

PVT-Verfahren und Apparatur zum prozesssicheren Herstellen von Einkristallen

Beschreibung

5 Gebiet der Erfindung

Die Erfindung bezieht sich auf ein PVT-Verfahren zum prozesssicheren Herstellen von Einkristallen in einer Apparatur, die eine hoch erheizbare Wachstumszelle, eine Prozesskammer, in der sich die Wachstumszelle und eine
10 die Prozesskammer umgebende Heizeinrichtung zum Erhitzen der Wachstumszelle befinden aufweist, wobei ein Quellmaterial und ein Keim in die Wachstumszelle eingebracht werden, die Prozesskammer mit einem Prozessgas befüllt und die Wachstumszelle erhitzt wird,
15 so dass das Quellmaterial sublimiert und am Keim resublimiert wird.

Hintergrund und allgemeine Beschreibung der Erfindung

Im industriellen Umfeld wird das sogenannte Physical Vapor Transport (PVT) Verfahren als Standardmethode zur
20 Herstellung von einkristallinen Siliciumcarbid-Kristallen (SiC-Kristallen) betrachtet. Das Quellmaterial ist in der Regel ein Pulver, das viele unterschiedliche Kristallite enthält. Möglich ist auch der Einsatz von Volumenkristallen. Als alternatives Verfahren ist das High-Temperature
25 Chemical Vapor Deposition (HT-CVD) Verfahren bekannt. Das Kristallwachstum erfolgt beim PVT-Verfahren typischerweise innerhalb der aus Graphit bestehenden Wachstumszelle durch Sublimation eines SiC-Quellmaterials und
30 Kristallisation an einem vorgegebenen SiC-Keim bei Temperaturen von über 2.000 °C. Die Triebkraft für das Kristallwachstum stellt ein Temperaturgradient dar, der der Wachstumszelle durch eine Heizeinrichtung aufgeprägt wird. Gängige Verfahren zur Beheizung von PVT-Apparaturen
35 nutzen Widerstandsheizer oder Induktionsheizungen. Bei der induktiven Beheizung ist die Wachstumszelle (Hot-

Zone) der vakuumdichten Prozesskammer aus einem nicht-
leitenden Material, typischerweise (Quarz-)glas umgeben,
in der sich Prozessgase befinden, die u.a. zur Beeinflussung
des Kristallwachstums benötigt werden. Die Prozess-
5 kammer kann ein- oder doppelwandig sein sowie luft- oder
wassergekühlt ausgeführt sein. Als Prozessgase kommen ty-
pischerweise Argon, Helium, Stickstoff, Wasserstoff und
ggf. weitere Gase zur gezielten Dotierung zum Einsatz.
Der Prozessdruck kann sich von Vakuum-Bedingungen bis At-
10 mosphärendruck erstrecken. In gängigen Prozessen zur Her-
stellung von dotierten SiC-Einkristallen wird kein Was-
serstoff oder nur geringe Konzentrationen eingesetzt.

SiC-Einkristalle werden wegen ihrer großen Bandlücke
und ihrer hohen Wärmeleitfähigkeit für eine Vielzahl von
15 Anwendungen in der Halbleitertechnik benötigt.

Das zugrundeliegende Verfahren zur Herstellung von
SiC-Einkristallen ist daher schon Gegenstand vieler
Beschreibungen. Exemplarisch wird auf die US 2011/
0300323 A1 verwiesen. Demnach wird ein Inertgas als Pro-
20 zessgas verwendet, was unter sicherheitstechnischen
Aspekten unproblematisch ist. Zum Stand der Technik sei
auch noch auf die EP 0 811 708 A2, US 2012/0086001 A1, GB
772,691, DE 60 2004 001 802 T2 und EP 3 760 765 A1
verwiesen.

25 Es ist ein gedanklicher Ausgangspunkt und eine der
Aufgaben der vorliegenden Erfindung, Prozesse, u.a. zur
gezielten Beeinflussung des Dotierstoffeinbaus oder zur
Herstellung von undotierten SiC-Einkristallen, erfolgen
können, zu ermöglichen. Hinsichtlich dieses Ausgangspunkt
30 wird im Rahmen der vorliegenden Erfindung entwickelt,
unter Einsatz eines Reaktivgases, d.h. eines brennbaren
und/oder reaktiven (ggf. auch toxischen) Gases, z.B von
Wasserstoff als Prozessgas, mit Konzentrationen von über
5% und bis zu 100%, einen Prozessablauf sicher, mit
35 besseren Ergebnissen als im Stand der Technik und dennoch
kostengünstig zu gewährleisten.

Dabei lagern sich die Gasmoleküle des Reaktivgases wie insbesondere Wasserstoffatome an die Oberfläche des wachsenden Einkristalls an, werden aber sogleich von den folgenden sublimierten Bestandteilen des Quellmaterials verdrängt. Die Reaktivgasmoleküle, wie z.B. Wasser-
5 stoffatome, dienen in diesem Fall kurzzeitig als Platzhalter, so dass ein fehlerarmes, wenn nicht gar fehlerfreies Kristallgitter entstehen kann. Reaktivgasmoleküle können auch Reaktionen mit anderen
10 Prozessgasen, dem Quellmaterial oder sogar dem HotZone-Material eingehen und weitere gasförmige Spezies ausbilden, die in die Prozessgasatmosphäre gelangen und sich zumindest zwischenzeitlich am Kristall anlagern können. Mögliche Reaktivgase wie Silan, Methan, Propan,
15 etc. liefern u.a. die Elemente Silizium und Kohlenstoff, die in den Kristall mit eingebaut werden. Die Zugabe von Reaktivgasen kann insgesamt die Defektdichte (gewünscht und/oder unerwünscht) beeinflussen. Die genaue Beeinflussung hängt jedoch von einer Vielzahl von
20 Parametern und dessen Zusammenspiel ab. Mit einer Reaktivgas-Zugabe soll eine Beeinflussung des Kristallwachstums erfolgen.

Die Aufgabe der vorliegenden Erfindung kann also darin gesehen werden, eine Vorrichtung und ein Verfahren
25 bereitzustellen mit welchen ein verbessertes oder verändertes Kristallwachstum ermöglicht ist.

In einem Teilaspekt bzw. Weiterbildung der Erfindung kann als Aspekt der Aufgabe angesehen werden, eine Vorrichtung und ein Verfahren bereitzustellen, bei
30 welchen ein Reaktivgas einsetzbar ist zur Verbesserung des Kristallwachstums.

In noch einem weiteren Teilaspekt bzw. Weiterbildung der Erfindung kann die Aufgabe gestellt sein, eine Vorrichtung und ein Verfahren bereitzustellen, mittels
35 welchen unter geringem Aufwand bzw. kostengünstig verbesserte Kristalle bereitstellbar sind.

Die Verwendung eines Reaktivgases, umfassend z.B. Wasserstoff oder andere reaktive Elemente, stellt aber ein Gefahrenpotential bei der Durchführung des Verfahrens dar. Ein reaktives Gas kann beispielsweise brennbar bzw.
5 entzündlich und/oder toxisch ausgebildet sein. Im Falle des Beispiels Wasserstoff kann mit dem Sauerstoff der Luft eine Knallgasreaktion stattfinden, weshalb Wasserstoff im Rahmen dieser Beschreibung als Reaktivgas bezeichnet wird. Weitere Beispiele für derzeit in Frage
10 kommende Reaktivgase umfassen neben Wasserstoff auch Kohlenstoff- und Siliziumhaltige Vorstufen oder Kohlenwasserstoffe und deren Derivate (Beispiele: Silan oder auch Methan, Propan, etc.).

