

(12)

Patentschrift

(21) Anmeldenummer: A 51150/2020
(22) Anmeldetag: 29.12.2020
(45) Veröffentlicht am: 15.05.2023

(51) Int. Cl.: **C30B 11/00** (2006.01)
C30B 29/20 (2006.01)

(56) Entgegenhaltungen:
DE 102007020006 A1
DE 102006062117 A1
JP H07138095 A

(73) Patentinhaber:
FAMETEC GmbH
4060 Leonding (AT)

(72) Erfinder:
Barbar Ghassan DI
57290 Neunkirchen (DE)
Ebner Robert Mag.
4060 Leonding (AT)
Park Jong Kwan
4060 Leonding (AT)
Sen Gourav
4060 Leonding (AT)

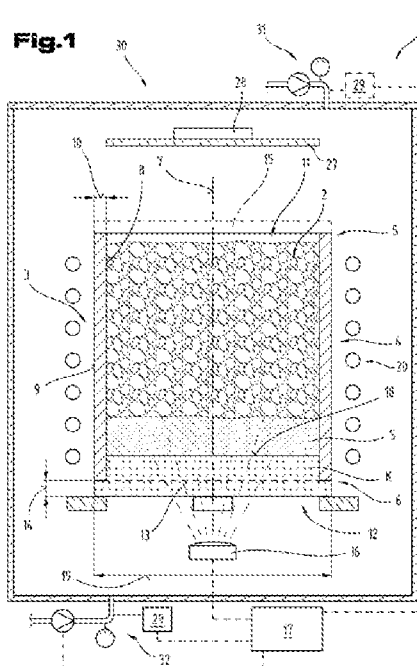
(74) Vertreter:
Anwälte Burger und Partner Rechtsanwalt
GmbH
4580 Windischgarsten (AT)

(54) Verfahren zur Herstellung eines Einkristalls

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung eines Einkristalls, insbesondere eines Saphirs umfassend die Schritte;

- Bereitstellen einer Prozesskammer (30);
- Bereitstellen zumindest eines Tiegels (3) in der Prozesskammer (30); in welchen Tiegel (3) zumindest ein Impfkristall sowie ein Basismaterial (2) platziert ist;
- Bereitstellen von zumindest einer Heizvorrichtung;
- Spülen der Prozesskammer (30) mittels eines Gases;
- Abpumpen des Gases und Einstellen eines Prozessdruckes;
- Aufheizen und Schmelzen des Basismaterials (2);
- Einleiten des Kristallwachstums durch Wärmeabfuhr;

wobei ein Feuchtegehalt des abgepumpten Gases bestimmt wird.



Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung eines Einkristalls, insbesondere eines Saphirs umfassend die Schritte;

- Bereitstellen einer Prozesskammer;
- Bereitstellen zumindest eines Tiegels in der Prozesskammer; in welchen Tiegel zumindest ein Impfkristall sowie ein Basismaterial platziert ist;
- Bereitstellen von zumindest einer Heizvorrichtung;
- Spülen der Prozesskammer mittels eines Gases;
- Abpumpen des Gases und Einstellen eines Prozessdruckes;
- Aufheizen und Schmelzen des Basismaterials;
- Einleiten des Kristallwachstums durch Wärmeabfuhr.

[0002] Die Herstellung von großen Einkristallen, wie sie z.B. zur Herstellung von Wafern eingesetzt werden, ist aus dem Stand der Technik, beispielsweise der KR 1020170026734 A, bekannt. Bekanntlich sind die Qualitätsanforderungen an diese Kristalle sehr hoch, sodass im Stand der Technik unterschiedlichste Verfahren und Vorrichtungen zu deren Herstellung beschrieben wurden. Eine Verfahrensart sieht dabei die Bereitstellung und das Aufschmelzen des „Rohmaterials“ in einem Tiegel vor. Der Einkristall wird dann durch kontrollierte Abkühlung der Schmelze im Tiegel bzw. in den Tiegeln selbst erzeugt. Die hierfür verwendeten Vorrichtungen sind unterschiedlichst ausgestaltet.

[0003] Die EP 3514264 A1 beschreibt dabei ein Verfahren zur Herstellung eines Einkristalls, worin Silizium unter Verwendung eines Czochralski-Verfahren zu einkristallinen Silizium aus der Schmelze geformt wird. Dabei ist ein Gasanalysator vorgesehen, welcher die im Ofen vorhandene Menge des CO-Gas und weiters dessen H₂O Gehalt während des Prozesses überwacht.

[0004] Nachteilig bei bekannten Verfahren ist, dass bei vorhanden Feuchtegehalten während des Prozesses es bereits zu einer Beeinflussung des Kristallwachstum gekommen sein kann und dadurch ein Fehler im Kristall entstanden ist.

[0005] Aufgabe der vorliegenden Erfindung war es, die Nachteile des Standes der Technik zu überwinden und ein Verfahren zur Verfügung zu stellen, mittels derer ein Benutzer in der Lage ist, qualitative Einkristalle herzustellen.

[0006] Diese Aufgabe wird durch ein Verfahren der eingangs genannten Art gelöst, wobei ein Feuchtegehalt des abgepumpten Gases bestimmt wird. Somit können unerwünschte Verunreinigungen oder Fehler durch Restfeuchte weitgehend vermieden und eine energieeffiziente und wirtschaftliche Prozessführung gewährleistet werden.

[0007] In einer Ausführungsform kann vorgesehen sein, dass der Feuchtegehalt des Gases mittels eines Massenspektrometers gemessen wird. Dies hat beispielsweise den Vorteil, dass die für das Vakuum des Spektrometers erforderliche Abpumpvorrichtung bereits im Verfahren verwendet werden kann. Weiters kann mittels dieser Anwendung ein äußerst präziser Wert für den Feuchtegehalt geliefert werden.

[0008] Eine Ausführungsvariante sieht vor, dass der Feuchtegehalt mittels kapazitiver Methoden bestimmt wird. Dies bringt den Vorteil mit sich, eine möglichst wirtschaftliche und energieeffiziente Methode für die Bestimmung des Feuchtegehalts zu verwenden.

[0009] Weiters kann vorgesehen sein, dass der Feuchtegehalt mittels Infrarotstrahlung bestimmt wird. Diese Ausgestaltung liefert eine weitere Möglichkeit, möglichst energieeffizient den Feuchtegehalt zu bestimmen.

[0010] Eine Alternative und ebenfalls energieeffiziente Variante sieht vor, dass der Feuchtegehalt mittels Taupunktmessung bestimmt wird.

[0011] In einer weiteren Ausgestaltung kann vorgesehen sein, dass der Feuchtegehalt mittels elektrolytischer Feuchtemessung bestimmt wird.

