

**INHALT**

Mitteilungen der DGKK .....	4
Kristallzüchtung in Deutschland .....	13

Tagungsberichte .....	23
Übersichtsartikel .....	28
Tagungskalender .....	39
Personalien .....	40



## **GERO Hochtemperaturöfen GmbH** *High Tec for Thermal Treatment*

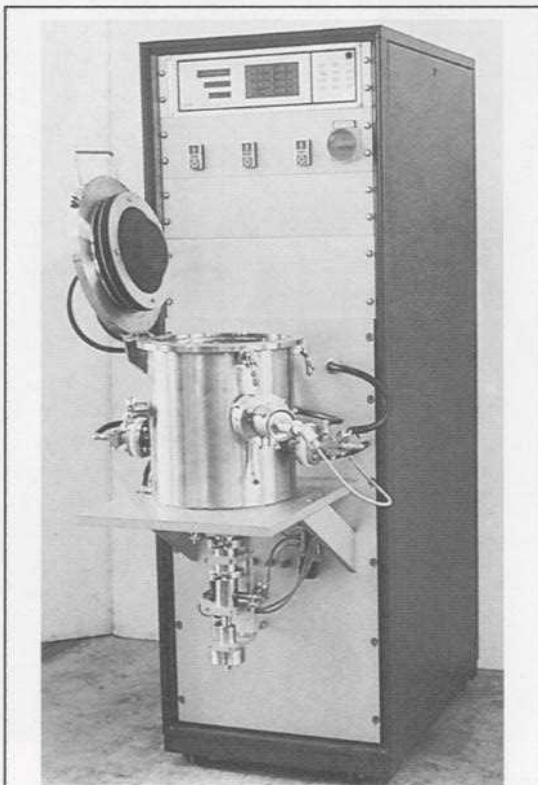
MONBACHSTRASSE 7  
D-75242 Neuhausen  
Tel 07234/9522-0 Fax 07234/5379

### Unser Lieferprogramm:

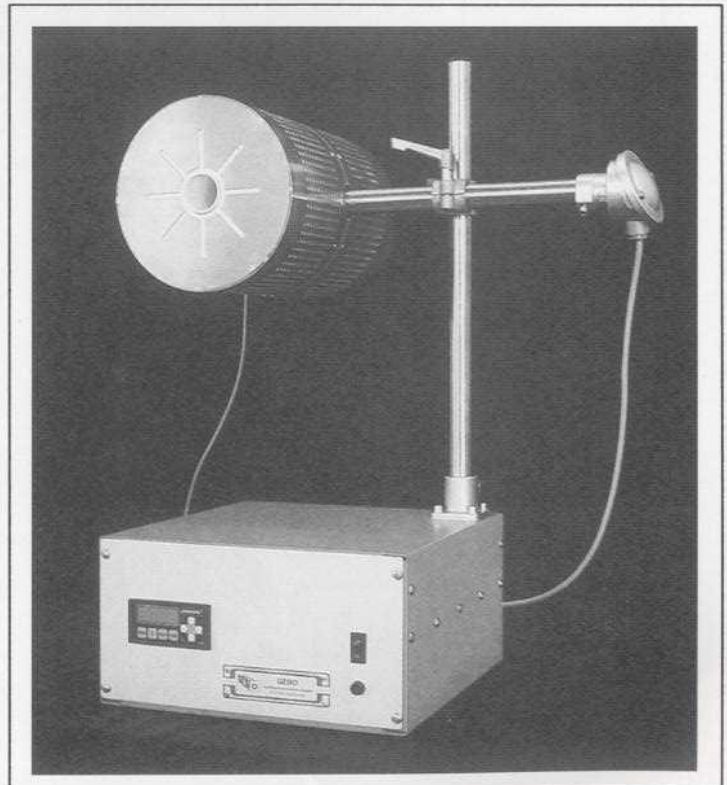
Rohröfen bis 1 800°C  
Mehrzonrohröfen bis 1 800°C  
Zehnzonenöfen bis 1 500°C  
Kammeröfen bis 1 800°C an Luft  
Tiegelöfen bis 1 800°C  
Kalibrieröfen für TC und Pyrometer  
Zonenschmelzanlagen  
Haubenöfen  
Herdwagen- u. Durchlauföfen

Vakuumöfen aller Art  
Schutzgasöfen bis 3 000°C  
Kristallziehenanlagen und Zubehör  
Wärmerohre ( heat pipes )  
Wassergekühlte Edelstahlflansche  
Mikrowellentrockner  
Mikrowellensinteranlagen  
Schwebeschmelztiegel  
Sonderöfen - u. Anlagenbau

**In der Entwicklung immer etwas weiter als die modernste Technik**



Hochtemperatur-Laborofen bis 2 200 °C



Laborrohröfen Ro 40-250 bis 1 100 °C für  
Horizontal- und Vertikalbetrieb

## Editorial

Liebe Leser,

die Neuauflage der Jahrestagung gemeinsam mit den italienischen Kollegen war ein voller Erfolg: rund 15% der Teilnehmer kamen aus Italien, sie waren an den Vorträgen (25%) und Postern (30%) überproportional beteiligt. Dabei wurden auch Stoffklassen, die in Deutschland normalerweise nicht im Mittelpunkt stehen, diskutiert und bereicherten so die Gesamtschau. Eine gelungene Veranstaltung, die eine Neuauflage verdient.

Relativ hoch war in Freiburg der Anteil an Kollegen aus der Industrie (15%), der in Den Haag mit unter 10% der deutschen Teilnehmern seinen Tiefpunkt hatte.

Hervorzuheben ist, daß Sie in diesem Heft eine Zusammenfassung **aller Vorträge** der Jahrestagung finden, das ist einmalig, herzlichen Dank und Glückwunsch an die Kolleginnen und Kollegen in Frankfurt.

Herr Müller präsentiert in seinem Reisebericht eine Übersicht der „Kristallzuchtlandschaft“ China; weiter finden Sie einen Artikel zum Einsatz des Rasterkraftmikroskopes von Herrn Kipp, gewidmet Herrn Lacmann zum 70. Geburtstag, sowie im Abschnitt „Kristallzucht in Deutschland“ einen Überblick über „optische Heizung beim Zonenziehen“ von Herrn Cröll.

Hans Jürgen Fenzl

## Internet

Bitte nicht vergessen!

Coupon (Umschlagseite hinten) zur Veröffentlichung der persönlichen Daten im Internet kurzfristig ausfüllen und faxen.

## Titelbild

Salol (in situ Fotografie)

Kooperative Wachstumsspiralen auf einer aus unterkühlter Schmelze wachenden [111]-Fläche in reflektierendem Licht. Der maximale Stufenabstand beträgt 70 µm.

Aus: G. Neuroth Thesis. Mineralogisch-Petrologisches Institut, Abt. Kristallzucht, Bonn.

## Notizen des Vorsitzenden

Freiburg war eine Reise wert!

Es stimmte (fast) alles bei dieser Jahrestagung der DGKK. Eine perfekte, aber zurückhaltende Organisation, die die Dreier-Kombination von VDI, DGKK und der italienischen Kristallzüchtergemeinschaft zu einem harmonischen Gemeinsamen fügte.

Ein Weinabend im berühmt-berüchtigten Glottertal und das für uns Nordländer fast italienisch anmutende Freiburg taten ein übriges.

Herzlichen Dank an die Freiburger Kollegen: Benz, Danilewsky, Diehl, Waicher und die anderen, nicht genannten, insbesondere aber auch an unseren italienischen Kollegen Paorici, der den anderen Part der Organisation übernommen hatte.

Interessant waren für die, die am Beginn der Woche die Vorträge der VDI-Gesellschaft Verfahrenstechnik und Chemieingenieurwesen „Kristallisation“ besucht haben - und es war erfreulicherweise doch eine größere Zahl von DGKK-Mitgliedern - daß hier doch mehr Gemeinsamkeiten bestehen, als man zuerst erwartete, liest man nur die Überschriften, der meist der Massenkristallisation zugeordneten Vorträge. Denkt man an die Arbeiten zum polykristallinen Silicium, die schon heute auch in unseren Aufgabenbereich fallen, sieht man hier deutlich zukünftige Verknüpfungen und Arbeitsfelder beider Organisationen. Die vorhandene formale Trennung sollte vielleicht mittelfristig überwunden werden. Nun geht Karlsruhe in die Startlöcher.

Auf Wiedersehen 1998!

Diese Jahrestagung brachte Neuwahlen des Vorstandes unserer Organisation. Glückwunsch an die neu gewählten Kollegen, aber noch ist Zeit, um für meine „Regierungszeit“ einige zusammenfassende Notizen zu Papier zu bringen.

Hier noch mein Appell, unsere mit so viel Anstrengung und Engagement zum laufen gebrachte Einbringung der DGKK in das Internet zu unterstützen und der persönlichen Eintragung zuzustimmen. Kollegen, die seit einiger Zeit mit dem Werkzeug Internet arbeiten, haben die Vorteile schätzen gelernt. Aber das ist ja hinlänglich bekannt und ohne diese Art der Kommunikation kann ich mir die fachliche Arbeit schon nicht mehr vorstellen.

Ja, und natürlich sollten wir an die Internationale Kristallzüchtertagung in Israel 1998 denken und bei unserer Vorbereitung an den Beschluß auf der Freiburger Tagung erinnern, daß wir den Vorschlag einbringen wollen, die internationale Kristallzüchtergemeinschaft 2004 nach Berlin einzuladen. Berlin wird dann schon deutlich in das Zentrum Europas gerückt sein, so der Umzug der Regierung stattgefunden hat, und ohne Zweifel könnte die Tagung unserer Aufgabe sehr förderlich sein.

Ihr  
Winfried Schröder

## 2. Mitteilungen der DGKK

### Protokoll der DGKK-Jahreshauptversammlung 1997

Ort: Zoologiehörsaal der Universität  
Albertstraße 21  
79104 Freiburg

Zeit: Mittwoch, den 5. März 1997 18:10 - 21:05 Uhr

Protokoll: H. Walcher

Teilnehmer:

Mitglieder:

Barz, A.; Behr, G.; Bente, K.; Benz, K.W.; Bergmann, R.; Bilgram, J.; Boeck, T.; Burianek, M.; Cröll, A.; Danilewsky, A.; Dieter, R.; Dohnke, J.; Dold, P.; Dupre, K.; Fenzl, H.; Fiederle, M.; Fischer-Suffin, C.; Föllner, H.; Gille, P.; Gross, C.; Gusset, E.; Hangleiter, T.; Härtwig, J.; Heime, K.; Hornung, M.; Jurisch, M.; Klapper, H.; Kleeßen, H.; Kloc, Ch.; Klöß, G.; Lauck, R.; Lommel, B.; Lutz, F.; Mühlberg, M.; Müller, G.; Müller, M.; Müller-Vogt, G.; Nabot, R.; Neubert, M.; Neumann, W.; Neuroth, G.; Pajaczkowska, A.; Paus, H.; Probst, U.; Ritter, F.; Rudolph, P.; Rupp, E.; Schmitz, J.; Schönherr, E.; Schönholz, R.; Schröder, W.; Schweizer, M.; Seidl, A.; Sickinger, P.; Siegert, H.; Tolksdorf, W.; Tomm, Y.; Utke, I.; Walcher, H.; Wallrafen, F.; Woensdregt, C.; Wolf, Th.; Zaczek, C.; Zulehner, W.;

Anzahl der Mitglieder: 64.

Gäste:

Bernd, T.; Seifert, M.; Penzel, S.; Grant, I.; Friedrich, J.; Söllner, J.; Krabbes, G.; Kunz, T.;

#### 1. Begrüßung und Feststellung der Beschlußfähigkeit

Herr Schröder begrüßt die Teilnehmer der Versammlung und stellt fest, daß mit 64 anwesenden Mitgliedern die Beschlußfähigkeit der Jahreshauptversammlung gegeben ist.

#### 2. Bericht des Vorsitzenden

Die Deutsche Kristallzüchtung und die DGKK haben sich in den vergangenen Jahren als außerordentlich beständig und lebensfähig erwiesen. Die Entwicklung der Mitgliederzahl der DGKK zeigt außerdem, daß die Existenz der DGKK notwendig ist. Erfreulich ist dabei, daß eine jährlich nahezu konstante Zahl von Neueintritten zu verzeichnen ist.

Die Arbeitskreise sind teilweise sehr lebhaft und leisten sehr gute Arbeit, wobei sich die Arbeitsgebiete aus aktuellem Anlaß im Laufe der Zeit verändern können und müssen.

Die DGKK-Tagungen sind sehr gut besucht, vor allem auch von Nichtmitgliedern, ebenso die internationalen Kristallzüchter-Tagungen, bei denen die zahlreichen deutschen Beiträge viel Anerkennung gefunden haben.

Bei der letzten Mitgliederversammlung hat das IKZ den Auftrag angenommen, eine Home Page im Internet auf dem Server des IKZ zu installieren. Dieses ist geschehen und es muß noch darüber diskutiert werden, ob ein eigener Server der DGKK installiert werden soll, was ca. 3000,- DM pro Jahr kosten wird. Das IKZ bietet aber auch an, diese Dienste weiterhin zu führen. Es ist aber auf jeden Fall notwendig, daß jemand gefunden wird, der den Server ständig aktualisiert und wartet. Das kann eine Institution, eine Person oder ein Arbeitskreis sein.

Im vergangenen Jahr wurde einer langjährigen Tradition folgend am IKZ eine Schule für Kristallzüchtung durchgeführt, die in einem Rhythmus von 3 Jahren wiederholt werden soll. Es kamen ca. 130 Teilnehmer aus 11 Ländern. Auch wenn es als eine deutsche Schule geplant war, sind internationale Teilnehmer herzlich willkommen und die Themenauswahl wird bei den kommenden Schulen mit wechselnden Schwerpunkten und Lehrern durchgeführt.

Mit Japan wurde ein Kooperationsvertrag mit dem Ziel geschlossen, gegenseitige Besuche der nationalen Kristallzüchter

Veranstaltungen zu gleichen Bedingungen zu ermöglichen. Bei einer ersten Rundreise durch Japan wurden vor allem auch durch die Hilfe von Herr Nishinaga viele Türen geöffnet. Durch die Öffnung Japans nicht nur für Besucher sondern auch für wissenschaftliche Zusammenarbeit sollen diese Kontakte in diesem Jahr erweitert werden. An dieser Stelle sei Herrn K. W. Benz, der einen großen Teil sehr wichtiger Vorarbeit geleistet hat, gedankt.

Wie schon im vergangenen Jahr berichtet wurde, wird beim Wissenschaftsrat in Köln ein Rat für die Werkstoffwissenschaften gegründet. Da die Kristallzüchtung den Werkstoffwissenschaften zugeordnet ist, sollten wir unsere Interessen dort geltend machen, da dort möglicherweise über Sonderforschungsbereiche und über erhebliche Geldmengen entschieden wird.

Das IKZ wurde in diesem Jahr durch den Wissenschaftsrat evaluiert.

Das Ergebnis ist voraussichtlich positiv und an dieser Stelle sei Dank denen ausgesprochen, die erhebliche Zuarbeit geleistet und dadurch zu dem positiven Urteil beigetragen haben. Im Juli wird der endgültige Beschluß gefällt und veröffentlicht.

Die deutsche Kristallzüchtung stellt sich nicht nur im wissenschaftlichen Bereich stabil dar, sondern auch in der deutschen Industrie. So ist z.B. Wacker leistungsfähig wie noch nie, FCM in Freiberg hat inzwischen auf dem GaAs Sektor wieder 20 % internationalen Marktanteil mit hervorragenden Qualitäten erreicht. Bei FCM hat inzwischen ein Besitzwechsel von der Treuhänder in private Hände nach Israel zur Federmann-Gruppe mit Beteiligung zweier deutschen Unternehmen stattgefunden. Die DGKK leistet auch hier Zuarbeit in Form des Arbeitskreises III-V-Bulkmaterial. In der Nachfolge des VEB-Spurenmetalle in Freiberg haben sich zwei weitere Firmen engagiert. Die Firma Bayer hat ihre Solaraktivitäten nach Freiberg verlegt, Wacker hat die FEW übernommen und als Werk Freiberg in die Siltronic AG integriert. Somit hat sich im mitteldeutschen Raum ein neuer, kleinerer Schwerpunkt der Kristallzüchtung gebildet. Im Berliner Raum haben sich kleinere Firmen wie die KrisTek und Kristalltech etabliert, in Jülich die Firma Matek.

In Cottbus wird eine Abteilung für Werkstoffwissenschaften aufgebaut, die auch einige Aktivitäten auf dem Gebiet der Kristallzüchtung haben wird.

Zu EUROCRYST: Anfang des Jahres war eine Gruppe aus einem Technologiezentrum in Seibersdorf bei Wien im IKZ, um eine Studie zu erarbeiten, wie effektiv der Aufbau einer Institution wie EUROCRYST in Wien wäre. Diese Gruppe scheint doch sehr davon beeindruckt gewesen zu sein, was alles notwendig ist, um eine derartige Institution aufzubauen. Die FHG Management Gruppe in München soll eine Studie über die Möglichkeiten erarbeiten, EUROCRYST in Tirol anzusiedeln. Eine wichtige Frage ist, welche Synergieeffekte mit der in der Region angesiedelten Industrie zu erwarten sind.

Im Zusammenhang mit dem geplanten Aufbau von EUROCRYST herrscht im Vorstand der DGKK die Meinung vor, daß wichtiger wäre, vorhandene Institute besser in Netzwerken einzubinden und auszubauen, größere Konzentrationen zu vermeiden und bei der Neugründung von Institutionen darauf zu achten, daß die Arbeitsfelder entsprechend abgesprochen werden.

Zu Schluß nochmals ganz herzlichen Dank dafür, daß ich zweimal zum Vorsitzenden der DGKK gewählt wurde. Die Arbeit in und für die DGKK war sehr förderlich für das IKZ und hat seine Position auch in der Berliner Forschungslandschaft gestärkt.

#### 3. Bericht des Schriftführers

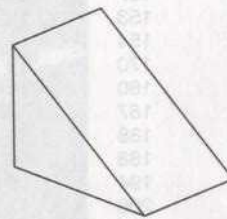
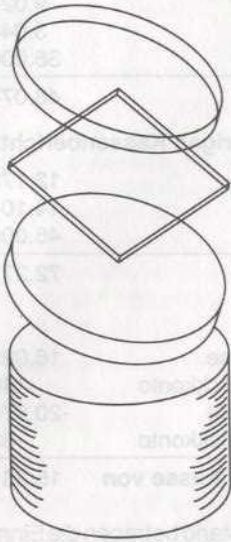
Herr Walcher berichtet über die Entwicklung der Mitgliederzahlen seit März 1996.

# Für Forschung und Produktion EINKRISTALLE

aus

METALL - LEGIERUNGEN - HALBLEITER  
VERBINDUNGEN - OXIDE - HALOGENIDE  
FENSTER - LINSEN - PRISMEN  
SUBSTRATE - WAFER - STÄBE

Random - orientiert - präpariert



Präzisionskugeln  
Halbzeug (blanks)  
Rohkristalle (boules)

Sputtertargets  
Seltene Erden

## KRISTALLHANDEL KELPIN



69181 Leimen • Telefon 0 62 24/7 25 58 • Telefax 0 62 24/7 71 89

Netscape - [Crystal]

Datei Bearbeiten Anzeigen Gehe Lesezeichen Optionen Verzeichnis Fenster  
Hilfe



Gehe zu:

# CRYSTAL

- Über uns
- Substrate und Wafer
- Kernstrahlungsdetektoren
- Optische Komponenten
- Lasersysteme
- Neuigkeiten
- E-mail Service

Wenn Sie mehr wissen möchten:  
<http://www.crystal-gmbh.com>

Tel.: 030/5388 17 0

Fax: 030/535 0436

Dokument: Übermittelt

Die Zahl der Mitglieder hat sich im vergangenen Jahr um 61 verringert und beträgt nun 427. Dabei haben 86 Mitglieder ihren Austritt erklärt oder wurden aus dem Mitgliederverzeichnis gelöscht bzw. aus der DGKK ausgeschlossen. 25 Mitglieder sind neu hinzugekommen (siehe Tabelle 1). Während der Jahreshauptversammlung 1996 wurde darüber abgestimmt, daß alle Mitglieder, die mit mehr als 3 Jahresbeiträgen im Rückstand sind, nochmals angeschrieben werden. Nach einer gesetzten Frist, in der diese Beiträge nachentrichtet werden konnten, wurden die entsprechenden Mitglieder ausgeschlossen.

**Tabelle 1**

Mitgliederentwicklung (Stand jeweils 1. März)

Jahr	Vollmitglieder	Studenten	Korporative	Gesamt	Veränderung
1971	87	14	9	110	110
1972	107	19	11	137	27
1973	121	19	13	153	16
1974	119	19	16	154	1
1975	132	22	16	170	16
1976	140	23	17	180	10
1977	144	26	17	187	7
1978	142	29	17	188	1
1979	143	28	17	188	0
1980	149	28	17	194	6
1981	160	29	17	206	12
1982	164	28	16	208	2
1983	200	42	17	259	51
1984	239	55	17	311	52
1985	270	65	17	352	41
1986	291	74	18	383	29
1987	297	78	18	393	10
1988	297	85	18	400	7
1989	317	90	17	424	24
1990	371	53	19	443	19
1991	422	46	15	483	40
1992	447	52	15	514	31
1993	452	44	15	511	-3
1994	451	40	13	504	-7
1995	444	30	12	486	-18
1996	447	29	12	488	2
1997	390	27	10	427	-61

Betrachtet man die Zahl der Mitglieder, die seit 1990 in die DGKK eingetreten sind, kann man feststellen, daß diese Zahl recht stabil ist. Die Jahre 1990/91 und 91/92 stellen eine Ausnahme dar, da damals viele Kristallzüchter aus den ost-deutschen Bundesländer eingetreten sind:

Jahr	1990/91	91/92	92/93	93/94	94/95	95/96	96/97
Anzahl	66	41	25	24	17	24	25

Die DGKK scheint nach wie vor für die Kristallzüchter sehr interessant zu sein, woraus geschlossen werden darf, daß die Mitglieder mit den Angeboten der Gesellschaft einverstanden sind und sie sich richtig vertreten fühlen.

Im Verlauf des Frühjahrs werden wieder alle Mitglieder, deren Beiträge beim Schatzmeister noch nicht eingegangen sind, angeschrieben. Bitte reagieren sie darauf und bezahlen Sie die Beiträge.

#### **4. Bericht des Schatzmeisters und der Rechnungsprüfer**

Herr G. Müller-Vogt legt die in Tabelle 2 zusammengestellten Zahlen vor.

Die hohen Einnahmen des letzten Jahres wurden davon verursacht, daß die Abbuchung der Mitgliedsbeiträge des letzten Jahres nach dem Kontoabschluß, die Bankeinzüge diesen Jahres davor erfolgte. Etwa die Hälfte der Mitglieder nehmen am Abbuchungsverfahren teil.

Die Außenstände, die sich noch vor zwei Jahren um 15.000,00 DM beliefen sind jetzt auf ca. 5.000,00 DM geschrumpft. Alle nicht mehr auffindbaren Mitglieder bzw. solche, die ihre Schulden nicht bezahlen wollten, sind jetzt herausgestrichen worden. Die Drohung, Mitglieder auszuschließen werden, wenn sie nicht bezahlen, führte ebenfalls zu höheren Eingängen.

**Tabelle 2**

#### **Kontostände zum letzten Kassenbericht:**

Postscheckkonto	9.024,95 DM
Sparkasse	3.049,94 DM
Festgeldanlage	36.000,00 DM
	<b>48.074,89 DM</b>

#### **Kontostände zum diesjährigen Kassenbericht:**

Postscheckkonto	12.173,35 DM
Sparkasse	14.104,10 DM
Festgeldanlage	46.000,00 DM
	<b>72.277,45 DM</b>

#### **Kontobewegungen:**

<b>Einnahmen:</b>	Sparkasse	16.093,70 DM
	Postscheckkonto	140,00 DM
<b>Ausgaben:</b>	Sparkasse	-20.974,71 DM
	Postscheckkonto	-33,00 DM

**Dies ergibt ein Plus in der Kasse von 15.361,48 DM**

Beim derzeitigen Mitgliederstand betragen die Einnahmen aus Mitgliedsbeiträgen pro Jahr etwa 12.000,00 DM, aus Anzeigen im Mitgliedsblatt ca. 3000,00 bis 5000,00 DM. Dem stehen Unkosten vor allem durch das Mitteilungsblatt im Jahr von ca. 16.000,00 DM gegenüber. Weitere Ausgaben entstehen z.B. durch Kristallzüchterschulen und Tagungen, die sich nicht in vollem Umfang selbst tragen.

Das Guthaben der Gesellschaft ist inzwischen wieder soweit angewachsen, daß auch wieder an die Verwirklichung von Projekten gedacht werden kann, die etwas teurer sind.

Die Kassenprüfung wurde von den Mitgliedern H. Follner und R. Lauck durchgeführt. Herr Lauck versichert, daß die Kassenführung tadellos ist und schlägt die Entlastung des Schatzmeisters vor.

Die Entlastung des Schatzmeisters wird angenommen.

#### **5. Entlastung des Vorstandes**

Herr W. Tolksdorf stellt den Antrag, den Vorstand zu entlasten und bittet die anwesenden Mitglieder um Handzeichen.

Die Entlastung erfolgt bei 61 abgegebenen Stimmen mit 59 ja Stimmen und 2 Enthaltungen.

#### **6. Wahl des Vorstandes**

##### **für die Zeit vom 1.1.1998 - 31.12.1999**

Der Vorsitz der Jahrestagung wird für diesen Punkt an Herrn Klapper übergeben.

Die Wahl gilt für den Zeitraum vom 1.1.1998 bis zum 31.12.1999. Herr Klapper stellt den Wahlvorschlag vor und weist ausdrücklich darauf hin, daß kein Mitglied an die Wahlvorschläge mit seiner Stimmabgabe gebunden ist.

Die Wahl wird geheim durchgeführt und alle Personen werden einzeln gewählt.

Herr G. Müller stellt sich vor und nimmt Stellung zu den Aufgaben, die die Kristallzüchtung in den kommenden Jahren haben könnte.

Er kommentiert außerdem den Wahlvorschlag, der vorgelegt wird.

Der folgende Wahlvorschlag wurde aufgestellt:

Vorsitzender:	G. Müller
Stellvertreter:	L. Ackermann
Schriftführer:	A. Lüdge
Schatzmeister:	G. Müller-Vogt
Beisitzer:	H. Walcher
	W. von Ammon
	H. Jürgamensen



F. Ritter  
B. Weinert  
G. Klöß  
E. Schönherr

## Ergebnis der Wahlen:

**Vorsitzender: Zahl der abgegebenen Stimmen 60**

**G. Müller 57**  
W. Aßmus 1  
H. Klapper 1  
Enthaltungen 1

**Stellvertreter: Zahl der abgegebenen Stimmen 61**

**L. Ackermann 49**  
B. Weinert 2  
P. Gille 1  
M. Jurisch 1  
H. Klapper 1  
M. Mühlberg 1  
W. Schröder 1  
H. Walcher 1  
Enthaltungen 4

**Schriftführer: Zahl der abgegebenen Stimmen 61**

**A. Lüdje 52**  
P. Dold 2  
H. Walcher 2  
W. Aßmus 1  
Enthaltungen 4

**Schatzmeister: Zahl der abgegebenen Stimmen 62**

**G. Müller-Vogt 62**

## Wahl der Beisitzer:

**Beisitzer 1 Zahl der abgegebenen Stimmen 63**

Tabelle 2

**H. Walcher 42**  
W. von Ammon 10  
H. Jürgensen 3  
F. Ritter 3  
B. Weinert 2  
G. Klöß 2  
Enthaltungen 1

## Beisitzer 2

**Zahl der abgegebenen Stimmen 64**

**W. von Ammon 26**  
B. Weinert 9  
H. Jürgensen 8  
F. Ritter 6  
E. Schönherr 5  
G. Klöß 2  
A. Danilewsky 1  
P. Rudolph 1  
W. Tolksdorf 1  
Enthaltungen 5

## Beisitzer 3

**Zahl der abgegebenen Stimmen 62**

**B. Weinert 22**  
H. Jürgensen 15  
G. Klöß 9  
E. Schönherr 6  
F. Ritter 3  
P. Rudolph 2  
P. Gille 1  
G. Krabbes 1  
Enthaltungen 3

Alle gewählten Personen nehmen die Wahl an.

**MgO**  
**KTP**  
**BGO**  
**SrTiO<sub>3</sub>**  
**Laserkristalle**  
**piezoelektrische**  
**Quarze**

**Fragen Sie uns,  
wenn es um  
Quarze und  
Kristalle geht!**



**Frank & Schulte GmbH**

Alfredstr. 154

D-45131 Essen

Tel.: 02 01/45 06 - 0

Fax: 0201/45 06 - 1 11

Tx: 857 835 fus d



### 7. Diskussionen und Beschlüsse über Tagungen und Symposien:

#### **DGKK-Jahrestagung 1998**

Im vergangenen Jahr wurde auf der Jahreshauptversammlung angeregt, daß eine gemeinsame Tagung mit der DGK, der Deutschen Gesellschaft für Kristallographie, ausgerichtet werden soll. Dieser Vorschlag wurde auch von der DGK sehr positiv aufgenommen. Herr Hümer von der DGK und Herr G. Müller-Vogt von der DGKK werden zur 6. Jahrestagung der Deutschen Gesellschaft für Kristallographie vom 2. bis 4. März 1998 in Verbindung mit der Jahrestagung der DGKK vom 4. bis 6. März 1998 einladen. Der Mittwoch soll wie schon zur diesjährigen Tagung in Freiburg ein gemeinsamer Tag mit Vorträgen von sich überschneidenden Interessensgebieten sein.

Als Themengebiete für den Mittwoch werden die Herstellung sowie strukturelle Untersuchungen von Grenzflächen dünner Schichten ins Auge gefaßt.

#### **DGKK-Jahrestagung 1999**

Es soll wieder eine Tagung zusammen mit der British Association on Crystal Growth (BACG), der Holländischen Kristallzüchtergruppe und der DGKK organisiert werden. Alle Beteiligten haben ihr Interesse bekundet. Es müssen jetzt weitere Gespräche geführt werden.

#### **DGKK-Jahrestagung 2000**

Die Jahrestagung 2000 könnte in Erlangen stattfinden. Herr G. Müller ist bereit, diese Tagung zu organisieren. Es ist auch denkbar, daß die Jahrestagung 1999 in Erlangen stattfindet, falls sie nicht als Dreiländer-Tagung organisiert werden kann.

### 8. Diskussion und Beschluß über die Jahrestagung 1998 in Karlsruhe

Die Abstimmung darüber, ob die DGKK-Jahreshauptversammlung in Karlsruhe 1998 stattfinden kann, war einstimmig.

### 9. Diskussion über DGKK-Arbeitskreise „Epitaxie von III-V-Halbleitern“

Herr Gyuro hat den Vorsitz des Arbeitskreises abgegeben. Herr Heime war freundlicherweise bereit, die Leitung dieses Arbeitskreises zu übernehmen.

Herr Heime dankt Herrn Gyuro für seine langjährige Leitung.

Der Arbeitskreis findet einmal jährlich statt und wurde 1996 in Marburg abgehalten. Herr Stolz hatte diesen Arbeitskreis organisiert. Er wurde von 140 Teilnehmern auch aus dem Ausland besucht, das Interesse ist weiterhin steigend. Von den 140 Teilnehmern kamen 34 aus der Industrie, überwiegend aus der Zulieferindustrie für Epitaxieanlagen und Zubehör. Außerdem waren 15 Aussteller vertreten. Es gab zwei eingeladene Vorträge: Herr Druminski berichtete über Forschung und Entwicklung bei Siemens im Bereich Epitaxie, Herr Tränkle vom FBH Berlin über Chemical Beam Epitaxie für integrierbare InGaAsP-Laserstrukturen. Darüber hinaus gab es 55 angemeldete Vorträge, davon 11 (20 %) über GaN, 15 über Wachstumsprozesse und Überwachen von Strukturen, die übrigen verteilten sich auf drei Themen: a) Heterostrukturen für optoelektronische Bauelemente, b) Charakterisierung, c) wenige über elektronische Bauelemente.

Die Beiträge zum GaN umfaßten vor allem grundlegende Untersuchungen: z.B. Nukleation, Zwischenschichten auf verschiedenen Substraten wie Si, (große Substratdurchmesser, billig), SiC (Hochtemperatur geeignet, relativ gute Gitteranpassung) Saphir und GaAs. Die am häufigsten eingesetzte Methode zur Herstellung von GaN ist die MOCVD, von einigen Gruppen wird auch die MBE zur Abscheidung von GaN angewandt.

