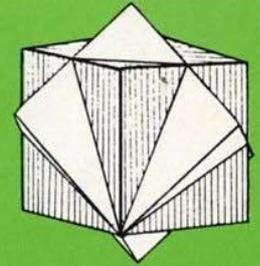
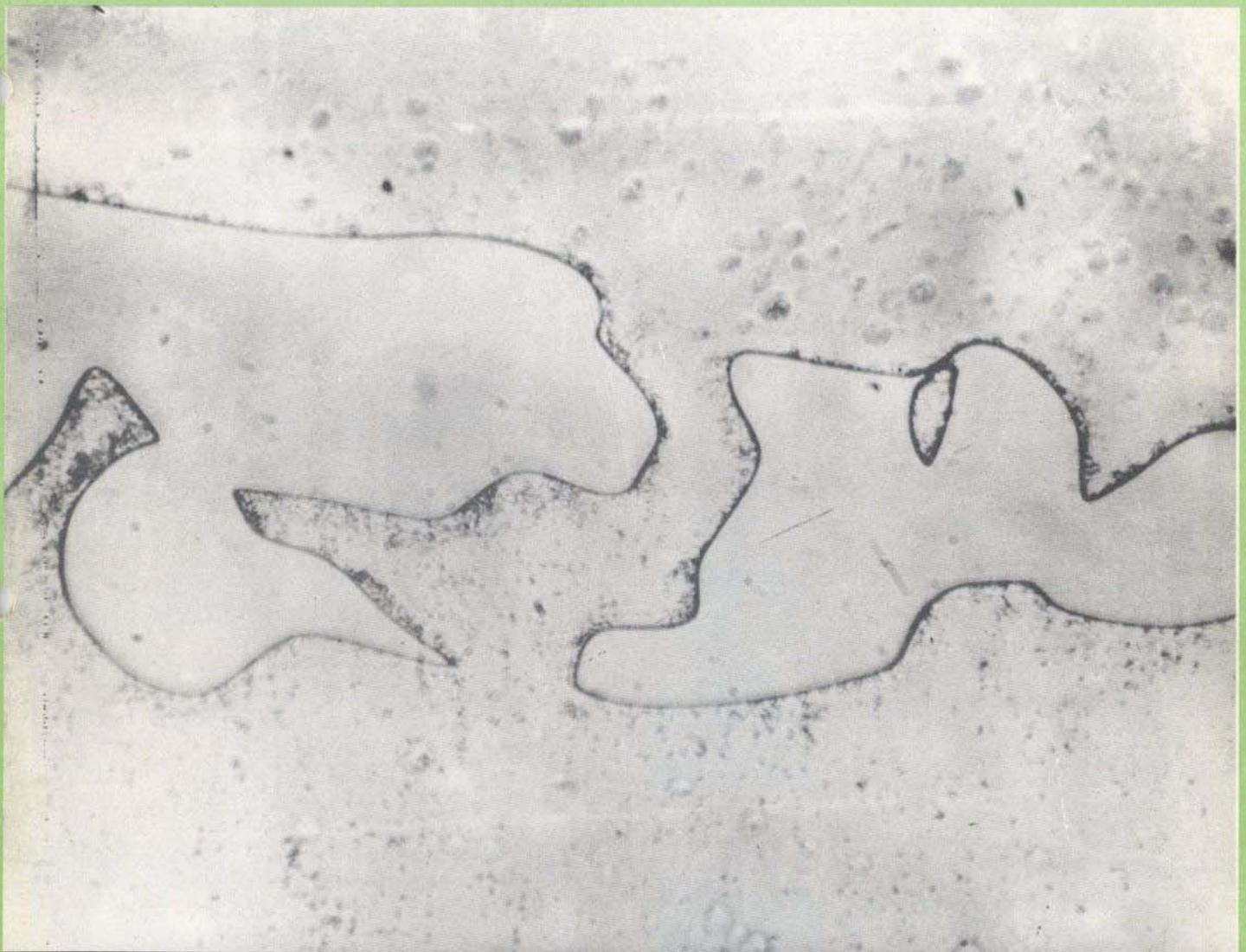


Mitteilungsblatt  
Nr. 42 / Oktober 1985



Deutsche Gesellschaft  
für Kristallwachstum und  
Kristallzüchtung e.V.



| Inhalt                                  |    |
|---|----|
| Mitteilungen des DGKK                   | 1  |
| Kristallzüchtung Dt. Museum             | 5  |
| Andere Gesellschaften                   | 8  |
| Große Li NbO <sub>3</sub> -Einkristalle | 10 |
| Schmunzelecke                           | 15 |
| Stellenangebot                          | 15 |
| Kristallwachstum in Braunschweig        | 15 |
| Tagungskalender                         | 23 |
| Neue Bücher                             | 25 |
| Tagungsberichte                         | 26 |

Titelbild: Domänen in einer  $\text{LiNbO}_3$ -Einkristallscheibe (s.S. 10)

## Vorstand der DGKK

### 1. 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  
Valvo-Unternehmensbereich Bauelemente der  
Philips GmbH, Abt. Integrierte Techniken 1,  
Burchardstr. 19, 2000 Hamburg 1  
Tel. 040/3296-0

## "Chairman's Corner"

Liebe Mitglieder,

habemus papam - ein neuer Vorsitzender wurde gewählt. Unsere Satzung begrenzt die mögliche Amtszeit des Vorsitzenden auf 4 Jahre, und dies ist gut so. Eine Gesellschaft ist nur dann lebendig, wenn neue Ideen und Ziele ihre Chancen haben. Begeisterung und Elan nützen sich im Lauf der Zeit ab; auch ich muß gestehen, daß ich Erleichterung empfinde, dieses Amt jetzt weitergeben zu können. Was wir in den vergangenen 4 Jahren erreichen konnten und was nicht, darüber wollen wir im nächsten Mitteilungsblatt Rechenschaft geben.

Ich danke Ihnen für das Vertrauen, das Sie in mich gesetzt haben und wünsche Herrn Benz und seiner Vorstandsmann(frau)-schaft viel Geduld, Ausdauer, Ideen, Glück und Erfolg!

Mit freundlichen Grüßen

Ihr

Herbert Jacob

## MITTEILUNGEN DER DGKK

### Der neue Vorstand stellt sich vor

Vorsitzender:

Dr. Klaus Werner Benz, geb. 1938 in Berlin, Privat-Dozent; Studium der Physik an der Universität Stuttgart, danach Mitarbeiter am Forschungsinstitut des FTZ in Darmstadt (Halbleitertechnologie, Halbleiterlaser); Rückkehr nach Stuttgart, 1970 Promotion über verzögerte Fluoreszenz von Naphtalin und Naphtalin-Mischkristallen, Aufbau und Leitung des Halbleiter-Kristalllabors des Phys. Instituts der Univ. Stuttgart; 1982 Habilitation im Fachbereich Elektrotechnik der Univ. Duisburg auf dem Fachgebiet Halbleitertechnologie.



### Stellvertretender Vorsitzender:



Dr. Ulrich Wiese, geb. 1938 in Breslau, Abteilungsleiter; Studium der Chemie in Münster, 1969 Promotion über Pt- und Pd-Halogenide; 1970 - 1985 in der Seltenmetallanlage der Preussag AG nahe Goslar mit der Reinstoffherstellung von NE-Metallen befaßt; seit 1985 bei der Wacker-Chemitronic GmbH Leiter der Entwicklung und Produktion von III/V-Halbleiterkristallen.

### Schriftführer:



Dr. Achim Eyer, geb. 1946 in Heidelberg, wissenschaftlicher Mitarbeiter, Studium der Physik in Freiburg, 1979 Promotion über Kristallzüchtung von Silizium unter Mikrogravitationsbedingungen, seit 1985 im Fraunhofer-Institut für Solare Energiesysteme, wo er sich mit der Herstellung von Silizium-Substraten für Solarzellen befaßt.

## 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 Kristallzuchtungsaktivitäten
  - Apparaturen, Ersatzteile
  - Computerprogramme
  - Kniffe und Tips
- Dr. Klaus Werner Benz, Tel. 0711/685-5110
- Tagungsberichte,
  - Übersichtsartikel
  - Buchankündigungen, Buchbesprechungen.
- Schlußredaktion und Drucklegung durch den Schriftführer.

