eine Vorrichtung zum Anreichern eines Trägergases mit einem Precursor darstellt und gemäß Fig. 1 abgebaut ist. Das Gefäß 29 weist als Temperiereinrichtung 26 eine Kühlmanschette 53 auf, die eine Kühlleitung 55 zur Führung eines Kühlmediums aufweist. Die Kühlmanschette 53 ist beispielsweise mit einem geschlossenen Kühlwasserkreislauf verbunden, wodurch eine Temperierung des Gefäßes 29 und damit des Precursors 10 im Gefäß 29 auf eine Genauigkeit von $\pm 0,5$ Grad möglich ist. Die Kühlmanschette wird über ein steuerbares Ventil an den geschlossenen Kühlwasserkreislauf angeschlossen. Abhängig von der gewählten Ausführungsform kann auch nur ein Teil der Seitenfläche des Gefäßes 29 mit der Kühlmanschette 53 bedeckt sein. Die Kühlmanschette 53 besteht aus Kühlleitungen 55, die quer zur Längserstreckung des Gefäßes 29 angeordnet sind und thermisch leitenden Kontaktflächen 54, die senkrecht zu den Kühlrohren 55 angeordnet sind und direkt auf der Außenseite des Gefäßes 29 aufliegen. Die Kühlleitungen 55 geben die Wärme/Kälte an die Kontaktflächen 54. Mit Hilfe der Kühlmanschette 53 ist eine direkte Proportionalkühlung des Gefäßes 29 möglich.

[0037] Fig. 3 zeigt in einem schematischen Querschnitt eine Ausführungsform für das zweite Gefäß 32.

[0038] Das zweite Gefäß 32 weist im Wesentlichen eine zylindrische Außenform und einen zylindrischen zweiten Raum 16 auf. Der zweite Raum 16 ist von einer ersten Gehäusewand 57 begrenzt. Die erste Gehäusewand 57 ist in Form einer Zylinderwand mit Boden 59 ausgebildet und beinhaltet zweite Kühlleitungen 58 zum Temperieren der ersten Gehäusewand 57. Vorzugsweise ist die zweite Kühlleitung 58 sowohl in den Seitenwänden 60 als auch im Boden 59 der ersten Gehäusewand 57 eingebracht. Die erste Gehäusewand 57 ist von einer zweiten Gehäusewand 61 umgeben. Die zweite Gehäusewand 61 ist ebenfalls zylinderförmig ausgebildet und weist einen zweiten Boden 62 auf. Zwischen der ersten und der zweiten Gehäusewand 57, 61 ist ein hülsenförmiger Hohlraum 63 mit einem Bodenraum ausgebildet. Der Hohlraum 63 wird unter Vakuum zugeschweisst, sodass im Hohlraum 63 ein Vakuum zur thermischen Isolierung vorhanden ist.

[0039] Die erste Gehäusewand 57 ist von einem Deckel 64 abgeschlossen, wobei auch die zweite Gehäusewand 61 von dem Deckel 64 abgeschlossen ist. Über den Deckel 64 ist das zweite Zulaufrohr 15 in den zweiten Raum 16 eingeführt. Das zweite Zulaufrohr 15 endet knapp über dem Boden 59. Oberhalb einer Auslassöffnung des zweiten Zulaufrohrs 15 ist ein erstes Ablenkelement 65 angeordnet. Das erste Ablenkelement 65 ist in der dargestellten Ausführungsform als scheibenförmige Platte ausgebildet,

durch deren Mitte das zweite Zulaufrohr 15 geführt ist. Das erste Ablenkelement 65 weist Löcher beispielsweise in Form von Kreisflächen auf. Abhängig von der gewählten Ausführungsform kann das erste Ablenkelement 65 in Form eines Siebes mit Löchern, insbesondere mit kreisförmigen Löchern ausgebildet sein. Die Aufgabe des ersten Ablenkelement 65 besteht darin, dass über das zweite Zulaufrohr 15 zugeführte Trägergas in kleinere Gasblasen aufzuteilen. Damit wird die Oberfläche des Trägergases erhöht. Im Betriebszustand befindet sich ein Precursor 10, der flüssig ausgebildet ist und bis zu einem gewünschten Füllstand 66 den zweiten Raum 16 auffüllt.