Drei Gruppen konnten schon Ergebnisse über GaN-Leuchtdioden vorweisen (IAF Freiburg, Universität Ulm sowie Aixtron in Zusammenarbeit der RWTH Aachen. Auch Siemens hat schon blaue Leuchtdioden hergestellt, aber nicht darüber berichtet) Die Leuchtdichten, wie sie von den japanischen Dioden bekannt sind, werden noch nicht erreicht. Die Schichtmorphologie ist ebenfalls noch zu verbessern. Die GaN-Forschung in Deutschland wird über das BMBF gefördert, die DFG hat ebenfalls ein Schwerpunktprogramm eingerichtet.

Weitere Themen dieses Arbeitskreises waren die Sicherheit beim Betrieb von MOCVD- und CBE-Anlagen, sowie die Entsorgung der dabei anfallenden Abfallchemikalien und -Produkte. Besonderes Interesse gilt dem Ersatz von Phosphin und Arsin durch Terzbutylphosphin und -arsin. Die Giftigkeit dieser metallorganischen Verbindungen ist zwar noch vergleichbar, aber sie liegen in flüssiger Form vor, und haben dadurch ein weitaus geringeres Gefahrenpotential. Von Vorteil ist, daß davon weniger benötigt wird und verschiedene Wachstumsparameter günstiger sind. Die Ergebnisse sind weitgehend ähnlich und teilweise sogar besser. Es gibt weltweit 3 Firmen, die Terzbutylarsin und -phosphin herstellen. Davon ist eine Firma in Deutschland, eine in Großbritannien und eine weitere in USA.

Fazit: Im Gegensatz zu opoelektronische Bauelemente, vor allem Laserdioden, verlieren elektronische Bauelemente aus III-V-Halbleitern in der Forschung zunehmend an Interesse, da sie inzwischen weitgehend kommerzialisiert sind.

Die LPE wird nach wie vor als Epitaxieverfahren für große Flächen eingesetzt. Die MOCVD gewinnt zunehmend an Bedeutung, für höchste Qualitätsansprüche werden hauptsächlich MBE und CBE eingesetzt.

Die Umsetzung der Ergebnisse in der Industrie läßt nach wie vor zu wünschen übrig, da einfach zu wenig Industrie in Deutschland ansässig ist und SEL hat die Arbeiten in Deutschland eingestellt.

Der nächste Arbeitskreis wird in der 1. Dezemberwoche stattfinden.

### „II-VI-Halbleiter und Verwandte Verbindungen“

Dr. Müller-Vogt berichtet über den Arbeitskreis:

Die II-VI-Halbleitern sind in einer schwierigen Situation. Die Zahl der Gruppen, die auf diesem Gebiet tätig sind, ist nicht sehr groß. Das Material selbst ist nach wie vor sehr interessant, und bei der DFG gibt es schon seit längerem den Forschungsschwerpunkt II-VI-Halbleiter. Bei den Ausgangsmaterialien ist inzwischen ein ähnlicher Stand erreicht worden wie bei den III-V-Materialien.

Für die Herstellung von blauen LED's scheint die Zeit der II-VI-Halbleiter abgelaufen zu sein, dagegen scheint GaN das Rennen zu gewinnen. Ob die II-VI-Halbleiter dafür gar nicht mehr in Frage kommen, bleibt noch abzuwarten.

Im Bereich der Wide Band Gap Materialien arbeiten zur Zeit 3 bis 4 Arbeitsgruppen, die meistens physikalisch ausgerichtet und kaum Mitglieder in der DGKK haben. Sie haben in erster Linie Verträge mit der DFG.

Die schmalbandigen II-VI Verbindungen werden im Infrarotbereich eingesetzt und im wesentlichen von einer Firma in Deutschland bearbeitet.

Dem photorefraktiven Effekt von CdTe und verwandten Materialsystemen (für die Herstellung von Solarzellen- oder Gammastrahlendetektoren interessant) wird seit neuestem mehr Bedeutung zugemessen. Auf diesem Gebiet sind 3 Arbeitsgruppen aktiv.

Dieser Arbeitskreis wird höchstens ab und zu als solcher in Erscheinung treten und nie so arbeiten können, wie eine der III-V-Gruppen.

### „Kristalle für Laser und Nichtlineare Optik“

Herr Paus berichtet:

Ende September hätte ein Arbeitskreistreffen stattfinden sollen. Dieses wurde allerdings aus Mangel an Interesse abge-sagt. Die Zahl der potentiell Interessierten ist sehr niedrig und die Arbeitsgruppen sind auf Grund ihrer Projekte vom VDI und BMBF verpflichtet, an deren Zusammenkünften und Status-seminaren teilzunehmen. Dadurch ist der Arbeitskreis weniger attraktiv. Es sollte drüber diskutiert werden, ob es sinnvoll ist den Arbeitskreis weiterzuführen oder aufzulösen.

Herr G. Müller antwortet:

Er und Dr. Ackermann sind der Meinung, daß die Arbeiten auf dem Gebiet der Oxid-Kristalle für Laser und Nichtlineare Optik sehr wichtig sind (sowohl für Deutschland, für die Industrie als auch für die DGKK), daß er versuchen wird, diesen Arbeits-kreis wieder mehr zu beleben. Vielleicht läßt sich eine der Veranstaltungen so ausbauen, daß sie gleichzeitig die Funk-tion eines Arbeitskreis übernimmt. Das Gebiet ist einfach zu wichtig, als daß die Aktivitäten eingestellt werden können.

Es wird keine Abstimmung gewünscht, ob dieser Arbeitskreis aufgelöst werden soll. Vielmehr wird angeregt, daß sich der neue Vorstand schon vor seinem eigentlichen Amtsantritt um diesen Arbeitskreis kümmern soll.

Herr Herr G. Müller berichtet über den Arbeitskreis

### „Herstellung und Charakterisierung von massiven GaAs- und InP-Kristallen“

Obwohl es in Deutschland nur eine Firma gibt, die GaAs herstellt, finden die Treffen zweimal jährlich statt und selten gibt es zu wenig Beiträge. Zu bedauern ist höchstens, daß sich der Arbeitskreis immer mehr auf GaAs konzentriert. Der Grund hierfür ist, daß die Aktivitäten zu InP und GaP geringer geworden sind und es in Deutschland keine Hersteller für diese Materialien gibt. Die Beiträge stammen deshalb zu 95% aus der aktuellen GaAs-Forschung. Die wichtigsten Themen sind dabei alle Arten von Defekten in und die Stöchiometrie in si-GaAs-Material, sowie entsprechenden Charakterisierungs-verfahren.

Die nächsten Treffen finden am 16.-17.4.97 in Jülich und im Herbst in Erlangen statt.

Bei dem letzten Arbeitskreistreffen traten Probleme auf, über die Herr G. Müller die Mitglieder informieren möchte:

Die Beiträge behandeln in der Zwischenzeit nicht mehr nur *vorwettbewerbliche* Themen. Einige Beiträge enthalten schon Betriebsgeheimnisse. Es entstehen dadurch Interessens-konflikte, wenn im Arbeitskreis darüber gesprochen wird und Teilnehmer anwesend sind, die nicht der Firma Freiburger zuarbeiten, sondern einer ausländischen Firma.

Es gibt jetzt zwei Möglichkeiten: Der Arbeitskreis bleibt nach wie vor offen für alle interessierten Personen. Das könnte zur Folge haben, daß die Firma Freiburger keine Beiträge mehr beisteuert, die als vertraulich eingestuft werden müssen. Es könnte auch sein, daß Projekte, die von Freiburger oder aus öffentliche Mitteln gefördert werden und in diesen vertraulichen Bereich fallen, in den Arbeitskreisen nicht mehr in allen Einzelheiten dargestellt werden, da diese für die Öffentlichkeit nicht freigegeben werden können. Das wäre ein Verlust für das Niveau und das Spektrum der Themen in diesem Arbeitskreis.

Die andere Möglichkeit wäre, den Arbeitskreis nur für einge-ladene Personen zugänglich zu machen.

Herr G. Müller möchte sich ein Meinungsbild der Anwesenden verschaffen.

Herr Benz bemerkt, daß es unmöglich ist, einen DGKK Arbeits-kreis nur für eingeladene Teilnehmer zu veranstalten, solange er unter Namen der DGKK existiert. Er fordert dazu auf, daß produktionsrelevante Ergebnisse dann in eigens dafür abge-haltenen Veranstaltungen besprochen werden.

Mehrere Wortmeldungen:

Wer soll ausgeschlossen werden und welche Maßstäbe wer-den dabei angelegt?

Wenn eine Firma Beiträge liefert, so soll sie selbst entschei-den, was auf dem Arbeitskreis berichtet werden soll.

Diese Frage sollte auch politisch gesehen werden. Als sich die DDR einmauerte, dauerte es noch 30 Jahre, als sie sich die DDR-Forschung einmauerte war das Ende schon in Sichtwei-te. Wenn sich jetzt ein Betrieb einmauert, so kann das in unserer Gesellschaft nicht zu einem guten Ende führen.

Aus formalen Gründen kann eine Ausgrenzung gar nicht durchgeführt werden, da die DGKK ein eingetragener, ge-meinnütziger Verein ist.

Das geschilderte Problem wurde eingehend besprochen und Herr G. Müller hat aufgrund der Diskussionsbeiträge die Ge-legenheit gehabt, sich ein Meinungsbild der Anwesenden zu verschaffen.

### Röntgentopographie

Herr Klapper berichtet über den Arbeitskreis Röntgentopo-graphie.

Es gibt nur noch wenige Röntgentopographen in Deutschland, weshalb es schwer ist, innerhalb der DGKK eine eigene Gruppe zu bilden. Deshalb wurde ein gemeinsamer Arbeits-kreis mit der DGK (Deutschen Gesellschaft für Kristallogra-phie) aufgebaut. Herr Höche veranstaltet in einem Jahr eine Veranstaltung mit einer angegliederten Schule, im zweiten Jahr organisiert Herr Klapper ein Treffen, wenn nicht eine Europäische oder Internationale Tagung abgehalten wird.

Im vergangenen Jahr fand vom 22. - 24. April die X-Top'96 in Palermo statt, bei der auch die Deutschen gut vertreten waren. Es wurden 52 Vorträge präsentiert, davon 10 eingeladene Vorträge und 135 Poster.

Themengruppen waren unter anderem:

- Röntgentopographie
- Hochauflösende Diffraktometrie (Multi-Kristalldiffraktometrie)
- Neue Röntgenmethoden
- Theoretische Modelle
- Instrumentelle Entwicklungen
- Anwendungen für das Kristallwachstum
- Anwendungen für technische Prozesse
- Anwendungen für Oberflächen, Schichten und Grenzflächen
- Anwendungen für physikalische Phänomene

Die Anwendung der Synchrotronstrahlung nimmt mehr und mehr an Bedeutung zu.

Die *International Union on Crystallography* veranstaltete vom 8. bis 17. August 1996 in Seattle eine sehr große Tagung mit ca. 2300 Teilnehmern, über 2000 Abstracts in 105 Mikrosym-posien und 7 Parallelsitzungen.

4 Mikrosymposien waren:

- Macromolecular Crystallisation Workshop
- Fundamentals
- Methods and Materials
- Controlling and Predicting of Crystal Morphology

Ein weiteres Mikrosymposun war *Characterization of Defects, Microstructure and Texture* gewidmet.

Wer an Material über diese Tagung interessiert ist, wendet sich bitte an Herrn Klapper wenden.

### 10. Verschiedenes

Herr Rudolph berichtet, daß Herr Nishinaga bei einem Besuch des IKZ Berlin gefragt hat, ob eine ICCG-Tagung vielleicht im Jahre 2004 wieder in Deutschland, z.B. Berlin, stattfinden könnte.

# MaTeck

Karl-Heinz-Beckurts-Str. 13  
D-52428 Jülich

Telefon: 02461 - 690 740

Telefax: 02461 - 690 749

e-mail: Mateck.Schlich @ T-Online.De

## Unser Leistungsangebot:

- Kristallzüchtungen von Metallen und deren Legierungen
- Kristallpräparation (Formgebung, Polieren und Orientieren)
- Reinstmaterialien (99,9 - 99,9999 %)
- Substrate, Wafer, Targets (SrTiO<sub>3</sub>, MgO, YSZ, NdGaO<sub>3</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, etc)
- Auftragsforschung für Werkstoffe und Kristalle

**Material-Technologie**



**Kristalle**

für **FORSCHUNG, ENTWICKLUNG und PRODUKTION**

## Cyberstar

SCIENTIFIC & INDUSTRIAL INSTRUMENTS

▼ *The outstanding elements which make the reputation of Cyberstar are now available to equip your new puller frame or to retrofit an old machine of all makes.*

### MAIN FEATURES ARE:

- **DIRECT DRIVE CRYSTAL TRANSLATION & ROTATION UNITS.**
  - Direct drive, vibration free units.
  - Torque motors and electronics.
- **WEIGHING DEVICE FOR DIAMETER CONTROL.**
  - High sensitivity and resolution.
  - High thermal stability.
- **CONTROL CONSOLE INCLUDING: ELECTRONICS, COMPUTER AND SOFTWARE.**
- **READY TO BE LINKED TO YOUR RF GENERATOR OR FURNACE POWER STAGE.**
- ▼ **CRYSTAL GROWTH EQUIPMENTS OF ANY SIZE.**
  - Czochralski oxide pullers.
  - Bridgman-Stockbarger furnaces.
  - Images furnaces (infrared heating).

*Fax or call for more information:*

### Cyberstar s.a.

Parc Sud Galaxie - BP 344 - 38435 Echirolles cedex - France (Grenoble)

Tel.: (33) 76 40 35 91 - Faxes: (33) 76 40 39 26

**EQUIP OR RETROFIT  
YOUR CZOCHRALSKI PULLER.**



Dazu bemerkt Herr Benz, daß die ICCG-Tagung 1983 in Stuttgart abgehalten wurde und der Materialforschung sowie der Kristallzüchtung in Deutschland sehr viel genützt hat. In Berlin sind viele Institute, die sich mit der Kristallzüchtung beschäftigten und es wäre deshalb ein geeigneter Ort.

Es wird vorgeschlagen die Bereitschaft zur Durchführung dieser ICCG zu signalisieren, eine weitergehende Festlegung jedoch noch nicht notwendig ist. Herr Schröder ist der Meinung, daß Berlin als Tagungsort durchaus in Frage kommt.

Der DGKK-Vorstand wurde von der Mitgliederversammlung beauftragt, der IUCG die Bereitschaft der deutschen Kristallzüchter mitzuteilen.

#### **Internet:**

An verschiedenen Orten in Deutschland wurden schon Home Pages mit Hinweisen auf die DGKK aufgebaut, so auch im IKZ Berlin. Es besteht die Möglichkeit, diese Seite im IKZ, die speziell für die DGKK eingerichtet wurde, unter einer eigenen Adresse aufzubauen oder wie bisher unter dem IKZ stehen zu lassen. Es besteht der Wunsch, daß das Mitgliederverzeichnis der DGKK als Verzeichnis dort mit aufgenommen wird.

Es wird darüber diskutiert, welche Daten der einzelnen Mitglieder dort eingetragen werden sollen.

Der Vorstand wird beauftragt, eine Übernahme des Mitgliederverzeichnisses vorzubereiten. Im kommenden Mitteilungsblatt wird ein Formular veröffentlicht, das von jedem Mitglied ausgefüllt an den Schriftführer geschickt werden soll, wenn er im Verzeichnis aufgeführt werden will. Darüber hinaus hat jedes Mitglied die Möglichkeit darüber zu entscheiden, welche Daten veröffentlicht werden.

gez. W. Schröder  
(Vorsitzender)

gez. H. Walcher  
(Schriftführer)

### **Wiedereinrichtung eines Arbeitskreises "Intermetallische Verbindungen"**

Mit dem zunehmenden Interesse an wohldefinierten, in vielen Fällen auch einkristallinen Proben intermetallischer Verbindungen und zusätzlich stimuliert durch die Einrichtung des Sonderforschungsbereiches 463 "Seltenerd-Übergangsmetallverbindungen: Struktur, Magnetismus und Transport" zum 1. Juli 1996 mit der Sprecherhochschule Technische Universität Dresden und unter Mitwirkung des Institut für Festkörper- und Werkstoffforschung Dresden und des Instituts für Physik komplexer Systeme der Max-Planck-Gesellschaft wurde am Institut für Festkörper- und Werkstoffforschung Dresden aus bestehenden Arbeitsgruppen ein zentrales Einkristallzüchtungslabor geschaffen. Eine solche Zentralisierung der Präparation garantiert neben der notwendigen Konzentration des "know-how" eine Vergleichbarkeit der einzelnen Untersuchungsergebnisse verschiedener Forschungsgruppen, die bei Experimenten an Proben unterschiedlicher Provenienz und Vorgehensweise nicht gewährleistet wäre.

Das Labor verfügt über mehrere Einkristallzüchtungsanlagen zum vertikalen tiegelfreien Zonenschmelzen mit HF Heizung und mit optischer Heizung im Doppelellipsoid. Außerdem stehen Anlagen zur Bridgmanzüchtung zur Verfügung. In diesem Jahr wird der Aufbau einer kombinierten Kaltziegel-Induktions-Anlage zur Czochralski und Zonenschmelzzüchtung aus der levitierten Schmelze sowie zur Präparation des Ausgangsmaterials für die Zonenschmelzanlagen abgeschlossen. In der Anfangsphase soll sich die Präparation auf supraleitende Seltenerd-Übergangsmetall-Borokarbid, auf hartmagnetische Seltenerd-Übergangsmetall-Karbid- und -Nitride sowie auf die diesen Verbindungen zugrundeliegenden binären Phasen konzentrieren.

Mit diesen Arbeiten wird in Dresden eine jahrzehntelange erfolgreiche Arbeit auf dem Gebiet der Einkristallzüchtung

metallischer (Nb, Mo, W u.a.) und intermetallischer Verbindungen ( $V_3Si$ ,  $VSi_2$ ,  $Cr_3Si$ ,  $NiAl$  u.a.) forgesetzt.

Da die Zahl der an der Einkristallzüchtung intermetallischer Verbindungen interessierten Fachkollegen wieder gestiegen ist, gleichzeitig dieses Gebiet aber auf großen Kristallzüchtungstagungen infolge fehlender Industrierelevanz eher gering vertreten ist, sollten wir im Rahmen der DGKK eine stärkere Zusammenarbeit auf diesem Gebiet erreichen und erneut einen Arbeitskreis "Intermetallische Verbindungen" organisieren. Da infolge der Arbeitsausrichtung eine Reihe von Fachkollegen nicht in der DGKK organisiert sind, sollten wir bei Interesse auch diese aktiv ansprechen und in die Arbeit einbeziehen.

Interessenten wenden sich bitte an:

Dr. Günter Behr  
Institut für Festkörper- und Werkstoffforschung Dresden  
Helmholtzstr. 20  
Postfach 270016

01171 Dresden  
Tel.: 03 51 / 25 82 224  
Fax: 03 51 / 25 82 314

### **EURO-CRYST**

Stellungnahme der Moutanuniversität Leoben (auszugsweise)

Zur Zeit ist die European Science Foundation beauftragt, die Entscheidung zwischen EURO-CRYST und dem Konkurrenzprojekt AUSTRON zu fällen. Die Karten für EURO-CRYST sind eher besser.

Innerhalb Österreichs hat die Stadt Leoben ihre Standortbewerbung abgegeben. Leoben ist der Sitz der Moutanuniversität, einer hochspezialisierten kleinen technischen Universität, die sich als "Materialuniversität" definiert und den Bogen spannt von Bergbau und Metallurgie über Werkstoff- und Materialwissenschaften bis hin zu Recycling und Umweltschutz.

Wir meinen daher, daß Leoben in Österreich der bestgeeignete Standort für EURO-CRYST wäre, da nur eine Verstärkung der Stärken zu einem Europa-"Center of Excellence" führen könnte, um in Kristallzüchtung und -anwendung wieder weltweit die Nr. 1 zu werden.

Daher möchten wir Sie für Leoben interessieren, auch, weil wir meinen, daß vielleicht doch der gemeinsame Sprach- und Wissenschaftsraum manche Annehmlichkeiten bietet – von den Entfernungen (beispielsweise gegenüber einem Standort in Finnland) ganz zu schweigen.

Suche für unsere polnischen Kooperationspartner gebrauchte

### **Röntgenfeinstruktur-Ausrüstungen (auch Diffraktometer)**

Bezahlung zum Zeitwert möglich.  
Transportkosten werden übernommen.

Wer erneuert seine Anlagenausrüstungen und möchte daher seine alten Anlagen abgeben?

Kontakt: Dr. W. Schröder

Institut für Kristallzüchtung  
im Forschungsverbund Berlin e.V.  
Rudower Chaussee 6  
12489 Berlin

### 4. Kristallzüchtung in Deutschland

#### Optical Heating for Zone Methods

A. Cröll

Kristallographisches Institut der Universität Freiburg i.Br.  
Hebelstr. 25, D-79104 Freiburg

Crystal growth methods using a zone configuration, e.g. zone melting, the traveling heater method, some sublimation methods etc., are often used because of their advantageous axial segregation profile and their low energy consumption as compared to most directional solidification methods. They have also been adapted for containerless processing, as in the floating-zone process or with free solution zones. One additional advantage is often the possibility to control the growth process through direct visual observation of the zone and the interfaces (for containerless processing this is usually a necessity). A variety of heating methods has been employed over the years, ranging from simple resistance heaters to radiofrequency heating to plasma heating. Furnaces using focused electromagnetic radiation in the visible and infrared part of the spectrum have been used increasingly in the last 20-30 years, especially for research purposes. They allow excellent visual observation of the sample, are capable of achieving very high temperatures, and allow operation both in vacuum and in a gas atmosphere. The main two options for optical heating are the use of imaging furnaces and of laser heating. Some of the peculiarities and operating conditions of both systems are discussed in the following to point out advantages and disadvantages; one should keep in mind, however, that no general recommendation is possible, as weighing the pros and cons of a certain heating system is always material and application specific.

#### Imaging furnaces

Imaging furnaces can generally be defined as any furnaces using a source of noncoherent light (e.g. a light bulb) and some optical elements (mirrors, lenses) to focus it onto the sample. Some possible setups of such furnaces are shown in fig. 1. Imaging furnaces can be very energy efficient, there is no

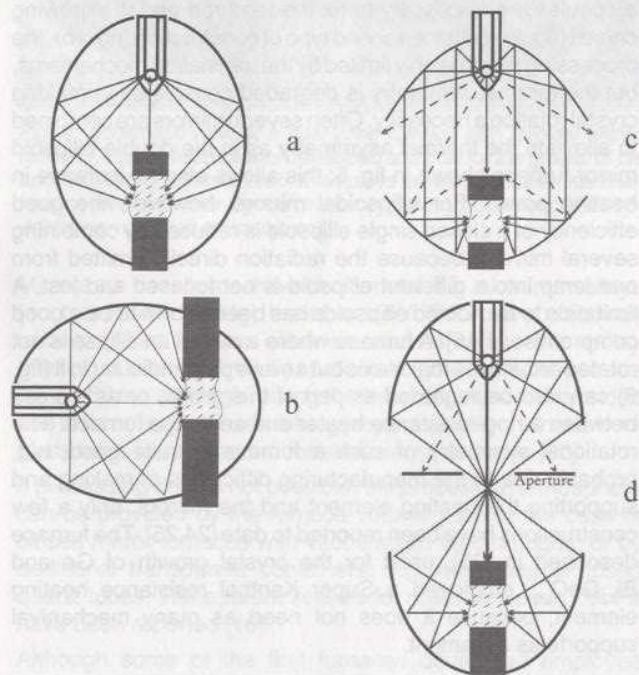


Fig. 1: Heating methods using focused radiation: (a) and (b): Closed monoellipsoid mirror furnaces. (c): Parabolic mirror furnace. (d): Open ellipsoid mirror furnace with aperture. Dashed lines indicate rays not being focused.

principal limit to processing temperatures, and the visual control of the zone and the crystal growth process is excellent. Starting in the fifties and sixties [3-5], different imaging furnaces have been developed over the years for floating-zone and similar applications, e.g. [1,2,6-22], some of them for micro-gravity experiments on manned and unmanned space flights. The original rationale for preferring image furnaces for space applications was the absence of electromagnetic interference in comparison to radio frequency heating and, in comparison to resistance heating, the small weight and volume in relation to the maximum temperature obtainable. Commercial systems specifically designed for floatingzone growth are available from three different companies, NEC (single- and double-ellipsoid furnaces) and Crystal Systems, Inc. (four-mirror furnace, [66]) in Japan, and the Moscow Power Engineering Institute (open ellipsoid with aperture) in Russia. Practically all mirror furnaces employ catoptric (reflective), not refractive or catadioptric (reflective & refractive) elements because the geometric efficiency of lenses is quite limited [1] and the heat exposure of the optical elements excludes most refractive materials except fused quartz or sapphire.

Either ellipsoidal or parabolic mirrors (or a combination of both) are used to focus the light from one or several lamps as shown in fig. 1. Closed monoellipsoidal mirrors as in figs. 1a, 1b, 2,

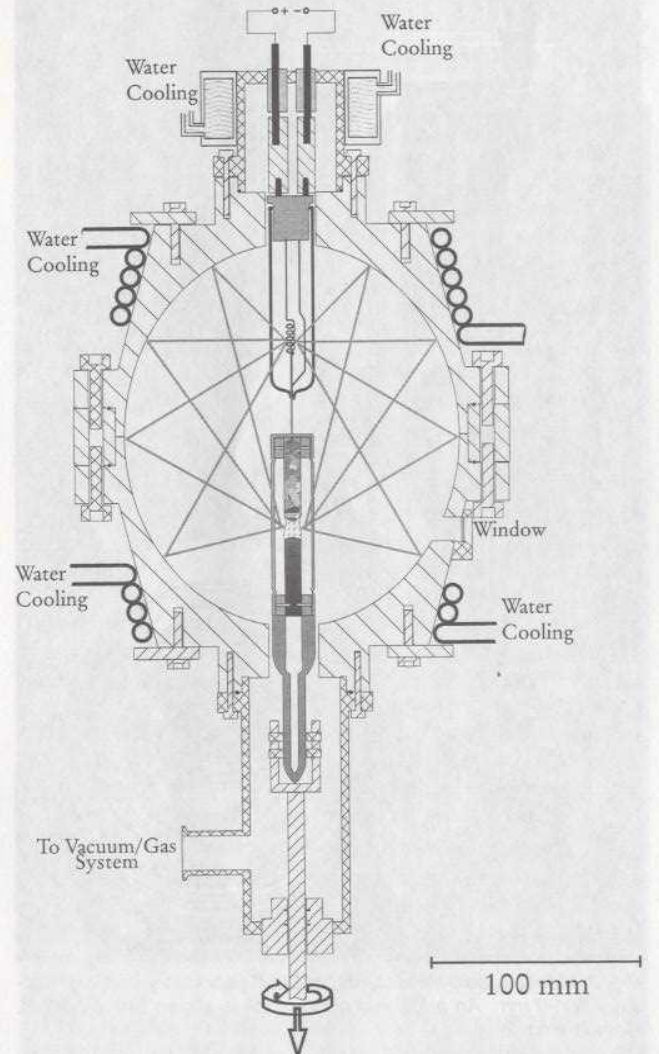


Fig. 2: Monoellipsoid mirror furnace "ELLI" developed at the Crystallographic Institute of the University of Freiburg [2,31], with half-axes 80 mm and 90 mm. Furnaces with the same internal geometry have been flown on several sounding rocket campaigns (TEXUS, module TEM 02-ELLI) and the Spaselab mission D1 in 1985 (MEDEA-ELLI, old version). Also shown is an ampoule for the FZ growth of Si. Compare fig. 3.

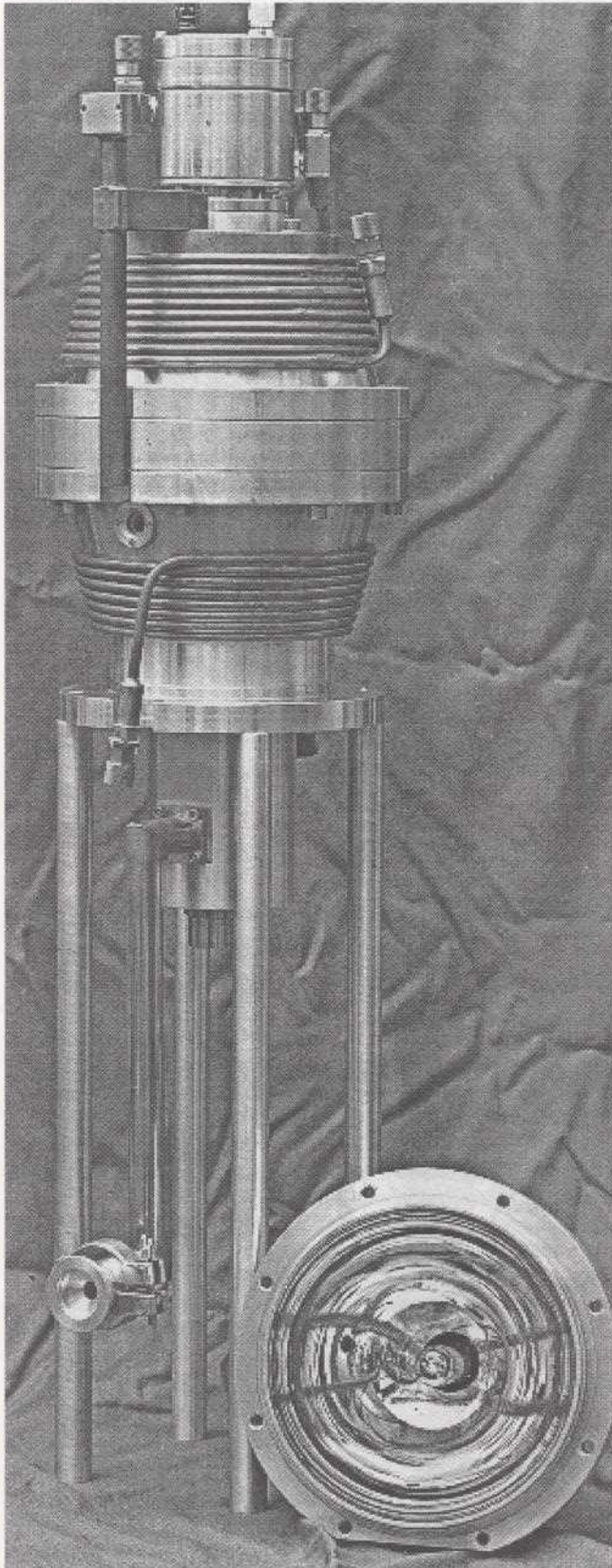


Fig. 3: Monoellipsoid mirror furnace "ELLI" (laboratory version), half-axes 80/90 mm. An additional mirror shell is shown at the bottom. Compare fig. 2.

and 3 have a better efficiency because nearly all of the light is focused onto the sample; open ellipsoidal (fig. 1d) or parabolic mirrors (fig. 1c) do not use the radiation directly reflected by the mirror shell on the sample side. A better efficiency of parabolic mirrors or of ellipsoidal reflectors using only partial ellipsoids [11,23] is possible by the introduction of an additional hemispherical

mirror as shown in fig. 4. Parabolic mirrors have the advantage that the distance between the foci is somewhat variable<sup>a</sup>.

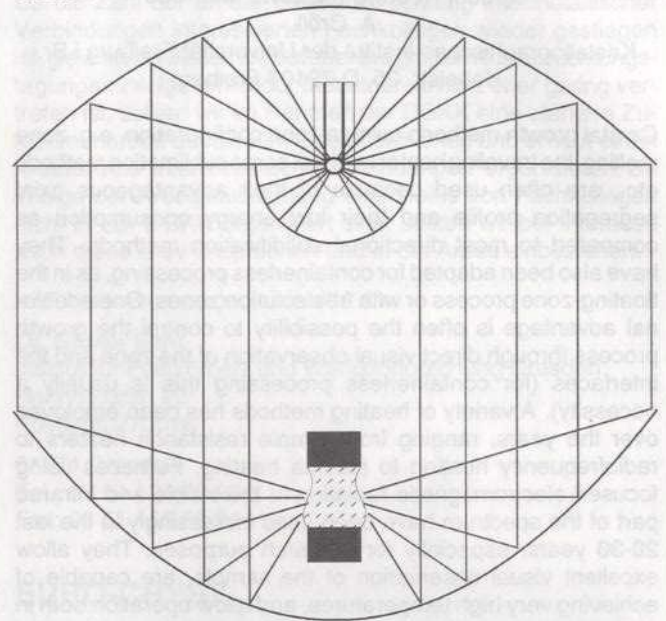


Fig. 4: Image furnace with two parabolic mirrors and a hemispherical additional mirror, 1/4 the diameter of the main mirrors, to increase the solid angle from  $\Omega = 5.9\text{sr}$  to  $11.2\text{sr}$ . The additional mirror, if actively cooled, also shields the top of the sample from direct radiation, thus improving the axial temperature gradient.