Darüber hinaus ist bei heutzutage üblichen
15 Apparaturen die Prozesskammer typischerweise aus Quarzglas gebildet, das von Natur aus spröde ist und zum Brechen neigt. Es ist aber besonders bevorzugt, Quarzglas zu verwenden, weil es die hohen Temperaturen der Wachstumszelle aushalten kann und weil es das elektromag-
20 netische Feld einer Induktionsspule bzw. die Strahlungswärme eines Widerstandsheizers nicht abschirmt. Ebenso kann eine Kombinationen aus Induktions- und Widerstandsheizer vorgesehen sein. Z.B. kann ein Boden- oder Decken-Zusatzheizer als Widerstandsheizer ausgeführt
25 sein, während der Hauptheizer als Induktionsheizung ausgeführt ist. Grundsätzlich stellen sich die Sicherheitsanforderungen aber in ähnlicher Weise auch an andere Baustoffe zur Bereitstellung der Prozesskammer, jedenfalls im Falle des Quarzglases im besonderen Maße.

30 Wenn aber die Prozesskammer beschädigt bzw. undicht wird, also beispielsweise wenn das Quarzglas bricht, kann sich der Wasserstoff mit dem Sauerstoff der Umgebung vermischen und es entsteht ein Knallgas, das von der Heizeinrichtung (heißen Komponenten der Hot-Zone,
35 typischerweise Graphitteile im Inneren der Prozesskammer) gezündet wird und explodiert. Soweit ein reaktives Gas

Verwendung findet, ist daher eine prozesssichere Durchführung des Verfahrens mit den bekannten Armaturen nicht möglich.

Ein in der vorliegenden Beschreibung genanntes
5 Reaktivgas – insbesondere Wasserstoff – ist nicht
gleichzusetzen mit bekannten Dotiergasen. Bekannte
typische Dotiergase werden nicht in den hier gewünschten
Konzentrationen eingesetzt, und/oder sind weder
10 entzündlich noch in anderer Weise reaktiv im Sinne der in
dieser Beschreibung verwendeten Bedeutung. Dotiergase
werden um den Kristall gespült, die Vorgänge finden also
vollständig in der Prozesskammer statt. Beispielsweise
kann in diesem Zusammenhang auch die Prozesskammer mit
15 einem Inertgas wie Argon gespült werden, um den PVT-
Prozess direkt zu modifizieren. Generell sind Dotiergase
dazu vorgesehen, in den Kristall bzw. die
Kristallstruktur mit eingebaut zu werden – woher sich
auch die Bezeichnung "Dotiergas" ableitet – um
20 physikalische und/oder chemische Eigenschaften des
Kristalls zu beeinflussen, beispielsweise die elektrische
Leitfähigkeit. Mit anderen Worten formen Moleküle bzw.
Bestandteile eines Dotiergases einen späteren integralen
Baustoff des Kristalls. Solche Moleküle bzw. Bestandteile
eines Dotiergases verbleiben im Kristall und sind dort
25 später nachweisbar.

Im Gegensatz hierzu kann ein Reaktivgas wie
Wasserstoff als reaktiver Bestandteil der Gasatmosphäre
das Kristallwachstum und den Dotierstoffeinbau
beeinflussen, soll aber nicht wie Dotiergas in den
30 Kristall mit eingebaut werden, um die physikalischen und
chemischen Eigenschaften des Kristalls zu beeinflussen.
Aufgrund des Gefahrenpotentials reaktiver Gase, das heißt
insbesondere Zündung, Abbrand, Verpuffung oder auch
Vergiftungspotential, wurden reaktive Gase bislang nicht
35 für den Einsatz zur Verbesserung des Kristallwachstums in
Betracht gezogen, oder jedenfalls die wie vorstehend

beschriebenen Sicherheitsaspekte im Umgang mit einem Reaktivgas in diesem Umfeld nicht ausreichend berücksichtigt. Darüber hinaus ist das einzusetzende Reaktivgas kein Quellmaterial im eigentlichen Sinne. Bei 5 typischen PVT-Prozessen ist das Quellmaterial SiC-Pulver. Bei Varianten des klassischen PVT-Verfahrens wie z.B. HT-CVD kann Wasserstoff als Trägergas eingesetzt sein, das das eigentliche Quellmaterial i.d.R. gasförmige C- bzw. Si-haltige Präkursoren transportiert. Das Gas dient dort 10 also als Trägergas, d.h. als Transportmedium für Präkursoren und für Dotierstoffe. Dotierstoffe können feste, flüssige oder gasförmige Elemente oder Verbindungen sein, die typischerweise Stickstoff, Phosphor, Aluminium, Bor oder Vanadium enthalten.

15 Im Rahmen dieser Weiterentwicklung und Verbesserung wurde mit der vorliegenden Beschreibung der die Prozesskammer umgebende Sicherheitsbehälter entworfen. Des Weiteren wurde die Bereitstellung einer Schutzatmosphäre, insbesondere mit Inertgas, im Bereich 20 zwischen Prozesskammer und Behälterwandung eruiert. Ein mit dem Sicherheitsbehälter insbesondere angestrebtes Ziel ist die Vermeidung bzw. Unterbindung eines explosionsfähigen Gasgemisches im Falle der Beschädigung, insbesondere des Bruchs, der Prozesskammer.

25 Um zu einer prozesssicheren Durchführung des Verfahrens zu gelangen, könnte eine Apparatur zur Durchführung des Verfahrens in einer Vakuumzelle angeordnet werden. Eine solche Zelle müsste aber absolut vakuumdicht sein und ist daher vergleichsweise aufwändig 30 herzustellen, weil eine Vielzahl von Durchführungen für die Versorgung der Apparatur mit Strom, Gas und ggf. Kühlfluid benötigt wird, die jede für sich vakuumdicht hergerichtet sein muss.

Vorteilhaft wäre hingegen, ein PVT-Verfahren zum 35 prozesssicheren Herstellen von Einkristallen darzustellen, das in einer mit geringem Aufwand her-

zustellenden und/oder kostengünstigen Apparatur durchführbar ist.

Das Problem wird gelöst durch die in den unabhängigen Ansprüchen definierte Erfindung. Abhängige
5 Ansprüche geben Weiterbildungen und bevorzugte Ausgestaltungen der Erfindung wieder.

Zur Lösung der Aufgabe sieht die Erfindung vor, dass das Prozessgas zum Teil oder vollständig aus einem reaktiven Gas besteht und dass die Prozesskammer in einem
10 Sicherheitsbehälter angeordnet wird, wobei ein Zwischenraum zwischen einer Behälterwandung des Sicherheitsbehälters und der Prozesskammer mit einer Schutzatmosphäre, beispielsweise einem Inertgas, geflutet wird, um die darin befindliche Luft zu verdrängen, bevor
15 die Sublimation des Quellmaterials eingeleitet wird.

Die Flutung des Sicherheitsbehälters sollte spätestens dann erfolgt sein, wenn die Sublimation des Quellmaterials erfolgt, weil dann hohe Temperaturen vorliegen, die das reaktive Gas zu zünden vermögen. Aus
20 Sicherheitsgründen, sollte die Flutung des Sicherheitsbehälters aber schon vor Einleitung des reaktiven Gases in die Prozesskammer erfolgen.

Sollte es bei dieser Anordnung zu einer Beschädigung – insbesondere einem Bruch – der Prozesskammer kommen,
25 mischt sich das reaktive Gas der Prozesskammer in der Schutzatmosphäre im Sicherheitsbehälter, beispielsweise mit dem Inertgas, zu einem nicht explosiven Gasgemisch, so dass es selbst in einer heißen Umgebung nicht zu einer Explosion kommen kann.

30 Diese Sicherheitsmaßnahme ist besonders wichtig, wenn das reaktive Gas entzündlich ist oder zu Verpuffungen neigt, wie beispielsweise Wasserstoff.