[0040] Abhängig von der gewählten Ausführungsform kann auf das erste Ablenkelement 65 auch verzichtet werden. Oberhalb des ersten Ablenkelements 65 ist wenigstens ein weiteres Ablenkelement 67, 68, 69 angeordnet. In dem dargestellten Ausführungsbeispiel sind drei weitere Ablenkelemente 67, 68, 69 vorgesehen. Die drei weiteren Ablenkelemente sind übereinander und beabstandet voneinander angeordnet und weisen jeweils die Form einer Kreisscheibe mit einem mittigen Loch auf, durch das das zweite Zulaufrohr 15 geführt ist. Die weiteren Ablenkelemente 67, 68, 69 weisen eine Form auf, mit der die Strömung des Trägergases seitlich abgelenkt wird, insbesondere zu einer spiralförmigen Strömungsrichtung abgelenkt wird. Dabei können die Ablenkelemente 67, 68, 69 beispielsweise in Form von Platten mit Schlitzen ausgebildet sein. Zudem können die weiteren Ablenkelemente in Form von Platten gebildet sein, die in Kreissegmente aufgeteilte Flächen aufweisen, wobei die Flächen geneigt zur Ebene des weiteren Ablenkelements angeordnet sind.

[0041] Fig. 4 zeigt in einer schematischen Draufsicht das erste Ablenkelement 65 mit einer Vielzahl von kreisrunden Löchern 77, die beispielsweise gleichmäßig über das Ablenkelement 65 verteilt sind. Das Trägergas, das durch die Löcher 77 nach oben steigt und in kleinere Blasen aufgeteilt.

[0042] Fig. 5 zeigt in einer schematischen Ansicht das erste weitere Ablenkelement 67 von oben. Das erste weitere Ablenkelement 67 weist mehrere Kreissegmente 70 auf. Zudem ist eine mittige Öffnung 71 für die Durchführung des zweiten Zulaufrohrs 15 vorgesehen.

[0043] Fig. 6 zeigt in einer schematischen Seitenansicht eine Ebene 72 des ersten weiteren Ablenkelements 67 und zwei Kreissegmente 70 der Fig. 5. Dabei ist deutlich die Schrägstellung der Kreissegmente 70 in Bezug auf die Ebene 72 zu erkennen. Durch die Schrägstellung wird das Trägergas beim Hochsteigen seitlich abgelenkt. Somit wird die Zeit zum Aufsteigen und der Weg beim Aufsteigen erhöht.

[0044] Das zweite und dritte weitere Ablenkelement **68, 69** kann entsprechend dem ersten weiteren Ablenkelement **67** ausgebildet sein. Weiterhin können das zweite und dritte weitere Ablenkelement auch andere Formen aufweisen, um die Zeit und/oder den Weg des aufsteigenden Trägergases zu erhöhen. Oberhalb des dritten weiteren Ablenkelements **69** und unterhalb des Füllstands **66** des Precursors kann ein zusätzliches Ablenkelement **73** vorgesehen sein. Das zusätzliche Ablenkelement **73** weist im Wesentlichen die gleiche Form wie das erste Ablenkelement **65** auf. Abhängig von der gewählten Ausführungsform können die Form und/oder die Größe der Öffnungen gegenüber dem ersten Ablenkelement **65** anders ausgebildet sein.

[0045] Oberhalb des Füllstands **66** ist im Deckel **64** das zweite Ablaufrohr **19** eingebracht. Zudem weist das zweite Gehäuse **32** einen Anschluss zur Zuführung von Kühlflüssigkeit zu der zweiten Kühlleitung **58** auf. Abhängig von der gewählten Ausführungsform kann ein geschlossener Kühlwasserkreislauf für die zweite Kühlleitung **58** vorgesehen sein, wobei das Kühlwasser beispielsweise durch einen extern angeordneten Peltierkühler exakt temperiert werden kann. Die Temperierung kann im Bereich von $\pm 0,1$ Grad Celsius liegen. Die Ablenkelemente **65, 66, 67, 68, 69, 73** stellen Umlenkbleche bzw. Diffusorbleche dar, die sowohl die Oberfläche des Trägergases vergrößern sollen als auch eine längere Verweilzeit im Precursor und/oder eine längere Schwebestrecke im Precursor erreichen soll. Abhängig von der gewählten Ausführungsform kann ein Sackloch **76** vorgesehen sein, um den zweiten Temperatursensor **32** im zweiten Innenraum **16** unterzubringen. Weiterhin kann ein Befüllstutzen für eine Grundbefüllung oder eine Großgewindeversorgung mit Precursor am zweiten Gehäuse **32** vorgesehen sein.