[0012] Weiteres kann vorgesehen sein, dass der Feuchtegehalt mittels eines Sauerstoffsensors, insbesondere eines Zirkoniumdioxid-Sauerstoffsensors bestimmt wird. Diese Verfahren bringen wiederum alle den Vorteil mit sich, eine möglichst energieeffiziente und wirtschaftliche Feuchtemessung durchzuführen.

[0013] In einer anderen Ausführungsform kann vorgesehen sein, dass der Feuchtegehalt mittels einer LiCl-Zelle bestimmt wird.

[0014] Äußerst vorteilhaft kann sein, wenn ein Schwellwert für den Feuchtegehalt festgelegt wird. Somit kann auf einfache Weise eine Prozessoptimierung durch Automation erfolgen.

[0015] Darüber hinaus kann vorgesehen sein, dass das Aufheizen und Schmelzen des Basismaterials erst bei Unterschreiten des Schwellwertes des Feuchtigkeitsgehaltes erfolgt.

[0016] Weiteres kann vorgesehen sein, dass bei Überschreiten des Schwellwertes die Prozesskammer mittels der zumindest einen Heizvorrichtung getrocknet wird. Dies bringt den Vorteil mit sich, dass die nötigen Prozessbedingungen mittels der vorhandenen Apparaturen hergestellt werden können, was wiederum zu einer verbesserten Energieeffizienz führt.

[0017] Vorteilhaft kann sein, dass bei Überschreiten des Schwellwertes die Prozesskammer erneut mit Gas gespült und abgepumpt wird. Dies bringt den Vorteil mit sich, dass weiters Feuchtigkeit aus der Prozesskammer geführt werden kann und zudem eine weitere Feuchtemessung ermöglicht ist.

[0018] Zudem kann vorgesehen sein, dass der Impfkristall und/oder das Basismaterial im Wesentlichen aus Al_2O_3 besteht. Somit können mit dem erfindungsgemäßen Verfahren Kristalle für Saphir-Wafer, insbesondere für Anwendungen als „Epitaxy Ready“ - Wafer, hergestellt werden.

[0019] Zum besseren Verständnis der Erfindung wird diese anhand der nachfolgenden Figuren näher erläutert.

[0020] Es zeigen jeweils in stark vereinfachter, schematischer Darstellung:

[0021] Fig. 1 ein erstes mögliches Ausführungsbeispiel einer Vorrichtung zum Züchten eines künstlich hergestellten Kristalls, in Schnittdarstellung;

[0022] Fig. 2 eine zweite mögliche Ausbildung einer Vorrichtung zum Züchten eines künstlich hergestellten Kristalls, in Schnittdarstellung;

[0023] Fig. 3 ein drittes Ausführungsbeispiel einer Vorrichtung zum Züchten eines künstlich hergestellten Kristalls, in Schnittdarstellung.

[0024] Einführend sei festgehalten, dass in den unterschiedlich beschriebenen Ausführungsformen gleiche Teile mit gleichen Bezugszeichen bzw. gleichen Bauteilbezeichnungen versehen werden, wobei die in der gesamten Beschreibung enthaltenen Offenbarungen sinngemäß auf gleiche Teile mit gleichen Bezugszeichen bzw. gleichen Bauteilbezeichnungen übertragen werden können. Auch sind die in der Beschreibung gewählten Lageangaben, wie z.B. oben, unten, seitlich usw. auf die unmittelbar beschriebene sowie dargestellte Figur bezogen und sind diese Lageangaben bei einer Lageänderung sinngemäß auf die neue Lage zu übertragen.

[0025] In der Fig. 1 ist ein erstes Ausführungsbeispiel einer Vorrichtung 1 gezeigt, die zur Durchführung eines erfindungsgemäßen Verfahrens geeignet ist, welche zum Züchten eines Kristalls, insbesondere eines künstlich hergestellten Saphir-Kristalls, dient bzw. dazu ausgebildet ist. Saphir hat die chemische Formel Al_2O_3 und kommt in der Natur vor und wird unter anderem als Schmuckstein oder dergleichen verwendet.

[0026] Die synthetische oder künstliche Herstellung erfolgt ausgehend von einem sogenannten Basismaterial 2, welches eine stückige, körnige bis hin zu einer pulverförmigen Struktur aufweisen kann. Es können auch größere Stücke zur Erreichung einer besseren Füllichte verwendet werden. Das Basismaterial 2 wird in eine allgemein als Tiegel 3 bezeichnete Aufnahmevorrichtung oder Aufnahmegefäß eingebracht und dort mittels Wärmezufuhr in bekannter Weise aufgeschmolzen.

[0027] Die Schmelze, welche nachfolgend mit dem Buchstaben „S“ bezeichnet wird, wird abgekühlt und dabei erfolgt die Erstarrung und Bildung des Kristalls „K“. Bei einem derartigen Kristall „K“ handelt es sich bevorzugt um eine Einkristall-Form von Aluminiumoxid (Al_2O_3). Der synthetisch hergestellte Saphir-Kristall „K“ weist einen HärteWert von 9 auf der Mohs-Skala auf. Darüber hinaus weisen daraus hergestellte Produkte, wie z.B. Wafer, Uhrgläser, Gehäuse, Leuchtdioden oder dergleichen, eine hohe Kratzfestigkeit auf. Bevorzugt werden Kristalle „K“ mit glasklaren Eigenschaften oder aber auch je nach Zusatzstoff mit farbigem Aussehen gebildet.

[0028] Die Vorrichtung 1 umfasst dabei eine Prozesskammer 30 in welcher zumindest ein Tiegel 3 platziert ist, welcher eine Tiegelfwand 4, welche ihrerseits einen ersten Endbereich 5 und einen davon beabstandet angeordneten zweiten Endbereich 6 aufweist. Zwischen den beiden Endbereichen 5 und 6 erstreckt sich eine Längsachse 7. Bei diesem Ausführungsbeispiel ist der erste Endbereich 5 offen ausgebildet. Der zweite Endbereich 6 bildet bei lotrechter Ausrichtung der Längsachse 7 den bodenseitigen Endabschnitt aus und ist gänzlich offen oder zu einem überwiegenden Anteil offen ausgebildet. Die Tiegelfwand 4 ist grundsätzlich rohrförmig ausgebildet und kann die unterschiedlichsten Querschnittformen bezüglich der Längsachse 7 aufweisen. Die Querschnittsform hängt vom Querschnitt des herzustellenden Kristalls „K“ ab. So kann der Innenquerschnitt z.B. rund, oval oder mehreckig ausgebildet sein. Der mehreckige Querschnitt kann z.B. von einem Quadrat, einem Rechteck, einem Fünfeck, Sechseck, Achteck oder dergleichen gebildet sein.

[0029] Die Tiegelfwand 4 definiert ihrerseits eine Tiegelfwand-Innenfläche 8 und eine Tiegelfwand-Außenfläche 9, wobei in radialer Richtung gesehen von den beiden Tiegelfwand-Flächen 8 und 9 eine Tiegelfwanddicke 10 festgelegt wird.

