

QUARZGLASTIEGEL FÜR DIE HALBLEITERINDUSTRIE

Kontaminationsfreie Sinterung einer Keramik mittels aufgeweitetem CO₂-Laserstrahl

Von Jens Günster, Sven Engler, Fritz Schwerdtfeger und Jürgen G. Heinrich

Stand der Technik

Bei der weltweit etablierten Herstellung von Siliziumeinkristallen nach dem Czochralski-Verfahren wird ein Siliziumeinkristall mit einer Länge von bis zu 1,5 m und einem Durchmesser von bis zu 300 mm über mehrere Tage aus einer Siliziumschmelze gezogen. Dabei dient ein Quarztiegel (Durchmesser 1 m, Höhe 800 mm, Wandstärke 20 mm) als Behälter für das hochreine geschmolzene Silizium (etwa 250 kg). Jegliche Metallverunreinigung durch den Tiegel (im ppb-Bereich) führt zu Kristallversetzungen und damit zu einem sofortigen Prozessabbruch. Deshalb kann der Quarztiegel aufgrund dieser extrem hohen Reinheitsanforderungen nur einmal verwendet werden und stellt somit den mit Abstand wichtigsten Hilfsstoff bezüglich Kosten und Qualitätsanforderungen dar.

Konventionelle Quarztiegel werden weltweit von allen Produzenten nach einer seit über 30 Jahren etablierten Technik hergestellt. Das SiO₂-Pulver wird zunächst in eine schnell rotierende Metallform gefüllt. Dabei bildet sich ein Pulverbett in Tiegelform von mehreren Zentimetern Schichtdicke. Mit einem Lichtbogen (Graphitelektrode) wird das SiO₂-Pulver unter ständiger Rotation zum Tiegel aufgeschmolzen (Bild 1).

Bei den neueren Zweischichttiegeln (außen natürlicher Quarz, innen synthetisches SiO₂-Pulver) werden diese Verfahrensschritte sogar zwei Mal hintereinander durchgeführt.

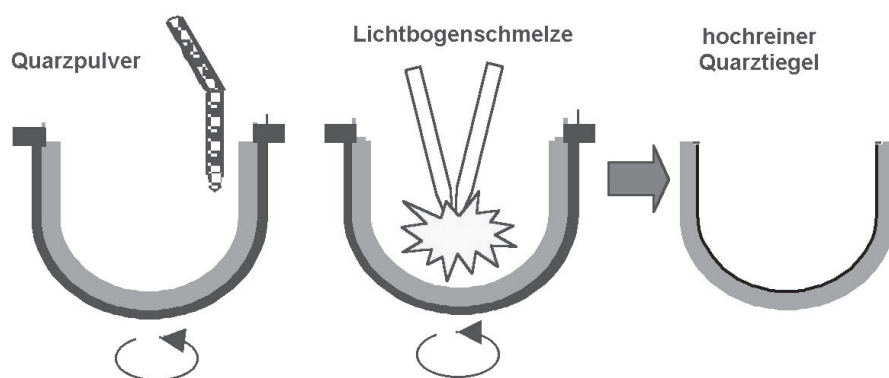


Bild 1: Prinzip der konventionellen Quarztiegelherstellung

Bei diesem teuren, langwierigen und energieintensiven Verfahren kann eine Metallkontamination durch die Metalle in der Graphitelektrode, die während des Prozesses vollständig verbrennt, nicht vermieden werden. Diese Metallverunreinigungen führen zu einer natürlichen Grenze bezüglich Reinheit. Um in den nächsten Jahren den Anforderungen bezüglich Reinheit gerecht zu werden, müssen daher völlig neue Wege der Tiegelherstellung beschritten werden.

Beschreibung der Innovation

Die Innovation betrifft ein Verfahren zur Sinterung von SiO₂-Grüntiegeln (d.h. nach der Formgebung, ungebrannt), bei dem die Energie zum Sintern mittels eines aufgeweiteten CO₂-Laserstrahls in den Formkörper eingekoppelt wird.

Vorteile dieses Verfahrens sind, dass im Gegensatz zum isothermen Sintern die endkonturtreue Geometrie des Grüntiegels erhalten wird und eine Verunreinigung im Sinterprozess verfahrensbedingt ausgeschlossen ist. Ferner wird durch den extremen Temperaturverlauf während der Sinterung des SiO₂-Grünkörpers mittels CO₂-Laser die Rekristallisation des Kieselglases zu Cristobalit unterdrückt.