## Schatzmeister:



Dr. German Müller-Vogt, geb. 1943 in Ludwigshafen, Laborleiter; Studium der Physik in Aachen und Karlsruhe, 1970 Promotion über magnetische Eigenschaften von Selten-Erd-Verbindungen; danach Aufbau und Leitung des Kristall- und Materiallabors in Karlsruhe. Arbeitsschwerpunkte: Herstellung von supraleitenden, halbleitenden und magnetischen Materialien; Kristallwachstumsmechanismen in Hochtemperaturschmelzlösungen und bei der Gasphasenzüchtung; Kristallcharakterisierung durch AAS und Röntgentopographie.

## Beisitzer:



Dipl.-Min. Cornelia Sussieck-Fornefeld, geb. 1951 in Hagen/Westf., Lehrerin; Studium der Mineralogie in Bochum und Köln, 1976 Diplom mit Arbeit über Phasenbeziehungen im System  $MgO-SiO_2-H_2O$ ; Staatsexamina für Lehramt an der Realschule für Chemie und Geographie; 1979 - 1984 Lehrerin an der Aufbaurealschule in Bochum, derzeit beurlaubt zur Promotion an der Univ. Heidelberg im Fach Kristallographie.



Dr. Georg Müller, Jahrgang 1941, Akad. Oberrat; Studium der Physik in Erlangen/Nürnberg, Promotion über optische und elektrische Spektroskopie in ZnO-Kristallen. Ab 1974 wiss. Assistent am Institut für Werkstoffwissenschaften in Erlangen, Aufbau und Leitung eines Kristalllabors. Laufende Forschungsarbeiten: Entstehung von Inhomogenitäten in Halbleiterkristallen im Zusammenhang mit hydrodynamischen Vorgängen bei der Kristallzüchtung.



Dr. Roland Diehl, Jahrgang 1944, Abteilungsleiter; Studium der Mineralogie/Kristallographie in Giessen und Heidelberg, 1972 Promotion über Züchtung, Struktur und physikalische Eigenschaften von  $\gamma-In_2S_3$  in Freiburg; seit 1973 am Fraunhofer-Institut für Angewandte Festkörperphysik in Freiburg als Werkstoffwissenschaftler tätig; seit 1985 zuständig für den Bereich Lithographie in der Halbleitertechnologie von GaAs

## DGKK - Jahrestagung 1986

## DGKK - Fachsymposium 1986

Fachsymposium und Jahrestagung 1986 der DGKK werden terminlich zusammengelegt. Beide Veranstaltungen finden in Erlangen statt:

17. und 18. März: Fachsymposium

"Herstellung von massiven III/V-Halbleiterkristallen"

18. bis 20. März:

Jahrestagung mit Mitgliederversammlung

Die Doppelveranstaltung wird organisiert von

Dr. Georg Müller, Institut für Werkstoffwissenschaften VI der Universität Erlangen-Nürnberg, Martensstr. 7, 8520 Erlangen, Tel. 09131/85-7636

Das 1. Zirkular liegt diesem Mitteilungsblatt bei. Das Fachsymposium wird von der Firma Siemens AG gesponsort. Es besteht Gelegenheit, das Siemens Forschungslabor Erlangen und das Institut für Werkstoffwissenschaften der Universität Erlangen-Nürnberg zu besichtigen. Während der Gesamtdauer der Veranstaltung werden Geräte für die Kristallzüchtung ausgestellt. Einzelheiten sind dem 2. Zirkular zu entnehmen, das Ende Januar 1986 zum Versand kommen wird. Alle DGKK-Mitglieder und Interessierte an Fragen des Kristallwachstums und der Kristallzüchtung sind herzlich nach Erlangen eingeladen.

## Mitgliederübersicht

Durch Austritt und Ausschluß hat die DGKK 8 Mitglieder verloren. Dem steht ein Zuwachs an 14 neuen Mitgliedern gegenüber, so daß die Mitgliederzahl der Gesellschaft derzeit einen Stand von 341 aufweist. Als neue Mitglieder begrüßen wir:

Bantien, Frank, Dipl.-Phys.

Max-Planck-Institut für Festkörperforschung  
Heisenbergstr. 1, 7000 Stuttgart 80  
0711/680-499

LPE von III/V-Halbleitern und deren optische Charakterisierung

Fiorentini, Erna, Studentin  
Mineralogisches Institut der Universität  
Poppelsdorfer Schloß, 5300 Bonn 1  
0228/73-0

Einkristallzüchtung, Kristallcharakterisierung

---

Giester, Gerald, Magister  
Institut für Mineralogie und Kristallographie der Univ.  
Dr. Karl Luegerring 1, A-1014 Wien  
Carbonatsynthesen

---

Glasow, Peter, Dipl.-Phys.  
Siemens AG, ZT ZFE AMF 3  
Paul-Gossen-Str. 100, 8520 Erlangen  
09131/73-1225

Hochreines Germanium, III/V-Kristallzüchtung,  
Kristallcharakterisierung

---

Hellermann, Benno, Student  
Universität Osnabrück  
Barbara-Str. 7, 4500 Osnabrück  
0541/608-2608

Czochralski-Verfahren; oxidische Kristalle,  
spez.  $\text{KNbO}_3$ ,  $\text{LiNbO}_3$ ; Alkalihalogenide

---

Höch, Andreas, Dr., Dipl.-Phys.  
Preussag AG Metall-Seltenmetallanlage  
3394 Langelshelm  
05321/71-1680

Kristallzüchtung von II/VI- und III/V-Verbindungshalbleitern,  
Züchtung von Oxid- und Ionenkristallen; Neutronenstreuung

---

Hüben-Richert, Werner, Dipl.-Chem.  
Institut für Anorganische Chemie der Universität, FB8  
Universitätsstr. 5-7, 4300 Essen 1  
0201/183-2398

Einkristallzüchtung inkongruent schmelzender Systeme;  
Impedanzspektroskopie, DTA, DMC

---

Munser, Norbert, Dipl.-Ing.  
Elektro-Chemie Ibbenbüren,  
Postfach 1262, 4530 Ibbenbüren  
05459/50-181

Züchtung von  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ -Einkristallen

---

Schäfer, Otto, Lehrer  
Gewerbliche Schulen Müllheim  
Nußbaumallee 6, 7840 Müllheim  
07631/2471

Kristallwachstum aus wäßrigen Lösungen,  
Mechanismus der Trachtumwandlung

---

Schön, Günter, Prof. Dr., Dipl.-Chem.  
Institut für Anorganische Chemie der Univ., FB8  
Universitätsstr. 5-7, 4300 Essen 1  
0201/183-3154

Festkörperchemie; Züchtung von Ionenkristallen;  
dielektrische Spektroskopie

---

Schwirtlich, Ingo, Dr., Dipl.-Phys.  
Bayer AG, AC-F  
Rheinuferstr. 6-9, R 86, 4150 Krefeld 11  
02151/88-7268

Kristallisation von Silizium

---

Tuffentsamer, Walter, Dipl.-Ing. (FH)  
Kristalllabor-Physikal. Inst. Teil 3 der Universität  
Pfaffenwaldring 57, 7000 Stuttgart 80  
0711/685-4692

Technologie des Zonenschmelzens und der Kristallzüchtung  
organischer Verbindungen, Herstellung extrem reiner  
Substanzen für die Kristallzüchtung

---

Wagner, Herbert, Dr., Dipl.-Phys.  
Preussag AG Metall-Seltenmetallanlage  
3394 Langelshelm  
05321/71-1679

Kristallzüchtung von Verbindungshalbleitern  
und Oxiden, Reinigung von Metallen

---

### Neues Mitgliederverzeichnis

Als Folge des starken Anstiegs der DGKK-Mitgliederzahl und aufgrund eingetretener Veränderungen in der beruflichen Situation zahlreicher Mitglieder hat der Vorstand ein neues Mitgliederverzeichnis mit Stand vom 01. Sept. 1985 aufgelegt. Das Verzeichnis enthält auch die derzeit gültige Satzung der DGKK. Es liegt diesem Mitteilungsblatt bei.