[0046] Abhängig von der gewählten Ausführungsform wird die Temperatur des ersten Gehäuses **29**, d. h. des ersten Bubblers so gesteuert, dass ein gewünschter Füllstand des zweiten Gehäuses **29** mit Precursor, d. h. des zweiten Bubblers auf 75% des Volumens des zweiten Raums **16** konstant gehalten wird.

[0047] Abhängig von der gewählten Ausführungsform kann auch auf den Hohlraum **63** als Vakuum zur Isolierung verzichtet werden und eine Materialisolierung vorgesehen sein.

[0048] Weiterhin kann abhängig von der gewählten Ausführungsform auch der zweite Bubbler, das heißt das Gehäuse **32** ohne den ersten Bubbler, das heißt das erste Gehäuse **29** zur Bereitstellung von angereichertem Trägergas verwendet werden. In dieser Ausführungsform ist die Quelle des Trägergases direkt an die Zuleitung **12** der zweiten Vorrichtung (**Fig. 1**) angeschlossen.

[0049] Obwohl die Erfindung im Detail durch das bevorzugte Ausführungsbeispiel näher illustriert und beschrieben wurde, so ist die Erfindung nicht durch die offenbarten Beispiele eingeschränkt und andere Variationen können vom Fachmann hieraus abgeleitet werden, ohne den Schutzzumfang der Erfindung zu verlassen.

Bezugszeichenliste

1	Quelle
2	Zuleitung
3	Erstes Ventil
4	Erstes Einlassventil
5	Zulaufrohr
6	Raum
7	Boden
8	Ablaufrohr
9	Deckenwand
10	Precursor
11	Erstes Auslassventil
12	Verbindungsleitung
13	Zweites Ventil
14	Drittes Ventil
15	Zweites Zulaufrohr
16	Zweiter Raum
17	Auslassöffnung
18	Zweiter Boden
19	Zweites Ablaufrohr
20	Ablauföffnung
21	Zweite Deckenwand
22	Zweites Auslassventil
23	Ableitung
24	Viertes Ventil
25	Prozesskammer
26	Temperiereinrichtung
27	Steuerleitung
28	Steuerggerät
29	Gefäß
30	Waage
31	Signalleitung
32	Zweites Gefäß
33	Zweite Temperiereinrichtung
34	Zweite Steuerleitung
35	Zweite Waage
36	Zweite Signalleitung
37	Zweiter Temperatursensor
38	Dritte Signalleitung
39	Erster Temperatursensor
40	Vierte Signalleitung
41	Ein-/Ausgang
42	Überbrückungsleitung
43	Fünftes Ventil
44	Zweite Überbrückungsleitung
45	Erstes Schaltventil
46	Zweites Schaltventil
47	Dritte Überbrückungsleitung
48	Sechstes Ventil
49	Vierte Überbrückungsleitung
50	Drittes Schaltventil

51	Zweites Einlassventil
53	Kühlmanschette
54	Kühlfläche
55	Kühlleitung
57	Erste Gehäusewand
58	Zweite Kühlleitung
59	Boden
60	Seitenwand
61	Zweite Gehäusewand
62	Zweiter Boden
63	Hohlraum
64	Deckel
65	Erstes Ablenkelement
66	Füllstand
67	Erstes weiteres Ablenkelement
68	Zweites weiteres Ablenkelement
69	Drittes weiteres Ablenkelement
70	Kreissegment
71	Bohrung
72	Ebene
73	Zusätzliches Ablenkelement
74	Datenspeicher
76	Sackloch
77	Loch

Patentansprüche

1. Verfahren zum Versorgen eines Prozesses mit einem angereicherten Trägergas, wobei eine erste Vorrichtung und eine zweite Vorrichtung vorgesehen sind, wobei die erste Vorrichtung einen Precursor aufweist und ausgebildet ist, um ein Trägergas mit dem Precursor in Kontakt zu bringen und mit dem Precursor anzureichern, wobei die zweite Vorrichtung einen Precursor aufweist und ausgebildet ist, um ein Trägergas mit dem Precursor in Kontakt zu bringen und mit dem Precursor anzureichern, wobei die erste Vorrichtung die zweite Vorrichtung mit einem angereicherten Trägergas versorgt, wobei die zweite Vorrichtung das angereicherte Trägergas für den Prozess bereitstellt, wobei eine Temperatur der ersten Vorrichtung abhängig von einer Menge an Precursor in der zweiten Vorrichtung gesteuert wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, wobei die Temperatur der ersten Vorrichtung so eingestellt wird, dass mehr Precursor von der ersten Vorrichtung zur zweiten Vorrichtung transportiert wird, als von der zweiten Vorrichtung über das angereicherte Trägergas für den Prozess abgegeben wird.

3. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei die Temperatur der ersten Vorrichtung abhängig von einer Menge an Precursor in der ersten Vorrichtung gesteuert wird.

4. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei die Menge an Precursor der ersten und/oder der zweiten Vorrichtung abhängig vom Ge-

wicht der ersten bzw. der zweiten Vorrichtung beurteilt wird.

5. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei die Temperatur der zweiten Vorrichtung unabhängig von der Temperatur der ersten Vorrichtung gesteuert wird, insbesondere abhängig von der Menge des Precursors in der zweiten Vorrichtung und/oder abhängig vom Volumenstrom des Trägergases durch die zweite Vorrichtung und/oder abhängig von einer gewünschten Sättigung des Trägergases für den Prozess gesteuert wird.

6. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei als Precursor wenigstens in der ersten oder der zweiten Vorrichtungen ein flüssiger Precursor, insbesondere ein metallorganischer Precursor vorgesehen ist, und wobei die Vorrichtung mit dem flüssigen Precursor als Bubbler ausgebildet ist.

7. Bubbler (**29, 32**) zum Anreichern eines Trägergases mit einem Precursor (**10**), mit einem Raum (**6, 16**) zum Bereithalten eines flüssigen Precursors (**10**), mit einer Temperatureinrichtung (**26, 32**), mit einer Isolierung, die auf einer Außenseite der Temperatureinrichtung angeordnet ist, mit einem Zulaufrohr (**5, 15**) zur Zuführung von Trägergas, wobei das Zulaufrohr (**5, 15**) in den Raum (**6, 16**) ragt, mit einem Ablaufrohr (**8, 19**) zum Abführen eines angereicherten Trägergases, das in den Raum (**6, 16**) ragt, wobei zwischen einem Auslass des Zulaufrohrs (**5, 15**) und dem Einlass des Ablaufrohrs (**8, 19**) wenigstens ein Ablenkelement (**65, 67, 68, 69, 73**) vorgesehen ist, um eine Strömung des Trägergases zu beeinflussen, wobei im Betrieb das Ablenkelement (**65, 67, 78, 69, 73**) im flüssigen Precursor angeordnet ist.

8. Bubbler nach Anspruch 7, wobei mehrere Ablenkelemente (**65, 67, 68, 69, 73**) übereinander zwischen einer Auslassöffnung (**77**) des Zulaufrohrs (**15**) und einer Ablauföffnung (**20**) des Ablaufrohres vorgesehen sind.

9. Bubbler nach einem der Ansprüche 7 oder 8, wobei wenigstens ein Ablenkelement (**65**) in Form einer Platte mit Löchern (**77**) ausgebildet ist.

10. Bubbler nach einem der Ansprüche 7 bis 9, wobei wenigstens ein Ablenkelement (**67**) in Form einer Platte mit geneigt angeordneten Flächen (**70**) ausgebildet ist, wobei die Flächen (**70**) insbesondere als Kreissegmente (**70**) ausgebildet sind.

11. Bubbler nach einem der Ansprüche 9 oder 10, wobei das Ablenkelement (**65**) mit den Löchern (**77**) als erstes Ablenkelement (**65**) oberhalb der Auslassöffnung (**17**) des Zulaufrohres (**15**) angeordnet ist.

12. Bubbler nach Anspruch 11, wobei mindestens zwei weitere Ablenkelemente (**67, 68, 69**) oberhalb

des ersten Ablenkelementes (65) und unterhalb der Ablauföffnung (20) des Ablaufrohres (19) angeordnet sind, wobei die zwei weiteren Ablenkelemente (67, 68, 69) in Form von Platten mit geneigt angeordneten Flächen (70) ausgebildet ist, wobei die Flächen (70) insbesondere als Kreissegmente ausgebildet sind.