Bei der konventionellen Ofenerwärmung von Kieselglasproben kann eine Kontamination der Probe durch Heizelemente und die heiße Ofenauskleidung nicht ausgeschlossen werden. Eine Lösung dieses Problems bietet das Strahlungssintern. Untersuchungen zum Absorptionsvermögen von SiO₂-Grünkörpern und gesintertem Kieselglas haben gezeigt, dass aufgrund der geringen Absorption unterhalb der Absorptionskante des Kieselglases bei 4,2 µm Wellenlänge nur weniger als 20% der Strahlungsenergie eines konventionellen thermischen Strahlers von dem Probenkörper absorbiert werden (CLASEN 1989).



Eine Alternative zu thermischen Strahlern bieten Laser, die mit einer Wellenlänge oberhalb der Absorptionskante bei 4,2 µm strahlen. CO₂-Laser strahlen mit 10,6 µm bei einer Wellenlänge, die zu annähernd 100% vom Kieselglas absorbiert wird. Mit einem energetischen Wirkungsgrad von 10% ist der CO₂-Laser daher bei der Strahlungserwärmung von Kieselglas vergleichbar effizient wie ein konventioneller thermischer Strahler, bietet ►

jedoch durch die ausgeprägte Parallelität seiner Strahlung die Möglichkeit, den Abstand zwischen Strahlquelle und Probe fast beliebig zu wählen. Dadurch kann ein Reinheitsgrad bezüglich Metallkontaminationen erreicht werden, der durch konventionelle Ofensinterung bzw. Schmelzen im Lichtbogen nicht möglich ist.

Die mittels Laser erzielbaren hohen lokalen Energiedichten ermöglichen zusätzlich eine gradierte Sinterung von SiO_2 -Grünkörpern, ohne deren endkonturnahe Geometrie zu verändern (**Bild 2**).

Lösungsweg

SiO_2 -Grüntiegel, gefertigt aus einem hochreinen kolloidalen SiO_2 -Gel, werden mittels eines Sechssachsenroboters im Strahlengang eines CO_2 -Lasers verfahren (**Bild 3**).

Dazu werden die Grüntiegel in einer eigens dafür entwickelten Halterung auf der sechsten Achse des Roboters befestigt.

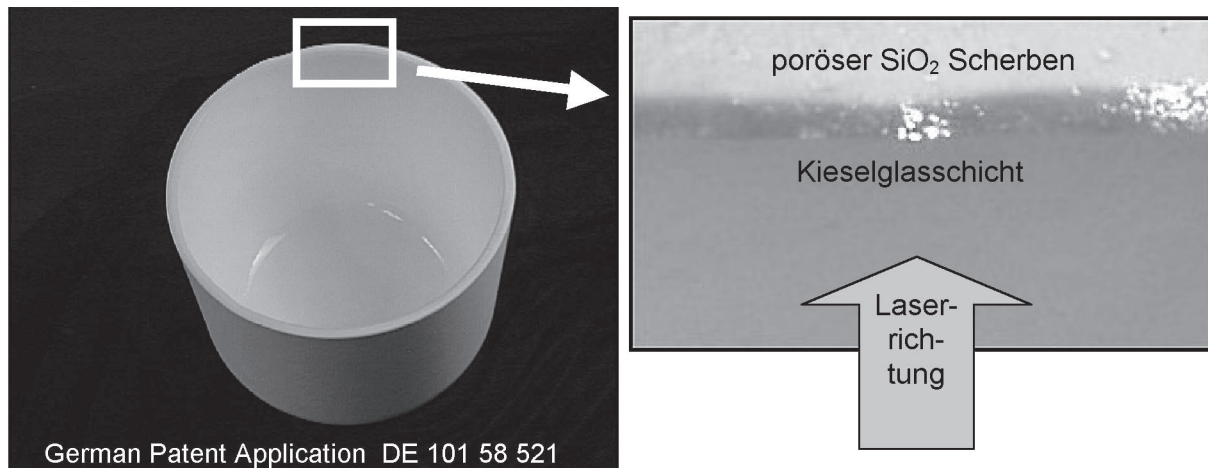


Bild 2: Endkonturtreu innenseitig verglaster SiO_2 -Tiegel mit gradierter Schichtstruktur

Hierbei sind zwei Effekte von besonderer Bedeutung:

1. Glasig erstarrte Materialien verlieren ab einer bestimmten Übergangstemperatur ihre Festigkeit und beginnen sich plastisch zu verformen. Da die Wacker-Chemie GmbH jedoch Quarztiegel in Größen von bis zu einem Meter Durchmesser, 800 mm Höhe und Wandstärken von nur 20 mm herstellen will, wurde eine Ofensinterung von vornherein ausgeschlossen und die Sinterung mittels aufgeweiteten CO_2 -Laserstrahls vorangetrieben.

