







Titelbild: Max Volmer, 03.05.1885 - 03.06.1965

#### Vorstand der DGKK

Vorsitzender

Dr. Herbert Jacob Wacker-Chemitronic, Postfach 1140 8263 Burghausen Tel. 08677/83-3868

2. Vorsitzender

Priv. Doz. Dr. Dietrich Schwabe I. Phys. Inst. d. Univ. Gießen Heinrich-Buff-Ring 16 6300 Gießen Tel. 0641/702-2715

Schriftführer

Dr. Roland Diehl Fraunhofer-Institut für Angewandte Festkörperphysik, Eckerstraße 4 7800 Freiburg Tel. 0761/2714-286

Schatzmeister

Dr. Christa Grabmaier Siemens AG Zentrale Technik, AM 4 Otto-Hahn-Ring 6 8000 München 83 Tel. 089/636-2696

Beisitzer

Prof. Dr. Heiner Müller-Krumbhaar Institut für Festkörperforschung der KFA Jülich, Postfach 1913 5170 Jülich Tel. 02461/61-3428

Dr. Georg Müller Institut für Werkstoffwissenschaften VI -Werkstoffe der Elektrotechnik -Universität Erlangen-Nürnberg Martensstraße 7, 7850 Erlangen Tel. 09131/85-7636

Dipl. Phys. Rolf Laurien Philips GmbH Forschungslaboratorium Hamburg Vogt-Kölln-Str. 30, 2000 Hamburg 54 Tel. 040/5493-527(546)

#### MITTEILUNGEN DER DGKK

Protokoll der DGKK-Jahresversammlung 1985

am 19. März 1985 in Köln

#### Versammlungsort:

HS II der Chemischen Institute der Universität zu Köln

Beginn:

19.00 h

#### Teilnehmer:

die Mitglieder Jacob, Sussieck-Fornefeld, Wiese, Schröder, Schettler, Walcher, Diehl, Göbbels, Becker, C. Grabmaier, Haspeklo, Voigt, Schwabe, G. Müller, Fußstetter, Fischer, B. Scholz, Baumgartl, Sell, Rabenau, Benz, Fabian, H.J. Wolf, Teich, Ketterer, Feißt, H. Schmidt, Streubel, Hirsch, Eyer, Wenzl, Leibenzeder, Trah, Bruder, Schmitz, Räuber, Bauser, Wiehl, Müller-Vogt, Göbel, Bakardjiev, Schönherr, Buck, Fueß, Treutmann, Laurien, Altenburg, Droste, Nacke, Reis, Hauser, Welter, Lutz, Preu, Dittrich, Steinborn, Körber, Falckenberg, Eysel, Probst, Albers, Aßmus, Rusche, Klages, Knorr, Hesse, Klapper, Herres, Nitzsche, Haussühl, Bohatý, Wallrafen, Recker, Tolksdorf, Küppers, Mateika, Siegert, Klein, J. Eckstein, Krämer, Fiechter, Hofmann, Liebertz, Lacmann und 8 Gäste

# "Chairman's Corner"

Lieber Mitglieder,

die British Association for Crystal Growth hat uns zu ihrer Jahresversammlung am 24.-27. September in Sussex eingeladen. Drei Mitglieder der DGKK werden dort "invited papers" halten. Ich möchte Sie bitten, wenn möglich an dieser Tagung teilzunehmen und damit die Verbindungen zu unserer britischen Schwestergesellschaft zu stärken.

Die gemeinsame Jahrestagung von AGKr, KKN und DGKK in Köln war sehr gut besucht und gab Kristallographen und Kristallzüchtern Gelegenheit zu vielen Diskussionen. Den Veranstaltern nochmals herzlichen Dank für diese Tagung!

Auf der Mitgliederversammlung wurde mit dem Beschluß über eine künftige Preisverleihung an junge Kristallwissenschaftler eine neue Aktivität der DGKK ins Leben gerufen. Auch mit der seit nunmehr einem Jahrzehnt geplanten Ausstellung im Deutschen Museum über Einkristalle und deren Züchtung sind wir jetzt einen großen Schritt vorangekommen, nun müssen die nötigen Geldmittel beschafft werden. Ich bitte alle Mitglieder, den Vorstand hierbei zu unterstützen.

Mit über 130 Teilnehmern hat das Januar-Fachsymposium in Hanau alle Erwartungen übertroffen. Dank der großzügigen organisatorischen Unterstützung durch die Firma Leybold-Heraeus und der wissenschaftlichen Betreuung durch Frau Grabmaier und Herrn Mateika wieder ein rundum gelungenes Symposium! In Anbetracht der IOCG 8 werden wir nächstes Jahr das Fachsymposium mit der Jahrestagung zusammenlegen.

Mit freundlichen Grüßen

Ihr

Herbert Jacob

#### TOP 1:

Begrüßung, Feststellung der Beschlußfähigkeit, Rechenschaftsbericht des Vorsitzenden.

Herr Jacob begrüßt die Anwesenden und stellt die Beschlußfähigkeit der Versammlung fest. In seinem Rechenschaftsbericht faßt er den Stand bezüglich eines persönlichen Abonnements des Journals of Crystal Growth zusammen. Von der North-Holland Publishing Company liegt der DGKK ein Vertragsentwurf über den verbilligten per-

#### Redaktion

Dr. Roland Diehl (Schriftführer) Tel. 0761/2714-286

Mitteilungen der DGKK

Mitteilungen anderer Gesellschaften Personelles (Berufungen, Auszeichnungen, etc.)

Tagungskalender

- Leserbriefe
- Stellenangebote, Stellengesuche

**Verschiedenes** 

Dr. Dietrich Schwabe (2. Vors.) Tel. 0641/702-2715

- Institutionen mit Kristallzüchtungsaktivitäten
  - Apparaturen, Ersatzteile
- Computerprogramme
- Kniffe und Tips

Dr. Klaus Werner Benz, Tel. 0711/685-5110

- Tagungsberichte. Obersichtsartikel
- Buchankündigungen, Buchbesprechungen.

Schlußredaktion und Drucklegung durch den Schriftführer.

sönlichen Bezug des Journals für DGKK-Mitglieder vor. Die an ein Privatabonnement geknüpften Bedingungen erscheinen nachteilig für die daran interessierten Mitglieder. Da sich bisher nur 11 Interessenten gemeldet haben, sieht der Vorstand keine Basis für weitere Verhandlungen mit North-Holland und überläßt der IOCG weitere Initiativen in dieser Angelegenheit. Von Seiten des Vorstands besteht der Wunsch, daß die IOCG eine für alle Mitgliedsgesellschaften gültige Regelung mit North-Holland trifft. Dieser Wunsch wurde Herrn Cockayne als Vice-President der IOCG zusammen mit einem Bericht über den Stand der Verhandlungen zwischen der DGKK und North-Holland schriftlich übermittelt. Eine Antwort liegt noch nicht vor.

Die Verhandlungen hinsichtlich der Einrichtung einer Kristallausstellung im Deutschen Museum haben sich weiter konkretisiert. Nach Gesprächen mit der Museumsdirektion wird dafür in der Abteilung "Technische Chemie" eine Fläche von ca. 50 m2 bereitgestellt. Die Ausstellung soll von hoher Attraktivität und damit ein wichtiger Teil der Öffentlichkeitsarbeit der DGKK sein. Entsprechend den neuen Richtlinien des Deutschen Museums müssen die Exponate klare und eindeutige Aussagen enthalten, die vom Besucher verstanden werden. Für die Konzeption der Ausstellung sind daher Werbefachleute und professionelle Ausstellungsgestalter einzuschalten. Mit einer einschlägigen Firma wurde bereits Kontakt aufgenommen. Die veranschlagten Kosten werden bei minimal DM 160.000.-, maximal DM 300.000,- liegen. Eine genaue Kalkulation ist in Vorbereitung. Realistisch erscheint ein Ansatz von DM 250.000,-. Es soll versucht werden, den Betrag durch Spenden aus der Industrie aufzubringen. Aber auch die DGKK sollte ein deutliches Zeichen setzen

und bis zu DM 20.000,- aus Mitteln der Gesellschaft in die Finanzierung einbringen. Weiterhin soll die DGKK durch Beratung und Beschaffung von Kristallen und Apparaten bei der Ausgestaltung der Ausstellung mitarbeiten. Mittels einer Ehrentafel ist darauf hinzuweisen, daß die DGKK die Ausstellung angeregt und in Zusammenarbeit mit den ebenfalls auf der Tafel genannten Firmen realisiert hat. Der Vorstand wünscht eine Ermächtigung durch die Mitgliederversammlung, daß er über bis zu DM 20.000,- verfügen kann, wenn bereits von anderer Seite Spenden in Höhe von mindestens DM 100.000,- eingegangen sind. Auf der Basis des dann verfügbaren Betrags kann mit dem Aufbau der Ausstellung begonnen werden.

Es schließt sich eine lebhafte Diskussion über die Modalitäten eines DGKK-Engagements bei der Kristallausstellung an. Eine Abstimmung über die Ermächtigung wird bis zum TOP 7 zurückgestellt.

Aufgrund des bisherigen Erfolgs des DGKK-Fachsymposiums - zur diesjährigen Veranstaltung in Hanau waren über 130 Teilnehmer erschienen soll die Reihe fortgesetzt werden. Themenvorschläge für 1986 sind die Herstellung von Oxidkristallen und von III/V-Einkristallen. Zu letzterem Thema liegt ein Organisationsangebot des Instituts für Werkstoffwissenschaften VI der Universität Erlangen-Nürnberg vor.

In Anbetracht der 1986 stattfindenden ICCG-8 und unter Berücksichtigung des Wunsches der meisten DGKK-Mitglieder nach einer eigenen Tagung 1986 schlägt Herr Jacob vor, das Januar '86-Fachsymposium der Gesellschaft mit ihrer Jahrestagung '86 zu koppeln. Die Doppelveranstaltung könnte im März 1986 in Erlangen stattfinden. Herr Müller wäre bereit, die Organisation zu übernehmen. Das Fachsymposium soll in seinem bisherigen Charakter (1 Tag Vorträge, Werksbesichtigung(en), Sponsorfirma) beibehalten werden. Ein Programmausschuß wird geeignete Referenten ansprechen. Als Sponsorfirma soll Siemens gewonnen werden. Dem Fachsymposium könnte sich unmittelbar die Jahrestagung anschlileßen, in deren Rahmen auch die Mitgliederversammlung durchzuführen wäre. Es wäre auch zu prüfen, ob die Unkosten der Jahrestagung von den ausstellenden Firmen getragen werden könnten, was Tagungsgebühren obsolet machen würde.

Die BACG (British Association for Crystal Growth) hat die DGKK offiziell eingeladen, an ihrer Jahrestagung vom 24. - 27. September 1985 in Sussex

teilzunehmen. Themenschwerpunkte sind "Nucleation and Epitaxy" und "Optical Materials". Für die DGKK sind 2 bis 3 eingeladene Vorträge eingeplant. Die BACG erwartet Themenvorschläge.

Innerhalb des Vorstands wird die Einladung der britischen Kollegen als erster Schritt zu einer Intensivierung der Kontakte gewertet. Der Vorstand befürwortet daher die Teilnahme und bemüht sich um geeignete Vorträge. Den britischen Kollegen sollten 3 – 4 Themenvorschläge gemacht werden. Bisher liegen vor:

- "Oxidkristalle für optische Anwendungen": Frau Grabmaier
- "Experimental Investigations of the Interface Kinetics of Iron Garnet LPE":
   Herr Klages
- "Kinetik zur Flüssigphasenepitaxie":
   Frau Bauser
   (auf schriftlichen Vorschlag von Herrn Benz)
   Aus der Mitgliederversammlung kommen keine weiteren Themenvorschläge.

Die 8. International Conference on Crystal Growth (ICCG-8) wird vom 13. – 18. Juli 1986 in York/England stattfinden. Das Organisationskomitee der ICCG-8 bittet die DGKK um Anregungen, Vorschläge und Wünsche zur Ausgestaltung der Tagung, insbesondere hinsichtlich eingeladener Vorträge. An Vorschlägen liegen bereits vor:

- D. Schwabe (Marangoni-Konvektion)
- G. Müller (Bulk InP)
- N. Karl (Thema noch offen)
- A. Räuber (Thema noch offen)

Die Mitgliederversammlung macht keine weiteren Vorschläge. Herr Jacob hat Herrn Cockayne vorgeschlagen, Mitgliedern der nationalen Kristallzüchtervereinigungen anläßlich der ICCG-8 den Tagungsbeitrag zu ermäßigen.

Die Vorbereitung zur Einrichtung eines DGKK-Preises sind abgeschlossen. Eine entsprechende Abstimmung steht nunmehr an (s. TOP 6).

Bezüglich einer Vermittlung von Auslandsaufenthalten für vorwiegend jüngere DGKK-Mitglieder haben sich bilaterale Kontakte zwischen der DGKK und der BACG ergeben. Austauschplätze wurden bei deutschen Instituten bereits ausfindig gemacht. Die BACG ist ebenfalls dabei, Möglichkeiten zu finden. Interessenten mögen sich an den DGKK-Vorstand wenden.

Die SKW (Sektion für Kristallwachstum) der Schweizerischen Gesellschaft für Kristallographie hat den Wunsch geäußert, im DGKK-Mitteilungsblatt Raum für die Sektionsnachrichten zu erhalten. Die Mitgliederversammlung entspricht diesem Wunsch.

#### TOP 2:

Bericht des Schriftführers

Herr Diehl gibt einen Oberblick über die Entwicklung der DGKK-Mitgliederzahl. Danach sind im
Berichtszeitraum 55 Neuanmeldungen erfolgt. Dem
stehen der Austritt und der Ausschluß je eines
Mitgliedes gegenüber. Insgesamt hat die DGKK
zum Zeitpunkt der Mitgliederversammlung 330 Mitglieder. Davon sind 45% an Hochschulen tätig,
35,5% in der Industrie und 19,5% an anderen Institutionen. Ein neues Mitgliederverzeichnis
ist derzeit in Vorbereitung und wird im Oktober
1985, zusammen mit dem Herbstmitteilungsblatt,
zum Versand kommen.

Im Berichtszeitraum wurden die Mitteilungsblätter Nr. 39 und 40 herausgegeben. Herr Diehl dankt allen Mitgliedern, die aktiv zur Ausgestaltung der Mitteilungsblätter beigetragen haben. Er weist darauf hin, daß sich das Mitteilungsblatt inzwischen zum wichtigsten Werbeträger für die Gesellschaft entwickelt hat. Dies sollte Ansporn sein, das Blatt auch weiterhin attraktiv zu gestalten.

Im November 1984 konnte das bereits seit längerer Zeit angekündigte Kristallverzeichnis für
den DGKK-Bereich herausgegeben werden. Aufgrund
der kostengünstigen Herstellung konnte die DGKK
die Herausgabe aus Eigenmitteln finanzieren und
das Verzeichnis kostenlos an die Mitglieder verteilen. Es wird empfohlen, regelmäßig Neuauflagen herauszugeben.

Einem allgemeinen Trend folgend schlägt Herr Diehl vor, den Schriftführer künftig von der Herausgabe des Mitteilungsblattes zu entlasten und diese Aufgabe einem anderen Vorstandsmitglied zu übertragen, das von einem Redaktionsstab unterstützt wird. Im Fall seiner Wahl in den DGKK-Vorstand ist Herr Müller aus Erlangen bereit, mit Beginn des nächsten Jahres die Redaktion des Mitteilungsblattes zu übernehmen.

#### TOP 3:

Bericht des Schatzmeisters und der Rechnungsprüfer In ihrem Kassenbericht weist Frau Grabmaier darauf hin, daß die DGKK zwar über Aktiva von über DM 37.000,- verfügt, daß aber zukünftig die laufenden Ausgaben über den laufenden Einnahmen liegen werden. Der Bericht mit Stand vom 28.02.85 hat im einzelnen folgendes Aussehen:

Postscheck Deutsche Bank Sparbücher 1.176,88 DM 4.221,38 " 31.640,18 " 37.038,44 DM Kontobewegungen: Kalenderjahr 1984

Einnahmen

 Mitgliedsbeiträge
 5.183,- DM
 790,- DM

 Tagungsüberschüsse
 7.699,56 " - "

 Zinsen
 1.201,- " - "

 Kristallverzeichnis
 - " 65,- "

Ausgaben

laufende Kosten 5.917,40 DM 4.343,97 DM

Die Kasse wurde von den Herren Wallrafen und Lutz geprüft und für korrekt befunden. Die Entlastung der Schatzmeisterin wird empfohlen.

### TOP 4:

Neuwahl des Vorstands

Herr Klapper fungiert als Wahlleiter. Wahlhelfer sind die Herren Becker und Götz. Die Namen aller zur Wahl vorgeschlagenen Mitglieder stehen auf der Wandtafel. Auf Befragen des Wahlleiters würden alle Vorgeschlagenen im Falle ihrer Wahl das Amt annehmen. Die Wahl wird satzungsgemäß durchgeführt.

1. Vorsitzender: Zur Wahl stehen die Herren Benz und Schwabe. Herr Benz erhält 59, Herr Schwabe 23 Stimmen.

Stellvertretender Vorsitzender: Zur Wahl steht Herr Wiese. Er erhält 62 Stimmen, Herr Schwabe 3, die Herren Benz, Liebertz und Eyer je 1 Stimme; es gibt 15 Enthaltungen.

Schriftführer: Zur Wahl steht Herr Eyer. Er erhält 78 Stimmen, die Herren Müller-Vogt und Wiese jeweils 1 Stimme; 4 Mitglieder enthalten sich der Stimme.

<u>Schatzmeister</u>: Zur Wahl stehen Herr Müller-Vogt und Frau Sussieck-Fornefeld. Herr Müller-Vogt erhält 74, Frau Sussieck-Fornefeld 7 Stimmen, Herr Eyer 1 Stimme; es gibt 2 Enthaltungen

Beisitzer: Zur Wahl stehen Frau SussieckFornefeld sowie die Herren G. Müller, Laurien,
Welter und Diehl. Im ersten Wahlgang erreichen
Herr Müller 43, Herr Diehl 20, Frau SussieckFornefeld 9, Herr Laurien 5 und Herr Welter 4
Stimmen. Im zweiten Wahlgang entfallen auf Herrn
Diehl 40, Frau Sussieck- Fornefeld 18, Herrn
Laurien 7, Herrn Welter 5 Stimmen, auf die Herren Schwabe und Eyer jeweils 1 Stimme. Im dritten Wahlgang erreicht Frau Sussieck-Fornefeld
35 Stimmen, Herr Welter 25 und Herr Laurien 6
Stimmen, die Herren Schwabe, Albers und Eyer
erhalten jeweils eine Stimme, 3 Mitglieder enthalten
sich.

Damit setzt sich der DGKK-Vorstand für die Amtsperiode vom 01.01.86 bis 31.12.87 wie folgt zusammen:

1. Vorsitzende:

Dr. Klaus-Werner Benz

Stellvertretender

Vorsitzender: Dr. Ulrich Wiese Schriftführer: Dr. Achim Eyer

Schatzmeister:

Dr. German Müller-Vogt

Beisitzer:

Dr. Georg Müller

Dr. Roland Diehl

Dipl.-Min. Cornelia Sussieck

Fornefeld

#### TOP 6:

Diskussion und Beschluß über Satzungsänderungen, Einrichtung eines DDKK-Preises

Die Vergabe des DGKK-preises macht eine Satzungsänderung erforderlich. Bei dieser Gelegenheit hat Herr Laurien die DGKK-Satzung in der Form vom Dezember 1979 kritisch durchgearbeitet und auf einige verbesserungswürdige Passagen hingewiesen. Über die vorgeschlagenen Verbesserungen wird diskutiert und abgestimmt. Folgende Anträge auf Satzungsänderung haben die für die Änderung erforderliche Dreiviertelmehrheit in der Mitgliederversammlung erreicht:

#### § 4 Absatz 2:

"Die Mitgliedschaft können erwerben:

a) natürliche Personen, die sich mit Kristallwachstum oder Kristallzüchtung beschäftigen"

wird geändert in:

"Die Mitgliedschaft können erwerben:

 a) natürliche Personen, die an Kristallwachstum oder Kristallzüchtung interessiert sind,"

#### § 7 Absatz 1, Satz 2:

"Ihm sollen auch Vertreter der Hochschulen und der Industrie angehören" wird ersatzlos gestrichen

# § 10 Absatz 1:

"Die Mitgliederversammlung ist beschlußfähig, wenn mindestens ein Fünftel der Mitglieder anwesend ist"

wird geändert in:

"Die Mitgliederversammlung ist beschlußfähig, wenn 20% der Mitglieder oder mindestens 40 stimmberechtigte Personen anwesend sind. Dabei ist die kleinere der beiden Zahlen maßgebend"

#### § 10:

wird erweitert durch:

"Kooperative Mitglieder können zur Mitgliederversammlung einen Vertreter benennen. Dieser muß nicht selbst Mitglied sein. Ein etwa bestehendes persönliches Stimmrecht des Vertreters wird von der Stimmabgabe nicht berührt"

#### § 12 Satz 2:

"Anträge, die nach Versendung der Tagesordnung eingehen, können nur mit Zustimmung des Vorstandes auf der Versammlung verhandelt werden"

wird geändert in:

"Die Tagesordnung muß um weitere Punkte ergänzt werden, wenn zu Beginn der Sitzung ein von wenigstens drei Mitgliedern unterstützter entsprechender schriftlicher Antrag dazu vorliegt"

#### § 14 Satz 2:

"Er ist dazu verpflichtet, wenn mindestens 20% der Mitglieder einen schriftlichen Antrag mit Angabe der Tagesordnung stellen"

wird geändert in:

"Er ist dazu verpflichtet, wenn mindestens 20% der Mitglieder oder 40 stimmberechtigte Personen einen schriftlichen Antrag mit Angabe der Tagesordnung stellen. Dabei ist die kleinere der beiden Zahlen maßgebend"

Die Mitgliederversammlung beschlileßt mit Dreiviertelmehrheit, daß die DGKK einen Preis einrichtet, der den Namen "Preis der DGKK" trägt.

Der Preis wird für Arbeiten von vorzugsweise
jüngeren Kristallzüchtern verliehen. Er soll
alle zwei Jahre vergeben werden und mit DM 3000,dotiert sein. Die Modalitäten der Preisverleihung werden durch Beschluß der Mitgliederversammlung festgelegt und sind als Anhang künftig Bestandteil der Satzung:

#### § 1:

Als Anerkennung für besondere wissenschaftliche und technische Leistungen auf dem Gebiet des Kristallwachstums und der Kristallzüchtung kann die Deutsche Gesellschaft für Kristallwachstum und Kristallzüchtung (DGKK) den "Preis der DGKK" verleihen.

#### § 2:

Der Preis besteht aus einer Urkunde und einem Geldbetrag. Die Höhe des Betrages wird alle sechs Jahre auf der Mitgliederversammlung neu festgelegt.

#### § 3:

Der Preis wird an Personen vergeben, die sich durch besondere wissenschaftliche und technische Leistungen auf dem Gebiet des Kristallwachstums und der Kristallzüchtung in der reinen und angewandten Forschung ausgezeichnet haben. Es sollen bevorzugt jüngere Wissenschaftler und Technologen ausgezeichnet werden. Der Preisträger muß nicht Mitglied der DGKK sein.

#### § 4:

Der Preis darf nicht für Verdienste verliehen werden, die in irgendeinem Zusammenhang mit der Geschäftsführung der DGKK stehen.

#### § 5:

Der Preis wird höchstens alle zwei Jahre verliehen. Die Mittel werden von der DGKK aufgebracht.

#### § 6:

Ober die Vergabe entscheidet ein Dreiergremium, das alle sechs Jahre auf der Mitgliederversammlung gewählt wird. Eine Wiederwahl der Ausschußmitglieder ist nicht zulässig. Das Gremium darf nur aus solchen Mitgliedern bestehen, die bei der DGKK keine Vorstandsaufgaben wahrnehmen.

#### § 7:

Jedes Mitglied der DGKK ist berechtigt, dem Gremium Personen als potentielle Preisträger mit einer schriftlichen Begründung vorzuschlagen. Der Vorstand kann darüber hinaus Vorschläge, insbesondere auch von früheren Preisträgern, anfordern. Er ist berechtigt, Gutachten über die Arbeiten der Vorgeschlagenen einzuholen. Sofern diese von Mitgliedern der DGKK angefordert werden, dürfen keine Honorare gezahlt werden. Die Beschlüsse über die Preisverleihung müssen einstimmig gefaßt werden.

# § 8:

Die Verleihung erfolgt auf der Jahrestagung der DGKK. Der Preisträger ist zu einem Plenarvortrag über seine Arbeit einzuladen, in dessen Rahmen ihm der Preis mit einer Ladatio, die von einem Ausschußmitglied zu halten ist, übergeben wird. Die Preisverleihung wird in den Mitteilungen der DGKK und im Journal of Crystal Growth bekanntgegeben.

Es folgt die Wahl des Preiskomitees. Per geheimer Abstimmung werden gewählt: Frau Dr. Christa Grabmaier, Herr Prof. Dr. Rudolf Nitsche und Herr Prof. Dr. Rolf Lacmann.

#### TOP 7:

Diskussion und Beschluß über eine Anhebung des Jahresbeitrags.

Auf der Grundlage einer von Frau Grabmaier vorgelegten Abschätzung über die zukünftig zu erwartenden laufenden Ausgaben in Höhe von über DM 9000,pro Jahr und in Anbetracht des geplanten finanziellen Engagements der DGKK bei der Kristallausstellung im Deutschen Museum erscheint eine Anhebung des Jahresbeitrags, der seit Gründung der Gesellschaft vor 16 Jahren unverändert ist, unumgänglich. Nach kurzer Diskussion entscheidet die Mitgliederversammlung in einer Abstimmung mehrheitlich, daß der DGKK-Jahresbeitrag ab 1.1.86 auf DM 30,- (studentische Mitglieder DM 15,-) festgesetzt wird. In einer weiteren Abstimmung wird der Vorstand ermächtigt, für die Realisierung der Kristallausstellung über einen Betrag von bis zu DM 20000,- verfügen zu können, falls von anderer Seite bereits Spenden in Höhe von mindestens DM 100.000,- vorliegen.

#### TOP 8:

Beschluß über die Jahreshauptversammlung 1986; Diskussion über die Jahreshauptversammlung 1987

Die Mitgliederversammlung beschließt per Abstimmung Fachsymposium und Jahrestagung 1986 zu koppeln und die nächstjährige Jahreshauptversammlung im Rahmen dieser Veranstaltung im März in Erlangen abzuhalten. Herr Müller wird die Veranstaltung organisieren. Eine Sponsorfirma für das Fachsymposium ist bereits gefunden.

Bezüglich der Jahrestagung 1987 macht Herr Welter den Vorschlag, mit den französischen Kollegen eine gemeinsame Veranstaltung durchzuführen. Für eine eigene Tagung werden als mögliche Tagungsorte Frankfurt oder Freiburg diskutiert.

#### Top 9:

Verschiedenes

Frau Sussieck-Fornefeld regt an, zur Nachwuchswerbung bereits junge Studenten mit der Kristallzüchtung, ihren Problemen und Tätigkeitsfeldern bekannt zu machen und so auf eine interessante Berufschance hinzuweisen. Neben DGKK-Mitgliedern aus einschlägigen wissenschaftlichen Instituten sollten speziell auch Industrievertreter an den Universitäten fachspezifische Vorträge halten. Diese Gedanken finden allgemeine Zustimmung. Frau Sussieck-Fornefeld wird geeignete Universitätsinstitute auf diese Weiterbildungsmöglichkeiten hinweisen und bei Interesse Kontakte mit gewünschten Fachleuten herstellen.

Ende der Versammlung: 22.30 h

Freiburg, im April 1985

gez. Jacob
(1. Vorsitzender)

gez. Diehl (Schriftführer)

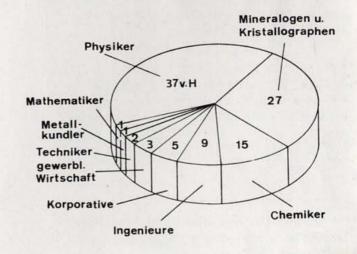
# DGKK - Jahrestagung 1986

# DGKK - Fachsymposium 1986

Das nächste Fachsymposium der DGKK findet in Erlangen statt. Fachthema wird die Züchtung von III/V-Einkristallen sein. Als Sponsorfirma wurde die Siemens AG gewonnen. Das eintägige Vortragsprogramm wird wiederum durch Werks- und Institutsbesichtigungen ergänzt. Um eine wegen der ICCG-8 zu erwartende Terminhäufung zu vermeiden, finden im Anschluß an das Fachsymposium Jahrestagung und Mitgliederversammlung der DGKK, ebenfalls in Erlangen, statt. Die Organisation der Doppelveranstaltung, die für den 17. – 20. März 1986 (vorläufiger Termin) geplant ist, wird von Dr. Georg Müller (Institut für Werkstoffwissenschaften VI der Universität Erlangen-Nürnberg) übernommen. Der genaue Veranstaltungstermin wird im nächsten Mitteilungsblatt bekannt gegeben.

# Mitgliederübersicht

Die Mitgliederzahl der DGKK konnte inzwischen die Marke "300" weit überspringen. 300. Mitglied der DGKK ist eine Kollegin, nämlich Frau Sibylle Stiltz vom Max-Planck-Institut für Metallforschung in Stuttgart. Nach Eintritt von 41 Neumitgliedern seit Erscheinen des letzten Mitteilungsblattes und nach Reaktivierung von 2 langjährigen Mitgliedern hat unsere Gesellschaft derzeit 335 Mitglieder. Davon sind rund 45% an Hochschulen tätig, 35,5% in der Industrie und 19,5% in anderen Institutionen. Wegen der schlechten drucktechnischen Wiedergabe der Berufsgruppenstatistik im letzten Mitteilungsblatt sei sie an dieser Stelle nochmals abgedruckt. Durch den Anstieg der Mitgliederzahl hat sich die Statistik nicht nennenswert verändert.



