



**SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT**  
BUNDESAMT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

51 Int. Cl.<sup>3</sup>: H 01 L 21/208

**Erfindungspatent für die Schweiz und Liechtenstein**  
Schweizerisch-liechtensteinischer Patentschutzvertrag vom 22. Dezember 1978



12 **PATENTSCHRIFT** A5

11

**629 034**

21 Gesuchsnummer: 3455/78

73 Inhaber:  
International Business Machines Corporation,  
Armonk/NY (US)

22 Anmeldungsdatum: 31.03.1978

72 Erfinder:  
Dr. Dieter Pohl, Adliswil  
Hansjörg Scheel, Kilchberg ZH

24 Patent erteilt: 31.03.1982

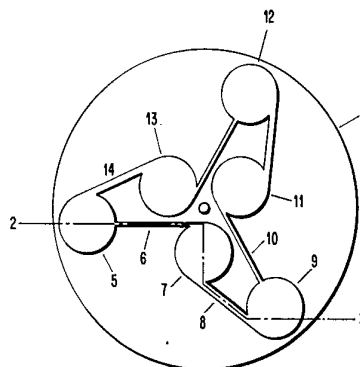
45 Patentschrift  
veröffentlicht: 31.03.1982

74 Vertreter:  
Dipl.-Ing. Günter O. Rudack, c/o IBM Corp.,  
Rüschlikon

**54 Vorrichtung zum Herstellen mehrschichtiger Halbleiterelemente mittels Flüssigphasen-Epitaxie.**

57 Das epitaktische Niederschlagen zweier oder mehrerer kristalliner Schichten aus zwei oder mehreren unterschiedlichen Flüssigkeiten auf kristalline Substrate geschieht durch Überspülen der Substrate innerhalb eines Tiegels (1) durch dessen Kammern (5, 7, 9, 11 - 13) die Flüssigkeiten transportiert werden, ohne dass sie sich mischen können.

Dieser Transport erfolgt durch die Wirkung sich ändernder Beschleunigungskräfte, wobei die Flüssigkeiten während definierter Zeiten mit den Substraten in Berührung kommen. Diese Berührungszeiten bestimmen zusammen mit den Eigenschaften der Flüssigkeiten die jeweilige Schichtdicke. Die Vorrichtung ist besonders einfach und robust aufgebaut.



## PATENTANSPRÜCHE

1. Vorrichtung zum Herstellen von Halbleiterelementen mittels Flüssigphasen-Epitaxie mit wenigstens einem Tiegel mit mehreren, untereinander durch Kanäle verbundenen Kammern, in denen sich wenigstens zwei unterschiedliche Flüssigkeiten befinden, dadurch gekennzeichnet, dass Kammern (5, 7, 9, 11-13, 19-21) und Kanäle (6, 8, 10, 14, 22) in bezug auf die Symmetrieachse des Tiegels (1, 18, 28) so angeordnet sind, dass bei wechselnder Drehgeschwindigkeit des Tiegels (1, 18, 28) die Flüssigkeiten je durch einen Kanal (6, 8, 10, 14, 22) in eine andere Kammer (5, 7, 9, 11-13, 19-21) zu fließen veranlasst werden, ohne dass eine Mischung der Flüssigkeiten erfolgt.

2. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass Kammern (5, 7, 9, 11-13, 19-21) und Kanäle (6, 8, 10, 14, 22) in bezug auf die senkrecht stehende Achse des Tiegels (1, 18, 28) so angeordnet sind, dass die Flüssigkeiten unter überwiegendem Einfluss der Schwerkraft in die Kammern einer ersten Gruppe (7, 11, 13) fließen, wogegen sie unter überwiegendem Einfluss der Zentrifugalkraft in die Kammern einer zweiten Gruppe (5, 9, 12) fließen.

3. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Kammern (19-21) in bezug auf die Kanäle (22) und in bezug auf die Achse (26) des Tiegels (18) so angeordnet sind, dass bei Drehbeschleunigung um die Achse (26) in einer Richtung die Flüssigkeiten je aus einer ersten Kammer (19) durch einen Kanal (22) in die nächste Kammer (20) fließen, während sie bei Drehbeschleunigung in der andern Richtung die ersten Kammern (19) nicht verlassen können.

4. Vorrichtung nach Anspruch 2 oder Anspruch 3 mit vertikaler Tiegellachse, dadurch gekennzeichnet, dass die Kanäle (6, 8, 22) die Kammern (5, 7, 9, 11-13, 19-21) unten verlassen und in die jeweils nachfolgende Kammer oben einmünden.

5. Vorrichtung nach Anspruch 2 oder Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass die Kanäle (6, 8, 10, 14, 22) tangential in die runden Kammern (5, 7, 9, 11-13, 19-21) einmünden, derart, dass die einströmende Flüssigkeit auf einer Spirallinie entlang der Kammerwand fließt.

6. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass wenigstens ein Kanal (8) so ausgebildet ist, dass er einen Substratträger (16, 23) oder einzelne Substrate (15, 24) aufnehmen kann.

7. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass wenigstens eine Kammer so ausgebildet ist, dass sie einen Substratträger oder einzelne Substrate aufnehmen kann.

8. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass Mittel (17) vorgesehen sind zur Beeinflussung der Durchflussgeschwindigkeit in den Kanälen.

9. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass der Querschnitt der Kanäle in Flussrichtung abnimmt.

10. Vorrichtung nach Anspruch 1 mit mehreren übereinander in einem Stapel angeordneten Tiegeln, dadurch gekennzeichnet, dass bei senkrechter Drehachse des Stapels jeder der Tiegel (28) einen Einlaufstutzen (29) von oben in seine erste Kammer und einen Auslaufstutzen (32) nach unten aus seiner letzten Kammer aufweist, derart, dass die Flüssigkeiten nacheinander durch die Kammern und Kanäle mehrerer aufeinander gestapelter und gemeinsam drehbarer Tiegel (28) transportierbar sind (Fig. 7).

11. Verwendung der Vorrichtung nach einem der vorstehenden Ansprüche zum Niederschlag von Schichten aus übersättigten Schmelzen oder Lösungen auf festen Substraten.

12. Verwendung nach Anspruch 11 zum Niederschlag von epitaktischen Schichten auf kristallinen Substraten.

13. Verwendung nach Anspruch 11 oder 12 zum Niederschlag von mehreren Halbleiterschichten verschiedener Dotierung oder Zusammensetzung auf den Substraten.

Bei der Herstellung mehrschichtiger Halbleiterelemente, insbesondere von Elementen aus III-V-Verbindungen wie Galliumarsenid, setzt sich die Flüssigphasen-Epitaxie immer mehr durch. Bei derart hergestellten Elementen sind gegenüber den durch Niederschlag der Halbleiterschichten aus der Dampfphase hergestellten die Lebensdauer und die Wirksamkeit merklich verbessert. Bei der Flüssigphasen-Epitaxie wird die Oberfläche des Substrats für eine bestimmte Zeit mit einer übersättigten Lösung in Berührung gebracht, wodurch eine epitaktische Schicht bestimmter Art auf der Oberfläche wächst. In nachfolgenden Verfahrensschritten wird dieselbe Oberfläche mit einer anderen übersättigten Lösung in Berührung gebracht, worauf eine andere epitaktische Schicht aufwächst. Der Vorgang kann sich mehrere Male wiederholen. Die Entwicklung zeigt eine Tendenz zu stets dünneren epitaktischen Schichten, an deren Qualität jedoch stets wachsende Anforderungen gestellt werden. Die Berührungszeiten zwischen Lösung und Oberfläche nehmen daher ab, die Anforderungen an die Reinheit der Lösungen, der Gefässe usw. hingegen nehmen zu. Auch ist es erforderlich, eine Lösung restlos zu entfernen, bevor die nachfolgende Lösung mit der Oberfläche in Berührung kommt. Schliesslich ist es erwünscht, die Lösungen möglichst verunreinigungsfrei zur weiteren Verwendung zurückzugewinnen.

Zur Durchführung der Mehrschichtflüssigphasen-Epitaxie wurden schon die verschiedensten Geräte beschrieben. Eine erste Klasse von Geräten arbeitet mit Schiebern, die sich zwischen verschiedenen Kammern eines Tiegels, die verschiedene Lösungen enthalten, bewegen. Das US-Patent 3 565 702 zeigt eine solche Ausführung. Eine verbesserte Ausführung mit rundem Tiegel, in welchem der Schieber drehbar angeordnet ist, zeigt das US-Patent 3 881 037. Für bestimmte Anwendungen haben diese Vorrichtungen den Nachteil, dass sie relativ kompliziert sind, ihre Einzelteile genau gearbeitet sein müssen, dass mit dem Halbleitersubstrat oft ein Rest der Lösung verschoben wird und sich mit der anderen Lösung mischt, und dass die Berührungszeit des Substrats mit den Lösungen ein gewisses Mass nicht unterschreiten kann. Durch Abrieb der aneinander gleitenden Teile des Tiegels werden die Lösungen verunreinigt und die Substrate mit den Schichten durch mechanische Einwirkung beschädigt.

In einer zweiten Klasse von Geräten geschieht der Lösungsaustausch auf dem Halbleitersubstrat durch Kippen. Ein Beispiel dieser Geräte ist im IBM Technical Disclosure Bulletin, Band 14, Nr. 9, Seite 2850, beschrieben. Die Mischung einer Lösung mit Resten der anderen Lösung ist hier geringfügig, die Berührungszeit jedoch für viele Anwendungen immer noch zu gross.

Eine dritte Klasse von Geräten weist rotierende Tiegel auf, in denen der Transport der Lösungen mittels Schwerkraft geschieht. Ausführungsbeispiele dafür sind im US-Patent 3 858 553, im IBM Technical Disclosure Bulletin, Band 18, Nr. 5, Seite 1585 sowie 1586f beschrieben. Die Rotation der Tiegel ist relativ langsam und die Berührungszeiten der Substrate mit den Lösungen sind lang. Neuere Geräte trachten, insbesondere für die Herstellung sehr dünner Schichten, die Berührungszeiten zu verkürzen, indem ausser der Schwerkraft auch die Zentrifugalkraft des rotierenden Tiegels ausgenützt wird. Der Artikel von Bauser, Schmid, Löchner und Rabe, Japanese Journal of Applied Physics, Band 16, 1977, Supplement 16/1, Seite 457 bis 460 sowie die dort zitierte Literatur beschreiben solche Geräte. Der Tiegel nach Bauser et al. erlaubt kurze Berührungszeiten zwischen verschiedenen Lösungen und Halbleitersubstraten. Auch werden die Lösungen ohne wesentliche Durchmischung