2. Durch die lokale Erwärmung mittels Laser wird eine Sinterung des Grüntiegels derart erreicht, dass sich die hoch erwärmte glasige Schicht auf der dem Laser zugewandten Innenseite des Tiegels an die nicht verglasende Außenseite des Tiegels legt. Ein derart gesinterter Tiegel weist neben einer reduzierten Wandstärke nach dem Sinterprozess keinen Sinterschrumpf im klassischen Sinne, d.h. keine Veränderung seiner äußeren Kontur, auf. Diese Eigenschaft des Lasersinterverfahrens ermöglicht die endkonturnahe Fertigung einer Keramik bereits im Grünkörperstadium und ist damit über das beschriebene Projekt hinaus von großer Bedeutung. ▶

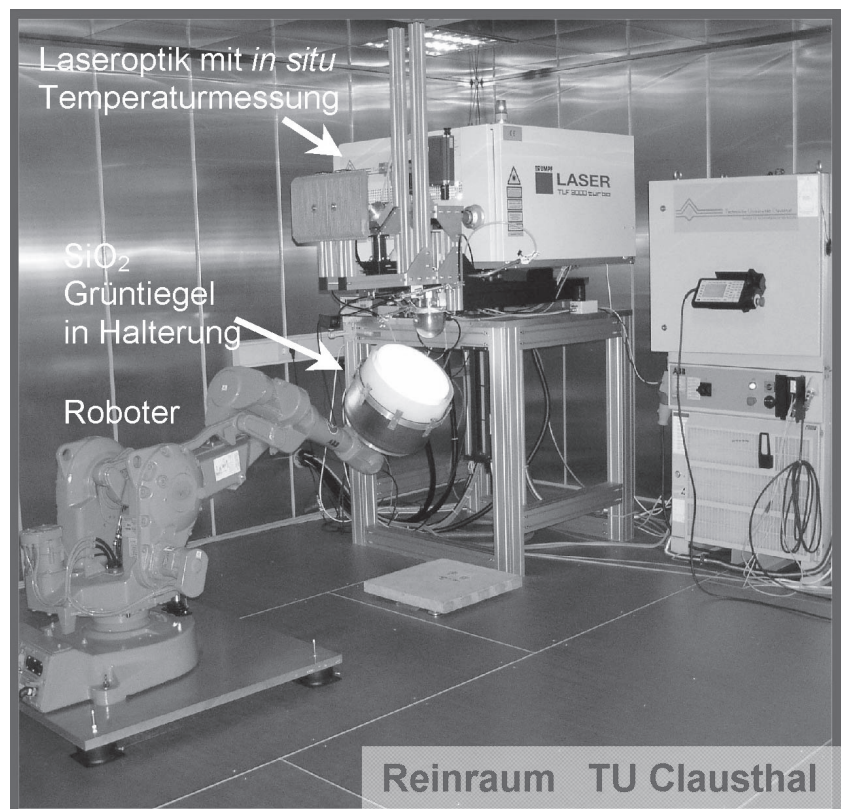


Bild 3: Aufbau der Anlage zum Lasersintern im Reinraum der TU Clausthal

Der Laser ist mit einem starren Strahlführungssystem ausgestattet; alle Freiheitsgrade der Bewegung werden vom Roboter bereitgestellt. Mittels einer Teleskopoptik wird der Primärstrahl derart aufgeweitet, dass bei gegebener Laserleistung (3 kW an der TU Clausthal bzw. 12 kW bei Wacker-Chemie GmbH) ein Brennfleck mit maximaler Größe auf die gewünschte Sinter-temperatur erwärmt werden kann. Abhängig von der Laserleistung liegt der Brennfleckdurchmesser zwischen 30 und 100 mm. Da der Laserbrennfleck selbst nach der Aufweitung deutlich kleiner ist als die zu sinternde Tiegelin-

gem Weg abgefahren. Rotationsgeschwindigkeit und Vorschubgeschwindigkeit des Tiegels auf einer Achse vom Tiegelrand zur Mitte hin werden hierbei so beschleunigt, dass die überstrichene Fläche pro Zeit konstant ist. Diese Anpassung erfolgt über mathematische Funktionen, die als Argument u. a. den Abstand zur Tiegelmitte berücksichtigen.