Another division can be made between furnaces where the sample axis and the main axis of the furnace coincide, and furnaces where the main axis is at  $90^\circ$  to the main sample axis. The former concept as shown in figs. 1a, 1c, 1d, 2-4, and 10 allows a very good rotational symmetry of the radiation field (i.e. the thermal field), but the accommodation of different translation mechanisms for the feed rod and the crystal is quite difficult (compare e.g. the construction in [17]) and the maximum processing length is usually limited to a value smaller than the distance lamp focus - sample focus. In this type of furnace, ampoules are necessary to fix the feed rod and the growing crystal (fig. 2). With the second type of construction (fig. 1b), the processing length is only limited by the translation mechanisms, but the thermal symmetry is degraded considerably, making crystal rotation a necessity. Often several mirrors are combined to alleviate the thermal asymmetry as in the double-ellipsoid mirror furnace shown in fig. 5; this allows also an increase in heating power. For ellipsoidal mirrors, however, the good efficiency of a closed single ellipsoid is reduced by combining several mirrors, because the radiation directly emitted from one lamp into a different ellipsoid is not focused and lost. A limitation to two joined ellipsoids has been shown to be a good compromise [1,15]. A furnace where a part of an ellipse is not rotated around the major axis but an axis perpendicular to it (fig. 6) can also be regarded as part of this group, or as a cross between a ring resistance heater and an image furnace. The rotational symmetry of such a furnace is quite good, but, probably due to the manufacturing difficulties of making and supporting the heating element and the mirrors, only a few constructions have been reported to date [24,25]. The furnace described in [25], used for the crystal growth of Ge and  $\text{Bi}_{12}\text{GeO}_{20}$ , employed a Super Kanthal resistance heating element, because it does not need as many mechanical supports as a filament.

<sup>a)</sup> For a point focus, there is no principal limit for the separation of parabolic mirror shells. Due to the finite dimensions of the heating elements, the resulting optical aberrations usually preclude large separations.

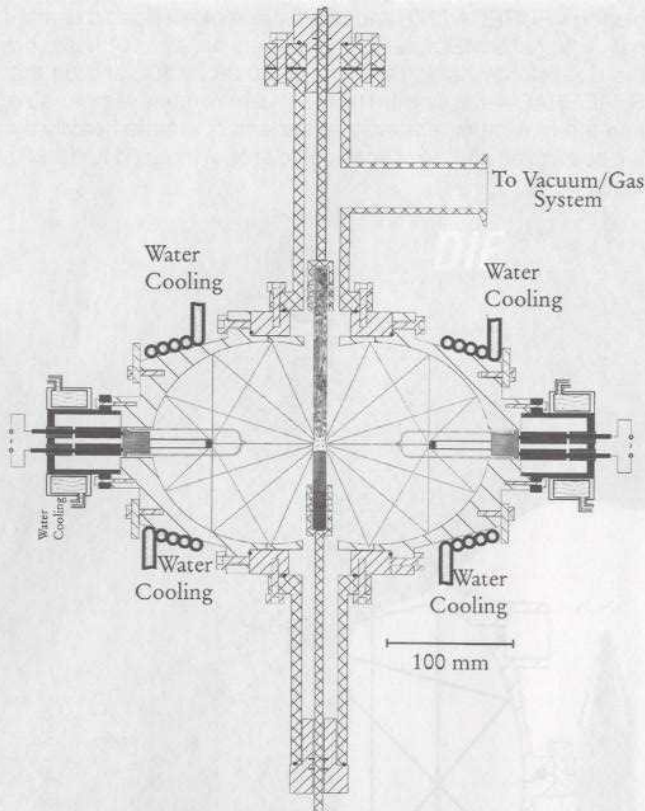


Fig. 5: Double ellipsoid mirror furnace "MHF" [1, 15], developed at the Crystallographic Institute of the University of Freiburg, with half-axes 80 mm and 90 mm. A furnace with the same internal geometry has been flown on the Spacelab missions FSLP (MSDR-MHF) in 1983 and D1 (WL-MHF) in 1985.

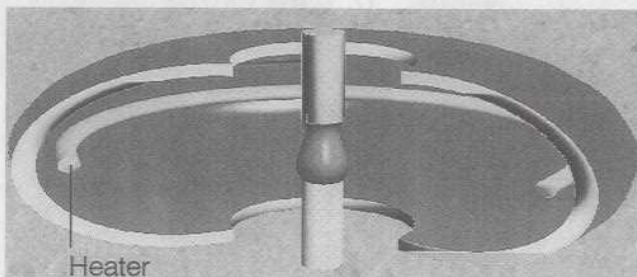


Fig. 6: Schematic view of a float-zone furnace with toroidal elliptic reflector. Such a furnace was developed and built for the growth of Ge and Bi<sub>12</sub>GeO<sub>20</sub> crystals [25]. It employs a MoSi<sub>2</sub> (Super Kanthal) heating element. It has a good circular symmetry but is not capable of achieving very high temperatures.

Mirrors are usually machined from metal, e.g. aluminum alloys (such as Al with 3% Mg), brass, or steel. The inner surface has to be polished and can either be used as is (aluminum alloy mirrors) or is electrolytically coated with gold (reflectances see fig. 7). Silver, although having the best reflectance, is avoided due to its unfavorable tarnishing properties. Mirrors made from glass have been reported for shallow mirror shells [66].

If processing in air is not possible, the processing atmosphere can be provided by the furnace volume itself in the case of closed mirror furnaces with vacuumtight feedthroughs, or by additional transparent containers, e.g. ampoules or fused quartz tubes. Transparent vessels for pressures up to 10<sup>7</sup> Pa have been reported [16].

Although some of the first furnaces developed employed carbon arcs [5], the light sources mostly used today are either tungsten halogen lamps of the order of 0.5-1.5kW maximum power (fig. 8) or Xenon arc lamps up to 10 kW for high power requirements [14, 16]. In the latter case, the spectral distribution

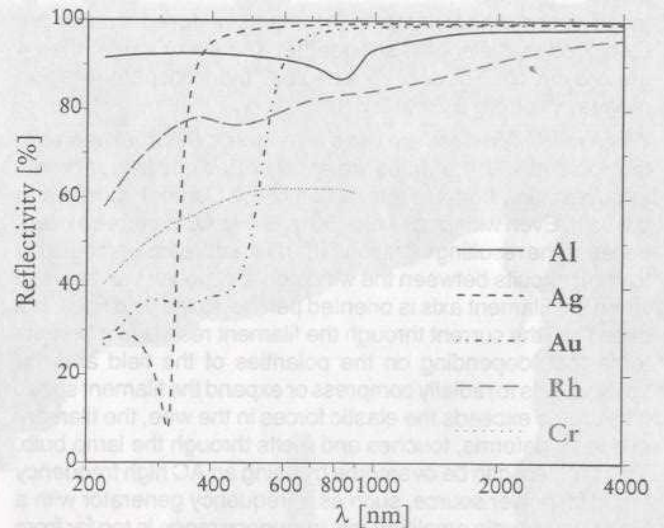


Fig. 7: Reflectivity of several mirror materials from 200 to 4000 nm (after [64]).

of the radiation (important for numerical simulations) has to be taken from the manufacturer's data. The spectral intensity of thermal radiators such as tungsten filaments is given by Planck's law for black body radiation and the emissivity of the emitting material. Note that obviously the maximum sample temperature cannot exceed the filament temperature in this case.

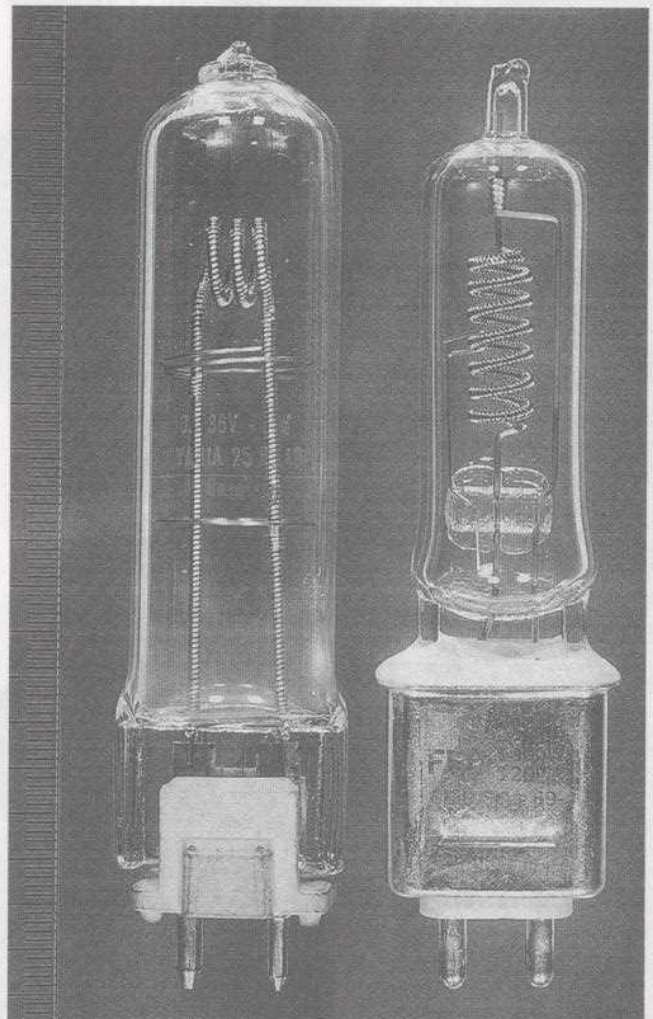


Fig. 8: Tungsten halogen lamps typically used in mirror furnaces. Left: Special development, no longer manufactured (Sylvania A 708, 36V, 450W). Right: Commercial type normally used for studio lighting, available from several vendors (FEL1000, 120V, 1000W).

In all cases where lamp bulbs made of fused quartz are employed, wavelengths shorter than  $0.2 \mu\text{m}$  or longer than  $4 \mu\text{m}$  are cut off. For borosilicate glass the transparent region ranges only from  $0.35$  to  $2.5 \mu\text{m}$ .

When mirror furnaces are used in magnetic fields, experimental problems with the lamps are encountered due to the Lorentz force resulting from the interaction of the filament current and the field. Even with small fields  $50$  or  $60 \text{ Hz}$  AC cannot be used, because the resulting vibration of the filament leads immediately to short circuits between the windings. DC power can be used when the filament axis is oriented parallel to the field lines, but even then the current through the filament results in a Lorentz force that, depending on the polarities of the field and the voltage, acts to radially compress or expand the filament spiral. If this force exceeds the elastic forces in the wire, the filament suddenly deforms, touches and melts through the lamp bulb. This problem can be overcome by using an AC high frequency ( $10 \text{ kHz}$ ) power source, such as a frequency generator with a high power audio amplifier; this frequency range is too far from the resonance frequency of the filament to produce any short circuits.

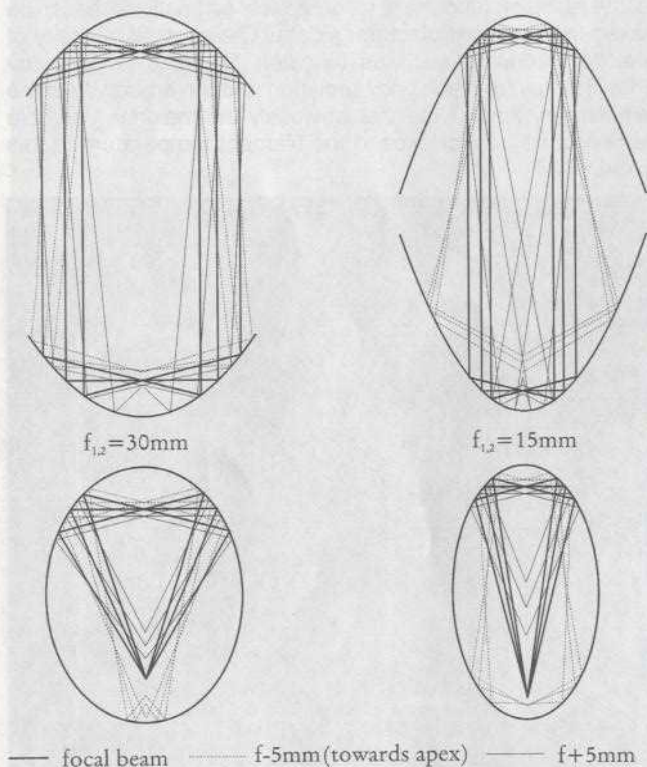


Fig. 9: Focusing properties of differently shaped parabolic and ellipsoidal mirrors for focal rays and rays originating from axial positions  $\pm 5 \text{ mm}$  from the focus; shown are three rays  $15^\circ$  apart on each side for each position.  $f$  is the distance from the focal point to the apex of the mirror. The progressive coma for strongly curved geometries is clearly visible.

The lamp filaments or arcs should be as small and isometric as possible, as the focusing properties degrade rapidly for nonfocal/nonparaxial rays (fig. 9) due to the strong coma in parabolic and elliptic mirrors [23]. Optical aberrations are more pronounced for strongly curved surfaces, i.e. for ellipsoids with an axes ratio  $\ll 1$  [1, 15] or paraboloids with large geometric coefficients (fig. 9). Furnaces based on point focus geometries, such as standard ellipsoid or parabolic optics, limit the maximum sample diameter to  $10$ – $15 \text{ mm}$ . By deviation from the ideal elliptic shape this can be partially counteracted, introducing a so-called ringfocus where the energy maximum is not a point, but an annulus optimized for a given sample diameter [20, 26, 27]. This concept has been employed in the ellipsoid-based „Automatic Mirror Furnace“ (AMF), which was used on the unmanned space

platform EURECA [27], and in the paraboloidellipsoid combination furnace MEDEA-ELLI (new version, fig. 10) flown on the Spacelab mission D2 in 1993 [20, 28, 29, 30], and on the SPACEHAB-4 mission in 1996. The maximum sample size and the maximum temperature depend of course heavily on the absorption and reflection coefficients of the solid and liquid material.

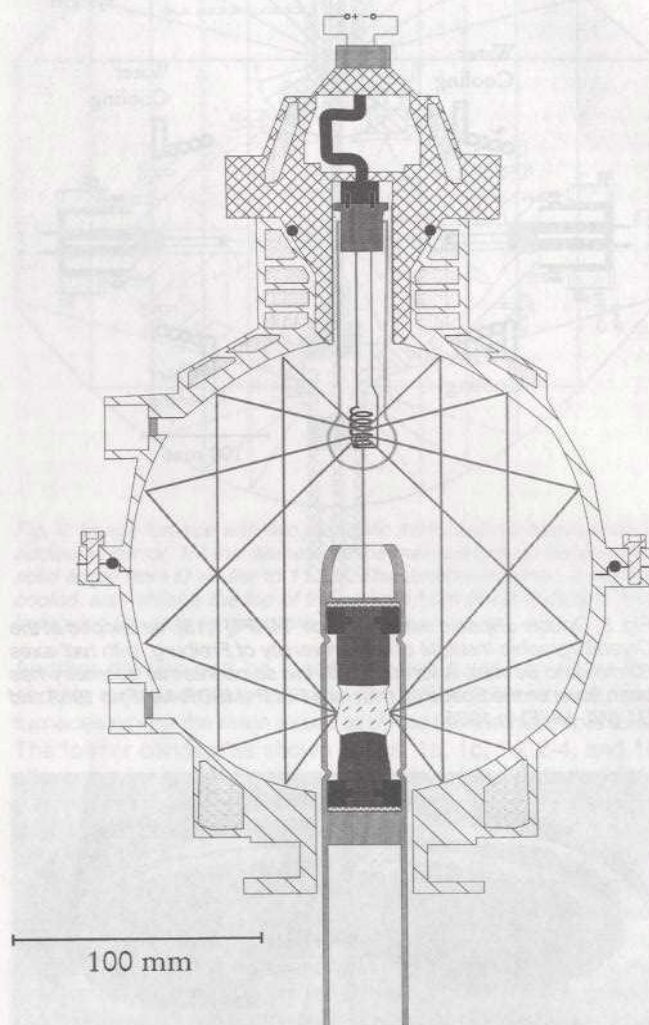


Fig. 10: Paraboloid – ellipsoid mirror furnace (MEDEA-ELLI, 2nd version) developed by the aerospace company DASA (formerly Dornier). The foci of the two outer paraboloids coincide with the foci of the center ellipsoid. The lower focus is an annulus of  $20 \text{ mm } \varnothing$ . This furnace was successfully used on the Spacelab mission D2 in 1993 and, under the name CFZF, on the SPACEHAB-4 mission in 1996. See also [20].

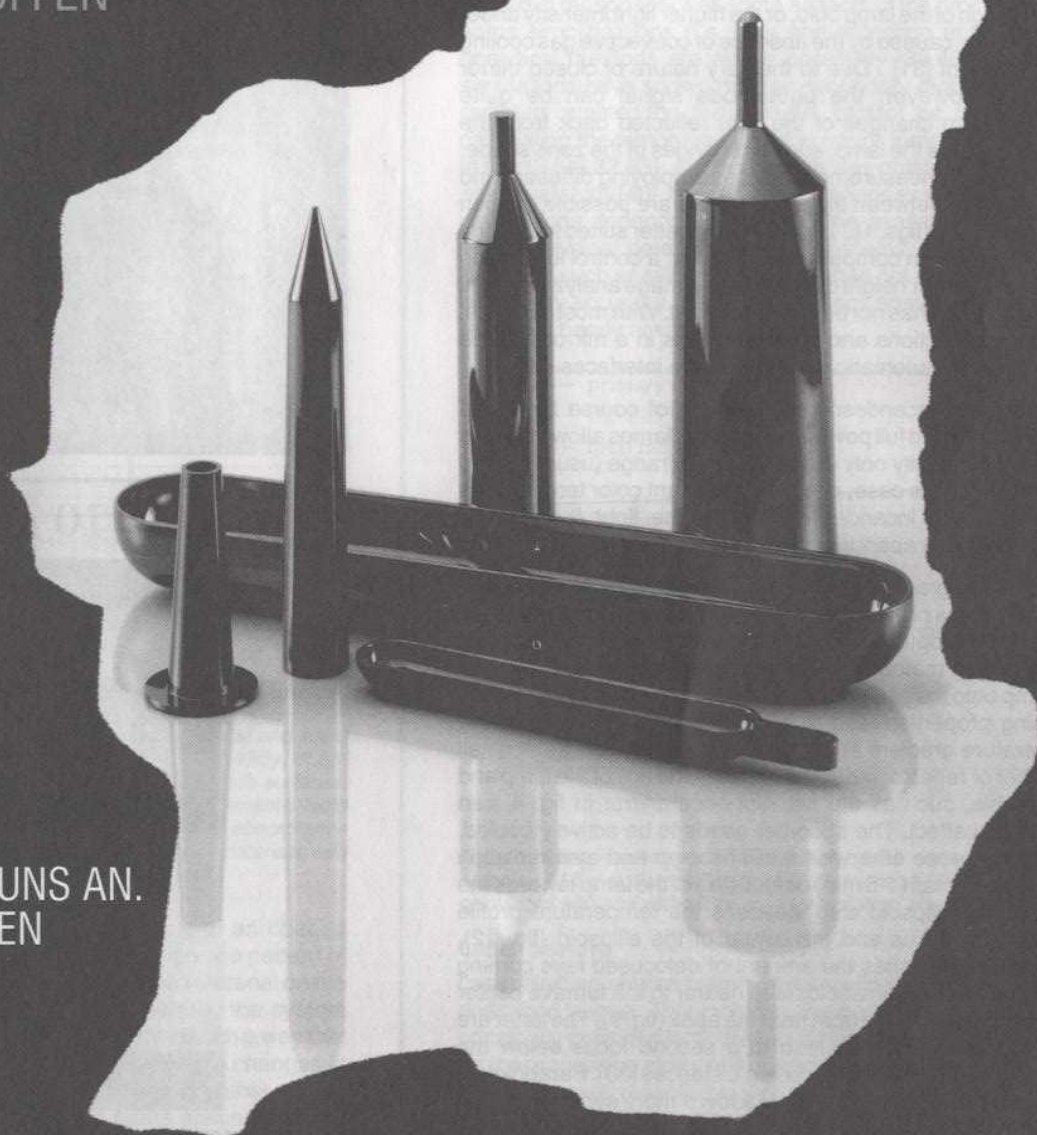
A disadvantage of mirror furnaces is the fact that temperature measurements during growth are quite difficult. The temperature in the heating elements (i.e. the lamps) is only indirectly related to the sample temperature, and contactless measurement of the sample temperature by pyrometry is virtually impossible due to the much higher level of light reflected versus radiation emitted from the sample [1, 2]. Theoretically, pyrometric measurements can be made by using light sources emitting only a line spectrum, but at higher power such lamps (e.g. metal vapor lamps) also emit a partially continuous spectrum due to the high temperatures. Any filters between lamp and sample would need active cooling, because otherwise they would also heat up and emit thermal radiation. The same argument holds for measuring in the far infrared where the radiation from the lamp is cut off by the fused quartz bulbs. In addition, this would exclude any ampoules or fused quartz tubes around the sample or fused quartz/glass windows in the furnace. A chopper in front of the lamps is also not practical.



# SIGRADUR



TIEGEL UND BOOTE AUS GLASARTIGEM  
KOHLENSTOFF - **DIE** ALTERNATIVE ZU  
METALLISCHEN UND  
KERAMISCHEN  
WERKSTOFFEN



RUFEN SIE UNS AN.  
WIR BERATEN  
SIE GERNE.



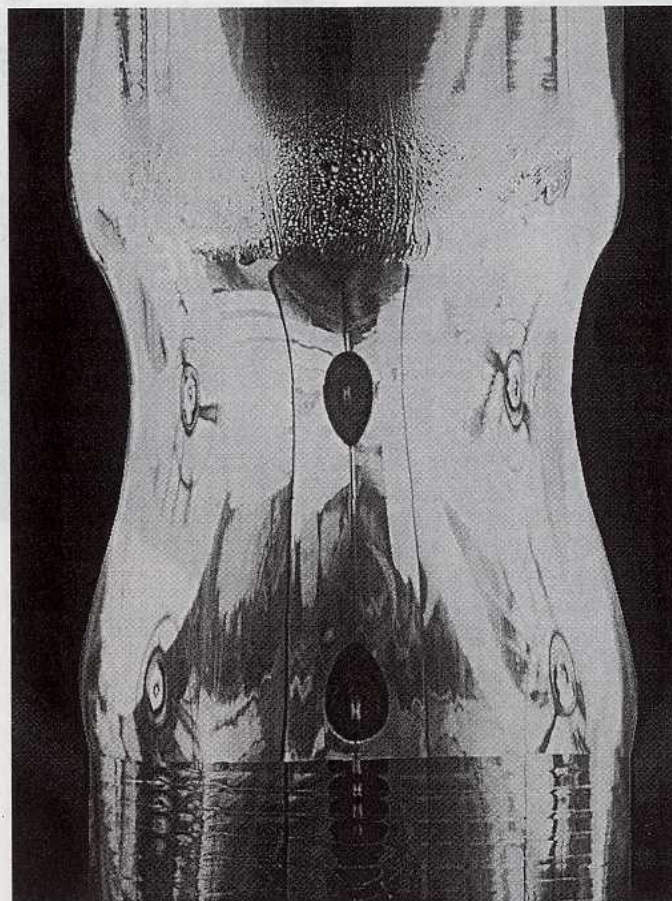
HTW HOCHTEMPERATUR-WERKSTOFFE GMBH • GEMEINDEWALD 41 •  
86672 THIERHAUPTEN • TELEFON 08271-8186.0 • TELEFAX 08271-7372

Information on the temperature field can be obtained from special samples with incorporated temperature sensors, and from numerical simulations. Feedback control of image furnaces is thus quite uncommon; in the case of floating-zone growth, the zone is usually controlled by visual observation of the sample and manual regulation of the power. If automatic processing must be used as in unmanned space flights, an optimum parameter set (power/translation/rotation) is first established by simulations, measurement samples, and test runs, and then executed automatically. A control loop regulates either the lamp power (or voltage if the lamp resistance can be assumed to be time independent) or the light intensity measured by photodiodes pointing at the filament. Light intensity control takes into account changes of the light output not only related to voltage fluctuations and filament resistance, but also to the discoloration of the lamp bulb, or the higher light intensity under microgravity, caused by the absence of convective gas cooling of the filament [31]. Due to the very nature of closed mirror furnaces, however, the photodiode signal can be quite susceptible to changes of the light reflected back from the sample towards the lamp, such as changes of the zone shape. Light intensity measurement devices employing diffusers and beamsplitters between the mirror shells are possible in open mirror furnaces (figs. 1c, 1d, 4), and are better suited for control [16]. With modern computing techniques, a control loop using the zone shape or height determined by image analyzers might be possible, but has not been reported yet. With most samples, the many reflections and backreflections in a mirror furnace (fig. 11) make automatic detection of the interfaces difficult.

The power of incandescent lamps can of course be varied between zero and full power, but most arc lamps allow changes of the light intensity only in a small power range (usually 3/4 to full power). In this case, or when a constant color temperature is desired with incandescent lamps, the light flux can be controlled by an aperture in certain geometries (fig. 1d, [16]).

Temperature gradients in the sample are mainly determined by the geometries of the furnace, the filament, and the sample, as well as by the optical and thermal coefficients of the solid and liquid sample material. As an example, the direct radiation of the lamp onto the sample top in monoellipsoid furnaces and the focusing properties lead to a considerable flattening of the temperature gradient at the upper interface (fig. 12). A small absorber or reflector mounted between the tips of the lamp and the sample, such as the hemispherical mirror in fig. 4, can reduce this effect. The absorber needs to be actively cooled, though, because otherwise it will heat up and emit radiation itself [32]. A small (1-5 mm) defocusing of the lamp towards the apex of the ellipsoid also steepens the temperature profile between the focus and the center of the ellipsoid (fig. 12), because it diminishes the amount of defocused rays coming from parts of the filament located nearer to the furnace center in favor of rays coming from near the apex (fig. 9). The latter are better focused, but can lead to a second focus below the original one for certain defocusing distances [33]. Paraboloidal mirrors with moderate curvature allow a more symmetric axial gradient than ellipsoidal ones at the expense of efficiency. Trying to get the best of both concepts, a closed mirror furnace using a combination of two paraboloids and an ellipsoid with common foci (fig. 10) has been built by the aerospace company DASA [20]. It was successfully used on the Spacelab mission D2 (STS-55) in 1993 for the floating zone growth of GaAs crystals (mp: 1238 °C) with 20 mm diameter at 600 W lamp power [28,30], and for several other materials on the SPACEHAB-4/STS-77 mission in 1996.

Temperature gradients are also determined by the reflectance, transmittance and emittance values of the materials in relation to the radiation spectrum on one hand and by thermal conductivities, dimensions, convection and the latent heat of



10 mm

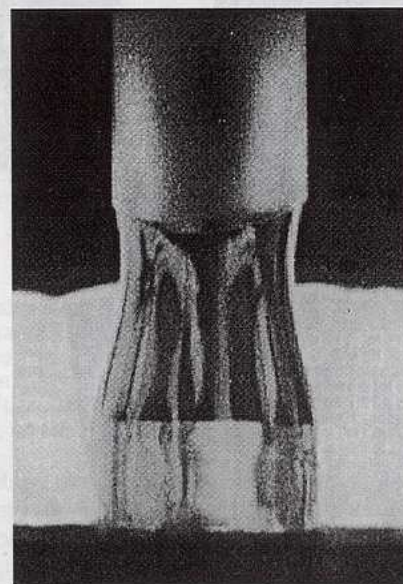


Fig. 11: Floating zones in a double ellipsoid mirror furnace. Top: silicon (mp. 1410 °C), diameter 12 mm, power 850 W. Bottom:  $Gd_3Ga_5O_{12}$  (GGG = Gadolinium Gallium Garnet, mp: 1767 °C), 4 mm diameter, with passive afterheater (bottom), power 1200 W (from [65]). Note the much higher reflectivity of the Si melt zone and the dark color of the garnet melt zone.

melting/solidification on the other hand. It should be noted, however, that the position of the temperature maximum in monoellipsoid mirror furnaces, sometimes called "thermal focus", is usually not located at the geometric focus, but a few mm towards the center of the ellipsoid.

One important peculiarity of radiation heating, especially image furnaces and laser heating systems, is the feedback between

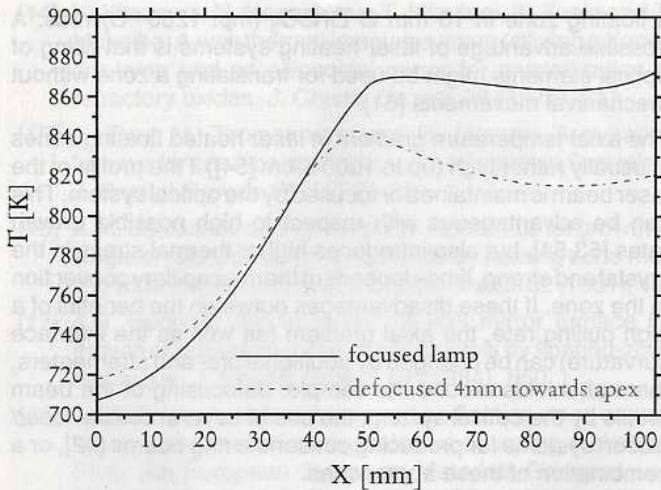


Fig. 12: Numerical simulations of the axial temperature profiles in a graphite sample of 15 mm diameter and 140 mm length in the ELLI furnace (fig. 2) with the A708 lamp (fig. 8 left) at 100 W. The conductive and convective heat transport by the furnace atmosphere (argon) is taken into account, from [32,33]. See also footnote <sup>b</sup>.

the heating power absorbed and the change of absorption and reflection coefficients upon melting. For some materials, these coefficients change considerably at the melting point (table 1): In fig. 11 one can easily see the substantial increase of the reflectivity of silicon and of the absorption coefficient (color change) of GGG upon melting, respectively.

Material (Wavelength)	$r_s$	$r_l$	$\epsilon_s$	$\epsilon_l$	$\alpha_s$ [ $\text{mm}^{-1}$ ]	$\alpha_l$ [ $\text{mm}^{-1}$ ]	Ref.
Si (VIS)	0.38	0.72	0.60	0.28			[35]
Ge (VIS)	0.35	0.82	0.65	0.18			[62]
Fe (650nm)	0.65	0.63	0.35	0.37			[63]
Au (650nm)	0.86	0.78	0.14	0.22			[63]
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /Sapphire(633nm)	0.04	0.06			0.01-0.1	0.5	[56]
Y <sub>3</sub> Al <sub>5</sub> O <sub>12</sub> /YAG(633nm)	0.07-0.08	0.09			0.083-0.111	2	[56]

Table 1: Optical material parameters in the solid (index s) and liquid (index l) state for several materials. r: reflectivity,  $\epsilon$ : emissivity,  $\alpha$ : absorption coefficient. The  $\epsilon_s$  and  $\alpha_s$  values are for smooth surfaces. Value ranges indicate temperature dependent measurements. Note that the absorption coefficient is used here, not the absorptance equivalent to the emittance (= emissivity for opaque materials with smooth surfaces). VIS: visible range of the spectrum.

The first case, i.e. the increase in reflectivity of an opaque substance upon melting, leads to the formation of a pattern of crystallographically oriented droplets and solid material on the surface at melting temperature [34-36]. By this, the system adjusts the macroscopic average reflectivity in such a way that the melting temperature is maintained despite the changes in absorption coefficient at the phase transition. In other words, between the point where the surface starts melting and the point where the whole surface is molten, a substantial increase in heating power is necessary to allow for the reduction of the absorptivity, in addition to the latent heat required. The droplets at the interface are not stable, but move and coalesce in the temperature gradient due to surface tension effects, and due to gravity. This often gives the impression, especially with high translation rates at the feed rod interface, that the material is "boiling", and can introduce some irregular vibrations of the zone. These effects are enhanced for materials where superheating of the solid is possible, such as many semiconductors [37]. Apart from the movements, this change of reflectivity is advantageous in general in that it leads to a self-stabilization of the system; it damps the effect of a

perturbation or an asymmetry of the radiative flux, unavoidable in real systems, on the energy flux into the sample (i.e. on the zone height and shape, the temperature distribution).

Materials with a higher absorption coefficient of the melt than of the solid such as many oxides show the opposite effect. Upon the formation of the melt zone, the power must be decreased, and asymmetries in the external radiation/temperature field can be amplified considerably. Constant attention is necessary for the control of these melt zones.

The complex interplay between the different material parameters, temperatures, convective flows and the geometry leads to difficulties in determining the temperature fields in mirror furnaces. Due to the recent progress in computing, numerical simulations by finite element methods are now able to predict reasonably well some aspects of the process<sup>b</sup>). With some simplifications (i.e. only one reflection at the mirror), analytical methods are also a possibility [39,40]. Numerical simulations have shown that the secondary radiation, i.e. the radiation emitted by the sample, cannot be neglected in calculating the temperature field in mirror furnaces, as shown in fig. 13 [26,32,33]. A similar result was obtained by a recent analytical study [40]. Numerical simulations as well as analytical calculations depend, however, on the availability of reliable thermophysical data. For a lot of systems, even wellknown materials such as silicon, these are often not available with the necessary accuracy. Therefore, a check against experimental results is nearly always necessary.