zur neuen Verwendung zurückgewonnen. Nachteilig erscheint jedoch, dass einmal der Tiegel aus zahlreichen Einzelteilen besteht, die genau gearbeitet sein müssen, dass im Betrieb einzelne Teile gegeneinander bewegt werden müssen, wodurch die Lösungen verunreinigt werden können, und dass mehrfach die Lösungen unter Einfluss hoher Zentrifugalkraft durch schmale Spalten fließen, die sie infolge ihrer Oberflächenspannung und Viskosität unter dem Einfluss der Schwerkraft allein nicht durchfließen können. Lösungen geringer Oberflächenspannung können daher nicht verwendet werden.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist die Schaffung einer Vorrichtung zum Herstellen mehrschichtiger Halbleiterelemente mittels Flüssigphasen-Epitaxie, die besonders einfach und robust aufgebaut ist. Diese Vorrichtung kann je nach Ausführung zwei oder mehrere verschiedene Flüssigkeiten aufnehmen, die der Reihe nach mischungsfrei mit Halbleitersubstraten in Berührung gebracht werden können. Dadurch soll ein beliebig oft wiederholbarer Mehrschichtaufbau ermöglicht werden. Die Vorrichtung soll sich weiterhin für extrem kurze Einwirkungszeit jeder einzelnen Flüssigkeit auf das Substrat eignen. Die Strömungsgeschwindigkeit der Flüssigkeiten und damit die Einwirkungszeit sollen in weiten Grenzen gewählt werden können. Infolge des robusten Aufbaus und der damit zulässigen hohen Drehzahl des Tiegels sollte eine hohe Beschleunigung möglich sein, so dass die Substrate nach der Einwirkung jeder einzelnen Flüssigkeit gut trocknen können. Eine Ausführung der Vorrichtung soll allein mittels Zentrifugalkraft, d. h. ohne Einwirkung der Schwerkraft, arbeiten und somit für Anwendungen in der Raumfahrt geeignet sein.

Gemäss der Erfindung wird die vorstehende Aufgabe gelöst mittels eines Tiegels, der mehrere untereinander durch Kanäle verbundene Kammern aufweist. Die Kammern und Kanäle sind in bezug auf die Tiegelachse so angeordnet, dass bei wechselnder Drehgeschwindigkeit des Tiegels die Flüssigkeiten je durch einen Kanal in eine andere Kammer zu fließen veranlasst werden, ohne dass gegenseitige Mischung der Flüssigkeiten erfolgt.

Nachfolgend werden Ausführungsbeispiele der Erfindung anhand der Zeichnungen im einzelnen beschrieben. Die Zeichnungen zeigen:

Fig. 1 und 2 Aufsicht und Querschnitt einer ersten Ausführung eines rotationssymmetrischen Tiegels,

Fig. 3 und 4 Aufsicht und Querschnitt einer zweiten Ausführung eines rotationssymmetrischen Tiegels,

Fig. 5 und 6 Aufsicht und Querschnitt einer Tiegelkammer,

Fig. 7 Querschnitt einer Ausführung für kontinuierliche Fabrikation.

Fig. 1 zeigt einen Tiegel 1, der sechs Kammern enthält. Der Tiegel ist als rotationssymmetrischer, z. B. runder Körper gestaltet und auf dem oberen Ende einer vertikal angeordneten, drehbaren Achse befestigt ist. Fig. 1 zeigt den Tiegel von oben und Fig. 2 zeigt einen Querschnitt entlang der Linie 2-2, derart, dass drei Kammern im Tiegel und die sie verbindenden Kanäle sichtbar sind. Wie aus den Figuren ersichtlich, sind die Kammern, die mit den Kanälen einen Kreislauf bilden, abwechselnd nahe der Tiegelachse und der Unterseite sowie nahe dem Tiegelumfang und der Oberseite angeordnet. Die Verbindungskanäle zwischen den Kammern führen stets vom Boden einer Kammer zum Oberteil der nächsten Kammer.

Die beschriebene Anordnung bewirkt, dass eine Flüssigkeit, die sich in der oben liegenden Kammer 5 befindet, unter dem Einfluss der Schwerkraft durch den Kanal 6 in die Kammer 7 fließt. Wird der Tiegel um die bei 4 angedeutete Achse genügend rasch gedreht, so bewirkt die entstehende Zentrifugalkraft, dass die Flüssigkeit aus der Kammer 7 durch den Kanal 8 in die Kammer 9 fließt. Solange die Zentrifugalkraft wirkt, wird die Flüssigkeit in der Kammer 9 verbleiben. Wird die Drehung des Tiegels gebremst, so überwiegt die Schwerkraft und

die Flüssigkeit fließt aus der Kammer 9 durch den Kanal 10 in die Kammer 11. Wenn die Start/Stop-Folge der Drehung des Tiegels um die Achse 4 fortgesetzt wird, fließt die Flüssigkeit aus der Kammer 11 durch die Kammern 12 und 13 schliesslich wieder zurück in die Kammer 5. Der Kreislauf kann beliebig fortgesetzt werden. Es ist einleuchtend, dass mehrere verschiedene Flüssigkeiten, die sich in den Kammern 5, 9 und 12 befinden, durch fortgesetzte Start/Stop-Drehung den Kreislauf innerhalb des Tiegels einzeln durchströmen können, ohne dass eine Mischung zwischen diesen Flüssigkeiten stattfindet.