Ein in die Laseroptik integriertes Pyrometer misst und steuert während des gesamten Sinterprozesses die Temperatur im Laserbrennfleck. In **Bild 4** ist der Aufbau der verwendeten Laseroptik schematisch dargestellt.

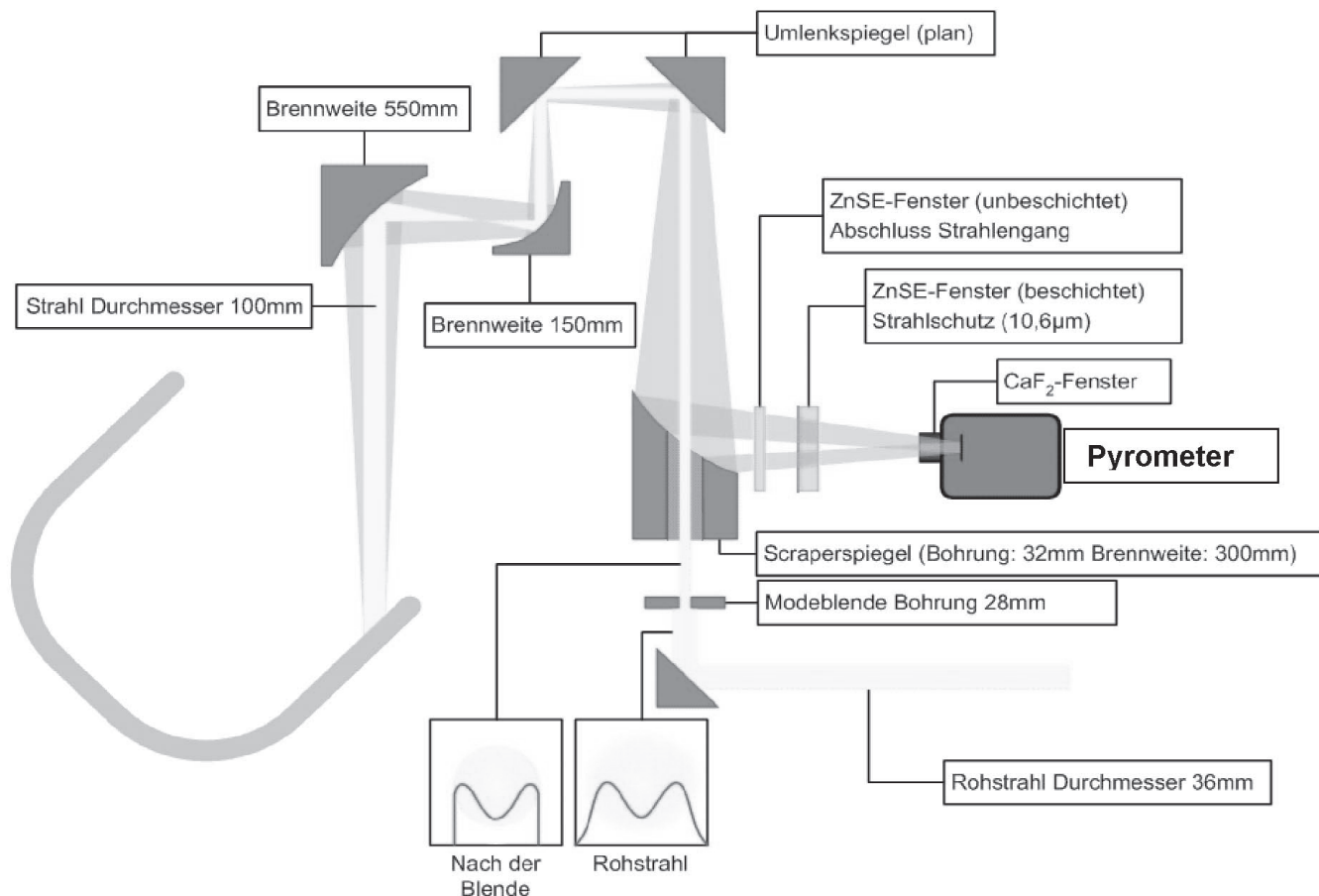


Bild 4: Schematische Darstellung der Laseroptik mit integrierter Brennflecktemperaturmessung