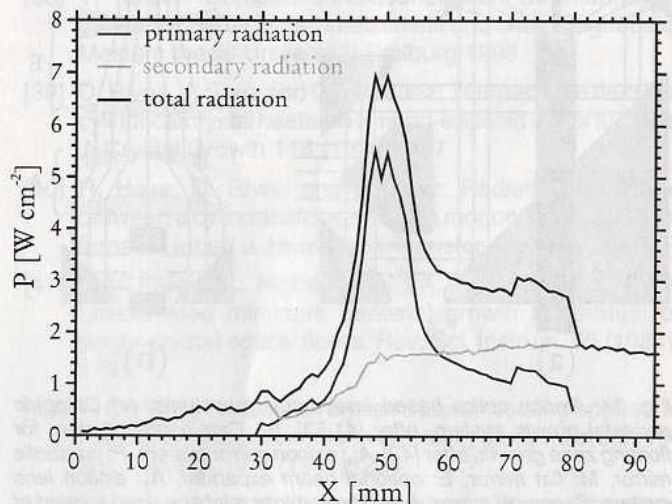


Fig. 13: Axial incident power distribution at the surface of a GaSb sample of 10 mm diameter in the ELLI furnace at 90 W total power, calculated with and without secondary radiation. From [32].

**Laser heating**

Laser heating shares many aspects with the image furnaces described above. This includes the good visual control, the principally unlimited temperature range, no general limitations for the processing atmosphere, and the effects associated with the change of reflectivity and absorption coefficient at the melting point. Due to their monochromatic nature, and in contrast to mirror furnaces, laser heaters allow straightforward pyrometric temperature measurements. Secondary radiation does not influence the temperature profile considerably unless radiation shields are used. Automatic diameter control, e.g.

<sup>b</sup>) The results in [32,33,38] were obtained by combining a program (ELLI, see [33]) calculating the radiation field of the mirror furnace (including secondary radiation, multiple reflections, diffuse reflections, wavelength as a function of the reflectivity) with the commercial finite element program FIDAP™ for a global numerical simulation of the temperature field in the furnace, including the heat conductivity of the furnace atmosphere.

with a second laser at a different wavelength [41], is also easier than in mirror furnaces. The energy efficiency of laser furnaces is not as good as that of mirror furnaces, starting with a low electrooptical conversion efficiency, e.g. 10% for a CO<sub>2</sub> laser [42]. The available optical power is then further reduced in the optical system (beam expander, mirrors) by reflection and absorption losses. Typically, 4-10 optical surfaces are necessary in advanced systems. Additional pre- and afterheaters are sometimes used to reduce the necessary laser power. Although all types of lasers providing the power at an appropriate wavelength might be used, the cw CO<sub>2</sub> laser with a wavelength of 10.6 μm is the predominant type. This is due to the fact that oxides, the material group where laser heating furnaces are most often applied, are opaque at this wavelength. The same reason, however, precludes the use of this laser when standard ampoule or tube materials (SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) are employed as sample containment. Therefore lasers with wavelength in the VIS or near IR, such as YAG-Nd<sup>3+</sup> lasers with  $\lambda = 1.06 \mu\text{m}$ , are also utilized.

The use of lasers for floating-zone growth started in 1969 with the growth of ruby crystals by Eickhoff and Gürs [43] and has continued over the years, see e.g. references [44-52]. The main application in recent years has been for pulling optical single crystal fibers by the pedestal method, e.g. [41,53-59].

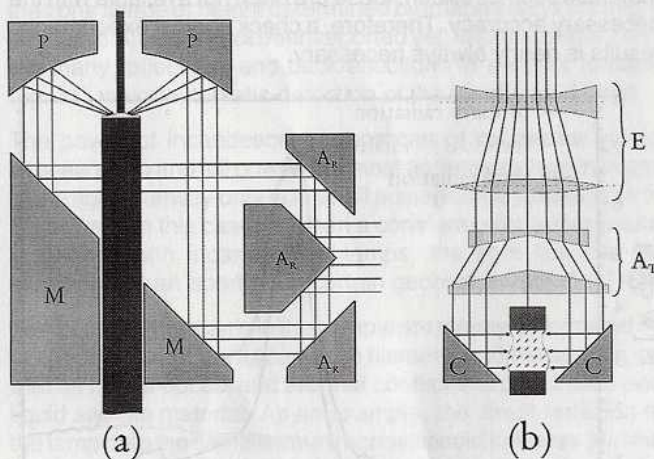


Fig. 14: Axicon optics based laser heating systems. (a) Catoptric pedestal growth system, after [41,53]. (b) Catadioptric system for floating zone growth, after [42]. A<sub>R</sub>: axicon mirror system, P: parabolic mirror, M: flat mirror, E: optional beam expander, A<sub>T</sub>: axicon lens system, C: conical mirror. A parabolic mirror might be used instead of the conical one (and vice versa), depending on the desired radiation distribution.

Early designs employed a single laser or several lasers directed at the zone (sometimes with beamsplitter and mirrors, see e.g. [44]), resulting in strongly asymmetric temperature profiles. For a good rotational symmetry, axicon optics as shown in fig. 14 are employed [42,53]. A catoptric focusing system as in fig. 14 a does not pose any difficulties for cooling the optical elements and, at the CO<sub>2</sub> laser wavelength, more materials than the ones listed in fig. 7 are available as mirrors (e.g., molybdenum has a reflectivity of 98% at this wavelength). Another possibility is the use of a catadioptric system as shown in fig. 14b. The refractive elements can be made of GaAs, ZnSe (Itran4) for  $\lambda = 10.6 \mu\text{m}$ ; Si or Ge are not suitable for high power CO<sub>2</sub> lasers due to absorption bands (Si) or thermal runaway (Ge) [60]. The high refractive index of these materials (e.g.  $n=2.43$  for ZnSe,  $n=3.28$  for GaAs at 10.6 μm) leads to a considerable loss of power by reflection (17% for ZnSe) and makes antireflection coatings a necessity. An analysis by Carlberg [42] showed that in a typical setup only 50% of the power leaving the laser is absorbed by the sample (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), and, in another example, 900 W of electrical power (equivalent to 58 W laser power reaching the sample) were needed to form

a floating zone in 10 mm Ø LiNbO<sub>3</sub> (mp: 1260 °C) rods. A possible advantage of laser heating systems is that tilting of optical elements might be used for translating a zone without mechanical movements [61].

The axial temperature gradient in laser heated floating zones is usually rather high (up to 1000 K/cm [54]) if the profile of the laser beam is maintained or focused by the optical system. This can be advantageous with respect to high possible growth rates [53,54], but also introduces higher thermal stress in the crystal and strong, time-dependent thermocapillary convection in the zone. If these disadvantages outweigh the benefits of a high pulling rate, the axial gradient (as well as the interface curvature) can be changed by additional pre- and afterheaters, thermal shields around the sample, defocusing of the beam profile by the optical system, the use of several coaxial laser/axicon systems for producing concentric ring beams [42], or a combination of these approaches.

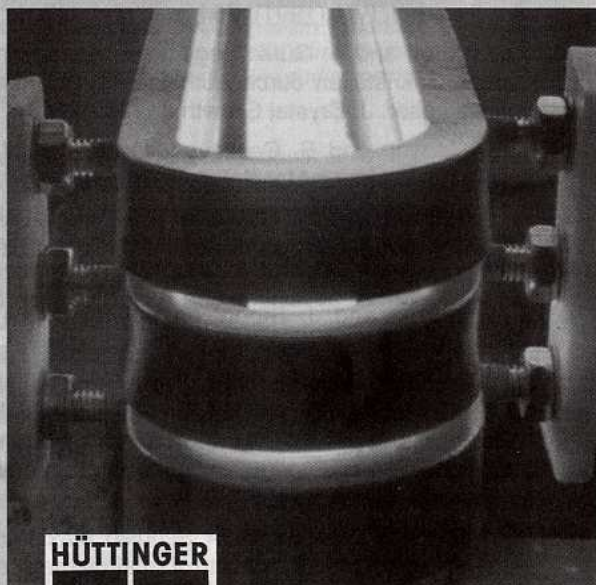
## References

- [1] A. Eyer and H. Zimmermann: Flüssig- und Gaszonenkristallisation unter Schwerelosigkeit/Zone crystallization under zero gravity. Abschlußbericht/Final Report BMFT-FB W 77-12 (1977)
- [2] A. Eyer, H. Leiste, M. Schuhmacher and H. Walcher: Entwicklung von Kristallisationsexperimenten für SpaceLab: Silizium (E1), CdTe (D1), ZnS (D1)/Bau und Erprobung einer Monoellipsoidspiegelheizanlage//Preparation of crystal growth experiments in Spacelab: Silicon (E1), CdTe(D1), ZnS(D1)/ Construction and test of a single ellipsoid mirror heating facility. Forschungsbericht/Final Report BMFT-FB- W81-023 (ISSN 0170-1339)
- [3] L.R. Weisberg and G.R. Gunther-Mohr: Radiant energy heater. Rev. Sci. Instr. 26 (1956), 896
- [4] F.J. Baum: Radiant energy zone heating unit. Rev. Sci. Instr. 30 (1959), 1064
- [5] C. Kooy and H.J.M. Couwenberg: Zonenschmelzen von Oxiden im Kohlebogenstrahlungsofen. Philips Techn. Rundschau 23 (1961/62), 143
- [6] W.G. Field and R.W. Wagner: Thermal imaging for single crystal growth and its application to ruby. J. Crystal Growth 3-4 (1968), 799
- [7] T. Akashi, K. Matsumi, T. Okada and T. Mizutani: Preparation of ferrite single crystals by new floating zone technique. IEEE Trans. Mag. 5 (1969), 285
- [8] D. Trivich and G.P. Pollack: Preparation of single crystals of cuprous oxide in an arc image furnace. J. Electrochem. Soc. 117 (1970), 344
- [9] M. Saurat and A. Revcolevschi: Preparation by the floating zone method, of refractory oxide monocrystals, in particular gallium oxide, and study of some of their properties. Revue Internationale des Hautes Temperatures et des Refractaires 8 (1971), 291
- [10] R.T. Cox, A. Revcolevschi and R. Collongues: Growth of an O<sup>17</sup> enriched Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> crystal by a floating zone technique. J. Crystal Growth 15 (1972), 301
- [11] P.A. Arsenjew, M.N. Baranow, E.F. Kustow and K. Bienert: Zur Züchtung von Einkristallen nach der Methode des optischen Zonenschmelzens. Experimentelle Technik der Physik 21 (1973), 289
- [12] P.A. Arsenjew, M.N. Branow, K. Bienert and E.F. Kustov: Zur Züchtung von Einkristallen oxidischer Verbindungen für die Quantenelektronik nach der Methode des optischen Zonenschmelzens. Kristall und Technik 8 (1973), 1113
- [13] T. Mizutani, K. Matsumi, H. Makino, T. Yamamoto and T. Kato: Single crystal growing apparatus using infrared heating. NEC Res. and Dev. 33 (1974), 86

- [14] K. Kitazawa, N. Nagashima, T. Mizutani, K. Fueki and T. Mukaibo: A new thermal imaging system utilizing a Xenon arc lamp and an ellipsoidal mirror for crystallization of refractory oxides. *J. Crystal Growth* 39 (1977), 211
- [15] A. Eyer, H. Zimmermann and R. Nitsche: A radiation furnace for zone-crystallization experiments in Spavelab. *J. Crystal Growth* 47 (1979), 219
- [16] A.M. Balbashov and S.K. Egorov: Apparatus for growth of single crystals of oxide compounds by floating zone melting with radiation heating. *J. Crystal Growth* 52 (1981), 498
- [17] J.G. Bednorz and H. Arend: A 1kW mirror furnace for growth of refractory oxide single crystals by floating-zone technique. *J. Crystal Growth* 67 (1984), 660
- [18] T. Carlberg: A preliminary report on floating-zone experiments with germanium crystals in a sounding rocket. In: Proc. 5th European Symp. on Materials Sciences und Microgravity, Schloß Elmau 1984 (ESA-SP222), 367
- [19] T. Carlberg: Floating zone experiments with germanium crystals in sounding rockets. *Acta Astronautica* 13 (1986), 639
- [20] H. Lenski: Advanced facilities for crystal growth. *Microgravity Quarterly* 1 (1990), 47
- [21] K. Matsumoto, Y. Fujimori, M. Shimizu, R. Usami, T. Kusunose, H. Kimura, M. Ohyama, S. Ishikura, H. Nishida, N. Negishi and S. Kawabata: Telescience testbed examination aboard japanese experiment module (JEM): Life and material science experiments. *Acta Astronautica* 27 (1992), 167
- [22] G. Balakrishnan, D.McK. Paul, M.R. Lees, A.T. Boothroyd: Single crystal growth of Bi<sub>2</sub>Sr<sub>2</sub>CaCu<sub>2</sub>O<sub>8</sub> using an infrared image furnace. *Physica C* 206 (1993), 148
- [23] S.F. Ray: Applied photographic optics. (Focal Press, London 1988)
- [24] M.C. Davidson and L.R. Holland: Narrow zone heating by a new radiation focusing technique - toroidal ellipsoid furnace. *Rev. Sci. Instrum.* 49 (1978), 1156
- [25] D.H.H. Quon, S. Chehab, J. Aota, A.K. Kuriakose, S.S.B. Wang, M.Z. Saghir and H.L. Chen: Float zone crystal growth of bismuth germanate. *Microgravity Quarterly* 3 (1993), 135
- [26] I. Kramer, D. Langbein and M. Harr: Study on possible improvements of the performance of the automatic mirror heating facility (AMF). ESA Contract Report, Contract No. 6065/84/NL/ PR(SC) (Battelle, Frankfurt 1985)
- [27] A.N. Danilewsky, S. Lauer, G. Bischofink and K.W. Benz: Long term crystal growth under microgravity during the EURECA-1 mission (I) THM growth of Al<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>Sb. *Cryst. Res. Technol.* 31 (1996), 11
- [28] A. Cröll, A. Tegetmeier, G. Nagel and K.W. Benz: Floating-zone growth of GaAs under microgravity during the D2-mission. *Cryst. Res. Technol.* 29 (1994), 335
- [29] A. N. Danilewsky, G. Nagel and K.W. Benz: Growth of GaAs from Ga solution under reduced gravity during the D2-mission. *Cryst. Res. Technol.* 29 (1994), 171
- [30] F.M. Herrmann and G. Müller: Growth of 20mm diameter GaAs crystals by the floatingzone technique with controlled As-vapour pressure under microgravity. *J. Crystal Growth* 156 (1995), 350
- [31] A. Eyer, H. Leiste, M. Schuhmacher and H. Walcher: Entwicklung von Kristallisationsexperimenten für Space-lab: Silizium (E1), CdTe (D1), ZnS (D1)/Bau und Erprobung einer Monoellipsoidspiegelheizanlage - Phase 2II Preparation of crystal growth experiments in Spavelab: Silicon (E1), CdTe(D1), ZnS(D1)/Construction and test of a single ellipsoid mirror heating facility phase 2. Forschungsbericht/Final Report BMFT-FB-W84-045 (ISSN 0170-1339)
- [32] T. Watson: Simulation der Temperaturprofile bei der Kristallzüchtung von Halbleitern in einem Monoellipsoid-Spiegelofen. Masters thesis Universität Freiburg i. Br. 1994
- [33] P. Dold: Einflüsse statischer und dynamischer Magnetfelder bei der Kristall-züchtung aus Metall- und Halbleiterschmelzen. Ph. D. thesis Universität Freiburg i. Br. 1994
- [34] G.K. Celler, K.A. Jackson, L.E. Trimble, McD. Robinson and D.J. Lischner: Faceted melting and superheating of crystalline Si irradiated with incoherent light. In: Proc. Energy Beam-Solid Interactions and Transient Thermal Processing Symp., Boston 1983, Eds. J.C.C. Fan and N.M. Johnson (North-Holland, New York 1984), 409
- [35] G.K. Celler, L.E. Trimble and Lynn O. Wilson: Kinetics of radiative melting of Si. In: Proc. Energy Beam-Solid Interactions and Transient Thermal Processing Symp., Boston 1984, Eds. D.K. Biegelsen, G.A. Rozgonyi, C.V. Shank (Mat. Res. Symp. Proc. Vol. 35 1985), 635
- [36] K.A. Jackson and D.A. Kurtze: Instability in radiatively melted silicon films. *J. Crystal Growth* 71 (1985), 385
- [37] H. Wenzl, A. Fattah, D. Gustin, M. Mihelcic and W. Uelhoff: Measurements of the contact angle between melt and crystal during Czochralski growth of gallium and germanium. *J. Crystal Growth* 43 (1978), 607
- [38] T. Kaiser: Computersimulationen von Strömungsvorgängen in Halbleiterschmelzen mit und ohne Magnetfeld. Masters thesis Universität Freiburg 1993
- [39] D. Rivas, J. Sanz and C. Vazquez: Temperature field in a cylindrical crystal heated in a mono-ellipsoid mirror furnace. *J. Crystal Growth* 116 (1992), 127
- [40] R. Haya, D. Rivas and J. Sanz: Radiative exchange between a cylindrical crystal and a monoellipsoidal mirror furnace. *Int.ed J. Heat Mass Transfer* 40 (1996), 323
- [41] M.M. Fejer, J.L. Nightingale, G.A. Magel and R.L. Byer: Laserheated miniature pedestal growth apparatus for single-crystal optical fibers. *Rev. Sci. Instrum.* 55 (1984), 1791
- [42] T. Carlberg and M. Levenstam: Laser-heating applied to microgravity experiments - a feasibility study. *Microgravity Sci. Technol.* IV/4 (1991), 254
- [43] K. Eickhoff and K. Gürs: Tiegelfreies Zonenschmelzen von Rubinkristallen durch Aufheizen der Schmelzzone mittels Laser. *J. Crystal Growth* 6 (1969), 21
- [44] D.B. Gasson and B. Cockayne: Oxide crystal growth using gas lasers. *J. Mat. Sci.* 5 (1970), 100
- [45] K. Takagi and M. Ishii: Growth of LaB<sub>6</sub> single crystals by a laser heated floating zone method. *J. Crystal Growth* 40 (1977), 1
- [46] C.A. Burrus and J. Stone: Growth of single crystal sapphire-clad ruby fibers. *Appl. Phys. Letters* 31 (1977), 383
- [47] R.W. Gurtler, A. Baghdadi, R.J. Ellis and J.A. Lesk: Silicon ribbon growth via the ribbonto-ribbon (RTR) technique: Process update and material characterization. *J. Electron. Mater.* 7 (1978), 441
- [48] K.M. Kim, A.B. Dreeben and A. Schujko: Maximum stable zone length in float-zone growth of small diameter sapphire and silicon crystals. *J. Appl. Phys.* 50 (1979), 4472
- [49] A.B. Dreeben, K.M. Kim and A. Schujko: Measurement of meniscus angle in laser heated float zone growth of constant diameter sapphire crystals. *J. Crystal Growth* 50 (1980), 126

- [50] D. Elwell, W.L. Kway and R.S. Feigelson: Crystal growth of a new tetragonal phase of  $\text{ScTaO}_4$ . J. Crystal Growth 71 (1985), 237
- [51] J.-C. Chen and C. Hu: Measurement of float-zone interface shape for lithium niobate. J. Crystal Growth 149 (1995), 87
- [52] J.-C. Chen and C. Hu: Measurement of the surface temperature distribution in the float zone of  $\text{LiNbO}_3$ . J. Crystal Growth 158 (1996), 289
- [53] R.S. Feigelson: Pulling of optical fibers. J. Crystal Growth 79 (1986), 669
- [54] R.S. Feigelson: Growth of single crystal fibers. MRS Bulletin XIII/10 (1988), 47
- [55] D.Y. Tang and R.K. Route: Growth of Barium Metaborate ( $\text{BaB}_2\text{O}_4$ ) single crystal fibers by the laser heated pedestal growth method. J. Crystal Growth 91 (1988), 81
- [56] D.O. Nason, C.T. Yen and W.A. Tiller: Measurement of optical properties of some molten oxides. J. Crystal Growth 106 (1990), 221
- [57] W.A. Tiller and C.T. Yen: Some consequences of a strong interface field-effect operating during the growth of  $\text{TiO}_2$ -alloy crystals from the melt. J. Crystal Growth 109 (1991), 120
- [58] J. Yangyang, Z. Shuqing, H. Yijing, Z. Hangwu, L. Ming and H. Chaoen: Growth of Lithiumtriborate (LBO) single crystal fiber by the laser heated pedestal growth method. J. Crystal Growth 112 (1991), 283
- [59] T. Imai, S. Yagi, Y. Sugiyama and I. Hatakeyama: Growth of potassium tantalate niobate single crystal fibers by the laserheated pedestal growth method assisted by a crystal cooling technique. J. Crystal Growth 147 (1995), 350
- [60] H.H. Karow: Fabrication methods for precision optics. (J. Wiley, New York 1993)
- [61] Kh.S. Bagdasarov, V.V. Dyachenko, A.M. Kevorkov and A. Kholov: Application of laser heating to crystal growth. In: Growth of Crystals, Vol. 13, Ed. E.I. Givargizov (Consultants Bureau, Plenum Publishing Corp., New York 1986), 364
- [62] R.K. Crouch, A.L. Fripp and W.J. Debnam: Thermophysical properties of germanium for thermal analysis of growth from the melt. In: Materials Processing in the Reduced Gravity Environment of Space, Ed. G.E. Rindone (Elsevier, Amsterdam 1982), 657
- [63] R.C. Weast and M.J. Astle (Eds.): CRC Handbook of Chemistry and Physics. 62nd Ed. (CRC Press, Boca Raton, FL 1981)
- [64] H. Naumann and G. Schröder: Bauelemente der Optik. 5th Ed. (Hanser, München 1987)
- [65] R. Geray: Zonenschmelzen von Gadolinium-Gallium Granat in einem Doppelellipsoidspiegelofen mit Halogenlampenbeheizung. Masters thesis, Universität Freiburg i. Br. 1984
- [66] Four mirror type optical floating zone furnace. Crystal Systems Inc., Technical Report FZ-E-002

# HÜTTINGER



HÜTTINGER



Hüttinger Elektronik GmbH + Co. KG,  
Elsässer Strasse 8, D-79110 Freiburg im Breisgau  
Tel.: +49-761-89 71-0, fax: +49-761-89 71-150  
email: info-ec@huettinger.com, Internet: <http://www.huettinger.com>.

## Spitzentechnologie der Induktionserwärmung

Mit verschiedenen Baureihen von Mittel- und Hochfrequenzgeneratoren bietet **HÜTTINGER** das ganze Anwendungsspektrum der Induktionserwärmung.

Ob für klassische Erwärmungsaufgaben, Umformtechnik, Kristallzucht, Halbleiterindustrie, Verpackungstechnik fürs Pulverbeschichten, Trocknen, Gettern oder für die Plasmatechnik, garantiert modernste Halbleitertechnik, geringsten Platzbedarf bei sparsamem Energie- und Kühlwasserverbrauch.

TRUMPF

TRUMPF Gruppe

## 5. Tagungsberichte

Jahrestagung in Freiburg 1997

### Light-scattering experiments during freezing and melting

J. Bilgram (ETH Zürich) berichtet über Untersuchungen von Vorgängen an der fest-flüssig-Phasengrenze beim Schmelzen und Erstarren verschiedener Substanzen. Hierzu werden ausgefeilte Lichtbeugungsverfahren verwendet. Ein eindrucksvolles Beispiel hierfür ist die in-situ-Bestimmung der lateralen Wachstumsgeschwindigkeit von Wachstumsflächen aus dem Doppler-verschobenen, an Wachstumsstufen gebeugten Licht. Bei Experimenten an Wasser, Salol (Salizylsäurephenylester), Cyclohexan und Xenon wird eine metastabile, teilweise geordnete Zwischenschicht (surface layer) beobachtet, die sich in ihren physikalischen Eigenschaften deutlich von der angrenzenden festen bzw. flüssigen Phase unterscheidet. Die gefundenen Korrelationslängen der Dichteschwankungen in dieser Schicht stimmen bei allen untersuchten Materialien überein und sind damit unabhängig von bulk-Eigenschaften wie Viskosität und Tripelpunkt.

### Experimental parameter studies of turbulent melt convection in the industrial Czochralski process

A. Seidl (Institut für Werkstoffwissenschaften, Erlangen) stellt Untersuchungen zum Temperatur- und Strömungsfeld in der Schmelze eines industriellen Si-Czochralski-Prozesses (8 - 12" Kristalle) vor. Bei genauen, zeitaufgelösten Temperaturmessungen an verschiedenen Positionen in der Schmelze werden u.a. periodischen Temperaturschwankungen beobachtet, die durch das Auftreten baroklinischer Strömungen erklärt werden können. In einem Längsschnitt durch die Schmelze werden Bereiche identifiziert, in denen das Strömungsfeld vor allem von der Tiegelrotation, der Kristallrotation, respektive dem Auftrieb bestimmt wird. Die Schmelze befindet sich in allen Bereichen in einem sog. 'soft turbulence state'.

C. Gross

### Defekterkennung mittels Lichtmikroskopie.

Herr Klöß von der Universität Jena zeigte in seinem an schönen Beispielen reichen Vortrag das große Potential auf, das die moderne Lichtmikroskopie bezüglich der Erkennung und Charakterisierung von Defekten in kristallinen Proben bietet. Die den Charakterisierungsmethoden zugrundeliegenden optischen Verfahren sind häufig schon verhältnismäßig lange bekannt, werden aber teilweise nur von einem geringen Teil der Materialwissenschaftler genutzt, so daß bereits die konsequente Anwendung der bereits bekannten optischen Arbeitsmethoden neue Charakterisierungsmöglichkeiten in sich birgt. Herr Klöß betonte zudem, daß die Kombination des klassischen Mikroskops mit dem Computer zu einer derartigen Verbesserung der Auswertemöglichkeiten geführt hat, daß hier von einer Revolution gesprochen werden kann. Besonders gilt dies natürlich für die rasternden Verfahren, die ohnehin erst durch den Computer in vernünftiger Weise anwendbar geworden sind.

An dieser Stelle soll auf den sehr lesenswerten Übersichtsartikel von Herrn Klöß zur Lichtmikroskopie im MB 63 (Mai 96) hingewiesen werden, in dem die Grundlagen der wichtigsten Arbeitsmethoden erläutert sind.

Herr Klöß versäumte es nicht, darauf hinzuweisen, daß die Lichtmikroskopie bei sehr feinen Strukturen wegen des limitierten lateralen Auflösungsvermögens nicht vorhandene Objekteigenschaften und Details vortäuschen kann und vor einer naiven Gleichsetzung der erzeugten Bilder mit der Realität gewarnt werden muß. Als Beispiel dienten Herrn Klöß Zwillingsstrukturen in einer isotropen Matrix, die bei polarisationsoptischer Betrachtung optisch anisotrop erscheinen kann.

### In situ-Beobachtung der Zwillingsbildung bei ZnSe.

Herr Schönherr vom MPI in Stuttgart berichtete über grundlegende Untersuchungen zum Wachstumsverhalten von ZnSe-Kristallen. Die in seinem Labor zur Perfektion entwickelte Methode zur Gasphasenzüchtung ermöglicht die in situ-Beobachtung der für ZnSe typischen Zwillingsbildung. Herr Schönherr kann so zeigen, daß die Zwillingsgrenzen stets an freien Wachstumsflächen entstehen, so daß thermische Verspannungen als Ursache ausgeschlossen werden können. Die Neigung von ZnSe zur Verzwilligung liegt vielmehr darin, daß die Zwillingsgrenzen als Generatoren von Wachstumsstufen fungieren und auf diese Weise die Wachstumsgeschwindigkeit bei gegebener Übersättigung erhöhen. Über den Zusammenhang zwischen Wachstumsgeschwindigkeit und Übersättigung bzw. Unterkühlung kann Herr Schönherr die zur Zwillingsbildung erforderliche Energie abschätzen. Es ergibt sich ein sehr niedriger Betrag, entsprechend einer Unterkühlung von weniger als 1K, so daß die Häufigkeit des Zwillingswachstums bei ZnSe verständlich wird.

### Züchtung von Gradientenkristallen nach dem „gradient projection“-Verfahren.

Herr Kleeßen von der Humboldt-Universität in Berlin stellte unter der Bezeichnung „Gradient Projection Method“ ein Verfahren zur Herstellung von Mischkristallen mit definierter Zusammensetzungsvariation entlang der Züchtungsrichtung vor. Solche Gradientenkristalle könnten als Röntgenmonochromatoren zum Einsatz kommen.

Die Besonderheit dieses Züchtungsverfahrens liegt darin, daß während des Kristallwachstums bei stetiger Änderung der Schmelzzusammensetzung die Übersättigung vor der Erstarrungsfront konstant gehalten wird. Dies geschieht durch eine geeignete Variation der Temperaturverteilung vor dem wachsenden Kristall gemäß den Vorgaben durch das Phasendiagramm. Züchtungsversuche nach der von Herrn Kleeßen beschriebenen Methode an den Systemen Bi-Sb und GaSb-InSb verliefen erfolgreich, so daß diese als ein vielversprechender Weg zur Herstellung abstimbarer Röntgenmonochromatoren angesehen werden kann.

### „Organothermalzüchtung“ von alpha6-Thiophen.

Vom Einstieg in ein ganz neues Gebiet der Kristallzüchtung berichtete Herr Kloc von der Universität Konstanz. Es ging hierbei um die sogenannte „Organo-Thermal“-Züchtung von alpha-Hexathiophen-Kristallen. Dabei wird der gelöste organische Stoff ähnlich wie bei der namensgebenden Hydrothermalzüchtung durch Temperaturabsenkung aus dem organischen Lösungsmittel auskristallisiert. Das Interesse an der Substanz alpha6T erklärt sich aus der Tatsache, daß hierfür beträchtliche Ladungsträgerbeweglichkeiten gemessen wurden und auch schon erste Filmtransistoren mit akzeptablen Schalteigenschaften realisiert werden konnten. Es scheint so die Möglichkeit einer alternativen IC-Architektur auf der Basis molekularer, organischer Elektronik-Elemente zu bestehen. Herr Kloc berichtete von den Arbeiten an ersten Entwicklungsschritten auf dem Weg zu einer solchen Technologie, der Suche nach einem geeigneten Lösungsmittel für die Substanz alpha6T und Untersuchungen zum Kristallisationsverhalten. Befriedigende Löslichkeiten wurden in Phenyl-Naphtalin oberhalb von 150° C gefunden. Das Wachstum der sich bei Abkühlung bildenden Kristalle wurde über den Jackson'schen alpha-Faktor charakterisiert.

F. Ritter

F. Sica, L. Esposito, G. Sorrentino, R. Berisio, L. Carotenuto, C. Raia, M. Rossi, V. Lamzin, K. Wilson und A. Zagari (Centre for the Study of Biocrystallography CNR und Department of Chemistry University of Naples, Microgravity Advanced Research & Support Center (MARS), Institute of Protein Bio-

chemistry and Enzymology CNR, European Molecular Biology Laboratory EMBL) berichteten über "Recent Results of Protein Crystal Growth in Microgravity".

Die Tagung begann Donnerstagvormittag mit einem Beitrag der italienischen Kristallzüchtungsgesellschaft. Frau Zagari stellte in ihrem anschaulich gestalteten Vortrag die jüngsten Ergebnisse der Proteinkristallzüchtung unter Mikrogravitation vor. Die gewünschten Einkristalle werden für Strukturuntersuchungen mit Hilfe von Röntgenanalyseverfahren benötigt. Die für die Lösungszüchtung verwendete Substanz war *Sulfolobus solfataricus* (SsADH), ein Protein an dem zusätzlich die Zwillingbildung studiert werden sollte. Die vorgestellten Experimente wurden der Space Shuttle Mission LMS Juni/ Juli 1996 durchgeführt.

Die im Weltraum gezüchteten Kristalle wurden 0,5–0,8 mm groß und weisen Zwillinge auf. Die am DESY durchgeführte Charakterisierung ergab eine deutlich verbesserte Kristallqualität im Vergleich zu den unter Laborbedingungen durchgeführten Experimenten.

M. Burianek und M. Mühlberg (Institut für Kristallographie Universität Köln) berichten über "Crystal growth of Boron Sillenite  $\text{Bi}_{24}\text{B}_2\text{O}_{39}$ ".