[0030] Zur Bildung eines Aufnahmeraums 11 ist die Tiegelfwand 4 bodenseitig in ihrem zweiten Endbereich 6 mit einem Tiegelfboden 12 verschlossen auszubilden. Damit definieren die Tiegelfwand 4 und der Tiegelfboden 12 den Aufnahmeraum 11.

[0031] Es ist bei diesem Ausführungsbeispiel und auch bei den nachfolgend beschriebenen Ausführungsbeispielen vorgesehen, dass der Tiegelfboden 12 selbst zu seinem überwiegenden Anteil ausschließlich aus einer Platte 13 aus einem bereits zuvor künstlich hergestellten Saphir-Kristall „K“ gebildet ist oder wird. Bevorzugt ist jedoch der gesamte Tiegelfboden 12 ausschließlich von der Platte 13 aus dem bereits zuvor künstlich hergestellten Saphir-Kristall „K“ gebildet. Damit wird von der den Tiegelfboden 12 bildenden Platte 13 ein Keimkristall für den herzustellenden Saphir-Kristall „K“ gebildet. Es wurde jeweils die Trennlinie zwischen der Platte 13 und dem bereits neu hergestellten Saphir-Kristall „K“ mit einer strichlierten Linie dargestellt, da am Beginn des Aufschmelzvorgangs des Basismaterials 2 und der Bildung der Schmelze „S“ die dem Aufnahmeraum 11 zugewendete Oberfläche der Platte 13 zumindest teilweise oder gänzlich aufgeschmolzen wird und bei fortschreitender Abkühlung und Kristallisation ein zusammengehöriger einstückiger Saphir-Kristall „K“ ausgebildet wird.

[0032] Die den Tiegelfboden 12 bildende Platte 13 kann eine Plattenstärke 14 mit mindestens 0,5 mm bis zu mehreren mm aufweisen, welche aus einem Plattenstärke-Wertebereich stammt, dessen untere Grenze 0,5 mm, insbesondere 1 mm, und dessen obere Grenze 5 mm, insbesondere 2 mm, beträgt.

[0033] Weiters kann der offene erste Endbereich 5 der Tiegelfwand 4 mit einer Wandstärke von 0,5 mm bis zu mehreren mm von einem Tiegelfdeckel 15 abgedeckt sein. Als möglicher Werkstoff zur Bildung der Tiegelfwand 4 und/oder des Tiegelfdeckels 15 kann ein Material aus der Gruppe von Iridium (Ir), Wolfram (W), Molybdän (Mo) ausgewählt werden.

[0034] Da zumeist der Saphir-Kristall „K“ und auch die den Tiegelfboden 12 bildenden Platte 13 glasklar bis durchsichtig ausgebildet sind oder werden, besteht die Möglichkeit durch die Platte 13 hindurch die unterschiedlichsten Messungen in den Aufnahmeraum 11 hinein durchzuführen. Dazu ist je nach durchzuführender Messung zumindest ein Sensor 16 vorzusehen. Der zumindest eine Sensor 16 wird auf der vom Aufnahmeraum 11 abgewendeten Seite der den Tiegelfboden 12 bildenden Platte 13 angeordnet und ist vereinfacht angedeutet. Der Sensor 16 kann mit einer

Steuerungsvorrichtung 17 in Kommunikationsverbindung stehen und den oder die ermittelten Messwerte an diese übertragen.

[0035] Der Sensor 16 kann z.B. dafür ausgebildet sein, die relative Lage einer Grenzschicht 18 zwischen dem erstarrten Saphir-Kristall „K“ und der sich noch oberhalb befindlichen Schmelze „S“ aus dem Basismaterial 2 zu ermitteln. Die vom Sensor 16 ausgesendeten Messstrahlen sind in strichlierten Linien bis hin zur Grenzschicht 18 angedeutet bzw. dargestellt. Es wäre aber auch noch möglich, die Lage der Schmelze-Oberfläche innerhalb des Aufnahme-raums 11 mittels dieses Sensors 16 und/oder aber einem weiteren nicht näher dargestellten Sensor zu ermitteln. Die an der Schmelzeoberfläche endenden Messstrahlen sind bei diesem Ausführungsbeispiel und auch den nachfolgend noch beschriebenen Ausführungsbeispielen jeweils mit strich-punktierten Linien angedeutet. Es wäre aber auch möglich, mit dem gleichen Sensor 16 und der ermittelten unterschiedlichen Laufdauer der Messstrahlen bis hin zur Grenzschicht 18 zwischen dem erstarrten Saphir-Kristall „K“ und der sich noch oberhalb befindlichen Schmelze „S“ oder bis hin zu der Schmelzeoberfläche die jeweilige Lage oder Höhenposition zu eruieren.

[0036] Bei einem Sensor 16, welcher auch als Detektor, Fühler, Messfühler oder Aufnehmer bezeichnet werden kann, handelt es sich um ein technisches Bauteil, das bestimmte physikalische oder chemische Eigenschaften und/oder die stoffliche Beschaffenheit seiner Umgebung qualitativ oder als Messgröße quantitativ erfassen kann. Diese Größen werden mittels physikalischer, chemischer oder biologischer Effekte erfasst und in ein weiter verarbeitbares elektrisches Signal umgeformt und gegebenenfalls an die Steuerungsvorrichtung 17 übertragen. Mittels der Steuerungsvorrichtung 17 kann die Anlage mit der Vorrichtung 1 und der Verfahrensablauf geregelt und gesteuert werden.

[0037] Weiters ist noch gezeigt, dass die Tiegelwand 4 bei lotrechter Ausrichtung von deren Längsachse 7 mit ihrem bodenseitigen zweiten Endbereich 6 - nämlich mit deren bodenseitigen Tiegel-Stirnfläche - auf der den Tiegelboden 12 bildenden Platte 13 aus dem bereits zuvor künstlich hergestellten Saphir-Kristall „K“ auflagernd abgestützt sein kann. Die Außenabmessung der Platte 13 ist somit größer auszubilden als die von der Tiegelwand-Innenfläche 8 definierte lichte Innenabmessung. So kann z.B. die den Tiegelboden 12 bildende Platte 13 eine Außenabmessung 19 aufweisen, welche maximal einer von der Tiegelwand-Außenfläche 9 definierten Querschnittsabmessung entspricht. Damit kann ein radiales Übertreten der Platte über die Außenabmessung der Tiegelwand 4 hinaus verhindert werden. Um die Entformung und eine mögliche Abstützung der Tiegelwand 4 in ihrem bodenseitigen zweiten Endbereich 6 zu ermöglichen, kann, wie in strichlierten Linien angedeutet, die Außenabmessung 19 der Platte 13 kleiner gewählt werden als die von der Tiegelwand-Außenfläche 9 definierte äußere Querschnittsabmessung.