nenfläche, ist ein Abrastern d.h. ein kontinuierliches, flächendeckendes Verfahren der Probe unter dem Laserbrennfleck in Kombination mit einer Temperatursteuerung im Laserbrennfleck nötig, um eine gleichmäßig dicke, flächendeckende und rissfreie Innenverglasung des Tiegels zu erreichen.

Der Roboter wird über ein auf die Tiegelgeometrie angepasstes Programm gesteuert. Aufgrund der rotationssymmetrischen Form des Tiegels kann die Verfahrensbewegung auf eine Ebene plus zwei Rotationsachsen eingeschränkt werden.

Durch die Geometrie des Tiegels bedingt, trifft die Laserstrahlung während der Tiegelbearbeitung nicht unter einem konstanten Winkel auf die Körperoberfläche. Die Variation des Einfallswinkels als Prozessgröße wird durch die Prozessgrößen Laserleistung, Verfahrensweg, Verfahrensgeschwindigkeit und Brennfleckgröße während der Laserbearbeitung so kompensiert, dass eine gleichmäßige Verglasung der Tiegelinseite erreicht wird.

Da sich gezeigt hat, dass durch eine ringförmige Verglasung am Rand des Tiegels der Grünkörper stabilisiert werden kann, wird bei rotierendem Tiegel zunächst der Tiegelrand vom Laser in einem Winkelbereich von ca. 375° innenseitig überstrichen. Dann wird der Rest der Innenfläche auf spiralarti-

Die Strahlengänge von Laser und rückemittierter thermischer Strahlung sind praktisch identisch, bis auf die Tatsache, dass der Laser beim Eintritt in die Laseroptik durch einen Scraper-Spiegel traversiert, wobei die von der entgegengesetzten Richtung kommende thermische Strahlung von diesem Spiegel in das Pyrometer umgelenkt wird. Die Optik ist somit derart ausgelegt, dass der Brennfleck des aufgeweiteten Laserprimärstrahls auf dem Tiegel zugleich in das Pyrometer abgebildet wird. Dies ermöglicht eine *In-situ*-Temperaturmessung und eine gezielte Steuerung des Sinterprozesses. Ein weiterer Vorteil des dargestellten Aufbaus ist dessen Eignung für hohe Laserausgangsleistungen.

Versuche haben gezeigt, dass vergleichbare Aufbauten mit optischen Filtern (BABER ET AL. 1999) für hohe Ausgangsleistungen nicht geeignet sind.

Im gleichen Prozessschritt wird neben der Verglasung der Tiegelinseite ein Ansintern des äußeren Bereichs des Grünkörpers durch Wärmeleitung von der heißen Innenseite durch den Scherben erreicht. Nach der Laserbearbeitung ist der SiO₂-Tiegel unter Beibehaltung seiner endkonturnahen ▶

Geometrie (mit reduzierter Wandstärke) in einer Dicke von ca. 4 mm von innen flächendeckend und rissfrei versintert, der äußere Bereich des Scherbens angesintert.

Um bei verfahrensbedingt unterschiedlichen Auftreffwinkeln der Laserstrahlung auf den SiO_2 -Tiegel eine optimale Ankopplung der Laserstrahlung an das bestrahlte Substrat zu gewährleisten, wurde die Orientierung des Substrats derart gewählt, dass die Polarisationsrichtung der linearpolarisierten Laserstrahlung senkrecht zur Einfallsebene (Ebene aufgespannt durch die Oberflächennormalen der bestrahlten Fläche und den einfallenden Laserstrahl) orientiert ist.

Bild 5 zeigt die am Substrat reflektierte Intensität (normiert) als Funktion des Einfallswinkels (Winkel relativ zur Flächennormalen) für senkrecht (R_s) und parallel (R_p) zur Einfallsebene polarisierte Laserstrahlung.