Der Sicherheitsbehälter ist besonders einfach zu realisieren, wenn er so aufgebaut ist, dass er
35 Gasverluste nach außen insbesondere in geringem Umfang zulässt, also nur näherungsweise gasdicht ist. Dies macht

die Konstruktion des Sicherheitsbehälters kostengünstiger, da Anforderungen an eine besonders hohe Hermetizität nicht zu berücksichtigen sind und dennoch keine unerwünschten Reaktionen des Reaktivgases außerhalb der Prozesskammer auftreten können. Beispielsweise kann
5 der Sicherheitsbehälter eine zulässige Leckrate aufweisen, die größer ist als 0 l/min. So kann es aus Kostengründen vorteilhaft und unproblematisch sein, insbesondere aufgrund der Wahl und Geometrie der
10 Konstruktion, eine Leckrate zuzulassen, die im Bereich $0 \leq \text{Leckrate} \leq 5 \text{ l/min}$ liegt, oder auch im Bereich $0 \leq \text{Leckrate} \leq 30 \text{ l/min}$. Beispielsweise kann die zuzulassende Leckrate größer sein als 2 ml/min, weniger bevorzugt 5 ml/min, noch weniger bevorzugt 10 ml/min, noch weniger
15 bevorzugt 50 ml/min oder auch 100 ml/min. Andererseits ist es nicht sinnvoll, aus ökonomischen Gründen und ggf. solchen der Arbeitsplatzsicherheit, eine zu hohe Leckrate des Sicherheitsbehälters zuzulassen. So kann beispielsweise gewünscht sein die Leckrate zu begrenzen
20 auf weniger als 30 l/min, bevorzugt 10 l/min, weiter bevorzugt 4 l/min, noch bevorzugt 1 l/min, weiter bevorzugt 500 ml/min, und noch weiter bevorzugt 150 ml/min. Es wird anvisiert, Leckraten in einem Bereich von 2 ml/min bis 50ml/min zu erzielen, bevorzugt von 10
25 ml/min bis 20 ml/min.

Zur Aufrechterhaltung der Schutzatmosphäre kann beispielsweise Inertgas nachgeführt werden, um Gasverluste auszugleichen und um einen Überdruck im Sicherheitsbehälter aufzubauen und/oder aufrechtzuerhalten. Der
30 Überdruck verhindert, dass der Luftsauerstoff von außen in den Sicherheitsbehälter gelangen kann. So kann mittels einer Druckregelanlage ein relativer Überdruck im Sicherheitsbehälter aufrecht erhalten werden, beispielsweise in einem Bereich von 1 mBar über
35 Umgebungsdruck oder mehr, bevorzugt 3 mBar oder mehr, weiter bevorzugt von 5 mBar oder mehr, bis 50 mBar über

Umgebungsdruck oder weniger, bevorzugt 30 mBar oder weniger. Aber auch ein vollständig gasdichter Sicherheitsbehälter mit einer Leckrate von 0 ml/min oder einer nicht messbar geringen Leckrate sei grundsätzlich
5 hiervon umfasst, bei welchem ebenfalls ein Überdruck im Sicherheitsbehälter aufrechterhalten bleiben kann.

Um die möglichst vollständige Verdrängung von Luft aus dem Sicherheitsbehälter zu gewährleisten, kann die vorliegende Beschreibung weiterhin vorsehen, dass zum
10 Fluten des Sicherheitsbehälters ein erstes Inertgas in den Sicherheitsbehälter eingelassen wird. Das erste Inertgas kann schwerer als Luft sein, so dass es in den unteren Bereich des Sicherheitsbehälters eingelassen wird, wobei die Luft nach oben verdrängt wird. Hierzu
15 kann beispielsweise ein verschließbarer Auslass am oberen Ende des Sicherheitsbehälters so lange offen bleiben, bis die Luft entwichen ist.

Vorzugsweise umfasst die Schutzatmosphäre ein Inertgas wie insbesondere Argon. Wegen der hohen Dichte
20 von Argon sammelt es sich am Boden des Sicherheitsbehälters und verdrängt die Luft langsam nach oben ohne sich mit ihr zu vermischen. Weitere Beispiele für den Aufbau der Schutzatmosphäre, die derzeit wirtschaftlich vertretbar erhältlich sind, umfassen
25 Xenon, Stickstoff oder Kohlenstoffdioxid. Grundsätzlich kann die Schutzatmosphäre jedes Fluid, ob einzeln oder als Gemisch, umfassen, welches eine Schutzfunktion dahingehend bereitzustellen vermag, das Reaktivgas im Falle einer übermäßigen bzw. unzulässigen Entweichung aus
30 der Prozesskammer zu neutralisieren und/oder negative Effekte wie Verpuffungen zu unterbinden. Die Schutzatmosphäre kann beispielsweise auch unter Normalbedingungen der Standardatmosphäre im flüssigen oder festen Zustand vorliegen.

35 Wenn die Luft durch das erste Inertgas verdrängt worden ist, kann es durch ein anderes, beispielsweise ein

kostengünstigeres, Inertgas ersetzt werden. Die Erfindung sieht daher weiterhin vor, dass nach einem ein- oder mehrmaligen Fluten des Sicherheitsbehälters mit dem ersten Inertgas, dieses durch das zweite Inertgas, insbesondere Stickstoff, ersetzt wird.

Um sicherzustellen, dass bei einem Bruch der Prozesskammer nicht weiter das reaktive Gas in die Apparatur geleitet wird, ist vorgesehen, dass der Sicherheitsbehälter einen Gassensor aufweist, der in der Lage ist, das Vorhandensein reaktiven Gases im Sicherheitsbehälter zu detektieren. Ferner kann vorgesehen sein, dass die Prozessgaszufuhr zur Prozesskammer unterbrochen wird, wenn der Gassensor das reaktive Gas im Sicherheitsbehälter detektiert.

In einer Weiterbildung kann über einen weiteren Drucksensor bzw. Druckschalter, der den Druck innerhalb der Prozesskammer überwacht, die Gaszufuhr unterbrochen werden, wenn im Falle eines Schadens, wie eines Bruchs des Quarzglases, ein geringerer Druck detektiert wird. Beispielsweise kann für die Überwachung ein Unterschreiten des Absolutdruckes auf $p \leq 980 \text{ mbarAbs}$, bevorzugt auf $p \leq 950 \text{ mbarAbs}$, weiter bevorzugt auf $p \leq 920 \text{ mbarAbs}$ detektiert werden. Die Unterbrechung der Reaktivgaszufuhr kann damit auch unabhängig von der Detektion von Reaktivgas, wie beispielsweise Wasserstoff, im Zwischenraum zwischen Prozesskammer und Kühlmantel erfolgen.

Eine Öffnung der Prozesskammer, beispielsweise im Falle des Bruchs des Quarzglases, kann beispielsweise durch eins der folgenden Kriterien detektiert oder angezeigt werden. Es kann eine Detektion des Reaktivgases/Wasserstoffs durch einen Gassensor im Sicherheitsbehälter erfolgen. Alternativ oder kumulativ kann der Überdruck im Sicherheitsbehälter festgestellt werden und bei Verschwinden des Überdrucks auf eine

Prozessstörung geschlossen werden (z.B. $p \leq$ ca. 2 mbarÜ gegenüber Atmosphäre).

Des Weiteren kann alternativ oder kumulativ der Druck in der Prozesskammer gemessen werden, und solange
5 dieser Druck $\leq$ 950 mbarAbs (oder 920 oder 980) beibehalten wird, wird keine Prozessstörung detektiert, wohingegen ein Überschreiten der Druckschwelle eine Prozessstörung anzeigen kann. Auch kann alternativ oder kumulativ ein plötzlicher Druckschlag/Druckanstieg in der
10 Prozesskammer (Druckanstiegsrate größer als maximal mögliche Druckanstiegsrate durch einzuleitenden Gase) festgestellt werden und eine Prozessstörung – wie einen Quarzglasbruch – anzeigen. Die vorgenannten Kriterien sind in vorteilhafter Weise voneinander unabhängig und
15 können einzeln oder in Verbindung miteinander herangezogen werden, ein Abschalten der Prozessgas- bzw. Wasserstoffzufuhr zu erwirken.