Als neue Mitglieder begrüßen wir:

Alizade, Aydin, Chemotechnischer Assistent Maschewsky KG Brunnleitenstr. 6, 8082 Grafrath 08144/7857

Einkristalle, Verbindungen, Halbleiter, hochreine Metalle Baumgartl, Johannes, Dipl.-Phys. IBS-GmbH Vollenstr. 2, 8082 Grafrath 08144/7656

Aufbau von Kristallziehanlagen, Gaskontrollgeräten und Plasmaätzanlagen

Biel, Axel, Dipl.-Ing.
Preussag AG Metall
Seltenmetallanlage, 3394 Langelsheim
05321/71-1665

Reinstchemikalien als Vor- und Hilfsstoffe für die Kristallzüchtung

Bilgram, Jörg, Dr., Physiker Laboratorium für Festkörperphysik der ETH Hönggerberg, CH-8093 Zürich 0041/1/377-2292

Kristallwachstum aus der Schmelze, 'hasenumwandlung flüssig - fest

Breuer, Klaus E., Dr., Dipl.-Chem. Wacker-Chemitronic GmbH., Abt. FO Postfach 1140, 8263 Burghausen 08677/83-3331

CVD, Halbleiterepitaxie

Brion, Hans Georg, Dr., Dipl.-Phys. Kristallabor der Physikal. Institute der Univ. Lotzestr. 16-18, 3400 Göttingen 0551/39-770

Kristallzüchtung von Ge, CdTe und GaAs aus der Schmelze

Druminski, Manfred, Dr., Dipl.-Chem. Siemens AG, ZT ZFE FKE 13 Otto-Hahr-Ring 6, 8000 München 83 089/636-44491

Herstellung epitaktischer Schichten für Si- und III/V-Bauelemente mittels (MO)CVD sowie Alternativverfahren (z.B. MBE)

Dupré, Klaus, Student Mineralogisches Institut der Universität Poppelsdorfer Schloß, 5300 Bonn 1 0228/73-1

Einkristallzüchtung, insbes. Alkali- und Erdalkalihalogenide; Kristallcharakterisierung

Ecker, Andreas, Student Gießerei-Institut der RWTH Intzestr. 5, 5100 Aachen 0241/80-5885

Kristallzüchtung; optische Beobachtungsverfahren
(z.B. Holographie)

Ewert, Doris, Physiklaborantin Kernforschungszentrum Karlsruhe Postfach 3640, 7500 Karlsruhe 07247/82-2304

Kristallzüchtung, Legierungen

Gase für die Halbleitertechnik

vom Felde, Dietrich, Industriekaufmann Fa. Matheson Nijverheidstraat 4, B-2431 Oevel O6172/72800 (privat)

Fenzl, Hans J., Dipl.-Ing., Physiker Siemens AG, Abt. GTA LIZ Frankfurter Ring 152, 8000 München 46 089/3500-2777

Züchtung von Metalleinkristallen (Al, Cu, Au) und binären Legierungen; Züchtung von Si-Einkristallen (CZ und FZ), Bearbeitung; Charakterisierung, spez. -Diffraktometrie

GERO Hochtemperaturöfen GmbH. z.Hd. Dr. Gerd Lamprecht, Roland Geiger Schulstr. 2, 7531 Neuhausen 07234/8498, 6250

Herstellung von Kristallziehanlagen und Öfen aller Art für Kristallzüchtung und Epitaxie

Göbbels, Matthias, Student Institut für Kristallographie der RWTH Jägerstr. 17-19, 5100 Aachen 0241/80-6900

Kristallographie, Kristallwachstum und Kristallzüchtung

Hinsch, Thorsten R., Dipl.-Min. Mineralog.-Petrograph. Inst. der Univ. Grindelallee 48, 2000 Hamburg 13 040/4123-2073

Kristallographie, Kristallchemie, Kristallzüchtung

Hofherr, Walther, Student Kristallographisches Institut der Universität Hebelstr. 25, 7800 Freiburg 0761/203-4278

Kristallzüchtung

Hofmann, Wolfgang, Dr., Dipl.-Chem. Hahn-Meitner-Institut für Kernforschung Glienicker Str. 100, 1000 Berlin 39 030/8009-1

Kristallzüchtung binärer und ternärer Pniktide und Chalkogenide der Übergangsmetalle Hondius, Johan, Verkaufsleiter Harnackstr. 35-43, 4600 Dortmund 0231/126086

Kristallzüchtung, Kristallziehanlagen

Hopf, Rudolf, Chemielaborant Steyr-Daimler-Puch AG, Abt. Q-WTC Schönauer Str. 3-5, A-4400 Steyr 0043/7252/25371

Korundsynthese

Immenroth, Horst, Dipl.-Ing. Betriebsleiter Preussag AG Metall Am Bahnhof, 3384 Langelsheim 05321/71-1654

Verbindungshalbleiter, Reinststoffe, Ausrüstung

Jung, Petra, Studentin
I. Physikalisches Institut der Universität
Heinrich-Buff-Ring 16, 6300 Gießen
06441/702-1

Kristallzüchtung, Apparaturen und Verfahren, spez. Cz; Kristallzüchtung von Sauerstoffphosphoren

Kleinschulte, Georg, Student Fachbereich 6 Experimentalphysik d. Univ.-GH Warburger Str. 100, 4790 Paderborn 05251/60-2722

Czochralski-Züchtung von Alkalihalogenid-Kristallen, Wachstumsgeschwindigkeiten von dotierten AlkalihalogenidKristallen beim Czochralski-Verfahren

Knöchel, Claus-Dieter, Dr., Dipl.-Phys. E. Merck Frankfurter Str. 250, 6100 Darmstadt 06151/72-2626

Herstellung von Einkristallen und deren technisch-wissenschaftliche Anwendung

Knorr, Klaus, Dr., Physiker Institut für Kristallographie der Universität Charlottenstr. 33, 7400 Tübingen 07071/29-6058

Kristallographie, Röntgen- und Neutronenbeugung bei Hochdruck und bei tiefen Temperaturen

Kollewe, Dieter, Dr., Dipl.-Phys. Institut für Strahlenphysik der Universität Allmandring 3, 7000 Stuttgart 80 0711/685-3890

Untersuchung von Fremdatomen und Defekten in Granaten

Kranz, Manfred, Chemielaborant Kristallographisches Institut der Universität Hebelstr. 25, 7800 Freiburg 0761/203-4276

Chemischer Transport von binären Sulfiden und Seleniden

Lu, Y.C., Physiko-Chemiker Max-Planck-Institut für Festkörperforschung Heisenbergstr. 1, 7000 Stuttgart 80 0711/6860-1

Züchtung von Halbleiterkristallen nach dem Czochralski-Verfahren, Charakterisierung von Halbleiterkristallen, Analyse von Striations

E. Merck z.Hd. Dr. Ludwig Pohl, Dipl.-Chem. Frankfurter Str. 250, 6100 Darmstadt 06151/72-2784

Entwicklung und Charakterisierung von anorganischen, organischen und metallorganischen Substanzen für die Optik, Elektronik und Optoelektronik

Morlock, Ulrich, Student Kristallabor, Physikal. Institut Teil IV der Univ. Pfaffenwaldring 57, 7000 Stuttgart 80 0711/685-4701

Kristallwachstum, Röntgendiffraktometrie

Müller, Wolfgang, Dipl.-Min. Kristallographisches Institut der Universität Hebelstr. 25, 7800 Freiburg 0761/203-4278

Kristallzüchtung von Silizium unter Mikrogravitation im Spiegelofen

Reichelt, Jürgen, Dr., Dipl.-Phys. Preussag AG Metall Seltenmetallanlage, 3394 Langelsheim 05321/71-1641

Kristallzüchtung und Charakterisierung von Oxidkristallen

Schettler, Rolf, Dr., Physiker Preussag AG Metall Herzog-Julius-Hütte, 3394 Langelsheim 1 05321/71-1643

Elektrische Eigenschaften von Versetzungszuständen in Halbleitern; Kristallzüchtung von II/VI-Halbleitern Selgert, Peter, Dipl.-Phys. Physikalisches Institut der Universität Robert-Mayer-Str. 2-4, 6000 Frankfurt 069/798-3144

Schmelzzüchtung von Fluoriden und Oxiden; Röntgendiffraktometrie; strukturelle Phasenumwandlungen; optische Spektroskopie

Stiltz, Sibylle, Dr., Metallkundlerin MPI für Metallforschung, Inst. für Werkstoffwiss. Heisenbergstr. 5, 7000 Stuttgart 80 0711/2095-646

Züchtung von Beryllium-Einkristallen durch tiegelfreies Zonenschmelzen im Spiegelofen

Streubel, Klaus, Student Kristallabor, Physikal. Inst. Teil IV d. Universität Pfaffenwaldring 57, 7000 Stuttgart 80 0711/685-4701

ussigphasenepitaxie; Halbleitermaterialien, spez. III/V-Halbleiter; Röntgendiffraktometrie

Strunk, Horst P., Prof. Dr.
Technische Universität Hamburg-Harburg
Harburger Schloßstr. 20, 2100 Hamburg 90
040/77170-2679

Kristallwachstum und Struktur von Oberfläche und Volumen (Kristallbaufehler); elektronenmikroskopische Untersuchungsmethoden; Einfluß der Oberflächen- und Grenzflächenstruktur auf elektronische und andere Kristalleigenschaften

Teich, Wolfgang, Dipl.- Phys. Siemens AG, Abt. WDH OM TE2 Wernerwerkstr. 2, 8400 Regensburg 0941/202-695

nthese und Einkristallzüchtung von III/V-Verbindungen, spez. LEC-Ziehtechnik von InP, GaP sowie Materialcharakterisierung mittels optoelektronischer Meßtechniken

Weber, Siegfried, Dr., Dipl.-Chem.
Wacker-Chemitronic GmbH
Postfach 1140, 8263 Burghausen
08677/83-3965
Kristallzüchtung von III/V-Halbleitern,
spez., Bcotziehverfahren

Whippey, Nigel R., BSc., MPhil. Physikalisches Institut der Universität Robert-Mayer-Str. 2-4, 6000 Frankfurt 069/798-3144

Skull Melting; Oxide, Fluoride

Woensdregt, C.F., Dr. Institut voor Aardwetenschappen Budapestlaan 4, NL-3508 TA Utrecht 0031/30/535070, 535084

Kristallzüchtung von Silikaten aus der Schmelzlösung; Wachstum und Morphologie von Mineralen

Zschauer, Karl-Heinz, Prof. Dr. Institut für Werkstoffwissenschaften VI der Universität Martensstr. 7, 8520 Erlangen 09131/85-7632

Wachstum und Züchtung von III/V-Kristallen, Epitaxie von III/V-Halbleitern

#### Verände rungen

Berufliche Veränderungen haben sich bei folgenden DGKK-Mitgliedern ergeben:

Dipl.-Chem. Dr. Thomas <u>Blümel</u> hat sich nach seiner Promotion der BASF AG, Abteilung Neue Reproduktionstechniken, 6700 Ludwigshafen, Tel. 0621/60-93854, angeschlossen.

Dipl.-Min. Martina Frik hat den Bund für's Leben geschlossen und heißt jetzt Martina <u>Hauner</u>. Die DGKK gratuliert und wünscht alles Gute.

Nach Ablegen seines Diploms ist Dipl.-Min. Roland <u>Geray</u> von Freiburg zum Institut für Mineralogie, Petrologie und Kristallographie der Philipps-Universität, Lahnberge, 3550 Marburg, Tel. 06421/3002, 3004 gewechselt, wo er promovieren will.

Dipl.-Phys. Wilfried <u>Gesing</u>, Fachberater für Prozeßrechnerprogrammierung, ist innerhalb Münchens in die Wurmtalstr. 168b umgezogen.

Dipl.-Phys. Dr. Christoph <u>Geibel</u> ist jetzt neuer Mitarbeiter von Telefunken electronic, Theresienstr. 2, 7100 Heilbronn, Tel. 07131/882-441, wo er sich mit Kristallzüchtung und Epitaxie von Halbleiterwerkstoffen beschäftigt.

Dipl.-Ing. Wieslaw <u>Krzywiec</u> hat die Gelegenheit eines Forschungsaufenhaltes an der University of Melbourne, Australier wahrgenommen. Seine Privatadresse: 47, The Moor, Nth. Baldwyr Vic. 3104, Melbourne/Australien.

Dipl.-Phys. Rolf <u>Laurien</u> hat sich innerhalb des Philips-Konzerns verändert und ist jetzt bei Valvo, Unternehmensbereich Bauelemente der Philips GmbH, Abt. Integrierte Techniken 1, Burchardstr. 19, 2000 Hamburg 1, Tel. 040/3296-0, tätig.

Dipl.-Phys. Christa <u>Neumann</u> hat promoviert und bleibt weiterhin wissenschaftliche Mitarbeiterin am Mineralogisch-Petrographischen Institut der Universität Hamburg. Ihre Arbeitsgebiete sind: Phasenumwandlungen von Doppelfluoriden, Kristallzüchtung, Kristallstrukturanalyse.

Dipl.-Phys. Dr. Peter <u>Preu</u> ist zur Deutschen Forschungsund Versuchsanstalt für Luft- und Raumfahrt (DFVLR), Linder Höhe, 5000 Köln 90, Tel. 02203/601-2877, gegangen.

Dipl.-Min. Thomas <u>Scheffen-Lauenroth</u> ist für die nächsten drei Jahre Research Assistant im Department of Pure and Applied Chemistry der University of Strathclyde, Thomas Graham Building, 295 Chathedral Street, Glasgow G1 1XL, Tel. 0044/41/552-4400

Prof. Dr. Boyan <u>Mutaftschiev</u> hat die Universität Marseille verlassen. Seine Neue Adresse: C.N.R.S., Laboratoire Maurice LETORT, Route de Vandoevre, B.P. 104, F-54600 Villers. Les. Nancy, Tel. 0033/83276010

#### Vorschläge für den Preis der DGKK

Der Vorstand fordert hiermit alle Mitglieder auf, dem Preiskomitee, bestehend aus Frau Dr. Christa Grabmeier, Herrn Prof. Dr. Rolf Lacmann. und Herrn Prof. Dr. Rudolf Nitsche, ab sofort preiswürdige Arbeiten vorzugsweise jüngerer Wissenschaftler und Technologen zur Thematik "Kristallwachstum und Kristallzüchtung" vorzuschlagen. Nähere Einzelheiten sind dem vorgesehenen Anhang zur DGKK-Satzung zu entnehmen, der auf Seite /5/ dieses Mitteilungsblattes abgedruckt ist.

# BERICHTE ÜBER DGKK-VERANSTALTUNGEN

DGKK-Fachsymposium 1985

"Geräte und Materialien für die Kristallzüchtung" am 21. und 22. Januar in Hanau

Zu ihrem diesjährigen Fachkolloquium hatte die DGKK nach Hanau eingeladen. Kristallzüchtern, die ihrer Profession nicht nur mit wissenschaftlichen sondern gerade auch mit technischen und technologischen Mitteln nachgehen, ist die Stadt Hanau ein Begriff, denn sie ist eine erstrangige Lieferquelle für Geräte und Materialien für die Kristallzüchtung. Besonderen Klang hat hier der Name Heraeus, der sich in den Firmennamen Leybold-Heraeus, W.C. Heraeus und Heraeus-Quarzschmelze wiederfindet. Sponsor des diesjährigen Fachsymposiums war die Firma Leybold-Heraeus.

Die Veranstaltung fand in sehr angenehmer Atmosphäre im Gebrüder Grimm Hotel statt. Die Bemühungen von Frau Grabmaier und Herrn Mateika um ein attraktives Programm waren von großem Erfolg gekrönt, der sich in über 100 Anmeldungen niederschlug. Nach Hanau gekommen waren schließlich ca. 120 Kolleginnen und Kollegen, darunter über 30 Gäste. Diese stolze Teilnehmerzahl macht deutlich, daß

das DGKK-Fachsymposium mit seiner besonderen Konzeption einer praktisch-technischen Themenauswahl eine attraktive Veranstaltung ist, die sich offensichtlich auch außerhalb der DGKK herumgesprochen hat.

In seinem Grußwort als Vorsitzender der DGKK hieß Herr Jacob alle Teilnehmer willkommen und dankte Herrn Dr. Hauff von Leybold-Heraeus für die Möglichkeit, das Fachsymposium in Hanau abhalten zu können, ebenso Herrn Dr. Krause für die bestens erledigte örtliche Organisation. Sein besonderer Dank im Namen der DGKK ging an die Adressen von Frau Grabmaier und Herrn Mateika für die ausgezeichnete Programmorganisation. Wie Herr Jacob ausführte, verfolgt das mit Werksbesichtigungen verbundene Fachsymposium in erster Linie den Zweck, den Erfahrungsaustausch zu stimulieren. Speziell jüngere Kollegen haben die Gelegenheit, ältere Fachkollegen kennenzulernen und neue Erfahrungen zu gewinnen. Bei den Werksbesichtigungen können sich zum einen die Firmen repräsentieren, zum anderen haben die DGKK-Mitglieder vor Ort die Möglichkeit eines Blickes in die Industrie.

Unter der Sitzungsleitung von Frau Grabmaier begann die Vortragsreihe mit einem Beitrag von W.D. Emmerich (Netzsch-Gerätebau, Selb) über thermische Analysen-Methoden in der Kristallzüchtung Er betonte die besondere Bedeutung der genauen Kenntnis von Phasendiagrammen für die Kristallzüchtung. Die thermische Analyse umfaßt in der Praxis das Studium von als Funktion der Temperatur auftretenden Massenänderungen (Thermogravimetrie), Enthalpieänderungen (Differenzthermoanalyse, Kalorimetrie) und Dimensionsänderungen (Dilatometrie). Über die entsprechenden von der Firma angebotenen Systeme wurde kurz berichtet. Eine interessante Weiterentwicklung ist die Kombination von Thermowaage und Massenspektrometer zur Identifizierung der entweichenden, gasförmigen Spezies; problematisch ist die Verhinderung von Kondensationsphänomenen. Weiterhin vorgestellt wurde eine Dampfdruckwaaage zur Bestimmung des Dampfdrucks einer Substanz als Funktion der Temperatur. Das Modell ist für Dampfdruckmessungen bis <10<sup>-4</sup> Pascal einsetzbar. Einiges zur Funktionsweise: An einer Mikrowaage hängt eine flache, auf 77 K gekühlte Schale. Darunter befindet sich eine beheizbare Knudsen-Zelle mit der Probe. Der aus der Zelle austretende Molekularstrahl wird ausgeschblendet und fällt auf die als Prallplatte ausgeführte Waagschale, wobei sich die im Strahl mitgeführten Substanzen niederschlagen und gewogen werden können.

Eine Neuentwicklung der Firma ist ein DTA-System mit Strahlungsheizung. Probe und Referenz befinden sich in einem Kunststoff- oder Saphirhalter, der für die Lampenstrahlung transparent ist. Es resultiert ein System mit hoher Auflösung.

Im nächsten Vortrag faßte <u>F. Sernetz</u> (W.C. Heraeus) Einsatzmöglichkeiten und Bedeutung von Edelmetallen als Tiegelmaterialien zusammen, wobei er auch eingehend die damit verbundenen Probleme ansprach. Entscheidend für die Stand-

zeit eines Tiegels sind Dampfdruck und Verdampfungsgeschwindigkeit (Abtragsrate) des Tiegelmaterials. Unter reduzierten Inertgasdrücken ergeben sich im Vergleich zum Vakuum verbesserte Verhältnisse. Im allgemeinen nimmt in Sauerstoff die Abtragrate gegenüber Vakuum zu, bei manchen Edelmetallen wirkt der Sauerstoff jedoch wie ein inertes Gas. Das Verhalten der Tiegelmaterialien gegenüber sonstigen Reagenzien und speziell die Legierungsbildungsmöglichkeiten müssen bekannt sein. Beispielsweise sind für Platintiegel die Elemente P und Si Gifte, aber auch B, Pb, Bi, As, Sb und Te. Hingegen legiert Hg nicht mit Pt-Metallen bei 300 K, eine Reaktion erfolgt erst bei höheren Temperaturen. Heiße Pt-Tiegel sollen immer nur mit Pt-vergüteten Tiegelzangen gefaßt werden, um Legierungsverunreinigungen zu vermeiden. Pt-Tiegel sind stets fettfrei einzusetzen; dies wird durch Auskochen in Salzsäure gewährlei-

Für den praktischen Einsatz der Tiegel ist auch die Kenntnis der mechanischen Eigenschaften der Tiegelmaterialien wie z.B. E-Modul, Härte, Zugfestigkeit, Streckgrenze, etc. von Vorteil, die stets eine Funktion der Reinheit sind. Die Rekristallisationstemperatur eines Tiegelmaterials hängt von Reinheit und Verformungsgrad ab. Aus Edelmetallfolien können mittels Laserschweißen komplizierte Tiegelformen angefertigt werden. Große Bedeutung als Tiegelmaterial hat das Iridium. Ir-Tiegel können pulver- oder schmelzmetallurgisch hergestellt werden. Bei pulvermetallurgischer Herstellung müssen sie mechanisch nachbearbeitet werden. Die Vielfalt der Gesichtspunkte beim Einsatz von Edelmetalltiegeln kann an dieser Stelle nur angedeutet werden. Ein ausgezeichnetes und ausführliches Manuskipt zum Thema kann vom Autor bezogen werden.

Der nächste Vortrag über AlN als neue Tiegelkeramik mußte wegen Erkrankung des Redners leider ausfallen. In der freigewordenen Zeitlücke sprach S. Haussühl in seinem vorgezogenen Beitrag über bewährte Methoden und Apparaturen für die Kristallzüchtung aus Lösungen. Als ein in Schwaben aufgewachsener Kristallzüchter plädierte er für preisgünstige Problemlösungen, die dem sehr unterschiedlichen Wachstumsvermögen der Kristalle Rechnung tragen müssen. Nach des Redners Definition ist das Wachstumsvermögen W eines Kristalls gegeben durch W = 1/t, wobei t den Mindestzeitbedarf bedeutet, der erforderlich ist, um mit einer Wahrscheinlichkeit von 0,5 ein Volumen von 1 cm eines einfach zusammengesetzten Kristalls mit bestimmter Mindestqualität und einem Mindestdurchmesser von 1 cm bei Vorgabe einer quadratischen Keimplatte von 1 cm2 Querschnitt zu erzeugen. Im wesentlichen ist t eine Funktion der Erfahrung des Kristallzüchters; sie kann durch Automatisieren routinemäßig sich wiederholender Prozesse reduziert werden. Basierend auf seinem reichen Erfahrungsschatz nannte der Referent in einer gehaltvollen Plauderei einige bewährte Grundsätze, die bei der Lösungszüchtung befolgt werden sollten: Einfache (apparative) Konstruktionen, Einhaltung einer quasikonstanten Übersättigung, keine parasitäre Keimbildung, Abfangen bzw. Isolation parasitärer Keime oder ungünstig wachsender Kristalle, Zusätze nur, wenn Wirkung gesichert, u.v.m.. Nach der Beschreibung einiger Apparaturen ging es um die richtige Taktik, um zu kristallzüchterischen Erfolgen zu kommen:

- Erste Versuche als standardisierte Routineexperimente ansetzen unter Berücksichtigung der Erfahrung bei der Vorzüchtung erster Keimkristalle
- Simultanes Ansetzen mehrerer unabhängiger Experimente ist effektiver als Einzelexperimente mit großen Kollektiven von Keimkristallen
- Reproduzierbarkeit der Ergebnisse der Einzelversuche muß in Parallelversuchen unter gleichen Bedingungen geprüft werden
- Optimierung der Züchtungsbedingungen ist systematisch zu gestalten
- Obersättigung ist weit unterhalb der kritischen Obersättigung für spontane Keimbildung zu halten
- Jeweils nur das beste Keimmaterial verwenden, insbesondere bei mangelndem Ausheilvermögen
- Extreme Willensanstrengung nützt wenig. Systematische Arbeit sollte durch spielerische, risikoreiche Experimente ohne Zeitdruck ergänzt werden.

Daß man zur Züchtung von Silizium-Einkristallen aus der Schmelze bereits seit Jahren über die richtige Taktik verfügt, beweist die Tatsache, daß man heute Einkristalle mit 15 cm Durchmesser versetzungsfrei ziehen kann. Mit den hierfür am besten geeigneten Tiegeln und deren Herstellung beschäftigte sich Herr Schülke (Heraeus Quarzschmelze) in seinem Vortrag, nämlich mit Quarzglastiegeln. Hochtemperaturbeständigkeit, Reinheit und geringe Korrosionsneigung in Kontakt mit Siliziumschmelzen zeichnen Quarzglas als Tiegelmaterial für die Si-Einkristallzüchtung aus.

Quarztiegel sind heute praktisch "Wegwerfartikel". Rohstoff für Quarzglas war früher Bergkristall, heute wird pegmatischer Quartz verwendet, aus dem für die Weiterverarbeitung ein feinkörniges Granulat hergestellt wird. Die größte Quelle für pegmatischen Quarz sind die Müllkippen der Feldspatproduzenten. Die Trennung von Aluminiumoxid, Granat, Glimmer, Feldspat, etc. erfolgt durch Flotation. Es schließt sich eine chemische Nachbehandlung an, entweder heiß mit Gasen oder kalt mit Säuren. Dann liegt das schmelzförmige Granulat vor. Das Schmelzen geschieht in Knallgasflammen. Übliche Lieferformen sind Quarzglasstangen. Es folgt eine Halbzeugfertigung in Rohre, aus denen schließlich die Tiegel hergestellt werden. Endprodukt sind transparente Tiegel mit Durchmessern über 300 mm und einigen zehn kg Fassungsvermögen. Eine Herstellungsalternative verwendet pegmatisches Quarzgranulat, das in eine rotierende Stahlform eingefüllt wird, wo sich das Granulat an die Innenfläche der Form anlegt. Zwischen zwei Graphitelektroden wird nun im Inneren der Form ein Hochenergieplasma gezündet. Der Aufschmelzvorgang setzt von innen her ein und wird so lange aufrecht erhalten, bis die gewünschte Wandstärke erreicht ist. Der erhaltene Tiegel ist nicht transparent.

Beim Si-Einkristallziehen muß der Quarzglastiegel in einem Graphitsuszeptor gestützt werden, da bei 1400°C das Quarz-

glas fließen würde. Zur Stabilisierung der Tiegel müssen bei zunehmendem Tiegeldurchmesser Tiegelhöhe und Wandstärke genau auf den Durchmesser abgestimmt werden.Die Korrosion des Quarzglastiegels durch die Si-Schmelze beruht auf der Reaktion

SiO geht z.T. in Lösung, bildet evtl. ein Dampfpolster zwischen Tiegelwand und Schmelze oder entweicht als Rauch in die Ziehapparatur. Durch diese Korrosion kommt es zur Aufnahme von Verunreinigungen aus dem Quarzglas durch die Si-Schmelze. Falls Verunreinigungen im Quarzglas örtlich angereichert sind, kann es zu Lochfraß kommen. Die Sio-Entstehung muß stark gedrosselt werden. Die Reaktionsrate beeinflußt den O-Anteil im Si-Substrat; heute ist O ein Spezifikationsmerkmal von Si-Einkristallen.

Die Quarzglastiegel können zwar mehrfach eingesetzt werden; dazu ist aber eine völlige Abkühlung und Neueinpassung des Tiegels erforderlich, was recht aufwendig ist. Neuere Entwicklungen zielen auf ein Nachladen des Tiegels in der Hitze; dies verspricht gerade bei großen Tiegeln wirtschaftliche Vorteile gegenüber der derzeit üblichen Praxis der Einmalverwendung, da die Tiegelkosten überproportional zum Durchmesser steigen. Die Standardtiegelgröße liegt heute bei 14 Zoll Durchmesser und 355mm Höhe, mit steigender Tendenz.

Mit modernen Kohlenstoffprodukten als Werkstoffe für die Kristallzüchtung befaßte sich R. Dübgen (Sigri Elektrographit, Meitingen), wobei er sich auf den glasartigen Kohlenstoff und den kohlefaserverstärkten Kohlenstoff konzentrierte. Ausgangsstoff für die Herstellung von Glaskohlenstoff sind Kunststoffe mit aromatischem Kohlenstoffgerüst. Üblicherweise werden Phenolharze verwendet, die zur Formgebung gegossen, spritzgegossen oder heißgepreßt werden. Der nächste Schritt ist die Pyrolyse der Harze. Beim Aufheizen entweichen die flüchtigen Harzbestandteile durch Diffusion. Die Folge ist eine Vernetzung in Form einer chaotischen Verflechtung der Graphitringe. Damit einher geht eine Volumenschrumpfung von fast 50% und ein Gewichtsverlust von ca. 35%. Bei Pyrolysereaktionen bis 1000°C ist der Glaskohlenstoff locker strukturiert und enthält noch Fremdmolekeln, bis 3000°C ist er dicht gepackt und frei von Fremdmolekeln.

Die Dichte des Glaskohlenstoffs ist mit 2,3 g cm<sup>-3</sup> gering. Der elektrische Widerstand ist höher als der des Graphits, die Wärmeleitfähigkeit ist gering, der lineare Ausdehnungskoeffizient sehr gering. Glaskohlenstoff ist eine Sprödkeramik, die nicht durch Belastung ermüdet. Sie wird von angegriffen. Gegenüber Graphit ist die Oxidationsanfälligkeit 500-1000-fach erhöht. Die Keramik zeichnet sich aber durch große Korrosionsfestigkeit aus, da sie ohne Kornstruktur und porenfrei ist. Der Einsatztemperaturbereich reicht bis 3000°C. Die Anfälligkeit gegenüber oxidierenden Schmelzen ist zu beachten. Oberhalb 1500°C kommt es mit Übergangsmetallen zur Karbidbildung. Glasgraphit ist ein preisgünstiger Werkstoff, der preislich im Bereich

guter Graphite liegt. Eine Bearbeitung ist durch Ultraschall, Schleifen und Laserschneiden leicht möglich. Bei längerem Tempern erfolgt keine Rekristallisation.

Faserverstärkter Kohlenstoff wird aus zu Geweben und Garnen verarbeiteten Kohlefasern, die mit Harzen und Pechen gemischt sind, hergestellt. Der Werkstoff zeichnet sich durch eine enorm hohe Biegefestigkeit bis zu 300°C aus. Imposantestes Produkt sind 6 m lange Röhren mit bis 1 m Durchmesser.