Der Vorstand ist sich bewußt, daß ein neues Mitgliederverzeichnis am Tage seines Erscheinens bereits wieder veraltet ist. Er bittet um Nachsicht für unkorrekte Eintragungen. Weiterhin ergeht an jedes Mitglied die Bitte, "seine" Eintragung auf Richtigkeit zu überprüfen und eventuell entdeckte Fehler dem Schriftführer mitzuteilen.

## Veränderungen

Dr. Ladislav Bohatý hat nach seiner Habilitation die Stelle eines Akademischen Rats übernommen. An seiner neuen Wirkungsstätte im Mineralogisch-Petrographischen Institut der Universität zu Köln beschäftigt er sich mit der Züchtung und der plastischen Deformation von organischen Kristallen. Darüber hinaus betreut er das Mineralogische Museum.

Dipl.-Phys. Dr. Achim Eyer ist jetzt wissenschaftlicher Mitarbeiter am Fraunhofer-Institut für Solare Energiesysteme, Oltmannsstr. 22, 7800 Freiburg, 0761/40164-56, wo er sich mit der Herstellung von Silizium-Substraten für Solarzellen beschäftigt.

Dr.-Ing. Cord Gessert ist innerhalb des Wacker-Konzerns von der Heliotronic zur Chemitronic, Postfach 1140, 8263 Burghausen, 08677/83-2486 gewechselt. Sein neues Aufgabengebiet ist die Züchtung von III/V-Halbleiterkristallen.

Dipl.-Min. Dr. Nikolaus Herres hat sich nach seiner Promotion dem Fraunhofer-Institut für Angewandte Festkörperphysik, Eckerstr. 4, 7800 Freiburg, 0761/2714-299(285) angeschlossen. Er wird sich zukünftig mit der Charakterisierung von Einkristallen und epitaktischen Filmen mit Röntgenmethoden beschäftigen.

Stud. rer. nat. Christine Nacke hat geheiratet und heißt jetzt Christine Nacke-Meier.

Neue Adresse: Schillerstr. 6, 7734 Brigachtal,  
Tel. 07721/27680

Die DGKK wünscht Glück im neuen Familienstand.

Dipl.-Min. Isolde Reis hat nach Ablegen ihres Diploms an der Universität Freiburg im Fraunhofer-Institut für Solare Energiesysteme, Oltmannsstr. 22, 7800 Freiburg, Tel. 0761/40164-61, eine neue Tätigkeit aufgenommen: Untersuchung zur Rekristallisation von Silizium.

Prof. Hans Joerg Scheel ist zur Ferrofluidics Corp., 40 Simon Street, Nashua N.H. 03061, U.S.A., gegangen und befaßt sich dort mit der Züchtung von III/V-Einkristallen.

Prof. Dr. Dietrich Schliephake ist umgezogen. Seine neue Anschrift: An der Zickeburg 17, 5340 Bad Honnef/Rhein, Tel. 02224/3024.

Prof. Dr. Eckhard Tillmanns hat einen Ruf an die Universität Würzburg angenommen. Er ist jetzt tätig am Mineralogischen Institut der Universität, Am Hubland, 8700 Würzburg, Tel. 0931/888-423

Dipl.-Chem. Dr. Ulrich Wiese hat bei der Wacker-Chemitronic GmbH, Postfach 1140, 8263 Burghausen, Tel. 08677/83-4172, die Leitung der Verfahrensentwicklung für die Produktion von III/V-Verbindungshalbleiterkristallen übernommen.

Die DGKK wünscht allen Genannten alles Gute und viel Erfolg in ihrer neuen Umgebung. Mit diesem Wunsch verbindet sie einen weiteren an alle Mitglieder: Bitte teilen Sie Änderungen Ihrer beruflichen Situation umgehend dem Schriftführer mit.

## DGKK-Mediothek

Auf dem Gebiet der kristallinen Materie im weitesten Sinne existieren heute bereits ungeahnt viele audiovisuelle Medien. Die meisten jedoch sind nur einer kleinen Gruppe von Interessierten bekannt und noch viel weniger zugänglich.

Die DGKK möchte diejenigen Medien zentral sammeln, die sich mit der Kristallzüchtung und dem Aufbau der kristallinen Materie beschäftigen, um sie allgemeiner zugänglich zu machen. Daher möchte ich an dieser Stelle alle Mitglieder auffordern, der im Aufbau befindlichen DGKK-Mediothek Filme, Videos, Dias und Folien zur Verfügung zu stellen.

Themenbeispiele:

- Wachstum von Kristallen (mikroskopisch und makroskopisch)
- Funktion und Aufbau von Ziehanlagen
- Verhalten von Kristallen bei verschiedenen physikalischen Bedingungen
- Verhalten von Lösungen und Schmelzen
- Historische Kristallzüchtung
- Kristallzüchtung im Weltraum
- Übersichten über züchtungsfähige Substanzen.

Die audiovisuellen Medien gehen in den Besitz der DGKK über. Soweit Sie uns keine Kopien schicken können, wird die Gesellschaft selbst Kopien anfertigen. Die Medien werden an die Mitglieder der DGKK und andere Interessierte kostenlos ausgeliehen. Eine Aufstellung des vorhandenen Demonstrationmaterials wird jeweils im Mitteilungsblatt erscheinen.

Aufmerksam machen möchte ich noch auf das Institut für den Wissenschaftlichen Film (IWF) in Göttingen, das Filme aus Physik, Chemie und Technik verleiht, darunter auch einige aus dem Gebiet des Kristallwachstums. Informationen darüber können beim IWF selbst oder bei mir bezogen werden.

Die Mediothek soll ein Spiegelbild der Kristallzüchtungsaktivitäten in der DGKK werden, daher ist eine rege Teilnahme von Ihnen unbedingt notwendig. Mit dieser Einrichtung bekommt die Gesellschaft u.a. auch eine Möglichkeit, das Thema "Kristalle", das inzwischen einen bedeutenden Teil des allgemeinen Lebens berührt, öffentlich zu machen.

Bitte schicken Sie Ihre Filme, Videos, Dias und Folien oder auch weiterführende Informationen an:

Cornelia Sussieck-Fornefeld  
Im Neuenheimerfeld 236, 6900 Heidelberg  
Tel. 06221-562805