Der Sicherheitsbehälter kann in vorteilhafter Weise eine Kühlfunktion bereitstellen. Die Kühlfunktion kann
20 beispielsweise so ausgebildet sein, dass um oder durch den Sicherheitsbehälter ein Kühlmedium zirkuliert, wie insbesondere Wasser. Beispielsweise kann der Sicherheitsbehälter hierfür jedenfalls eine Kühlmediumsleitung aufweisen, durch die das Kühlmedium
25 fließt. Die jedenfalls eine Kühlmediumsleitung kann an der Behälterwandung des Sicherheitsbehälters befestigt sein oder jedenfalls wärmeleitend damit verbunden sein, ggf. unter Zuhilfenahme einer Wärmeleitpaste. Beispielsweise ist die Kühlmediumsleitung an der
30 Behälterwandung aufgelötet. Beispielsweise umfasst die Kühlmediumsleitung Kupfer, welches einfach zu verarbeiten und/oder besonders wärmeleitfähig ausgebildet ist.

Der Sicherheitsbehälter kann derart ausgerüstet sein, eine Temperierung der Prozessbedingungen
35 bereitzustellen. Beispielsweise kann mittels des so gestalteten Sicherheitsbehälters stets konstante

Temperaturen – oder ein ähnlicher Temperaturbereich –
eingehalten werden, unabhängig von den unter Umständen
stark schwankenden Umgebungsbedingungen. Beispielsweise
kann die Umgebung eine Tagestemperaturverlaufskurve oder
5 auch jahreszeitliche Temperaturschwankungen beinhalten,
oder auch von in der Nähe stattfindenden ggf. thermischen
Prozessen beeinflusst werden, wobei der vorteilhaft
gestaltete Sicherheitsbehälter diese Umgebungsbedingungen
vom Prozess abzuhalten vermag. Alternativ oder kumulativ
10 kann die Kühlfunktion auch in Ansprechen auf die
Prozessparameter, also insbesondere der Temperatur in der
Prozesskammer, beeinflusst werden, um eine Temperierung
des Züchtungsprozesses zu erwirken. So kann
beispielsweise der Kühlmediumsdurchsatz durch die
15 zumindest eine Kühlmediumsleitung in Ansprechen auf die
Umgebungsbedingungen und/oder die Prozessparameter
verändert werden, um den Wärmeabtransport zu verändern.
Bei wärmerer Umgebung und/oder Prozesstemperatur kann
beispielsweise mehr Kühlmedium umgesetzt werden, und/oder
20 ein kälteres Kühlmedium eingesetzt werden, und/oder ein
alternatives Kühlmedium eingefüllt werden.

Die Kühlmediumsleitung kann außenseits der
Behälterwandung angeordnet sein, bevorzugt mit der
Behälterwandung thermisch leitend verbunden oder
25 jedenfalls benachbart zur Behälterwandung angeordnet. Die
Kühlmediumsleitung kann dann die Behälterwandung kühlen
und dafür sorgen, dass die Wärmemenge nicht in die
unmittelbare Umgebung der Apparatur abstrahlt, sondern
von der Temperierungseinrichtung fortgeführt wird. Die
30 außenseitige Anordnung der Kühlmediumsleitung hat den
Vorteil, dass weniger abzudichtende Durchführungen in die
Schutzatmosphäre bzw. die Innenseite des Schutzbehälters
vorzusehen sind, da das Kühlfluid nicht in den Innenraum
vordringt. Beispielsweise kann die Behälterwandung
35 doppelwandig ausgeführt sein, also eine Innenwand und
eine Außenwand aufweisen, wobei die Kühlmediumsleitung

zwischen Innenwand und Außenwand der Behälterwandung
angeordnet sein kann. Dann ist die Kühlmediumsleitung
nebst der Befestigungen für die Kühlmediumsleitung
blickdicht verborgen und vor mechanischer Beschädigung
5 geschützt. Da die Temperierungseinrichtung einen
wesentlichen Teil der Wärmeleistung aus der Prozesskammer
abzuführen vermag, unterliegt die Außenwand der
Behälterwandung keine oder wenigen Einschränkungen
hinsichtlich Materialwahl oder Berührschutz, da sie nicht
10 heiß wird.

Die Erfindung bezieht sich weiterhin auch auf eine
Apparatur zum prozesssicheren Herstellen von
Einkristallen nach dem PVT-Verfahren, die zur Aufnahme
eines Quellmaterials und eines Keims eine hoch erheizbare
15 Wachstumszelle, eine Prozesskammer, in der sich die
Wachstumszelle befindet und die zu ihrer Befüllung mit
einem Prozessgas einen Anschluss an eine Prozessgasquelle
hat, und eine Heizeinrichtung zum Erhitzen der
Wachstumszelle aufweist.

20 Um einen prozesssicheren Betrieb mit einem reaktiven
Gas als Prozessgas zu gewährleisten, sieht die Erfindung
vor, dass die Apparatur einen einen Behälterwandung
aufweisenden Sicherheitsbehälter aufweist, in dem die
Prozesskammer angeordnet ist, wobei der
25 Sicherheitsbehälter einen Anschluss an eine
Inertgasquelle hat, um vor Durchführung des PVT-
Verfahrens einen Zwischenraum zwischen der
Behälterwandung des Sicherheitsbehälters und der
Prozesskammer mit einem Inertgas fluten zu können.

30 Der Sicherheitsbehälter kann so aufgebaut sein, dass
er Gasverluste nach außen zulässt. Er kann einen Druck-
sensor aufweisen, wobei der Drucksensor mit einer
Steuereinrichtung signalverbunden ist und die
Steuereinrichtung so ausgelegt ist, dass auf Basis der
35 Drucksensorsignale ein Überdruck im Sicherheitsbehälter
(gegenüber Umgebung bzw. Atmosphäre) eingestellt wird.

Der Drucksensor kann auch Druckschalter umfassen oder aus einem Druckschalter gebildet sein. Beispielsweise kann der Drucksensor durch einen Differenzdruckschalter gebildet sein, der die
5 Druckdifferenz zwischen Inertisierung im Sicherheitsbehälter und Atmosphäre bzw. Umgebung misst. Ggf. kann der Drucksensor dann eine Schaltung auslösen bei Über- oder Unterschreiten einer einstellbaren Druckdifferenz, insbesondere als Sicherheitsschaltung
10 bzw. Absperrung.

Bezogen auf die intendierte Aufstellung der Apparatur befinden sich ein Inertgasanschluss im unteren Bereich des Sicherheitsbehälters und ein verschließbarer Auslass in dessen oberen Bereich. Dadurch wird die Luft
15 im Sicherheitsbehälter von dem im unteren Bereich einströmenden Inertgas vollständig nach oben zum Auslass verdrängt, wo diese den Sicherheitsbehälter verlässt.

Der Sicherheitsbehälter weist vorzugsweise zwei Inertgasanschlüsse für zwei unterschiedliche Inertgase auf. Nachdem das erste Inertgas die Luft aus dem Sicherheitsbehälter verdrängt hat, kann mittels des zweiten Inertgasanschlusses ein kostengünstigeres Fluid, wie zum Beispiel Stickstoff, ein zweites Fluid eingefüllt werden und somit das erste Inertgas ersetzt werden.

25 Der Sicherheitsbehälter weist vorzugsweise einen Gassensor auf, der auf ein reaktives Gas anspricht. Auf diese Weise kann festgestellt werden, dass reaktives Gas (z. B. Wasserstoff) in den Sicherheitsbehälter eingedrungen ist, beispielsweise im Falle eines Bruchs
30 der Prozesskammer.