Die Vortragsveranstaltung des ersten Tages wurde abgerundet mit einem Beitrag von <u>H. Gürtler</u> (Kanthal, Walldorf) über Hochtemperatur-Heizelemente und Faserisolation im Ofenbau. Viel verwendete Heizelemente sind NiCr bis 1200°C und FeCrAl ("Kanthal A"), beide an Luft einsetzbar. Der spezifische Widerstand \$ von Kanthal A steigt mit der Temperatur nur wenig an. Heizelemente aus SiC ("Crusilit") sind von 800-1600°C einsetzbar; \$ nimmt mit steigender Temperatur erst ab und steigt dann wieder an. Im Bereich 600-1800°C einsetzbar ist MoSi<sub>2</sub> ("Kanthal Super"); \$ steigt mit der Temperatur steil an. MoSi<sub>2</sub>-Elemente werden bei 1200°C plastisch. Sie sind daher in waagerechter Position nur gestützt anwendbar, hängend können sie ohne Unterstützung eingesetzt werden. Als Hochtemperatur-Heizelement kann beispielsweise Zirkonia verwendet werden.

Für den Ofenbau wichtig ist ein zeitlich gleichbleibendes Temperaturprofil. Bei Verwendung von Heizelementen als Heizwicklungen wird ein Induktionsheizprozeß durch bifilare Wicklungen verhindert. Solche Wicklungen sind allerdings nur bei moderaten Spannungen einsetzbar, sonst gibt es Überschläge zwischen den Wicklungen.

Faserisolationen im Ofenbau sparen Energie und Gewicht. Gebräuchliche Fasern bestehen aus  $\sim 51\%$  Al $_2^0$ 3,  $\sim 47\%$  Sio $_2$ 9,  $\sim 0.02\%$  Fe $_2^0$ 3,  $\sim 0.15\%$  Na $_2^0$ 0 und  $\sim 0.02\%$  B $_2^0$ 3 und sind bis 1150°C verwendbar. Bis 1700°C ist der Einsatz von Fasern mit Mullit-ähnlicher Zusammensetzung möglich. Bei höheren Temperaturen (bis 2200°C) müssen Zirkonoxidfasern, die mit 8% Y $_2^0$ 3 stabilisiert sind, eingesetzt werden. Berücksichtigen muß man hierbei das Auftreten von Sinterprozessen mit erheblicher Materialschrumpfung.

Mit noch immer angenehmer Erinnerung an das feine gemeinsame Abendessen, zu dem die Sponsorfirma die Teilnehmer des Symposiums eingeladen hatte, ging es mit neuen Kräften in die zweite Vortragsrunde. Herr Mateika als Sitzungsleiter übergab das Wort an H. Birck (Leybold-Heraeus, Hanau), der Mikroprozessor-gesteuerte Kristallziehanlagen für die Produktion von Si-Einkristallen vorstellte. Nach seinen Worten geht der Trend zu immer größeren Anlagen. Nahziel ist der Einsatz von Si-Chargen bis 70 kg. Gewünscht wird ein reproduzierbarer Prozeß, der bei großer Zuverlässigkeit einen großen Materialdurchsatz ermöglicht. Es wurde über ein sehr praxisorientiertes System mit Digitalrechner (100 kByte) und Diodenkamera berichtet, das 5 Regelkreise umfaßt, von denen 2 verkoppelt

sind. Mit diesem System können Durchsatz und Ausbeute stark erhöht und der Personalaufwand um 50% reduziert werden.

Beheizt wird die Si-Charge durch einen Widerstandsheizer aus Graphit. Beim Ziehen beträgt die Badtemperatur (= Temperatur der Schmelze) ca. 1425°C. Die Badoberfläche muß während des Ziehprozesses auf gleichem Niveau bleiben. Es gibt 2 Hubantriebe und 2 Rotationsantriebe, jeweils für Tiegel und Kristall. An Laufruhe und Erschütterungsfreiheit der Antriebe werden hohe Anforderungen gestellt. Das Ziehen erfolgt im Vakuum. Während des Ziehvorgangs muß das Kristallwachstum durch Keim-, Hals-, Schulter-, Kristall- und Endkonusphase gesteuert werden. Die Ausbildung des Endkonus ist sehr wichtig, um einen Kälteschock zu vermeiden, da sonst Versetzungen in das noch plastische Kristallmaterial laufen. Kristalldurchmesser, mittlere Ziehgeschwindigkeit, Badtemperatur, Druck und Badniveau werden per Computer geregelt. Ziehgeschwindigkeit und Durchmesser werden durch die Heizleistung beeinflußt.

e Regelung von Kristalldurchmesser und Badniveau wird mit Hilfe der Diodenzeilenkamera durchgeführt. Eine Zeile besteht aus 2048 Dioden, die Auflösung liegt bei 1/10 mm. Die Kamera blickt schräg auf den Meniskus zwischen Kristall und Schmelze und erkennt die durch den helleren Meniskus verursachte Helligkeitsverteilung. Eine Zeile der Kamera charakterisiert den Durchmesser des aufgrund des Kamerablickwinkels als Ellipse ausgebildeten Meniskus. Für die Regelung wird die Zeile für den maximalen Ellipsendurchmesser gefunden. Die Kamera erkennt auch das Absenken des Impflings in die Schmelze und stoppt den Hubbeim Eintauchen.

Der Anschluß einer oder mehrerer Anlagen an einen Host-Rechner ist möglich. Protokolle können aufgenommen, gespeichert und ausgedruckt werden, ebenso eine Statistik über die Verfügbarkeit der Anlage, u.v.m.. Übertragung, "rotokoll, Prozeßüberwachung und Dokumentation geschieht mit Hilfe der SECS II-Software (Semiconductor Equipment Communications Standard) des Semiconductor Equipment and Materials Institute (SEMI).

Mit allgemeinen Aspekten des Kristallziehens auf automatisierten Anlagen beschäftigte sich der nachfolgende Beitrag von H. Wenzl (KFA Jülich). In Jülich wird ein reichhaltiges Spektrum von Einkristallen, davon spezielle Metallkristalle wie z.B. LaAl<sub>2</sub>, Cu<sub>3</sub>Au und ZrNbCo aus der Schmelze gezogen. Ziel ist die Herstellung von Einkristallen mit hohem Perfektionsgrad. Hierfür unerläßlich ist die Automatisierung des Ziehprozesses zur Führung des Kristallwachstums und zur Beherrschung von Störeinflüssen wie z.B. Schwankungen der Heizleistung. Auch in Jülich wird eine Kameraregelung eingesetzt. Aufgrund von Kontrasten wird eine Zeile zum Zwecke der Durchmesserregelung selektiert. Die Durchmesseränderung erfolgt durch Verstellung des Meniskuswinkels, der wiederum durch eine über die Wärmebilanz erreichbare Veränderung der Menis-

kushöhe verstellt werden kann. Eine Alternative ist die Durchmesserregelung durch Wägung von Kristall oder Tiegel.

In Jülich kann während des Züchtungsvorgangs auch die Perfektion des wachsenden Kristalls studiert werden. Dazu wird die gesamte Anlage mit harter 7-Strahlung durchstrahlt. Damit läßt sich die Entstehung von Mosaikkristallen aus der Rockingkurve erkennen. Die Breite der Kurve gibt Auskunft über die Versetzungsdichte. Denkbar ist es, die Schärfe der Rockingkurve zur Regelung zu verwenden; dies wurde jedoch noch nicht realisiert. Ein Vergleich der Durchmesserregelmöglichkeiten zeigt, daß die schnellste über die Ziehgeschwindigkeit geht, die zweitschnellste über die Wärmeabfuhr; relativ langsam ist die Temperaturverstellung. Oft wendet man zur Beruhigung der Konvektionsströmung in Schmelzen Magnetfelder an. Zu bedenken ist, daß sich dadurch die Regelzeitkonstanten ändern.

Mit den Möglichkeiten und Grenzen moderner Temperaturregelungstechnik setzte sich anschließend <u>H. Neher</u>
(Eurotherm, Limburg) auseinander. Zur Konzeption eines
Systems muß man die Einflußgrößen auf die Regelstrecke
einer genauen Betrachtung unterziehen. Zu beachten sind
dabei Meßwerterfassung, Meßort, Regler, Stellglied, Heizsystem sowie Störgrößen wie z.B. Raumtemperatur- und
Netzspannungsschwankungen.

Anhand eines modernen Temperaturreglertyps wurde der Stand der Technik beschrieben. Die Meßwerterfassung erfolgt üblicherweise durch Thermoelemente, deren Temperaturabweichungen nach DIN 584 festgelegt sind. Der Regler enthält eine Istwert- und eine Regelabweichungsanzeige, jeweils realisiert als Matrixanzeige. Die Einstellgenauigkeit liegt bei 1/10°C. Bestückt ist der Regler mit 3 Mikroprozessoren für Regelung, Schnittstelle und Bedienfeld. Verschiedene Schnittstellen für Anschluß des Reglers an Rechner oder Drucker werden angeboten. Es gibt 4 Bedienebenen: 1.: Operator; 2.: Supervisor; 3.: Commissioning; 4.: Configuration-Read only. Die Abtastrate liegt bei 12,5 Messungen pro Sekunde. Die kleinste Rampe ist 0,1°C/h. 16 Programme können abgespeichert werden mit der Möglichkeit von Programmsprüngen. Die Leistung wird durch einen Thyristorsteller gesteuert. Geschaltet wird immer beim Nullpunktdurchgang des Sinus. Bei Transformatorlast muß die Leistung durch Phasenausschnittsteuerung verstellt werden, ebenso bei Verwendung spezieller Heizelemente wie z.B. Kanthal Super, Silit, Molybdän oder Graphit mit Strombegrenzung.

Nach kurzer Verschnaufpause wurde die Vortragsreihe fortgesetzt von R. Nitsche (Kristallographisches Institut der Univ. Freiburg), der über den Einsatz von Spiegelöfen in der Kristallzüchtung referierte. Spiegelöfen fokussieren die Strahlung intensiver, möglichst punktförmiger Lichtquellen. Damit lassen sich steile Gradienten erzeugen. Die Heizleistung kann an die optischen Eigenschaften des Heizgutes angepaßt werden. Zudem steht eine saubere Energie zur Verfügung. Spiegelöfen haben eine hohe Energiedichte, einen hohen energetischen Wirkungsgrad und geringe Trägheit. Problematisch ist die Temperaturregelung; bisher gibt es noch keine praktikable Pyrometrie. Spiegelöfen haben sich als Forschungsanlagen bewährt. Besonders vorteilhaft ist die Verwendung zylindrischer Proben. Wichtig für die praktische Kristallzüchtung ist eine hohe optische Qualität der Fokussierungseinrichtung, die Strahlung aus einem großen Raumwinkel sammelt und die thermische Energie möglichst symmetrisch auf die Heizzone fallen läßt.

Die Forderungen werden weitgehend von Hohlellipsoiden erfüllt, in deren einem Brennpunkt sich die Lichtquelle und im anderen die Heizzone befindet. Bei Monoellipsoiden gibt es zwei Möglichkeiten der Anordnung der Probe, entweder senkrecht zur Fokallinie oder parallel dazu. Der zweite Fall ist wegen der gegebenen Temperatursymmetrie günstiger. Höhere Leistungen sind mit Hilfe von Doppelellipsoiden zu erzielen, wobei der die Heizzone enthaltende Brennpunkt beiden Ellipsoiden gemeinsam ist.

Hinsichtlich der Ellipsoidgeometrie haben gestauchte Ellipsoide Vorteile gegenüber gestreckten Ausführungen. Die in Freiburg entwickelten Spiegelofenmodelle enthalten als Kernstück Ellipsoide aus einer Al-Mg-Legierung, die aus dem Vollen gedreht und poliert sind. Auf der Grundlage dieser Entwicklung werden Spiegelöfen von Dornier und MBB für den Einsatz in Raumlabors und bei Raketenflügen zur Züchtung von Einkristallen unter Bedingungen der Mikrogravitation gebaut. Kristallisationsversuche mit Silizium haben in einer Spacelabmission bereits stattgefunden (vgl. DGKK-Mitteilungsblatt Nr. 39). Mit japanischen Spiegelofenmodellen wurden schon Einkristalle von Spinell, Orthoferriten, YIG, EuS sowie einer ganzen Reihe anderer Oxide gezüchtet. Die Anlagen eignen sich auch für das Studium von Phasendiagrammen hochschmelzender Oxide.

In Freiburg laufen Kristallzüchtungsversuche mit Silizium durch Zonenkristallisation, CdTe aus Tellur-reicher Lösung, Gaszonenzüchtung von CdTe und ZnS sowie K-Cr-Alaun aus wäßriger Lösung mittels wandernder Lösungszone (Travelling Heater Method).

Dem apparativen Aspekt der Kristallzüchtung war auch der nächste Beitrag von F. Welz (Philips Forschungslab., Hamburg) gewidmet. Er sprach über einige praxisbewährte Apparaturen für die Schmelzlösungszüchtung und ging speziell auf Kammerapparaturen für Bottom-Growth sowie vertikale Rohrapparaturen für Top-Seeding zur Züchtung von Einkristallen hexagonaler Ferrite aus Schmelzlösungen oder aus der nichtstöchiometrischen Eigenschmelze ein. Anhand der Züchtung von YIG- Einkristallen aus einem PbO-PbF2-Flux wurde der Einsatz des Kammerverfahrens demonstriert. Der Ansatz erfolgt in Pt-Tiegeln mit bis zu mehreren Litern Nutzinhalt, die aufgrund des hohen

PbF2-Dampfdrucks zugeschweißt werden. Am Tiegel ist ein Druckröhrchen zur Druckentlastung beim Aufheizen angebracht. Über die Versuchsdauer bleibt der Lösungsmittelverlust unter 1%. Die Schmelzlösung zeichnet sich durch geringe Viskosität aus. Aufgrund ihrer hohen Dichte (-8 g cm<sup>-3</sup>) würden die Kristallkeime auf der Lösung schwimmen. Sie müssen daher am Boden der Tiegelkammer fixiert werden. Die Kammer wird von oben mit SiC-Heizelementen beheizt. Der ohmsche Widerstand der Heizelemente nimmt beim Altern zu. Wesentlich für den züchterischen Erfolg ist eine exakte Temperaturregelung. Mit der vorgestellten Anlage wurde eine Genauigkeit von 0,02 K erreicht.

Ein interessantes Verfahren zur Züchtung hexagonaler Ferriteinkristalle ist das Top-Seeding (Keimkristall wird in die Schmelzlösung eingetaucht und langsam nach oben bewegt). Verwendet wird ein  ${\rm Ba0-B_20_3}$ -Flux von geringem Dampfdruck und hoher Viskosität. Aus Gründen der Ükonomie werden 4 Tiegel, die in einem großen Tiegel stehen, eingesetzt und 4 Kristalle gleichzeitig gezogen. Kenndaten für das Top-Seeding sind: Temperaturstabilität:  $\pm 0.1$  K, Abkühlrate 0.1-1 K/h, Ziehgeschwindigkeit 0.05-1 mm/h, Rotation 0-20 U/min, Ziehzeit 1-3 Wochen. Man erhält facettierte Einkristalle.

Tiegelfreie Schmelzzüchtungsverfahren waren das Thema des anschließenden Vortrags von W. Aßmus (Physikal. Institut der Univ. Frankfurt), der sich auf die Verwendung kalter Tiegel konzentrierte. Kalttiegelverfahren werden für Materialien eingesetzt, die mit Tiegelwerkstoffen reagieren oder sehr hohe Schmelzpunkte haben. Metalle werden mit dem Czochralski-Verfahren aus einem Kaltschmelztiegel gezogen, der aus Kupfersegmenten, von denen jedes einzelne wassergekühlt ist, besteht. Der Tiegel befindet sich im Feld eine Hochfrequenzspule. Das inhomogene Magnetfeld der Spule ubt eine Kraft auf das mittels Hochfrequenz aufgeschmolzene Metall aus, die Schmelzkugel schwebt (Levitation). Ein Keimkristall kann nun in die Schmelzkugel eingetaucht und herausgezogen werden. Durch die HF-Ströme kommt es durch ständige Verwirbelung der Schmelze zu einem kräftigen Rühreffekt.

Die Schwebehöhe liegt zwischen 0,5 und 1 mm. Bei niedrigschmelzenden Materialien können nur kleine Massen einge- setzt werden, andernfalls kommt es nicht zur Levitation. Die Einwaage ist also im wesentlichen vom Schmelzpunkt abhängig, aber auch von Dichte, Oberflächenspannung, Viskosität, der thermischen und elektrischen Leitfähigkeit des Schmelzgutes. Wichtige Prozeßparameter sind Einwaage, Art der Atmosphäre und Tiegelposition in der Spule. In Frankfurt wurde eine ganze Reihe von Kristallen intermetallischer Verbindungen gezüchtet, so z.B. CeAg, CePd<sub>3</sub>, LaAg, CeCu<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>, LaCu<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>, NiTi, CeNi<sub>5</sub> und HfV<sub>2</sub>.

Von Materialien, die bei Zimmertemperatur Isolatoren sind und bei höheren Temperaturen elektrisch leitend werden, können mit dem Skullschmelzverfahren Einkristalle hergestellt werden. Möglich ist ein Kristallziehen oder ein gerichtetes Erstarren der Schmelze. Die Tiegelwand wird aus einzeln wassergekühlten Palisadenrohren aus (gewöhnlich) Kupfer aufgebaut. Zwischen Tiegelwand und Schmelze bleibt eine schützende Schicht aus Polymaterial stehen. Durch das Skullschmelzverfahren ist beispielsweise das hochschmelzende ZrO2 der Einkristallzüchtung zugänglich geworden. Durch Zugabe von SE-Oxiden, Y2O3 und anderen Stabilisatoren kann die kubische Hochtemperaturmodifikation des ZrO2 ohne Phasentransformation auf Zimmertemperatur abgekühlt werden.

Die Zündung des Schmelzvorgangs erfolgt durch ein Stück Zr-Metall im Zentrum der  $\rm ZrO_2$ -Einwaage, an das die Hochfrequenz ankoppeln kann. Das heiße Metallstück heizt die Charge auf bis sie selbst leitend wird. Das Zr-Metallstück wird während des Aufheizvorgangs aufoxidiert. Exemplarisch folgen einige für das Skullschmelzen von  $\rm ZrO_2$  und  $\rm Al_2O_3$  wichtige Daten:

	E 1/	<sup>₽</sup> 1500°C	₽1900°C	Tm	Kopplungs- Temperatur*)	Tm des art- eigenen Metalls
K	Zr0 <sub>2</sub>	30 Ωcm	~1 Ωcm	2800°C	140u°C	1850°C
	A1203	10 <sup>4</sup> Ωcm	30 Ωcm	2100°C	1900°C	660°C

\*) eine Funktion von Frequenz und Tiegelgröße.

Neben Kristallen dieser beiden Materialien wurden in Frankfurt auch phasenreine Fayalit  $(\text{Fe}_2\text{SiO}_4)$ -Einkristalle mit dem Skullschmelzverfahren gezüchtet.

Der letzte Vortrag des Fachsymposiums war einem hochaktuellen Thema vorbehalten. P. Hammond (Cambridge Instruments, Hartfordshire, U.K.) berichtete über neue Entwicklungen beim LEC-Ziehen von GaAs- und InP-Einkristallen, die im Begriff sind, aufgrund ihrer vielfältigen Anwendungsmöglichkeiten in Elektronik, Optoelektronik und Nachrichtentechnik große ökonomische Bedeutung zu erlangen. Vorgestellt wurden neuere Hochdruckziehanlagen ir GaAs, GaP und InP. Spitzenreiter vom Chargengewicht her ist eine Anlage mit einer Kapazität von 8 kg für das Ziehen von Einkristallen mit 3 Zoll Durchmesser aus Tiegeln mit 6 Zoll Durchmesser. Die Anlage ist mit einer Fernsehkamera bestückt.

Für das Ziehen von semiisolierenden (s.i.) Einkristallen erfolgt die Direktsynthese aus den Elementen im PBN-Tiegel. Anfangs führte die Verwendung von PBN-Tiegeln zur Ausbildung von Kristallzwillingen aufgrund der Schmelzdepression an der Tiegelwand. Das Problem konnte durch Anwendung höherer Rotationsraten gelöst werden. Ein Standardziehprozeß für einen 3 Zoll GaAs-Einkristall ist charakterisiert durch einen Zeitablauf von 3 h vom Chargieren bis zum Eintauchen des Keims, einen Argondruck von 300 PSI, eine Ziehrate von 9 mm/h und einer Tiegeldrehung von 30 U/min. Überwacht werden Gewicht und Länge des wachsenden Kristalls. Durch Verwendung von PBN-

Tiegeln kann nunmehr trockenes B<sub>2</sub>0<sub>3</sub> zur Bildung der Schutzschmelze eingesetzt werden. Damit erhält man s.i. Material mit einigen  $10^7 - 10^8$  cm. Von Einfluß auf den spezifischen Widerstand ist die Stöchiometrie und die Reinheit der Schmelze. Das Kriterium für die Herstellung von s.i. GaAs ist durch die Konzentrationsbeziehung Si. S (Donatoren) - Kohlenstoff (Akzeptor) - EL2 (tiefer Donator) gegeben. Die entsprechenden Konzentrationen müssen über- wacht werden, wobei auch die axiale und radiale Homogenität beachtet werden muß. Beispielsweise variiert der spezifische Widerstand von s.i. GaAs-Einkristallen entlang der Kristallachse. Ober einen Waferdurchmesser variieren die Werte um einen Faktor 2. Die Homogenität der Kristalle kann durch Tempern beeinflußt werden, wobei Temperatur- und Zeitverhalten genau zu studieren sind. So führt etwa das Tempern bei 950°C in kurzer Zeit zu einer Homogenitätsverbesserung hinsichtlich des spezifischen Widerstandes von +10% um einen Mittelwert.

Von großer Bedeutung für die Qualität der Kristalle hinsichtlich Versetzungsdichte ist die thermische Geometrie im LEC- Reaktor. Thermische Gradienten liegen vor in der GaAs-Schmelze, in der  $\rm B_2O_3$ -Schutzschmelze und im hochgespannten Gas. Im Bereich der Schutzschmelze ist der Gradient sehr steil. Eine Absenkung des Gasdruckes führt zu einer dramatischen Reduzierung des Temperaturgradienten im  $\rm B_2O_3$  und damit zu einer Abnahme der Versetzungsdichte, die rund eine Größenordnung erreichen kann. Für 3 Zoll Kristalle beträgt die Versetzungsdichte derzeit einige  $10^4~{\rm cm}^{-2}$ .

Zukünftige Forschungs- und Entwicklungsarbeiten zur Verbesserung der Kristallqualität zielen auf eine Reduzierung der vertikalen Temperaturgradienten, evtl. durch den Einsatz von Nachheizern, Absenkung des Gasdrucks und Erhöhung der Schutzschmelzendicke, auf eine Optimierung des radialen Temperaturgradienten, Dotierung mit Indium, bessere Durchmesserkontrolle und evtl. magnetische Dämpfung der Konvektion in der GaAs-Schmelze.

Dieser abschließende Beitrag setzte einen würdigen Schlußpunkt unter eine interessante Vortragsveranstaltung.

In seiner Schlußansprache richtete Herr Jacob nochmals
herzliche Worte des Dankes an alle Redner, an die örtlichen Organisatoren, allen voran an Herrn Dr. Krause,
für die ausgezeichnete Arbeit und an die beiden Programmorganisatoren. Die Anwesenden lud der DGKK-Vorsitzende
zum 4. Fachsymposium der Gesellschaft im nächsten Jahr
ein und gab bekannt, daß hierfür bisher zwei Themenvorschläge vorliegen, einmal über die Züchtung von III/VEinkristallen, zum zweiten über die Züchtung von OxidEinkristallen. Den besten Wünschen für eine gute Heimreise schloß sich die Hoffnung auf eine Wiederbegrüßung
der Teilnehmer in Köln zur DGKK-Jahrestagung an.

Das dritte Fachsymposium der DGKK in Hanau klang aus mit Werksbesichtigungen. Diese interessante Möglichkeit wurde von fast allen Teilnehmern genutzt. Sie konnten unter drei Angeboten auswählen. Schwerpunkte der Werksbesichtigungen waren bei Leybold-Heraeus das Kristallziehen und die Beschichtungstechnik, bei W.C. Heraeus die Edelmetalle und ihr Einsatz als Tiegelmaterial und bei der Heraeus Quarzschmelze die Produktion der undurchsichtigen Quarzglassorte Rotosil.

Fazit der gelungenen Veranstaltung: Sie war die richtige Mischung aus praxisnaher Information, familiärer Atmospäre und leiblichem Wohl. Die große Teilnehmerzahl war Lohn für die Organisatoren und ist Ansporn für die Planer zukünftiger Fachsymposia, den rechten "Geist" dieser Veranstaltung beizubehalten.

Roland Diehl

#### DGKK-Jahrestagung 1985

# Gemeinschaftstagung der AGKr, DGKK und KKN

vom 19. bis 22. März in Köln

Die 16. Jahrestagung der DGKK, zu welcher auch die holländischen Kollegen von der Kontaktgroep Kristalgroei Nederland (KKN) eingeladen waren, fand gemeinsam mit der 24. Diskussionstagung der Arbeitsgemeinschaft Kristallographie (AGKr) statt. Tagungslokal war das Institut für Anorganische Chemie der Universität zu Köln. Über 300 Kristallwissenschaftler hatten den Weg in die alte Stadt am Rhein gefunden, darunter fast 90 DGKK-Mitglieder.

Die Hauptveranstaltung wurde von einer Reihe von Aktivitäten begleitet. Den Anfang machte ein Vorkurs am 18. März, der in die International Tables for Crystallography, Band A, einführte. Weiterhin wurde eine Einführung in die Benutzung von Datenbanken gegeben. Neben einer Ausstellung von Geräten und Büchern war im Museum des Mineralogisch-Petrographischen Instituts eine Ausstellung von synthetischen Kristallen zu bewundern, die eigens zur Tagung zusammengestellt worden war. Vorwiegend DGKK-Mitglieder hatten beeindruckende Exemplare kristallzüchterischen Könnens zur Verfügung gestellt.

In das Tagesprogramm integriert waren Exkursionen in Form von Werksbesichtigungen bei den Firmen Bayer AG Werk Uerdingen (Herstellung anorganischer Pigmente), Rheinbraun AG, (Tagebau Fortuna) und Pfeifer & Langen, Werk Elsdorf (Zucker-Kristallisation) sowie beim Forschungszentrum der Deutschen Forschungs- und Versuchsanstalt für Luft- und Raumfahrt in Porz-Wahn (Werkstoffe für den Flugzeugbau, Spacelab) und beim Institut für Festkörperforschung der KFA Jülich (Kristallzüchtung).

Auf die Tagung einstimmen konnten sich die Teilnehmer bereits am Vorabend im China-Restaurant "Vatikänchen". Hier hatten die DGKK-Mitglieder eindeutig die Mehrheit, woraus sich zwanglos schließen läßt, daß Kristallzüchter offensichtlich ein geselliges Völkchen sind. Ernst wurde es dann am anderen Morgen, als Prof. H.U. Schuster als Hausherr die Tagungsteilnehmer im großen Hörsaal seines Instituts willkommen hieß. Seinen Dank an die Tagungsorganisatoren sowie an Firmen und die DFG für finanzielle Unterstützung folgte ein kurzer Abriß über die Geschichte der Kölner Universität. Im Namen der Universität begrüßte dann der Dekan der naturwissenschaflich-mathematischen Fakultät die Anwesenden und ging danach auf die Bedeutung der Naturwissenschaft ein, die die Welt mehr verändert habe als irgendeine andere Wissenschaft. Heute sei eine Wissenschaftsfeindlichkeit festzustellen, die sich gegen geistige Kreativität richte und der Mittelmäßigkeit den Weg bahne. Wissenschaftler müßten daher mehr als bisher in die Öffentlichkeit gehen. In der Oberleitung zum Tagungsthema beschäftigte sich der Redner mit den Kristallen als dem Sinnbild der Ordnung: Ordnun sei das halbe Leben, mehr noch, Ordnung ist das Leben. In der Natur ist ein Streben nach immer höheren Ordnungszuständen festzustellen. Diese entstehen nicht von selbst, sondern bedürfen der Zufuhr von Energie und Information. Mittels Energie kann ein großer Steinhaufen entstehen, ein Krankenhaus entsteht daraus aber erst durch Information, die der Energie den Richtungscharakter gibt. Information in der Natur habe ihre Ursachen in der ständigen Evolution.

Nach diesen Begrüßungsworten eröffnete der Vorsitzende der AGKr, Prof. F. Liebau, den wissenschaftlichen Teil der Tagung und brachte seine Freude über die Teilnahme von drei Gruppen zum Ausdruck. Auf der Basis des reichhaltigen Tagungsprogramms wünschte er den Teilnehmern Wissensfortschritt, Anregungen und interessante Begegnungen. Eine herzliche Begrüßung durch Herrn Jacob als dem Vorsitzenden der DGKK schloß sich an, wobei er den Symmetriebegriff in den Mittelpunkt seiner Ansprache stellte. Die AGKr sei bei der gemeinsamen Tagung das Symmetriezentrum, die DGKK ein Punkt, der durch Inversion zur KKN gespiegelt werde.

Den ersten wissenschaftlichen Hauptvortrag hielt <u>F. Liebau</u> über strukturchemische Analogien zwischen H<sub>2</sub>O und SiO<sub>2</sub>. Beide Substanzen bestimmen am nachhaltigsten das Bild unserer Erde: 90% der festen Erdkruste bestehen aus SiO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>O in der Form des Wassers verändert die Oberfläche der Erde durch Erosion. Beide Substanzen kommen in einer Reihe von kristallinen Modifikationen vor, die zum Teil nahe strukturelle Verwandtschaft zeigen. Herr Liebau befaßte sich ausführlich mit den Gründen und Grenzen für diese Analogien und schloß dabei auch die Clathrathydrate und Clathrasile ein. Man merkte dem Redner die Begeisterung für sein Forschungsthema an, denn er und auch die meisten Zuhörer bemerkten das Ende der Vortragszeit nicht.

So ging erst nach ziemlichem Zeitverzug das Wort an <u>H.</u>

<u>Jacob</u>, der in einem mit ansprechenden Dias begleiteten

Übersichtsvortrag über Züchtung von Granateinkristallen
und deren heute weitgespannten Anwendungen referierte.

Der Beitrag faßte eindrucksvoll den Stand der industriellen Granatzüchtung zusammen und rief speziell bei den
Nichtkristallzüchtern im Auditorium anerkennendes Staunen hervor.