[0038] Die Tiegelwand 4 kann weiters mittels der Platte 13 auf einer nicht näher bezeichneten Stützvorrichtung abgestützt werden. Im vorliegenden Ausführungsbeispiel ist die Stützvorrichtung von einzelnen, bevorzugt über den Umfang verteilt angeordneten Stützelementen gebildet. Außerhalb der Tiegelwand 4 ist noch vereinfacht eine Heizvorrichtung 20 schematisch angedeutet, mittels welcher das in den Aufnahme-raum 11 eingebrachte Basismaterial 2 zu einem Schmelzebad aufgeschmolzen und die Schmelze „S“ bei deren Abkühlung zu dem herzustellenden Saphir-Kristall „K“ auskristallisiert und verfestigt wird.

[0039] Das Verfahren zum Züchten des künstlich hergestellten Saphir-Kristalls „K“ kann bevorzugt unter Verwendung oder Anwendung der Vorrichtung 1 mit einer Prozesskammer 30 und zumindest einen Tiegel 3 mit der Tiegelwand 4 und der den Tiegelboden 12 bildenden Platte 13 aus dem kristallinen Material als Keimkristall durchgeführt werden. Alternativ zu den in den Figuren gezeigten Tiegeln kann auch ein Tiegel mit einem geschlossenen Boden Verwendung finden, wobei der Keimkristall bzw. die Platte 13 bzw. mehrere davon dann in den Tiegel eingesetzt werden.

[0040] Der Tiegel 3 bzw. mehrere Tiegel wird bzw. werden in der Prozesskammer 30 angeordnet. In der Prozesskammer 30 ist zumindest ein Heizelement angeordnet. Das zumindest eine Heizelement dient dazu, die Tiegelfüllung zu schmelzen, wie dies an sich bekannt ist. Insbesondere ist zumindest ein Heizelement oberhalb des Tiegels 3 bzw. der Tiegel angeordnet. Es können

aber auch noch weitere Heizelemente vorgesehen sein, die seitlich von der Tiegelwand 4 bzw. der Tiegelwände angeordnet sind. Es können über den Umfang des Tiegels 3 bzw. der Tiegel verteilt auch mehrere Heizelemente angeordnet sein. Die Heizelemente können den Stand der Technik entsprechend ausgebildet sein, beispielsweise als Widerstandsheizelemente, mittels Mikrowellen oder als induktive Heizelemente.

[0041] Da der Tiegel 3 von dem Keimkristall aus betrachtet nach oben offen ist, wenn der Tiegeldruck 15 entfernt wird, kann bei nicht abgedecktem Tiegel ein Spiegel einer Schmelze des Basismaterials mittels zumindest eines in Fig. 1 vorgesehenen oberen Heizelements 28, welches über einer offenen Seite des Tiegels 3 angeordnet werden kann von oben direkt erwärmt werden, wobei zwischen dem Heizelement 28 und der offenen, oberen Seite des Tiegels bevorzugt ein Wärmediffusorelement 27, beispielsweise eine Diffusorplatte, zur Herstellung einer gleichmäßigen Wärmeverteilung direkt an dem Heizelement angeordnet sein kann.

[0042] „Einleiten des Kristallwachstums durch Wärmeabfuhr“ gemäß dem Ansprüchen ist dabei so zu verstehen, dass mittels eines im Tiegel ausgebildeten Temperaturgradienten zwischen der Schmelze und dem zumindest einen Keimkristall eine gezielte Erstarrung eingeleitet wird.

[0043] Darüber hinaus kann der Keimkristall z.B. an dessen Unterseite mit einer nicht dargestellten Kühlvorrichtung gekühlt werden, um den Temperaturgradienten besser beeinflussen und steuern zu können.

[0044] Vor dem Aufheizen und Schmelzen des Basismaterials 2 erfolgt vorzugsweise ein Spülen des Ofens bzw. der Prozesskammer 30, in welcher sich der bzw. die Tiegel befindet bzw. befinden, mittels eines Gases über eine Gasversorgungseinheit 31. Als Spülgas kann dabei z.B. Argon verwendet werden. Weitere mögliche Prozessgase wären z.B. Stickstoff oder Helium. Hierauf kann das Gas abgepumpt und ein Prozessdruck eingestellt werden. Der Prozessdruck beträgt dabei vorzugsweise 100 bis 1100mbar, insbesondere 300 bis 850 mbar.

Das Abpumpen des Gases erfolgt mittels einer Abpumpvorrichtung 32. Diese kann als eine Trockenpumpe bzw. trockenlaufende Vakuumpumpe, Drehschieberpumpe oder Turbomolekularpumpe ausgebildet sein. Das Abpumpen kann dabei bodenseitig, wie dargestellt stattfinden, aber auch an anderen Bereichen der Prozesskammer 30.

[0045] Dabei wird erfindungsgemäß ein Feuchtegehalt des abgepumpten Gases bestimmt. Hierfür kann eine Messvorrichtung 29 vorgesehen sein, welche Messvorrichtung 29 vorzugsweise ebenfalls mit der Steuerungsvorrichtung 17 in Verbindung steht.

[0046] Die Messvorrichtung 29 zur Bestimmung des Feuchtegehalts kann dabei unterschiedlich ausgebildet sein, z.B. kann diese ein Massenspektrometer umfassen.

[0047] Der Vorteil einer Massenspektrometrie ist, dass bereits eine Abpumpvorrichtung vorhanden ist, welche zusätzlich für das benötigte Vakuum der Spektrometrie genutzt werden kann. Zudem ist mit dieser Ausgestaltung eine hochqualitative und präzise Messung gewährleistet.

[0048] Alternativ kommt auch z.B. eine kapazitive Methode infrage. So kann die Messvorrichtung 29 beispielsweise eine Art Kondensator umfassen. Eine Mögliche Anwendung hierbei kann Aluminiumoxid sein.

[0049] Weiters kann die Messmethode eine Infrarotmessung umfassen, sodass die Beeinflussung der Infrarotreflexion durch die Absorption im Feuchteanteil bestimmt wird.

[0050] Eine weitere Ausführungsform sieht vor, dass der Feuchtegehalt mittels elektrolytischer Feuchtemessung bestimmt wird. Eine mögliche Ausgestaltung wäre dabei ein Elektrolyse-Hygrometer. Weiters kann ein Coulometrischer Feuchtesensor hierbei Anwendung finden, wo z.B. Phosphorpentoxid P_2O_5 selektiv auf Wasser reagiert. Dabei wird das Prozessgas in eine Messzelle mit einem Elektrolyten und einer Stromquelle eingeleitet und der gemessene Zersetzungstrom kann gemäß dem Faraday'schen Gesetz als Maß für die Feuchte herangezogen werden.