Wie schon oben ausgeführt, kann mit der Apparatur insbesondere ein SiC-Einkristall nach dem PVT-Verfahren hergestellt werden. Dazu ist die Wachstumszelle mit einem Siliciumcarbid als Quellmaterial bestückt und die
35 Prozesskammer neben anderen Prozessgasen (z. B. Argon) mit Wasserstoff als reaktives Gas geflutet.

Kurzbeschreibung der Figuren

Es zeigt:

- 5 Fig. 1 Querschnittsdarstellung einer erfindungsgemäßen
 Apparatur,
 Fig. 2 perspektivische und vereinfachte Darstellung
 eines teilmontierten Sicherheitsbehälters,
 Fig. 3 perspektivische Schnittansicht einer
10 Ausführungsform einer Apparatur,
 Fig. 4 Detail eines Anschlusses der
 Temperierungseinrichtung des
 Sicherheitsbehälters,
 Fig. 5 Segment der Behälterwandung des
15 Sicherheitsbehälters mit Teil der
 Temperierungseinrichtung,
 Fig. 6 Aufbau eines beispielhaften Segments einer
 Behälterwandung mit Temperierungseinrichtung,
 Fig. 7 perspektivische Ansicht einer Ausführungsform
20 eines Sicherheitsbehälters 8.

Detaillierte Beschreibung der Erfindung

Im Folgenden wird die Erfindung anhand von
Ausführungsbeispielen und unter Bezugnahme auf die
25 Figuren näher dargestellt, wobei gleiche und ähnliche
 Elemente teilweise mit gleichen Bezugszeichen versehen
 sind und die Merkmale der verschiedenen
 Ausführungsbeispiele miteinander kombiniert werden
 können. Die Figur 1 zeigt eine Querschnittsdarstellung
30 einer erfindungsgemäßen Apparatur.

Im Zentrum der Apparatur befindet sich auf einem
Ständer stehend eine aus einem Hohlzylinder bestehende
Wachstumszelle 1 mit einem Boden und einem Deckel, die
die beiden Enden des Hohlzylinders verschließen. Die
35 Wachstumszelle 1 besteht aus einem porösen Graphit. Auf

dem Boden wird ein Quellmaterial 2 geschichtet. An der Unterseite des Deckels befindet sich ein Keim 3.

Die Wachstumszelle 1 ist in einer Prozesskammer 4 angeordnet, die aus einem an beiden Enden von einem Boden bzw. einer Decke geschlossenen Hohlzylinder besteht. Die
5 zylindrische Wandung der Prozesskammer 4 besteht aus einem hitzebeständigen Quarzglas und kann über einen Prozessgasanschluss mit einem Einlassventil 5 mit einem Prozessgas befüllt werden. Da der Graphit der Wachstumszelle
10 1 porös ist, gelangt das Prozessgas von der Prozesskammer 4 auch in die Wachstumszelle 1.

Eine Heizeinrichtung 6 besteht aus einer Induktionsspule 7, die die Prozesskammer 4 auf Höhe der Wachstumszelle umgibt. Wenn diese von einem elektrischen
15 Strom durchflossen wird, erzeugt sie ein elektromagnetisches Feld, das in dem Graphit der Wachstumszelle 1 einen elektrischen Strom induziert, der die Wachstumszelle 1 auf über 2.000 °C bis zu 2.400 °C erhitzt.

Die hohen Temperaturen und die benötigte Durchlässigkeit für das elektromagnetische Feld der Induktionsspule 7 machen es notwendig, zumindest die zylindrische Wandung der Prozesskammer 4 aus einem hierfür geeigneten temperaturbeständigen Material
25 herzustellen. Üblicherweise wird die zylindrische Wandung der Prozesskammer 4 aus Quarzglas hergestellt, welches sich als besonders geeignet erwiesen hat und günstig in der Herstellung ist.

Zur Herstellung eines SiC-Einkristalls wird
30 Siliciumcarbid in die Wachstumszelle 1 gegeben und die Prozesskammer 4 mit einem Prozessgas geflutet, das bis zu 100% aus Wasserstoff besteht. Wird nun die Wachstumszelle 1 mittels der Induktionsspule 7 erhitzt, sublimiert das Siliciumcarbid und lagert sich Lage für Lage an dem Keim
35 3 an, so dass ein SiC-Einkristall heranwächst. Der Wasserstoff sorgt dafür, dass dabei keine Kristalldefekte

im Kristall bilden oder sich an der jeweiligen Wachstumsstelle Fremdatome einlagern könnten. Eine Einlagerung von unerwünschten Fremdatomen führt regelmäßig zu einer Veränderung der elektrischen Leitfähigkeit, die ggf. auch lokal auftreten kann und als Störung bzw. Qualitätsminderung nachteilig sein kann. Auch kann eine Beeinflussung der Prozessgaszusammensetzung durch Reaktionen mit anderen Prozessgasen oder der HotZone (Graphitkomponenten) durch den Einsatz des Reaktivgases erwirkt werden. Die veränderte Prozessgaszusammensetzung kann wiederum Einfluss auf die Kristallinität, Struktur, Kristalldefekte und Dotierung des SiC-Kristalles haben.

Beispielsweise konnte gezeigt werden, dass ab einem Wasserstoffanteil von 5% oder mehr im Prozessgas vorteilhafte Effekte erzielt werden, wobei in derart geringen Konzentrationen von unter 5% Wasserstoff im Prozessgas typischerweise keine Schutzmaßnahmen beispielsweise zum Explosionsschutz notwendig sind. Besonders vorteilhafte Ergebnisse konnten im Bereich zwischen 5% Wasserstoffanteil bis etwa 40% Wasserstoffanteil erhalten werden, wobei im Bereich von 15% Wasserstoffanteil am Prozessgas (insbesondere $\pm 5\%$) ein erhöhter Reinheitsgrad des Kristalls erhalten werden konnte. Grundsätzlich ist aber auch bei geringen Konzentrationen der Einsatz eines erfindungsgemäßen Sicherheitsbehälters vorteilhaft.

Die Verwendung eines reaktiven Gases wie Wasserstoff ist aber, wie einleitend beschrieben, deshalb problematisch, da bei einem potentiellen Bruch der Wandung der Prozesskammer 4 das reaktive Gas sich - ohne den erfindungsgemäßen Sicherheitsbehälter - mit der Umgebungsluft mischt, so dass beispielsweise ein zündfähiges Gasgemisch entstehen kann, das sich an den heißen Teilen der Apparatur sogleich entzünden würde.

Die Prozesskammer 4 des hier gezeigten Ausführungsbeispiels ist daher von einem Sicherheitsbehälter 8 umgeben, der eine die zylindrische Wandung der Prozesskammer 4 umgebende zylindrische Behälterwandung 9 umfasst, die auf einem Boden 10 steht und oben von einer Decke 11 verschlossen ist. Boden 10 und Decke 11 des Sicherheitsbehälters 8 schließen an den Boden und die Decke der Prozesskammer 4 an.

Der Sicherheitsbehälter 8 kann dabei gleichzeitig Bestandteil des Kühlkonzeptes der Apparatur sein. Mit anderen Worten kann der Sicherheitsbehälter 8 in das Kühlkonzept der Apparatur integriert sein. Dazu kann die zylindrische Behälterwandung 9 mit Kühlkanälen versehen sein, die an ein Kühlsystem angeschlossen sind. Das Kühlkonzept kann also vorsehen, dass der Sicherheitsbehälter 8 eine Kühlfunktion für die Apparatur bereitstellt. Beispielsweise kann durch den Sicherheitsbehälter 8 ein Kühlmedium zirkulieren, wie insbesondere Wasser. Andererseits kann vorgesehen sein, dass die Sicherheitsatmosphäre im Sicherheitsbehälter 8 die Kühlfunktion bereitstellt. Beispielsweise kann hierfür die Sicherheitsatmosphäre umgewälzt werden, um Wärmeleistung abzuführen. Insgesamt kann der Sicherheitsbehälter derart ausgerüstet sein, dass der Sicherheitsbehälter mit seiner Kühlfunktion zur Temperierung der Prozessbedingungen herangezogen werden kann, so dass stets konstante Temperaturen - oder ein ähnlicher Temperaturbereich - eingehalten werden kann, unabhängig von den unter Umständen stark schwankenden Umgebungsbedingungen. Beispielsweise kann die Umgebung eine Tagestemperaturverlaufskurve oder auch jahreszeitliche Temperaturschwankungen beinhalten, oder auch von in der Nähe stattfindenden ggf. thermischen Prozessen beeinflusst werden.