Der folgende Vortrag von <u>P. Hartmann</u> hatte die Schnittstelle zwischen Kristallstrukturlehre und Kristallwachstum zum Gegenstand, indem er sich anhand der von ihm mitbegründeten PBC-Theorie mit dem Einfluß der Struktur und den äußeren Bedingungen auf die Kristallform beschäftigte. Anhand von Strukturdaten führte er vor, wie sich die Tracht der Kristalle von Kupfer, Adamantan, Fluorit, K<sub>2</sub>PtCl<sub>6</sub>, Naphtalen und Tutton's Salz berechnen läßt. Manchmal stimmen jedoch berechnete und beobachtete Tracht nicht überein: Neben inneren Faktoren wie Struktur und Bindungsverhältnisse sind auch äußere Faktoren wie Lösungsmittel, Druck, Temperatur, etc. trachtbestimmend.

elektronenmikroskop aufgenommene Bilder konnte <u>R. Gruehn</u> dem Auditorium vorführen, als er über seine Erfahrungen mit der Kristallabbildung mit Hilfe von Elektronenstrahlen berichtete. Mit speziellen Präparaten, die mit Hilfe eines Goniometers im Elektronenstrahl orientiert werden können, läßt sich eine Auflösung von wenigen A erreichen. Durch Ersatz von Wolfram- Haarnadelkathoden durch LaB<sub>6</sub>-Kathoden lassen sich Vergrößerungsverhältnisse von 1:10 erzielen. Interessante Strukturen konnten bei der langsamen Oxidation von Nb- und Nb-W-Suboxiden beobachtet werden. Die Interpretation der Kontraste erfolgt durch Computersimulation.

Durch den Zeitverzug des Vormittags konnte R. Nitsche mit seinem Hauptvortrag über die Erwartungen und bisherigen Ergebnisse von Kristallisationsexperimenten unter Krogravitationsbedingungen erst mit halbstündiger Verspätung beginnen. Der Wegfall der thermischen und der Lösungskonvektion sowie des hydrostatischen Drucks lassen interessante Phänomene auf den Gebieten Zonenkristallisieren, Dampfphasenzüchtung, binäre und multinäre Kristalle, Legierungen und Mischkristalle, Komposite und Eutektika, duktile Kristalle, organische und biologische sowie schwerlösliche anorganische Kristalle erwarten. Insofern haben Weltraumversuche ein beachtliches Lernpotential. Beim Bericht über die Ergebnisse von Spacelab 1 war besonders bemerkenswert, daß auch der unter Mikrogravitation gezüchtete Si-Kristall eine Mikrostreifung aufwies, als deren alleinige Ursache eindeutig die Marangoni-Konvektion nachgewiesen werden konnte. Daß diese Konvektionsart auch der Hauptverursacher von Striations in unter Erdbedingungen zonengezogenen Si-Einkristallen ist, konnte inzwischen durch gezielte Experimente mit einer SiO2-Haut zur Beseitigung der freien Schmelzenoberfläche bestätigt werden.

In den folgenden Kurzvorträgen mit Kristallzüchtungsrelevanz ging es um kinetische Aspekte der Flüssigphasenepitaxie von Granat (<u>W. Tolksdorf</u>) und um die THM-Züchtung von (In, Ga)P-Volumenkristallen als Substratmaterial für (In, Ga)As-Epischichten (<u>K.W. Benz</u>). <u>M. Mihelcic</u> zeigte eindrucksvolle Filme zur dreidimensionalen Čomputersimulation der Strömungsvorgänge in Kupferschmelzen bei Czochralski-Anordnungen.

Bei guter Hörsaalbesetzung wurde die Reihe der Hauptvorträge am nächsten Morgen von W.J. Bartels fortgesetzt, der über die Anwendung röntgentopographischer Charakterisierungsmethoden für III/V-Halbleiterkristalle berichtete. Bemerkenswert waren seine Ergebnisse hinsichtlich hochaufgelöster Rocking-Kurven von Epischichten und Schichtfolgen. Mit Hilfe ausgefeilter Monochromateranordnungen und der Bond-Technik gelang es dem Autor, die Zusammensetzung von Ga1-xA1xAs-Epischichten mit einer Genauigkeit von 1 mol% AlAs zu bestimmen, weiterhin der Dotierungspegel von S in InP über die Gitterkonstante des Halbleiters. Aus dem Profil der Rocking-Kurve von H-implantiertem GaAs ließ sich die Implantationstiefe abschätzen. Auch die von Defekten der III/V-Substrate erzeugten Grenzflächendefekte bei der LPE wurden mit Hilfe von Transmissions- und Reflexionstopogrammen studiert. Gerade hier sind noch viele interessante Ergebnisse zu erwarten.

III/V-Halbleiterkristalle waren auch das Thema des folgenden Hauptvortrags von G. Müller. Er ging kurz auf die Anforderungen ein, die die moderne Bauelementetechnologie an die Einkristalle stellt und zeigte anschließend anhand einer Analyse der Versetzungsentstehung in InP-Einkristallen, daß diese Anforderungen mit dem heute weltweit praktizierten LEC-Verfahren wohl kaum zu erfüllen sind. Neue Wege sind daher bei der Kristallzüchtung dieser so wichtigen Werkstoffklasse zu beschreiten. Neben geringer Versetzungsdichte müssen sich die Substratscheiben auch durch große Homogenität auszeichnen. Insbesondere sollten sie möglichst frei von Striations sein, die die Folge instationärer Konvektionsströme in den Halbleiterschmelzen sind. Ein Verständnis des Übergangs zeitunabhängiger in zeitabhängige Konvektionsverhältnisse in Schmelzen erfordert ein eingehendes Studium der Hydrodynamik in Kristallzüchtungsanordnungen, die durch dimensionslose Kennzahlen charakterisiert ist. Solche Kennzahlen lassen sich beispielsweise in Zentrifugenanlagen durch Erhöhung der Erdbeschleunigung beeinflussen. So konnte in Erlangen in vertikalen Bridgman-Anordnungen und beim horizontalen Zonenkristallisieren experimentell nachgewiesen werden, daß in Abhängigkeit von g Übergänge zwischen stationärem und instationärem Konvektionsverhalten in der flüssigen Phase auftreten.

Mit einem Beitrag von <u>E. Schönherr</u> über die Bestimmung der Wachstumsgeschwindigkeit von Jod aus der Gasphase war das DGKK-spezifische Vortragsprogramm praktisch beendet. Weitere Neuigkeiten auf dem Gebiet des Kristallwachstums und der Kristallzüchtung konnten-einer buntgemischten Posterausstellung mit rund 35 fachspezifischen Beiträgen entnommen werden. Schwerpunkte lagen hier bei der Züchtung und Charakterisierung von III/V-Einkristallen und epitaktischen Schichten, bei der Züchtung und Charakterisierung von Borateinkristallen und bei Materialien für die Solarenergietechnik.

Für den Rest der Tagungszeit hatte nun der an kristallographischen Fragestellungen aller Art interessierte Kristallzüchter ausgiebig Gelegenheit eines Blickes über den Zaun des eigenen Gartens. Neben strukturchemischen Beiträgen gab es Vorträge über Phasenumwandlungen, über Fortschritte und Neuigkeiten bei der Kristallstrukturanalyse sowie theoretische Beiträge, daneben eine umfangreiche Ausstellung von fast 80 Postern. Alles in allem war die Gemeinschaftsveranstaltung in Köln in der Tat eine Tagung der Kristallwissenschaftler in Deutschland, unterstützt und abgerundet von 7 Beiträgen aus Holland, 3 aus der Schweiz und 2 aus Österreich. Sie verdeutlichte das enorme Spektrum, das von der Kristallwissenschaft heute überdeckt wird. Trotz großer thematischer Divergenzen waren die Kristallwissenschaftler dennnoch am gemeinsamen Gesellschaftsabend bei kaltem Buffet und Kölsch vom Faß kollegial vereint.

An dieser Stelle ein Gesamtlob an die Tagungsorganisatoren für die geschickte Zusammenstellung des Programms, die Auswahl der Exkursionen und den reibungslosen Ablauf der Tagung, aber auch besonders für die sehr informative Programmschrift mit zahlreichen Hinweisen, die den Tagungsteilnehmern das Leben erleichterte und wesentlichen Anteil an einem angenehmen Aufenthalt in Köln hatte.

(Kurzreferate der Vorträge und Posterbeiträge sind über den Schriftführer erhältlich)

Roland Diehl

# MITTEILUNGEN ANDERER GESELL-SCHAFTEN

### AGKr

Das vierte Heft der Kristallographie-Nachrichten enthält vorab ein Dankeschön des AGKr-Vorsitzenden F. Liebau an die Adresse der Organisatoren des 13. Kongresses der International Union of Crystallography (IUCr) in Hamburg und an alle, die zum Gelingen der Veranstaltung beigetragen haben. Es folgen ein Bericht über die Generalversammlung der IUCr, über die Hamburger Großveranstaltung mit fast 1500 Teilnehmern aus 46 Nationen und die Satellitenkonferenzen zum IUCr-Kongreß. In den neuen Vorstand der IUCr für die Amtsperiode 1984-87 wurden gewählt:

T. Hahn (Aachen), Präsident V.I. Simonov (UdSSR) Vize-Präsident J. Karle (U.S.A.) Ehem. Präsident

Generalsekretär und Schatzmeister

A. Authier (Frankreichh) R. Diamond (UK) Miglieder

A. Kalman (Ungarn)

K.V.J. Kurki-Suonio (Finnland)

E.N. Maslen (Australien) M. Nardelli (Italien) Y. Tang (VR China)

Weiterhin wird in den Nachrichten über die Tagung "Inkommensurable Phasen in Nichtleitern" in Bad Honnef (20.-23.05.84) und die 62. Tagung der Deutschen Mineralogischen Gesellschaft in Freiburg (31.08.-09.09.84) berichtet. Es folgt die Vorstellung von zwei neuen Rechenprogrammen zur direkten Kristallstrukturbestimmung. Einzelhinweise und ein umfangreicher Tagungskalender machen auf fachspezifische und verwandte Tagungen aufmerksam. Die Nachrichten werden abgerundet mit einem Bericht über den aktuellen Stand kristallographischer Datenbanken und mit 6 Stellenanzeigen.

#### GVC

Die VDI-Gesellschaft für Verfahrenstechnik und Chemieingenieurwesen veranstaltete vom 12.-13. März 1985 eine Sitzung des Fachausschusses "Kristallisation" in Hohenroda bei Bad Hersfeld. In der internen Arbeitssitzung des Fachausschusses wurden 14 Vorträge unter aktiver Beteiligung mehrerer DGKK-Mitglieder gehalten. Die Sitzung wurde aufgelockert durch die Besichtigung des Werkes Hattorf der Kali und Salz AG in Philippsthal/Werra. Vom 25. bis 27. September findet das von der GVC organisierte "Jahrestreffen 1985" der Verfahrensingenieure in Hamburg statt. Kommende Veranstaltungen mit GVC-Beteiligung sind der folgenden Zusammenstellung zu entnehmen:

GVC ve	ranstaltungen	1985	
Veranstaltung	Termin/Ort	Veranstalter	Sie erhalten ein Programm
5th European Conference on Mixing	1012. Juni 1985 Würzburg	GVC/DVCV	auf Anfrage
Festsitzung der GVC bei der ACHEMA '85	13. Juni 1985 Frankfurt	GVC Dechema	auf Anfrage
ACHEMA '85	915. Juni 1985 Frankfurt	Dechema	auf Anfrage
3rd Tutzing Symposium on Chemical Engineering in Medicine "New Aspects of Extracorporeal Detoxification"	1618. Sept. 1985 Tutzing	GVC DGBMT	auf Anfrage
Jahrestreffen 1985 der Verfahrens- Ingenieure	2527. Sept, 1985 Hamburg	GVC	im Juni 1985
GVC-Tagung "Aufarbeitung von Bioprodukten"	1517. Okt. 1985 Düsseldorf	GVJ	auf Anfrage
GVC-Dezembertagung "Membrantrennverfahren"	5./6. Dez. 1985 Aachen	GVC/DVCV	auf Anfrage
Hinweise: 29. Bunsen-Kolloquium "Photochemische Abbau- und Trans- formationsprozesse in der Atmosphäre"	29. März 1985 Frankfurt	Deutsche Bunsen-Ges	auf Anfrage
Hauptversammlung 1985 der Deutschen Bunsen-Gesellschaft "Morphologie und Eigenschaften polymerer Systeme"	16.–18. Mai 1985 Aachen	Deutsche Bunsen-Ges.	auf Anfrage
Vorschau auf Frühjahr 1986: PARTEC/POWTECH '88 1, World Congress Particle Technology	16.–18. Apr. 1986 Nürnberg	GVC NMA Specialist Exhib.	Call for Papers auf Anfrage
INATEC '86 Internationaler Congress und Messe Nahrungsmitteltechnik	2125. Apr. 1986 Köln	KölnMesse GVC	Call for Papers auf Anfrage



BEACH

Chemie-Ingenieur-Technik /erfahrenstech Fechnische Ch

#### KKN

Das info 32 der Kontaktgroep Kristallgroei Nederland enthält eine Einladung zur Jahresversammlung der KKN am 02. November 1984 in De Meern und einen Jahresbericht des Vorstands für den Berichtszeitraum 01.10.83-30.09.84. Danach hatte die KKN Mitte September 1984 126 Mitglieder.

Je einem Fachartikel über einen Industriekristallisationsprozeß, über MOCVD von  ${\rm Al}_{{\rm x}}{\rm Ga}_{1-{\rm x}}{\rm As}$  und die großtechnische Gewinnung von Phosphorsäure aus Apatit bei gleichzeitiger Kristallisation von Gips folgt eine Inhaltsbeschreibung des Buches "Industrial Crystallization '84" als den Proceedings des 9. Symposiums über Industrielle Kristallisation, das vom 25.-28. September 1984 in Den Haag stattfand. Am Ende des info stehen Hinweise und KKN-Veranstaltungen des Jahres 1985.

Auf der KKN-Jahrestagung in De Meern wurde der Vorstand für 1985 wie folgt gewählt:

Vorsitz

Dr. G. M. van Rosmalen

University of Technology, Dept. of Chemistry, De Vries van Heystplantsoen 2, NL-2628 RZ Delft

Dr. J.J. Binsma Sekretariat

Interuniversity Reactor Institute

Mekelweg 15, NL-2629 JB Delft

Kasse

W. Eveleens

Akzo Zout Chemie Ned. B.V.

Boortorenweg 20, NL-Hengelo (0)

info-Sekretariat

Dr. J. van Suchtelen Solid State Physics Dept. III,

Catholic University

Toernooiveld, NL-6525 ED Nijmegen

Mitglieder

Dr. G.J. Arkenbout,

Dr. F.P.J. Kuijpers, W. Nijman

#### BACG

Im vergangenen Dezember hat die British Association for Crystal Growth ihre Jahrestagung 1985 wie folgt angekündigt:





B.A.C.G.

in association with ANNUAL CONFERENCE D.D.K.G. (GERMANY)



SUSSEX UNIVERSITY: 24-27 SEPTEMBER 1985

\* NUCLEATION AND EPITAXY \* OPTICAL MATERIALS \*

"Within these principle themes we aim to bring together the wide range of expertise and disciplines contributing to the understanding of the roles of surfaces and nucleation in crystal growth and deposition processes.

Work in such fields as bulk crystallization, where the control of nucleation is probably seen at its best in the large crystallizers used for salts, etc; biocrystallization; and in the semiconductor world, where work on heterogeneous reactions has led in 1984 to new low temperature C.V.D. processes for the epitaxy of Silicon and Gallium Arsenide; all illustrate the current importance of this theme.

This 1985 Meeting will include a symposium on the growth and characterisation of single crystals and layers for opto-electronic applications, with the particular aim of encouraging workers on the Industry/DOI JOERS programmes to participate. It is anticipated that topics which will be covered may include the growth and properties of bulk oxide crystals (such as LiNbO3, Bi12GeO20, etc.) for electro-optical applications, and organic materials (such as urea) for their non-linear optic properties; the deposition and characterisation of oxide and organic (particularly Langmuir-Blodgett) thin films; and the growth and characterisation of heteroepitaxial III-V semiconductor

There are close basic links between the two themes chosen for this conference.

#### ABSTRACT FOR PAPERS IN THESE AREAS ARE NOW INVITED

Enquiries and Replies to:

Conference Secretary Dr. R.W. Whatmore Plessey Research (Caswell) Ltd.

Allen Clarke Research Centre Caswell Towcester Northants NN12 8EQ Tel.0044327/50581.

Obwohl das Kürzel unserer Gesellschaft leicht verunglückt ist, sind DGKK-Mitglieder herzlich eingeladen. die Jahrestagung der britischen Kollegen aktiv mitzugestalten. Die Vorbereitungen hierzu sind bereits im Gange. Die ausgewählten Themen versprechen interessante Beiträge, und es ist zu hoffen, daß viele DGKK-Mitglieder die Gelegenheit haben, an der Tagung teilzunehmen. Als einzuladende Vorträge werden von DGKK-Seite angeboten:

Dr. Elisabeth Bauser, MPI für Festkörperforschung: "Growth Mechanisms and Properties of Semiconductor Crystals"

Dipl.-Ing. Peter Droste, Elektrochemie Ibbenbüren: "Computer Controlled Verneuil Process for Growing Oxide Crystals of High Optical Quality"

Dr. Christa Grabmaier, Siemens AG:

"Growth of LiNbO3-Single Crystals for Optical Application"

Dr. Claus-Peter Klages, Philips GmbH:

"Experimental Investigations of the Interface Kinetics of Iron Garned Liquid Phase Epitaxy"

#### **GFCC**

In der Oktober '84-Ausgabe der "informations" der Groupe Francais de Croissance Cristalline wird das Jahreskolloquium 1985 am 14. und 15. März in Paris angekündigt.

Drei Spezialsitzungen werden dafür vorbereitet: Ergebnisse des Spacelab, Moleküle von biologischer Bedeutung sowie Züchtung von Hochtemperaturmaterialien und deren industrielle Anwendung. Das Blatt enthält weiterhin u.a. Hinweise auf die internationale Konferenz über die Bildung von Halbleitergrenzflächen in Marseille (10.-14.06.85), auf die 7th Euroean Conference on Surface Science in Aixen-Provence (01.-04.04.85), einen Bericht über das 3rd International Symposium on Small Particles and Inorganic Clusters in Berlin und eine Kurzvorstellung des Centre de Cristallogenèse der Universität von Nantes.

Die Januar '85-Ausgabe gibt eine Übersicht über das wissenschaftliche Programm des Jahreskolloquiums der GFCC. Programmdetails für den dritten FICH-Workshop über "Kristallzüchtung und Magnetismus: Wissenschaft und Technologie magnetischer Materialien" vom 16. bis 18. April 1985 in Courmayeur sowie der vierte FICH-Workshop, der im Herbst in der Schweiz stattfinden soll, werden angekündigt.

Es folgt ein Bericht vom zweiten FICH-Workshop über "Materialien für die Optoelektronik" und ein Bericht von der Kurztagung über Kristallisation biologisch interessanter Moleküle, ein weiterer Bericht über die Kurztagung "Gemmologie und Kristallzüchtung heute und morgen", in deren Verlauf Herr Vahan Djevahirdjian mit der Goldmedaille 1984 der Société des Hautes Température et des Réfractaires ausgezeichnet wurde. Dem Hinweis auf das dritte Europäische Seminar über Molekularstrahlepitaxie in Aussois (18.-20.03.85) fügt sich ein Tagungskalender an. Am Ende des Blattes stehen Informationen über die Japanese Association of Grystal Growth und die DGKK.

#### AACG

Im November '84 - Newsletter der American Association for Crystal Growth führt sich der neue Präsident, Tony Gentile, in einem ausführlichen President's Corner bei den AACG-Mitglieder ein. Kurt Nassau beschreibt in der Reihe "Milestones in Crystal Growth" die Frühgeschichte des Lithiumniobats, gewürzt mit persönlichen Erinnerungen. In der Zeit zurück gehen auch H. Feigelson und D. Elwell in ihrer ausführlichen Rückschau auf die "International Conference on Crystal Growth: Growth and Perfection of Crystals" vom 27.-29. August 1958 in Cooperstown, New York. Diese Tagung darf nach dem Faraday Meeting on Crystal Growth im Jahre 1949 in England als die zweite internationale Kristallzüchtertagung angesehen werden. Nach einem Überblick über die Aktivitäten der regionalen AACG-Sektionen folgt ein Tagungskalender mit besonderen Hinweisen auf den AACG-Workshop on Purification of Materials for Crystal Growth and Glas Processing (14.-17.05.85 in Pajaro Dunes, CA) und die Conference of Crystal Growth on Proteins (14.-16.06.85 in Stanford, CA), eine Übersicht über neue Bücher und mehrere Stellenangebote.

Im März '85 - Newsletter befaßt sich Harold M. Manasevit in der Reihe "Milestones in Crystal Growth" mit den Anfängen der metallorganischen Gasphasenabscheidung, die er entscheidend mitbestimmt hat. Es folgt in der Reihe "Crystal Growth Around the World" ein Beitrag von W. Tolksdorf über Kristallzüchtung im Philips Forschungslaboratorium Hamburg. In den "News from Abroad" wird auf das neue Kristallverzeichnis der DGKK hingewiesen. Nach den Neuigkeiten aus den verschiedenen AACG-Sectionen wird der Leser per Tagungsbericht über den FICH-Workshop "Materials for Optoelectronics" in Aussois/Frankreich informiert und auf eine Reihe von AACG-unterstützte Tagungen hingewiesen. Dem Tagungskalender folgen Stellenangebote, eine Besprechung des Buches "Crystal Growth" von A.A. Chernov und die Vorstellung neuer Bücher. Auf das Programm der Gordon Research Conference on Crystal Growth (15.-19.07.85) in Plymouth, NH) wird aufmerksam gemacht. Es sei hiermit auch den DGKK-Mitgliedern zur Kenntnis gebracht:

#### GORDON RESEARCH CONFERENCE ON **CRYSTAL GROWTH**

July 15-19, 1985 Plymouth State College, Plymouth, NH Franz Rosenberger, Chairman Tony Gentile, Vice-Chairman



Site of the last Gordon Conference on Crystal Growth, which had a congenial atmosphere and excellent program

Monday, July 15

SURFACES: EQUILIBRIUM AND DIFFUSION

F. Rosenberger-Discussion Ldr., Univ. of Utah, Salt Lake City

Simulation of crystal-vapor interfaces

G.H. Gilmer-AT&T Bell Labs, Murray Hill Rounded equilibrium shapes and roughening

C. Jayaprakash-Ohio State University, Columbus

Surface diffusion

G. Ehrlich-University of Illinois, Urbana

### SURFACES: STRUCTURE AND KINETICS

K.A. Jackson-Discussion Ldr., AT&T Bell Labs., Murray Hill Surface structure of small particles and thin films on the atomic

L.D. Marks-Arizona State University, Tempe

Molecular beam investigations of vapor growth kinetics H.J. Meyer-Universität Bonn, FRG

#### Tuesday, July 16 MBE AND HETEROSTRUCTURES

B.A. Joyce-Discussion Ldr., Philips Res. Labs., Redhill, UK

TEM studies of AlGaAs/GaAs interfaces

T.-S. Kuan-IBM, Yorktown Heights

MBE growth of GaAs/AlGaAs heterojunctions and their morphology H.-D. Shih-Texas Instruments, Dallas

MBE of Ge and Si strained layer heterojunctions

J.C. Bean-AT&T Bell Labs, Murray Hill

#### **CRYSTAL-MELT INTERFACES**

W.A. Tiller-Discussion Ldr., Stanford University Structure and growth resistance of solid-melt interfaces B. Mutaftschiev—Lab. M. Letord, Nancy, France Solid-liquid interface layers J.H. Bilgram-ETH Zürich, Switzerland

Wednesday, July 17

INTERFACE DYNAMICS AND STABILITY

R.F. Sekerka-Discussion Ldr., Carnegie Mellon Univ., Pittsbg.

Melt-solid interface response

D.T.J. Hurle-RSRE, Great Malvern, UK

Finite amplitude morphological stability R.A. Brown-MIT, Cambridge

Morphological stability in solution growth W.R. Wilcox-Clarkson Univ., Potsdam

FLUID DYNAMICS MODELLING

W.E. Langlois-Discussion Ldr., IBM, San Jose

Czochralski fluid flow modelling and experiments K.M. Kim--IBM, Hopewell Junction

Bridgman modelling and comparison with experiments

R.A. Brown-MIT, Cambridge

Thursday, July 18 **GALLIUM ARSENIDE** 

R.K. Willardson-Discussion Ldr., Cryscon Technology, Phoenix Ways and means of improving the crystalline perfection of GaAs A.S. Jordan et al. - AT&T Bell Labs, Murray Hill Growth and behavior of low dislocation indium-alloyed GaAs H.V. Winston-Hughes Res. Labs., Malibu

Magnetic field CZ growth of GaAs and Si R.N. Thomas—Westinghouse, Pittsburgh

SILICON

O.J. Marsh-Discusison Ldr., Hughes Res. Labs, Malibu Effect of growth parameters on the properties of large diameter CZ

W. Lin and K.E. Benson-AT&T Bell Labs, Allentown

Dynamic nature of silicon during processing

G.A. Rozgonyi-North Carolina State Univ., Raleigh

Friday, July 19

MERCURY CADMIUM TELLURIDE, SYNTHESIS

A.L. Gentile—Discussion Ldr. Hughes Res. Labs., Malibu Defect chemistry of HgCdTe

J.-S. Chen-Rockwell, Thousand Oaks

Solid state recrystallisation and LPE of HgCdTe

H.F. Schaake-Texas Instruments, Dallas

Low temperature synthesis of high-temperature compounds

R.C. Pastor-Hughes Res. Labs, Malibu

#### JACG

17-20 july at Nagano

In den "informations" der GFCC gibt Prof. Kato (Hiroshima ( iversity) einen kurzen Überblick über die Aktivitäten der Japanese Association of Crystal Growth. In dieser Gesellschaft haben sich rund 500 Mitglieder organisiert. Einmal jährlich findet ein nationaler Kongreß statt, dem eine Satellitenveranstaltung über ein aktuelles Thema angeschlossen ist. Die JACG gibt ein Journal mit Übersichts- und Originalartikeln heraus. 1985 finden in Japan folgende Veranstaltungen mit "Kristallzüchtungscharakter" statt, die auch für Ausländer offen sind:

ARTIFICIAL CRYSTALS Prof. N. KATO, Faculty of Engineering Nagoya University Furo-cho, Chikusa 464 23-25 July at Fukuyama 17th NATIONAL CONGRESS OF CRYSTAL GROWTH Prof. M.OKADA, Faculty of Applied Biological Science Hiroshima University Midori-cho, Fukuyama 720

25-27 July at Tomonoura

INTERFACIAL PROBLEMS IN CRYSTAL GROWTH Prof. K.SATO, Faculty of Applied Biological Science

Hiroshima University

Midori-cho, Fukuyama 720

25-27 Aout at Mt.Zao

Oji Intern. Seminar on "MORPHOLOGY AND GROWTH UNIT OF CRYSTAL"

Prof. I.SUNAGAWA, Faculty of Science

Thoku University

Aoba, Sendai 980

25-27 Aout at Tokyo 17th CONFERENCE ON SOLID STATES DEVICES AND MATERIALS

Prof. K.TADA, Faculty of Engineering

University of Tokyo

Hongo, Tokyo 113

Those who will have the opportunity to attend the above meetings are kindly requested to communicate with the organizers as early as possible. Although these meetings will be held in Japanese which may be too exotic for foreigners, some of our participants will surely introduce them to get fruitful results by speaking either English or French !

Die Sektion Kristallwachstum der Schweizerischen Gesellschaft für Kristallographie wird sich im Laufe des Jahres in "Section of Crystal Growth and Materials Science" umbenennen. Dem Präsidium der Sektion gehören derzeit an:

Vorsitzender:

Dr. S. Veprek

Institut für Anorganische Chemie der ETH, Hönggerberg, CH-8093 Zürich

Sekretär:

Dr. Jörg Bilgram

Laboratorium für Festkörperphysik der ETH, Hönggerberg, CH-8093 Zürich

Schatzmeisterin:

Katia Djevahirdjian

Djeva S.A., CH-1870 Monthey

# PERSONELLES

# MAX VOLMER zum 100. Geburtstag

Vor hundert Jahren, am 03. Mai 1885 wurde Max Volmer in Hilden im Rheinland geboren. Geburtstage mit runden Jahreszahlen geben Anlaß für ehrende und erinnernde Rückschau. Zu Lebzeiten ist sie oft durch äußere und persönliche Einflüsse mitgeprägt. Bei der 100. Wiederkehr eines Geburtstages ist aber der Kreis derer, die mit diesem Tag und der Person noch eigenes Erinnern verbinden können, meist schon klein geworden. Es treten dann prägnante Eigenschaften und Leistungen des Menschen und Forschers in den Vordergrund, deren weiteres Fortwirken in der Wissenschaft klar erkennbar und deren zeitunabhängige Bedeutung unbestritten ist.

An einer Stelle wie dieser wäre es nicht ungewöhnlich, eine Würdigung Volmers im wesentlichen auf seine Bedeutung für das Arbeitsgebiet unserer Gesellschaft zu konzentrieren. Dies hieße aber eine ungerechtfertigte Einschränkung vorzunehmen, denn Volmers Arbeit hat, wie heute nur noch selten anzutreffen, ein so breites Spektrum, daß gerade erst die Verknüpfung auf den ersten Blick nur

wenig zusammenhängender Fragen deutlich macht, an wievielen Punkten physikalisch-chemischer Forschung von ihm neue Wege eröffnet und beschritten wurden.

Volmer hat 1905 - 1908 in Marburg Chemie studiert, ging dann mit seinem Lehrer Schaum nach Leipzig. Sein Arbeitsgebiet war die Photochemie. Dies kam auch im Thema der Dissertation über Photographische Umkehrerscheinungen zum Ausdruck. Dort am Ostwaldschen Institut hat er bei und mit Le Blanc über lichtelektrische Vorgänge in Gasen und Festkörpern wie HC1 und Antracen gearbeitet und sich 1913 auch auf diesem Gebiet habilitiert. Noch auf der 21. Hauptversammlung der Deutschen Bunsengesellschaft 1914 in Leipzig berichtet er über umfangreiche Untersuchungen zum Zusammenhang zwischen "photochemischer Empfindlichkeit und lichtelektrischer Leitfähigkeit". Durch den ersten Weltkrieg unterbrochen, setzt Volmer ab 1916 zusammen mit Stern im Nernstschen Institut in Berlin die photochemischen Untersuchungen mit einer Arbeit zur Abklingzeit der Fluoreszenz von Jod fort. Neben der wissenschaftlichen Tätigkeit entwickelt er in dieser Zeit auch einen Chlorgasdetektor auf der Basis der Beeinflussung der Halbleitereigenschaften von CuI, der als Warngerät bei Giftgaseinsatz verwendet werden konnte. Eine leistungsfähige Quecksilberdampfstrahlpumpe wird von ihm in dieser Zeit ebenfalls entwickelt.