Der anschließende Vortrag beschäftigte sich mit der Herstellung von  $\text{Bi}_{24}\text{B}_2\text{O}_{39}$ . Die Auseinandersetzung mit dieser Verbindung wird motiviert durch seine möglichen piezoelektrischen und photorefraktiven Eigenschaften. Bei der Züchtung liegt die Problematik darin, daß neben  $\text{Bi}_{24}\text{B}_2\text{O}_{39}$  als weitere Phase  $\text{Bi}_4\text{B}_2\text{O}_9$  gebildet wird. Deswegen wurde eine genaue Bestimmung der Bi-reichen Seite des Phasendiagramms  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ - $\text{B}_2\text{O}_3$  mit DTA-Messungen durchgeführt. Als Züchtungsverfahren fanden die Czochralski-Methode und Top seeded solution growth (TSSG) Anwendung. Die Keime waren (100)-orientierte  $\text{Bi}_{12}\text{SiO}_{20}$ -Kristalle. Die Einwaage für das Czochralski-Verfahren besteht aus  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  und vorsynthetisierten  $\text{Bi}_4\text{B}_2\text{O}_9$ , da bei der Verwendung von  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  oder  $\text{H}_3\text{BO}_3$  durch die großen Dichteunterschiede keine homogenen Schmelze zustande kommt.

Als Ergebnis wurden  $\text{Bi}_{24}\text{B}_2\text{O}_{39}$ -Kristalle bis zu einer Größe von  $1 \text{ cm}^3$  gezeigt, die zum Teil noch Einschlüsse aufweisen.

S. Fiechter und Y. Tomm (Hahn Meitner Institut Berlin) berichteten über "Phase behaviour and homogeneity ranges of chalcopyrite-type compound semiconductors".

Herr Fiechter begann diesen Vortrag mit einer allgemeinen Einführung über die Chalkopyrite, ihre Struktur, Zusammensetzung und die Bandbreite der Energielücke. Im folgenden wurde vor allem das als Absorbermaterial für Dünnschicht-solarzellen geeignete  $\text{CuInS}_2$  (CIS) näher behandelt. Im ternären Phasendiagramm Cu-In-S wurde der Schnitt CuS - InS durch DTA-Messungen bestimmt. Bei der Untersuchung des Einflusses der Zusammensetzung auf die elektrischen Eigenschaften von CIS wurde bei einer Zugabe bis zu 10% CuS bzw. InS überraschenderweise lediglich eine Veränderung der Bandlücke festgestellt. Bei einem Vergleich der elektrischen Messungen mit theoretischen Berechnungen nach dem Modell von Phillips und van Vechten wurde eine gute Übereinstimmung festgestellt.

Ch. Hack

#### **M. Piechotka (ETH Zürich): On the way to understanding mechanisms of vapour growth: contribution from a space experiment**

In dem eingeladenen Vortrag berichtete Herr Piechotka über Untersuchungen zur Rolle des konvektiven Stofftransportes bei der Kristallzüchtung aus der Gasphase. Motivation für diese Arbeit war z.B. die Tatsache, daß bei der Gasphasenzüchtung von HgJ unterschiedliche Wachstumsraten für verti-

kale bzw. horizontale Ausrichtung der Züchtungsampulle gefunden wurden (JCG 146 (1995) 1). Im Gegensatz dazu gibt es Ergebnisse der Gasphasenzüchtung von CdTe, bei denen kein signifikanter Unterschied in der Wachstumsrate auftrat. Somit stellt sich die grundsätzliche Frage, ob die thermische Auftriebskonvektion bei der Gasphasenzüchtung unter niedrigen Drücken ( $p = 10 - 100 \text{ mbar}$ ) einen Beitrag zum Stofftransport liefert und darüber hinaus eine mögliche Ursache für das Auftreten von Defekten darstellt.

Untersucht wurde dieser Sachverhalt in der vorgestellten Arbeit am Materialsystem CdTe. Zur Züchtung wurden Quarzglasampullen verwendet, so daß mit Hilfe einer CCD-Kamera die kontinuierliche Beobachtung und Vermessung des wachsenden Kristalls möglich war. Betrachtet wurde im weiteren die Abhängigkeit der Wachstumsgeschwindigkeit von der Übersättigung für Züchtungen im Weltraum sowie unter Schwerkraft. Dabei wurde für hohe Übersättigungen unter Schwerkraft eine wesentlich höhere Wachstumsgeschwindigkeit gefunden als in der Schwerelosigkeit. Dieses Ergebnis wurde als eindeutiger Nachweis der Konvektion gewertet und somit die Erklärung für den deutlich erhöhten Stofftransport unter Schwerkraft geliefert. Ein kritischer Punkt bei der experimentellen Durchführung war die exakte Reproduktion der Bedingungen unter Schwerkraft und im Weltraum. Als Maß für die Vergleichbarkeit wurden die jeweils gemessenen Temperaturprofile herangezogen, wobei sich hier eine sehr gute Übereinstimmung zeigte. Eine genauere Analyse der Auswirkungen der Konvektion auf die thermischen Bedingungen und damit gekoppelt auf den Stofftransport erwartet man sich von Ergebnissen der numerischen Simulation (3D), die, wie das jüngste Beispiel von Rosenberger (JCG 7'96) zeigt, sehr präzise Aussagen über Strömungszustände liefern kann. Die Auswertung der Versuche im Hinblick auf einen Zusammenhang zwischen Konvektion und Defektbildung ist bisher noch nicht erfolgt, soll aber in der weiteren Behandlung des Themas stattfinden.

#### **R. Fornari (CNR-MASPEC Institute, Parma): Growth of semi-insulating InP with improved uniformity by a new double-crucible LEC method**

Herr Fornari stellte in seinem Vortrag eine neu entwickelte Variante des LEC-Verfahrens zur Züchtung von semiisolierenden InP-Kristallen mit verbesserter Homogenität vor. Semiisolierendes InP wird derzeit üblicherweise durch eine Dotierung des Materials mit Eisen hergestellt. Die semiisolierenden Eigenschaften beruhen dabei auf der Kompensation der flachen donatorischen Restverunreinigungen durch die tiefen Akzeptorniveaus des Eisens. Dabei ist in Abhängigkeit der Hintergrundverunreinigungen eine bestimmte Mindestkonzentration an Eisen erforderlich. Betrachtet man den effektiven Verteilungskoeffizienten von Eisen in InP, so liegt dieser in der Größenordnung von  $10^{-3}$ . Das bedeutet, daß sich das Eisen mit zunehmender Länge des Kristalls immer mehr anreichert, was zu einer starken axialen Inhomogenität der elektrischen Eigenschaften bis hin zur Bildung von Eisen-Ausscheidungen im Material führt. Um die starke Segregation des Eisens zu vermeiden, wurde ein Doppel-Tiegelverfahren verwendet, bei dem der Kristall aus einer im inneren Tiegel befindlichen, mit Eisen dotierten Schmelze gezogen wird. Der innere Tiegel ist über eine definierte Öffnung mit dem äußeren verbunden, über die undotierte InP-Schmelze nachgeführt wird, so daß die Aufkonzentration des Eisens im inneren Tiegel ausgeglichen wird. Bei den Versuchen wurde eine Abhängigkeit der Konzentration des Eisens im inneren Tiegel von dem Volumenverhältnis der beiden Tiegel zueinander sowie von den Abmessungen der Ausgleichsöffnung gefunden. Durch die Optimierung der Volumina der Tiegel, sowie der Geometrie der Verbindungskapillare konnten Kristalle mit sehr homogener axialer Eisenkonzentration gezüchtet werden. Darüber hinaus



### Impressionen vom offiziellen .....



### ..... und vom informellen Teil der Tagung



konnte aus den Versuchen mit verschiedenen Kapillargeometrien ein effektiver Diffusionskoeffizient für Fe in der InP-Schmelze von  $D = 7,5 \cdot 10^{-3} \text{ cm}^2/\text{s}$  ermittelt werden. Hinsichtlich der Kristallqualität (Zwillinge) und der Ausbeute (Einkristallinität) für das neu entwickelte Verfahren existieren jedoch noch Probleme.

#### **L. Fornasiero (Uni Hamburg): Czochralski growth of oxide crystals with melting points up to 2500 °C**

Das Thema des von Herrn Fornasiero präsentierten Vortrages war die Herstellung von Oxidkristallen mit hohen Schmelzpunkten für Laseranwendungen. Ausgangspunkt der Arbeiten war die Tatsache, daß die Oxide von Yttrium und Scandium wegen ihrer Dotierbarkeit mit Selten-Erd-Elementen sehr in-

teressant für Laseranwendungen sind. Schwierigkeiten bei der Herstellung der erforderlichen Einkristalle bereiten dabei die extrem hohen Schmelzpunkte dieser Materialien, die um die 2500 °C liegen. Bisheriger Ansatz zur Herstellung von Einkristallen waren tiegelfreie Verfahren wie z.B. das Verneuil-Verfahren. Dabei konnten jedoch nur Kristalle minderer Qualität gezüchtet werden. Im Rahmen der vorgestellten Arbeit wurde die Züchtung der hochschmelzenden Oxide aus Rheniumtiegeln nach dem Czochralski-Verfahren entwickelt. Die Untersuchung verschiedener Tiegelmaterialien ergab, daß Rhenium hinreichend stabil gegenüber den Oxidschmelzen ist. Beheizt wurden die Tiegel mit Hilfe von Hochfrequenz. Als Isolationsmaterial wurde ein spezieller Graphitfilz verwendet, der nicht an das Hochfrequenzfeld anknüpft. Mit dem so

entwickelten Verfahren konnten Kristalle aus  $Y_2O_3$  und  $YScO_3$  mit Ytterbium- und Neodym-Dotierung in einer Größe von ca. 10 mm im Durchmesser und 5 mm Länge gezüchtet werden. Die Kristallgröße ist derzeit durch den Tiegeldurchmesser begrenzt. Weitere Entwicklungsarbeiten sollen sich mit der Vergrößerung des Kristalldurchmessers sowie den Kristalleigenschaften wie z.B. Dotierstoffinhomogenitäten und Verspannungen beschäftigen.

M. Müller

#### **Inter-surface diffusion of Ga on GaAs non-planar substrate studied by microprobe-RHEED/SEM MBE**

Nishinaga, Yamashiki und Shen (Department of Electronic Engineering, University of Tokyo) berichten über ihre Arbeiten zur Kontrolle der Mikrofacettenbildung in III-V-Nanostrukturen. Da die Diffusion der Elemente der III. Hauptgruppe hierbei den wesentlichen Einfluß ausübt, untersuchen sie die Diffusion von Ga-Atomen zwischen angrenzenden Facetten in GaAs. Das Wachstum wird mittels RHEED und REM verfolgt. Die Richtung der Ga-Diffusion kann dabei an der Wachstumsform von Mesastrukturen abgelesen werden. Diese werden an der Oberseite von (001)- und an den Flanken von (111)-Facetten begrenzt. Ist die Ga-Diffusion von der (001)- zur (111)-Facette gerichtet, so wächst die Struktur in die Breite, ansonsten in die Höhe, wobei sich das (001)-Plateau verschmälert. Dies wird in einem Videofilm vorgeführt.

Insbesondere die Abhängigkeit der Ga-Diffusion vom As-Dampfdruck wird näher untersucht. Es zeigt sich, daß die Richtung der Ga-Diffusion sich mit steigendem As-Dampfdruck zweimal umkehrt. Für die erste Umkehrung, oberhalb der das Ga zur (111)-Facette hin diffundiert, wird verantwortlich gemacht, daß das Verhältnis der Lebensdauern der adsorbierten Ga-Atome an beiden Facetten sich umkehrt. Der zweite Übergang, oberhalb dessen das Ga wieder zur (001)-Facette hin diffundiert, fällt zusammen mit der Änderung der Oberflächenrekonstruktion der (111)-Facette.

A. Langsdorf

#### **Growth of InGaAs/GaAs on offcut substrates by MOVPE: influence on macrosteps and dislocations formation**

Der Einfluß der Lage des Substrates bei epitaktischem Wachstum führt zu kontroversen Ergebnissen. Zur Erhellung dieses Zusammenhangs zeigt C. Frigeri die Ergebnisse von TEM und Tieftemperatur-Photolumineszenz (PL) Untersuchungen an  $In_xGa_{1-x}As/GaAs$  Single Quantum Wells (SQW), die durch LP-MOVPE auf um  $2^\circ$  gegen (110) gekippten (100) GaAs Substraten gewachsen sind. An den Grenzschichten zeigen sich Makrostufen, entlang derer die In-Konzentration lateral auf Null abnimmt. Als Grund dafür wird ein „step-bunching“ Mechanismus angesehen, der eintritt, wenn die Wachstumsgeschwindigkeit von InGaAs auf InGaAs größer ist als die von InGaAs auf GaAs. Der laterale In-Konzentrationsgradient kann von einer geringeren Einbaurrate in die Makrostufen herrühren.

Die schlechte Qualität der SQW-Grenzflächen wird durch die PL-Untersuchungen bestätigt, wie an den FWHM-Werten gezeigt wurde.

Die hohe Dichte an misfit dislocations deutet auf eine erhöhte strain relaxation bei Wachstum auf gekippten Substraten, da sich das Verzerrungsfeld an den Makrostufen als wesentlich höher als im Rest der Schicht erweist.

M. Aigner

#### **Slip line generation on LEC-GaAs wafers during thermal processing: a FEM study**

M. Jurisch berichtet in seinem Vortrag über die Analyse von Gleitlinien in GaAs-Wafern. Die Gleitlinien entstehen bei thermischen Prozessen in der industriellen Fertigung z.B. beim

Tempern oder bei epitaktischem Wachstum. Bevorzugt bilden sich diese Versetzungslinien an Einschnitten, die zur Markierung der Waferorientierung dienen. Weiterhin werden die Gleitebenen durch thermische Verspannungen, Mikrorisse und externe Kräfte beeinflusst.

Durch Berechnung der anisotropen thermoelastischen Verspannung mit Berücksichtigung von Scherspannungen läßt sich ein kritischer Temperaturgradient für das Auftreten der Gleitlinien angeben. Experimentell wurden verschiedene Abkühlraten des Wafermaterials und deren Einfluß auf die Ausbildung von Gleitebenen untersucht. Die experimentell bestimmten kritischen Temperaturwerte stimmen mit den berechneten gut überein.

S. Nüttgens

#### **Trends and recent results in modelling of deposition process**

Maurizio Masi, (Politecnico di Milano) stellt in einem Übersichtsartikel aktuelle Trends und Entwicklungen im Modellieren von CVD-Prozessen vor. Für einen sinnvollen Modellierungsprozeß wird gefordert, daß er vom Modell zum Design des Equipment führt, den Prozeß simuliert und optimiert und letztendlich den Operateur trainiert. Gewünscht wird eine Kontrolle der Grenzflächenbildung, der Dotierkonzentration und der Form des Zuchtkörpers durch die Kontrolle der Gasphasentransportreaktion, der Gasphasenreaktion und der Oberflächenreaktion. Bis heute ungelöst ist es, die verschiedenen Längenskalen in einem Modell berücksichtigen zu können. Die Größe des Wafers beträgt einige cm, die Devicestruktur ist in  $\mu m$  und die Wachstumsrate bewegt sich in nm. Bestimmte Geometrien können für einzelne Prozesse in einem idealisierten Ofen in zwei Dimensionen bereits gut simuliert werden. Für ein durch den Massentransport gesteuertes Wachstum unter Berücksichtigung des Gasflusses kann die Wachstumsrate vorhergesagt werden. Im Eindimensionalen kann die Kohlenstoffdotierung in GaAs simuliert werden. Maurizio Masi strebt ein Kombination der Modelle, die durch den Massen bzw. chemischen Transport kontrolliert werden, an. Bis jetzt können noch keine Reaktordaten wirklich vorhergesagt werden.

#### **Growth, properties and application of CVD diamond**

W. Müller-Sebert (IAF Freiburg) stellt freistehende Diamantwafer her. Er diskutiert die thermischen und optischen Eigenschaften und speziell den Einfluß von Stickstoff auf Struktur, Morphologie, Wachstumsrate, optische Transmission und thermische Leitfähigkeit. Die Diamantwafer werden im Mikrowellenplasmareaktor mit 3 %  $CH_4$  in  $H_2$  mit einem Stickstoffanteil zwischen 0 - 50 ppm bei 220 mbar und 830 °C hergestellt. Entscheidend für die Qualität der gezeigten Schichten ist eine Vorbehandlung des Substrates mit Beschuß von Diamantkörnern. Die optische Transmission der hergestellten Schichten entspricht der natürlichen Diamants. Die Leitfähigkeit bei Zimmertemperatur ist wesentlich besser als die von Kupfer. Der Einfluß des  $N_2$ -Gehalts auf die Morphologie ist bekannt durch Arbeiten von R. Locher (et al., Appl. Phys. Letter **65** 34 (1994)). Weitere Untersuchungen zeigen, daß die Wachstumsgeschwindigkeit mit dem Stickstoffgehalt wächst (W. Müller-Sebert et al, Appl. Phys. Letter **68** 759 (1996)). Allerdings muß festgestellt werden, daß  $N_2$  Diamant färbt, bei einem Stickstoffanteil von 0 ppm ist Diamant durchsichtig, bei 5 ppm hellbraun und bei 15 ppm dunkelbraun. Die Inkorporationsrate von  $2 - 7 \cdot 10^4$  hängt von der Substratorientierung ab, das läßt vermuten, daß sich Stickstoff nicht in Diamant einbaut sondern sich lediglich an den Korngrenzen anlagert. Die Temperaturleitfähigkeit bei tiefen Temperaturen der stickstoffhaltigen Schichten ist reduziert. Mit der Zugabe von Stickstoff kann für den CVD-Diamanten ein stabiles Wachstum erreicht und die Wachstumsrate um den Faktor vier gesteigert werden. Die optische Transmission wird lediglich im sichtbaren Bereich

verschlechtert, im infraroten zeigt sich keine Veränderung. Auch wenn bei tiefen Temperaturen die thermische Leitfähigkeit abnimmt, bleibt sie bei Zimmertemperatur unbeeinflusst. Diamantwafer bis zu einer Dicke von 1,5 mm werden vorgestellt.

#### Structural features of carbon film selectively generated under non equilibrium conditions

**M. L. Terranova** (Università 'Tor Vergata' Roma) stellt Kohlenstoffschichten verschiedenster Morphologie aus unterschiedlichen Verfahren vor. Mit dem CVD-Verfahren und mit einer laserinduzierten Festkörperreaktion kann sie diamantartige und Diamantschichten herstellen. Als Substrat wird Ti, Ta,  $Ti_6Al_4V$ , Glas, Keramik und Glaskohle verwendet. Die Schichten werden aufgrund der Kohlenstoffbindungen, Verhältnis von  $sp^2$ - zu  $sp^3$ -Bindungen, klassifiziert. Außer dem Substratmaterial wird auch der  $CH_4$ -Anteil und die Substrattemperatur variiert. Sie findet in den Schichten abhängig vom Herstellungsprozeß Bereiche mit (100) orientierten Körnern, nanokristallinem Graphit und amorphem Kohlenstoff.

#### MOVPE growth of wide band-gap II-VI compounds for UV and deep-blue emitting devices

**N. Lovergine** (Università Lecce) stellt ZnS- und ZnSe-Schichten mit metallorganischer Gasphasenepitaxie (MOVPE) her. Hierfür muß die Züchtung mit MOVPE optimiert werden. Als Substrat wird (100) GaAs verwendet. Es wird mit einem metallorganischen Trägergas gearbeitet, die Wachstumsgeschwindigkeit wird in Abhängigkeit von Temperatur und Gasfluß bestimmt. Aufgrund des Misfit zwischen GaAs und ZnS treten viele Stapelfehler auf. Auch wenn die kristallographische Qualität der erzeugten ZnS- und ZnSe-Schichten nicht optimal ist, zeigen sie optisch sehr gute, scharfe exotherme Resonanzen vergleichbar mit Schichten, die mit anderen gängigen Verfahren, vor allem MBE, hergestellt wurden. Das klingt optimistisch für die bereits hergestellten ZnS/ZnSe-multiquantumwells auf GaAs, deren genauere Untersuchung noch aussteht.

B. Lommel

#### SiC single crystals for microelectronics

Den deutlich zu beobachtenden international und national steigenden Aktivitäten in der SiC-Elektronik und damit auch in der Kristallzüchtung Rechnung tragend, diente der eingeladene Vortrag von Herrn Winnacker (Uni Erlangen), der die bestehenden Forschungsprogramme und eigene neue, bemerkenswerte Ergebnisse aus der Erlanger Forschungsgruppe vorstellte:

Quantitative Veränderungen der Wachstumsrate, Markierung der Phasengrenze (Striations), insbesondere aber eine relativ abgeschlossene Erklärung der Micropipes.

Diese im  $\mu m$ -Bereich liegenden Baufehler sind noch immer neben Dimensionsfragen der Kristalle das Hauptproblem für den Züchter.

Auf der Grundlage der 1953 von Frank publizierten theoretischen Betrachtung zu Versetzungen kann man die Micropipes als Schraubenversetzungen mit sehr großem Burgersvektor deuten. Durch die bei dieser Größe aus energetischen Gründen notwendige Umordnung kommt es zu Hohlräumen mit großen Radien ( $\geq 50 \text{ \AA}$ ).

Weitere Resultate betreffen die zeitabhängige Wachstumsrate, die Messung von Eigenspannungen im gezüchteten Kristall, die Züchtung von Kristallen mit bestimmter Polytypie und abschließend eine kritische Diskussion weiterer Züchtungstechniken wie CVD-Hochtemperaturprozeß und die Züchtung aus der Lösung. Die Erlanger Gruppe befindet sich sicher auf einem guten Weg.

In der Fortsetzung einer Reihe erfolgreicher Arbeiten präsentierte Cröll u.a. eine Untersuchung zu

#### "Floating-Zone Growth of Silicon in strong axial Magnetic Fields".

Für eine freie Si-Zone konnte gezeigt werden, daß schon bei 220 mT die Bildung von Striations beträchtlich vermindert wird. Bei höheren Feldern sollen nahezu völlig striationfreie Kristalle wachsen.

Bei starken axialen Feldern ( $\sim 5 \text{ T}$ ) wird allerdings das Auftreten eines „core“ und eine neue Art von Striation beobachtet, die die Autoren durch Entstehen einer thermoelektrischen Konvektion durch thermoelektrische Ströme erklären. Ursache ist möglicherweise eine Seebeck-Spannung, ausgelöst durch Temperatur- und Konzentrationsgradienten an der Phasengrenze.

W. Schröder

#### Supraleiter und intermetallische Phasen

Einen eindrucksvollen Überblick über Strategien für die Suche nach neuen Hochtemperatur-Supraleiter-Verbindungen gab M. Marezio (MASPEC-CNR Parma). Charakteristisch ist das Auftreten von Schichten, innerhalb derer der Ladungstransport erfolgt, sowie einem Teil des Gitters, der selbst jedoch nicht am Ladungstransport beteiligt ist, jedoch wesentlich für die Stabilität sowie für die Erzeugung von Ladungsträgern in den supraleitenden Schichten ist. Es wurden die Oxocuprate mit der allgemeinen Formel  $(AO)_m(M'O)_2M''_{n-1}Cu_nO_{2+x}$  betrachtet. Die erste Strategie benutzt die Änderung interatomarer Abstände zur Bandverschiebung/Ladungsträgerdotierung ( $A = Bi, Hg, Tl; M = Ca, Sr, Ba$ ). Anstelle von äußerem Druck wird durch Substitution (z.B. Sr für Ba) chemisch die Kompression erzeugt. Bei der zweiten Strategie ist die Aufgabe zu lösen, solche Stapelfolgen synthetisch als Volumenphase zu erzeugen, die zuvor als einzelne Stapelfehler in bekannten Materialien mittels hochaufgelöster Elektronenmikroskopie aufgefunden wurden. Beide Wege führen zu zahlreichen neuen Phasen. Der Rekord von 164 K ist jedoch bisher nur unter hohem Druck (30 GPa) in Hg-1223 gemessen worden.

Einen Überblick über die Züchtung von Einkristallen und die supraleitenden Eigenschaften der Familie  $REBa_2Cu_3O_{7-x}$  gab T. Wolf (Karlsruhe). Für große RE-Ionen (wie La, Nd, Sm) besteht die Möglichkeit, in beträchtlichem Maße Ba-Plätze zu besetzen. Die Auswirkungen dieser Defekte sowie die damit korrelierende Fehlbesetzung im Sauerstoffuntergitter wurde an den hergestellten Kristallen untersucht. Die festgestellte Irregularität der Magnetisierungskurve sowie die hohen Irreversibilitätsfelder machen das Material physikalisch und für mögliche Anwendungen interessant.

Von P. Görnert et al. (Jena) wurde über Flüssigphasenepitaxie von  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  auf (110)  $NdGaO_3$  berichtet. Die geringe Halbwertbreite der Rockingkurve (0,2 bis 0,4°) und die geringe Zahl von Stapelfehlern („ $YBa_2Cu_4O_x$ -Struktur“, HRTEM) beweisen die gute Qualität der Schichten. Atomar glatte Terrassen sind wesentlich breiter als für PVD hergestellte Schichten.

Zum Thema Supraleiter sind einige Posterbeiträge hervorzuheben.

Die Substitution von Ca für Y in  $YBa_2Cu_3O_7$  wurde von M. Kläser et al. (Karlsruhe) in einem Posterbeitrag durchgeführt und die ausschließliche Besetzung von Y-Plätzen sowie die Verschiebung des Sauerstoffgehaltes am  $T_c$ -Maximum nachgewiesen.

Fortschritte im Verständnis des Kristallisationsprozesses sowie der Größe eindomäniger Monolithe und der erreichten Materialeigenschaften bei massiven „schmelztexturierten“  $YBaCuO$  und  $NdBaCuO$  wurden von P. Schätzle et al. (Dresden) vorgestellt.

I. Utke et al. (Lausanne) ermittelten Bedingungen zur Herstellung epitaktischer  $\text{REBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$  Schichten auf  $\text{REGaO}_3$  Substraten durch Kontrolle der Schichtdicke und Optimierung der Substratzusammensetzung.

Von U. Dietze u.a. (Leipzig) wurden Einkristalle und epitaktische Schichten (auf MgO) von perowskitartigen  $\text{Ba}(\text{Pb},\text{Bi},\text{Sb})\text{O}_3$  hergestellt und das Auftreten von Ordnungsstrukturen festgestellt.

Im Vortrag von F. Ritter (Frankfurt) zur intermetallischen Phase  $\text{YbInCu}_4$  wurde durch Thermoanalyse gezeigt, daß unterschiedliche Temperaturen des mit Valenzänderung verbundenen Phasenüberganges auf ein Homogenitätsgebiet der Phase zurückzuführen sein sollten.

Im Posterbeitrag von G. Behr (Dresden) wurden eine HF-Zonenschmelzeinrichtung zur Züchtung intermetallischer Phasen durch peritektische Reaktion sowie erste Ergebnisse zur Züchtung von  $\text{YNi}_2\text{B}_2\text{C}$  vorgestellt.

G. Krabbes

## 6. Übersichtsartikel

### Rasterkraftmikroskopische in-situ Kristallisationsuntersuchungen an der TU-Braunschweig

Stephan Kipp\*

Herrn Prof. Dr.-Ing. R. Lacmann zum 70. Geburtstag

#### Zusammenfassung

Die Wirkungsweise der Rastersondenmikroskopie wird beschrieben. Mit ihrer Hilfe ist es möglich, detaillierte Informationen über die Oberfläche bis in den atomaren Bereich zu erhalten. Bei in-situ Untersuchungen kann die Oberfläche des wachsenden Kristalls in Abständen von wenigen Minuten abgebildet werden. Als Beispiel wurde die Oberflächentopographie von Kaliumnitrat und Kaliumaluminiumalaun in-situ in wäßriger Lösung mit Hilfe der Rasterkraftmikroskopie untersucht. Dabei wurden die Über- und Untersättigungen in einer thermostatisierten Durchflußapparatur definiert eingestellt. Um die Wachstumsgeschwindigkeit des Kaliumnitrates niedrig zu halten, wurde der Fremdstoff DOW FAX 3B2 in unterschiedlichen Konzentrationen zugesetzt. Für die beiden untersuchten Systeme konnten die Flächenverschiebungsgeschwindigkeiten in Abhängigkeit von der Übersättigung bestimmt werden. Die Untersuchung der Oberflächentopographie ergab zusätzliche Informationen, die man mittels Lichtmikroskopie nicht erhalten kann.

#### Cooling crystallization experiments observed by in-situ scanning force microscopy

##### Abstract

The method of scanning probe microscopy is described. With this technique it is possible to obtain information about the surface topography down to the atomic scale. Performing in-situ experiments, the surface of a growing crystal can be imaged in intervals of some minutes. As an example, the surface topography has been determined for potassium nitrate and potassium alum in-situ in aqueous solution by means of scanning force microscopy. The supersaturation and undersaturation were varied in a cooling crystallizer under flow conditions. To keep the crystal growth rate of potassium nitrate low, the specific additive DOW FAX 3B2 had been used in different concentrations. The crystal growth rate of both systems could be determined. Additional information could be obtained,

\*Dr. Stephan Kipp, Institut für Physikalische & Theoretische Chemie, Technische Universität Braunschweig, Hans-Sommer Str. 10, D-38106 Braunschweig

which is not accessible by other measurement techniques, e.g. light microscopy.

#### 1 Einleitung

Aus den Wechselwirkungen zwischen einer spitzen Sonde und einer Oberfläche lassen sich Informationen über lokale physikalische Eigenschaften einer Probe erhalten. Die rasterförmige Erfassung der punktuell gemessenen Eigenschaften kann zu einer kartographischen Darstellung dieser Eigenschaft auf dem betrachteten Bereich der Oberfläche verarbeitet werden. Verfahren, die auf diesem Prinzip beruhen, werden unter der Bezeichnung "Rastersondenmikroskopie" (Scanning Probe Microscopy, SPM) zusammengefaßt. Da die in kleinsten Größenordnungen steuerbaren und positionierbaren Spitzen auch eine gezielte Modifikation der Oberfläche bis hin zum Handhaben einzelner Atome ermöglichen, hat man diesen Begriff mittlerweile auf "Rastersondenmethoden" erweitert.

Das Rastertunnelmikroskop (Scanning Tunneling Microscope, STM) stellt den Ausgangspunkt für die Entwicklung einer ganzen Familie von Rastersondenmikroskopen dar. Eine scharfe, nadelförmige Spitze wird zeilenförmig im Abstand von einigen Ångström über eine Metalloberfläche geführt. Eine von außen zwischen Probe und Spitze angelegte Spannung bewirkt den Fluß eines Tunnelstromes zwischen den beiden sich nicht berührenden Metallen. Es ist so möglich, die Probe ohne mechanischen Kontakt abzurastern und doch, aufgrund der exponentiellen Abstandsabhängigkeit des Tunnelstromes, Informationen über die Oberflächenstruktur der Probe bis hin zu atomarer Auflösung zu erhalten. Hierfür kann entweder die Änderung des Tunnelstroms direkt oder die zur Konstantregelung des Stromes notwendige Entfernungsänderung ausgewertet werden. Man erhält im Endeffekt die Darstellung einer Fläche konstanter Tunnelwahrscheinlichkeit, die bei einheitlichem Material als weitgehend identisch mit der Topographie der Oberfläche angesehen werden kann.

Beim Rasterkraftmikroskop dagegen werden die zwischen Spitze und Probe herrschenden abstoßenden und anziehenden Kräfte genutzt, was es unabhängig von den elektrischen und magnetischen Eigenschaften der Probe macht, und somit nichtleitende Oberflächen direkt und in-situ zugänglich macht.

Bereits ein Jahr nachdem die erste Publikation auf dem Gebiet der Rasterkraftmikroskopie erschien [1], wurden Ergebnisse veröffentlicht, die die Einsatzmöglichkeiten dieser Technik bei der in-situ Untersuchung aufzeigten [2]. Es folgten viele Arbeiten, bei denen in-situ gearbeitet wurde, es wurden jedoch keine Messungen unter definierten Bedingungen durchgeführt. Lediglich eine Gruppe um HILLNER [3]-[8] berichtete über Untersuchungen von dynamischen, jedoch ausgesprochen langsamen Prozessen, die in einer Durchflußzelle durchgeführt wurden. Die Anzahl der Veröffentlichungen über in-situ Experimente stieg im Laufe der Zeit leicht an, erreichte jedoch bei weitem nicht die Anzahl der publizierten ex-situ Untersuchungen. Eine Erklärung hierfür ist der apparative Aufwand, der mit der Temperatur- und damit auch Übersättigungskontrolle verknüpft ist [9].

Doch gerade eine exakte Temperaturführung ist für die erfolgreiche Durchführung von Lösungskristallisationsexperimenten essentiell. Außerdem muß die Übersättigung gering genug sein, um genügend kleine Wachstumsgeschwindigkeiten zu erreichen. Bei Systemen mit ausreichend geringer Flächenverschiebungsgeschwindigkeit bis einige nm/s ist es möglich, zeitaufgelöste dreidimensionale Abbildungen zu erzielen. Schnellere Prozesse sind mit dieser Technik schwer oder gar nicht untersuchbar.