# Kristallzüchtung

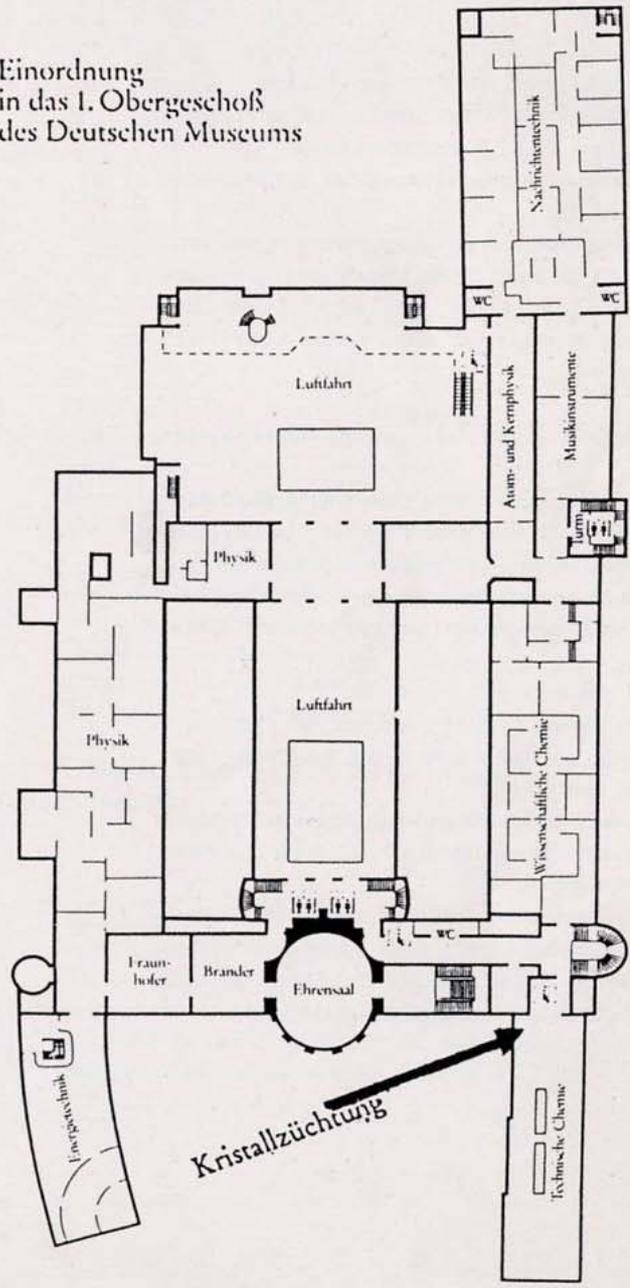

**Deutsches Museum**  
 VON MEISTERWERKEN DER NATURWISSENSCHAFT UND TECHNIK

Einordnung  
in das 1. Obergeschoß  
des Deutschen Museums

Unsere seit vielen Jahren verfolgte Idee einer Ausstellung über Kristallzüchtung im Deutschen Museum nimmt immer mehr Gestalt an. In der letzten Sitzung des Beirats, dem die DGKK-Mitglieder Grabmaier, Jacob, Müller, v. Philipsborn und Zulehner angehören, konnte mit den Vertretern des Deutschen Museums und der mit der Ausgestaltung beauftragten Firma der Basisplan festgelegt werden.

- Er sieht folgende Termine vor:
  - Beginn der Detailplanung: Oktober 85
  - Mittelbeschaffung: 1985/86
  - Inhaltserarbeitung fertig bis Ende Januar 86
  - Eröffnung der Ausstellung: 7. Mai 1987
- Dieser Basisplan wird in gedruckter Form erscheinen und den Spenderfirmen im November zugesandt werden. Er beschreibt die Ausstellung wie folgt:

Ort der Ausstellung:  
1. Obergeschoß des Deutschen Museums München



Inhalt der Ausstellung:

(Zu den Nummern vgl. Lageplan der Vitrinen bzw. Objekte weiter unten, der Besucher betritt den Raum von der rechten Seite, die Orientierungstafel gibt einen Überblick über den Gesamteinhalt der Abteilung >>Technische Chemie<<.

1. Ein etwa 2 m hohes Struktur-Morphologie-Modell eines Quarz-Kristalls, das im Innern den atomaren Aufbau erkennen läßt, soll den Besucher schon beim Betreten der Abteilung >>Technische Chemie<< anziehen. Dieses Modell soll daher vor dem Bereich >>Kristallausstellung<< etwa in der Achse des Saaleingangs stehen.

Dazu wird ein natürlicher Quarzkristall gezeigt. Als zusätzlicher Blickfang wird ein spiegelnder, beleuchteter Siliziumpolyeder an der Decke befestigt, der sich dreht.

2. 10fach vergrößertes Modell einer elektronischen Armbanduhr mit digitaler LED-Anzeige und Analoganzeige

Aussage:

- Diese Uhr enthält 4 verschiedene Einkristalle (>>Jeder trägt Einkristalle mit sich herum<<)
- Silizium: Hinweis auf einen daneben stehenden Einkristall von ca. 20 cm Ø und 100 cm Länge
- Quarz: Hinweis auf einen angebrachten synthetischen Quarz(ca 10x10 cm)
- Galliumarsenid: Hinweis auf einen bootgezogenen Einkristall(ca. 7 cm Ø und 30 cm Länge)
- Korund:(Saphir-Deck-"Glas" und Lager-"Steine" der Analoganzeige). Hinweis auf einen Korund-Einkristall (7cm Ø, 20 cm lang).

3. >>Was ist ein Einkristall, welche Eigenschaften hat er?<<

3.1 Gegenüberstellung >>natürlicher Kristall<<->>Raumgitter<< Unter einem Mikroskop kann ein Diamant-Oktaeder betrachtet werden. Ein daneben angeordnetes Plexiglasmodell zeigt denselben Oktaeder, im Innern des Modells ist mit dem Raumgitter der atomare Aufbau dargestellt.

Daraus folgt die Aussage:

>>Regelmäßige äußere Gestalt (Konstanz der Flächenwinkel) durch regelmäßige Anordnung der Bausteine (Atome, Moleküle) bedingt<<.

3.2 Die >>Symmetrie<< wird an beweglichen Gittermodellen demonstriert: Spiegelebene, 2,3,4,6-zählige Achsen, Symmetriezentrum.

3.3 >>Die Wachstumsgeschwindigkeit verschiedener Flächen ist ungleich, sonst gäbe es kugelförmige Kristalle. Verschiedene Flächen unterscheiden sich durch den Abstand der Atome im Kristallgitter längs ihrer Normalen.<<

Zur dreidimensionalen Darstellung der Wirkung unterschiedlicher Wachstumsgeschwindigkeit ist ein Bildschirmgerät mit vom Betrachter abrufbaren Programmen vorgesehen. Unterschiedlicher Atomabstand wird am Kristallgittermodell gezeigt.

3.4 >>Auch beim Abtragen (Ätzen) werden verschiedene Flächen ungleich angegriffen<<. Dies wird an einem Siliziumkristall demonstriert (Raumbedarf einer Kugel von 10 cm Ø entsprechend) mit unterschiedlichen Ätzstrukturen auf den Flächen des Würfels, Oktaeders und Rhombendodekaeders.

3.5 >>Kristalle lassen sich oft in einer bestimmten Richtung bevorzugt spalten, Glas niemals<<.

Gezeigt wird ein Calcit-Einkristall (ca. 10x10 cm) und davor, unter einem Hammer-Symbol, eine Handvoll gleichförmiger kleiner Calcit-Kristalle. Daneben das Analogbeispiel mit Glas.

3.6 >>Anisotropie der Kristalleigenschaften.

Auch sie folgt aus den unterschiedlichen Atomabständen in verschiedenen Richtungen des Kristallgitters<<-Wärmeleitung: Auf eine Kristallplatte (5x5 cm) wird eine heizbare Kupferspitze aufgesetzt. Ein Wachsfilm schmilzt nicht kreisförmig auf.

->>Piezoelektrizität: Elektrische Ladungen werden durch Druck längs einer Kristallachse unsymmetrisch verschoben<<:

An einer Funkenstrecke wird das Auftreten elektrischer Spannung gezeigt. (Raumbedarf ca. 20x20 cm).

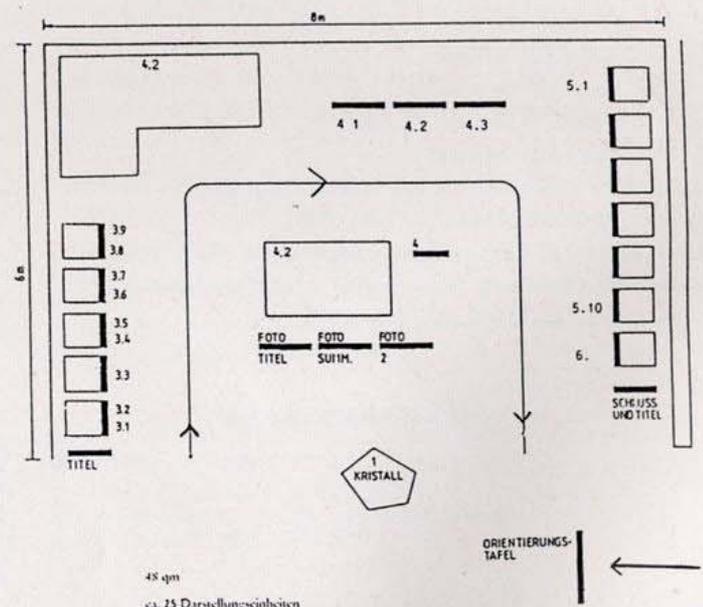
3.7 Beweis des Raumgitters im Kristall durch Beugung der Röntgenstrahlen: Nur Fotografien, Querverweis auf andere Abteilung des Deutschen Museums.