1920 wird Volmer auf ein Extraordinariat für physikalische Chemie an die 1919 gegründete Hamburger Universität berufen. Bereits Anfang Februar 1921 berichtet er in der Zeitschrift für Physik über Vorzugsrichtungen beim Wachstum von Kadmiumkristallen aus einem gerichteten Dampfstrahl. Ende März wird gemeinsam mit R. Groß in einer zweiten Mitteilung zu diesem Phänomen zum ersten Mal die Vermutung geäußert, daß Unterschiede in der Größe des Kondensationskoeffizienten für verschiedene Kristallflächen hierfür verantwortlich seien.

Mit diesen Arbeiten und den gleichzeitig dazu mit seinem Schüler I. Estermann aufgenommenen Untersuchungen über den Verdampfungskoeffizienten von festem und flüssigem Quecksilber und zum Mechanismus der Molekülabscheidung an Kristallen hat Volmer nun das Arbeitsgebiet aufgenommen, dem er in seinem weiteren Leben hauptsächlich verbunden bleibt, das Kristallwachstum und die bei ablaufenden molekularen Einzelschritte.

Bereits in der Diskussion zu den Wachstumsversuchen an Quecksilberkristallen zieht Volmer den wichtigen Schluß im Hinblick auf die großen Unterschiede der Geschwindigkeiten in verschiedenen Wachstumsrichtungen in folgender Form: "Da ein Zwischendrängen in fertige Netzebenen, also ein Wachsen von innen heraus, aller sonstigen Erfahrung widerspricht, scheint uns die einzig mögliche Auffassung die zu sein, daß die Moleküle, welche auf die Basisfläche auftreffen und hier nicht eingelagert werden können, im Kraftfeld dieser Fläche bleiben und innerhalb der Äquipotentialfläche solange ihre unregelmäßige Wärmebewegung fortsetzen, bis sie entweder 1. wieder verdampfen, oder 2. am Rande angelagert werden, oder 3. durch Zusammentreffen mit anderen den Keim zu einer neuen Gitterebene bilden".

Mit diesem zwar nur qualitativ formulierten Ansätzen für den Mechanismus des Stoffübergangs Dampf – Kristall war damit der Grundstein für einen großen Teil der Arbeiten der nächsten 15 – 20 Jahre gelegt. Gleichzeitig bedeutet dies aber auch den Abschluß der Hamburger Zeit.

1922 nahm er den Ruf auf das Ordinariat für physikalische Chemie und Elektrochemie der Technischen Hochschule Berlin-Charlottenburg an. Das dortige Institut wurde in den folgenden Jahren zum Anziehungspunkt für eine große Zahl von Physiko-Chemikern, die sich dem immer mehr Aktualität erlangenden Gebiet des Phasenübergangs widmeten.

Von den oben zitierten Fragen des Kristallwachstums wurde zunächst die experimentelle Untersuchung des Transportvorgangs auf Festkörperoberflächen aufgenommen und mit für Volmer typischen einfachen Mitteln am Beispiel des Benzophenons auf Glas halbquantitativ gelöst und der Oberflächendiffusionskoeffizient bestimmt.

Neben Problemen des Stoffübergangs zwischen bereits vorhandenen Phasen wurde in Berlin auch der Komplex der noch weitgehend ungeklärten Vorgänge bei der Keimbildung und zwar der homogenen wie der heterogenen aufgegriffen.

Hierzu stellt er am Anfang seiner Arbeit mit A. Weber "Keimbildung in übersättigten Gebilden" fest, daß die Überlegungen zur Ermittlung der notwendigen Übersättigung für die Bildung neuer Phasen bereits auf Gibbs zurückgingen, aber unbeachtet geblieben waren. In einer Fußnote heißt es: "Uns wären die betreffenden Kapitel

in den 'Thermodynamischen Studien' von J.W. Gibbs, S. 296 ff. wohl auch entgangen, wenn wir nicht bereits vor der Lektüre ähnliche Überlegungen angestellt hätten."

Die Verknüpfung der Keimbildungsarbeit mit den statistischen Schwankungen im übersättigten System führt zur bekannten Volmerschen Gleichung für die Keimbildungshäufigkeit, deren präexponentiellen Faktor zu bestimmen dann zuerst Becker und Döring gelingt. Volmer selbst erkennt aber auch in diesem Zusammenhang die Bedeutung der notwendigen Übersättigung zur Bildung zweidimensionaler Keime auf abgeschlossenen Kristallflächen.

Mit den Arbeiten von Kossel und Stranski 1927 und 1928 werden die von Volmer auf thermodynamischem Wege hergeleiteten Beziehungen zum ersten Mal einer numerischen Berechnung für einfache ideale kristalline Systeme zugänglich. Damit ist der Weg für eine fruchtbare Zusammenarbeit und auch enge Freundschaft zwischen Volmer und Stranski geebnet, der 1930 ein Rockefeller-Stipendium nur unter der Bedingung annahm, während dieser Zeit bei Volmer arbeiten zu können.

Die Forschungsarbeiten Volmers der späten 20er Jahre und danach bringen noch eine Fülle von Arbeiten wie zur Überhitzbarkeit einzelner Kristallflächen über den Schmelzpunkt im Falle des Galliums, der Molekulargewichtsbestimmung in Gasen mit der Drehimpulswaage und zur Phasenneubildung in Mischsystemen. Für die Tröpfchenbildung wird bereits vor dem Krieg von Döring und Neumann eine weitgehende Lösung erarbeitet, vor etwa 30 Jahren das Problem von Lacmann für Mischkristalle wiederaufgegriffen.

Bereits in seiner ersten zusammenfassenden Übersicht "Zum Problem des Kristallwachstums" 1923 wies Volmer auch auf die Notwendigkeit systematischer Untersuchungen des Phasenübergangs in wäßrigen elektrochemischen Systemen hin. Ab 1926 hat er dann einen großen Teil seiner Arbeiten elektrokinetischen Fragen gewidmet. Resultat war zunächst die Theorie der Wasserstoffüberspannung mit konstantem Durchtrittsfaktor  $\alpha$ , der sog. Volmer-Reaktion. Es folgten weitere erste wichtige Schritte zur Klärung der Vorgänge bei der Elektrokristallisation.

In dem Gesamtgebäude der von Volmer entwickelten Vorstellungen widersetzte sich lediglich der zweidimensionale Keim einem direkten experimentellen Nachweis. Allerdings konnten Volmer und Schultze bereits 1931 für die Jodabscheidung aus der Dampfphase zeigen, daß die Kondensationsgeschwindigkeit bei geringer übersättigung um über drei Größenordnungen kleiner gefunden wurde als es einem Direkteinbau entsprechen würde. Doch auch diese Werte erwiesen sich als zu hoch, um mit dem Modell des ideal gebauten Kristalles und seiner notwendigen überschreitung bei der Bildung neuer Netzebenen in Einklang gebracht werden zu können.

Die Zusammenfassung seiner Vorstellungen, entsprechend dem Stand der späten 30er Jahre, hat Volmer in seiner "Kinetik der Phasenbildung" 1939 gegeben, die noch heute einen nicht zu übersehenden Meilenstein in der Beschreibung des heterogenen Stoffübergangs darstellt. Es bleibt darauf hinzuweisen, daß Volmer dort bereits auf den Weg hingewiesen hat, auf dem dann in den 50er Jahren die Bestimmung der kinetischen Größen aufgrund der uns seither geläufigen Vorstellung der Versetzungen gelang.

Volmers Lebensweg nahm mit dem Kriegsende eine wohl auch von ihm selbst nicht erwartete Wendung. Für fast zehn Jahre war er in der Sowjetunion zusammen mit anderen deutschen Forschern mit Fragen beschäftigt, die nur noch indirekt mit seinem eigentlichen Arbeitsgebiet verbunden waren. 1955 kehrte er nach Deutschland zurück und konnte auch seine alte Wirkungsstätte, das inzwischen nach ihm benannte Institut der Technischen Universität Berlin, besuchen, deren Ehrendoktor er wurde.

Er selbst blieb im anderen deutschen Staat und trug dort als Präsident der Deutschen Akademie der Wissenschaften zu Berlin von 1956 – 1958 viel dazu bei, wissenschaftliche und persönliche Bindungen zwischen Ost und West nicht abreißen zu lassen und neu zu knüpfen. Die Ereignisse des Jahres 1961 setzten dem weitgehend ein Ende. Max Volmer starb am 03.06.1965.

W. Gans

### **STELLENANGEBOTE**



University
of Strathclyde

Department of Pure and Applied Chemistry
Thomas Graham Building.
295 Cathedral Street. Glasgow G1 1XL. Tel: 041-552 4400

#### RESEARCH ASSISTANTSHIP IN 2-D X-RAY TECHNIQUES

Applications are invited for a research assistantship tenable for up to 3 years under the auspices of the ICI Joint Research Scheme. The project involves the application of surface sensitive X-ray techniques notably Total Reflection Bragg Diffraction (TRBD) and Reflectivity Extended X-ray Absorption Fine Structure (REFLEXAFS) to the understanding of the atructural nature of both solid/solid and solid/liquid interfaces. Previous experience of these techniques is not essential but candidates should have experience of applied crystallography or crystallographic structure determination together with some computing experience. The post is available from 1st April, 1985 and is open to either postgraduate applicants (scale 18 £6600 - £8920) or to postdoctoral applicants (scale 1A £7520 - 9860). The starting point is dependent on age and experience.

Applications including a detailed C.V. together with the names of two referees should be sent to Professor J N Sherwood, Department of Pure and Applied Chemistry, University of Strathclyde, 295 Cathedral Street, Glasgow Gl IXL, from whom further information can be obtained.

#### POSITION OPENING NOTIFICATION

Title: Postdoctoral

Branch/Division
Solid State Research Branch, Solar Electric Research
Division
Colden, Colorado, USA

Salary: Competitive and includes benefits
Education: Ph.D. Solid State Physics or Material Science
Function: Contribute to a research project in the area of point defect and impurity of facts on minority carrier lifetime in high-purity, float-sand, heavily doped (U.) - 0,5
cone: One year appointment. Work with small group under the direction of Dr. T.F. Cissek.

Experience Qualifications: Experience in defect and impurity characterization transport property measurements (lifetime, diffusion length, mobility, etc.), melt growth with particular emphasis on impurity and defect incorporation mechanisms. A knowledge of the physical of semiconductor devices such as solar cells would be useful.

Function:

Initiate and conduct a study on crystal growth from the melt of ternary compositions in the III-V system, using high pressure liquid encapsulation exactralski (LEC)

Scopes

One year appointment. Collaboration with Dr. T. F.

Cisz

Experience Qualifications: Experience in melt growth or high temperature solution growth, interpretation of phase diagrams, constitutional supercooling phenomena, and impurity segregation. A knowledge of material characterization techniques will be useful.

Send curriculum vitae and references to: SERI, 1617 Cole Boulevard, Colden, Colorado 80401, Attention K. Porter RP 212-063, Technical questions may be addressed to Dr. Clizck at the same address.

February 25, 1985

# EINE ÜBERSICHT ÜBER

# Reinststoffprobleme in der Festkörperforschung

#### 1. Einleitung

Reinststoffe bilden die Basis für hochwertige Materialien, wie sie in der Forschung und in der Spitzentechnologie benötigt werden. Obwohl dies eine wohlbekannte Weisheit ist, stellt sich immer wieder heraus, daß sie nur allzuschnell in Vergessenheit gerät. Deshalb sollte von Zeit zu Zeit an die damit verbundenen Probleme erinnert werden, um das Bewußtsein für Reinststoffe sowohl bei Lieferanten wie auch bei Benutzern erneut zu schärfen.

Diese Arbeit leistet einen Beitrag dazu, indem sie einige aktuelle Fragen erörtert:

- Gibt es neue Schwerpunkte bei der Diskussion um den Einfluß von Fremdatomen auf die Materialeigenschaften?
- Welche Reinheiten erreicht man heute?
- Wie beurteilen wir die zukünftige Entwicklung bei der Reinststoffversorgung?

Bei der Beantwortung dieser Fragen stützten wir uns auf eine langjährige Erfahrung bei der Herstellung und Charakterisierung von ein- und vielkristallinen Proben für die Physiker des Instituts für Festkörperforschung der KFA Jülich. Dabei kam uns der ständige Kontakt mit den Experimentatoren sowie die Durchführung eigener Forschungsarbeiten auf dem Gebiet der Materialwissenschaft und -präparation zugute.

#### 2. Rohstoffe und Reinststoffe

Um ein Material, z.B. eine Probe für Forschungszwecke, aus einzelnen Elementen zusammenzubauen, muß man die natürlichen Rohstoffe der Natur zunächst einmal in die Elemente zerlegen. Glücklicherweise sind aber die meisten davon in ziemlich reiner Form zu kaufen. Eine Liste wichtiger Lieferanten ist in Tabelle I zusammengestellt. In vielen Fällen sind sogar isotopenreine Elemente erhältlich. Deren allzu häufiger Einsatz wird jedoch stark durch den Preis

\*

Der Beitrag entstand aus den Notizen eines Vortrages, der auf dem Reinststoff-Symposium der Deutschen Gesellschaft für Kristallwachstum und Kristallzüchtung (19/20.01.1984, Goslar) gehalten wurde. A: Plansee (RS)

B: Hoboken (RS, EK)

D: Chemetall (RS), Demetron (RS), GFE (RS), Heraeus (RS), Korth (EK), Maschewsky (EK) Merck (RS), Preussag (RS, EK), Ringsdorff (RS), Starck (RS), VAW (RS), Wacker (RS, EK)

CH Alusuisse (RS)

DDR: Spurenmetalle (RS, EK)

F: LETI (EK), SLN (RS)

NL: Kawecki-Billiton (RS)

PL: Labimex (EK)

UK: Goodfellow (RS), Johnson Matthey (RS), Metal Crystals (EK), MCP (RS, EK), Rare Earths Products (RS)

USA: Ames (RS), ASARCO (RS), Cerac (RS), Cominco (RS), Eagle-Picher (RS, EK), Harshaw (EK), Meller (EK), MRC (RS), ORNL (RS), Teledyne Wah Chang (RS)

USSR: Technabexport (RS)

#### Tab. I:

Wichtige Lieferanten für Reinststoffe (RS) und Einkristalle (EK)

gedämpft, der um mehrere Größenordnungen über dem für die natürliche Isotopenmischung liegen kann.

Eine Probe, die nur aus definierten Elementen oder Nukliden besteht, ist ein Mythos. Stets sind schwer kontrollierbare Fremdatome vorhanden, die oft pauschal in Form einer prozentualen Reinheitsangabe des Grundstoffs (z.B. 99,99%) berücksichtigt werden. Die Art der Fremdatome, ihre Konzentration, ihre räumliche Verteilung und die Phase, in der sie vorliegen, haben oft einen entscheidenden Einfluß auf die Eigenschaften des Festkörpers. Besonders empfindlich reagieren darauf die elektronischen Transporteigenschaften, das mechanische Verhalten oder die chemische Reaktionsfähigkeit. Die Reinheitsforderung für ein bestimmtes Material muß also immer zusammen mit dessen Einsatzzweck betrachtet werden.

Bei geordneten Mehrstoffsystemen wird die Frage nach der ausreichenden Reinheit noch schwieriger. Oft überlagern sich die Einflüsse der Fremdatome und der Kristallgitterfehler, die durch Stöchiometrieabweichungen hervorgerufen werden. Beispiele hierfür sind die III-V-Halbleitermaterialien (z.B. GaAs) und die magnetischen Halbleiter aus Seltenen Erdchalkogeniden. Im EuS wird die Zweiwertigkeit der Europiumionen sowohl durch Sauerstoffverunreinigungsatome wie auch durch einen Schwefelüberschuß stabilisiert: der Halbleiter ist hochohmig. Ein niederohmiges Verhalten wird erreicht, wenn in Gegenwart von metallischen Verunreinigungsatomen oder bei einem Europiumüberschuß dreiwertige Europiumionen entstehen. Diese Ionen erniedrigen ebenfalls die magnetische Suszeptibilität des Chalkogenids /1/. Erst durch den Einsatz von ausreichend reinen Substanzen ist man in der Lage, das Herstellungsverfahren zu verbessern, um die gewünschte Zusammensetzung gezielter einstellen zu können. Im genannten Beispiel EuS reichen Konzentrationsverschiehungen von einigen 100 at ppm aus, um die elektrische Leitfähigkeit dramatisch zu ändern. Die Ausgangsstoffe Europium und Schwefel müssen

also weit weniger als 100 ppm Verunreinigungsatome beinhalten. Dies ist bei Europium, insbesondere wegen der hohen Reaktivität mit Sauerstoff, an der Grenze des Machbaren.

Bestimmte Reinheitsforderungen an die Rohstoffe sind nur sinnvoll, wenn man beachtet, daß jedes Glied in der Bearbeitungskette des Materials (Abb. 1) zum Abbau und Einbau von Verunreinigungen beitragen kann. Ein bedachtsamer Kri-

Scheiden

Reinigen

Umformen

# Transportieren

Lagern (Vakuum besser als Schutzgas)

Nachreinigen
(Destillieren, Zonenschmelzen, Ausgasen)

Legieren (meist in der Schmelze)

Kristallisieren (aus der Schmelze oder Gas)

Formen

Messen (Temperatur, Druck)

Charakterisieren auf jeder Stufe
(Ortsabhängige chemische und nukleare Zusammensetzung,
Struktur, Mikrostruktur, Defekte)

Abb. 1:

Wichtige Stationen beim Lauf einer Probe vom Rohstoff zum gut charakterisierten Material

stallzüchter wird deshalb die in den verschiedenen Verfahrensschritten möglichen Austauschreaktionen zwischen dem Material und seiner Umwelt (z.B. Gasatmosphäre, Ätzmittel, Tiegel, Verpackungsmaterial) sorgfältig thermodynamisch und kinetisch zu durchleuchten haben. Im Idealfall sollten die Überlegungen durch Kontrollanalysen abgesichert werden. Dies alles erfordert Zeit, Kenntnisse, Erfahrung und einen großen Gerätepark, wie er meist nur in Großforschungsanlagen existiert.

Erwähnenswert ist auch, daß die Zwischenprodukte oft viel reiner sein können als das Endprodukt des Zerlegungsprozesses. Mit Hilfe von Abbildung 2 soll dies am Beispiel der Reinstdarstellung von Cer beschrieben werden. Heute ist es ohne weiteres möglich, mit Hilfe von modernen Trennverfahren über Ionenaustausch oder Flüssig-Flüssig-Extraktion die Seltenen Erdoxide zu zerlegen und zu reinigen. Damit lassen sich, z.B. am Ames Laboratory, Ceroxide mit weniger als 10 at ppm Fremdatome erzielen /2/. Eine andere Möglichkeit der Reinigung, wie sie z.B. von

# Herstellung von reinem Cer

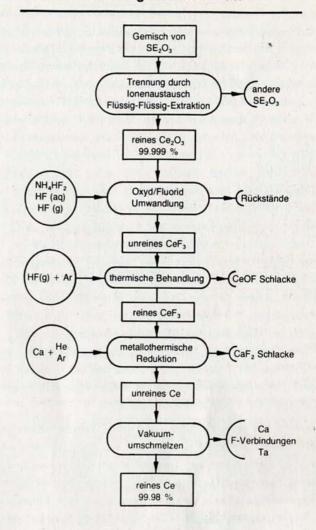


Abb. 2: Flußdiagramm der Reinstdarstellung von Cer

Rare Earth Products Ltd. angewendet wird, besteht in der selektiven Oxidation der Cerionen in den vierwertigen Zustand /3/. Am Ende des Prozesses liegt das Cer in einer Chloridlösung mit ähnlicher Reinheit vor. Die Schwierigkeit ist nun, diese sehr reinen Verbindungen oder Lösungen in elementares Cer umzuwandeln. Das Standardverfahren besteht in der Herstellung des Fluorids und in dessen metallothermischer Reduktion mit Kalzium. Dabei müssen die Reaktionen möglichst vollständig ablaufen und ein Einschleppen von Verunreinigungsatomen über die Reaktionsmittel, die Tiegel und die Gasatmosphären muß vermieden werden. Cer ist ein gutes Beispiel für solche Elemente, bei denen physikalische Nachreinigungsverfahren wie Zonenschmelzen nicht allzu wirkungsvoll sind, so daß es nahezu aussichtslos ist, ein unsauberes Arbeiten bei der Reinstdarstellung später noch aufzufangen.

Deshalb wird sehr reines Ceroxid kaum mit NH<sub>4</sub>HF<sub>2</sub> fluoriert. Obwohl es ein einfaches Verfahren ist, ist die Gefahr der Kontamination (insbesondere durch Eisen) zu groß, denn das Salz ist in nicht ausreichender Reinheit erhältlich. Das aufwendigste, aber auch beste Verfahren zur Umwandlung des Oxids ist die Fluorierung bei ungefähr 650°C in einem HF/Ar-Gasgemisch. Bei der Chloridlösung liegt es nahe, das

Fluorid mittels Flußsäure zu fällen. Das mit diesen Verfahren gewonnene Fluorid enthält noch große Mengen an Sauerstoff, hauptsächlich in Form von Oxidfluoriden, die aber durch eine thermische Behandlung weiter erniedrigt werden können. Am Ames Laboratory wird das Fluorid aufgeschmolzen, so daß die Schlacke sich an der Schmelzoberfläche abscheidet. Bei Rare Earth Products Ltd. wird seit neuestem - auf unser Betreiben hin - das sauerstoffhaltige Fluorid in einer HF-Atmosphäre geglüht. Kommerziell erhältliches. dreifach destilliertes Kalzium ist nich ausreichend rein. um das Fluorid in hochreines Cer zu überführen. Deshalb wird sowohl am Ames Laboratory wie auch - ebenfalls seit neuestem - bei Rare Earth Products Ltd. Kalzium nochmals werksintern umdestilliert. Die im reduzierten Material noch befindlichen Kalzium- und Fluoridrückstände sowie Tantal, das vom Tiegelmaterial herrührt, werden durch mehrmaliges Vakuumschmelzen und langsames Erstarren ausgeschieden. Das so gewonnene Cer enthält jeweils ca. 10 at ppm an anderen Seltenen Erden und an metallischen Verunreinigungen. Der Sauerstoffpegel ist jedoch noch recht hoch: er liegt zwischen 200 (Ames Laboratory) und 800 (Rare Earth Products Ltd) at ppm. Die Bedeutung der Nachbehandlung des Fluorids und des Kalziums wird dadurch verdeutlicht, daß ohne diese beiden Verfahrensschritte das Cer mehr als 1 at% Sauerstoff enthält.

Cer ist ein gutes Beispiel, um einige Eigentümlichkeiten des Reinststoffmarkts aufzuzeigen. Das Ames Laboratory hat bis vor zwei Jahren nur dann hochreines Cer verkauft, wenn keine Konkurrenzsituation mit hausinternen Forschungsvorhaben auftrat. Deshalb war es notwendig, weitere Bezugsquellen für ein Material ähnlicher Reinheit zu finden. Dabei erwies es sich, daß man durchaus eine kommerzielle Firma überzeugen konnte, das Reinigungsverfahren zu verbessern, ohne daß die Kosten allzu drastisch anstiegen. Jedoch mußte man sich als Kunde verpflichten, eine ganze Charge abzunehmen. In diesem Falle betrug sie ca. zwei Kilogramm und es war notwendig, eine Interessengemeinschaft zu bilden, was natürlich in einem großen Institut eher möglich ist.

#### 3. Fremdatome beeinflussen Eigenschaften

In den fünfziger und sechziger Jahren wurde vorwiegend der Einfluß von Fremdatomen untersucht, die homogen im Volumen des Materials verteilt waren. Seit Mitte der siebziger Jahre haben jedoch die erhöhten Ansprüche an die Materialien, neue Fragestellungen in der Festkörperforschung sowie verbesserte ortsauflösende Analysenmethoden zu einer Schwerpunktverlagerung geführt. Im Vordergrund stehen nun solche Spurenelemente, die teils aus thermodynamischen, teils aus kinetischen Gründen an Grenzflächen (z.B. "freie" Oberflächen, Korngrenzen, Phasengrenzflächen) erheblichen Konzentrationsverschiebungen unterliegen. Deshalb behandelt im folgenden nur ein Beispiel Volumenfremdatome, dagegen drei Beispiele Vorgänge an Grenzflächen.

#### 3.1 Supraleitung von Rhodium

Nur selten dominiert ein einzelnes Element bei den Verunreinigungsatomen eines "Reinststoffes". Eine spezifische Korrelation der Eigenschaften mit bestimmten Elementen ist nur möglich, wenn eine Serie binärer Legierungen hergestellt und die Eigenschaften als Funktion der Dotierungskonzentration gemessen werden können. Abbildung 3 zeigt dieses Verfahren am Beispiel von Rhodium. Aus der Extra-

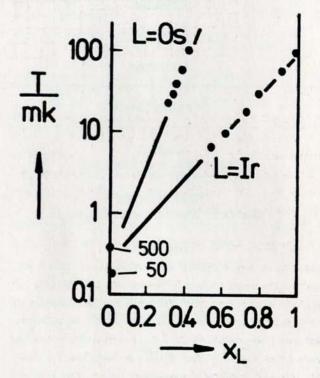


Abb. 3:

Obergangstemperaturen zur Supraleitung der Legierungen Rh-Ir und Rh-Os und von Reinstrhodium mit Restwiderstandsverhältnis 50 und 500

polation der Legierungsserie

$$^{\mathrm{Rh}_{1-x_{0s}}}\mathrm{os}^{\mathrm{os}}\mathrm{x_{0s}}^{\mathrm{und}}\mathrm{Rh}_{1-x_{\mathrm{Ir}}}^{\mathrm{Ir}}\mathrm{x_{\mathrm{Ir}}}$$

zu  $x_{0s} \rightarrow 0$  und  $x_{1r} \rightarrow 0$  ergibt sich eine Sprungtemperat von  $T_c \approx 300_l$ uK. Bei "Reinstrhodium" findet man zwar eine Sprungtemperatur  $T_c$  in diesem Temperaturbereich, aber immer noch eine Abhängigkeit des  $T_c$  vom Reinheitsgrad /4/. Aus der Reinheitsanalyse in Abbildung 4 (Ausgangsmaterialien: Rhodiumschwamm von Johnson Matthey Chemicals Ltd.) erkennt man keine eindeutige Korrelation mehr zwischen dem Restwiderstandsverhältnis RWV, der Sprungtemperatur  $T_c$  und der Konzentration spezifischer Spurenelemente. Hier müßte die Forschungsarbeit an verdünnten Legierungen fortgesetzt werden, wenn man wissen wollte, welche Dotierungselemente RWV und  $T_c$  prägen. Dabei gerät man unweigerlich in das Dikkicht der inhomogenen Verteilung von Spurenverunreinigungen.

Die in dieser Arbeit benutzten funkenmassenspektrometrischen Analysen wurden von Dr. H. Beske, ZCH, KFA Jülich, durchgeführt

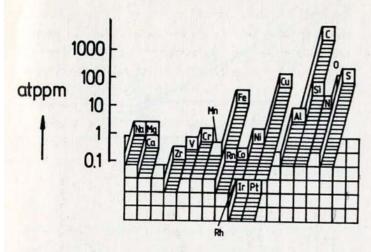


Abb. 4:

Balkendarstellung der Restverunreinigungen in Reinstrhodium mit einem Restwiderstandsverhältnis von 50, gemessen mittels Funkenmassenspektrometrie. Bei Rhodium mit Restwiderstandsverhältnis 500 wurden demgegenüber folgende Änderungen gefunden (x Multiplikator;/Divisor): N x 2, Si/2, Ca/2, Ti/10, x 3, Zr/40, Rn x 6, Ce/3, Ir/10

### 3.2 Phasengrenzflächen als "Müllhalden"

Die räumliche Verteilung der Fremdatome ist meist von entscheidender Bedeutung für die Eigenschaften von Festkörpern. Andere Spurenelemente, Korngrenzen, Versetzungen und Phasengrenzflächen können als Haftstellen für Fremdatome wirken und einen wesentlichen Teil des gesamten Fremdatominhalts eines Reinststoffes an sich binden. Das Gleichgewicht zwischen gelösten und segregierten Fremdatomen ist stark temperaturabhängig. Abbildung 5 zeigt solche Effekte am Beispiel von Sauerstoff in Vanadium /5/. Durch eine dy-

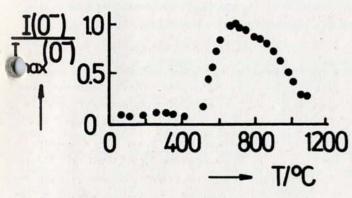


Abb. 5:

Dynamische SIMS-Messung von Sauerstoff auf Vanadiumoberflächen als Funktion der Temperatur

namische Sekundärionen-Massenspektrometrie (SIMS)-Messung der 0<sup>-</sup>-Ionen beim Zerstäuben von Vanadiumoberflächen mit Argonionen wurde die Oberflächenbelegung mit Sauerstoffatomen als Funktion der Temperatur bestimmt. Die ausgeprägte Temperaturabhängigkeit wird hervorgerufen durch das Temperaturverhalten der Sauerstoffbeweglichkeit und der Sauerstoffverteilung zwischen Volumen und Oberfläche.