Der in Fig. 1 und 2 dargestellte Tiegel 1 ist zum Zweck leichter Verständlichkeit stark vereinfacht gezeigt. Der Tiegel besteht aus einem Material, das den Bedingungen der Flüssigphasen-Epitaxie entspricht. Geeignete Materialien sind Graphit, keramische Stoffe, Quarzglas, rostfreier Stahl usw. Es ist dem Fachmann bekannt, nach welchen Gesichtspunkten das Material für jede bestimmte Anwendung auszuwählen ist. Der Tiegel ist auf einer drehbaren Achse befestigt, die lediglich durch ihre Mittellinie 4 angedeutet ist. Die drehbare Achse ist unterhalb und/oder oberhalb des Tiegels gelagert und steht mit einem Antriebselement, z. B. einem elektrischen Induktionsmotor, in Verbindung. Der Tiegel kann den in der Zeichnung angedeuteten Deckel 3 aufweisen, der mit einem überragenden Rand lose aufgesetzt oder mit geeigneten Mitteln befestigt ist. Der Deckel kann, je nach Verwendung, den Tiegel hermetisch abschliessen. Normalerweise bedarf der Tiegel einer genau regelbaren Heizung. Er ist dazu z. B. innerhalb einer nicht dargestellten vertikalen Quarzröhre angeordnet, die von einer passenden Induktionsspule umgeben ist. Die Quarzröhre kann geschlossen sein und eine Schutzgasatmosphäre enthalten. Der Tiegel kann auch z. B. mittels einer hohlen Achse evakuiert oder mit Schutzgas gefüllt sein. Da alle diese und weitere Einzelheiten dem Fachmann geläufig sind, werden sie hier lediglich erwähnt und nicht näher beschrieben.

Die Substrate 15, auf denen epitaktische Schichten niedergeschlagen werden sollen, sind auf einem streifenartigen Substrathalter 16 befestigt, der in einen aufsteigenden Kanal hineingeschoben wird. In Fig. 2 ist der Halter 16 in den Kanal 8 eingesetzt. Ausser den Substraten 15 kann auf dem Streifen ein Bremsstopfen 17 befestigt sein, der den Querschnitt des Kanals verkleinert und damit die Geschwindigkeit der strömenden Flüssigkeit begrenzt. Natürlich kann ein mit Substraten besetzter Substrathalter in jedem der aufsteigenden Kanäle eingesetzt sein.

Zum Betrieb der Vorrichtung werden die bestückten Substrathalter in die Kanäle eingesetzt und die Kammern mit den erforderlichen Lösungen gefüllt. Sollen beispielsweise Galliumarsenidsubstrate abwechselnd mit P- und N-leitfähigen Schichten belegt werden, so wird mit einem leitfähigkeitsbestimmenden Mittel dotiertes Galliumarsenid (oder dessen Komponenten) in einer Galliumschmelze gelöst. In eine der inneren unteren Kammern wird eine Galliumschmelze mit gelöstem P-leitendem Galliumarsenid und in eine andere Kammer eine Schmelze mit gelöstem N-leitendem Galliumarsenid gebracht. Darauf wird der Tiegel bis zur vollständigen Auflösung der Komponenten geheizt und durch genaue Einstellung der Temperatur, oft auch mit Hilfe von «Sättigungssubstraten», eine gesättigte Lösung hergestellt, die dann durch stufenweise oder gleichmässige Temperatursenkung übersättigt wird. Oft ist es wünschenswert, durch leichtes Anlösen vor dem epitaktischen Wachstum die gestörte Substratoberfläche zu entfernen. Ist dieser Zustand erreicht, so beginnt der zuvor beschriebene Start/Stop-Betrieb, wodurch abwechselnd zuerst die eine, dann die andere übersättigte Lösungsschmelze an den Substraten vorbeiströmt. Bei jedem Durchgang einer Schmelze wird auf den Substraten eine epitaktische Schicht niedergeschlagen. Der Vorgang wird so lange wiederholt, bis die gewünschte Anzahl von Schichten niedergeschlagen ist, worauf der Sub-

strathalter mit den Substraten, gegebenenfalls nach einer Abkühlungsperiode, aus dem Tiegel entnommen wird. Es kann jedoch auch unmittelbar ein Substrathalter mit neuen Substraten zur weiteren Beschichtung eingesetzt werden.