[0051] In einer anderen Ausgestaltung kann vorgesehen sein, dass die Messmethode eine Taupunktmessung umfasst. Hierfür sei auf übliche Messungen aus dem Stand der Technik verwiesen.

[0052] Weiters kann die Messvorrichtung 29 als Sauerstoffsensor, insbesondere als Zirkoniumdioxid-Sauerstoffsensor ausgebildet sein. Dabei wirkt Zirkoniumdioxid als Festkörperelektrolyt für Sauerstoff, wobei mittels einer Sauerstoffdruckdifferenz eine Nernst-Spannung gemessen werden kann. Für den genaueren Prozessablauf sei dabei auf den Stand der Technik verwiesen. Über den Sauerstoff kann dabei wiederum Rückschluss auf die Feuchte bezogen werden.

[0053] Eine andere Ausführungsform sieht die Anwendung einer LiCl-Zelle vor, um den Feuchtegehalt zu bestimmen. Dabei ist die Zelle als Widerstands Temperatursensor ausgebildet, worin eine Glaswolle mit Lithiumchlorid getränkt ist. Mittels Wechsellspannung kann ein Wassergehalt in der LiCl Lösung verdampft werden. Dadurch kann ein Absolutwert der Feuchte bestimmt werden.

[0054] Es wäre auch denkbar, mehrere dieser Verfahren für die Feuchtemessung zu kombinieren, um eine erhöhte Sicherheit für einen korrekten Feuchtwert gewährleisten zu können.

[0055] Die Anordnungen der Messvorrichtung 29 Gasversorgungseinheit 31 und der Abpumpvorrichtung 32 können dabei auch anders ausgeführt sein, als bei der Vorrichtung 1 gezeigt und sind dabei nicht als einschränkend zu verstehen.

[0056] Unabhängig von der Ausführung der Messvorrichtung 29 kann vorgesehen sein, dass ein Schwellwert für den Feuchtegehalt vorgesehen ist. Dabei wird das Aufheizen und Schmelzen des Basismaterials 2 erst bei Unterschreitung dieses Schwellwertes eingeleitet. Vorzugsweise wird diese Bestimmung durch die Steuerungsvorrichtung 17 durchgeführt. Der Schwellwert kann dabei abhängig von der Messmethode, z.B. bei der Spektrometrie 50ppm betragen. Dabei kann vorgesehen sein, dass die Prozesskammer 30 trotz einem Feuchtegehalt über dem Schwellwert auf eine Temperatur unter dem Schmelzpunkt des Basismaterials 2 vorgewärmt wird.

[0057] Weiters kann vorgesehen sein, dass bei Überschreitung des Schwellwertes die Prozesskammer 30 mittels der Heizvorrichtung und/oder den Heizelementen getrocknet wird. Zudem kann bei Überschreitung des Schwellwertes ein erneutes Spülen der Prozesskammer 30 mittels der Gasversorgungseinheit 31 sowie ein Abpumpen des Gases mittels einer Abpumpvorrichtung 32 und Einstellen eines Prozessdruckes erfolgen. Dabei kann vorgesehen sein, dass erneut ein Feuchtegehalt des abgepumpten Gases gemessen wird.

[0058] Optional kann vorgesehen sein, dass ein Feuchtegehalt im Bereich der Gasversorgungseinheit 31 ebenfalls bestimmt wird.

[0059] In der Fig. 2 ist ein weiteres und gegebenenfalls für sich eigenständiges Ausführungsbeispiel der Vorrichtung 1 gezeigt, wobei wiederum für gleiche Teile gleiche Bezugszeichen bzw. Bauteilbezeichnungen wie in der vorangegangenen Fig. 1 verwendet werden. Um unnötige Wiederholungen zu vermeiden, wird auf die detaillierte Beschreibung in der vorangegangenen Fig. 1 hingewiesen bzw. Bezug genommen.

[0060] Die Vorrichtung 1 umfasst wiederum ebenfalls eine Prozesskammer 30 in welcher Prozesskammer 30 zumindest ein Tiegel 3 positioniert werden kann, welcher Tiegel 3 die Tiegelwand 4, gegebenenfalls den Tiegeldeckel 15 und den aus der kristallinen Platte 13 gebildeten Tiegelboden 12 aufweist.

[0061] Die den Tiegelboden 12 bildende Platte 13 weist hier eine Außenabmessung 21 auf, welche maximal einer von der Tiegelwand-Innenfläche 8 definierten Querschnittsabmessung entspricht. Weiters ist die Platte 13 bodenseitig in den Aufnahmeraum 11 eingesetzt.

[0062] Um eine positionierte Halterung der Platte 13 relativ bezüglich der Tiegelwand 4 zu erzielen, können mehrere Halteansätze 22 vorgesehen sein. Die Halteansätze 22 überragen die Tiegelwand-Innenfläche 8 in Richtung auf die Längsachse 7 und sind bevorzugt über den Umfang der Tiegelwand-Innenfläche 8 verteilt angeordnet. Weiters können die Halteansätze 22 einen integralen Bestandteil der Tiegelwand 4 bilden und aus demselben Werkstoff oder Material wie die Tiegelwand 4 gebildet sein. Unter dem Begriff integral wird hier verstanden, dass die Halteansätze 22 einstückig mit der Tiegelwand 4 ausgebildet sind.

[0063] Sind die Halteansätze 22 vorgesehen, ist die den Tiegelboden 12 bildende Platte 13 auf den Halteansätzen 22 auf jeweils deren dem offenen ersten Endbereich 6 zugewendeten Seite auflagernd abgestützt. Die Halteansätze 22 sind zumeist als Vorsprünge oder Ansätze ausgebildet. Es wäre aber auch noch möglich, die Halteansätze 22 durch einen über den Innenumfang durchlaufend ausgebildeten Halteflansch auszubilden.

[0064] Die Außenabmessung 21 der den Tiegelboden 12 bildenden Platte 13 kann so gewählt werden, dass diese mit ihrer äußeren Umfangs-Stirnfläche 23 durchgängig dichtend an der Tiegelwand-Innenfläche 8 anliegt. Die Platte 13 soll flüssigkeitsdicht an der Tiegelwand-Innenfläche 8 anliegen.

[0065] Es kann auch hier wiederum der zuvor beschriebene Sensor 16 vorgesehen sein. Da die Platte 13 bevorzugt vollständig in den Aufnahmeraum 11 eingesetzt ist, kann die tragende Abstützung der Tiegelwand 4 mit ihrem bodenseitigen zweiten Endbereich 6 auf zumindest einem Stützelement 24 erfolgen.

[0066] Erfindungsgemäß weist die Vorrichtung 1 wiederum eine Messvorrichtung 29 zur Bestimmung des Feuchtegehalts des abgepumpten Gases auf. Dabei sei auf die detaillierte Beschreibung der Figur 1 verwiesen.