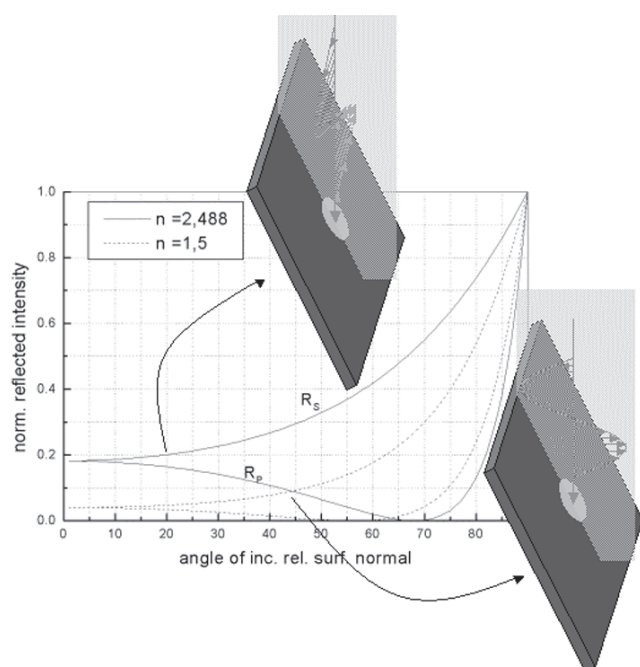


Bild 5: Reflektierte Intensität (theoretisch) als Funktion des Einfallswinkels

Die Brechzahlen $n = 1,5$ und $n = 2,4$ entsprechen den wellenlängenabhängigen Brechzahlen von SiO_2 -Glas für sichtbares Licht bzw. CO_2 -Laserstrahlung. Klar zu erkennen ist für R_p ein Minimum, d. h. eine optimale Ankopplung der Laserstrahlung in einem Winkelbereich von 60° bis 75° . R_s zeigt hingegen einen monotonen Anstieg, der in dem für den Lasersinterprozess von Tiegeln relevanten Winkelbereich um 55° bereits über 35 % liegt. Durch eine optimale Anpassung von Polarisationsrichtung und Einfallswinkel konnte, unter Berücksichtigung des in Bild 5 dargestellten Sachverhalts, nicht nur eine höhere Ausbeute der Laserenergie sichergestellt werden, sondern auch eine Beschädigung des Tiegels durch reflektierte Strahlung, welche an der konvexen Tiegellinnenseite fokussiert wird, vermieden werden.

Technischer Fortschritt gegenüber dem Stand der Technik

Konventionelle Quarztiegel, die derzeit noch weltweit mit Hilfe eines Lichtbogenschmelzverfahrens hergestellt werden, genügen zukünftig nicht mehr den stetig steigenden Anforderungen bezüglich der Qualität und dem hohen Kostendruck in der Halbleiterindustrie. Daher müssen neue Wege bei

der Herstellung der Quarztiegel beschritten werden.

Ein keramischer Herstellungsprozess ist dabei prinzipiell die einzige Alternative, um das Lichtbogenschmelzverfahren zu ersetzen.

Jedoch macht die Notwendigkeit einer Sinterung und der damit verbundene Sinterschrumpf (in der Regel bis zu 30 Vol-%) die Herstellung sehr großer keramischer Werkstücke wie Quarztiegel (Durchmesser 1 m, Höhe 800 mm, Wandstärke 20 mm) äußerst schwierig.

Zusätzlich besitzt hochreines SiO_2 noch die Eigenschaft, bei der notwendigen Sinter Temperatur extrem niedrigviskos zu sein, was unweigerlich zu einer starken plastischen Verformung führt und eine endkonturnahe Sinterung unmöglich macht.

Doch selbst wenn diese technischen Probleme gelöst werden könnten, wäre eine Sinterung mit den derzeit bekannten Methoden und verfügbaren Geräten sowohl kosten-, zeit- und energieintensiv als auch unweigerlich mit einer hohen Metallkontamination verbunden. Es würde sich also kein entscheidender Vorteil gegenüber dem Lichtbogenschmelzverfahren ergeben.

Daher bedurfte es vorrangig der Entwicklung einer völlig neuen berührungs- und kontaminationsfreien Sintermethode, die es erlaubt, sehr große und filigrane Grüntiegel endkonturgetreu zu versintern.