Bei der Flüssigphasen-Epitaxie mittels der soeben beschriebenen Vorrichtung werden auf den Galliumarsenidsubstraten einer Leitfähigkeit abwechselnd Schichten beider Leitfähigkeiten epitaktisch niedergeschlagen. Der Niederschlag erfolgt üblicherweise bei Temperaturen zwischen 600 und 900 °C aus einer übersättigten Lösung. Die Lösung besteht aus flüssigem Gallium, in welchem dotiertes Galliumarsenid gelöst ist. Übersättigung der Lösung wird durch geringfügiges Absenken der Temperatur erreicht. Im Tiegel der beschriebenen Vorrichtung können gleichzeitig bis zu drei Lösungsschmelzen zirkulieren, die abwechselnd mit hoher Strömungsgeschwindigkeit während kurzer, definierter Zeiträume an den Substraten vorüberströmen zum Aufbau je einer neuen epitaktischen Schicht. Zwischen den verschiedenen Lösungen findet keine Mischung statt, weil beim Transport einer Lösung von einer Kammer zur anderen kein Lösungsrest zurückbleibt. Auch die Substrate halten keine Lösung zurück, da sie unter dem Einfluss der Zentrifugalkraft vollständig getrocknet werden. Im Gegensatz zu bisher bekannten Anordnungen hat die Vorrichtung keine gegenseitig bewegliche Teile und somit keine reibenden Flächen, die eine Verunreinigungsgefahr für die Lösungen darstellen.

Es ist vorteilhaft, den Tiegel aus einem Material zu machen, das von der Lösung nicht benetzt wird, z. B. Graphit bei Verwendung einer Lösung von Galliumarsenid in Gallium. Infolge ihrer Oberflächenspannung wird die Lösung in enge aufsteigende Kanäle nicht eindringen, solange der Tiegel stillsteht. Erst bei einer kritischen Drehgeschwindigkeit des Tiegels wird die Zentrifugalkraft die Oberflächenspannung der Flüssigkeit überwinden, so dass diese in den Kanal eintritt. Die Flüssigkeit erfährt dann die Beschleunigung  $b_z$  gemäss dem Ausdruck:  $b_z = r \cdot \dot{\phi}^2$ , wobei  $r$  die Distanz von der Drehachse und  $\dot{\phi}$  die Winkelgeschwindigkeit des Tiegels in rad/s darstellt. Zum Zeitpunkt  $t$  ist somit  $r = r_0 \cdot \cosh \dot{\phi} t$  und die Fliessgeschwindigkeit  $V = r_0 \cdot \dot{\phi} \cdot \sinh \dot{\phi} t$ , d. h. die Geschwindigkeit steigt nahezu exponentiell an. Bei einer Drehzahl  $\dot{\phi} = 3000$  UPM 300 rad/s und  $r_0 = 5$  cm, beträgt  $V = 1500$  cm/s  $\cdot \sinh 300 \cdot t$ , d. h. nach etwa 3 Millisekunden ist  $V = 1500$  cm/s bei einem Radius von 8 cm. Infolge der Reibung und Viskosität wird die Fliessgeschwindigkeit kleiner sein.

Da die Fliessgeschwindigkeit im Kanal rasch ansteigt, besteht die Gefahr, dass die Strömung abreisst, wenn der Querschnitt des Kanals gleichförmig ist. Es ist daher vorteilhaft, den Kanal so auszubilden, dass sein Querschnitt in Durchflussrichtung proportional zum reziproken Wert der Geschwindigkeit abnimmt. Diese Massnahme erübrigt sich allerdings, wenn der Tiegel so ausgebildet ist, dass die Substrate nicht in einem Kanal, sondern innerhalb einer Kammer angeordnet sind.

Ein zweites Ausführungsbeispiel der Vorrichtung ist in Fig. 3 gezeigt. Zu ihrem Betrieb ist die Schwerkraft an sich nicht erforderlich, da die Beförderung der Flüssigkeit durch Wechsel zwischen Drehbeschleunigung und Zentrifugalkraft bewirkt wird. Die Vorrichtung kann somit im schwerelosen Raum betrieben werden.

Der in Fig. 3 und 4 gezeigte Tiegel 18 ist, ähnlich dem Tiegel 1 der Fig. 1 und 2, um eine nicht dargestellte Achse drehbar, die durch die Linie 26 angedeutet ist. Der Tiegel 18 ist heizbar und kann zur Füllung mit Lösungen sowie zur Beschickung mit Substraten geöffnet werden. Diese Einzelheiten sind dem Fachmann geläufig und wurden zum Teil in Verbindung mit Fig. 1 und 2 bereits beschrieben. Der Tiegel 18 weist sechs Kammern, z. B. 19, 20, 21 auf, die durch Kanäle 22 miteinander verbunden sind, in welchen die auf streifenförmigen Substrathaltern 23 befestigten Substrate 24 angeordnet sind.