[0067] In der Fig. 3 ist eine weitere und gegebenenfalls für sich eigenständige Ausführungsform der Vorrichtung 1 gezeigt, wobei wiederum für gleiche Teile gleiche Bezugszeichen bzw. Bauteilbezeichnungen wie in den vorangegangenen Fig. 1 und 2 verwendet werden. Um unnötige Wiederholungen zu vermeiden, wird auf die detaillierte Beschreibung in den vorangegangenen Fig. 1 und 2 hingewiesen bzw. Bezug genommen.

[0068] Der Tiegel 3 umfasst wiederum ebenfalls die Tiegelwand 4, gegebenenfalls den Tiegeldeckel 15 und den aus der kristallinen Platte 13 gebildeten Tiegelboden 12.

[0069] Die den Tiegelboden 12 bildende Platte 13 weist hier ebenfalls die Außenabmessung 21 auf, welche maximal einer von der Tiegelwand-Innenfläche 8 definierten Querschnittsabmessung entspricht. Weiters ist die Platte 13 bodenseitig in den Aufnahmeraum 11 eingesetzt. Die Außenabmessung 21 der den Tiegelboden 12 bildenden Platte 13 kann so gewählt werden, dass diese mit ihrer äußeren Umfangs-Stirnfläche 23 durchgängig und dichtend an der Tiegelwand-Innenfläche 8 anliegt. Die Platte 13 soll flüssigkeitsdicht an der Tiegelwand-Innenfläche 8 anliegen.

[0070] Im Gegensatz zu dem zuvor in der Fig. 2 beschriebenen Ausführungsbeispiel sind hier keine Halteansätze 22 zur Positionierung der Platte 13 an der Tiegelwand 4 vorgesehen.

[0071] Es ist hier vorgesehen, dass die Tiegelwand 4 und die den Tiegelboden 12 bildende Platte 13 gemeinsam auf einer allgemein als Stützvorrichtung 25 bezeichneten Komponente der Vorrichtung 1 auflagernd abgestützt sind. Die Stützvorrichtung 25 kann durch einzelne Stützelemente oder aber auch durch eine Stützplatte gebildet sein. Je nach Ausbildung der Stützvorrichtung 25 weist diese zumindest eine die Stützvorrichtung 25 in Richtung der Längsachse 7 durchdringende Durchsetzung 26 auf. Die zumindest eine Durchsetzung 26 dient dazu, wiederum den Einblick in den Aufnahmeraum 11 von dem zuvor beschriebenen Sensor 16 zu ermöglichen. So kann die Ermittlung oder können die unterschiedlichsten Ermittlungen mit den dazu ausgebildeten Sensoren 16 durchgeführt werden.

[0072] So kann nicht nur die relative Lage der zuvor beschriebenen Grenzschicht 18 zwischen dem bereits ausgebildeten Saphir-Kristall „K“ und der Schmelze „S“ sondern oder zusätzlich dazu die Qualität und/oder Reinheit des bereits ausgebildeten Saphir-Kristall „K“ ermittelt werden. Sollte z.B. eine Fehlkristallisation und/oder eine Qualitätsabweichung festgestellt werden, kann der weitere Kristallisationsvorgang und das Aufschmelzen des Basismaterials 2 abgebrochen werden, wodurch ein hoher Anteil an Energiekosten eingespart werden kann.

[0073] Durch die im bodenseitigen zweiten Endbereich 6 zum überwiegenden Anteil nicht verschlossene und somit ebenfalls offene Ausbildung der Tiegelwand 4 kann die Entnahme des fertig hergestellten und auskristallisierten Saphir-Kristalls „K“ entweder durch den bodenseitig offenen ausgebildeten zweiten Endbereich 6 hindurch, wie in den Fig. 1 und 3 gezeigt und beschrie-

ben, oder aber durch eine bodenseitig aufgebrachte Druckkraft (Entformungskraft) auf den fertig hergestellten und auskristallisierten Saphir-Kristall „K“ in Richtung auf den offenen ersten Endbereich 5 aus der Tiegelwand 4 heraus entformt werden.

[0074] Weiters kann die Tiegelwand 4 über ihre gesamte Erstreckung eine gleichbleibende Wärmeleitfähigkeit und/oder gleiche optische und/oder gleiche mechanische Eigenschaften aufweist. Die Tiegelwand 4 kann an ihrer Tiegel-Innenfläche 8 auch eine gleichartige Oberflächenausbildung aufweisen. Weiters kann die zylinderförmige Tiegelwand 4 in sich ringförmig geschlossen und nahtlos ausgebildet sein sowie über ihre gesamte Erstreckung einen gleichartigen strukturellen Aufbau aufweisen. Die Tiegelwand 4 weist somit bevorzugt keine von oben nach unten erstreckende Füge- bzw. Verbindungsstelle auf.

[0075] Durch die nahtlose und homogene Ausbildung der Tiegelwand 4 wird eine lokale Schwächung des Materials, wie sie eine Schweißnaht darstellt, vermieden. Insbesondere kann dadurch vermieden werden, dass sich entlang der Schweißnaht Fehlstellen in dem Einkristall während des Kristallwachstums bilden. Besonders geeignet zur Herstellung der Tiegelwand 4 ist ein Schleudergussverfahren geeignet. Die Tiegelwand 4 kann dann mit dem Tiegelboden 12 verbunden werden. Falls der Tiegelboden 12 durch den Keimkristall selbst gebildet wird kann die Tiegelwand 4 auf den Tiegelboden gestellt werden. Falls der Tiegelboden 12 aus dem gleichen oder einem ähnlichen Material wie die Tiegelwand 4 gebildet wird, so kann die Tiegelwand 4 mit dem Tiegelboden 12 beispielsweise durch Schweißen verbunden werden. In diesem Fall kann der Keimkristall in den Tiegel 4 eingesetzt werden.

[0076] Der herzustellende Einkristall weist vorzugsweise einen Außendurchmesser bzw. eine Querschnittsfläche auf, der dem Innendurchmesser bzw. der Innengeometrie des Tiegels 3 entspricht. Somit füllt der entstehende Einkristall bevorzugt die Querschnittsfläche des Tiegels 3 zur Gänze aus. Der Einkristall wird also bevorzugt nicht aus dem Tiegel gezogen. Der fertige Einkristall kann beispielsweise einen Durchmesser zwischen 5 cm und 100 cm und eine Höhe zwischen 5 cm und 80 cm aufweisen. Es sei jedoch darauf hingewiesen, dass diese Werte der Veranschaulichung dienen und den Schutzzumfang nicht beschränkend verstanden werden sollen.

[0077] Mittels des zuvor beschriebenen Sensors 16, gegebenenfalls in Kombination mit der Steuerungsvorrichtung 17, kann vom Sensor 16 durch die den Tiegelboden 12 bildenden Platte 13 hindurch z.B. die relative Lage der Grenzschicht 18 zwischen dem bereits erstarrten Saphir-Kristall „K“ und der Schmelze „S“ ermittelt werden.