3.8 Idealkristall/Realkristall:

Mit einem Knopfdruck läßt sich ein Stahlkugel-Modell (>>Atomix-Modell,<<ca. 15x15x2 cm) aufschütteln: Die Kugeln ordnen sich in einer dichtesten Packung, aber mit >>Kristallstörungen<< an.

3.9 Unterschied Polykristall/Einkristall:

Am Beispiel einer geätzten Silso-Scheibe (10x10 cm).



#### 4. Kristallzüchtung:

Das Wachstum von Kristallen soll in einem Zeitraffer-Videofilm (Bildplatte) gezeigt werden.

##### 4.1 - Züchtung aus der Lösung

- aus der Schmelze auch Epitaxie
- aus der Gasphase

Diese Methoden werden durch Trick-Schautafeln erläutert.

4.2 Im Innenraum der Ausstellungsfläche und in der linken Ecke werden einige Anlagen in natürlicher Größe gezeigt:

- Czochralski-Anlage (aufgeschnitten, mit Tiegel, evtl. mit Steuerschrank) 2 x 1 m
- III/V-Ziehanlage nach Gremmelmaier 1 x 1 m
- Zonenzieh-Anlage 1 x 1 m
- Horizontale Bridgman-Anlage 2 x 1 m
- Verneuil-Anlage 0,7 x 1 m

##### 4.3 Kristallzüchtung im Weltraum:

Aussagen (jeweils ca. 3 Zeilen):

- Einleitung: Bezug zu >>Spacelab<<-Mission
- Wissenschaftliche Fragestellungen
- Technische Bedeutung in der Zukunft (Raumstation)

Als Exponat hierzu: Apparatur, sowie Kristalle aus der ersten Spacelab-Mission (Raumbedarf ca. 1x1 m).

#### 5. Verwendung von Einkristallen in der Technik

5.1 Silizium-Scheibe (15 cm  $\varnothing$ ) im Mittelpunkt, umgeben von Diode (Gleichrichter), Transistor, Integrierter Schaltkreis, Mikroprozessor.

Wertsteigerung Quarzsand-Silizium

5.2 Germanium: Linse für Infrarot-Technik, IR-Durchlässigkeit demonstrieren

##### 5.3 III/V-Verbindungen

Zusammensetzung

Technisch wichtige Beispiele

Entdeckung durch Welker/Erlangen (hist. Exp.)

Herstellverfahren

Technische Anwendung (Demonstration)

Wirtschaftliche Bedeutung

5.4 Quarz: Demonstration eines Schwingquarzes mit Frequenzzähler

5.5 Lithiumniobat: Kristall 7 cm  $\varnothing$ , 10 cm lang, Scheibe, SAW-Filter mit Durchlässigkeitskurve, Photos zur Anwendung in Fernsehern usw.

##### 5.6 Gadolinium-Gallium-Granat:

Kristall 10 cm  $\varnothing$ , 20 cm lang, Scheibe, Magnetblaspenspeicher (Text, Foto), Demonstration magnetischer Domänen, LISA, Höchstfrequenzbauelemente (evtl. YIG-Kristall)

##### 5.7 Yttrium-Aluminium-Granat,

Yttrium-Aluminium-Perowskit Laserkristalle,

Demonstration des Lasers

##### 5.8 Aluminiumoxid (Korund, >>Saphir<<)

Kristall 7 cm  $\varnothing$ , 20 cm lang, Scheibe als Substrat für >>Silicon on Sapphire<<, optische Anwendungen

##### 5.9 Alkalihalogenide und andere:

Kristalle für optische Anwendungen, Platzbedarf ca. 30x30 cm, Cäsiumjodid, Zinkwolframat für Computertomographie (>>Kristalle im Dienste der Medizin<<) Kaliumdihydrogenphosphat (>>KDP<<) für Laserzwecke

#### 5.10 Metallkristalle

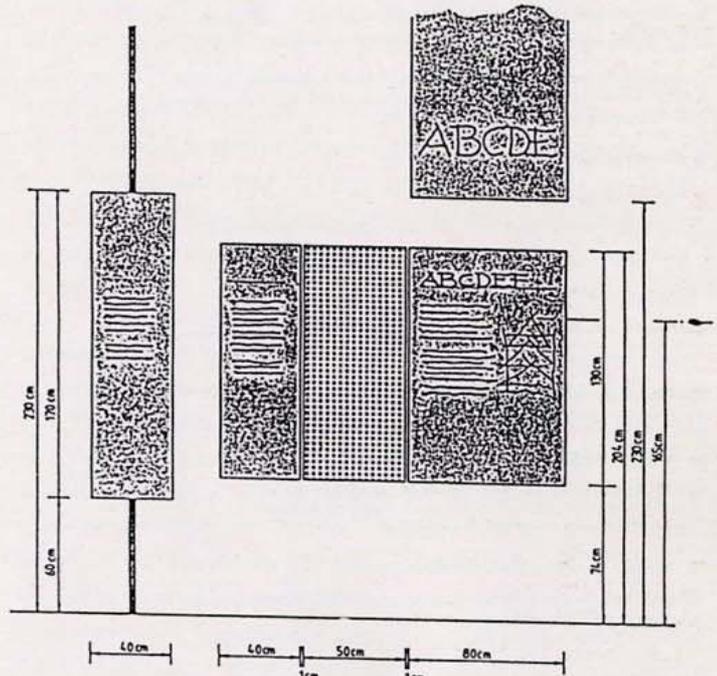
Turbinenschaufeln, Kupfer-Einkristall (Platzbedarf ca. 20x20 cm)

#### 5.11 Schmucksteine

#### 6. Generelle Einteilung der Kristalle

- Leiter (Metalle, Ionenleiter, Halbleiter)
- Dielektrika (Isolatoren, die meisten Oxidkristalle)
- Magnetika (YIG)
- Einkristalle im Maschinenbau

## Gestaltung



Die Ausstellung Kristallzüchtung ist in der Museumsabteilung Technische Chemie eingeordnet. Sie steht am Anfang dieser Abteilung.

Die Gestaltungselemente und also auch die Bauelemente müssen sich denen der übrigen Abteilung Technische Chemie anpassen.

Dort ist alles auf einem 10 cm-Modul aufgebaut.

|                                     | b     | h      |
|-------------------------------------|-------|--------|
| Tafel für Gesamttitel als Blickfang |       |        |
| von oben abgehängt                  | 80 cm | 300 cm |
| Breite Darstellungstafel            | 80 cm | 130 cm |
| Fototafel                           | 50 cm | 130 cm |
| schmale Texttafel                   | 40 cm | 130 cm |
| Sequenztitel, summary etc.          | 40 cm | 170 cm |

Da die Aussagen in verschiedenen Medien inkorporiert sind, bieten sich für die Texte 4 Arten an:

- a) Texte, die Grundinformationen vermitteln
- b) Texte, die Sachverhalte erläutern
- c) Texte, die Objekte beschreiben
- d) Übersichten und Querverweise

Querverweise auf andere Abteilungen im Museum sind besonders wichtig. Für diese Querverweise soll eine bildhafte Form gefunden werden.

Jeder Text sollte von jedem Besucher in seiner Grundaussage bei einmaligem aufmerksamen Lesen verstanden werden können.

Der Text soll mit leichtverständlichen Begriffen und einem allgemein gebräuchlichen Vokabular beginnen.

Zur besseren Verständlichkeit und Wirksamkeit von Texten werden die Texte semantisch optimiert, das heißt:

1. In eine hierarchische Inhaltsabfolge vom Allgemeinen zum Besonderen gebracht. Im Laufe des Lesens soll die Informationsdichte zunehmen.
2. In semantische Einheiten geordnet.
3. Inhaltlich gestaffelt, und die Stafflung wird dabei durch Typografie deutlich gemacht.

## Verweilzeiten

Die Ausstellung Automatisierungstechnik soll einem Besucher den Inhalt gestaffelt anbieten:

A für eine Verweilzeit von etwa 10 Minuten.

Dieser Besucher liest nur Überschriften, einige wenige Textanfänge und betrachtet lediglich einige besonders augenfällige und vergnügliche Objekte.