Bei T  $\approx$  600°C besteht eine starke Tendenz des Sauerstoffs zur Segregation an der Oberfläche. Allerdings reicht die Beweglichkeit des Sauerstoffs erst bei T  $\approx$  500°C aus, die abgestäubte Oberfläche laufend neu zu belegen. Oberhalb von T  $\approx$  700°C überwiegt die Tendenz zum Obergang des ursprünglich segregierten Sauerstoffs ins Volumen. Abbildung 6 enthält das Ergebnis einer Reinheitsanalyse des verwendeten Probenmaterials (Hersteller: Materials Re-

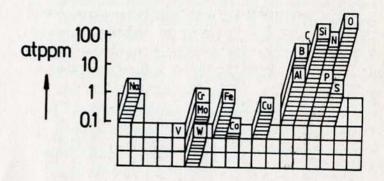


Abb. 6:

Balkendarstellung der Restverunreinigungen in Reinstvanadium, gemessen mittels Funkenmassenspektrometrie

search Corp.). Der Sauerstorfgehalt läßt sich nur mit Hilfe von Gettermaterialien (z.B. Titanaufdampfschichten) auf Werte unter 10 at ppm drücken. 10 at ppm gelöster Sauerstoff in einer  $10_f$ um dicken Vanadiumschicht reicht aus, um bei  $T \approx 400\,^{\circ}$ C eine atomare Monolage Oxid auf der Oberfläche zu erzeugen. Abbildung 7 zeigt als Beispiel für die Auswirkung der Sauerstoffsegregation auf die Dehydrierki-

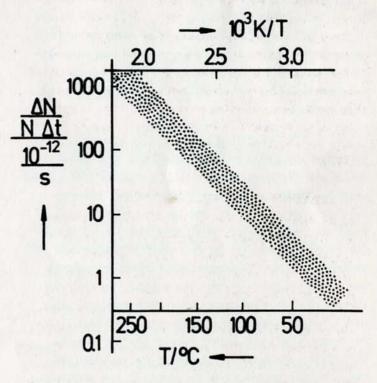


Abb. 7:

Ausgasungsrate eines Vanadiumtritids als Funktion der Temperatur, gemessen mit einem Proportionalzählrohr

netik von Vanadiumhydridproben die Ausgasrate eines mit Tritium zu VT<sub>0.5</sub> beladenen Vanadiumwürfels mit einer Kantenlänge von 1,4 mm als Funktion der Temperatur /6/. Die zur Ausgasung führende Reaktion 2 T (adsorbiert) → T, (Gas) ist durch eine dünne Oxidschicht stark gehemmt. Aus der Steigung der Meßkurve ergibt sich eine Aktivierungsenergie von rd. 0,5 eV. Bei Zimmertemperatur beträgt deshalb die Halbwertszeit für das Ausgasen 10<sup>4</sup> Jahre. Die äußerst geringe Ausgasungsrate kann nur mit Hilfe empfindlicher Nachweismethoden für das radioaktive Tritium gemessen werden. Oberhalb 500°C ist die Ausgasungsrate im Vakuum nur mehr diffusionsgehemmt und erfolgt mit einer Halbwertszeit im Bereich von 5 min. Ähnliche Probleme gibt es z.B. beim Verdunsten von Reinigungsmitteln. In Aceton Selectipur der Firma Merck sind z.B. 0,2 ppm Aluminium und 0,5 ppm Kalzium als Restverunreinigung enthalten. Verdunstet eine Flüssigkeitsschicht von 1 mm Höhe auf einer Probe, dann wird die Probenoberfläche mit einer Monoschicht CaO und Al<sub>2</sub>0<sub>3</sub> belegt.

#### 3.3 Inhomogene Erstarrung von Kristallzuchtschmelzen

$$T^S = T_m + S^S x_B$$
 and  $T^1 = T_m + S^1 x_B$ 

dargestellt werden. Die Steigungen S<sup>S</sup> und S<sup>1</sup> bestimmen den Verteilungskoeffizienten der B-Komponente zwischen Kristall und Schmelze an der Grenzfläche bei nicht zu schneller Kristallisationsrate (v < 1 cm/s):

$$k = x_B^S/x_B^1$$
 Grenzfläche =  $S^1/S^S$ .

Im Verlauf einer relativ kurzen Transiente nach Beginn der gerichteten Erstarrung einer Kristallzuchtschmelze mit Fremdatomkonzentration x in einem ortsabhängigen Temperaturfeld T(z) baut sich in der Schmelze ein Konzentrationsgradient der Fremdatome auf, um die Materialbilanzbedingung für die B-Komponente bei der Erstarrung zu befriedigen. Vernachlässigt man die atomare Unterkühlung der Grenzfläche, so verschieben sich dabei die Konoden, die die B-Verteilung zwischen Schmelze und Kristall beschreiben, von a nach c bei diffusem Materialtransport in der Schmelze. von a nach b bei zusätzlicher Konvektionseinwirkung. Dabei entsteht die Gefahr der konstitutionellen Unterkühlung, die zu einer Umbildung der ebenen Phasengrenzfläche zu Zell- oder Wabenform und damit zu mikroskopisch inhomogenem Einbau der Fremdatome in den Kristall führt. Der Umschlag von homogener zu inhomogener Verteilung der B-Komponente bei der Kristallisation kann vermieden werden, so-1 ange

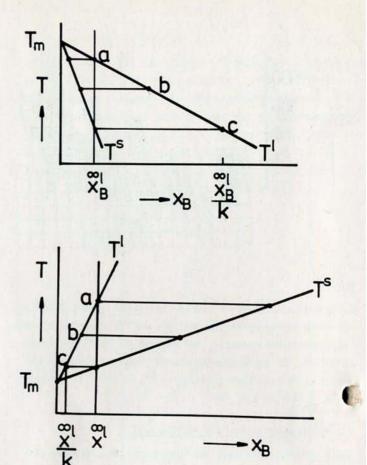


Abb. 8:

Phasendiagramm von verdünnten binären Legierungen  $(x_B \le 1)$ . Oben: Schmelzpunkterniedrigung durch die B-Komponente Unten: Schmelzpunkterhöhung durch die B-Komponente

$$\frac{1}{s^1} \frac{dt^1}{dx_B^1} \geqslant 1 \tag{*}$$

Der Parameter  $dT^1/dx_B^1$  ist gegeben durch die Ortsabhänggigkeit der Temperatur  $T^1(z)$  und der Fremdatomkonzentration  $x_B^1(z)$  auf der Schmelzenseite der Grenzfläche:

$$dT^{1}/dx_{B}^{1} = (dT^{1}/dz)/(dx_{B}^{1}/dz).$$

Im diffusionsgeprägten Fließgleichgewicht c erhält man:

$$\frac{1}{S^{\mathsf{T}}} \frac{d\mathsf{T}^{\mathsf{T}}}{d\mathsf{x}_{\mathsf{B}}^{\mathsf{T}}} = \frac{d\mathsf{T}^{\mathsf{T}}}{d\mathsf{z}} \frac{\mathsf{D}}{\mathsf{v}} \frac{\mathsf{k}}{S^{\mathsf{T}} (\mathsf{k} - 1) \overset{\infty}{\mathsf{x}_{\mathsf{B}}^{\mathsf{T}}}}$$

$$= \frac{d\mathsf{T}^{\mathsf{T}}}{d\mathsf{z}} \frac{\mathsf{D}}{\mathsf{v}} \frac{\mathsf{1}}{(S^{\mathsf{T}} - S^{\mathsf{S}}) \overset{\infty}{\mathsf{x}_{\mathsf{B}}^{\mathsf{T}}}}$$

$$= \frac{d\mathsf{T}^{\mathsf{T}}}{d\mathsf{z}} \frac{\mathsf{D}}{\mathsf{v}} \frac{\mathsf{1}}{\overset{\infty}{\mathsf{D}}}$$

$$= \frac{\mathsf{d}\mathsf{T}^{\mathsf{T}}}{\mathsf{d}\mathsf{z}} \frac{\mathsf{D}}{\mathsf{v}} \frac{\mathsf{1}}{\overset{\infty}{\mathsf{D}}}$$

D ist der Diffusionskoeffizient von B in der Schmelze, v die Kristallisationsgeschwindigkeit und  $\Delta^{\infty}$  das Temperaturerstarrungsintervall bei der Konzentration  $^{\infty}$ .

Abbildung 9 zeigt eine repräsentative Analyse von Reinstkupfer (Hersteller: Kabel- und Metallwerke). Die Verteilungskoeffizienten k der wichtigsten Fremdatome sind in Tabelle II aufgeführt /10/. Für Chrom in Kupfer ist k=0,11 was aus S<sup>1</sup> = -477 K und S<sup>S</sup> = -4300 K folgt. Für D $\approx$ 10<sup>-4</sup> cm<sup>2</sup>/s,  $v\approx$ 10<sup>-3</sup> cm/s,  $dT^1/dz\approx$ 10K/cm gilt  $dT^1/dx_B^1$ 15 $d\approx$ 2.6  $dT^1/dx_B^2$ 10 Bei einer Verunreinigungskonzentration  $dx_{rr}\approx$ 10<sup>-6</sup> liegt

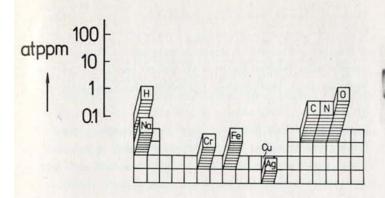


Abb. 9:

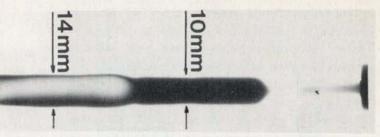
Balkendarstellung der Restverunreinigungen in Reinstkupfer, gemessen mittels Funkenmassenspektrometrie

Fremdatom	Verteilungskoeffizient k	
Н	0.3 0.6	
C	0.1	
N	1	
0	0.01	
Na	1	
Cr	0.3 0.4	
Fe	1.4	
Ag	0.3	

Tab. II:

Verteilungskoeffizienten von Fremdatomen in Kupfer

man noch im sicheren Bereich gegenüber der Zellbildung. Kristallzucht durch gerichtete Erstarrung von Einkomponentenmaterialien mit  $v < 10^{-3}$  cm/s erfordert also Reinststoffe it weniger als 100 at ppm Verunreinigungsatomen. Legierungskristalle können nur mit stark verminderter Geschwindigkeit gezüchtet werden, typischerweise mit v ≈ 10<sup>-4</sup> cm/s. Beim technischen Strangguß von Kupfer wird mit Kristallisationsgeschwindigkeiten von v ≈ 1 cm/s gearbeitet. Hierdurch ist die Stabilitätsgrenze weit überschritten, und dies umso mehr, da der Verunreinigungspegel zwischen 10 und 100 at ppm liegt. Beim Arbeiten unter Wasserstoffschutzgas kann außerdem unter diesen Bedingungen der Stau des gelösten Wasserstoffs in der Schmelze ausreichen, um durch heterogene Keimbildung Bläschen zu erzeugen. Abbildung 10 zeigt ein solches Beispiel der Blasenbildung bei der Züchtung von Kupferkristallen nach dem Czochralskiverfahren unter 1 bar Wasserstoffgas /11/. Bei genügend hoher Kristallisationsgeschwindigkeit (v10cm/s) stabilisieren sich allerdings ebene Wachstumsflächen wieder. Dieser Effekt tritt vor allem bei den Schnellerstarrungsprozessen nach pulsartigem Laser- oder Elektronenstrahlschmelzen auf.

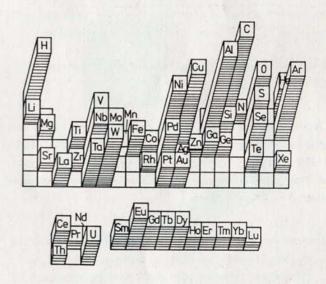


# Abb. 10:

Querschnitt durch einen Kupferkristall mit großem Hohlraum infolge Wasserstoffblasenbildung beim überschnellen Ziehen aus der Schmelze nach dem Czochralski-Verfahren. Wasserstoffgasdruck 1 bar;  $\overset{\infty 1}{x_H} \approx 100$  ppm, k  $\approx 0.5$ , v =  $80_{\mu}$  /um/s im Blasenbereich, v =  $17_{\mu}$  /um/s im Bereich ohne Blase

# 4. Forschungsmaterialien

Bei der Probenpräparation versuchen wir, nur Rohstoffe aus chemisch (und ggf. isotopisch) möglichst reinen Komponenten zu verwenden. Diese Reinheitsforderung erstreckt sich auch auf die Hilfsstoffe, die in großem Umfang als Chemikalien, Schutz- und Reaktionsgase sowie Tiegel verwendet werden. Abbildung 11 zeigt eine Übersicht der hauptsächlich für die Probenherstellung im Institut für Festkörperforschung der KFA Jülich verwendeten chemischen Elemente, Abbildung 12 die dazugehörigen typischen Reinheitsgrade.



#### Abb. 11:

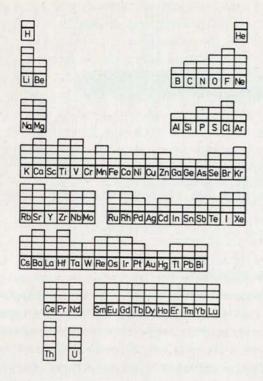
Balkendarstellung des Reinststoffmengenumsatzes im Institut für Festkörperforschung der KFA Jülich (lineare Skala)

# Bemerkungen:

a)

Die Probenherstellung konzentriert sich auf Ein-, Zweiund Dreistoffsysteme, bei denen üblicherweise eine Komponente zu den Übergangsmetallen, den Lanthaniden oder Aktiniden gehört, die wegen der unaufgefüllten inneren Elektronenschalen den Festkörpern besonders interessante Eigenschaften geben. Fast alle im folgenden aufgeführten Substanzen werden ebenfalls als Einkristalle hergestellt.

 $\frac{b)}{\text{Verdünnte substitutionelle Legierungen mit Nickel, Kupfer}} \\$  und Aluminium als Wirtsmetalle werden häufig untersucht,} \\



#### Abb. 12:

Balkendiagramm der Reinheit der im Institut für Festkörperforschung der KFA Jülich für die Probenpräparation eingesetzten Elementrohstoffe. Die Zahl der Kästchen über den Elementsymbolen stellen eine logarithmische Skala dar und entsprechen 1, 10, 100 und 1000 at ppm an Fremdatomen

um die Eigenschaften einzelner Fremdatome in definierter Umgebung zu bestimmen.

<u>c)</u> In zunehmendem Maß werden Proben aus intermetallischen Verbindungen präpariert, z.B. Cu<sub>3</sub>Au, TiFe, LaNi<sub>5</sub>, CePd<sub>3</sub>, LaAl<sub>2</sub>, bei denen Ordnungs-Unordnungs-Phasenübergänge, elektronische Eigenschaften oder Wasserstoffeinlagerungen untersucht werden.

 $\underline{d)}$  Konkurrenz von Supraleitung und magnetischer Ordnung tritt z.B. in TbMo $_6S_8$ , DyMo $_6S_8$ , GdMo $_6S_8$ , HoMo $_6S_8$  oder SmRh $_4B_4$  auf, die aus der Schmelze oder durch Gasphasentransport bei hohen Temperaturen in Tiegeln aus Molybdän oder Wolfram präpariert werden.

e) Die Seltenen Erdchalkogenide sind magnetische Halbleiter, bei denen die magnetische Wechselwirkung einen besonders übersichtlichen Charakter hat: EuO, EuS, EuSe, EuTe. Spinglasverhalten wird bei Eu $_{1-x}\mathrm{Sr}_x\mathrm{S}$ , ein Halbleiter-Metall-Übergang bei  $\mathrm{TmS}_{1-x}\mathrm{Se}_x$ ,  $\mathrm{TmSe}_{1-x}\mathrm{Te}_x$  beobachtet. Sie werden bei hoher Temperatur aus der Schmelze in Wolframtiegeln synthetisiert.

<u>f)</u>
Einlagerungslegierungen von Wasserstoff, z.T. auch von Helium, Kohlenstoff, Sauerstoff und Stickstoff, in Übergangsmetalle werden intensiv erforscht: thermodynamische, elektronische und elastische Eigenschaften, Ordnungs-Unordnungs-Phasenübergänge, Phasendiagramme, Wasserstoffdynamik, Dif-

fusion, Isotopeneffekte, Bläschenbildung. Ternäre Systeme haben hier besondere Bedeutung als Werkstoffe für die chemische und nukleare Wasserstoffenergietechnik. Die hochschmelzenden Übergangsmetalle werden vor der Wasserstoffeinlagerung durch Entgasung im Ultrahochvakuum nachgereinigt.

Germanium wird als Modellsubstanz zur Untersuchung des Czochralski-Kristallzuchtverfahrens verwendet. Die Reaktionen von flüssigem Silizium mit Graphit werden erforscht im Hinblick auf die Werkstoffprobleme der Photovoltaik.

<u>h)</u>
"Plastische" Molekülkristalle, z.B.  $CD_4$ , werden meist direkt in der Meßapparatur gezüchtet. Succinonitril  $C(CN)_2C_2H_4$  wird durch Vakuumdestillation bis auf einen Restverunreinigungsgehalt von rd. 1 ppm gereinigt.

i)
Als heiße Tiegel für die Kristallisation von Proben aus der Schmelze oder der Gasphase werden vor allem Graphit, Aluminiumoxid, Bornitrid, Quarz, Wolfram, Molybdän und Eisen eingesetzt.

j)
Als Schutzgas dient vorwiegend Argon, dessen Sauerstoffund Wasserdampfgehalt mittels Kupfer- und Zeolith-Gettern
auf Werte im Bereich von 1 ppm eingestellt wird. Reinstwasserstoff mit einem Fremdatomgehalt unter 0,1 ppm wird
durch Zersetzung von Metallhydriden hergestellt. In Sonderfällen werden auch Helium und Xenon als Schutzgase verwendet.

k)
Eine Vielfalt von Chemikalien dient der Reinigung der Rohstoffe, Substrate und Tiegel. Dabei können Oberflächenkontaminationen nur selten vermieden werden, z.B. beim Verdunsten von Äthanol. Saubere Oberflächen erreicht man durch Zerstäubung bei Ionenbeschuß im Ultrahochvakuum.

1)
Die meisten Proben werden als möglichst perfekte Einkristalle gewünscht, mit den verschiedensten Formen von dünnen Schichten bis Zylindern mit 65 mm Durchmesser. Die Wünsche nach Kristallen mit definierter Defektstruktur, heterogenen Sandwichsschichten und glasartigen Strukturen nehmen zu. Teilweise stellt die Herstellung einer definierten Kristallmosaikblockstruktur ein großes Problem dar. Besonders schwierig ist die Charakterisierung beim Auftreten von Seigerungen, Mikroausscheidungen und beim Übergang von mikrokristallinen zu glasartigen Strukturen. Hierbei entstehen die höchsten Anforderungen an die Charakterisierungstechnik, wobei ortsauflösende Analytik mit Licht, Elektronen oder Ionen besonders stark gewünscht wird.

# 5. Der Markt für Reinststoffe

Eine wichtige Aufgabe eines Materiallabors ist die zentrale Beschaffung von Roh- und Hilfsstoffen, da dies eine ständige Marktbeobachtung und -beurteilung verlangt /7/. Die auf dem Markt erhältlichen Elemente besitzen meist eine ausreichende Ausgangsreinheit für die Belange des Instituts für Festkörperforschung. Deshalb konnten sich die Arbeiten auf die direkte Probenpräparation konzentrieren. Eine Ausnahme bildeten von Anfang an die hochschmelzenden Elemente Vanadium, Niob und Tantal. Um den Gehalt der interstitiellen Fremdatome zu erniedrigen, wurden diese Metalle bei Temperaturen knapp unterhalb des Schmelzpunkts in einem ultrahohen Vakuum entgast /8/. Neuerdings erwies es sich auch als notwendig, die Erdalkalielemente Magnesium und Strontium sowie Succinonitril ebenfalls unter guten Vakuumbedingungen nachzudestillieren. Die Destillationskolonnen sind so ausgelegt, daß sie in der Reinstargonatmosphäre eines Handschuhkastens beschickt und geleert werden können.

Zur Beleuchtung des Marktpotentials für Reinstelemente sollen zunächst folgende zwei Fragen behandelt werden:

#### 1) Was ist erhältlich?

Aus Abbildung 12 geht hervor, bis zu welchen Grenzen die Verunreinigungen aus dem Volumen der Elemente heute entfernt werden können. Für die Beurteilung des Verunreinigungspegels reicht eine Größenordnungsskala, denn es ist nicht das Ziel der Aufstellung für jedes einzelne Element, den Weltrekord darzustellen. Zugrunde gelegt wurden Qualitätssorten, die in brauchbaren Mengen hergestellt werden und ohne allzu großen Aufwand zu erwerben sind. Wegen der Unzulänglichkeiten der Spurenanalytik und wegen Schwankungen der momentanen Verfügbarkeit können die Reinheitsniveaus sich durchaus um eine halbe Größenordnung hin und her bewegen. Auffällig ist, daß die Reinigung der p-Elemente am weitesten fortgeschritten ist. Dies kann einerseits auf den eher niedrigen Schmelzpunkt dieser Elemente zurückzuführen sein, andererseits herrscht aber auch eine starke Nachfrage seitens der Elektronikindustrie nach diesen Substanzen in hochreiner elementarer Form. Bei den Übergangselementen, den Alkalimetallen und den Seltenen Erden verschlechtert sich die Situation drastisch. Es soll jedoch nochmals betont werden, daß hier eine Vielzahl von anorganischen Verbindungen wie Oxide und Halogenide in hoher Reinheit präpariert werden. Um den Verunreinigungspegel der Elemente weiter zu drücken, sollte man also nicht nur die Nachreinigungsverfahren wie Elektrolyse, Destillation, Vakuumumschmelzen verbessern, sondern - wie schon erwähnt - im verstärkten Maße auch die Konversionsschritte Verbindung/Element (s. Abb. 2).

#### 2) Wer liefert?

Die wichtigsten Lieferanten (s. Tab. I) gehören sicherlich dem industriellen Sektor an. Heute sind dies hauptsächlich große Unternehmen, deren Geschäft sich häufig auf ein Element - wie z.B. Blei, Aluminium, Kupfer, Nickel, Silizium - konzentriert und wobei diese auch in Reinstqualitäten dargestellt werden. Oft besitzen diese Unternehmen auch Sonderabteilungen oder Tochtergesellschaften, die sich in kleinerem Maßstab auf eine bestimmte Elementengruppe spezialisiert haben, sei es weil diese Elemente als Nebenprodukte anfallen oder weil bestimmte Raffinationsverfahren vorhanden oder erworben wurden. Beispielsweise zählen zur ersten Kategorie die niedrig-

schmelzenden p-Elemente oder die Edelmetalle, zur zweiten die hochschmelzenden Übergangsmetalle oder die Seltenen Erden. Was die kleineren Unternehmen betrifft, die in den sechziger und siebziger Jahren gegründet wurden, um Forschungsmaterialien herzustellen, hat es eine drastische Flurbereinigung gegeben. Dies führt zu einer Verringerung der Flexibilität und Vielseitigkeit des Reinststoffangebots. Exotische Elemente werden in manchen Fällen in Forschungszentren oder in Universitäten extrem sauber hergestellt. Sie werden jedoch meist für interne Forschungsvorhaben im Rahmen einer Diplom- oder Promotionsarbeit benötigt und stehen deshalb nur in geringem Maß und kurze Zeit für den allgemeinen Gebrauch zur Verfügung.

Abbildung 13 zeigt als Beispiel das Ergebnis einer aktuellen Marktuntersuchung über Bezugsmöglichkeiten von Reinstkupfer. Als Reinheitsindikator wurde das Restwiderstandsverhältnis RWV benutzt /9/. Um vergleichbare Referenzbedingungen zu schaffen, wurden in einer Hochvakuumanlage die erworbenen Musterproben in Reinstgraphittiegeln aufgeschmolzen und gerichtet erstarrt. Im Preis – Reinheit – Diagramm sind deutlich drei Bereiche zu erkennen. Der untere schmale Bereich T-K wird ausschließlich bestimmt durch hochreine Kupferkathoden, die von verschiedenen Hüt-

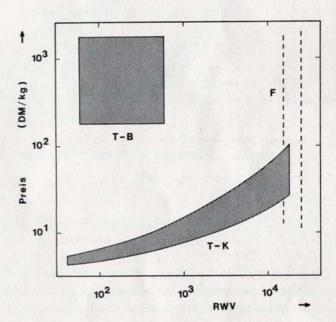


Abb. 13:

Restwiderstandsverhältnis/Preis-Diagramm für industriell hergestellte Kupferkathoden (T-K) und -barren (T-B) sowie für im Forschungslabor hergestelltes hochreines Kupfer (F)

ten mit unterschiedlicher Reinheit angeboten werden. Die Kathodengewichte liegen zwischen 5 und 300 kg. Der Preis wird hauptsächlich durch Elektrolysenkosten bestimmt. Da jedoch viele Verbraucher mit solchen Kathoden wenig anfangen können, bieten deshalb mehrere Firmen umgeschmolzene und portionierte Barren mit einem typischen Gewicht zwischen 0,2 und 1 kg an. Die Anbieter sind sowohl Kupferhütten wie auch Unternehmen, die auf dem Reinststoffsektor tätig sind und zur Abrundung ihrer Palette auch Kupfer führen. Diese Kupfersorten bilden den oberen Bereich T-B in Abbildung 13. Zwar sind die Weiterveredelung und

der Kleinmengenvertrieb mit Zusatzkosten verbunden, aber die große Preisspanne ist doch erstaunlich. Das Diagramm zeigt weiter, daß diese Firmen bei der Wahl der Ausgangskathoden nicht allzu sorgfältig sind. Der dritte Bereich Fin Abbildung 13 zeigt, wie weit heute im Labormaßstab die Reinigung von Kupfer getrieben werden kann. Preisangaben sind hier wenig sinnvoll. Es wird jedoch deutlich, daß im Vergleich zu großtechnisch hergestelltem Material nur geringfügige Verbesserungen erzielt werden.

Diese Situation finden wir bei einer ganzen Reihe von Elementen. Es ist deshalb lehrreich, die Reinheitsentwicklung eines solchen Elements – z.B. Kupfer oder Nickel – während der letzten vierzig Jahre zu verfolgen. Wie aus Abbildung 14 zu ersehen ist, gab es schon sehr früh neben den in den Hütten produzierten Qualitäten kleinere, im Labormaßstab hergestellte Mengen an reinerem Material für Forschungs- und Analysenzwecke. Die Reinheit dieser Materialien wurde

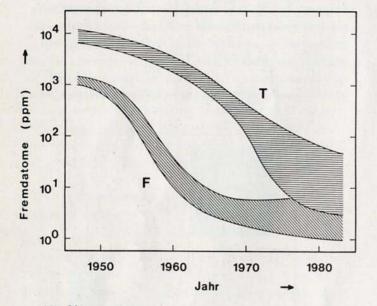


Abb. 14:
Reinheitsentwicklung von Nickel für den großtechnischen Einsatz (T) und für Forschungs- und Analysenzwecke (F)

insbesondere in den fünfziger und sechziger Jahren stark verbessert. Ein Grund war das Aufkommen neuer bzw. verbesserter Präparations- und Charakterisierungstechniken, z.B. das Zonenschmelzen und die nukleare Analytik. Seitdem gibt es leider nur geringe Fortschritte. Im Gegenteil, man kann sogar gelegentlich eine Qualitätsverschlechterung beobachten. Sie tritt z.B. auf, wenn der Techniker, der schon bei der Entwicklung der Reinigungsprozedur mitgeholfen hat, in Pension geht und der Nachfolger noch nicht das richtige Gefühl für Reinststoffe entwickelt hat. Auf der großtechnischen Seite wurden die Herstellungsverfahren ebenfalls kontinuierlich verbessert, und oft haben neue Anwendungsgebiete zu drastischen Reinheitserhöhungen geführt. Bei Nickel war dies in den siebziger Jahren der verstärkte Einsatz von Superlegierungen. Sie haben z.B. eine starke Herabsetzung der Versprödungselemente wie Blei und Wismuth erzwungen. Deshalb gibt es heute bei Grundstoffen eine Überlappung zwischen Qualitätssorten, die für die Forschung und für technologische Anwendungen vorgesehen sind. Dies geht deutlich aus einer massenspektrometrischen Untersuchung hervor (Tab. III). Man sieht, daß die in Tonnenmengen hergestellten Nickelkathoden (Hersteller: Le Nickel-SLN) durch weg die Reinheit von hochreinem Nickelschwamm (Hersteller: Johnson Matthey Chemicals Ltd.) besitzen, der in Chargen zwischen 5 und 10 kg hergestellt wird. Die hohen Sauerstoffund Chloranteile sind durch die Herstellung von gepreßten Stiften für die Analyse in einem chlorhaltigen Polyäthylenwerkzeug bedingt. Die unterschiedlichen Produktionsverfah-

	Elektrolyt- Nickel (Kathode)	H <sub>2</sub> -reduzierte Nickelverbindung (Schwamm)
c	< 30	< 10
N	< 2	18 ± 2
0	83 ± 19	~ 1 %
CI	<1	160 ± 70
Na	31 ± 10	20 ± 2
Al	< 1	2.3 ± 0.2
Si	1.0 ± 0.1	$6.4 \pm 3.7$
Ti	<1	$2.3 \pm 0.8$
Fe	1.4 ± 0.4	1.7 ± 0.2
Co	< 0.8	< 1
Preis	~ DM 20,-	~ DM 600,-
Mindestab- nahmemenge	> 50 kg	> 50 g

#### Tab. III:

Spurenelemente in zwei Reinstnickelsorten, gemessen mittels Funkenmassenspektrometrie (Elementangabe in at ppm, Nachweisgrenze: 1 at ppm)

ren spiegeln sich im Preise wieder. Für die meisten Forscher ist allerdings der Kauf von Kathodennickel ungünstig, denn die Mindestabnahme ist viel zu hoch. Außerdem muß eine gute Charge ausgewählt werden, wenn Spitzenreinheiten gewünscht sind.

#### 6. Trends

Die Reinststoffbasis für die Präparation von Forschungsproben wird weiterhin durch die Rohstoffindustrie bereitgestellt. Dazu kommt ein breiter Fächer von weiteren Produzenten, die aber nur teilweise langfristig und mit stetiger Qualität arbeiten. Für ein Kristallabor besteht die lebenswichtige Sisiphusarbeit darin, eine laufende Übersicht über die Rohstoffquellen zu behalten und durch mühsame Diskussionen für die Aufrechterhaltung und Steigerung der Reinheiten zu sorgen.

Bei der Weiterverarbeitung der Rohstoffe zu Forschungsproben werden bei uns vielfältige Charakterisierungen vorgenommen, die auch den Rohstofflieferanten eine Überprüfung ihrer Materialqualität ermöglichen. Auch bei der Kristallzüchtung durch gerichtete Erstarrung machen sich oft unidentifizierte Restverunreinigungen in dominierender Weise bemerkbar. Schließlich stellen die Experimente an den fertigen Proben in gewissem Sinn auch spezielle Charakterisie-

rungen dar, die neue Informationen über die Qualität der verwendeten Rohstoffe liefern können.