13. System mit einem zweiten Bubbler (32) und mit einem ersten Bubbler (29), wobei der zweite Bubbler (32) gemäß einem der Ansprüche 7 bis 12 ausgebildet ist, wobei der zweite Bubbler (29) ein Zulaufrohr (5) und ein Ablaufrohr (8) aufweist, wobei das Ablaufrohr (8) des ersten Bubblers (29) mit einem Zulaufrohr (15) des zweiten Bubblers (32) verbunden ist.

14. System gemäß Anspruch 13, wobei der zweite Bubbler (32) eine zweite Vorrichtung (33) zum Temperieren des zweiten Bubblers (32) aufweist, wobei der erste Bubbler (29) eine erste Vorrichtung (26) zum Temperieren des ersten Bubblers (29) aufweist, und wobei die Temperatur der zweiten Vorrichtung (33) genauer einstellbar ist als die Temperatur der ersten Vorrichtung (26), wobei die erste Vorrichtung (26) zum Temperieren in Form einer Kühlmanschette (53) ausgebildet ist, die wenigstens teilweise eine Außenseite des ersten Bubblers (29) bedeckt, wobei die Kühlmanschette (53) eine Kühlleitung (55) aufweist, wobei die Kühlleitung zum Anschluss an ein Kühlmedium ausgebildet ist.

15. Steuerung (28) zum Steuern einer Temperatur einer ersten Vorrichtung (29), wobei die erste Vorrichtung (29) einen Precursor (10) aufweist und ausgebildet ist, um ein Trägergas mit dem Precursor in Kontakt zu bringen und mit dem Precursor (10) anzureichern, wobei die Steuerung (28) einen ersten Sensoreingang zur Erfassung einer Menge an Precursor in einer zweiten Vorrichtung (32) aufweist, wobei die zweite Vorrichtung (32) einen Precursor (10) aufweist und ausgebildet ist, um das Trägergas mit dem Precursor (10) in Kontakt zu bringen und mit dem Precursor (10) anzureichern, wobei die erste Vorrichtung (29) eine Temperiereinrichtung (26) zur Beeinflussung der Temperatur der ersten Vorrichtung (29) aufweist, wobei die Steuerung (28) einen Steuerausgang zum Ansteuern der Temperiereinrichtung (26) aufweist, wobei die Steuerung (28) ausgebildet ist, um die Temperatur der ersten Vorrichtung (29) abhängig von einer Menge an Precursor (10) in der zweiten Vorrichtung (32) zu steuern.