Mit Hilfe eines aufgeweiteten CO_2 -Laserstrahls lässt sich, wie oben ausführlich beschrieben, die notwendige Energie zur Sinterung auf die Grünkörperoberfläche sowohl berührungs- als auch kontaminationsfrei übertragen. Der immer auftretende Sinterschrumpf führt bei der einseitig gerichteten Erwärmung der Grüntiegel nur zu einer Änderung bezüglich der Wandstärke, nicht jedoch zu einer Veränderung der äußeren Kontur.

Damit konnte erstmals eine endkonturgetreue Sinterung verwirklicht werden. Ein entsprechend angepasstes Handlingsystem in Kombination mit einer völlig neuartigen Brennflecktemperaturmessung führt letztlich zu einem produktionsstauglichen Verfahren unter Reinraumbedingungen.

Bild 6 zeigt die derzeit bei der Wacker-Chemie GmbH betriebene Pilotlinie einer aufgeweiteten CO_2 -Laserstrahlsinterapparatur (12KW) aus dem Hause Trumpf-Lasertechnik GmbH.



Bild 6: Pilotlinie einer aufgeweiteten CO_2 -Laserstrahlsinterapparatur im Reinraum

Nutzen in praktischer Anwendung

Die Halbleiterindustrie ist in den vergangenen 40 Jahren mit einer durchschnittlichen Wachstumsrate von über 15% jährlich weltweit eine der größten Wachstumsbranchen, und ein Ende dieses Trends ist derzeit noch nicht abzusehen (**Bild 7**). ▶

Diese enormen Wachstumsraten führen zu einem stetig steigenden Bedarf an Siliziumwafern (Bild 8) und wurden darüber hinaus gerade in den letzten Jahren von einer stetigen Qualitätsverbesserung und einer deutlichen Vergrößerung der Siliziumwafer begleitet.

Als Konsequenz daraus steigt in der Wacker-Chemie GmbH als weltweit drittgrößter Waferproduzent der Bedarf an kostengünstigen und qualitativ hochwertigen Quarztiegeln von Jahr zu Jahr weiter an (Bild 9).

Das hier beschriebene innovative Verfahren zur kontaminationsfreien Sinterung von Quarztiegeln mittels aufgeweitetem CO₂-Laserstrahl ermöglicht der Wacker-Chemie GmbH den Aufbau einer eigenen Tiegelproduktion mit einer völlig neuen und zukunftsweisenden Technologie.

Was derzeit in einer Pilotlinie mit einer Produktionskapazität von bis zu 2000 Tiegeln pro Jahr zur Produktionsreife getrimmt wird, soll schon in wenigen Jahren zu einer Produktion führen, die den Bedarf nicht nur der Wacker-Chemie GmbH über das Jahr 2010 hinaus abdeckt.

Damit wird das neuartige Sinterverfahren für Keramiken bereits nach nur wenigen Entwicklungsjahren großtechnisch eingesetzt.

Aber gerade die endkonturtrue gradierte Sinterung sehr großer Keramiken, die dieses Verfahren ermöglicht, eröffnet eine breite Palette von zukünftigen industriellen Anwendungen weit über die Produktion von Quarztiegeln hinaus.

PD Dr. rer.nat. habil. Jens Günster
Dipl.-Ing. Sven Engler
Dr. rer. nat. Fritz Schwerdtfeger
(Wacker-Chemie)
Prof. Dr.-Ing. Jürgen G. Heinrich
Institut für Nichtmetallische Werkstoffe
Zehntnerstraße 2 A
38678 Clausthal-Zellerfeld
Telefon: 05323/72-2612 (Günster)
05323/72-3711 (Engler)
05323/72-2354 (Heinrich)
Fax: 05323/72-3119