Die Festkörperforschung hat einen nicht unbeträchtlichen Stellenwert als Kunde auf dem Reinststoffmarkt. Wegen ihrer hohen Anforderungen an die Reinheit, der Breite des Materialspektrums und der Qualität ihrer Untersuchungsmethoden ist sie ein permanentes Stimulans zur Steigerung der Rohstoffqualität, was sich dann auch in einer Verbesserung der Qualität und einer Erweiterung der Palette der Werkstoffe wiederspiegeln sollte.

#### Literatur:

- / 1/ U. Köbler and K.J. Fischer Effective Magnetic Moments of the Europium-Monochal cogenides Z. Physik B 20, 391 (1975)
- / 2/ K.A. Gschneidner, Jr. Preparation and Purification of Rare Earth Metals and Effect of Impurities on their Properties, in: Science and Technology of Rare Earth Materials, EDs. E.C. Subbarao and W.E. Wallace (Academic Press, London, 1980)
- ( 3/ D.W.A. Murphy: persönliche Mitteilung, 1984
- / 4/ Ch. Buchal and J.-M. Welter Rhodium Sets New Standards Platinum Met. Rev. 27, 170 (1983)
- / 5/ J.-M. Welter and H.-N. Wachendorf Surface Segragation of Oxygen in Vanadium, Appl. Surface Sci. 14, 173 (1982-83)
- / 6/ R. Lässer, K.-H. Klatt, P. Mecking, H. Wenzl Tritium in Metallen (Report Jül-1800, KFA Jülich 1982)
- / 7/ J.-M. Welter Der Kauf von Forschungsmaterialien METALL 28, 731 (1974)
- / 8/ H. Wenzl and J.-M. Welter Properties and Preparation of NbH Interstitial Alloys. in: Current Topics in Materials Science, Vol. 1, Ed. E. Kaldis (North Holland, Amsterdam, 1978)
- J.-M. Welter, D. Lenz, Ch. Becker and H. Beske wird veröffentlicht
- K. Hein und E. Buhrig /10/ Kristallisation aus Schmelzen (VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, 1983)
- W. Uelhoff und H. Wenzl wird veröffentlicht

(Der Artikel erscheint in: METALL 39 (1985), Februarausgabe)

J.M. Welter und H. Wenzl, KFA Jülich

aus dem AACG-Newsletter:

#### POSITIONS AVAILABLE

GALLIUM ARSENIDE MATERIALS POSITIONS Texas Instruments Incorporated, Central Research Laboratories in Dallas, TX has positions available in the following areas:

- LEC MODELING AND CRYSTAL GROWTH

MOLECULAR BEAM EPITAXY
ORGANOMETALLIC VAPOR PHASE EPITAXY

**ELECTRICAL CHARACTERIZATION** These positions require a Ph.D. in Materials Science, Electrical Engineering, Physics or Chemistry with experience related to one of the above areas. Resumes should be sent to: III-V Recruiting Coordinator, Texas Instruments M/S 147, P.O. Box 225936, Dallas, Texas 75265.

# SCHMUNZELECKE

Sprüche wider den tierischen Ernst:

+++++++++++++++++++++

Nieder mit der Schwerkraft! Es lebe der Leichtsinn!

Schwerter zu Zapfhähnen!

Lieber in der dunkelsten Kneipe als am hellsten Arbeitsplatz.

Wer morgens zerknittert aufsteht, hat tagsüber die besten Entfaltungsmöglichkeiten.

Manche verdanken ihr gutes Gewissen ihrem schlechten Gedächtnis.

Frauen, seid lieber schön als klug -Männer können besser gucken als denken!

Auch Sommersprossen sind Gesichtspunkte.

+++++++++++++++++++++

Joggt - und ihr sterbt gesünder!

# KRISTALLFORSCHUNG IN D

# Elektrochemie Ibbenbüren (ECI)

Züchtung von &- Al203 (Saphir)-Kristallen mittels einer vollautomatischen, modifizierten Verneuil-Kristallziehanlage bei der ECI

Ab 1979 wurde bei der ECI mit der Züchtung von Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Einkristallen für die Optik- und Elektronikindustrie begonnen. Die bei der ECI damals vorhandenen herkömmlichen Verneuilanlagen zeigt Bild 1. Diese Anlagen bestanden aus Gruppen zu zehn bzw. achtzehn "Öfen" und verfügten über eine elektronische Gasdosierungssteuerung. Alle sonstigen Steuerungseingriffe mußten von einem Arbeiter unternommen werden. Die Form der hergestellten Kristalle hing ganz von dem Einfühlungsvermögen des bedienenden Personals ab. Die Kristalle wiesen die typische Birnenform auf und hatten eine Masse von ca. 50 Gramm. Der Durchmesser war auf maximal 20 mm beschränkt. Um eine größere chemische Reinheit zu erzielen, wurden die Anlagen mit Aluminiumoxidkeramiken und Edelstahlbrennern ausgestattet. Die Qualität der Keimlinge, die als Startobjekte der Zuchtphase benutzt wurden, spielte noch keine Rolle. Es wurden grob geschnittene Kristallstücke

benutzt, die jedoch eine spezielle Orientierung aufwiesen, damit der wachsende Kristall die entsprechende Wachstumsrichtung (Orientierung) akzeptierte.

Nach einem Probebetrieb und auf Grund veränderter Nachfrage wurden verschiedene Versuchsserien mit den Anlagen durchgeführt.

In teilweiser Zusammenarbeit mit der Fachhochschule Münster wurden im Rahmen industrieller Examensarbeiten Reihenuntersuchungen bei der ECI unternommen, da eine umf**assend**e Literatursammlung

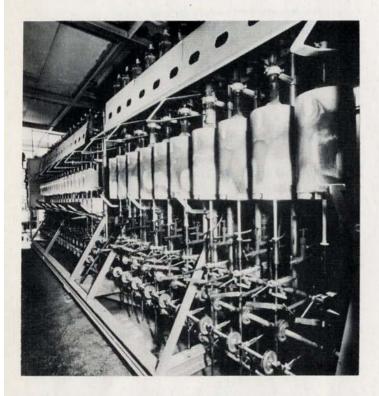


Bild 1: Herkömmliche Verneuilanlagen

(ca. 2.500 Quellen) zeigte, daß die Daten über die "Saphirzucht" nicht sehr umfangreich waren. Besonders die Zuchtdaten waren widersprüchlicher Natur, so daß eigene Messungen durchgeführt werden mußten.

Um Kenntnisse über die Fremdatomverteilung im Kristall zu erhalten, wurden Reihenzüchtungen mit wechselnden Fremdatomgehalten unternommen. Die dotierten Kristalle (keine Mischkristalle!) wurden zerschnitten und mit einer Mikrosonde ausgewertet. In Tabelle 1 sind die Dotierungsatome aufgelistet. Die Wachstumsrichtung der Kristalle bei diesen Versuchen war 0,60 und 90 Grad zur c-Achse orientiert. Die 60-Grad-Orientierung wurde mit vermessen, da der Saphir in dieser Orientierung fast gleichmäßige mechanische und optische Eigenschaften aufweist. Die Verteilung des Dotierungsatomes fällt vom Kristallumfang zur Kristallmitte hin ab.

<u>Tab. 1</u>:
Dotierungen von Korund und Spinell

# Grundsystem ∝- Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (Korund)

einatomige Dotierungen	zweiatomige Dotierungs- systeme	dreiatomige Dotierungs- systeme
Fe, Cr, Ti, Mn	Fe-Cr, Co-Cr	Fe-Cr-Mn
V, W, Rh, Co	Fe-Mn, Co-V	Ni-Fe-Cr
Cu, Pb, Y, Ce	Cr-Mn, Co-Ce	Co-Cr-V
Sm, Ga, Nd, U	Cr-Ni, Cr-K	Cu-Pb-Zn
Th, K, Na	Ni-Mn	Cu-Pb-Sn

#### Zum Vergleich

# Grundsystem

A1203 · MgO (Spinell)

	The second secon	
einatomige Dotierung	zweiatomige Dotierung	
Fe, Ni, Cr	Fe-Cr, Cr-N	i
Mn, V, Co	Fe-Ni, Co-Mr	n
	Cr-Mn	

#### sonstige Stoffsysteme

A1 <sub>2</sub> 0 <sub>3</sub> · CoO	Kobaltaluminiumspinell
Al <sub>2</sub> 0 <sub>3</sub> · MgO · CoO	Magnesiumcobaltaluminiumspinell
SrTiO3 )	
MgTiO <sub>3</sub>	Titanate
CaTiO3	
Al <sub>2</sub> 0 <sub>3</sub> · Y <sub>2</sub> 0 <sub>3</sub>	
A1203 · Ux0y	
A1203 · CoO · Co203	

Dies erklärt sich aus dem hohen Temperaturgradienten von ca. 200 K pro cm. Diese Feststellung gilt besonders für Atome, deren beständige Oxide bei 2.300 K schmelzen.

Eine naßchemische Untersuchung zeigte eine Gesamtverunreinigung der zu jener Zeit gezogenen Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>Kristalle von 80 bis 50 ppm. Die Mehrfachdotierung
des Saphires erbrachte, daß die Atome mit Aluminiumatomradius jene mit größerem Atomradius verdrängen, was sich in Anreicherungszonen und in
polykristallinem Wachstum des Kristalls zeigt.

Eine weitere Versuchsreihe beschäftigte sich mit der Formgebung des Kristalls. Je größer der Temperaturgradient verlief, desto mehr wurde die Kristallform vom Zylindrischen abgewandelt. Nur die  $0^{\circ}$  orientierten, also in c-Richtung gezogenen Kristallform vom Zylindrischen abgewandelt.

stalle zeigten einen annähernd kreisrunden Querschnitt. Die 60° orientierten weisen einen sechseckigen und die 90° orientierten einen viereckigen Querschnitt auf. Durch Veränderung der Gasmischung konnten nun die Temperaturgradienten verändert werden, so daß die Energie ermittelt werden kann, bei welcher eine kreisrunde Wachstumsfläche entsteht. Diese Energie beträgt ca. 25 - 30 % der Schmelzenergie, die notwendig ist, das momentan in den Brenner eindosierte Pulver zu Hohlkugeln zu schmelzen. Dieser Energieüberbetrag kann noch von der Gasgeschwindigkeit abhängen, da die Wärmeübertragung auf die Schmelze von der sie umströmenden Gasphase sehr schlecht ist. Diese zu berechnen oder experimentell zu bestimmen, ist jedoch nicht möglich gewesen. Sie kann nur aus Enegiefehlbeträgen angenommen werden.

Nachdem nun errechenbar war, daß mit diesem alten Anlagenkonzept keine absolut kreisrunden undstreng indrischen Kristalle von großer Länge hergestellt werden können, wurde eine Einzelanlage (ein Ofen) erstellt. Diese diente dazu, festzustellen, welche Materialien und Anlagenbauformen geeignet sind, große symmetrische Kristalle herzustellen. Es wurden Brenner entwickelt, die dem Prinzip von Adamski nahestehen. Es sind sogenannte Röhrenbrenner mit drei oder fünf Röhren. Bei diesen Brennern mußten jedoch die Wärmeflüsse im Brennermaterial berücksichtigt werden, damit die Verluste an Energie möglichst klein blieben und symmetrisch abgeführt wurden.

Die Konstruktion der Ziehröhre (eigentlicher Ofen) bereitete besondere Schwierigkeiten, da das Material eine sehr hohe Temperaturbelastung überstehen muß, ohne zu starke Verdehnungen oder ungleichmäßige Wärmeverluste zu erzeugen. Das Optimum ersich durch mehrere abgestuft ineinandergestellte Rohre. Der Zwischenraum wird mit einem speziellen Schüttmaterial aufgefüllt.

Die mechanische Realisierung dieser Anlage wurde auf hohe Steifigkeit ausgelegt. Die Abzugs- und Rotationsvorrichtung des Kristalls ist so gestaltet, daß der Kristall keine wesentlichen Erschütterungen erfährt.

Die Kristallgröße, die mit dieser Anlage erreicht werden soll, beträgt 26 bis 36 mm Durchmesser und eine Länge von 500 mm. Mit der mechanisch weiterentwickelten Anlage wurden 1982/83 von Hand gesteuerte Kristallziehversuche mit Erfolg unternommen. Nach und nach wurden dabei Steuerungssysteme speziell für die Verneuilzucht entwickelt und in die Anlage integriert. So zum Beispiel ein DMS-Wägesystem, eine Laserkristallstandsabtastung, eine Abzugssteuerung, eine optische Kristalldurch-

messervermessungseinrichtung und ein Mikrodosierungssystem, welches von einem Sechs-Kilogramm-Vorrat milligrammweise kontinuierlich in den Brenner dosiert.

Die gezogenen Kristalle waren zwischen 100 und 500 Gramm schwer und zeigten einen annähernd kreisrunden Querschnitt. In regelmäßigen Abständen erweiterte bzw. verjüngte sich der Kristall im Wachstum. Die Ziehgeschwindigkeit betrug bei diesen Versuchen 7 - 15 mm/h. Diese Unregelmäßigkeiten des Kristallwachstums ergaben sich aus der Regelzeit zwischen Mensch und Anlage. Hinzu kommt noch die verschiedene Interpretation der sich in der Steuerung abwechselnden Personen in bezug auf die mit dem Auge beobachteten Kristalldaten, wie z. B. die Form oder die Veränderung der Kristallschmelzkuppe.

Auf Grund dieser Erkenntnisse wurde die Anlage nochmals mechanisch und elektrisch umgerüstet.

Da die Meßstutzen für alle Meßsysteme (optische und elektronische) am Ofen einen Durchmesser von nur 5 mm haben, wird das Ofeninnere in Höhe der Schmelzkuppe mit einer Videokamera beobachtet. Der Anlagenraum wird ebenfalls mit einer Kamera bewacht.

Um die Genauigkeit der Temperaturerfassung an der Schmelzfilm-/Kristallphase zu eichen, wurde in den Strahlengang der Ofenkamera ein Glühfadenpyrometer eingebaut. Die Temperaturerfassung an der Schmelzkuppenfront wird mit einem EL18-Thermoelement gemessen, das in Höhe der Schmelzkuppe (Schmelzfilm) durch die Ofenwand in den Gasraum hineinreicht. Der mit diesem Thermoelement und dem Glühfadenpyrometer bestimmte Temperaturgradient beträgt max. 5 K/mm in der Horizontalen. Der Temperaturgradient im wachsenden Kristall wird mit dem Pyrometer (Kuppe) und einem EL18-Thermoelement am Kristallkeim gemessen. Dieser vertikale Temperaturgradient beträgt maximal 2,5 K/mm. Damit die Symmetrie des Ofentemperaturfeldes vermessen werden kann, sind weitere achtzehn Thermoelemente in den Ofen eingelassen. Auch die Erfassung des durch den Ofen gehenden Laserstrahles birgt einige Probleme, da das durch den Ofen strömende und in den Meßstutzen befindliche Gas ein Linsensystem bildet, welches durch Strömungs- und Temperaturveränderungen den Laserstrahl beeinflußt. Weiterhin stören die durch den Laserstrahl fallenden, geschmolzenen Pulverpartikel und der Wasserdampf, welcher bei der Wasserstoffverbrennung entsteht.

Durch die hohe Temperatur im Ofen von ca. 2.700 K kann das Gassystem als plasmaähnlich angesehen werden, wodurch es möglich ist, die Veränderungen des Lasterstrahles elektronisch zu kompensieren. Alle Emissionen vom wachsenden Kristall und der Ofenwand müssen aus dem Meßstrahl gefiltert werden, da sonst das Meßergebnis nicht verwendbar ist. An den Meßfenstern auftretende Wasserdampf-kondensation muß durch zusätzliche Heizelemente unterbunden werden. Der Standhöhenbereich des Kristalls beträgt von Minimum zu Maximum 1,2 mm. Die Meßgenauigkeit kann mit 1,2 mm /4096 Bit \* 10 angegeben werden. Es handelt sich also um einen viel kleineren Wert als der der Dicke des Schmelzfilmes. In Abbildung 1 ist die Meßanordnung am Ofen dargestellt.

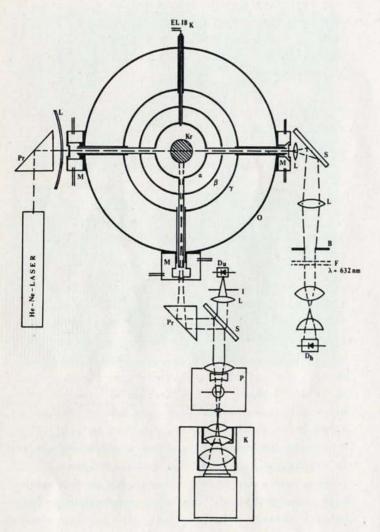


Abb. 1:
Optische und thermische Meßanordnung in Höhe der
Flüssig-/Fest-Phasengrenze

	Legend	<u>e</u> :	
		121	Ofeninnenwand aus Keramik
	β		2. Dämmwand aus Keramik
	7	200	3. Dämmwand aus Keramik
	0	-	Ofenaußenwand
	М		geheizte Meßstutzen
	EL18K	-	Thermoelement Züchtungsfront
	Kr	2	Kristall
	L	-	Linsen
	Pr	-	Prismen
	S	-	Strahlenteiler
	В	-	Blende
	1	-	Irisblende
	F	2	Interferenzfilter
	P	-	Pyrometer
	К	-	Videokamera
6	Du	2	Detektor für Durchmesservermessung
	Dh	-	Detektor für Kristallstandsvermessung

Zur gesamten Anlagensteuerung und Regelung wurde die Ziehanlage mit einem Prozeßrechner ausgerüstet, wobei die Zielsetzung dahin geht, eine vollautomatische Verneuilkristallziehanlage zu erstellen. (Bild 2 zeigt die heutige Anlage.) Damit die Kosten und die Beschaffung von Ersatzteilen vergleichbar für eine Produktionsanlage sind, wurde auf einen sogenannten Personal Computer zurückgegriffen.

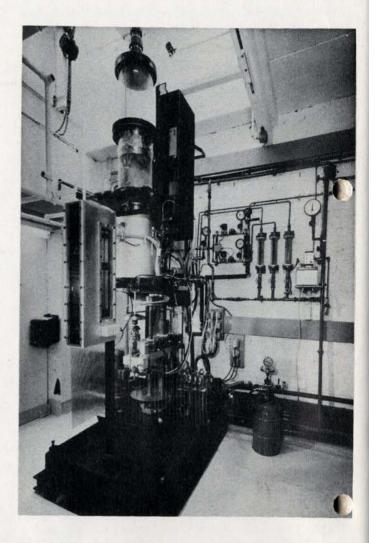


Bild 2: Vollautomatische, modifizierte Verneuilanlage

Der IBM-PC erschien hierfür sehr geeignet. Dieser Rechnertyp stellt einen Standard auf dem Markt dar, da fast alle Soft- und Hardware für diesen Rechner kompatibel sind. Die Anlagensteuerung besteht aus zwei Basiseinheiten, wovon eine, der Prozeßrechner, alle Daten von der Anlage aufnimmt, berechnet, speichert und die errechneten Steuerwerte an die Anlage zurückgibt. Der Simulationsrechner ermöglicht dem Operator den Eingriff in das Prozeßsystem, ohne den Prozeßrechner zu unterbrechen oder die Rechenzeit zu verlängern, wenn man von ca. 100 ns absieht. Der Prozeßrechner verfügt über einen Bildschirm für die Protokollanzeige, einen Drucker für den Protokollausdruck (falls gewünscht), über zwei Diskettenlaufwerke

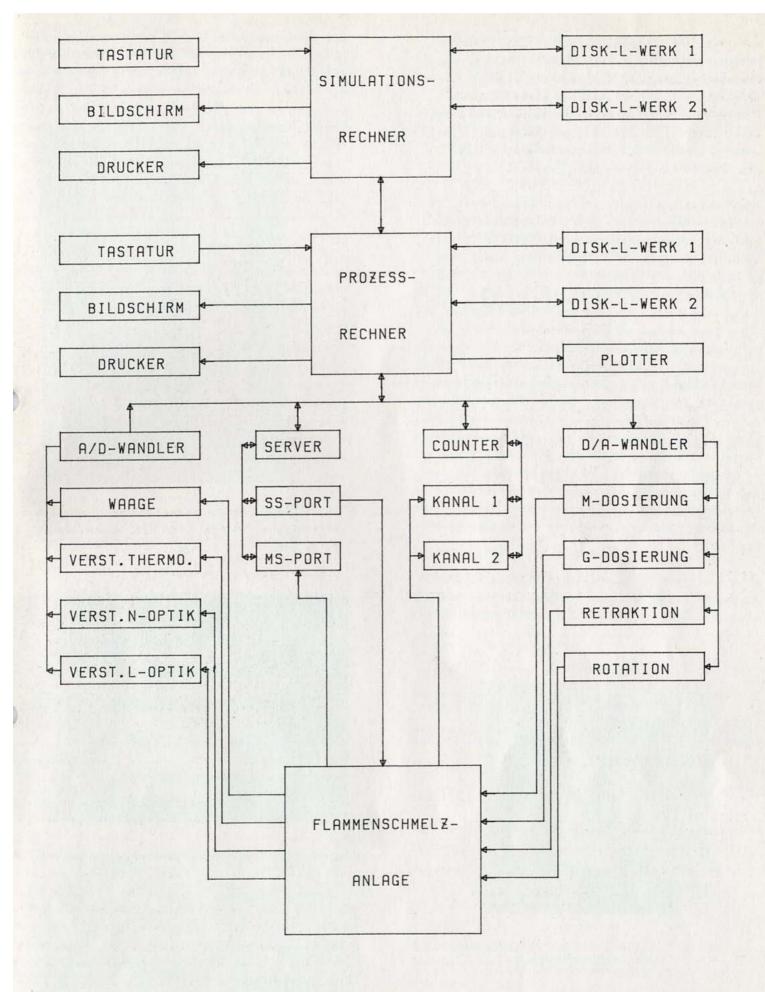


Abb. 2: Verknüpfung von Prozeß- und Simulationsrechner mit der Kristallziehanlage

mit je 360 kB Speicherkapazität, zwei Uhren mit einer Datumsangabe, einem Plotter für die graphische Darstellung von Prozeßdaten, einem Analog-/Digitalmodul für 124 Kanäle, einem Digital-/Analogkonverter für sechs Kanäle und einer Mehrfachschnittstelle für die Kommunikation zum Simulationsrechner und für die Datenaus(ein)gabe an ein Blockschaltsystem (sog. Server).

Der Simulationsrechner verfügt über einen Bildschirm, einen Drucker, zwei Diskettenlaufwerke, eine Uhr und eine Mehrfachschnittstelle für die Kommunikation mit dem Prozeßrechner sowie eine Datenleitung für Sonderfunktionen. Abb. 2 zeigt die Verknüpfung der Rechner mit der Anlage. Da die analogen Meß-bzw. Steuerwerte für den Rechner bzw. die Anlage umgewandelt werden müssen, befindet sich zwischen dem Rechner und der Anlage ein Systemschrank, in welchem die "Signalformate" umgewandelt werden, d. h., die Spannungssignale werden verstärkt oder umgeformt. Dieser Schrank beinhaltet auch analoge Versorgungseinheiten und zusätzliche analoge Anzeigen der Meß- und Steuersignale sowie Schaltungszustandsanzeigen (inkl. Server). Zu diesen Systemen zählen Waage, Gasmischungsanlage, Rotations-, Dosierungsleistungssteuerung, Thermoverstärker, Leistungsschalter, Abzugssystemverstärkung und externe Zähler und Leistungssteller.

Bild 3 zeigt den Steuerstand mit Prozeßrechner, Analog-Systemschrank und Prozeßmonitoren. Starkstrom- und Gasversorgungsanlage sind nicht abgebildet.



Bild 3: Steuerstand mit Prozeßrechner und Systemschrank der vollautomatischen Anlage

Der ProzeGrechner arbeitet drei separate Programme ab. Das erste führt die Anlage in einen Startmodus. Nachfolgend wird mit dem gleichen Programm die Anlage gezündet und in den Züchtungsmodus gefahren. Dieses Programm ist in der Programmsprache
BASIC abgefaßt. Nach Ablauf des Programms schaltet
der Rechner auf Maschinensprache um und beginnt
mit dem Programm für die Erstellung des Anzuchtkegels (Schulterziehen für CZ-Fachleute). Danach
beginnt die dritte Programmphase mit dem symmetrischen, kreiszylindrischen "Stangen"-Ziehen.
Abschließend wird dem Kristall eine Endphase angezogen. Der Rechner beendet seine Operation mit
der Abschaltung der Anlage und dem langsamen Fahren des Kristalls auf die Entnahmeposition.

Während der ganzen Zeit erfaßt der Rechner alle Störungen an der Anlage, bewertet diese und reagiert nach einem Störungsplan.

Auf Wunsch kann der Prozeßrechner die Form des Kristalls über den Plotter ausgeben. Leitwertänderungen (z. B. wenn der Kristall unplanmäßig erweitert werden soll) können am Simulationsrech eingegeben werden. Alle Prozeßdaten werden nach einem Verteilungszeitplan abgespeichert und können wahlweise nach Zeitwerten später ausgelesen werden.

Die in Bild 4 abgebildeten Kristalle stammen aus verschiedenen Anlagentypen bzw. Ausbaustadien der vollautomatischen Anlage.

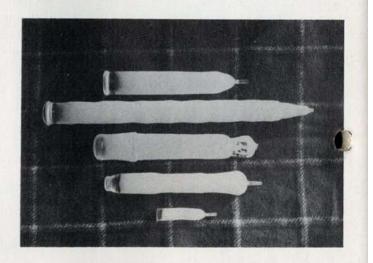


Bild 4: Verneuil-Saphirkristalle aus herkömmlicher und vollautomatischer Anlage (M= 1:3)

Der 1. Kristall von unten stammt zum Vergleich aus einer "alten" Verneuil-Anlage. Deutlich ist die Verformung des Kristalles zu sehen, die besonders stark auftritt, wenn die Kristalle länger als 40 mm gezogen wurden. Die nachfolgenden zwei Kristalle stammen aus der Einzelanlage und zeigen erhebliche Unterschiede in Durchmesser und Länge zum ersten. Typisch für diese noch "handgezogenen" Kristalle sind die abwechselnden Durchmesserveränderungen. Der oberste Kristall ist dagegen

kreisrund und zylindrisch gewachsen. Dieser ist automatisch gezogen worden. Zum direkten Vergleich zwischen Handsteuerung und Automatik sind in Bild 5 gleichgroße Kristalle abgebildet.

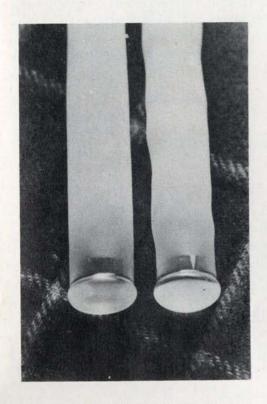


Bild 5: Saphirkristalle handgezogen und automatisch gezogen (M=1:1,3)

Die heute produzierten Kristalle haben eine chemische Verunreinigung von maximal 10 ppm. Dies ist
darauf zurückzuführen, daß das Pulver und der
wachsende Kristall an keiner Stelle Fremdmaterial
ausgesetzt sind. Metallische Teile (Dosierung)
bestehen aus Reinstaluminium, die Keramikkomponenten aus gesintertem Aluminiumoxid ohne Stabilisatoren.

Die gezogenen Kristalle werden mit einem Schlierengerät auf Schlieren-, Blasen- und Spannungsfreiheit geprüft. Blasen treten in den Kristallen nur bei Störungen in dem Ziehprozeß auf, werden im

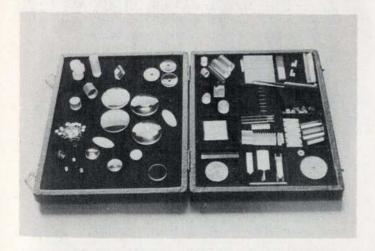


Bild 6: Aus ECI-Saphiren gefertigte optische, elektronische und mechanische Bauteile

allgemeinen jedoch durch die hohe Konvektion in der Schmelze ausgetrieben. Bei planmäßiger Zucht ist keine Blasenbildung beobachtet worden.

Die Durchmesservarianz der automatisch gezogenen Kristalle am zylindrischen Teil beträgt +/- 0,15 mm. Je nach Orientierung der Kristalle treten im Anziehkegel (1120) Flächen auf, die sich vor Erreichen des Enddurchmessers zurückbilden.

Die vollautomatische Anlage soll ab Mitte 1985 ohne Personalbewachung betrieben werden. Das dann erreichbare Kristallmaß beträgt 36 mm im Durchmesser und 500 mm Länge. Für die Zukunft werden Anlagen für einen Kristalldurchmesser von 72 mm und 1.000 mm Länge geplant.

Adamski, J. A.: J. Appl. Physiks <u>36</u> (1965) 1784-1786

Ardenne, M. V. u. a.: Kristall und Technik 3 437

Atkins, B. R.: Journ. Scien. Instruments  $\underline{28}$  (1951) 221

Bednerz, J. G. u. Scheel, H. J.: J. Crystal Growth 41 (1977) 5-12

Dittmann, R. u. Petzelt, D.: J. Crystal Growth 23 (1974) 77-78

Falkenberg, R.: Crystal Growth, Theory and Techniques by C.H.L. Godman Vol. 2 (1978) 109

Gaydon: Flames 301

Grabmeier, J. G.: J. Crystal Growth 5 (1969) 105

Khambatta, J. A. und Sahagian, CH.: J. Crystal Growth <u>13/14</u> (1972) 710-717

Lefever, R. A.: Review of Scientific Instruments 33 (1962) 769

Merker, Leon: Mining Engineering (1955) 645-647

Merker, Leon: Journal of The American Ceramic Society Vol.  $\underline{45}$  (1965) 366-369

Nassau, K. u. Nassau, J.: Crystals, Vol. <u>2</u>, Springer Verlag Berlin Heidelberg New York 1980

Popov, S. K.: Growth of Crystals 2 (1959) 103

Ricard, J. und Cioccolani, A.: J. Crystal Growth 13/14 (1972) 718-722

Seifert, W.: J. Crystal Growth 12 (1972) 17

Verneuil, A.: Ann. Chim. (3) 3 (1904) 20

Yaverbaum, L. H.: Noyes Data Corporation, Park Ridge, New Jersey, 1980

P. Droste, CH. Nacke Elektro-Chemie Ibbenbüren GmbH Postfach 12 62

4530 Ibbenbüren

# NEUE BÜCHER

CRYSTAL GROWTH, A.A. Chernov;

Inhalt: Crystallization Processes: Equilibrium.