Es folgen 4 Seiten Zeichnungen

Anhängende Zeichnungen

FIG 1

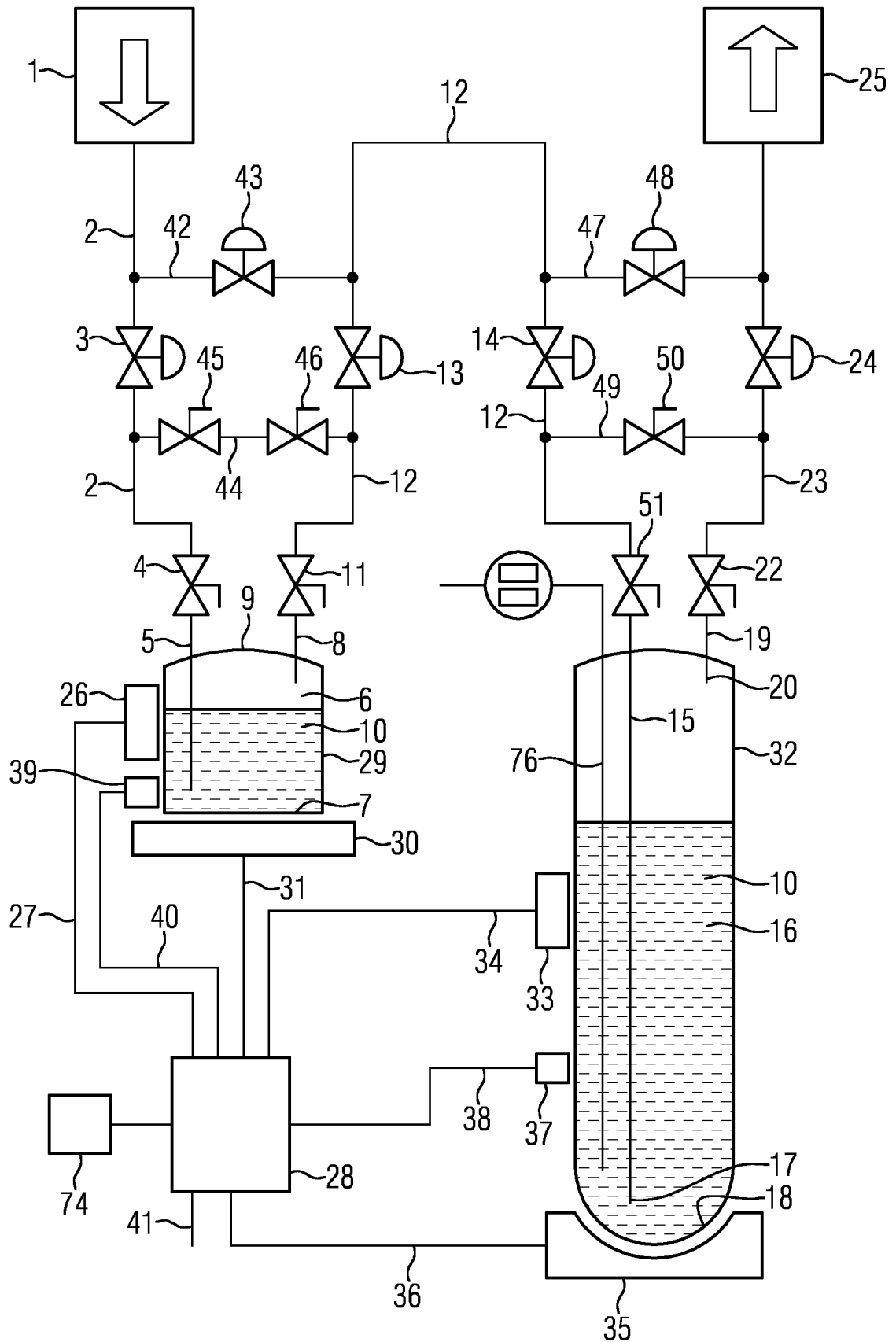