B für eine Verweilzeit von 30 Minuten.

Dieser Besucher ist fachlich interessiert, aufgeschlossen und bereitwillig zum Lesen. Man muß allerdings davon ausgehen, daß auch er nicht alles Angebotene bis ins Detail annimmt. Der Besucher der Kategorie B ist unsere Hauptzielperson. Für ihn ist der Umfang der Ausstellung und die Menge des Inhalts konzipiert.

Eine Verweilzeit von 30 Minuten bedeutet, daß höchstens 30 Darstellungseinheiten für eine Wahrnehmungszeit von je 1 Minute vorzusehen sind.

Es wird größere Objekte mit komplizierten Inhalten und also mit ausführlichen Erläuterungen geben, die mehr als eine Minute zum Wahrnehmen und Verstehen beanspruchen. Es wird auch Einzelaussagen geben, die nur etwa eine halbe Minute für die Aufnahme durch den Besucher beanspruchen. Wir gehen im Durchschnitt von 1 Minute pro Darstellungseinheit aus.

## Kosten Kristallzüchtung

Eine Ausstellungseinrichtung mit Objekten, Modellen, Schaubildern für insgesamt ca. 25 Darstellungseinheiten verschiedenster Art einschließlich der dazugehörigen Objekterläuterungen wird etwa so viele Kosten verursachen:

|                             | <u>ohne MWST</u> |
|-----------------------------|------------------|
| Inhaltserarbeitung          | DM 6.000,--      |
| Aufbereitung der Exponate   | DM 7.000,--      |
| Demonstrationen und Modelle | DM 10.000,--     |
| Raumausstattung             | ca. DM 45.000,-- |
| Aussageträger               | DM 72.000,--     |
| Aussagendarstellung         | DM 45.000,--     |
| Nebenkosten                 | DM 10.000,--     |

Begleitende und vertiefende Medien (Führer, Kurzführer, etc.) ...

---

DM 195.000,--

Die Kosten müssen durch Spenden gedeckt werden.

## MITTEILUNGEN ANDERER GESELLSCHAFTEN

### AGKr

Im 5. Heft der "Kristallographie-Nachrichten" gibt der AGKr-Vorsitzende F. Liebau einen Bericht über die diesjährige Mitgliederversammlung der Arbeitsgemeinschaft, die am 20. März in Köln stattfand. Dem Bericht ist zu entnehmen, daß die AGKr zum Zeitpunkt der Versammlung 677 Mitglieder hatte. Das Finanzpolster ist stattlich. Anlässlich der nächsten AGKr-Jahrestagung vom 10. bis 12. März 1986 in Giessen kann daher die Erhebung eines Tagungsbeitrages entfallen. Die Jahrestagung 1987 ist für das Frühjahr in Berlin angekündigt. Die Versammlungsteilnehmer diskutierten über geeignete Organisationsformen für die Kristallographengemeinschaft in der Bundesrepublik. Es gibt Bestrebungen nach einer selbständigen Gesellschaft für Kristallographen. Eine Kommission wurde eingesetzt, die detaillierte Vorschläge für eine zukünftige Organisationsform ausarbeiten soll.

Im Anschluß an den Bericht faßt F.A. Schröder seine Eindrücke von der AGKr/DGKK/KKN-Gemeinschaftssitzung in Köln zusammen. Es folgt ein Nachruf auf Masaaki Korekawa, Professor für Kristallographie und Mineralogie der Universität Frankfurt. H. Fueß würdigt die Persönlichkeit und die wissenschaftlichen Leistungen des im Januar 1985 verstorbenen Gelehrten. Am 21.06. fand in Frankfurt ein Kolloquium mit dem Thema "Realbau gesteinsbildender Minerale" zum Gedenken an Prof. Korekawa statt. In Zürich wurde am 24.06. ein Kolloquium zum Gedenken an Prof. Alfred Niggli abgehalten.

In einer ausführlichen Übersicht wird auf diverse wissenschaftliche Veranstaltungen hingewiesen. In der Reihe "Kristallographische Institute in der Bundesrepublik Deutschland" berichtete W.E. Klee über kristallographische Aktivitäten an der Universität Karlsruhe. E.F. Paulus gibt einen Überblick über Arbeiten zur Röntgenstrukturanalyse bei Hoechst. Auf das von der DGKK herausgegebene Verzeichnis '84 über Kristallzüchtung wird hingewiesen. Stellenangebote bilden den Abschluß des Heftes.

### GVC

Die VDI-Gesellschaft für Verfahrenstechnik und Chemieingenieurwesen führt am 05. und 06. Dezember 1985 in Aachen eine Tagung über Membranverfahren in der Umwelttechnik durch. Dabei geht es vorrangig um Prozesse, Anwendungen und Betriebserfahrungen.

Am 11. und 12. März 1986 findet die nächste Sitzung des GVC-Fachausschusses "Kristallisation" in NL-Den Haag statt. Folgender Zeitablauf ist vorgesehen:

Montag, 10. März 1986

abends Anreise  
Übernachtung in Scheveningen (Badhotel)

Dienstag, 11. März 1986

08.30 - 13.15 Fachausschußsitzung in Den Haag  
14.00 - 17.00 Institutsbesichtigung in Delft (Prof. de Jong)  
17.30 - 19.00 Geschäftssitzung (nur für die berufenen Mitglieder)  
ab 19.00 Zwangloses Beisammensein im Kurhaus Scheveningen

Mittwoch, 12. März 1986

08.30 - 12.30 Fachausschußsitzung  
danach Abreise

Interessenten wenden sich bitte an  
Prof. Mersman, VDI-Verfahrenstechnik,  
Postfach 1139, 4000 Düsseldorf 1

## **GFCC**

Die Aprilausgabe des "Bulletin" der Groupe Français de la Croissance Cristalline erschien mit neuem Titelblatt. Sie enthält einen Bericht des neuen GFCC-Sekretärs über die Jahrestagung der Gruppe, die am 14. und 15.03.1985 in Paris stattfand, ebenso einen Bericht über Generalversammlung, die anlässlich der Tagung abgehalten wurde. Dabei wurde das GFCC-Präsidium mit folgendem Ergebnis neu gewählt:

### Präsident:

Prof. Collongues, Ecole Nationale Supérieure de Chimie de Paris, Laboratoire Chimie Appliquée de l'Etat Solide, 11, rue Pierre et Marie Curie, F-75231 Paris Cedex 5

### Sekretär:

Jean-Jaques Métois, Centre de Recherche des Mécanismes de la Croissance Cristalline, Campus de Luminy, Case 913, F-13288 Marseille Cedex 9

### Schatzmeister:

Joseph Gastaldi, Centre de Recherche des Mécanismes de la Croissance Cristalline, Campus de Luminy, Case 913, F-13288 Marseille Cedex 9

A. Esterle von Centre National d'Etudes Spatiales (CNES) gibt einen Überblick über die Resultate der französischen SPACELAB 1-Experimente und die weitere Politik zur Durchführung von Experimenten unter Mikrogravitationsbedingungen. Es folgen ausführliche Hinweise auf bevorstehende Tagungen, ein Bericht über die Arbeiten des "Laboratoire de Physique des Interactions Photons Matière" in Marseille, ein Hinweis auf das Verzeichnis '84 über Kristallzüchtung der DGKK und eine Auflistung der wissenschaftlichen Komitees der GFCC. Danach untergliedert sich die GFCC in die folgenden Komitees "Charakterisierung" (Mme F. Lafauchaux, Paris), "Oberflächen und Grenzflächen" (J. Derrien, Grenoble), "Transportphänomene beim Kristallwachstum" (J.J. Vavie, Grenoble), "Keimbildung und kleine Partikel" (C. Henry, Marseille), "Züchtung aus der Gasphase" (G. Vacquier, Marseille), "Molekularstrahlenepitaxie" (F. Arnaud d'Avitaya, Meylan),

"Züchtung aus der Schmelzlösung" (G. Bougnot, Montpellier), "Züchtung hochschmelzender Kristalle" (Mme A.M. Lejus, Paris), "Lösungszüchtung und industrielle Kristallisation" (R. Boistelle, Marseille), "Dokumentation" (J.C. Ribet, Montpellier) und "Wachstum biologischer Makromoleküle" (R. Giège, Strasbourg). Komplette Adressen und Telefonnummern der Vorsitzenden liegen dem Schriftführer vor.