Schließlich kann der Sicherheitsbehälter 8 so aufgebaut sein, dass er metallisch leitfähig ausgerüstet

ist. Der metallisch leitfähige Sicherheitsbehälter 8 kann in der Art eines Faraday'schen Käfigs eine Abschirmung für den im Inneren ablaufenden Prozess bereitstellen, so dass beispielsweise elektromagnetische Wechselfelder in
5 der Behälterwandung 9 des Sicherheitsbehälters 8 einen definierten Endpunkt erhalten, und nicht asymptotisch auslaufen, potentiell bis ins Unendliche. Dies kann vorteilhaft sein, wenn mehrere Apparate nebeneinander aufgebaut werden sollen, wobei sich entsprechende
10 Wechselfelder gegenseitig beeinflussen und die Prozessbedingungen gegenseitig stören können. Mit anderen Worten kann der metallisch leitfähig ausgerüstete Sicherheitsbehälter 8 gleichmäßige Prozessbedingungen auch unter der Bedingung gewährleisten, dass mehrere ggf.
15 auch verschiedenartige Apparate nah beieinander aufstellbar sind, ohne dass sich die Prozesse gegenseitig stören.

Insgesamt zeigt sich, dass der Sicherheitsbehälter 8 in synergistischer Weise gleich mehrere Aufgaben zu lösen
20 vermag. Nicht nur, dass er die genannte Schutzatmosphäre bereitzustellen vermag, die die Anwendung eines Reaktivgases in der Prozesskammer ermöglicht. Darüber hinaus vermag der Sicherheitsbehälter 8 die Prozesskammer von verschiedenen Umgebungsbedingungen wie
25 Temperaturschwankungen oder schwankende elektrische und/oder magnetische Felder abzuschirmen und somit für den in der Prozesskammer ablaufenden Prozess gleichmäßige Prozessbedingungen zu gewährleisten.

Im Boden des Sicherheitsbehälters 8 befindet sich
30 eine Ringleitung mit einem oder mehreren Anschlüssen an einem ringförmigen Zwischenraum 12 zwischen der Behälterwandung 9 des Sicherheitsbehälters 8 und der aus einem Quarzglas bestehenden zylindrischen Wandung der Prozesskammer 4. Die Ringleitung ist über ein
35 Wechselventil 13 an eine Argonquelle 14 und an eine Stickstoffquelle 15 angeschlossen.

In der Decke 11 des Sicherheitsbehälters 8 befindet sich ein verschließbares Auslassventil 16. Außerdem ist dort ein Gassensor 17 (insbesondere als Wasserstoffsensor) und ein Drucksensor 18 vorgesehen.

5 Über die gesamte Apparatur kann noch eine Haube 20 aus einem bruchfesten Kunststoff oder einem Blech gestülpt sein, die auf dem Boden des Sicherheitsbehälters 8 aufsitzt.

10 Des Weiteren ist eine Steuereinrichtung 19 vorgesehen, die mit beiden Sensoren 17, 18 signalverbunden ist und über Steuerleitungen das Wechselventil 13, das Auslassventil 16 und das Einlassventil 5 zur Wasserstoffzufuhr steuert.

15 Die Steuereinrichtung 19 erlaubt die Durchführung der folgenden Verfahren:

Füllen des Sicherheitsbehälters 8 mit einem Inertgas bevor die Prozesskammer 4 mit Wasserstoff befüllt wird:

- (1) Das Auslassventil 16 wird geöffnet.
- 20 (2) Das Wechselventil 13 wird so geschaltet, dass Argongas aus der Argonquelle 14 von unten langsam in den Zwischenraum 12 einströmt, so dass sich der Zwischenraum 12 von unten mit dem Argongas füllt, wobei die vorhandene Luft durch das offene Auslassventil 16 (oder
25 Überdruckventil oder dgl.) verdrängt wird.
- (3) Schließen des Auslassventils 16 und des Wechselventils 13.
- (4) Einhalten einer Füllpause, damit sich noch vorhandene Luftreste vom Argongas nach oben absetzen können.
30
- (5) Ggf. einfache oder mehrfache Wiederholung der Schritte (1) bis (3).
- (6) Öffnen des Auslassventils 16.
- 35 (7) Schalten des Wechselventils 13, so dass Stickstoffgas von unten langsam in den Zwischenraum

12 einströmt, wobei sich der Zwischenraum 12 von unten mit dem Stickstoffgas aus der Stickstoffquelle 15 füllt und das vorhandene Argongas durch das offene Auslassventil 16 verdrängt wird.

- 5 (8) Schließen des Auslassventils 16.
(9) Einstellung und Einhaltung eines Überdrucks im Zwischenraum 12 durch gesteuertes Öffnen des Wechselventils 13, so dass trotz vorhandener und akzeptierter Undichtigkeiten des Sicherheitsbehälters keine Luft in den Zwischenraum 12 einströmen kann.

Ein ausreichender Überdruck liegt bei ca. 2 mbar über Umgebung.

Durchgeführt werden müssen jedenfalls die Schritte (1) bis (3) und (9). Die Schritte (4) bzw. (6) bis (8) sind optional.

Um überprüfen zu können, ob der Zwischenraum 12 im ausreichenden Maße sauerstofffrei ist, kann zusätzlich ein Sauerstoffsensor vorgesehen werden.

Verhalten im Fall eines Bruches der Glaswand im Betrieb:

- 25 (1) Ständige Überwachung des Gassensors 17 und
(2) Verschließen der Wasserstoffzufuhr, wenn der Gassensor 17 Wasserstoff im Zwischenraum 12 detektiert.

30 Bezug nehmend auf die Figur 2 ist eine perspektivische Darstellung einer vereinfachten Ausführungsform eines teilmontierten Sicherheitsbehälters 8 gezeigt, wobei aus Gründen der Übersichtlichkeit Anbauteile sowie auch die Prozesskammer 4 nicht
35 dargestellt sind. Ferner sei der Vollständigkeit halber darauf hingewiesen, dass die mit Figur 2 gezeigte

Ausführungsform keine Details zur Abdichtung des Innenbereichs 12 aufweist, so dass die mit dieser Ausführungsform erzielbaren Leckraten vergleichsweise hoch ausfallen. Verbessert abgedichtete

5 Sicherheitsbehälter 8 werden mit Ausführungen der weiteren Figuren vorgestellt.

In Fig. 2 ist eine Temperierungseinrichtung 21, jedenfalls teilweise, im Sicherheitsbehälter 8 angeordnet, wobei ein Fluid durch Anschlussstücke 23 in
10 eine Kühlmittleitung 22 eingespeist werden kann. Die Kühlmittleitung 22 kann mit der Innenwand 44 des Sicherheitsbehälters 8 verbunden sein, beispielsweise dort angeklebt, gelötet, geschweißt oder angeschraubt. Von der Prozesskammer 4 aus gelangt Wärmeleistung
15 überwiegend als Strahlungswärme an die Innenwand 44, von wo aus die Wärmeleistung effizient mittels der Temperierungseinrichtung 21 abgeführt werden kann. Beispielsweise kann als Kühlmittel flüssiges Wasser eingesetzt werden. Die mit der Temperierungseinrichtung
20 21 abführbare Wärmemenge kann bevorzugt einstellbar sein. Beispielsweise kann über die Temperaturvorgabe für das Kühlmittel und/oder Durchlaufmenge oder -geschwindigkeit die abführbare Wärmemenge beeinflusst werden, also eine Temperaturregelung bereitgestellt werden. Dann kann in
25 Ansprechen auf Sensorsignale messend die Umgebungstemperatur und/oder die Prozesstemperatur mit der Temperaturregelung eine Temperierung der Prozesskammer 4 erreicht werden, so dass in der Prozesskammer 4 während des Prozessablaufs eine im
30 Wesentlichen konstante Temperatur vorliegt.