Nucleation and Epitaxy. Growth Mechanisms. Impurities.

Mass and Heat Transport. Growth Shapes and Their

Stability. Creation of Defects. Mass Crystallization.

The Growing of Crystals: Growth from the Vapor Phase.

Growth from Solutions. Growth from the Melt.

Springer-Verlag 1984, 300 S., US\$ 59.80

ADVANCED III-V SEMICONDUCTOR MATERIALS TECHNOLOGY ASSESSMENT;

Ed. M. Nowogrodzki, Noyes Data Corp., Park Ridge, N.J., US\$ 32

INDUSTRIAL CRYSTALLIZATION '84; Proceedings of the 9th Symposium on Industrial Crystallization; Den Haag/Niederlande, 25.-28.09.1984; Ed. S.J. Jancic und E.J. de Jong; Inhalt: Fundamentals. Additives and Impurities. Precipitation and Melt Crystallization. Design and Operation.

Elsevier Science Publishers, Dfl. 295

COMPREHENSIVE CHEMICAL KINETICS; Vol. 21: Reactions of Solids with Gases; Ed. C.H. Bamford, C.F.H. Tipper, R.G. Compton. Inhalt: An overview of Metal Oxidation Theory. Reactions of Solids with Gases other than Oxygen. Heterogeneous Atomisation and Recombination. Elsevier Science Publishers 1984, 238 S., Dfl. 215

CHRYSTALS, Growth, Properties, and Applications, Vol. 10: Growth and Defect Structures; Ed. H.C. Freyhardt, A.A. Chernov, H. Müller-Krumbhaar. Inhalt: Growth of Polytypic Crystals. Spectroscopic Investigations of Defect Structures and Structural Transformations in Ionic Crystals. Hydrodynamics, Heat and Mass Transfer During Crystal Growth. Springer-Verlag 1984, 180 S., DM 126,-

GROWTH OF CRYSTALLINE SEMICONDUCTOR MATERIALS ON CRYSTAL SURFACE
L.N. Aleksandrov

Elsevier Science Publishers 1984, 318 S., US\$ 102

THE KINETICS OF INDUSTRIEAL CRYSTALLIZATION

J. Nyvlet, O. Sohnel, M. Matuchova und M.Broul
Elsevier Science Publishers 1984, 348 S., US\$ 67.25

HANDBOOK ON THE PHYSICS AND CHEMISTRY OF RARE EARTHS
Bd. 7, Ed. K.A. Gscheidner, L. Eyring
Inhalt: Phase equilibria in ternary and high order systems
with rare earths and silicon. Amorphous Alloys.
Organometallic compounds of the rare earths.
Elsevier Science Publishers 1984, 584 S., US\$ 129

THIN FILMS AND INTERFACES II, Materials Research Society Symposia, Vol. 25; Ed. J.E.I. Baglin, D.R. Campbell. Inhalt: Phase Formation and Diffusion Kinetics. Ion Beam Effects: Adhesion, Conductivity, Mixing. Interfaces; Grain Boundaries; Sufaces. Epitaxy and Microstructure. Strained Superlattices. Siliconon-Insulator Structures. Contacts; Device Technology. Deposition Methods and Measurement Techniques. Elsevier Science Publishers 1984, 684 S., Dfl. 265

# **TAGUNGSKALENDER**

1 9 8 5

12. - 17. Mai

Toronto/Canada

1st International Conference on Silicon Molecular Beam Epitaxy (im Rahmen des Electrochemical Society Meetings) E. Kasper, AEG-Telefunken Forschungsinstitut, Postfach 1730, D-7900 Ulm

14. - 17 Mai

Pajaro Dunes (CA)/U.S.A.

Purification of Materials for Crystal Growth and Glass Preparation (Sponsored by AACG) Robert S. Feigelson, Center for Materials Research, Stanford CA 94305/U.S.A.

24. Mai - 06. Juni Erice/I

International School of Crystallography, 11th Course: Static and Dynamic Implications of Precise Structural Information Prof. Riva di Sanseverino, Int. School of Crystallography, Piazza Porta Donato 1, I-40127 Bologna

28. - 31. Mai Florenz/I

JOURNEES D'ELECTROCHIMIE '85 Departimento di Chimica Laboratorio di Elettrochimica Via G. Capponi 9, I-50121 Firenze

04. - 07. Juni Fallen Leaf Lake (CA)/U.S.A.

AACG/West Conference on Crystal Growth A.W. Newkirk, Lawrence Livermore Natl. Laboratory P.O. Box 808, L369, Livermore, CY 94550, U.S.A.

10. - 12. Juni Würzburg/D

5. Europäische Konferenz "Mischen" VDI-Gesellschaft für Verfahrenstechnik und Chemieingenieurwesen Graf-Recke-Str. 84, D-400 Düsseldorf

10. - 14. Juni Marseille/F

International Conference on the Formation of Semiconductor Interfaces (I.C.F.S.I.) Prof. Guy Le Lay, CRMC-2, CNRS, Campus de Luminy, Case 913, F-13288 Marseille Cedex 09

11. - 15. Juni Philadelphia (PA)/U.S.A.

3rd Int. Conf. on Solid State Transducers W.H. Ko, Electronics Design Center Case Western Reserve University, Cleveland, Ohio 44106, U.S.A.

17. - 19. Juni Boulder (CO)/U.S.A.

Device Research Conference of IEEE (im Rahmen der EMC) The Metallurgical Society of AIME, 420 Commenwealth Drive, Warrendale, PA 15086, U.S.A. 19. - 21. Juni Boulder (CO)/U.S.A. 27th Electronic Materials Conference (EMC)

The Metallurgical Society of AIME,
420 Commenwealth Drive, Warrendale, PA 15086, U.S.A.

24. - 28. Juni

Rennes/F

Third International Symposium on Halide Glasses
J. Lucas, Chairman, Laboratoire de Chimie Minérale, Campus de Beaulieu, F-35042 Rennes,

Sommer

Jugos lawien

7th Int. Summer Conference on Solid-Liquid Interfaces V. Pravdić, Center for Marine Research "Rudjer Bośković", P.O. Box 1016, 41001 Zagreb, Jugoslawien

01. - 14. Juli Erice/I

International School of Materials Science and Technology (Nonlinear optics) J.L. Oudar, C.N.E.T.; 196, rue de Paris, F-92220 Bagneux

01. - 15. Juli Erice/I

International School of Materials Science and Technology (Electromagnetic Surface Excitations) R.F. Wallis, Lab. de Physique des Solides, Tour 13, Univ. Pierre et Marie Curie; 4, Place Jussieu, F-75230 Paris Cedex 05

15. - 19. Juli

Plymonth/U.S.A.

Gordon Research Conf. on Crystal Growth Plymouth State College F. Rosenberger, Crystal Growth Lab., Dept. of Physics, Univ. of Utah, Salt Lake City, Utah 84112, U.S.A.

15. - 27. Juli

Erice/I

International School of Solid-State Device Research B. Daino, Fondazione Bordoni, I.S. P.T., Viale Europa 160, I-00144 Rom

12. - 14. August

University Park/U.S.A.

2nd International Symposium on Hydrothermal Reactions Keller Conference Center, Pennsylvania State Univ. University Park, PA 16802, U.S.A.

14. - 16. August

Stanford (CA)/U.S.A.

First International Conference on Protein Crystal Growth Robert de Mattei, 105 Mc Collough Building, Center of Materials Research, Stanford University, Stanford, CA 94305, U.S.A.

18. - 24. August Northstar-at-Tahoe (CA)/U.S.A.
5th Int. Conf. on Solid State Ionics
R.A. Huggins, Dept. of Mater.
Science and Engineering,
Stanford University, Stanford, CA 94305, U.S.A.

19. - 23. August Bratislava/Tschechoslowakei 8th International Conference on Thermal Analysis Organizing Committee of the 8th ICTA c/o Technical University, 81243 Bratislava, Czechoslovakia

19. - 23. August Santa Barbara (CA)/U.S.A. Problems in Magnetism Daniel Hone, c/o Louis Sellers, ITP, Ellison Hall, UCSB, Santa Barbara, CA 93106, U.S.A.

21. - 24. August Santa Fé (NM)/U.S.A.

International Conference on Neutron Scattering
Richard Silver, Los Alamos Nat. Lab., Group P-8,
Mailstop H 805, Los Alamos, NM 87545, U.S.A.

25. - 30. - August Amsterdam/NL

International Congress of Biochemistry, Dr. P.C. van der Vliet, Biochemical Laboratory, P.O. Box 7161, NL-1007 MC Amsterdam

26. - 30. August San Francisco/U.S.A. International Conference of Magnetism ICM '85, Xerox Parc, 3333 Coyote Hill Road Palo Alto, CA 94304, U.S.A. U.S.A.

27. - 29. August Kansas City (Missouri)/U.S.A. Seventh Annual Quartz Devices Conference Electronic Industries Association, 2001 Eye Street N.W., Washington, D.C. 20006, U.S.A.

02. - 06. September Turin/I

9th European Crystallographic Meeting (ECM-9) Prof. E. Ferraris, Instituto di Mineralogia, Cristallografia e Geochimica, Universita di Torino Via San Massimo 22, I-10123 Torino

02. - 06. Sept. Asilomar (CA)/U.S.A.

11th International Conference on Magnetic Films and Surfaces
Philip Wigen, Dept. of Physics, Ohio State University, 174 W. 18th Ave., Columbus, OH 43210, U.S.A.

08. - 13. September Madrid/E

EUCMOS XVII, XVIIth European Congress on Molecular Spectroscopy
Organizing Committee EUCMOS XVII,
Instituto de Optica, C.S.I.C., Serrano,
212, Madrid-6, Spanien

16. - 19. September Aachen/D
63. Jahrestagung der Deutschen Mineralogischen Gesellschaft
Prof. Dr. G. Friedrich, Inst. für Mineralogie und

Prof. Dr. G. Friedrich, Inst. für Mineralogie und Lagerstättenkunde der RWTH, Wüllnerstr. 2, 5100 Aachen

23. - 26. September Karuizawa, Nagano/Japan
12th International Symposium on Gallium Arsenide
and related Compounds
Dr. Masatomo Fujimoto, Atsugi ECL, NTT; 1839, Ono,
Atsugi-shi, Kanagawa 243-01, Japan

13. - 18. Oktober Las Vegas (Nev.)/U.S.A. Electrochemical Society Meeting

The Electrochemical Society Inc., 10 South Main Street Pennington, N.J. 08543-2896, U.S.A.

15. - 19. Oktober München/D

CERAMITEC '85, 3. Internationale Messe für Maschinen, Ausrüstung, Anlagen und Rohstoffe für die Keramische Industrie Münchner Messe- und Ausstellungsgesellschaft mbH. Messegelände, Postfach 121009, D-8000 München 12

15. - 18. Oktober München/D

Arbeitskreis Röntgentopographie, Sitzung '85 H. Klapper, Institut für Kristallographie der RWTH, Jägerstr. 17–19, 5100 Aachen

18. - 20. Dezember Reading /U.K.

Annual Solid State Physics Conference
Institute of Physics

17. - 18. Dezember Oxford/U.K.

Phase Transitions in Adsorbed Layers
Prof. J.S. Rowlinson, Physical Chemistry
Laboratory, Oxford University, South Parks Road,
Oxford OX1 3QZ, U.K.

02. - 06. März

New Orleans/U.S.A.

Phase Diagrams for Electronic Materials - Progress and Opportunities R.A. Landise, AT&T Bell Labs, Room 1A - 264, 600 Mountain Avenue, Murray Hill, NJ 07974, U.S.A.

10. - 13. März

Giessen/D

25. Diskussionstagung der AGKr Prof. Dr. H. Fueß, Inst. für Kristallographie und Mineralogie der Universität Senckenberganlage 30, 6000 Frankfurt 1

17. - 20. März

Erlangen/D

DGKK-Jahrestagung '86 DGKK-Fachsymposium '86 "III/V-Einkristalle" G. Müller, Inst. für Werkstoffwissenschaften VI der Universität Martensstr. 7, 8520 Erlangen

13. - 15. April

Pasadena (CA)/U.S.A.

International Conference on Metal-Organic Vapor Phase Epitaxy (ICMOVPE-3), Prof. G.B. Stringfellow, Dept. of Materials Science, Univ. of Utah, Salt Lake City, UT 84112 (Sponsored by AACG)

April/Juni

Japan

Fourth International Conference on Semi-Insulating III/V-Materials Prof. T. Katoda, Inst. Interdisciplinary Research, Faculty of Engineering, Univ. of Tokyo; 6-1 Komaba 4-chome, Meguro-Ko, Tokyo 153, Japan

04. - 09. Mai

Boston/U.S.A.

The Electrochemical Society The Electrochemical Society, Inc. 10 South Main Street, Pennington, NJ 08543-2896

10. - 19. Juni

Erice/I

Synchrotron Radiation for X-ray Crystallography Prof. Dr. Riva de Sanseverino, Piazza Porta Donato 1, I-Bologna

05. - 12. Juli

Edinburgh /U.K.

6th International Summer School for Crystal Growth P.M. Dryburgh, School of Engineering, Kings Buildings, University of Edingburgh, Edinburgh EH9 3JL, U.K.

13. - 18. Juli

York/U.K.

8th International Conference on Crystal Growth ICCG-8 Dr. Frank W. Ainger, Allen Clark Res. Centre, Plessey Research (Caswell) Ltd. Caswell, Towcester, Northants NN12 8EQ, U.K.

06. - 10. August Breslau/P

10th European Crystallographic Meeting

07. - 10. Sept. York/U.K.

International Conference on Molecular Beam Epitaxy British Association for Crystal Growth

Cambridge/U.K. 08. - 11. September

16th European Solid State Device Research Conference (ESSDERC '86) The Meetings Officer, The Institute of Physics, 47 Belgrave Square, London SW 1x 80X, U.K.

28. Sept. - 01. Oktober Hilton Head (SC)/U.S.A. 13th International Symposium on Gallium Arsenide and Related Compounds C.M. Wolk, Washington University, Box 1127, St. Louis, M063130, U.S.A.

12. - 17. Juli

Monterey (CA)/U.S.A.

Joint Conference: 7th American Conference on Crystal Growth and 3rd International Conference on II-VI Compounds (AACG-7/II-VI 87) Larry Rothrock, Union Carbide Electronics, 1300 Esther Street, Vancouver, WA 98660, U.S.A.

27. August - 07. September Erice/I Crystal Growth in Science and Technology H. Arend, Laboratorium für Festkörperphysik der ETH, Hönggerberg, CH-8039 Zürich

12. - 20. August Perth/Australien 14th Congress of the International Union of Crystallography Prof. T. Hahn, Institut für Kristallographie der RWTH, Jägerstr. 17 – 19, 5100 Aachen

# **TAGUNGSBERICHT**

11th International Symposium on GaAs and Related Compounds Biarritz, 26. - 28. Sept. 1984

Das internationale GaAs-Symposium hat, bedingt durch die Bedeutung der III-V-Halbleiter, schon eine lange Tradition. Es findet etwa alle 2 Jahre abwechselnd in U.S.A., Japan und Europa statt (1970: Aachen). Biarritz wurde von Frankreich deshalb ausgewählt, weil dort für die Nachrichtenübertragung ein Glasfasernetz eingerichtet wurde. Für solche Obertragungsstrecken sind III-V-Halbleiter die grundlegenden Materialien der optoelektronischen Bauelemente im Sendeund Empfangsbereich.

Für die Tagung wurden etwa 250 Vorträge angemeldet. Das international zusammengesetzte Programmkomitee hat hiervon 94 Vorträge und 25 Posterdarstellungen ausgewählt. Vom Programmkomitee und den Session Chairmen wurden aus 22 "Late news Abstracts", die noch während der Sitzung eingereicht werden konnten, 9 Beiträge ausgewählt. Von den Originaldarstellungen waren immerhin 42 Beiträge aus Frankreich (31 Vor träge, 11 Poster), wohingegen aus der Bundesrepublik Deutsch land 7 Beiträge (6 Vorträge, 1 Poster) kamen. Zieht man die übliche bessere "Selbstdarstellungsposition" des Tagungsausrichters an der Zahl der Vorträge ab, so spiegelt die große Anzahl dieser Beiträge die Bedeutung der Material- und Bauelementeforschung zu den III-V-halbleitern in Frankreich wider. Die Vorträge waren nach folgenden Themenschwerpunkten gegliedert (2 Parallelsitzungen):

- a) Bulk Growth and Implantationb) Two Dimensional Structures
- c) Discrete Microwave Devices
- d) Optoelektronic Devices
- e) Epitaxial Growth
- f) Intergrated Circuits
- g) Characterization
- h) Late News

# Einzelberichte zu ausgewählten Themen:

# Übersichtsvorträge

Ober das multiglasfaseroptische System in Biarritz sowie über Entwicklungssysteme berichtete F. Gérin (Déleque aux Videocommunications).

Bis Ende 1984 sollen in Frankreich insgesamt 500.000 Fernsehsysteme angeschlossen sein. In Biarritz ist etwa zwischen 2.000 Teilnehmern Videophon-Übertragung möglich. Interessant war, daß dafür im Augenblick Benutzer-Gebühren verlangt werden, wie sie für das Jahr 2000 berechnet werden (z.B. 60 FF Videophon-Grundgebühr plus etwa das 1,5-fache der Telefongesprächsgebühren). Das System arbeitet bei ca. 900 nm Wellenlänge und mit GaAs-Bauelementen.

P. Newman (Mackintosh Int.) gab einen Überblick zu den kommerziellen Aussichten von GaAs integrierten Schaltkreisen.
Für GaAs-Bauelemente wird für 1990 ein Markt von ca. 0,8 Bio \$ erwartet (Si: 68 Bio \$). Voraussichtlicher Preis von GaAs-Substratkristallen (LEC-Verfahren): 15 \$/inch<sup>2</sup> (Si: 0,61 \$/inch<sup>2</sup>). Folgende Logikschaltungen werden für die Anwendung wichtig sein: Buffered FET Logic, Lower Power BFL, Schottky Diode FET Logic und Capacitor Coupled Logic. Der letzteren wird die Hauptbedeutung zugeschrieben.

### 2. Bulk Growth and Implantation

G.M. Martin (LEP, Limeil-Brevannes) ging auf die Bedeutung der bstratkristalle für die Herstellung integrierter Schaltkreise ein. Implantiert wird direkt in die Substrate; deren physikalische Eigenschaften bestimmen daher sehr wesentlich die Bauelementeeigenschaften. Semiisolierendes GaAs wird ohne Cr-Zusatz in PBN-Tiegeln hergestellt (Si ≤ 10<sup>15</sup> cm<sup>-3</sup>.  $C \le 7 \cdot 10^{15}$  cm $^{-3}$ ). Die semiisolierenden Eigenschaften werden durch die tiefe Störstelle EL2(0) bestimmt ( $C_{\rm Fl,2} < 2.10^{16}$  cm). Versetzungsstrukturen sind durch ihre Dichte und ihre Clusterbildung bestimmt. Die EL2-Dichte ist innerhalb der Clusterwände geringer als am Rande. Sie hängt auch in starkem Maße von der Zusammensetzung der Schmelze ab. Über den Substratkristallquerschnitt gesehen, hat die EL2-Dichte denselben Verlauf wie die Versetzungsdichte und weist die bekannte W-Form auf. Die EL2-Dichte setzt sich dabei aus einem thermodynamischen Gleichgewichtsanteil (Stöchiometrie, Temperatur; konstant über den Querschnitt) sowie einem spannungs- und versetzungsinduzierten Anteil (W-Form) zusammen.

Mit ner In-Dotierung (n  $\approx 10^{20}$  cm $^{-3}$ ) läßt sich die Versetzungsdichte auf Werte kleiner 100 cm $^{-2}$  einstellen und die EL2-Dichte auf  $C_{\rm EL2} < 4\cdot 10^{15}$  cm $^{-3}$  reduzieren. Um semiisolierende GaAs-Kristalle hoher Qualität herzustellen, sind folgende Maßnahmen zu treffen:

- große Durchmesser → kein Cr-Zusatz, LEC-Verfahren
- versetzungsfreie Kristalle → In-Dotierung
- Kontrolle von EL2/As<sub>Ga</sub> → Tempern der Kristalle
- keine Dotierstoffstreifen Anwendung von Magnetfeldern

EPR-Messungen an Neutronen-bestrahltem GaAs (9,93 GHz; 4,2 K;  $\underline{\text{A. Goltzene}}$ , Universität Straßburg) ergaben das Spektrum einer tiefen Störstelle As $_{\text{Ga}}^{\text{4+}}$  verbunden mit einer Ga-Leerstelle.

Durch Sauerstoff in GaAs wird die Bandmittenstörstelle ELO induziert (DLTS = 380 K; H.C. Gatos, MIT, Cambridge Ma.). Diese besitzt dieselbe Aktivierungsenergie wie EL2 (DLTS = 390 K), aber einen 4-fach größeren Elektronen-Einfangquerschnitt.

T. Kikuta (Optoelectronics Joint Research Laboratory, Kawasaki, Japan) studierte die PL-Banden 1,49, 0,8 und 0,65 eV mit Hilfe eines mikrofokussierten Kr-Lasers in der N\u00e4he von Versetzungen an undotiertem, semiisolierendem GaAs. In Gebieten hoher Versetzungsdichte nimmt die Intensität der Banden 1,49 und 0,65 eV zu, während die 0,8 eV-Emission abnimmt. Die 0,65 eV-Emission ist mit der EL2-Konzentration korreliert.

S. Martin (LEP, Limeil-Brevannes) berichtete über Absorptionsmessungen bei 1,1 um an veersetzungsfreiem GaAs und an GaAs mit Standard-Versetzungsdichten. Standard-GaAs zeigt nach dem Tempern bei 800 - 900°C eine homogenere EL2- Verteilung bei ungeänderter EPD-Verteilung. Versetzungsfreies GaAs zeigt eine sehr geringe EL2-Konzentration mit homogener Verteilung über den Scheibenquerschnitt. Eine Temperung dieses Materials erbrachte keine Änderung in der EL2- Verteilung.

T. Ikoma (University of Tokyo, Japan) stellte ein neues Modell für die EL2-Elektronenfalle vor. EL2 wird dabei nicht durch ein einziges Niveau dargestellt, sondern als "EL2-Familie", bestehend aus Arsen-Atomaggregaten (5 As-Atome - As<sub>Ga</sub>).

# 3. Optoelectronic Devices

<u>G.E. Stillmann</u> (University of Illinois, Urbana, U.S.A.) gab eine Übersicht zu Photodetektoren aus III-V-Halbleitern. Materialanforderungen sind dabei

- a) Eq ≤ hc/λ
- b) hohe Reinheit,
- c) gleichförmiger pn-Obergang, sowie
- d) eine hohe Asymmetrie in den Ionisations-Koeffizienten. Bevorzugtes System derzeit: InGaAs(P)/InP für den Wellenlängenbereich 1,3 1,6 μm. Nachteil des Systems: β και. Für ein gutes Signal/Rausch-Verhältnis ist jedoch β/ας von besonderer Bedeutung.
- R. Trommer (Siemens, München) studierte das Zeitverhalten von InGaAs/InP-Photodioden. Die Dioden wiesen ein Verstärkungs-Bandbreite-Produkt von 15 GHz auf. Um den Einfluß von Substratfehlern auf das Epitaxiewachstum zu reduzieren, kann man dünne Übergitterstrukturen mit anderer Gitterkonstante als der Substratkristall aufwachsen lassen (Strained Layer Superlattices SLS).
- R.L. Dawson (Sandia National Laboratories, Albuquerque, U.S.A.) fertigte Doppelheterostruktur-ph-Dioden mit alternirenden, 12 nm dicken GaAs/In $_{0,2}^{\rm Ga}$  $_{0,8}^{\rm As-Schichten}$ . Detektoren zeigten bei 10 V-Sperrspannung 70% inneren Quantenausbeute ( $\lambda$  = 1,02 ,um).

## Weitere ausgewählte Vorträge

Kristallographisch interessant ist das selektive Wachstum von n-GaAs (AsCl $_3$ /Ga/H $_2$ -Effer-Verfahren) auf SiO $_2$ -bedeckten (100) orientierten GaAs-Substraten mit freigeätzten Stegen der Breite 1 - 8 um. Die gewachsenen Strukturen (Seitenfläche (110), Dachflächen (111)) lassen sich als optische Wellenleiter mit geringen Verlusten einsetzen (1,3 dBcm $^{-1}$ ) (N. Vodjdani et al. (LEP, Limeil-Bravannes).

R.M. Capella et al. (CNET, Bagneux), verbesserte die Flüssigphasenepitaxie zur Herstellung dünner InGaAsP-Schichten. Schichtdichten von 7 nm und Grenzflächenbreiten von 2 nm konnten mittels Schiebetiegeltechnik mit Stepmotor (50 ms minimale Verweilzeit) hergestellt werden.

Die ersten mittels metallorganischer Adduktepitaxie hergestellten InGaAsP/InP-Laserstrukturen ( $J_{th}$  = 3,7 KA/cm<sup>2</sup>) wurden von <u>E.A.D. White</u> (British Telecom, UK) vorgestellt.

<u>P.M. Petroff</u> (AT & T Bell Labs, Murray Hill, U.S.A.) gab eine schöne Übersicht zu Charakterisierungsverfahren von Übergitterstrukturen. Besonders wichtige Methoden sind TEM (auch Dunkelfeld-TEM), Transmissionselektronendiffraktometrie (TED) sowie Rutherford Rückstreuung (RBS). Dunkelfeld-TEM läßt eine Bestimmung  $\Delta x/x \le 2 \cdot 10^{-3}$  zu bei einer räumlichen Auflösung von 0,5 nm.

Berichterstatter: Klaus-Werner Benz

Sekretariat: Hella Preuninger

Druck: Rauscher Nachf., Freiburg

Überweisungsau	ftrag an		
- Empfänger (genaue Anschrift)		Bankleitzahl —	
	für Kristallwachstum		
und Kristallzüchtung		700 700 10	
— Konto-Nr. des Empfängers — bei (Ban	k usw.) - oder ein anderes Konto des Empfängers *		
16/10419	Deutsche Bank München	DM -	
Verwendungszweck (nur für Empfänger)		DM .	
Jahresbeitrag 19 .			
Konto-Nr. des Auftraggebers — Auftragg	eber -		
Soll die Überweisung auf ein anderes Konto ausgeschlossen sein, so sind die Worte "oder ein anderes Konto			
des Empfängers" zu streichen.	Datum	Unterschrift	
	Datum	Onterscrim	
	für Kristallwachstum	Bankleitzahl —	
und Kristallzüchtung		700 700 10	
	k usw.) - oder ein anderes Konto des Empfängers *	)	
16/10419  Verwendungszweck (nur für Empfänger)	Deutsche Bank München	DM	
Jahresbeitrag 19 .  - Konto-Nr. des Auftraggebers - Auftragg			
Einzahlungsbeleg	Bescheinigung zur Gelte Werbungskosten:	ndmachung von	
Deutsche Gesell- schaft für Kristall- wachstum und Kristallzüchtung  Deutsche Bank München 16/10419	Wir bestätigen hiermit, daß uns der oben genannte Betrag als Beitrag und Spende zugewendet wurde, daß wir gem. Bescheinigung des Finanzamts Köln (StNr.: 214/321/Ahl 59 - Ap St 6) ausschließlich und unmittelbar gemeinnützigen Zwecken dienen und daß wir den uns zugewendeten Betrag ausschließlich zu den satzungsmäßigen und unmittelbar gemeinnützigen Zwecken ver-		
	wenden. DEUTSCHE GESELLSCHAFT F	fin Knistallwachs	

TUM UND KRISTALLZÜCHTUNG E.V.

tätig und noch nicht Mitglied der Deutschen Gesellschaft für Kristallwachstum und Kristallzüchtung (DGKK) Wenn Sie auf dem Gebiet des Kristallwachstums, der Kristallzüchtung, -charakterisierung und -anwendung sind, so treffen Sie eine wichtige Entscheidung und

# werden Sie Mitglied der DGKK!

Sie sind willkommen in einem Kreis von über 300 Fachkollegen, die einer Gesellschaft angehören, deren

- Forschung, Lehre und Technologie auf dem Gebiet von Kristallwachstum und Kristallzüchtung zu fördern,
- über entsprechende Arbeiten und Ergebnisse durch Tagungen und Mitteilungen zu informieren,
- wissenschaftliche Kontakte unter den Mitgliedern und die Beziehungen zu anderen wissenschaftlichen Gesellschaften zu fördern, sowie
- die Interessen ihrer Mitglieder auf nationaler und internationaler Ebene im Sinne der Gemeinnützigkeit zu fördern.

Damit kann die Gesellschaft zu einer wesentlichen Unterstützung Ihrer beruflichen Aktivitäten beitragen. Zögern Sie daher nicht und senden Sie noch heute das ausgefüllte Anmeldeformular ab!

(Jahresbeitrag DM 20,-, für Studenten DM 10,-)

DGKK-Schriftführer
Dr. Roland Diehl
Fraunhofer-Institut für
Angewandte Festkörperphysik
Eckerstraße 4
D-7800 Freiburg

# Antrag auf Mitgliedschaft

Ich (Wir) beantra	ge(n) hiermit die Mitgliedschaf	t in der Deutschen				
Gesellschaft für	Kristallwachstum und Kristallzü	ichtung e.V. (DGKK).				
Art der Mitglieds	$\sim$	nes Mitglied				
Gewünschter Beginn der Mitgliedschaft:						
Dienstanschrift:	(Name)	(Titel, Beruf)				
(*)	(Firma, Institut, etc.)					
	(Straße, Haus-Nr.)					
	(Pjz., Ort)	(Tel.)				
Privatanschrift:						
O*)	(Plz., Ort)					
Meine (Unsere) wissenschaftlichen Interessen- und Erfahrungsgebiete sind:						
	, den					

<sup>\*)</sup> bitte unbedingt ankreuzen, unter welcher Anschrift der Schriftwechsel geführt werden soll.