Die Juli-Ausgabe des "Bulletin" mit der Ankündigung der GFCC-Jahrestagung 1986, die für den 06. und 07.03. in Marseille geplant ist. Allgemeine Sitzungen sind vorgesehen über Quasi-Kristalle, Transportphänomene bei der Gasphasenzüchtung, Übergang amorph - mikrokristallin, Kristallbildung der Makromoleküle und Züchtung in flüssiger Phase, daneben Spezialsitzungen über "Ellipsometrie und optische Charakterisierung, angewandt auf das Kristallwachstum", "Keimbildung und Wachstum kleiner Metallpartikel" sowie "Synchrotronstrahlung und Kristallzüchtung". Daneben wird es eine Postersitzung geben.

Diesem Hinweis schließen sich Tagungsberichte über das 3. Europäische Seminar über MBE in Aussois (18.-20.03.85), die 71. Europäische Konferenz über Festkörperoberflächen in Aix-en-Provence (01.-04.04.85) und die darin enthaltene Sitzung zu Ehren von Prof. J. Friedel, das erste Atelier über die Kristallisation biologischer Makromoleküle in Marseille (Dezember 1984) und den 3. FICH-Workshop über Wissenschaft und Technologie magnetischer Materialien in Courmayeur (16.-18.04.85) an. Anschließend wird FICH-4 über "Chemie, Physik und Technologie von amorphen, nano- und mikrokristallinen Materialien" (30.09.-02.10.85 in Zürich) angekündigt. Es folgt ein Beitrag von J. Gastaldi über die Planungen und zukünftigen Arbeitsmöglichkeiten am europäischen Elektronenstrahlsynchrotron in Grenoble. Jiang Yan-Dao, Professor am Institut für Physik der chinesischen Akademie der Wissenschaften in Peking, berichtet über Organisation und Arbeitsgebiete des Instituts und geht anschließend speziell auf kristallographische und kristallzüchterische Arbeiten ein. Den Abschluß des Heftes bildet eine Kurzbesprechung der vom Springer-Verlag in drei Bänden herausgegebenen russischen "Modern Crystallography" (Bd. 1: Symmetry of Crystals von B.K. Vainshtein (1981), Bd. 2: Structure of Crystals von B.K. Vainshtein, V.M. Fridkin und V.L. Indenbom (1982); Bd. 3: Crystal Growth von A.A. Chernow (1984)).

## **BACG**

Im May 85 -Newsletter der British Association for Crystal Growth zieht Chairman K. Barraclough ein Resumé über das Annual Meeting 84 der Gesellschaft und weist auf deren zukünftige Aktivitäten hin. Danach finden im laufenden Jahr ein Workshop on Photochemical Processing of Semi-Conductor Materials und Devices am 09.07., die Gemeinschaftstagung mit der DGKK vom 24. bis 27.09. und ein Eintages-symposium über Transparent Materials for Opto-Electronics am 11.12. in London statt. Mit

ISSCG-6, ICCG-8 und MBE IV warten 1986 große Aufgaben auf die BACG. In den Vorstand der Gesellschaft wurden zwei neue Mitglieder gewählt: Dr. M.W. Jones (STC, Paignton) und Dr. S.J.C. Irvine (RSRE, Malvern). Die Mitgliederzahl der BACG hat unlängst die Marke "300" überschritten. Den Chairman's Notes folgen ein Bericht über die BACG-Mitgliederversammlung '84, die Liste der neuen Mitglieder, ein Tagungskalender und Richtlinien für eine finanzielle Unterstützung von BACG-Mitgliedern zum Besuch von Veranstaltungen, die die Interessengebiete der Gesellschaft abdecken. Es schließen sich Tagungsberichte an über die ICMOVPE-II in Sheffield, die AACG-6/ICVGE-6 in Atlantic City, das Symposium on the Growth and Characterisation of Silicon-on-Insulator Structures und das Annual Meeting der Materials Research Society über Laser Chemical Processing of Semiconductor Devices in Boston. Am Schluß der Newsletters steht ein Inhaltsverzeichnis der Vol. 71(1) (Jan./Febr. 1985) des Journal of Crystal Growth.

Im September 85-Newsletter freut sich die BACG auf die Jahrestagung in Sussex, die sie - zusammen mit der DGKK - veranstaltet. Anlässlich der Tagung gibt es Neuwahlen für den BACG-Vorstand. Turnusmäßig scheiden aus dem Vorstand aus: K. Barraclough (Chairman), M. Astles (Treasurer), B. Lunn (Secretary), R. Ware und P. Cardew.

Im Mittelpunkt des Newsletters steht ein geraffter Überblick über die Silizium-Materialforschung am RSRE und ein ausführlicher Bericht über die European Conference on Chemical Vapour Deposition in Uppsala (17. bis 20.06.85). Den Abschluß bilden wiederum Inhaltsverzeichnisse des Journals of Crystal Growth (Vol. 71 (2, März/April 85, 3, Mai/Juni 85)).

### AACG

Im Juli '85 - Newsletter der American Association for Crystal Growth erinnert sich A.Y. Cho in der Reihe "Milestones on Crystal Growth" an die Anfänge und die frühen Entwicklungen der Molekularstrahlenepitaxie. Einen ausführlichen Bericht über seine China-Reise gibt Bob Feigelson unter der Rubrik "Crystal Growth around the world". Während des Aprils '85 konnte er bei seinen ausgedehnten Reisen durch das Land zahlreiche Stätten mit kristallzüchterischen Aktivitäten besuchen und sich einen Überblick über den beachtlichen Stand der Kristallzüchtung in China zu verschaffen. Es schließt sich an ein Bericht über den AACG-Astronauten L. van den Berg, der am 29. April 1985 als Mitglied der Challenger-Mannschaft mit Space Lab 3 in den Orbit aufstieg und als erster gelernter Kristallzüchter im Raum gelten darf. L. van den Berg betreute drei Experimente zum Kristallwachstum in Flüssigkeiten (Triglyzinsulphat) und zur Kristallzüchtung aus dem Dampf ( $HgJ_2$ ).

Einer Übersicht über die Aktivitäten der regionalen AACG-Gruppen folgen Tagungsberichte über die 8. AACG-

West-Conference on Crystal Growth im Stanford Sierra Camp, die Electronics Material Conference in Boulder (Co), den Workshop on the purification of materials for crystal growth and glass processing in Pajara Dunes (Ca) und den 3. FICH-Workshop in Courmayeur/Italien.

Nach einem ausführlichen Tagungskalender erfährt der Leser Neues von den ausländischen Schwestergesellschaften und Informationen über neue Bücher. Vier Stellenanzeigen schließen das Heft ab.

### 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.

## EINE ÜBERSICHT ÜBER

### Herstellung großer $LiNbO_3$ -Einkristalle

#### 1. Einleitung

In den letzten Jahren wurde  $LiNbO_3$  ein gefragter Einkristall. Seine niedrige Dielektrizitätskonstante verbunden mit einer hohen Ausbreitungsgeschwindigkeit akustischer Wellen machen  $LiNbO_3$  zu einem geeigneten Substrat für Oberflächenwellen-Bauelemente. Sein relativ hoher elektrooptischer Koeffizient und seine hohe Curietemperatur machen  $LiNbO_3$ -Einkristalle auch zu einem bevorzugten Material für elektrooptische Anwendungen.

$LiNbO_3$  ist kein in der Natur vorkommendes Mineral. Es wurde erstmals 1949 aus der schmelzflüssigen Lösung synthetisiert und von Matthias und Remeika /1/ auf seine ferroelektrischen Eigenschaften untersucht. Der erste Einkristall wurde 1965 von A.A. Ballman /2/ bei den Bell Labs gezüchtet und von K. Nassau /3/ stammt der erste eindomänige Kristall. S.C. Abrahams /4/ bestimmte an diesen Kristallen die genaue Struktur. Damit begann eine Serie von Untersuchungen, die die Eigenschaften dieses vielseitigen Materials aufzeigten.