Im Gegensatz zum Tiegel 1 haben die Kammern des Tie-

gels 18 alle denselben Abstand von der Tiegellachse 26. Der Flüssigkeitstransport, der beim Tiegel 1 durch wechselweise Wirkung der Schwerkraft und der Zentrifugalkraft erfolgte, geschieht nun durch wechselnde Drehbeschleunigung. Eine Flüssigkeit, die sich in der Kammer 19 befindet, wird, wenn sich der Tiegel entgegen dem Uhrzeigersinn dreht, an der peripheren Seite der Kammer gesammelt. Wird nun die Drehung des Tiegels gebremst, d. h. erfolgt eine Drehbeschleunigung im Uhrzeigersinn, so fliesst die Flüssigkeit durch den Kanal 22 zur Kammer 20. Dabei strömt sie an den Substraten 24, die auf dem Halterstreifen 23 befestigt sind, vorbei, wobei eine epitaktische Schicht niedergeschlagen wird. Der Kanal 22 führt von der einen Endfläche der zylindrischen Kammer 19 aus zur anderen Endfläche der ebenfalls zylindrischen Kammer 20; er verlässt die Kammer 19 sozusagen in radialer Richtung, während er tangential in die Kammer 20 eintritt. Die Flüssigkeit, die den Kanal 22 mit hoher Geschwindigkeit durchfliesst, wird also in die Kammer 20 in der Art einer Spirale eingeleitet. Dadurch wird erreicht, dass die Flüssigkeit die Kammer 20 nicht sofort in Richtung zur Kammer 21 durchfliesst, sondern dort in spiralförmiger Strömung kreist. Die Beschleunigungszeiten des Start/Stop-Zyklus werden so gewählt, dass die Bremsbeschleunigung, unter deren Einfluss die Flüssigkeit den Kanal 22 durchflossen hat, gleich Null ist, wenn die Flüssigkeit in der Kammer 20 eingetroffen ist. Durch die tangential Führung wird die kinetische Energie der eintreffenden Flüssigkeit vernichtet. Es ist klar, dass die Beschleunigungszeiten und die Flüssigkeitsmengen unter Berücksichtigung der Fliessgeschwindigkeit, der Viskosität und anderer Parameter aufeinander abgestimmt werden müssen, damit eine gegenseitige Durchmischung mehrerer, in verschiedenen Kammern des Tiegels 18 befindlicher Flüssigkeiten vermieden wird. Wenn das Volumen einer Flüssigkeit höchstens gleich dem Volumen eines Kanals 22 ist, trifft eine Flüssigkeit, die z. B. von Kammer 19 nach Kammer 20 strömt, dort erst ein, wenn die Flüssigkeit, die vorher in Kammer 20 war, diese vollständig entleert hat. Soll aber das Volumen der Kanäle klein gehalten werden, so ist es vorteilhaft, nur jede zweite Kammer mit Flüssigkeit zu füllen, damit die verschiedenen Flüssigkeiten sich nicht mischen können.

Der Flüssigkeitstransport ist durch periodisches Vergrössern und Verkleinern der Drehzahl in einer Richtung ebenso möglich wie durch periodischen Drehrichtungswechsel. Notwendig ist nur, dass der Beschleunigungswechsel nach Grösse und Zeit an die Fliessgeschwindigkeit der Flüssigkeiten angepasst ist.

Fig. 5 und 6 zeigen einen Schnitt senkrecht zur Zylinderachse der Kammer 19 sowie einen Schnitt parallel zu dieser Achse. Die übrigen Kammern des Tiegels sind identisch. Die gestrichelte Linie im einströmenden Kanal 22 gibt an, wie unter dem Einfluss der Beschleunigung die Flüssigkeit den Kanal durchströmt, wie sie tangential in die Kammer 19 eingeleitet wird und kreisförmig der Wand entlang strömt zur Verlangsamung. Die Verlangsamung ist notwendig, um sicherzustellen, dass die Flüssigkeit nicht in den Auslasskanal gerät, bevor die vorhergehende Lösung, die die Kammer im selben Zyklus verlassen hat, vollkommen aus diesem entfernt ist. Die Flüssigkeit rotiert in der Kammer 19 genügend lange, um die Gegenbeschleunigung des Tiegels zu überwinden, d. h. um die Drehzahl des Tiegels zu erreichen, die notwendig ist, damit in einem neuen Beschleunigungszyklus die Flüssigkeit durch den nächsten Kanal fließen kann.

Es ist einleuchtend, dass bei der zuletzt beschriebenen Ausführungsart mit sehr hohen Beschleunigungskräften gearbeitet werden kann. Bei einem Gesamtdurchmesser des Tiegels im Bereich von 10 bis 30 cm sind Drehzahlen der Grössenordnung 5000 UPM ohne weiteres erreichbar. Die zum Flüssigkeitstransport notwendigen Drehzahlschwankungen sind demgegenüber gering. Die hohen entstehenden Zentrifugalkräfte

machen die auf der Flüssigkeitsoberfläche bisweilen entstehende Oxidschicht unschädlich, da sie leichter als die Flüssigkeit ist. Ausserdem lässt sich die Übersättigung der Lösungen durch die Drehzahl resp. Zentrifugalbeschleunigung steuern, wenn die spezifischen Gewichte von Lösung und gelöstem Stoff verschieden sind.

Die in den Zeichnungen zylindrisch dargestellten Kammern können auch eine andere Form, z. B. die einer Kugel, aufweisen.

Die Ausführungsart gemäss Fig. 7 eignet sich zur Herstellung von Halbleiterelementen in grosser Zahl in einem kontinuierlichen Verfahren. Die Vorrichtung ist im Querschnitt stark vereinfacht dargestellt. In dem rohrartigen drehbaren Ofen 27, z. B. ein drehbarer Graphit- oder Metall-Suszeptor mit nicht-rotierender Hochfrequenz-Induktionsspule, ist ein Stapel von gleichartigen Tiegeln 28 so angeordnet, dass die Drehung des Ofens um seine Längsachse auf die Tiegel übertragen wird. Eine nicht dargestellte Einrichtung setzt die vorgewärmten Tiegel nacheinander von unten her in den Ofen ein, wo sie zunächst hinreichend genau auf die Arbeitstemperatur gebracht werden, dann das Verfahren durchlaufen und schliesslich durch eine ähnliche Vorrichtung am oberen Ende des Ofens entnommen werden. Das Einsetzen sowie das Entnehmen eines Tiegels erfolgt vorzugsweise in einem Moment des Stillstandes.