Beispielsweise zeigt die (110)-Fläche von Kaliumnitrat bereits bei einer relativen Übersättigung von 0.4% (entsprechend einer Unterkühlung von 0.1 K) eine Wachstumsgeschwindigkeit

von 20 nm/s [10]-[12]. Bei der üblichen Bildaufnahmezeit von ca. 150 Sekunden bedeutet dies, daß sich während eines Durchlaufes das Höhenniveau der beobachteten Fläche bereits um etwa drei Mikrometer verschoben hat. Es wird also klar, daß derartig schnelle Systeme nicht mit den Standardmethoden untersucht werden können.

Eine Ausnahme stellt die Zeilenscanmethode dar, über die erstmals von BATINA ET AL. [13] berichtet wurde. Hierbei wird eine einzige Zeile als Querschnitt einer Kristallfläche wiederholt untersucht und so eine zeitabhängige Darstellung der Entwicklung einer einzigen Scanlinie erhalten.

Die in-situ Meßtechnik ist notwendig, um die beobachteten Strukturen sinnvoll interpretieren zu können. Bei einer ex-situ Untersuchung können Wachstumsprozesse, die nach der Entnahme der Kristalle aus der Mutterlösung ablaufen, nicht ausgeschlossen werden. Dagegen können bei einem in-situ Experiment Prozesse ablaufen, die aufgrund einer ungewollten Temperaturerhöhung zustandekommen. Der Grund hierfür ist der Energieeintrag durch den zur Detektion verwendeten Laserstrahl und die Erwärmung der Laserdiode selbst [9].

In früheren Publikationen [14, 15] konnten wir zeigen, daß mit dem vorhandenen Aufbau die Untersuchung dynamischer Prozesse prinzipiell möglich ist. Diese Arbeit beschäftigt sich mit Prozessen, die unter definierter Temperatur- und Übersättigungskontrolle ablaufen. Es sind die ersten rasterkraftmikroskopischen Bilder, die in-situ bei einer Kühlungskristallisation erhalten wurden.

**2 Experimenteller Aufbau**

Die Messungen wurden in der Standardelektrochemiezelle des Topometrix TMX 2010 Rasterkraftmikroskopes, das mit einem Diodenlaser ( $\lambda = 670 \text{ nm}$ ) ausgerüstet ist, durchgeführt. Es wurden kommerziell erhältliche Cantilever (Federkonstante:  $0.01 \dots 0.003 \text{ N/m}$ ) mit pyramidalen  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -Spitzen (Öffnungswinkel:  $70^\circ$ , diagonal:  $90^\circ$ , Spitzenradius:  $\approx 500 \text{ \AA}$ ) und ein Dreibeinpiezoaktuator (maximaler Scanbereich:  $x,y: 24 \mu\text{m}$ ,  $z: 10 \mu\text{m}$ ) verwendet.

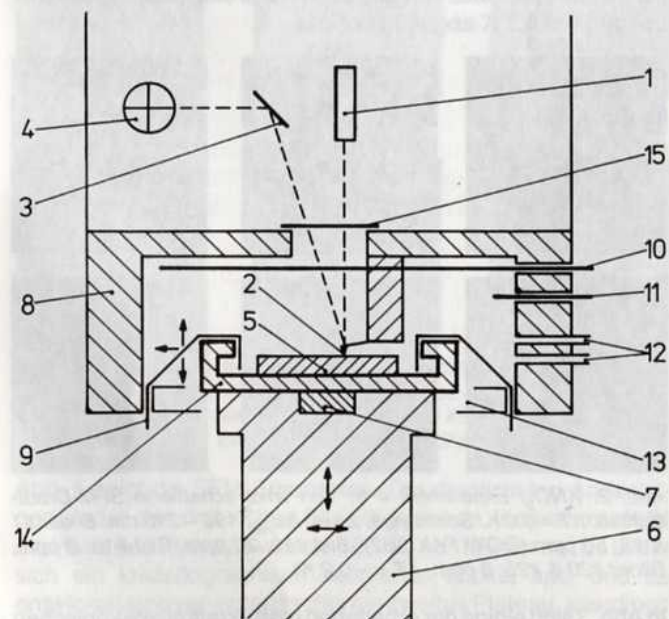


Abb. 1: Schemazeichnung der Flüssigkeitsmeßzelle (basierend auf [20]). (1) Laser Diode, (2) Cantilever, (3) Ablenkspiegel, (4) Photodetektor, (5) Probe, (6) Piezoaktuator, (7) Magnet, (8) Basisplatte aus Kynar, (9) Latexabdichtung, (10) Platin Gegenelektrode für den Elektrochemiebetrieb, (11, 12) Stützen zum Befüllen, (13) Metallring, (14) Probenhalter, (15) optisches Fenster.

Der Aufbau der Flüssigkeitsmeßzelle ist in Abb. 1 gezeigt [14]. Diese Konstruktion beinhaltet eine wasserdichte Probenkammer (Volumen:  $\approx 2 \text{ ml}$ ), um ein Verdunsten des Lösungs-

mittels zu verhindern, wodurch zusätzliche, ungewollte Prozesse ablaufen könnten. Die Flüssigkeitszelle besitzt vier Anschlußstücke, zwei als Zu- und Ablauf für das Lösungsmittel und zwei verschließbare für den Elektrochemiebetrieb.

Die Zelle selbst kann nicht thermostatisiert werden. Um eine gewünschte Temperatur einstellen zu können, muß also extern thermostatisiert werden. Die hierfür konstruierte Durchflußapparatur ist in Abb. 2 gezeigt [14].

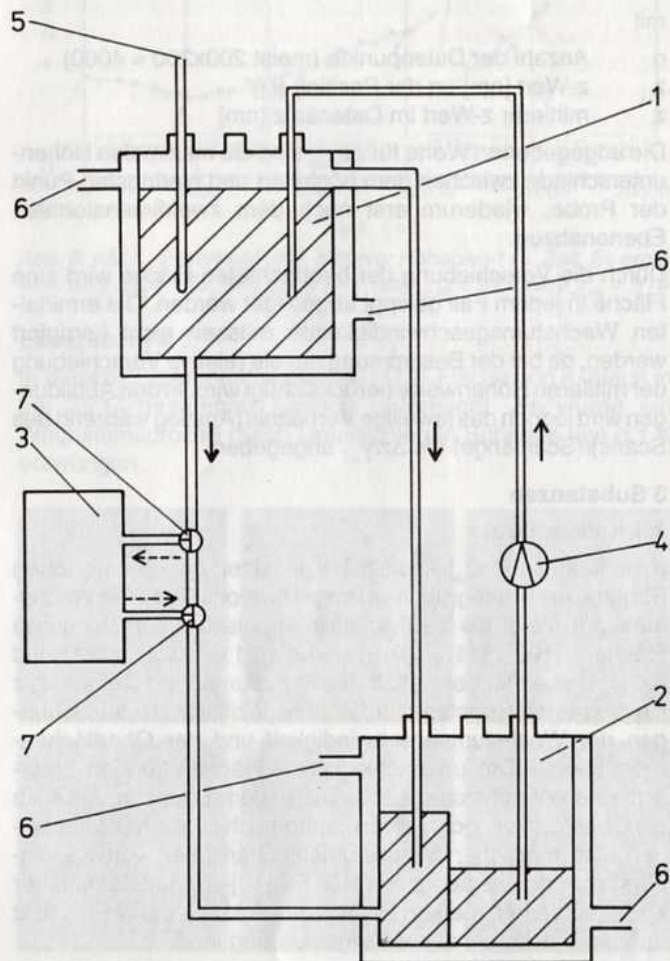


Abb. 2: Schemazeichnung der Durchflußapparatur. (1, 2) oberes und unteres Niveaugefäß, (3) Flüssigkeitsmeßzelle, (4) Magnetpumpe, (5) Temperaturfühler PT-100, (6) Anschluß zum Thermostaten, (7) T-Stücke.

Der Aufbau besteht aus zwei thermostatisierbaren Glasgefäßen (Volumen:  $\approx 100 \text{ ml}$ ), die in ihrer Höhenposition verschiebbar aufgehängt sind. Die Lösung wird mit einer Magnetpumpe (Verder) aus dem unteren in das obere Vorratsgefäß gepumpt. Um den Einfluß der Pumpgeschwindigkeit auf die Fließgeschwindigkeit zu minimieren, sind beide Niveaugefäße mit einem Überlauf ausgestattet. Deshalb liegt eine konstante Höhendifferenz und auch Strömungsgeschwindigkeit vor, da die Lösung frei durch die Zelle strömen kann. Eine Kalibrierung wurde für verschiedene Höhendifferenzen vorgenommen, und es ergibt sich eine minimale Fließgeschwindigkeit von  $200 \mu\text{l/s}$ .

In früheren Studien [9] konnte selbst unter Durchflußbedingungen innerhalb der Meßzelle ein Temperaturanstieg festgestellt werden, der auf die Verwendung eines Lasers für die Detektion zurückgeführt werden kann. Deshalb wurden alle in dieser Arbeit angegebenen Temperaturen um einen ermittelten Wert von  $0.5 \text{ K}$  korrigiert.

Die relative Verschiebung der beobachteten Kristallfläche wurde mit einem selbstentwickelten Computerprogramm bestimmt [16]. Es stehen also Informationen über das Höhenniveau und die Standardabweichung (als Maß für die Rauig-

keit) zur Verfügung. Dabei wurde vor der Bestimmung der Standardabweichung  $z_{RMS}$  zunächst ein zweidimensionaler Ebenenabzug durchgeführt, um die Bestimmung nicht durch schräg liegende Proben zu verfälschen. Dann wurde  $z_{RMS}$  mit folgender Gleichung berechnet:

$$z_{RMS} = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i,j} (\bar{z} - z_{i,j})^2}$$

mit

- n Anzahl der Datenpunkte (meist 200x200 = 4000)  
 $z_{i,j}$  z-Wert [nm] an der Position (i,j)  
 $\bar{z}$  mittlerer z-Wert im Datensatz [nm]

Die angegebenen Werte für  $\Delta z_{max}$  sind die maximalen Höhenunterschiede zwischen dem höchsten und niedrigsten Punkt der Probe, wiederum erst nach dem zweidimensionalen Ebenenabzug.

Durch die Verschiebung der beobachteten Fläche wird eine Fläche in jedem Fall gekippt abgebildet werden. Die ermittelten Wachstumsgeschwindigkeiten müssen nicht korrigiert werden, da bei der Bestimmung nur die relative Verschiebung der mittleren Höhenwerte berücksichtigt wird. In den Abbildungen wird jedoch das jeweilige Verhältnis (Anstieg während des Scans)/(Scanlänge) als  $\Delta z/y_{\Delta T}$  angegeben.

### 3 Substanzen

#### 3.1 Kaliumnitrat

Kaliumnitrat ( $KNO_3$ ) kristallisiert in einer orthorhombischen Struktur, die Raumgruppe ist Pmcn (Aragonit-Typ). Die Wachstumsform zeigt bis zu 8 kristallographisch unterschiedliche Flächen: (100), (110), (010), (012), (011), (021), (111) und (001). Diese Flächenvielfalt macht Kaliumnitrat zu einer sehr interessanten Substanz für flächenspezifische Untersuchungen der Wachstumsgeschwindigkeit und der Oberflächentopographie. Die unterschiedlichen Flächen können unterschiedliche Wachstumsgeschwindigkeiten aufweisen, und auch die Oberflächentopographien können sich deutlich unterscheiden. Die möglichen Wachstumsmechanismen von Kaliumnitrat wurden ausgiebig von ROLFS [10]-[12] untersucht, der außerdem einen starken Einfluß des Additivs DOW FAX 3B2 auf das Wachstum aus wäßriger Lösung fand.

Für die (110)-Fläche ohne Additiveinfluß wurde bei einer Übersättigung von 0.4% (entsprechend 0.1 K Unterkühlung) eine Flächenverschiebungsgeschwindigkeit von etwa 20 nm/s gefunden. Dagegen wird das Wachstum bei einer Fremdstoffkonzentration von 50 ppm DOW FAX 3B2 gänzlich unterdrückt. Im Bereich zwischen 5 ... 10 ppm kann die Wachstumsgeschwindigkeit signifikant durch die Additivkonzentration beeinflusst werden [10]-[12].

#### 3.2 Kalialuminiumalaun

Kalialuminiumalaun ( $KAl(SO_4)_2 \cdot 12 H_2O$ , K-Alaun) kristallisiert in oktaedrischer Form, die Raumgruppe ist Pa3. Die Gesamtform der Kristalle wird von den (111)-Flächen dominiert, die (100)- und die (110)-Flächen treten jedoch ebenfalls auf. K-Alaun wird häufig bei Einkristallstudien eingesetzt und dient als Modellsubstanz für kinetische Studien in industriellen Kristallisatoren. Über die Oberflächentopographie und den Wachstumsmechanismus ist dagegen wenig bekannt. Es finden sich bei LACMANN UND TANNEBERGER [17] jedoch einige kinetische Daten über das wäßrige K-Alaun System. Beispielsweise liegt die Flächenverschiebungsgeschwindigkeit der (111)-Fläche für eine Unterkühlung von 0.1 K bei etwa 1 nm/s.

Für beide Systeme wurden von den Autoren bereits ex-situ SFM-Ergebnisse publiziert [18], die jedoch infolge der obengenannten Probleme bezüglich der Interpretation keinen Rückschluß auf die Oberflächentopographie während des Wachstums zulassen.

## 4 Experimente und Ergebnisse

### 4.1 Vorgehensweise

Bei allen SFM-Experimenten wurden die Kristalle durch Verdunstungskristallisation bei Raumtemperatur hergestellt und sofort nach der Entnahme aus der Mutterlösung auf Filterpapier getrocknet.

Nachdem die Kristalle in der Flüssigkeitszelle befestigt wurden, wurde diese in das SFM eingebaut. Dann wurde der Probenhalter zentriert, um Driteffekte möglichst auszuschließen. Nach dem Annäherungsprozeß: Spitze/Probe wurde die Apparatur für 12 Stunden stehen gelassen, um die verbleibenden Spannungen in der Latexmembran zu minimieren.

Bei allen Messungen wurde die Umgebungsluft ebenfalls auf Sättigungstemperatur (18°C bzw. 25°C) thermostatisiert, um die Temperaturschwankungen möglichst gering zu halten. Die Thermostatisierung der Lösung erfolgte bei einem Temperaturwert, der 0.5 K unterhalb der Sättigungstemperatur lag. Die Erklärung dafür wurde in Kapitel 2 gegeben.

Alle SFM-Bilder, die in dieser Arbeit gezeigt werden, sind im Zentrum des maximal möglichen Bereiches gescannt worden, und es wurden Datensätze mit 200 x 200 Datenpunkten in ca. 150 Sekunden aufgezeichnet. Während des Rasterprozesses wurde das Durchflußsystem abgekoppelt um die Qualität der SFM-Bilder zu verbessern. Der daraus resultierende Temperaturanstieg lag unter 0.1 K.

### 4.2 Kaliumnitrat

#### Experiment # 1:

Wie beschrieben wurde ein  $KNO_3$ -Kristall in der Flüssigkeitszelle des Rasterkraftmikroskopes befestigt. Anschließend wurde bei 18.3°C gesättigte  $KNO_3$ -Lösung mit 50 ppm DOW FAX 3B2 eingefüllt und mit der Aufnahme der SFM-Bilder auf der (110)-Fläche begonnen. Nach in etwa 2000 Sekunden wurde ein Teil der Lösung ausgetauscht, es resultierte eine Fremdstoffkonzentration von 20 ppm. Im nächsten Schritt wurde auf 8 ppm Fremdstoffkonzentration verdünnt. Schließlich wurde eine Untersättigung von 0.8% eingestellt, indem die Lösung um 0.2 K abgekühlt wurde.

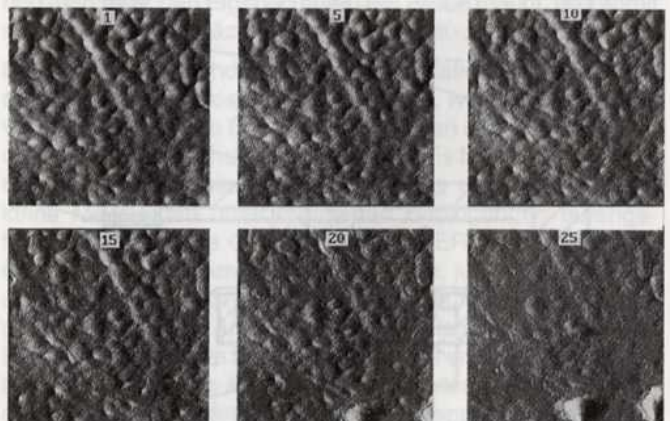


Abb. 3:  $KNO_3$ , Experiment # 1. Von links schattierte SFM-Draufsichten.  $\Delta T = 0.0$  K. Scanlänge: 2  $\mu m$ ,  $\Delta z_{max}$ : 190 – 213 nm. Bilder #1 & #5: 50 ppm (DOW FAX 3B2), Bild #10: 20 ppm, Bild #15: 8 ppm, Bilder #20 & #25: 8 ppm,  $\Delta T = -0.2$  K.

In Abb. 3 sind einige der erhaltenen rasterkraftmikroskopischen Bilder abgebildet. In der Anfangsphase mit hoher Fremdstoffkonzentration sind keine Veränderungen der Oberflächentopographie zu erkennen (Bilder #1 & #5), mit sinkender Additivkonzentration ein Glättungsprozeß (Bilder #10 & #15). Im Bereich des Wachstums entstehen trigonale Wachstumspyramiden (Bilder #20 & #25).

In der Auftragung des mittleren Höhenwertes gegen die Zeit (Abb. 4) wird dieser Effekt deutlich. Am Anfang verschiebt sich die beobachtete Kristallfläche infolge eines Driftprozesses

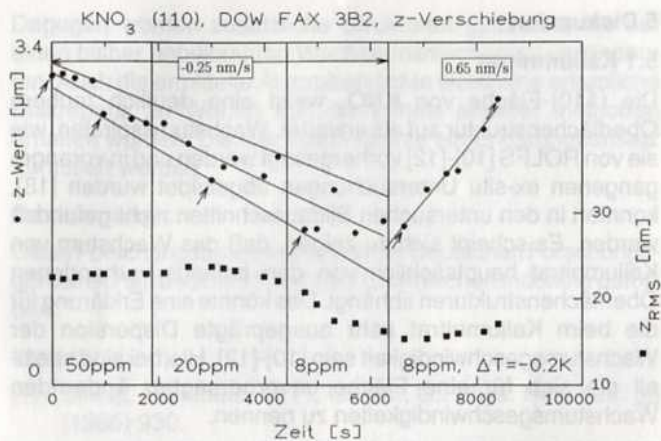


Abb. 4:  $KNO_3$ , Experiment # 1. Mittlerer Höhenwert und  $z_{RMS}$  vs. Zeit.  $\Delta \bar{v}_{0.2K} \approx 0.9 \text{ nm/s}$ . Es ergibt sich:  $\Delta z/y_{-0.2K} = 1/15$ .

nach "unten" ( $v_{Drift} \approx -0.25 \text{ nm/s}$ ). Im Bereich der Übersättigung stellt sich ein Wachstumsprozeß ein ( $v \approx +0.65 \text{ nm/s}$ ). Bei einer Fremdstoffkonzentration von 8 ppm ist an der Sättigungstemperatur zusätzlich ein Glättungsprozeß zu beobachten, der sich durch die Abnahme des  $z_{RMS}$ -Wertes ausdrückt. In dieser und den folgenden Abbildungen sind die in den zugehörigen Abbildungen gezeigten SFM-Bilder mit einem Pfeil gekennzeichnet.

**Experiment # 2:**

Im zweiten Experiment wurde mit einer Fremdstoffkonzentration von 8 ppm begonnen und die Lösungszusammensetzung nicht weiter verändert. Statt dessen wurden unterschiedliche Unterkühlungen eingestellt. Beginnend mit 18.3°C (Sättigungstemperatur) wurde die Temperatur in Schritten von -0.1 K auf 17.9°C abgekühlt.

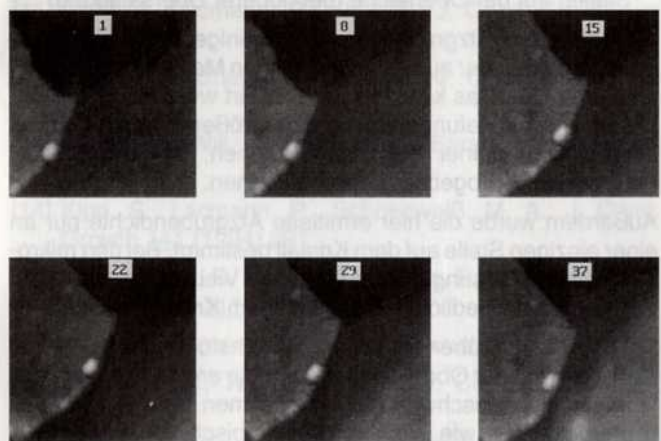


Abb. 5:  $KNO_3$ , Experiment # 2. SFM-Draufsichten. Fremdstoff: 8 ppm DOW FAX 3B2. Scanlänge: 4.2 µm. Höhe des Plateaus: von 100 auf 170 nm ansteigend. Bild #1:  $\Delta T = 0.0 \text{ K}$ , Bild #8:  $\Delta T = 0.1 \text{ K}$ , Bild #15 & #22:  $\Delta T = -0.2 \text{ K}$ , Bild #29:  $\Delta T = -0.3 \text{ K}$ , Bild #37:  $\Delta T = -0.4 \text{ K}$ .

Abb. 5 zeigt die SFM-Ergebnisse. Die deutlichsten Änderungen sind in den drei letzten Bildern zu sehen. Insgesamt steigt die Höhe des Plateaus von ca. 100 nm auf 170 nm an. Es bildet sich ein kristallographisch definierter Winkel aus, und es entwickelt sich von unten rechts ein zweites Plateau, allerdings nicht unter Ausbildung definierter Winkel.

Der zugehörige Graph der mittleren Höhenwerte gegen die Zeit ist in Abb. 6 zu sehen. Es ergeben sich für die unterschiedlichen Übersättigungen auch unterschiedliche integrale Flächenverschiebungsgeschwindigkeiten.

**4.3 Kaliumaluminiumalaun**

Um ein hinreichend langsames System untersuchen zu können, bei dem keine Fremdstoffzugabe notwendig ist, wurde K-Alaun in wäßriger Lösung untersucht.

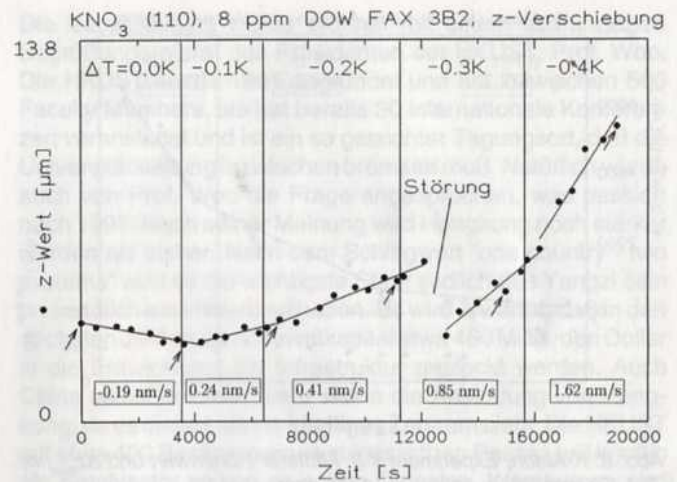


Abb. 6:  $KNO_3$ , Experiment # 2. Mittlerer Höhenwert vs. Zeit. Es ergibt sich:  $\Delta z/y_{-0.1K} = 1/65$ ,  $\Delta z/y_{-0.2K} = 1/47$ ,  $\Delta z/y_{-0.3K} = 1/27$ ,  $\Delta z/y_{-0.4K} = 1/15$ .

**Experiment # 3:**

In diesem Experiment wurde die (111)-Fläche von K-Alaun in bei 25°C gesättigter Lösung untersucht. Es wurde ein Wachstumsprozeß durch Unterkühlen in Schritten von 0.1 K erzwungen.

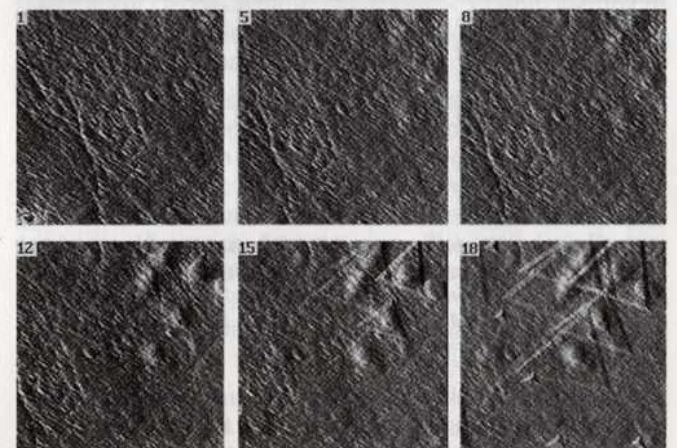


Abb. 7: K-Alaun, Experiment # 3. Von links schattierte SFM-Draufsichten. Scanlänge: 2 µm, Höhe der Pyramiden:  $\approx 35 \text{ nm}$ . Bilder #1 & #5:  $\Delta T = 0.0 \text{ K}$ , Bilder #8 & #12:  $\Delta T = -0.1 \text{ K}$ , Bilder #15 & #18:  $\Delta T = -0.2 \text{ K}$ .

Die SFM-Ergebnisse sind in Abb. 7 gezeigt. Zu Beginn ist ein Glättungsprozeß aufgrund von Temperaturschwankungen um die Sättigungstemperatur zu beobachten (Bilder #1 bis #8). Beginnend mit Bild # 8 ist die Ausbildung von undefiniert wachsenden Hügeln zu sehen (Unterkühlung: 0.1 K, 0.3%). Diese Strukturen bilden während des weiteren Wachstums 60°-Winkel aus (Bilder #12 & #15). Zusätzlich bilden sich in der Phase der höheren Übersättigung (0.6%, Bild #18) trigonal pyramidale Strukturen aus. Bis zum Schluß des Experimentes sind jedoch die anfangs gebildeten, undefiniert wachsenden Hügel sichtbar.

Der zugehörige Graph der mittleren Höhenwerte gegen die Zeit ist in Abb. 8 gezeigt. Eine eindeutige Bestimmung der integralen Flächenverschiebungsgeschwindigkeit ist möglich und in der Abbildung angegeben.

**Experiment # 4:**

Um auch Informationen über den Auflösungsprozeß zu erhalten, wurde in diesem Experiment die Temperatur nach einem Zeitintervall bei Sättigungstemperatur um - und +0.1 K variiert.

Einige der SFM-Ergebnisse sind in Abb. 9 gezeigt. In der Wachstumsphase (Bilder #9 & #13) können sowohl undefiniert

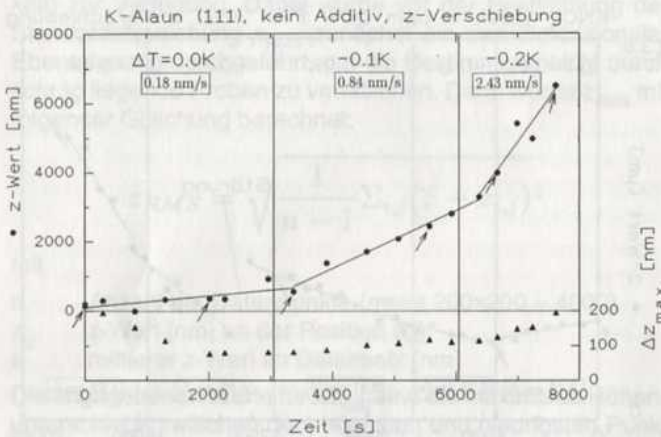


Abb. 8: K-Alaun, Experiment # 3. Mittlerer Höhenwert und  $\Delta z_{max}$  vs. Zeit. Es ergibt sich:  $\Delta z/y_{-0.1K} = 1/20$ ,  $\Delta z/y_{-0.2K} = 1/6$ .

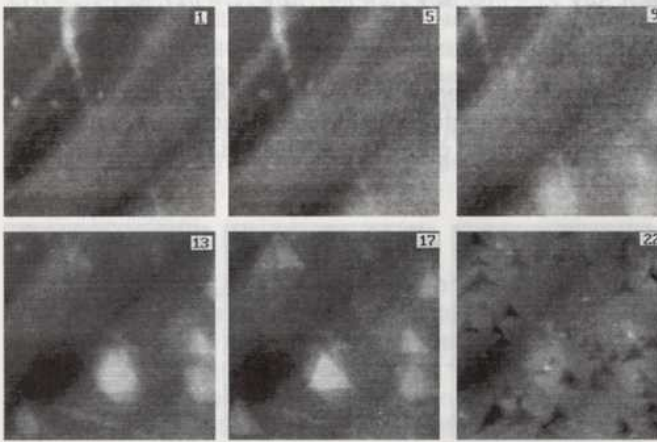


Abb. 9: K-Alaun, Experiment # 4. SFM-Draufsichten. Scanbereich:  $2 \mu\text{m}$ ,  $\Delta z_{max}$ : 63 – 89 nm, Höhe der Pyramiden:  $\approx 30$  nm, mittlerer Durchmesser:  $\approx 250$  nm, Tiefe der Ätzgruben: 10 – 20 nm, Durchmesser:  $\approx 130$  nm. Bilder #1, #5 & #9:  $\Delta T = 0.0$  K, Bild #13:  $\Delta T = -0.1$  K, Bilder #17 & #22:  $\Delta T = +0.1$  K.

als auch trigonal planar wachsende Strukturen beobachtet werden. Im Auflösungsstadium (Bilder #17 & #22) werden Ätzgruben (mittlere Ätzgrubendichte  $\approx 1.2 \cdot 10^9/\text{cm}^2$ ) gebildet. Die trigonal planaren Erhebungen werden von der Seite her angelöst und weisen eine zunehmend spitze Geometrie auf.

Die zugehörige Darstellung der mittleren Höhenwerte gegen die Zeit ist in Abb. 10 zu sehen. Wie in den vorangegangenen Experimenten kann die integrale Flächenverschiebungsgeschwindigkeit einfach bestimmt werden. Zusätzlich ist der Auftragung von  $z_{RMS}$  gegen die Zeit auch die Zunahme der Rauigkeit in der Wachstumsphase zu entnehmen.

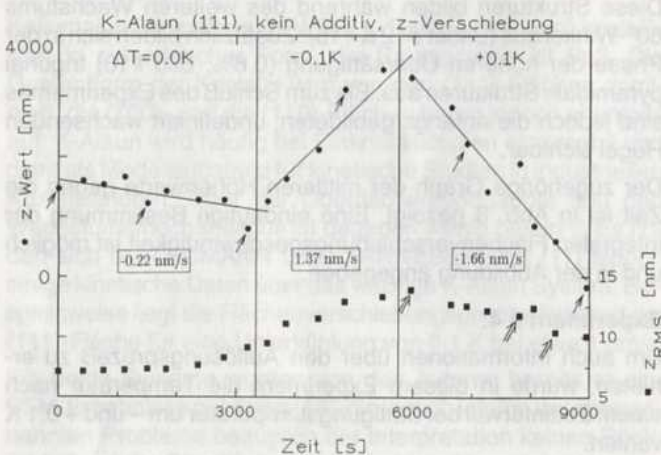


Abb. 10: K-Alaun, Experiment # 4. Mittlerer Höhenwert und  $z_{RMS}$  vs. Zeit. Es ergibt sich:  $\Delta z/y_{-0.1K} = 1/8$ ,  $\Delta z/y_{+0.1K} = 1/9$ .

## 5 Diskussion

### 5.1 Kaliumnitrat

Die (110)-Fläche von  $\text{KNO}_3$  weist eine deutlich rauhere Oberflächenstruktur auf als erwartet. Wachstumsspiralen, wie sie von ROLFS [10]-[12] vorhergesagt werden und in vorangegangenen ex-situ Untersuchungen abgebildet wurden [18], konnten in den untersuchten Bildausschnitten nicht gefunden werden. Es scheint sich zu zeigen, daß das Wachstum von Kaliumnitrat hauptsächlich von den anfangs vorhandenen Oberflächenstrukturen abhängt. Das könnte eine Erklärung für die beim Kaliumnitrat sehr ausgeprägte Dispersion der Wachstumsgeschwindigkeit sein [10]-[12]. Hierbei sind speziell die sich für eine Fläche unvorhersagbar ändernden Wachstumsgeschwindigkeiten zu nennen.

Obwohl alle in dieser Arbeit präsentierten Ergebnisse unter Fremdstoffeinfluß erhalten wurden, scheint diese Aussage auch für das fremdstofffreie System gültig zu sein. In einem weiteren Experiment ohne Fremdstoffeinfluß (bei Sättigungstemperatur) wurde eine vergleichbare Oberflächentopographie gefunden.