FIG 2

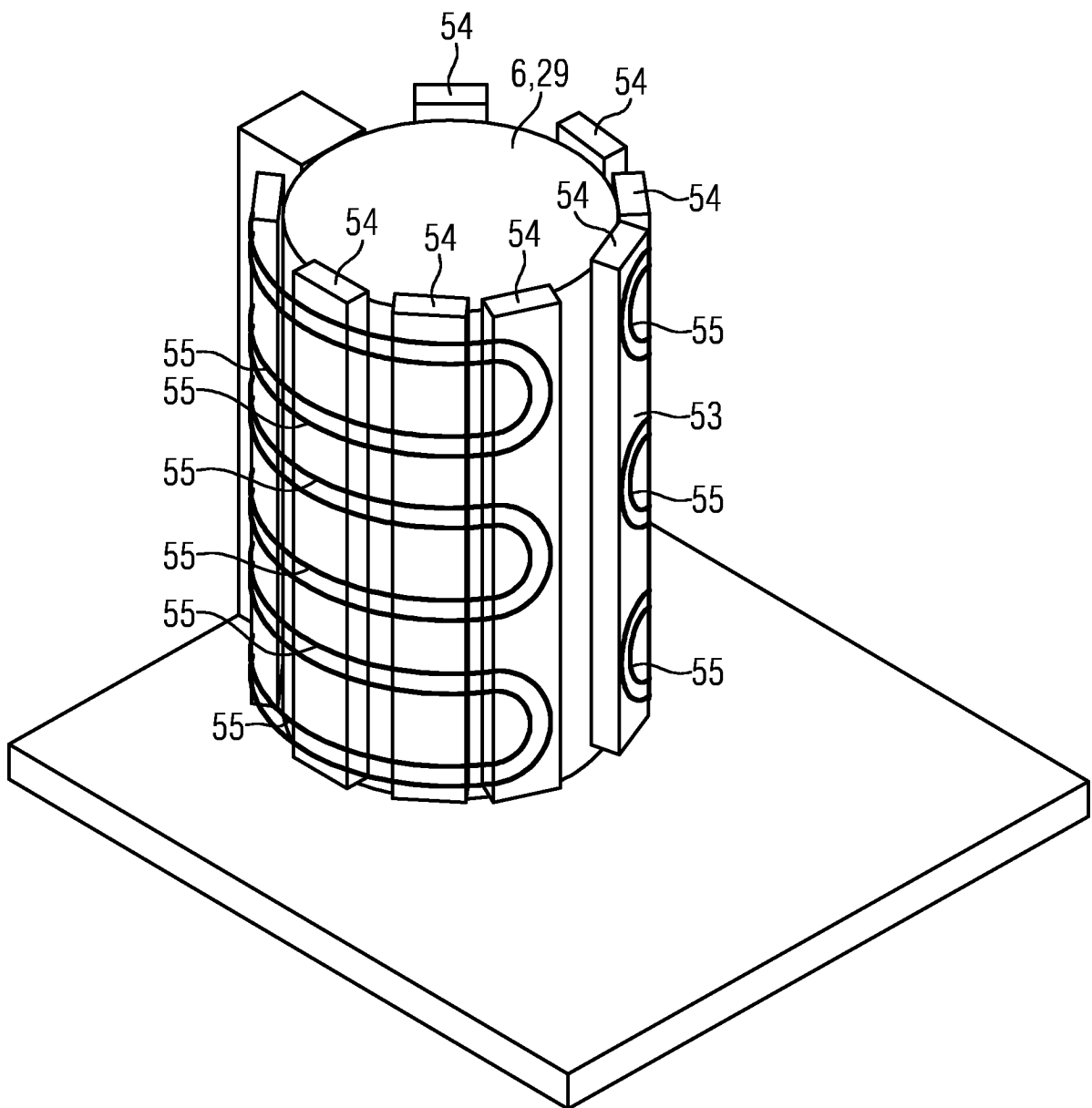


FIG 3

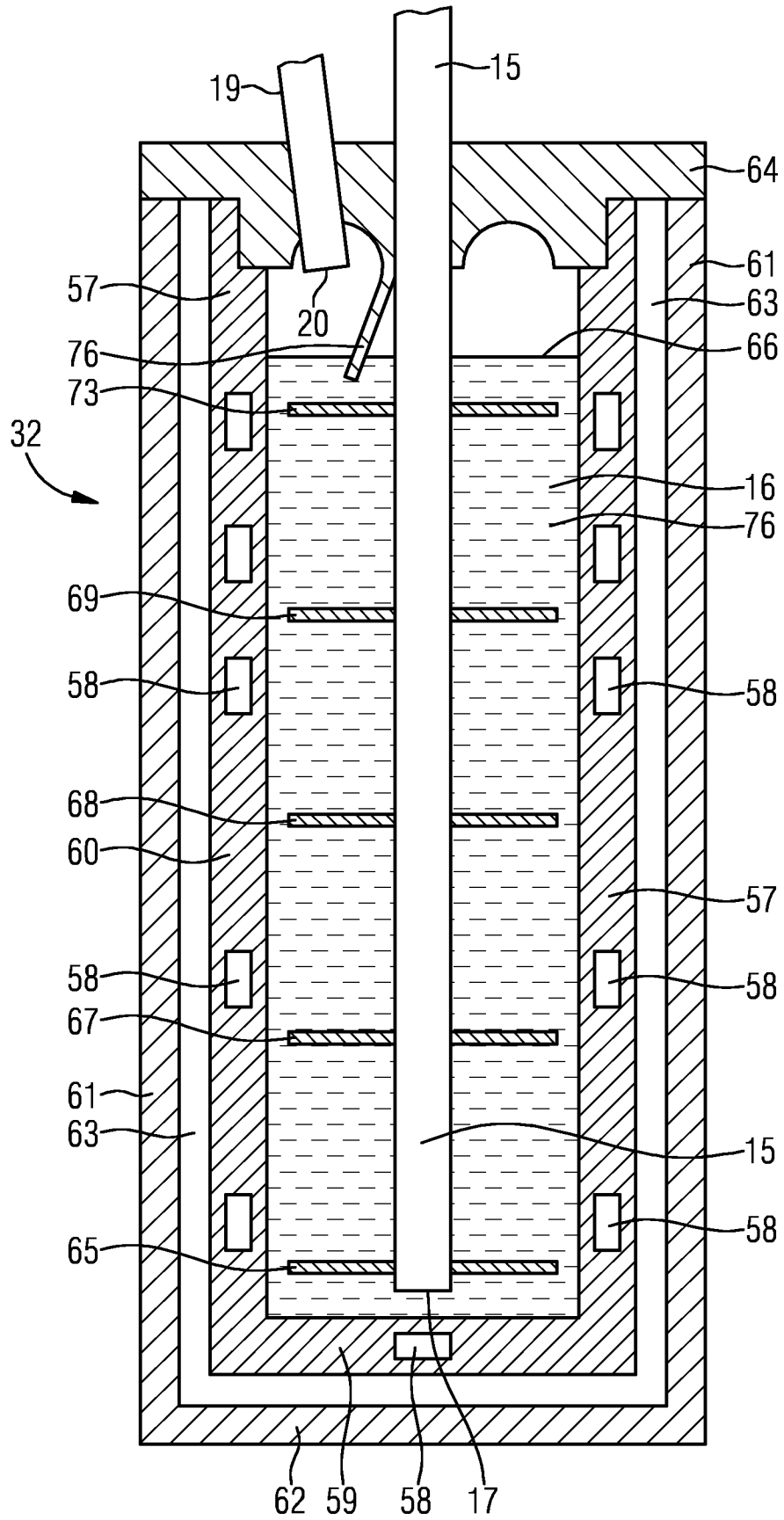