Der Sicherheitsbehälter 8 weist Schaugläser 32 auf, die den Innenbereich 12 überbrücken und beispielsweise zwecks Prozessüberwachung eine Einsicht auf die Prozesskammer 4 ermöglichen. Um die direkte
35 Wärmeausstrahlung klein zu halten sind die Schaugläser 32 relativ klein ausgeführt. Ferner ist mit Fig. 4 ein

Detail der Kältemittelleitung 22 mit Leitungsbefestigung 22A, Anschlussstück 23, Übergangsstück 23B und Anschlussstückbefestigung 23A ersichtlich.

Fig. 3 zeigt eine Schnittdarstellung einer
5 Ausführungsform einer Apparatur 100. Eine Prozesskammer 4 wird von einer Induktionsspule 7 teilweise umgeben, welche von einer Heizeinrichtung 6 mit elektrischer Leistung versorgt wird. Die Heizeinrichtung 6 ist teilweise innerhalb und außerhalb des
10 Sicherheitsbehälters 8 angeordnet, wobei zum Beispiel die Leistungselektronik außerhalb angeordnet sein kann, so dass eine abgedichtete Durchführung 62 zur Reduzierung von Gasleckagen vorgesehen ist. Die Induktionsspule 7 mit Teilen der Elektronik ist im Innenraum 12, also in dem
15 von der Sicherheitsatmosphäre einnehmbaren Raum.

Das Schutzgas kann durch die Schutzgaszuführung 54 an der Unterseite des Innenraums 12 (ggf. mehrere Schutzgaszuführungen 54 vorgesehen) zugeführt werden. An der Oberseite 11 ist das Auslassventil 16 angeordnet,
20 mittels welchem beispielsweise die zunächst im Schutzbehälter 8 angeordnete Außenluft (enthaltend Sauerstoff) aus dem Schutzbehälter 8 herausgelassen werden kann, beispielsweise indem ein Schutzgas eingelassen wird, welches schwerer als Luft ist.
25 Anschließend kann, wenn am Auslassventil 16 eine Anschlussleitung angeschlossen ist (nicht dargestellt), auch eine Zirkulation des Schutzgases bereitgestellt werden, beispielsweise um Wärmemenge aus dem Schutzbehälter 8 abzuführen, oder um einen regelmäßigen
30 Austausch des Schutzgases zu gewährleisten.

Die Kühlmittelleitung 22 der Temperierungseinrichtung 21 ist in dem hier gezeigten Fall in der Behälterwandung 9 angeordnet, welche doppelwandig ausgeführt ist. Bei dem mit Fig. 3 gezeigten
35 Querschnitt des Sicherheitsbehälters 8 mit Prozesskammer 4 erstreckt sich der Innenraum 12 des

Sicherheitsbehälters 8 zur Aufnahme der Schutzatmosphäre von der Kammerwandung 41 und beispielsweise rund um die Prozesskammer 4 herum bis zur Behälterwandung 9, wobei der Innenraum 12 gegen die Behälterwandung 9 abgedichtet
5 ausgeführt ist, um die Gasleckrate aus dem Innenraum 12 in die Umgebung 30 gering zu halten.

Ferner zeigt die mit Fig. 3 gezeigte Ausführungsform eine Besonderheit dahingehend, dass die Prozesskammer 4 mit einem Adapter 46 ausgerüstet ist. Der Adapter 46
10 weist in der gezeigten Ausführungsform zwei alternative obere Abdeckungen 47, 48 auf, so dass je nach gewünschter Prozesshöhe die obere Abdeckung 47 oder die weiter innen liegende obere Abdeckung 48 eingesetzt werden kann. Die Abdeckungen 47, 48 sind somit ggf. alternativ zueinander
15 einsetzbar.

Bezug nehmend auf Fig. 5 ist ein erstes Segment 91 der Behälterwandung 9 eines segmentierten Sicherheitsbehälters 8 mit Temperierungseinrichtung 21
20 gezeigt, wobei die Kühlmittelleitung 22 in einem Zwischenbereich 122 in der Behälterwandung 9 angeordnet ist. Die Behälterwandung 9 umfasst in dem hier gezeigten Fall eine Innenwand 98, Rahmentteile 92, 94 und die Kühlmittelleitung 22 der Temperierungseinrichtung 21, welche in einem Zwischenbereich 122 angeordnet ist. Auf
25 dem ersten Segment 91 sind Rahmentteile 92, 94 mit Befestigungsmitteln 97 befestigt. Weitere Befestigungsmittel 96 (z.B. Schraublöcher) sind in regelmäßigen Abständen auf den Rahmentteilen 92, 94 angeordnet, so dass der Zwischenbereich 122 davon
30 eingefasst wird.

Bezug nehmend auf Fig. 6 wird eine weitere Ausführungsform des ersten Segments 91 mit Sandwich-Aufbau weiter verdeutlicht. An der Innenwand 98 ist die Kühlmittelleitung 22 der Temperierungseinrichtung 21
35 angeordnet und mittels Anschlüssen 23 nach außen anschließbar. Ein Rahmen 92, 94 umgibt oder begrenzt das

Segment 91 umlaufend, wobei eine Außenblende 99 auf den Rahmen 92, 94 aufschraubbar ist. Mit der Außenblende 99 sind die Kühlmittleitung 22 und die Befestigungsmittel 97 abgedeckt und somit einerseits vor Zugriff und
5 andererseits vor unsachgemäßer Beschädigung geschützt. So verbirgt die Außenblende 99 die technischen Installationen vor direktem Blick und Zugriff und verleiht der Apparatur 100 ein attraktives Äußeres.

Fig. 7 zeigt schließlich eine auf dem Boden 10
10 aufgebaute Apparatur 100 mit mehrteiliger Behälterwandung 9, welche Wandungsabschnitte 91 und 91A umfasst. Die Kühlmittleitungen 22 (vgl. z.B. Fig. 5 oder 6) verlaufen geschützt hinter der Außenblende 99 und sind mittels Ausgleichsbögen 24 miteinander kommunizierend
15 verbunden, so dass ein Kühlmittel - z.B. Wasser - durch die Temperierungseinrichtung 21 fließen kann. Die Prozesskammer 4 (vgl. z.B. Fig. 1 oder 3) ist allseits von der Sicherheitsatmosphäre umgeben - oder je nach Ausführungsform jedenfalls oberhalb des Bodens 10
20 allseits von der Sicherheitsatmosphäre umgeben. Sollte die Prozesskammer 4 bersten oder anderweitig versagen und Prozessgas entweichen, so vermischt sich das Prozessgas mit dem im Innenraum 12 vorgehaltenen Schutzgas zu einem ungefährlichen Mischgas.

25 Es ist dem Fachmann ersichtlich, dass die vorstehend beschriebenen Ausführungsformen beispielhaft zu verstehen sind und die Erfindung nicht auf diese beschränkt ist, sondern in vielfältiger Weise variiert werden kann, ohne den Schutzbereich der Ansprüche zu verlassen. Ferner ist
30 ersichtlich, dass die Merkmale unabhängig davon, ob sie in der Beschreibung, den Ansprüchen, den Figuren oder anderweitig offenbart sind, auch einzeln wesentliche Bestandteile der Erfindung definieren, selbst wenn sie zusammen mit anderen Merkmalen gemeinsam beschrieben
35 sind. In allen Figuren stellen gleiche Bezugszeichen gleiche Gegenstände dar, so dass Beschreibungen von

Gegenständen, die gegebenenfalls nur in einer oder
jedenfalls nicht hinsichtlich aller Figuren erwähnt sind,
auch auf diese Figuren und Ausführungsbeispiele
übertragen werden können, hinsichtlich welchem der
5 Gegenstand in der Beschreibung nicht explizit beschrieben
ist.