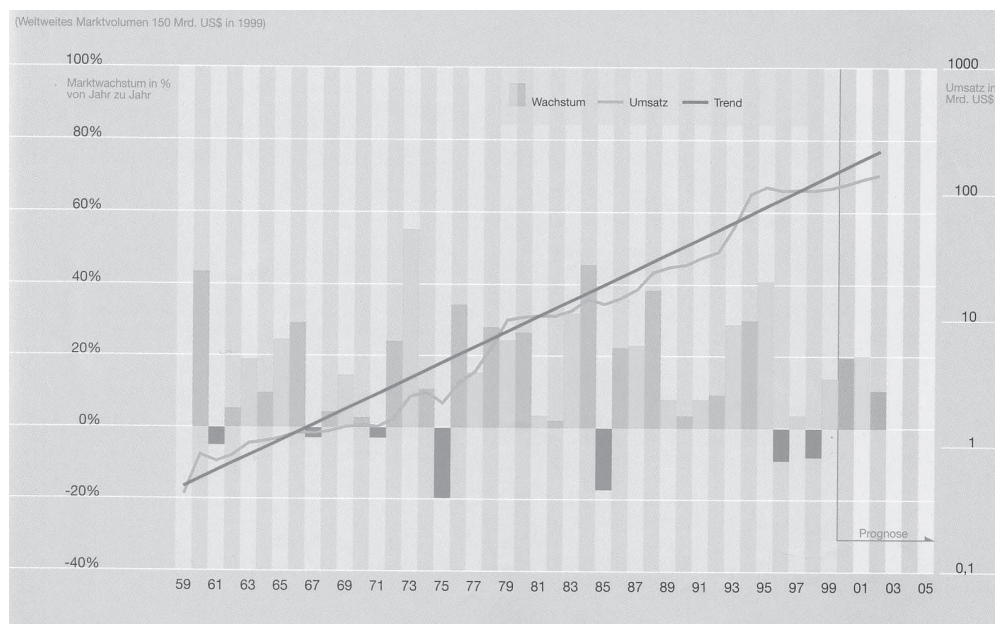


Bild 7: Weltweiter Halbleiterbauelementemarkt

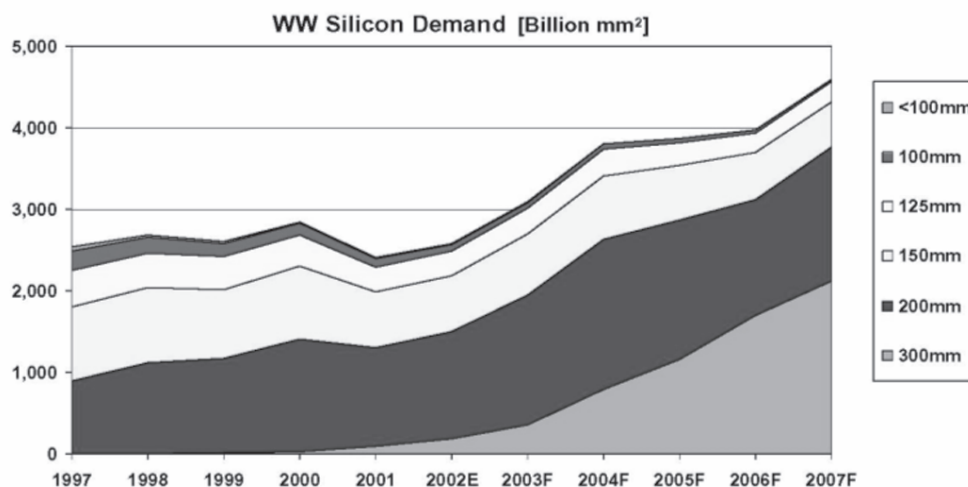


Bild 8: Weltweiter Bedarf an unterschiedlichen Siliziumwafergrößen

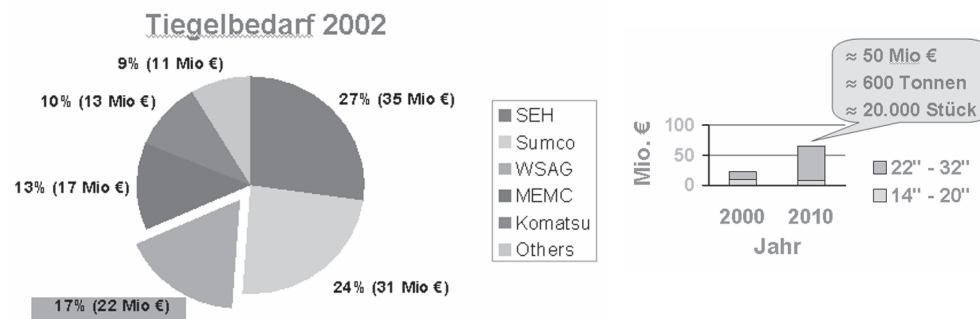


Bild 9: Tiegelbedarf der Wacker-Chemie GmbH heute und im Jahre 2010