[0078] Dies deshalb, da die den Keimkristall bildende Kristall-Platte zumindest durchsichtig oder durchscheinend bis hin zu glasklar ausgebildet ist. Deshalb wird ein Durchtritt von vom Sensors 16 ausgesendeten oder abgegebenen Messstrahlen durch die Platte 13 hindurch ermöglicht.

[0079] Die Ausführungsbeispiele zeigen mögliche Ausführungsvarianten, wobei an dieser Stelle bemerkt sei, dass die Erfindung nicht auf die speziell dargestellten Ausführungsvarianten derselben eingeschränkt ist, sondern vielmehr auch diverse Kombinationen der einzelnen Ausführungsvarianten untereinander möglich sind und diese Variationsmöglichkeit aufgrund der Lehre zum technischen Handeln durch gegenständliche Erfindung im Können des auf diesem technischen Gebiet tätigen Fachmannes liegt.

[0080] Sämtliche Angaben zu Wertebereichen in gegenständlicher Beschreibung sind so zu verstehen, dass diese beliebige und alle Teilbereiche daraus mitumfassen, z.B. ist die Angabe 1 bis 10 so zu verstehen, dass sämtliche Teilbereiche, ausgehend von der unteren Grenze 1 und der oberen Grenze 10 mit umfasst sind, d.h. sämtliche Teilbereiche beginnen mit einer unteren Grenze von 1 oder größer und enden bei einer oberen Grenze von 10 oder weniger, z.B. 1 bis 1,7, oder 3,2 bis 8,1, oder 5,5 bis 10.

[0081] Der Ordnung halber sei abschließend darauf hingewiesen, dass zum besseren Verständnis des Aufbaus Elemente teilweise unmaßstäblich und/oder vergrößert und/oder verkleinert dargestellt wurden.

BEZUGSZEICHENLISTE

- | | | | |
|----|------------------------|----|-----------------------|
| 1 | Vorrichtung | 31 | Gasversorgungseinheit |
| 2 | Basismaterial | 32 | Abpumpvorrichtung |
| 3 | Tiegel | | |
| 4 | Tiegelwand | | |
| 5 | erster Endbereich | | |
| 6 | zweiter Endbereich | | |
| 7 | Längsachse | | |
| 8 | Tiegelwand-Innenfläche | | |
| 9 | Tiegelwand-Außenfläche | | |
| 10 | Tiegelwanddicke | | |
| 11 | Aufnahmeraum | | |
| 12 | Tiegelboden | | |
| 13 | Platte | | |
| 14 | Plattenstärke | | |
| 15 | Tiegeldeckel | | |
| 16 | Sensor | | |
| 17 | Steuerungsvorrichtung | | |
| 18 | Grenzschicht | | |
| 19 | Außenabmessung | | |
| 20 | Heizvorrichtung | | |
| 21 | Außenabmessung | | |
| 22 | Halteansätze | | |
| 23 | Umfangs-Stirnfläche | | |
| 24 | Stützelement | | |
| 25 | Stützvorrichtung | | |
| 26 | Durchsetzung | | |
| 27 | Wärmediffusorelement | | |
| 28 | Heizelement | | |
| 29 | Messvorrichtung | | |
| 30 | Prozesskammer | | |

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines Einkristalls, insbesondere eines Saphirs umfassend die Schritte;
 - Bereitstellen einer Prozesskammer (30);
 - Bereitstellen zumindest eines Tiegels (3) in der Prozesskammer (30); in welchen Tiegel (3) zumindest ein Impfkristall sowie ein Basismaterial (2) platziert ist;
 - Bereitstellen von zumindest einer Heizvorrichtung;
 - Spülen der Prozesskammer (30) mittels eines Gases;
 - Abpumpen des Gases und Einstellen eines Prozessdruckes;
 - Aufheizen und Schmelzen des Basismaterials (2);
 - Einleiten des Kristallwachstums durch Wärmeabfuhr;**dadurch gekennzeichnet**, dass ein Feuchtegehalt des abgepumpten Gases bestimmt wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Feuchtegehalt des Gases mittels eines Massenspektrometers bestimmt wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Feuchtegehalt mittels kapazitiver Methoden bestimmt wird.
4. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Feuchtegehalt mittels Infrarotstrahlung bestimmt wird.
5. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Feuchtegehalt mittels Taupunktmessung bestimmt wird.
6. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Feuchtegehalt mittels elektrolytischer Feuchtemessung bestimmt wird.
7. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Feuchtegehalt mittels eines Sauerstoffsensors, insbesondere eines Zirkoniumdioxid-Sauerstoffsensors bestimmt wird.
8. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Feuchtegehalt mittels einer LiCl-Zelle bestimmt wird.
9. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, dass ein Schwellwert für den Feuchtegehalt festgelegt wird.
10. Verfahren nach Anspruch 9, **dadurch gekennzeichnet**, dass das Aufheizen und Schmelzen des Basismaterials (2) erst bei Unterschreiten des Schwellwertes des Feuchtigkeitsgehaltes erfolgt.
11. Verfahren nach Anspruch 9 oder 10, **dadurch gekennzeichnet**, dass bei Überschreiten des Schwellwertes die Prozesskammer (30) mittels der zumindest einen Heizvorrichtung getrocknet wird.
12. Verfahren nach einem der Ansprüche 9 bis 11, **dadurch gekennzeichnet**, dass bei Überschreiten des Schwellwertes die Prozesskammer (30) erneut mit Gas gespült und abgepumpt wird.
13. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Impfkristall und/oder das Basismaterial im Wesentlichen aus Al_2O_3 bestehen.