Eine weitergehende Interpretation der erhaltenen Flächenverschiebungsgeschwindigkeiten in Abhängigkeit von der eingestellten Übersättigung ist zu diesem Zeitpunkt nicht möglich. Für diesen Zweck müßten weitere Messungen durchgeführt werden. Das ist das Ziel weitergehender Untersuchungen.

### 5.2 Kaliumaluminiumalaun

Die (111)-Fläche von K-Alaun scheint über drei unterschiedliche Mechanismen abzulaufen:

- Bildung von undefinierten Wachstumshügeln
- Bildung von trigonal planaren Pyramiden im selben Bereich
- Bildung von trigonal pyramidalen Strukturen an beliebigen Stellen auf der Oberfläche (bei höherer Übersättigung)

Die gefundene Ätzgrubendichte liegt einige Zehnerpotenzen über dem Wert, der aus mikroskopischen Messungen abgeleitet wurde [19]. Das kann dadurch erklärt werden, daß die im Lichtmikroskop gefundenen, sehr viel größeren Ätzgruben aus einer Vielzahl kleiner Ätzgruben entstehen, wie sie im Rasterkraftmikroskop abgebildet werden können.

Außerdem wurde die hier ermittelte Ätzgrubendichte nur an einer einzigen Stelle auf dem Kristall bestimmt. Bei den mikroskopischen Messungen wird über eine Vielzahl von Messungen an unterschiedlichen Orten auf dem Kristall gemittelt.

Sowohl die Ätzgruben als auch die Wachstumsstrukturen sind statistisch auf der Oberfläche verteilt. Die ermittelten Flächenverschiebungsgeschwindigkeiten stimmen gut mit Literaturwerten überein, wie sie lichtmikroskopisch von LACMANN UND TANNEBERGER [17] erhalten wurden.

## 6 Schlußfolgerungen

Die vorgestellten Ergebnisse zeigen, daß es mit dem Rasterkraftmikroskop möglich ist, Wachstums- und Auflösungsprozesse in-situ zu verfolgen. Das gilt insbesondere auch für Experimente, die unter konstanten Temperaturbedingungen durchgeführt werden müssen.

Es bestehen jedoch Einschränkungen bezüglich des untersuchten Systems. Bislang gelang es nicht, Substanzen zu untersuchen, deren Flächenverschiebungsgeschwindigkeit über  $2.5 \text{ nm/s}$  liegt. Dazu müßte die in-situ erreichbare Scangeschwindigkeit weiter erhöht werden.

Die aus den SFM-Bildern integral ermittelten Wachstumsgeschwindigkeiten stehen in guter Übereinstimmung mit denen, die aus kinetischen Messungen abgeleitet wurden. Beim K-Alaun wurde zusätzlich eine Übereinstimmung der Oberflächentopographie gefunden, wie sie aus Rasterkraft- und Lichtmikroskop zugänglich ist.



Dagegen wurden zusätzliche Strukturen gefunden, die auf einen bisher unbekanntem Wachstumsmechanismus hindeuten. Auch die ermittelte Ätzgrubendichte weist eine erhebliche Diskrepanz zu Werten auf, die mittels anderer Methoden erhalten wurden. Diesbezüglich konnte ein Erklärungsansatz formuliert werden.

### Danksagung

Diese Forschungsarbeit wurde von der Deutschen Forschungsgemeinschaft und dem Fonds der Chemischen Industrie gefördert.

### Literatur

- [1] Binnig, G., Quate, C. F., Gerber, C.: Phys. Rev. Lett. **56** (1986) 930.
- [2] Marti, O., Binnig, G., Rohrer, H., Salemink, H.: Surf. Sci. **181** (1987) 230.
- [3] Johnsson, P. A., Eggleston, C. M., Hochella, M. F.: Am. Mineral. **76** (1991) 1442.
- [4] Hillner, P. E., Gratz, A. J., Manne, S., Hansma, P. K.: Geology **20** (1992) 359.
- [5] Hillner, P. E., Gratz, A. J., Hansma, P. K.: SPIE **1639** Scanning Probe Microscopies (1992) 160.
- [6] Hillner, P. E., Manne, S., Gratz, A. J., Hansma, P. K.: Ultramicroscopy **42-44** (1992) 1387.
- [7] Gratz, A. J., Hillner, P. E., Manne, S., Hansma, P. K.: SPIE **1639** Scanning Probe Microscopies (1992) 182.
- [8] Gratz, A. J., Hillner, P. E.: J. Cryst. Growth **129** (1993) 789.
- [9] Kipp, S., Lacmann, R., Schneeweiß, M. A.: Ultramicroscopy **57** (1995) 333.
- [10] Rolfs, J.: Dr. Arbeit, TU-Braunschweig (1992).
- [11] Rolfs, J., Lacmann, R., Kipp, S.: J. Cryst. Growth, im Druck.
- [12] Kipp, S., Lacmann, R., Rolfs, J.: J. Cryst. Growth, im Druck.
- [13] Batina, N., Will, T., Kolb, D. M.: Faraday Discuss. **94** (1992) 93.
- [14] Kipp, S., Lacmann, R., Schneeweiß, M. A.: J. Cryst. Growth **141** (1994) 291.
- [15] Müller-Zülow, B., Kipp, S., Lacmann, R., Schneeweiß, M. A.: Surf. Sci. **311** (1994) 153.
- [16] Kipp, S., Lacmann, R.: J. Cryst. Growth **160** (1995) 320.
- [17] Lacmann, R., Tanneberger, U.: J. Cryst. Growth **147** (1995) 194.
- [18] Kipp, S., Kämmer, S., Lacmann, R., Rolfs, J., Tanneberger, U., Beckmann, W.: Cryst. Res. Technol. **29** (1994) 1005.
- [19] H. Klapper, pers. Mitteilung.
- [20] Electrochemistry on the TMX 2000, User's guide, Topometrix.

## Bericht über eine China-Reise vom 28.10 - 08.11.1996

### Workshop on Promotion of International Collaboration on New Crystal Technology

30. Oktober 1996, University of Science and Technology, Hongkong

Diese Veranstaltung diente der Diskussion über die künftige Entwicklung zur Herstellung von kristallinen Werkstoffen in Asien. Sie wurde unterstützt vom 161. Komitee der Jap. Society for the Promotion of Science und der University of Science and Technology (HKUST).

Die Veranstaltung wurde eröffnet mit einem ausführlichen Begrüßungsreferat des Präsidenten der HKUST, Prof. Woo. Die HKUST wurde 1991 gegründet und hat inzwischen 500 Faculty Members, sie hat bereits 30 internationale Konferenzen veranstaltet und ist ein so gesuchter Tagungsort, daß die Universitätsleitung inzwischen bremsen muß. Natürlich wurde auch von Prof. Woo die Frage angesprochen, was passiert nach 1997. Nach seiner Meinung wird Hongkong noch stärker werden als bisher. Nach dem Schlagwort "one country - two systems" wird es die wichtigste Stadt südlich des Yangzi sein und endlich ein Hinterland haben. Es wird erwartet, daß in den nächsten Jahren durch Privatkapital etwa 460 Milliarden Dollar in die Entwicklung der Infrastruktur gesteckt werden. Auch China selbst investiert sehr viel in die Anbindung von Hongkong, da es dieses als ein künftiges Zentrum sieht. Die HKUST mit etwa 400 Besitzern eines chinesischen Passes will künftig als Katalysator wirken zwischen Ostasien, Westeuropa und den USA. Dabei fühlt sich Singapur deswegen überlegen, weil dieses von Nachbarn umgeben ist, die zu unterschiedlich sind.

Zur Infrastruktur der HKUST ist anzumerken, daß  $\frac{2}{3}$  der Professoren eine Promotion an einer von den 20 besten amerikanischen Universitäten absolviert haben. Als wichtige Projekte werden z.B. das Internet-Supernet genannt, ein Projekt zur Wasserreinigung des Meeres, Flüssigkristallanzeigen, Biotechnologie. Bisher wurden 50 US Patentanmeldungen getätigt. Zur Zeit bestehen internationale Kooperationen mit 16 Partnern aus Ostasien, davon insbesondere China (6), Korea (3), Taiwan (2), Japan (6).

Aus unserer Sicht ist sehr wichtig, daß es ein Europainstitut gibt, mit dem Firmen und Institutionen sozusagen einen Fuß nach setzen können (z.B. Philips). Besonders erwähnenswert ist auch das Deutsche Zentrum, das von Industriefirmen gegründet wurde, darunter sind Daimler aber auch Baden-Württembergs Wissenschaftsministerium. Bisher sind als Partner beteiligt die Universitäten Aachen, Karlsruhe, Konstanz, TU München sowie 2 Max-Planck-Institute und 2 Fraunhofer-Institute. Dieses German Center ist in einem eigenen Gebäude untergebracht und soll dem Ausbau der Zusammenarbeit dienen.

Als nächstes wurde von Prof. Nelson Cue, dem Direktor des Physik Departments das Advanced Material Research Institute vorgestellt. Dieses Institut befaßt sich mit angewandter Festkörperforschung, es besteht aus 9 Laboratorien und ist folgendermaßen gegliedert: Electronic and Nanostructured Materials Center (thin film science lab, solid state clusters lab, materials modelling lab), optical and magnetic materials center (laser and photonics lab, liquid crystals lab, magnetic materials lab) und composite and synthetic materials center (polymer synthesis lab, composites lab, bio materials lab). Es wird an sehr anwendungsnahen Themen gearbeitet, wie z.B. flacher Bildschirm, nicht-lineare Optik, magnetische Datenspeicherung. Weitere Details dazu sind der entsprechenden Broschüre zu entnehmen.

Prof. Fukuda (Univ. Sendai) erläutert die Organisation der Zusammenarbeit auf dem Gebiet der Kristallzüchtung in Asien. Er erwähnt dabei die Serie der bereits stattgefundenen Konferenzen und die noch geplanten. Es geht dabei im wesentlichen um die Einbeziehung von China, Rußland, Singapur, Korea, Japan, Taiwan und Indien. Herrn Fukuda schwebt auch vor, in Analogie zu der Idee eines Euro-Cryst ein Asia-Cryst zu gründen, das sich mit der Forschung/Entwicklung als Joint-Research-Laboratory for Science Intensive Crystal Growth, Knowledge and data-base etabliert.

Im wissenschaftlichen Teil des Tagungsprogramm spielten die Laser- und NLO-Kristalle eine besondere Rolle. Mit Hilfe der nicht-linearen Optik kann man heutzutage z.B. mit einem Tidotierten Saphir Laser oder einem Nd-dotierten YAF-Laser den Wellenlängenbereich von 0,4 bis 2,6 µm durch Frequenz-

verdopplung mit Hilfe nicht-linearer optischer Kristalle (Borate) mit einer Effizienz von 60 - 80% und Leistungen von etwa 200 mW erzeugen. Mit der KTP-Familie läßt sich der Wellenlängenbereich noch bis 4.5  $\mu\text{m}$  ausdehnen. Viele wichtige Laser- und NLO-Kristalle sind kommerziell in China verfügbar. Besonders eindrucksvoll war der Vortrag über die Suche und Entwicklung neuer Laser- und NLO-Kristalle von Prof. Chuangtian (Chinese Academy of Sciences). Er stellt ein Expertensystem für die Entwicklung und Suche nach neuen oxidischen Stoffsystemen mit besonders interessanten Eigenschaften für NLO-Anwendungen im UV. Dieses Programm wurde in den vergangenen 10 Jahren im Rahmen von 6 Promotionen.

Als derzeit aktuelle Zielsetzung wurde von Prof. Sasaki (Osaka University) dargestellt, die Excimer-Laser durch Festkörperlaser für Industrieanwendungen zu ersetzen. Dazu werden insbesondere Borat-Kristalle untersucht. Als ein Beispiel wurde genannt  $\text{CsLiB}_6\text{O}_{10}$ .

Im nächsten Beitrag stellte Prof. Lan (National Central University of Taiwan) die Situation der Halbleitermaterialien in Taiwan vor. Interessant ist hierbei, daß Taiwan bei den Systemen erhebliche Weltmarktanteile hat, z.B. Motherboards (80%), Monitore (50%), Laptops und PC's (30%), Bauelemente (16,3%).

Dagegen ist die Si-Kristallproduktion bishernoch unterentwickelt. Lediglich Sino-American und Silicon-Ta-Tung INC. haben eine 3" Produktion. Seit 1996 arbeitet Taisil (MEMC-Beteiligung). Ab 1997 werden sowohl Shin-Etsu und Komatsu Produktionsstätten eröffnen für Scheibendurchmesser bis zu 200 mm. Bei III/V-Materialien werden 95% aus Japan importiert. Es gibt nur 2 Hersteller in Taiwan für LEC und HB. z.B. 2" GaP und 3" HB-GaAs.

Inzwischen wurde eine Crystal Growth Association of Taiwan mit 120 Mitgliedern gegründet.

In der anschließenden Panel-discussion wurden z.B. auch die Kristallzuchtaktivitäten in Korea dargestellt. Korea deckt seinen Verbrauch an Siliziumscheiben von 300 Mill. (inch)<sup>2</sup> zu 40% selbst und zu 60% aus Japan. Hauptproduzent ist die Firma Siltron, bestehend seit 1986 mit Beteiligung von MEMC und Korean Steel.

Für Singapur wurde von Prof. Chong angeführt, daß dort 10 Wafer-Fabriken arbeiten. Derzeit wird ein Center of Excellent Fundamental and Applied Research on Optical Crystal Research eingerichtet.

Hier sollen insbesondere durch einen Technologietransfer von der Kristallzucht über die Prozessierung und Bauelementherstellung Systeme der Datenspeicherung entwickelt und in die Industrie übergeführt werden. Untersucht werden dazu photorefraktive, nichtlineare optische, ferroelektrische Dünnschichtmaterialien, Wellenleiter und Laser. Es wird betont, daß die Verfügbarkeit der Materialien in 10 Jahren für die Materialauswahl als sehr wichtig eingestuft wird. Man betrachtet hierbei sowohl Gallium, als auch Indium als problematisch und schätzt daher die Zukunft von Galliumarsenid als ungewiß ein. Bei neuen Bauelementetechnologien mit anderen Materialien soll die Kompatibilität mit der Siliziumtechnologie besonders beachtet werden.

Herausgestellt wird von chinesischer Seite auch das Problem, daß zwar eine hohe Kompetenz in der Herstellung von optischen Materialien vorhanden ist, aber keine Erfahrung im Management und in der Entwicklung von Firmen. In diesem Zusammenhang wird erwähnt, daß China ein großes Projekt zur Entwicklung von High-Tech-Materialien und der Gründung eines Zentrums für Kristallzuchtungsindustrien etabliert hat.

#### 7th China-Japan-Symposium on Science and Technology of Crystal Growth and Materials

1. -2. November 1996 in Shanghai

Tagungsleiter: Prof. Peng (Shanghai Institute of Metallurgy of the Chinese Academy of Sciences)

Eine wesentliche finanzielle Unterstützung für die Durchführung der Tagung kam von der Japan Society for Promotion of Science, 161st Research Committee unter dem Vorsitz von Prof. T. Fukuda Tohoku University of Sendai, Japan.

Teilnehmer: China (ca. 70),  
Japan (ca. 25),  
Südkorea (1),  
Singapur (1),  
Deutschland (Prof. Rudolph / Berlin  
und G. Müller / Erlangen)

Als eigentlicher Vizechairman von japanischer Seite fungierte Prof. Ogawa, aber die eigentlich treibende Kraft für diese Veranstaltung und wohl auch frühere Tagungen dieser Art ist Prof. Fukuda.



G. Müller beim Vortrag auf dem China - Japan Symposium

Bei der Tagung wurden sowohl Übersichtsbeiträge über Arbeitsprogramme von Instituten, neue Forschungsprojekte als auch Originalbeiträge zu speziellen Themen als Vorträge und als Poster geliefert.

- T. Sasaki, Osaka University  
UV Light Generation by  $\text{ScLiB}_6\text{O}_{10}$  and Effect of Doping on Crystal Properties
- J. Wang, Shandong University, Nanjing University  
Survey of Recent Investigations on Self-frequency Doubling
- H. Kimura, National Research Institute for Metals  
Single Crystal Growth of  $\text{Dy}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$  Substituted Gd for Dy by Czochraski Method
- Y. Furukawa, National Research Institute for Metals  
Single Crystal Growth of Off-congruent  $\text{LaNbO}_3$   
Using Double Crucible CZ Method
- K.A. Auh, Hanyang University, Korea  
Electrical and Optical Properties of MgO and ZnO Doped  $\text{LiNbO}_3$
- M. Imaeda, NGK Insulators LTD \*IMR, Tohoku University  
High-quality Thin Film of  $\text{LiNbO}_3$  by LPE Method for Optical Waveguide Application
- Q. Tan, Fujian Institute of Research on the Structure of Matter, \*Gakushuin University  
Optical Damage in BBO Crystals
- Y. Shiohara, Superconductivity Research Laboratory, ISTEK  
Single Crystal Growth of  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  High Temperature Superconductive Oxide by Crystal Pulling
- W. Jin, Shanghai Institute of Ceramics, Chinese Academy of Science  
Boundary Layer Effect in Crystal Growth
- G. Müller, University Erlangen - Nürnberg, Germany  
Study of Industrial Semiconductor Crystal Growth Processes by Numerical Simulation and Experimental Investigations

- S. Uda, Central Research Institute, Mitsubishi Materials Co., Ltd. \*IMR, Tohoku University  
Monte Carlo Simulation on Nucleation from Si Melt with Energy Function of Coordination Numbers and Bond Angles
- L. Hu, National Engineering Research Center of Ultrafine Powder Nanostructured Materials
- W. Chen, Institute of Semiconductors, Chinese Academy of Sciences  
Size Dependence of Luminescence Intensity of ZnS Clusters in Zeolite-Y
- P. Rudolph, Institut für Kristallzüchtung  
The Present Crystal Growth Activities and New Developments of Material Science Technologies at the Institute of Crystal Growth in Berlin
- H. Yamagishi, Super Silicon Research Institute Corp.  
CZ Crystal Growth Development in Super Silicon Crystal Project
- Y. Xu, Hebei University of Technology  
The Growth of CZ Si Single Crystal in Equivalent Microgravity
- K. Terashima, Shonan Institute of Technology  
\*National Institute for Research in Inorganic Materials  
Essential Interest in Fundamental Properties of Si Melt
- Z. Mai, Institute of Physics, Chinese Academy of Sciences \*Toyama University  
Study of Thermal Behaviour of Microprecipitates in Silicon Crystal by Analysis of X-ray Pendellösung Fringes
- T. Iizuka, The University of Aizu  
Mechanical Damages of Silicon Crystals
- K. Fujita, Sumitomo Electric Industries, Ltd.  
Large Diameter III-V Compound Semiconductor Crystal - Features of VCZ and VB Growth methods -
- H. Tu, General Research Institute for Non-ferrous Metals  
Polishing Rate and Damage Characterization of Undoped Semiinsulating Gallium Arsenide Wafers
- J. Kang, Xiamen University \*Showa Denki K.K. \*\*IMR, Tohoku University  
Photoluminescence Properties of Undoped InP Grown by Liquid Encapsulated Vertical Bridgman Technique
- J. Chu, Shanghai Institute of Technical Physics  
The Characterization of HgCdTe Materials
- L. Wang, Shanghai Institute of Metallurgy, Shanghai Institute of Measurement Technique  
Observation of Deep Level Associated with High Dislocation in  $Hg_{1-x}Cd_xTe$
- T. Sukegawa, Shizuoka University  
Pulling of GaSb Crystals from Nonstoichiometric Solution
- S. Liu, Jilin University  
The Structure Stability Research of InGaAs(p)/InP Strained Layer Multiple Quantum Wells
- T. Sun, Hebei Semiconductor Research Institute  
Advances in Bulk Crystal of InP in China

#### Sasaki

Es wird hauptsächlich berichtet über die Flux-Züchtung (top seeded) von CLBO. Damit kann man mit der 4. und 6. harmonischen des YAG-Lasers etwa 4 Watt bei 213 nm erreichen, was vergleichbar ist, mit einem Excimer-Laser. Eine Leistung von 4 Watt bei 213 nm scheint Weltrekord zu sein.

#### J. Wang

(Er spricht ein ausgezeichnetes Englisch!)

Die Borate scheinen bedeutende Materialien für NLO zu sein. Das in der Überschrift genannte Material hat einen dreifachen nicht-linear-optischen Koeffizienten im Vergleich zu KDP. Auch hier ist das Ziel der Arbeiten, einen kurzwelligen Festkörper-Laser zu haben. Die Probleme bei diesem Material liegen in

der noch vorhandenen Inhomogenität. Weitere Kristalle mit vergleichbar interessanten Eigenschaften ergeben sich durch die Variation SE-Atome.

#### Furukawa

Es wird der entscheidende Vorteil der Züchtung von  $LiNbO_3$  mit einer Czochralski-Doppeltiegelmethode mit Nachchargieren erläutert. Damit kann stöchiometrisches  $LiNbO_3$  hergestellt werden, das eine wesentlich höhere Verkopplungskonstante / Verstärkungsfaktor hat als das normale LN. LN kristallisiert nämlich beim normalen Czochralski-Verfahren aus einer nicht stöchiometrischen Schmelze mit einem Verhältnis  $Li : Nb = 84,5 : 51,5$ .

#### Auh (ehemaliger Name: Orr)

Er gibt zunächst eine Einführung in die Organisation der Kristallzüchtungsgesellschaft in Korea (Corean Association of Crystal Growth) mit einer eigenen, viermal pro Jahr erscheinenden Zeitschrift und einer jährlichen Konferenz. In Korea besteht ein Nachholbedarf in der Entwicklung der industriellen Kristallzüchtung, da Korea überwiegend Systeme produziert (z.B. Samsung), bisher jedoch wenig Materialien.

#### Yamagishi

Das SSI-Projekt hat zum Ziel, im Zeitraum März 1996 bis Januar 2001 die Technologie für die Produktion von Si-Scheiben mit 400 mm Durchmesser, Kristallen mit einem Gewicht > 400 kg zu erarbeiten. Typische Parameter: Ebenheit < 0.13  $\mu m$ , Teilchengröße < 0.04  $\mu m$ , Oberflächenverunreinigung <  $10^8$  Atome/cm<sup>2</sup>.

Beteiligung am SSI: 50.1% Regierungsinstitut (Japan Key Technology Institute)  
49.9% Industrie (SEH, Sumitomo, Sitix, Komatsu, Showa-Denko, Mitsubishi, Toshiba, NEC)

Finanzvolumen: 125 Mill. US\$

Mitarbeiterzahl: 25 - 30

Standort: Isobe / Anaka (Nähe SEH), ein neues Gebäude wurde erstellt, die Ziehversuche werden im nächsten Herbst beginnen.

#### Aufgaben

und Arbeitsprogramm: Kristallzüchtung, Drahtsägen, Politur, Epitaxie, die ersten Scheiben sollen noch vor Sommer 1998 ausgeliefert werden.

Zum Czochralski-Puller wäre zu erwähnen, daß ein Cusp-Magnetfeld mit einem supraleitenden Magneten vorgesehen ist, insgesamt hat die Czochralski-Anlage eine Aufstellhöhe von ca. 15 m. Wegen des hohen Gewichts der Kristalle wird unterhalb des Dünnhalses eine Verdickung angebracht, an der ein Greifer angesetzt wird, um den Kristall zu fixieren (patentiert).

Offensichtlich sollen die Scheiben auch als Epi-Scheiben eingesetzt werden.

#### Fujita (Sumitomo Electric)

Es werden die Vorteile des VCZ- und VB-Verfahrens für InP und GaAs herausgestellt.

2"VCZ InP: versetzungsfrei (keine Sliplines in X-ray Topographie für  $[S] = 2 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$  analoge Ergebnisse auch für 3" InP Dotierung: S, Fe, Zn)

6"GaAs (20 kg, Länge 20 cm), EPD =  $10^4 \text{ cm}^{-2}$  vom Kristallanfang bis zum Kristallende.

VGF von GaAs: 3"s.i. dotiert, EPD =  $10-100 \text{ cm}^{-2}$  für den gesamten Kristall. Es wird angegeben, daß dieser Erfolg durch eine nahezu ebene Phasengrenze zustande kommt, deren Einstellung durch Computersimulation mit einem kommerziellen Code erreicht wurde.

s.i. GaAs 4", 200 mm lang, ziemlich flache Phasengrenze, leicht konkav an den Rändern, etwas konvex in der Mitte, EPD =  $10^3 \text{cm}^2$

4"GaAs: EPD =  $10^3 - 10^2 \text{cm}^2$  über den Scheibenquerschnitt mit W-Verteilung

Spezifischer Widerstand:  $10^8 - 10^9 \Omega \text{cm}$  entlang der Kristallachse, Einstellung von EL2 und C-Konzentration im Bereich um  $10^{16} \text{cm}^{-3}$ .

### Institutsbesichtigungen

Shanghai-Institute of Ceramics Academia Sinica  
Institutsgründung 1928, Begrüßung durch Direktor Prof. E. Shi

Arbeitsgebiete: Strukturkeramik, Funktionskeramik, Einkristallzüchtung, Gläser und spezielle Beschichtungen, Biomaterialien, Werkstoff-Forschung im Weltraum (das Institut hat eine Heizeranlage entwickelt, die in dem unbemannten Satelliten mitgeflogen ist, der am 20.10.1996 von einer erfolgreichen Weltraummission mit der chinesischen Rakete "Langer Marsch 2D", Missionsdauer 15 Tage, zurückgekehrt ist).

Die Arbeitsrichtungen des Instituts sind gegliedert in Grundlagenforschung, anwendungsorientierte F+E von High-Tech-Materialien, Produktion von hochentwickelten Werkstoffen und entsprechenden Bauteilen.

Die Organisationsstruktur des Instituts mit etwa 900 Mitarbeitern (60 Professoren, 170 Associate Profs., 100 Doktoranden) entspricht den oben angeführten Arbeitsgebieten, die jeweils eine Abteilung mit einem eigenen Direktor darstellen. Aus unserer Sicht besonders interessant ist die Abteilung für Einkristallzüchtung, deren Direktor Prof. Fan ist, der Vater unserer Reiseführerin Lin Fan.

Eine Übersicht über die am Institut hergestellten Kristalle und keramischen Werkstoffe wurde uns in einem Ausstellungsraum gegeben, wobei deutlich gemacht wurde, daß die Kristalle auch verkäuflich sind.

$\text{Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$  (30x250 mm), CsJ (70x300),  $\text{PbWO}_4$  (50x100),  $\text{BaF}_2$  (50x300),  $\text{CeF}_2$  (20x120) alle diese Kristalle gezüchtet in einem modifizierten Bridgman-Verfahren mit rechteckigem Tiegel. Saphirschmuck-Kristalle, synthetischer Diamant, Quarz (120x80),  $\text{LiTaO}_3$ ,  $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$  (3", 4") mit vertikalem Bridgman im Pt-Tiegel in (110) und (100), synthetischer Glimmer, Zirconia, BSO,  $\text{PbMoO}_4$  (25x100).

Funktionskeramiken wie z.B. Rotor von Turboladern und SiC-Verbrennungskammer, optische Glasfaser z.B. SE-dotiert, künstliche Hüftgelenke und Knochen aus Edelstahl, die mit Hydroxapatit-Plasma beschichtet sind, keramische Katalysatoren, asbestfreie Keramikisolation, Zirconia-Sauerstoffsonde, Strukturkeramiken (kohlefaserverstärkt), HTc-Keramiken.

Adresse: Shanghai 201800

Fax: 86 21 59 52 81 84,

e-mail: ezshen (a)becp2.ehip.ac.cn.

### Laborbesichtigungen Shanghai-Institut of Ceramics

Charakterisierungslabor VG-Anlage, Typ 310 F (Baujahr 1995) für Oberflächen-Charakterisierung z.B. Charakterisierung von synthetisiertem SiC-Pulver. TEM: JEOL 2010, SEM: KYKY 200= (chinesischer Hersteller) 6nm Auflösung, Verformungsanlage Instrom 8501

Labor für Oxidkristallzüchtung (Prof. Ying) mehrere Czochralski-Eigenbau-Anlagen (1-3") 1 Cyberstar 5-01 Anlage.

Kristalle.  $\text{Bi}_{12}\text{SiO}_{20}$  (1-2"), etliche Mischkristalle des  $\text{LiNbO}_3$  z.B. mit (Mg, Nd), (Fe, Mg), (Zn, Nd), (Fe, Ce), Ce, Mg, Fe (mit 0.05 mol % als photorefraktives Material für optische Datenspeicherung).

$\text{PbWO}_4$ ,  $\text{Bi}_{12}\text{GeO}_{20}$ ,  $\text{PbMoO}_4$ ,  $\text{Bi}_{12}$ ,  $\text{SiO}_2$ .

VB-Labor:

$\text{Pb}_2\text{KNb}_5\text{O}_{15}$  (1", 2"), dieses Material zeigt die höchste Piezoelektrizität ( $e_{15} = 14 \text{C/m}^2$ ,  $e_{24} = 15$ ,  $e_{31} = 0,4$ ,  $e_{32} = 1,4$ ,  $e_{33} =$

6,9). Hauptproblem: starke Spannungen und Sprünge, sowie Dissoziation trotz zugeschweißter Pb-Tiegel.

Erste Versuche mit VB von GaAs in  $\text{SiO}_2$ -Tiegel + Ampulle ohne  $\text{B}_2\text{O}_3$ .

### Halbleiter-Labor

SiC: bisher wird Material von CREE (6 H einschl. Epitaxie-Schicht untersucht). Ein Projektvorschlag für eine SiC-CVD wurde bei der Regierung eingereicht.

Ionenimplantationsanlage ULVAC (IM-200 M, Baujahr 1986) Hauptanwendung SOI:O-Implantation.

RBS-Anlage aus USA (National Electrostatics Corp. 1984).

### Shanghai Institute of Metallurgy Chinese Academy of Sciences

gegründet 1928, ab 1950 Halbleiter, Sensormaterialien, Halbleitertechnologie, Korrosion- und Beschichtungstechniken für Metalle

Begrüßung durch Dir. Prof. Lin und Prof. Peng.

Mitarbeiter: 900 (40 Prof., 700 Ing.)



Die deutsch-japanische Besucherdelegation vor dem Shanghai Institute of Ceramics

Einrichtung:

State Key Laboratory of Funktional Materials for Informatics, Ion beam Laboratory, Laboratory of Optical disks, Electronic packaging joint laboratory with Daimler Benz. Department of Semiconductor Materials (Prof. Peng), Volumenzüchtung von InP, GaAs, GaSb sowohl mit LEC als auch VGF (GaAs) 2", 3" seit 1996. MBE und MOCVD (Kooperation mit Heime / Aachen und AIXTRON)

Arbeitsgebiete: Heterojunction, Superlattice, QW, Mikrostrukturmaterialien. Bauelemente GaAs GaTe Arrays, LED's, Photodetektoren für Glasfaserkommunikation, GaAs Solarzellen

Si-Mikroelektronik:

"Produktionsreinraum" Anmerkung: Die Si-Scheiben kommen aus einer Fabrik in Shanghai, wo derzeit 6" und 8" entwickelt werden)

2  $\mu\text{m}$  CMOS, BICMOS, ECL-Technologie. Die Technologie für 0.5 bis 1,5  $\mu\text{m}$  IC's befindet sich in der Entwicklung, dabei wird das CAD von der Firma Dupont (USA) als joint-venture unterstützt.

Entwicklung eines High-tech Parks des SIM am Jiadang

Bisherige joint-ventures

- Siliconix (USA) für Halbleiterfertigungsgeräte (z.B. Bonder, Packaging)
- Firma Microsoft für Floppy-Disk Produktion

Anmerkung: Diese Einrichtung wurde 2 Tage nach unserem Besuch eröffnet.

Dir. Lin betonte nochmals, daß für folgende Gebiete Partner zur Kooperation und joint-ventures gesucht werden:

Mikroelektronik, Packaging, Mikrosystemtechnik, Kristallzüchtung (Hier besteht besonderes Interesse an Technologie für III-V Halbleiter, 3" und 4"-Anlagen und Technologie. Dagegen gibt es für Silizium bereits genügend Firmen in Raum von Shanghai.

General Research Institute for Non-ferrous Metals in Peking  
Anmerkung: Dieser Besuch war im ursprünglichen offiziellen Programm nicht vorgesehen und kam nur durch persönlichen Kontakt mit dem Präsidenten des Instituts Prof. Tu zustande, der die Herrn G. Müller, P. Rudolph und K. Fujita (Sumitomo) eingeladen hatte.