FIG 4

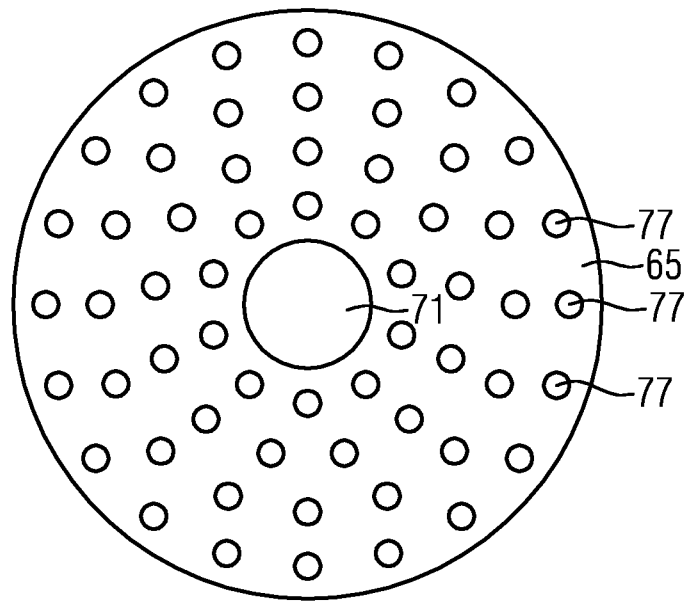


FIG 5

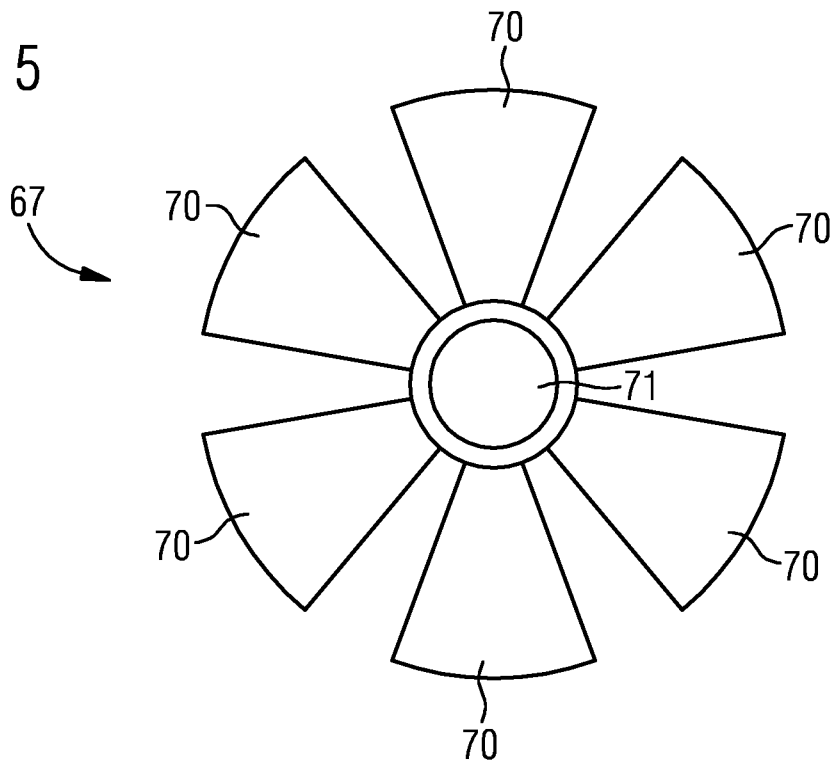


FIG 6