Hierzu 3 Blatt Zeichnungen

Fig.1

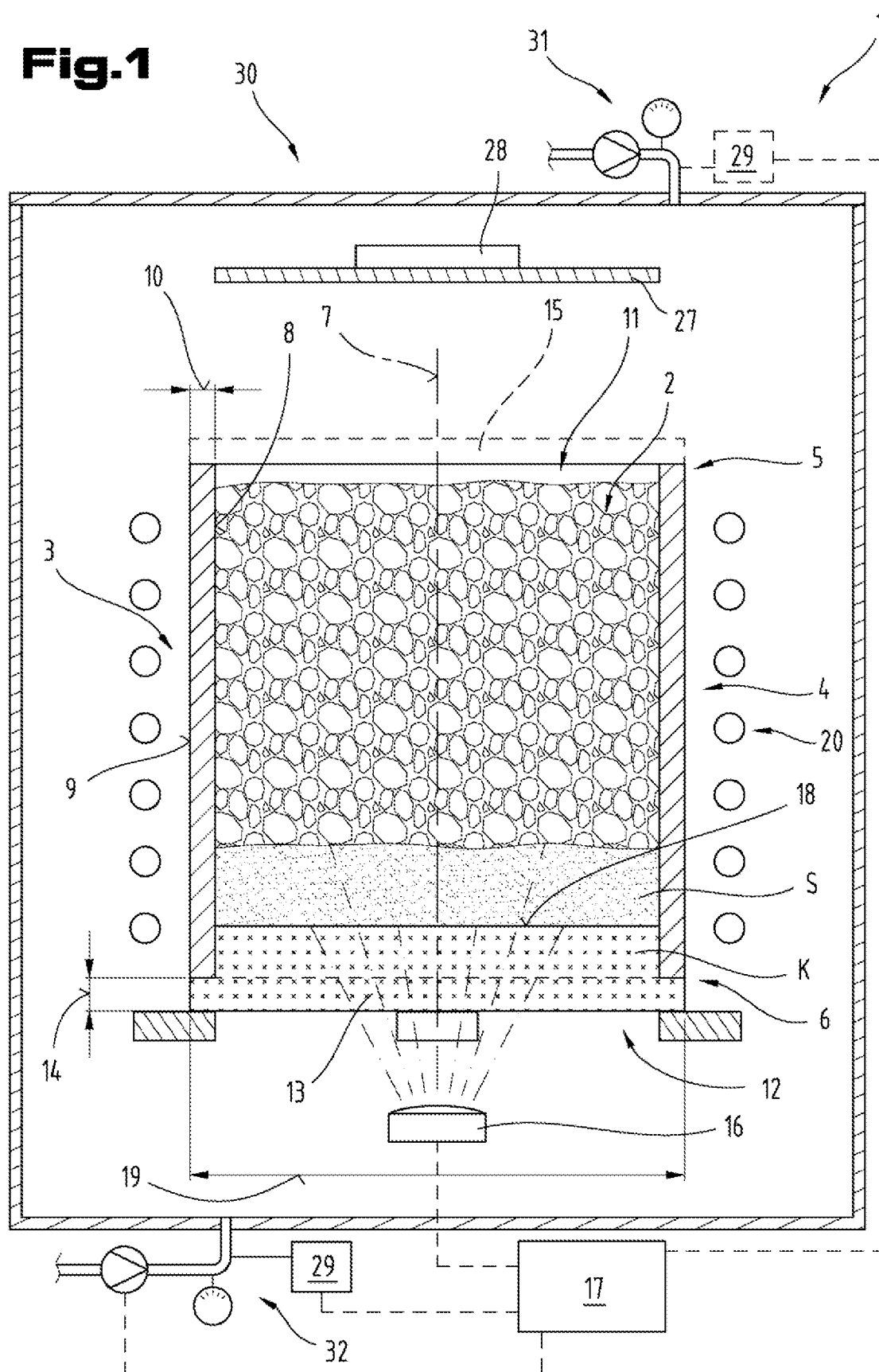


Fig.2

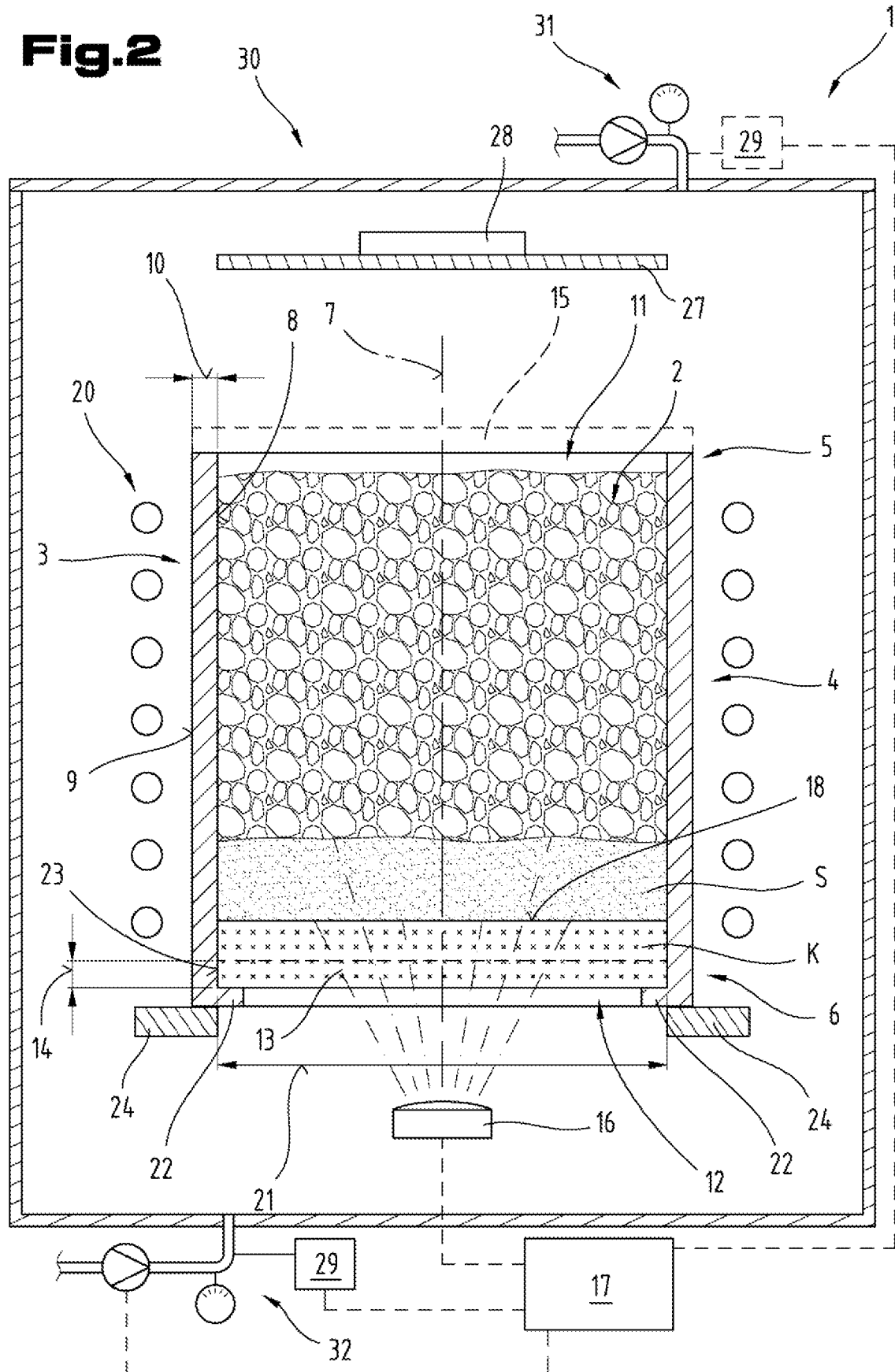


Fig.3