Die Tiegel sind ähnlich den in bezug auf die Fig. 3 bis 6 beschriebenen, weisen jedoch den Unterschied auf, dass ein senkrechter Einlaufstutzen 29 in die erste Kammer 30 jedes Tiegels von oben her führt. Aus der letzten Kammer 31 des Tiegels führt ein zum Einlaufstutzen passender Auslaufstutzen 32 nach unten heraus. Weiterhin besteht kein Verbindungskanal zwischen den benachbarten Kammern 31 und 30. Die Kammern und Kanäle des Tiegels bilden im Gegensatz zu den frühe-

ren Ausführungsbeispielen also keinen geschlossenen Kreislauf. Die flüssigen Lösungen durchfliessen jede Kammer jedes Tiegels einmal, um von der letzten Kammer in die erste Kammer des darunterliegenden Tiegels zu gelangen.

Die Drehbewegung des Ofens bzw. des Tiegelstapels wird in Verbindung mit dem Aufsteigen des Tiegelstapels so gesteuert, dass die Flüssigkeiten sich relativ zur Heizzone im wesentlichen stets auf derselben Höhe befinden. Die aufsteigenden Tiegel schreiten somit aus einer Vorheizzone im unteren Ofenbereich durch eine Niederschlagszone im mittleren Ofenbereich in eine Abkühlzone im oberen Ofenbereich fort. Die Lösungen, die den Niederschlag der epitaktischen Schicht bewirken, befinden sich stets im mittleren, d. h. im Niederschlagsbereich. Die Tiegel werden von unten her in den Vorheizbereich eingesetzt und am oberen Ende dem Abkühlbereich entnommen. Das Verfahren wird pausenlos so lange fortgesetzt, bis die Flüssigkeiten aufgebraucht oder erschöpft sind. Sie können dann aus einem Tiegel, der keine Substrate enthält, entnommen und auf ähnliche Art durch neue Flüssigkeiten ersetzt werden.

In Fig. 7 ist andeutungsweise der Antrieb 33 für den drehbaren Ofen 27 gezeigt, in dem die verschiebbaren Tiegel 28 beispielsweise in Nuten geführt sind. Durch 34 ist die Induktionsheizung angedeutet, die die Tiegel auf die für das Verfahren benötigte Temperatur erwärmt. Durch 35 ist ein Zuführungsgreifer für neue vorgewärmte Tiegel und durch 36 ein Entnahmegreifer für Tiegel, die das Verfahren durchlaufen haben, angedeutet. Mit Hilfe des in Fig. 7 gezeigten Ausführungsbeispiels der Vorrichtung ist es möglich, vielschichtige Halbleitervorrichtungen in grosser Stückzahl rationell herzustellen. Das Verfahren läuft praktisch kontinuierlich ab. Selbst die von Zeit zu Zeit notwendige Ergänzung oder Auswechslung der Flüssigkeiten stellt keinen nennenswerten Unterbruch dar.