10

Bezugszeichenliste

	1	Wachstumszelle
	2	Quellmaterial
15	3	Keim
	4	Prozesskammer
	5	Einlassventil
	6	Heizeinrichtung
	7	Induktionsspule
20	8	Sicherheitsbehälter
	9	Behälterwandung
	10	Boden
	11	Decke
	12	Zwischenraum
25	13	Wechselventil
	14	Argonquelle
	15	Stickstoffquelle
	16	Auslass(ventil)
	17	Gassensor
30	18	Drucksensor
	19	Steuereinrichtung
	20	Haube
	21	Kühl- bzw. Temperierungseinrichtung

	22	Kühlmittelleitung
	22A	Leitungsbefestigung
	23	Anschlussstück
	23A	Anschlusshalter
5	23B	Bogenstück
	24	Ausgleichsbogen
	30	Umgebung
	32	Schauglas
	41	Prozesskammerwand
10	44	Innenwand des Sicherheitsbehälters
	46	Adapter
	47	obere Abdeckung der Prozesskammer
	48	obere Abdeckung der Prozesskammer
	51	Prozessgaszuführung
15	52	Prozessgasabführung
	54	Schutzgaszuführung
	62	abgedichtete Durchführung
	91	Abschnitt der Behälterwandung
	91A	weiterer Abschnitt der Behälterwandung
20	92	Rahmenteil
	94	Rahmenteil
	96	Befestigungselement
	97	Befestigungselement
	98	Innenwand
25	99	Außenblende
	100	Apparatur
	122	Zwischenbereich

Patentansprüche

1. PVT-Verfahren zum prozesssicheren Herstellen von Einkristallen in einer Apparatur, die eine hoch er-
5 hitzbare Wachstumszelle (1), eine Prozesskammer (4), in der sich die Wachstumszelle (1) und eine die Prozesskammer (4) umgebende Heizeinrichtung (6) zum Erhitzen der Wachstumszelle (1) befinden aufweist, wobei ein Quellmaterial (2) und ein Keim (3) in die
10 Wachstumszelle (1) eingebracht werden, die Prozesskammer (4) mit einem Prozessgas befüllt und die Wachstumszelle (1) erhitzt wird, so dass das Quellmaterial (2) sublimiert und am Keim (3) resublimiert wird, **dadurch gekennzeichnet**, dass das Prozessgas
15 zum Teil oder vollständig aus einem reaktiven Gas besteht und dass die Prozesskammer (4) in einem Sicherheitsbehälter (8) angeordnet wird, wobei ein Zwischenraum (12) zwischen einer Behälterwandung (9) des Sicherheitsbehälters (8) und der Prozesskammer
20 (4) mit einer Schutzatmosphäre geflutet wird, um die darin befindliche Luft zu verdrängen, bevor die Sublimation des Quellmaterials (2) eingeleitet wird.
2. PVT-Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, dass das reaktive Gas Wasserstoff umfasst oder
25 daraus besteht, und/oder dass die Schutzatmosphäre ein Inertgas umfasst oder daraus besteht.
3. PVT-Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Sicherheitsbehälter (8) so
30 aufgebaut ist, dass er Gasverluste nach außen zulässt, und dass Inertgas nachgeführt wird, um Gasverluste auszugleichen und um einen Überdruck im Sicherheitsbehälter (8) aufrechtzuerhalten.

4. PVT-Verfahren nach Anspruch 3, **dadurch gekennzeichnet**, dass zum Fluten des Sicherheitsbehälters (8) ein erstes Inertgas, das schwerer als Luft ist, in seinen unteren Bereich eingelassen wird, wobei die
5 Luft nach oben verdrängt wird, wozu ein verschließbarer Auslass am oberen Ende des Sicherheitsbehälters (8) so lange offen bleibt, bis die Luft entwichen ist.
- 10 5. PVT-Verfahren nach Anspruch 4, **dadurch gekennzeichnet**, dass es sich bei dem ersten Inertgas um Argon handelt.
- 15 6. PVT-Verfahren nach Anspruch 4 oder 5, **dadurch gekennzeichnet**, dass nach einem ein- oder mehrmaligen Fluten des Sicherheitsbehälters (8) mit dem ersten Inertgas, dieses durch ein zweites Inertgas, insbesondere Stickstoff, ersetzt wird.
- 20 7. PVT-Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Sicherheitsbehälter (8) einen Gassensor (17) aufweist, der in der Lage ist, das reaktive Gas zu detektieren, und dass die Prozessgaszufuhr zur Prozesskammer (4) unterbrochen wird, wenn der Gassensor (17) das reaktive Gas
25 im Sicherheitsbehälter (8) detektiert.
- 30 8. Apparatur zum prozesssicheren Herstellen von Einkristallen nach dem PVT-Verfahren, die zur Aufnahme eines Quellmaterials (2) und eines Keims (3) eine hoch erhitzbare Wachstumszelle (1), eine Prozesskammer (4), in der sich die Wachstumszelle (1) befindet und die zu ihrer Befüllung mit einem Prozessgas einen Anschluss an eine Prozessgasquelle hat, und eine
35 Heizeinrichtung (6) zum Erhitzen der Wachstumszelle (1) aufweist, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Appa-

- 5 ratur einen eine Behälterwandung (9) aufweisenden
Sicherheitsbehälter (8) aufweist, in dem die
Prozesskammer (4) angeordnet ist, und dass der
Sicherheitsbehälter (8) einen Anschluss an eine
Schutzgasquelle (14, 15) hat, um vor Durchführung
des PVT-Verfahrens einen Zwischenraum (12) zwischen
der Behälterwandung (9) des Sicherheitsbehälters (8)
und der Prozesskammer (4) mit einer Schutzatmosphäre
fluten zu können.
- 10
9. Apparatur nach Anspruch 8, **dadurch gekennzeichnet**,
dass der Sicherheitsbehälter (8) so aufgebaut ist,
dass er Gasverluste nach außen zulässt, dass er ei-
nen Drucksensor (18) aufweist und dass der Druck-
15 sensor (18) mit einer Steuereinrichtung (19) signal-
verbunden ist, wobei die Steuereinrichtung (19) so
ausgelegt ist, dass auf Basis der Drucksensorsignale
ein Überdruck im Sicherheitsbehälter (8) eingestellt
wird.
- 20
10. Apparatur nach Anspruch 8 oder 9, **dadurch gekenn-
zeichnet**, dass bezogen auf die intendierte Aufstel-
lung der Apparatur ein Inertgasanschluss sich im un-
teren Bereich des Sicherheitsbehälters (8) und ein
25 verschließbarer Auslass sich in dessen oberen Be-
reich befinden.
11. Apparatur nach einem der Ansprüche 8 bis 10, **dadurch
gekennzeichnet**, dass der Sicherheitsbehälter zwei
30 Inertgasanschlüsse für zwei unterschiedliche Inert-
gase aufweist.
12. Apparatur nach einem der Ansprüche 8 bis 11, **dadurch
gekennzeichnet**, dass der Sicherheitsbehälter (8) ei-
35 nen Gassensor (17) aufweist, der auf ein reaktives
Gas anspricht.

13. Apparatur nach einem der Ansprüche 8 bis 12, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Wachstumszelle (1) mit einem Siliciumcarbid als Quellmaterial (2) bestückt
5 und die Prozesskammer (4) mit Wasserstoff als reaktives Gas geflutet ist.