Dieses Institut könnte für unsere Arbeitsgebiete der Silizium und III-V Kristallzüchtung der wichtigste Partner in China werden. Zunächst wurde in einer Einführungsveranstaltung vor etwa 25 Teilnehmern durch den Vizedirektor Prof. Yu, unter Teilnahme der weiteren Vizedirektoren Prof. Chun und Prof. Sheng eine Übersicht über die Arbeitsgebiete gegeben. Danach hielten die 3 geladenen Gäste jeweils einen Vortrag, der von einer Dolmetscherin übersetzt wurde. Wichtigste Aussage war dabei, daß die Arbeiten bis zum Jahr 2000 möglichst weitgehend kommerzialisiert werden sollen. Es geht dabei um folgende Arbeitsgebiete:

Silizium 5", 6", 8" in CZ und 4" in FZ

LEC	HB	VGf
2", 3", 4	2", 3"	Forschung
IC (s.i.)	Laser, LED	
Cr-dotiert	100 kg/Jahr	
Leistungsbaulemente		
80 kg/Jahr		

GaP: 2" rote und grüne LED, 100 kg/Jahr  
GaSb: 2", 3" mit LEC, meist für den Export  
InP: 2" mit LEC, für optische Kommunikation  
InAs 2"

Scheibentechnologie ist vorhanden, ebenfalls Epitaxie (VDE, LCE und MOCVT für Bauelementeherstellung für China und in geringem Umfang Export).

Apparaturen: HB (3" aus USA), LEC aus Frankreich, für GaP (2") aus England

Personal bei III-V-Halbleitern: 80 (davon 50 Ing.)  
Anmerkung zur Institutsleitung: Präsident: TU  
Abteilungsleiter: Chung  
Vizedirektoren: Ju und Sheng

**Besichtigung der Ziehhalle**

Si-CZ (5-8 Anlagen, die offensichtlich nicht auf besonderen Fundamenten stehen) Hamco-Anlagen, Kayec mit Seiltechnik.

1995 wurde der erste 8"-Kristall in China gezogen, allerdings gibt es für 8" zur Zeit noch keine Säge, die Scheibenproduktion soll 1997 erfolgen. Länge des 8"-Kristalls: 0,8m

FZ von Si (4 Anlagen) 1 Topsoe 1991 mit Hüttinger-Generator, 1 russische Crystal 114, 1 chinesische TDL-FZ 35, sowie eine alte Anlage

Derzeit wird auf dem Gelände eine neue Fabrik aufgebaut, die etwa 10-20 Czochralski-Anlagen enthalten soll.

Hochdruck-Anlagen für III-V-Züchtungen: 2 MRS, 1 Mark III mit der gerade der Einstieg für VGZ vorgenommen wird und 2 chinesische Anlagen für VGf von GaAs (3", 100).

**Institute of Semiconductors, Academia Sinica**

Mitarbeiter: etwa 1000 (50 Profs, 150 Assistent Prof.)  
Struktur: 4 Laboratorien  
1. Übergitterstrukturen und neue Bauelemente (National Laboratory)  
Anmerkung: die National Laboratories stellen eine Art Center of Excellence dar, von denen es etwa 75 insgesamt in China



Das Essen mit den Stäbchen klappt schon

gibt. Sie sind hauptsächlich für Grundlagenforschung eingerichtet und erhalten ihr Geld direkt von der Regierung

2. Opto-Elektronik Labor (20 - 30 Mitarbeiter)  
1,5 µm Laser für optoelektronische Nachrichtenübertragung, Hochleistungsdiodenlaser mit QW, wobei die Scheiben von AXT gekauft wurden.

3. Oberflächenphysik

4. Halbleiterbauelemente: Quantenpunkte, MBE, MOCVD von GaN

Anmerkung: Mikrogravitationsexperimente: Das Institut hat ein FZ-Mikrogravitationsexperiment von GaAs (s.i.) in der vor kurzem erfolgreich durchgeführten Kapselmission betreut.

Abspaltung von fabrikähnlichen Institutionen mit Produktionsaufgaben

Optoelektronik, Engineering, z.B. Laserdiodenherstellung.  
Weitere kleine Firmen zur Herstellung von Hall-Sensoren, Gas-Sensoren, Peltier-Kühlern

**Besichtigung des Halbleiter-Kristallzüchtungs-Labors**

GaAs: Eine Hochdruck-LEC Anlage: TDR-GY 30  
2-4" GaAs Die chinesische Anlage stellt praktisch einen Nachbau der 354/358 Cambridge Kessel dar, mit einem Ziehkopf ähnlich der Mark III-Anlage  
InP: 2" LEC, Synthese (1 kg) bei Injektion  
GaSb: 2" (100) mit EPD =  $5 \times 10^2 \text{ cm}^{-2}$  mit KCl + NaCl Einkapselung; Verkauf hauptsächlich nach USA für 200 US \$ pro Scheibe.

Si-Züchtungsgruppe:(nahezu aufgelöst) die Labors sind in keinem guten Zustand, seit etwa 3 Jahren erhält die Gruppe kein Geld mehr für CZ und FZ, da die Anlagen zur Produktion in eine kleine lokale Firma übertragen wurden (Loa Yung Silicon Factory in Loa Yung City, Fax: 0379-39 32 973)

Als kleine Aktivität wird in diesem Labor mit der SiC-Volumenzüchtung in einer Czochralski-Anlage mit dem Lely-Verfahren begonnen. Ich habe einen etwa pfenniggroßen, 1mm dicken blaugrünen SiC-Kristall (6 H gesehen).

MBE-Labor (Eigenbau-Anlage) GaN, auch Saphir, Si/GeSi-Bauelementestrukturen für HBT, des weiteren GSMBE von III-V QW-Strukturen auf GaAs und InP.

Charakterisierungslabor mit vielen Einrichtungen, z.B. FTIR (Brooker IFS 120 HR, PL-mapping)

**Institute of Physics Chinese Academy of Sciences**

3 Key-Laboratories: Oberflächenphysik, magnetische Materialien, Supraleitung.  
Mitarbeiter: 500 (45 Doktoranden, 20 Diplomanden (Master), 15 post-doc)  
Finanzierung: derzeit schwierig, da die Institute auf Grundlagenforschung eingerichtet sind, die Regierung jedoch auf An-

wendung und Technologietransfer setzt. Die derzeitigen Finanzierungsquellen setzen sich zusammen aus der Academy of Science, National Science Foundation (auf Projektbasis) und Staatsprojekte (A63-Projekte d.h. High-Tech-Projekte)

Das Institut soll im Juli 1997 umstrukturiert werden in ein Center of Condensed Matter Physics.

Laborbesichtigung: Crystal Growth Laboratory

CZ-Züchtung von intermetallischen Verbindungen und S.E.-Fe-Verbindungen (z.B. TbDyFe) mit Skull-Methode.

Top Seeded Solution Growth: Oxide, wie KNBO<sub>3</sub>

CZ-Verfahren: TeGa-Granat ist der beste Isolator für Festkörper-Laser wie z.B. YAG:Nd oder Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:Ti Mg<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub>:Ni, YVO<sub>4</sub>

FZ-Züchtung von Oxiden in 2-Doppelspiegelöfen von NEC: YVO<sub>4</sub>:Nd, Er, Tm; TiO<sub>2</sub>

CZ-Züchtung von LaAlO<sub>3</sub>-Substrate für HTc-SL

Lösungszüchtung von Quarz (Hydrothermal): 100 Tonnen/Jahr ist Jahresproduktion

Finanzierung:

Academy of Science: 1 Mill US \$ (reicht nicht für Gehälter)

15% National Science Foundation (für Grundlagenforschung)

40% High-Tech-Programm (86/3 Programm (seit 1986))

30% vom 9. 5-Jahresplan

10% aus chinesischer Industrie (Anmerkung: die Zusammenarbeit mit der Industrie läuft nicht so gut. Die Industrie ist ungeduldig und möchte sofort Produktionsprozesse bekommen)

Anmerkung: Aus dem Verkauf von Bauelementen ist derzeit nur sehr wenig Geld zu erzielen. Jede Abteilung muß sich außer dem Anteil aus der Grundlagenforschung mithilfe von Projekten selbst um die Finanzierung kümmern, sonst verlieren die Mitarbeiter ihren Job. d.h. es bleibt nur das Grundgehalt von etwa 100 US \$/Monat.

Den größeren Anteil des Gehaltes gibt es nur auf Prämienbasis für erfolgreiche Projekte.

G. Müller

## Schmunzelecke

- Wer glaubt, daß Abteilungsleiter Abteilungen leiten, der muß auch glauben, daß Zitronenfalter Zitronen falten.
- Realistisch bedeutet, auf optimistische Weise pessimistisch zu sein.
- Der Mensch ist ein zielstrebiges Wesen, aber meist strebt er zu viel und zielt zu wenig.

Günther Radtke

- Der rastlose Mensch von heute hat tagsüber keine Zeit, sich Sorgen zu machen, und abends ist er zu müde dazu. Alles in allem hält er das für Glück.

Georg Bernard Shaw

- Neue Besen kehren gut, aber die alten kennen die Ecken.
- Gerüchte sind die Rauchfahnen der Wahrheit.
- Der Kopf ist rund, damit das Denken die Richtung ändern kann.

Francis Picabia

Nachlese zur gemeinsamen Jahrestagung der AIC-SCC/DGKK, 5.-7. 3. 97 in Freiburg:

Italienisch für Fortgeschrittene: Funghi al tonno – Pilz vom Faß

### ■ Dilbert



## 3rd Orbit By Chris Ghormley



## Tagungskalender

1997

**8.-11. Juni** Berlin/D  
7th European Workshop on MOVPE and Related Growth Techniques

Prof. Dr. W. Richter, Technische Universität Berlin, Hardenbergstr. 36, D-10623 Berlin, Email: richter@gift.physik.tu-berlin.de

**23.-27. Juni** Cardiff (Wales)/U.K.  
6th International Conference on the Formation of Semiconductor Interfaces (ICFSI-6)

Glenda Bland, Email: 100416.1402@compuserve.com, URL: www.astro.cf.ac.uk/icfsi

**25.-29. August** Grenoble/Frankreich  
International Conference on II-VI Semiconductors 1997

CEA/CENG, Département de Recherche Fondamentale sur la Matière Condensée, Service de Physique des Matériaux et Microstructures, 17, rue des Martyrs, 38054 Grenoble Cedex 9, France

**7.-11. September** San Diego (CA)/U.S.A.  
24th International Conference on Compound Semiconductors (ISCS XXIV)

Mike Melloch, Purdue University, Email: melloch@ecn.purdue.edu, URL: http://luciano.stanford.edu/ISCS/

**7.-10 September** Templin/D  
7th International Conference on Defect Recognition & Image Processing (DRIP VII)

J. Donocker, Institut für Kristallzüchtung im Forschungsverbund Berlin, Rudower Chaussee 6, D-12489 Berlin

**7.-12. September** Orlando (FL)/U.S.A.  
11th International Conference on Secondary Ion Mass Spectrometry (SIMS IX)

Judith Sjoberg, SIMS IX, 1201 Don Diego Avenue, Santa Fe, NM 87505, U.S.A.

**8.-10. September** Montreux/Schweiz  
6th International Conference on Chemical Beam Epitaxy and Related Growth Techniques (ICCB-EVI)

Conference Secretary Dr. Alok Rudra, Swiss Federal Institute of Technology, Lausanne, Email: rudra@eldp.epfl.ch

**28. September - 1. Oktober** Atlantic City (NJ)/U.S.A.  
Eastern Regional Conference on Crystal Growth and Epitaxy, ACCGE/east-97

Conference Secretariat: Ed Porbansky, 163 Carson Drive, Colonia, NJ 07067, 001 908 382 1086

**5.-8. Oktober** Ann Arbor (MI)/U.S.A.  
16th North American Conference on Molecular Beam Epitaxy  
Pallab K. Bhattacharya, University of Michigan, Dept. of EE & CS, 1301 Beale Av., Ann Arbor, MI 48109, U.S.A.

**27.-31. Oktober** Tokushima/Japan  
International Conference on Nitride Semiconductors (ICN597)

Dr. S. Yoshida, Steering Chair ICN597, Material Science Div., Electrotechnical Lab, 1-1-4 Umezono; Tsukuba, Ibaraki 305, Japan, Email: syoshida@etl.go.jp, URL: http://www.icns.ee.tokushima-u.ac.jp/

1998

**8.-10 März** Leipzig/D  
Jahrestagung der Deutschen Gesellschaft für Kristallographie (DGK)

**3.-8. Mai** San Diego/U.S.A.  
8. International Symposium on Silicon Materials Science and Technology

Howard R. Huff, SEMATECH, 2706 Montopolis Dr., TX 78741, U.S.A.

**1.-6. Juni** Rimini/I  
10th Internat. Summer School on Crystal Growth (ISSCG-10) for information please contact: R. Fornari, MASPEC-CNR and C. Paorice, Physics Dept. Univ. of Parma or visit the Web site: http://www.maspec.bo.cnr.it/CG/school\_cg.html

## ICCG 12

### THE TWELFTH INTERNATIONAL CONFERENCE ON CRYSTAL GROWTH

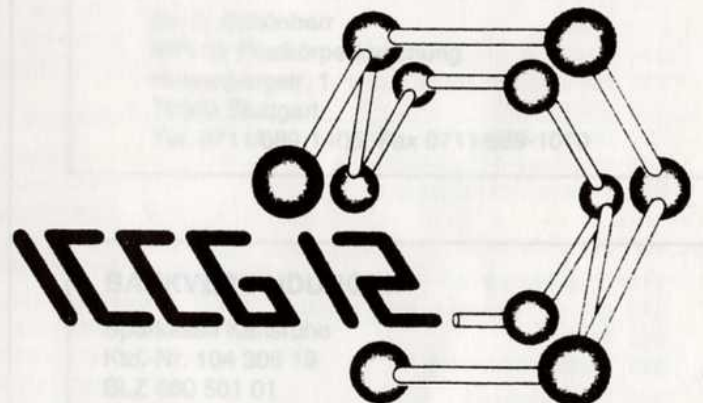
*Jerusalem, Israel, 26 - 31 July, 1998*

#### MAIN TOPICS:

- Fundamentals
- Bulk growth
- Epitaxy, thin films, coatings & vapour growth
- Modelling (simulations) & external fields
- Novel characterization methods & devices
- Biocrystallization
- High  $T_c$  Superconductors & diamonds
- Mass crystallization
- Specialties

#### FOR FURTHER INFORMATION:

ICCG 12  
C/O International Travel & Congresses Ltd.  
P.O. Box 29313, Tel Aviv 61292, Israel  
Tel: +972-3-5102538, Fax: +972-3-5160604



## Personalien

Neue Mitglieder:

**Moretzki, Olaf**, Dipl.-Mineraloge

Scharnhorststr. 20  
D-04275 Leipzig

Tel.: 0341/9736-265 od. 250 Mitgliedsnummer: 759 S Edat.: 01/11/96  
Fax.: 0341/9736-299

E-Mail geschäftl.:

Kristallphysik, Kristallchemie, Synchrotronstrahlung, Flux-Züchtung, Perowskite, Supraleiter

Codeworte: S1: 134 ; S2: 234 ; S3: 236 ; S4: 321 ; S5: 411  
S6: 513 ; S7: 527 ; S8: 554 ; S9: 622 ; S10: 631

**Utke, Ivo**, Dr., Dipl.-Kristallograph

Chemin de Bellerive 34  
CH 1007 Lausanne  
Schweiz

Tel.: 0041/21/693-4741 Mitgliedsnummer: 760 M Edat.: 01/11/96  
Fax.: 0041/21/693-4750

E-mail geschäftl.: ivor.utke@imo.dp.epfl.ch

Epitaxie/Massivkristallzüchtung, Kristallbearbeitung + Charakterisierung, Theorie des Kristallwachstums, Kristallmorphologie/ Defekte, Misfit/Diffusion, Grenzflächen, Prozessparameter

Codeworte: S1: 135 ; S2: 134 ; S3: 233 ; S4: 236 ; S5: 111  
S6: 716 ; S7: 522 ; S8: 581 ; S9: 632 ; S10: 711

**Frank, Dieter Werner**

Steigwiesen 2  
D-88477 Schwendi-Hörenhausen

Tel.: 07347/61-261 Mitgliedsnummer: 761 M Edat.: 01/12/96  
Fax.: 07347/7307

E-mail geschäftl.:

Kristalloptische Komponenten, Nd:YAG, Nd:YLF, Ti:Saphir, CaF<sub>2</sub>, SiO<sub>2</sub>

Codeworte: S1: 111 ; S2: 560 ; S3: 583 ; S4: 810 ; S5: 813  
S6: 832 ; S7: 835 ; S8: 850 ; S9: ; S10:

**Gross, Christoph**, Dr., Dipl. Physiker

Robert-Mayer-Str. 2-4  
D-60054 Frankfurt

Tel.: 069/798-23468 Mitgliedsnummer: 762 M Edat.: 01/01/97  
Fax.: 069/798-28520

E-mail geschäftl.: gross@physik.uni-frankfurt.de

Präparation und Anwendungen von Hochtemperatursupraleitern, Inductive Heizverfahren (u.a. Skull-Melting) numerische Simulation von Temperatur- und elektro-magnetischen Feldern

Codeworte: S1: 116 ; S2: 117 ; S3: 236 ; S4: 551 ; S5: 554  
S6: 660 ; S7: 751 ; S8: 145 ; S9: 325 ; S10:

**Richter, Frank**, Dr., Dipl.-Physiker

Am Jögersberg 3  
D-24161 Altenholz

Tel.: 0431/36905-0 Mitgliedsnummer: 763 M Edat.: 01/02/97  
Fax.: 0431/36905-25

E-Mail geschäftl.:

Kristallzüchtung von Fluoriden, Festkörperlaser, Spektroskopie

Codeworte: S1: 115 ; S2: 237 ; S3: 223 ; S4: 321 ; S5: 413  
S6: 522 ; S7: 524 ; S8: 111 ; S9: 835 ; S10:

**Zaczek, Christoph**, Physiker

Pfaffenwaldring 47  
D-70569 Stuttgart

Tel.: 0711/685-7149 Mitgliedsnummer: 764 S Edat.: 01/02/97

Fax.: 0711/685-7143

E-Mail geschäftl.:

Festphasenkristallisation von amorphem Silizium

Codeworte: S1: 121 ; S2: 213 ; S3: 322 ; S4: 411 ; S5: 524  
S6: 631 ; S7: 711 ; S8: 323 ; S9: 621 ; S10:

**Kläser, Marion**, Dipl. Physikerin

Engesserstr. 7  
D-76128 Karlsruhe

Tel.: 0721/608-3551 Mitgliedsnummer: 765 M Edat.: 01/02/97

Fax.: 0721/697123

E-mail geschäftl.:

Züchtung von HTSC

Codeworte: S1: 134 ; S2: 236 ; S3: 321 ; S4: 411 ; S5: 581  
S6: 614 ; S7: ; S8: ; S9: ; S10:

**Müller, Hans**, Dipl. Physiker

Engesserstr. 7  
D-76128 Karlsruhe

Tel.: 0721/608-6474 Mitgliedsnummer: 766 M Edat.: 01/02/97

Fax.: 0721/697123

E-mail geschäftl.:

Diffusionsmessungen an Metall- und Halbleiterschmelzen, Einfluß konvektiver Störungen auf Diffusionsmessungen > µg Relevanz

Codeworte: S1: 211 ; S2: 221 ; S3: 222 ; S4: 232 ; S5: 581  
S6: 613 ; S7: 713 ; S8: 752 ; S9: ; S10:

**Göring, Peter**

Freiburger Str. 64  
D-79215 Elzach

Tel.: 07682/528 Mitgliedsnummer: 767 M Edat.: 01/02/97

Fax.: 07682/7518

E-mail geschäftl.: 100715.327@compuserve.com

Saphirbearbeitung zu Lagerzwecken

Codeworte: S1: 413 ; S2: 816 ; S3: ; S4: ; S5:  
S6: ; S7: ; S8: ; S9: ; S10:

**Kleeßen, Holger**, Dipl.-Kristallograph

Invalidenstr. 110  
D-10115 Berlin

Tel.: 030/2093-7734 Mitgliedsnummer: 768 S Edat.: 01/02/97

Fax.: 030/2093-7760

E-Mail geschäftl.:

Kristallzüchtung, Mischkristalle, Computersimulation

Codeworte: S1: 116 ; S2: 115 ; S3: 119 ; S4: 215 ; S5: 235  
S6: 232 ; S7: 311 ; S8: 413 ; S9: 631 ; S10: 712



**Redaktion**

<b>Chefredakteur</b>	H. J. Fenzl Siemens AG HL AM 1 Otto-Hahn-Ring 6 81739 München Tel. 089/636-48998 Fax -44236 Email: hans-juergen.fenzl@hlistc.siemens.de
<b>Übersichtsartikel</b>	A. Cröll Uni Freiburg Tel. 0761/203-6441 Fax -6434
<b>Kristallzüchtung in Deutschland</b>	T. Boeck IKZ Berlin Tel. 030/6392-3051 Fax -3003 Email: boeck@ikz.fta-berlin.de
<b>Tagungsberichte</b>	W. Aßmus / F. Ritter Uni Frankfurt Tel. 069/7982-23144 Fax -28520
<b>Mitteilungen der DGKK Stellenangebote/ Stellengesuche</b>	H. Walcher IAF Freiburg Tel. 0761/5159-347 Fax -219
<b>Mitteilungen ausländischer Schwestergesellschaften Tagungskalender</b>	J. Schmitz IAF Freiburg Tel. 0761/5159-846 Fax -400
<b>Internet-Ansprechpartner</b>	U. Rehse IKZ Berlin Tel. 030/6392-3070 Fax -3003 Email: ur@ikz.fta-berlin.de www: <a href="http://www.ikz.fta-berlin.de">http://www.ikz.fta-berlin.de</a>
<b>Bücherecke Schmunzelecke</b>	R. Diehl IAF Freiburg Tel. 0761/5159-416 Fax -400
<b>Anzeigenwerbung</b>	G. Müller-Vogt Uni Karlsruhe Tel. 0721/608-3470 Fax /697-123 Email: km1@phys.uni-karlsruhe.de

**Hinweise für Beiträge****Redaktionsschluß MB 66:  
2. Oktober 1997**

Bitte senden Sie Ihre Beiträge möglichst auf Diskette (Format sekundär).

Abbildungen möglichst als Hochglanzabzüge.

Willkommen sind jederzeit interessante Bilder (auch ohne Artikel) für den Titel.

Besten Dank  
Die Redaktion

**SATZ, DRUCK & WEITERVERARBEITUNG**

böllmann druck GmbH  
Rudolf-Diesel-Straße 3  
90513 Zirndorf bei Nürnberg

**Vorstand der DGKK****Vorsitzender**

Dr. W. Schröder  
Institut für Kristallzüchtung  
Rudower Chaussee 6  
12489 Berlin  
Tel. 030/6392-3000, Fax 030/6392-3003  
EMail: ur@dfnsl.WTZA-Berlin.de

**Stellvertretender Vorsitzender**

Dr. W. Zulehner  
Wacker Siltronic GmbH  
Postfach 1140  
84489 Burghausen  
Tel. 08677/83-2547, Fax 08677/83-5824

**Schriftführer**

Dr. H. Walcher  
Fraunhofer-Institut für  
Angewandte Festkörperphysik  
Tullastr. 72  
79108 Freiburg  
Tel. 0761/5159-347 oder 597, Fax 0761/5159-219  
EMail: Walcher @ iaf. fhg. de

**Schatzmeister**

Dr. German Müller-Vogt  
Kristall- und Materiallabor der  
Fakultät für Physik  
Kaiserstr. 12  
76131 Karlsruhe  
Tel. 0721/608-3470, Fax 0721/697123

**Beisitzer**

Prof. Dr. M. Mühlberg  
Institut für Kristallographie  
Zülpicherstraße 49  
50674 Köln  
Tel. 0221/470-4420, Fax 0221/470-5151  
EMail: muehlberg@kri.uni-koeln.DE

Hans Jürgen Fenzl  
Siemens AG HL AM 1  
Otto-Hahn-Ring 6  
81739 München  
Tel. 089/636-48998, Fax 089/636-44236  
Email: hans-juergen.fenzl@hlistc.siemens.de

Dr. E. Schönherr  
MPI für Festkörperforschung  
Heisenbergstr. 1  
70569 Stuttgart  
Tel. 0711/689-1405, Fax 0711/689-1010

**BANKVERBINDUNGEN**

Sparkasse Karlsruhe  
Kto.-Nr. 104 306 19  
BLZ 660 501 01

Postbank Karlsruhe  
Kto.-Nr. 2424 17-752  
BLZ 660 100 75

# DGKK - STICHWORTLISTE

## KRISTALLHERSTELLUNG

### ZÜCHTUNGSMETHODEN

#### 110 Schmelzzüchtung

- 111 Czochralski
- 112 LEC
- 113 Skull / kalter Tiegel
- 114 Kyropoulos
- 115 Bridgman
- 116 Schmelzzonen
- 117 gerichtetes Erstarren
- 118 Verneuil
- 119 andere Methoden

#### 120 Gasphasenzüchtung

- 121 CVD, CVT
- 122 PVD, VPE
- 123 MOCVD
- 124 MBE, MOMBE
- 125 Sputterverfahren
- 129 andere Methoden

#### 130 Lösungszüchtung

- 131 wässrige Lösung
- 132 Gelzüchtung
- 133 hydrothermal
- 134 Flux
- 135 LPE
- 136 THM
- 139 andere Methoden

#### 140 weitere Verfahren

- 141  $\mu$ -g Züchtung
- 142 Hochdrucksynthese
- 143 Explosionsverfahren
- 144 Elektrokristallisation
- 145 Rekristallisation/Sintern
- 149 andere Verfahren

#### 150 Reinstoffherstellung

### MATERIALZUSAMMENSETZUNG

#### 210 Elemente

- 211 Graphit
- 212 Diamant, diamantartiger K.
- 213 Silizium
- 214 Germanium
- 215 Metalle
- 219 andere Elemente

#### 220 Verbindungen

- 221 binäre Verbindungen
- 222 ternäre Verbindungen
- 223 multinäre Verbindungen
- 231 IV-IV
- 232 III-V
- 233 II-VI
- 234 Oxide, Ferroelektrika
- 235 metallische Legierungen
- 236 Supraleiter
- 237 Halogenide
- 238 organische Materialien
- 239 andere Verbindungen

### WACHSTUMSFORMEN

- 311 Massivkristalle
- 312 dünne Schichten, Membrane
- 313 Fasern
- 314 Massenkristallinat
- 321 Einkristalle
- 322 Polykristalle

323 amorphe Materialien, Gläser

324 Multischicht-Strukturen

325 Keramik, Verbundwerkstoffe

326 Biokristallinat

327 Flüssigkristalle

328 Polymere

329 andere Materialtypen

### KRISTALLBEARBEITUNG

411 Tempern

412 Sägen, Bohren, Erodieren

413 Schleifen, Läppen, Polieren

414 Laserstrahl-Bearbeitung

421 Lithographie

422 Ionenimplantation

423 Mikrostruktuirung

### KRISTALLCHARAKTERISIERUNG

### KRISTALLEIGENSCHAFTEN

#### 510 grundlegende Eigenschaften

511 Stöchiometrie

512 Phasenreinheit

513 Struktur, Symmetrie

514 Morphologie

515 Orientierungsverteilung

516 Phasenumwandlungen

#### 520 Strukturdefekte / Struktureigenheiten

521 Punktdefekte, Dotierung

522 Versetzungen

523 planare Defekte, Verzwilligung

524 Korngrenzen

525 Einschlüsse, Ausscheidungen

526 Fehlrdnungen

527 Überstrukturen

#### 530 Mechanische Eigenschaften

531 Elastische Eigenschaften

532 Härte

533 Bruchmechanik

#### 540 Thermische Eigenschaften

541 Wärmeausdehnung

542 kritische Punkte

#### 550 Elektrische Eigenschaften

551 Leitfähigkeit

552 Ladungsträger-Eigenschaften

553 Ionenleitung

554 Supraleitung

#### 560 Optische Eigenschaften

#### 570 Magnetische Eigenschaften

#### 580 Weitere Eigenschaften

581 Diffusion

582 Korrosion

583 Oberflächen-Rekonstruktion

### MESSMETHODEN

#### 610 chemische Analytik

611 chemischer Aufschluß

612 Ätzmethoden

613 AAS, MS

614 thermische Analyse

#### 620 Mikroskopie

621 lichtoptische Mikroskopie

622 Elektronenmikroskopie

623 Rastertunnel-Mikroskopie

624 Lumineszenz-Topographie

#### 630 Beugungsmethoden

631 Röntgendiffraktometrie

632 Röntgentopographie

633 Gammadiffraktometrie

634 Elektronenbeugung

635 Neutronenbeugung

#### 640 Spektroskopie, Spektrometrie

641 UV-, VIS-, IR-, Fourier-

642 Raman-, Brillouin-

643 Kurzzeit-Spektroskopie

644 NMR, ESR, ODMR

645 RBS, Channeling

646 SIMS, SNMS

#### 650 Oberflächenanalyse

651 LEED, AUGER

652 UPS, XPS

#### 660 Elektrische Charakterisierung

#### 670 Andere Meßmethoden

### MATHEMATISCHE BEHANDLUNG

#### 710 Kristallwachstum

711 Keimbildung

712 Wachstumsvorgänge

713 Transportvorgänge

714 Rekristallisation

715 Symmetriemaspekte

716 Kristallmorphologie

717 Phasendiagramme

#### 730 Materialeigenschaften

731 thermodyn. Berechnungen

732 elektrochem. Berechnungen

733 Bandgap-Engineering (physik.)

734 Crystal-Engineering (biolog.)

735 Defect-Engineering

#### 750 Prozessparameter

751 Temperaturverteilung

752 Konvektion

### ENTWICKLUNG / VERTRIEB / SERVICE

#### 810 Anlagen / Komponenten

811 Züchtungsapparaturen

812 Prozess-Steuerungen

813 Sägen, Poliereinrichtungen

814 Öfen, Heizungen

815 Hochdruckpressen

816 mechanische Komponenten

817 elektrische Komponenten

818 Meßeinrichtungen

#### 830 Zubehör

831 Zubehör für Kristallzüchtung

832 Zubehör für Kristallbearbeitung

833 Zubehör für Materialanalyse

834 Ausgangsmaterialien

835 Kristalle

836 Lehrmaterial, Kristallmodelle

837 Rechenprogramme

#### 850 Service

851 Anlagenplanung

852 Anwendungsberatung

853 Materialanalyse (als Service)

# VORSPRUNG DURCH MODERNSTE TECHNIK



## Induktiv beheizter Temperofen

für Kristallzucht und Temperung von z.B. SiC-Wafern. Der Nutzraum kann bis 2300 °C geheizt werden. Die VAC/Schutzgaseinrichtung ermöglicht kontrollierte Gemische von Ar, He, H<sub>2</sub> und N<sub>2</sub> im Partialdruckbereich  $4 \cdot 10^{-2} \text{ Pa} < p < 1 \cdot 10^5 \text{ Pa}$  abs. Extrem kurze Heiz- und Kühlzyklen garantieren optimale Prozeßeigenschaften.



## kostengünstige Heatpipes

zur Etablierung von hochisothermen Prozeßbedingungen. Temperaturbereiche: 350-550° C und 550-990° C; Standard; Innendurchm. 20-95 mm; Längen 200-1000 mm lieferbar; Sondermaße auf Anfrage.



## Rohröfen

verfahrbar von 2 - 200 mm/h; 1- oder 3-zonig; Temperaturbereich -1750 °C; 100% Faserisolierung; verschiedene Gerätegrößen; für Kristallziehprozesse



## Corundum-Star

ein 3-Liter-Ofen bis 1320 °C. Diese Ofenanlage erlaubt es in der Standardversion unter reinem Sauerstoff bei 6 bar Überdruck zu arbeiten. Der Ofen kann auch an Luft, an neutraler Ofenatmosphäre bei geringfügig reduzierter Maximaltemperatur, sowie bei Neutralgas mit Wasserstoffgehalt bis zu 8 % betrieben werden. Anwendungen sind z.B. die Wärmebehandlung von Rubinen, Saphiren und Hochtemperatursupraleitern.



## Hochfrequenz-Generatoren

durch geringe Spulenspannung gut geeignet zum Einbau in Schutzgas oder Vakuum-Anlagen, mit Suszeptor als Substrateizer für Epitaxi, Erzeugung höchster Temperaturen zur Einkristallzucht, z. B. Oxidkristalle. Neu: 1,5 / 3 / 6 und 12 kW

ohne Abb.

**Safir-Formteile:** Platten, Rohre bis Durchmesser 40 mm und Länge 1000 mm, sowie Tiegel. Verwendung u.a. als Thermoelement-Schutzrohr oder Bestandteil von Ziehgestängen.

Sonderanlagen  
nach  
Kundenspezifikationen!

**linn**  
High Therm



Heinrich-Hertz-Platz 1  
D-92275 Eschenfelden  
Tel. 096 65-91 40-0  
Fax 096 65-17 20

Internet: <http://www.linn.de>  
e-mail: [info@linn.de](mailto:info@linn.de)