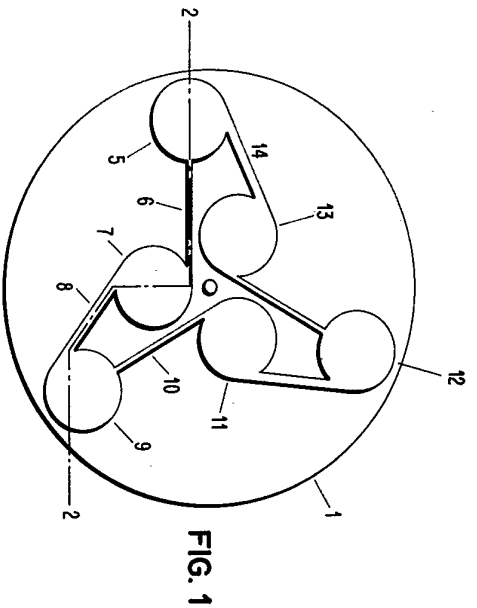


FIG. 1

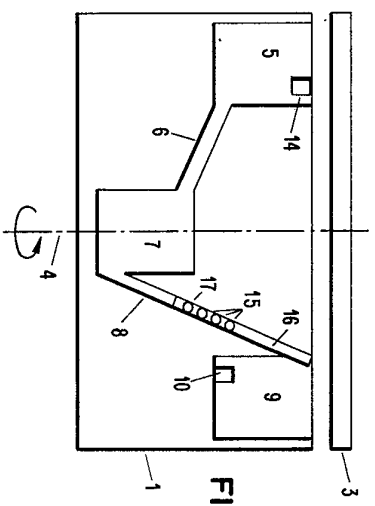


FIG. 2

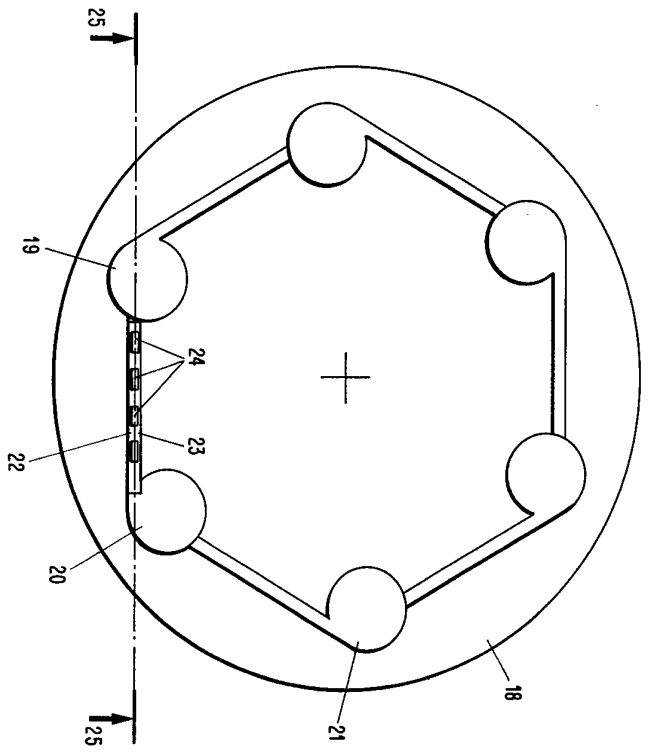


FIG. 3

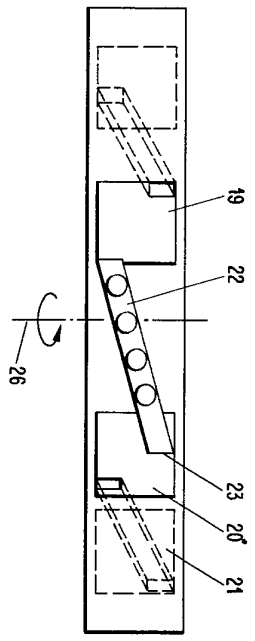


FIG. 4

FIG. 7

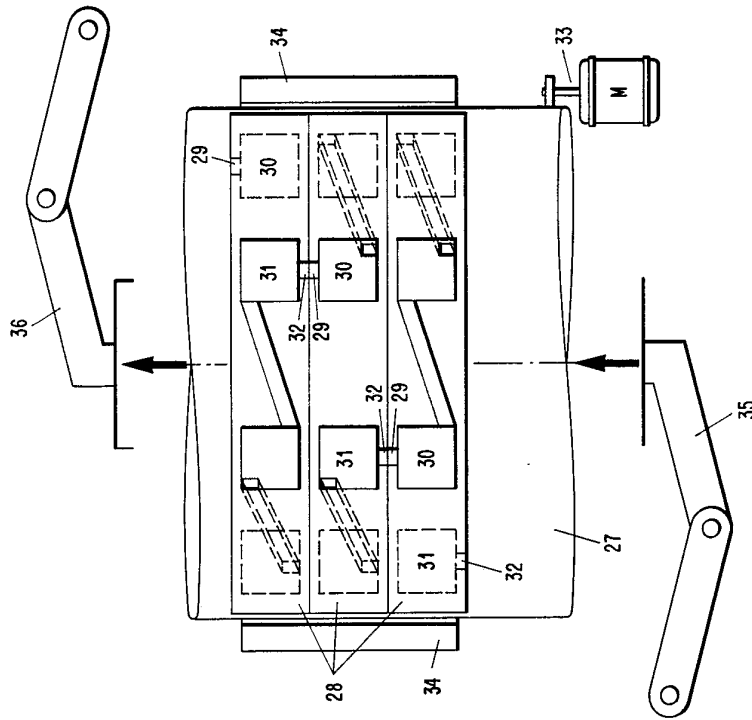


FIG. 5

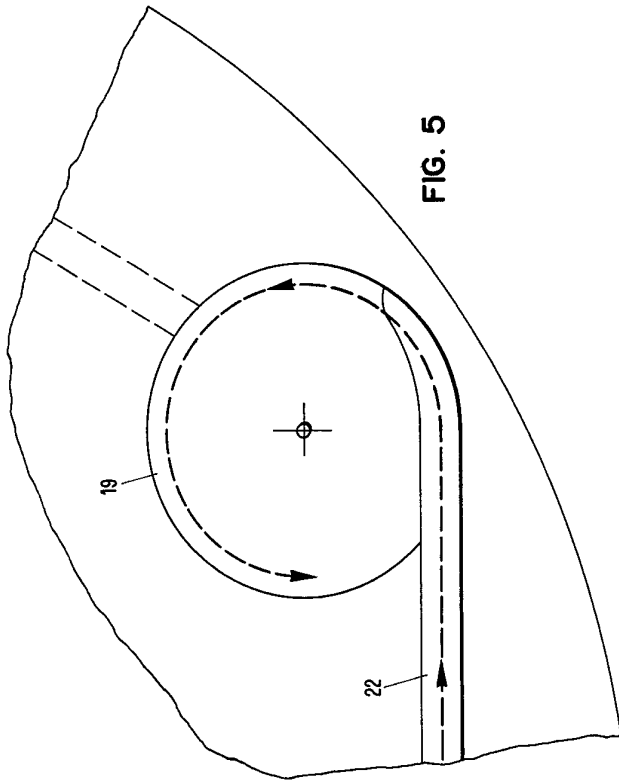


FIG. 6