Die ersten Kristalle hatten Durchmesser bis zu 15 mm und Längen bis zu 50 mm. Da  $LiNbO_3$  sehr spröde ist, zersprangen die Kristalle manchmal schon während der Zeit der Abkühlung. Erst die weltweite Anwendung von  $LiNbO_3$  für Oberflächenwellenfilter erforderte Kristalle von größerem Durchmesser und zunehmender Kristalllänge. Seit etwa dem Jahr 1979 kann

LiNb<sub>3</sub> mit einem Kristalldurchmesser von 75 mm (3") gezüchtet werden, wobei die Kristalllänge bis 150 mm beträgt. Seit dieser Zeit wurde an der Perfektion dieser Kristalle gearbeitet und es liegt bis heute ein großes kristallzüchterisches Wissen vor, so daß LiNb<sub>3</sub> ohne Kleinwinkelkorn Grenzen - eine Voraussetzung bei der Verwendung in der Oberflächentechnologie - in großer Menge kommerziell hergestellt werden kann.

## 2. Eigenschaften

LiNb<sub>3</sub> schmilzt bei 1253°C und ist bei Raumtemperatur ferroelektrisch mit der polaren Raumgruppe R3c. Der Curiepunkt bei dem LiNb<sub>3</sub> in eine paraelektrische Phase mit der zentrosymmetrischen Raumgruppe R $\bar{3}$ c übergeht, liegt zwischen 1050°C und 1200°C. Die Curietemperatur ist stöchiometrieabhängig. Abb. 1 zeigt die Stapelfolge der Kationen in c-Richtung für die Hochtemperaturmodifikation R $\bar{3}$ c (hier sind zusätzlich die Sauerstoff-Dreiecke eingezeichnet) sowie für die beiden in der Tieftemperaturmodifikation R3c möglichen Orientierungen. Im Phasenübergang werden die Kationen Li<sup>+</sup> um 0,17 Å und Nb<sup>5+</sup> um 0,26 Å aus ihrer Hochtemperaturlage verschoben.

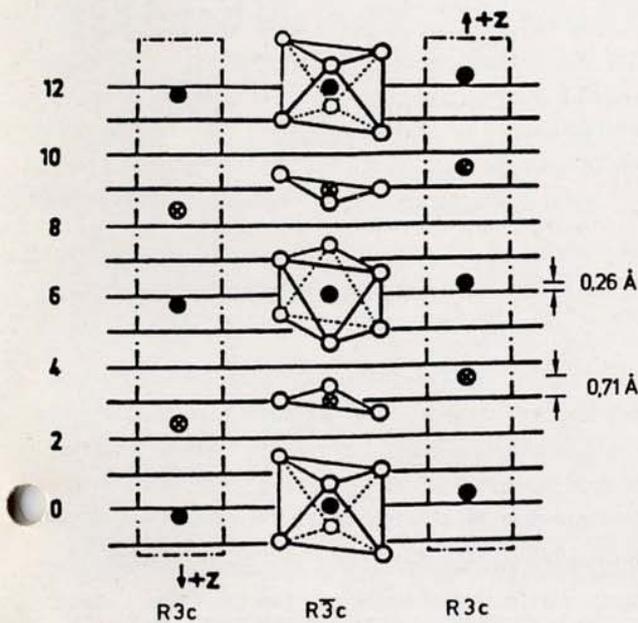


Bild 1: Kationenstapelfolge in c-Richtung für die Hochtemperatur- und die Tieftemperaturphase

LiNb<sub>3</sub> schmilzt nicht stöchiometrisch. Sein kongruenter Schmelzpunkt liegt bei 48,4 : 51,6 = Li<sub>2</sub>O : Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. Damit hat jeder aus der kongruenten Schmelze gezogener LiNb<sub>3</sub>-Kristall ein Defizit an Li-Atomen. Das Phasendiagramm (Abb. 2) von Li<sub>2</sub>O-Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> zeigt, daß außer dem LiNb<sub>3</sub> drei weitere Lithium/Niobverbindungen bekannt sind.

## 3. Technische Anwendungen

LiNb<sub>3</sub> findet aufgrund seiner besonderen Eigenschaften eine Reihe von Anwendungen:

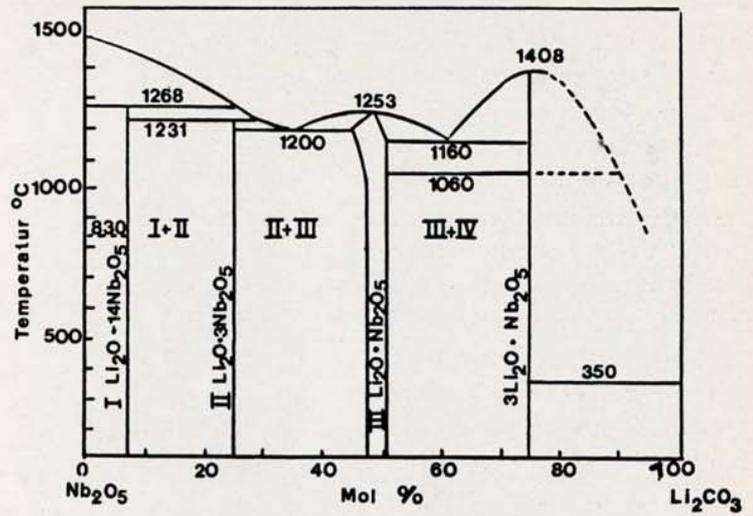


Bild 2: Phasendiagramm von Li<sub>2</sub>O-Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>

Seine elektrooptischen Eigenschaften werden in der Frequenzverdopplung im parametrischen Oszillator, im optischen Modulator und im optischen Schalter genutzt. Diese Anwendungen haben bislang zu Bauteilen von geringer Stückzahl geführt. Ein Einsatz in der Kommunikationstechnik in Verbindung mit Glasfasernetzen wird erwartet.

In den letzten Jahren entstand mit der Entwicklung der Oberflächenwellen-Technik ein neues Anwendungsgebiet für piezoelektrische Einkristalle. Akustische Oberflächenwellen-Bauelemente auf LiNb<sub>3</sub>-Kristallen für die Hochfrequenzsignalverarbeitung finden in der Nachrichtentechnik eine breite Anwendung. Sie haben in vielen Bereichen herkömmliche Filtertechniken abgelöst. Die Oberflächenwellen werden durch Anlegen eines elektrischen Wechselfeldes angeregt, z.B. mit Hilfe eines Interdigitalwandlers. Abb. 3 zeigt die Anordnung der Filterstrukturen auf einer 3" LiNb<sub>3</sub>-Scheibe. Da ein Bauelement, das als Zwischenfrequenzfilter in Fernsehgeräten eingebaut ist, nur wenig kosten darf und die Kosten je Filter mit der Menge an Filtern auf einer LiNb<sub>3</sub>-Scheibe und damit der Größe der LiNb<sub>3</sub>-Scheibe abnehmen, ist es verständlich, daß Kristalle mit immer größer werdenden Durchmesser vom Filterhersteller gefordert werden.

## 4. Kristallzüchtung

LiNb<sub>3</sub> wird nach Czochralski aus dem Tiegel gezogen. Es eignen sich sowohl HF-beheizte als auch widerstandsbeheizte Züchtungsanlagen. Da LiNb<sub>3</sub> sehr spröde ist, muß allerdings ein geringer Temperaturgradient an der Phasengrenze fest/flüssig gewährleistet sein, ebenso muß eine Nachheizzone für eine langsame und gleichmäßige Abkühlung des gezogenen Kristalls vorhanden sein. Als Tiegel werden Platintiegel verwendet. Rhodiumtiegel führen zu einer pinkfarbenen Verfärbung der wasserklaren Kristalle, die durch Nachtempern in reinem Sauerstoff rückgängig gemacht werden kann, Iridiumtiegel führen zu einer Gelbfärbung der Kristalle, die irreversibel ist. Die Züchtung erfolgt an Luft oder in reinem Sauerstoff.

Als Ausgangsmaterial dienen in unserem Laboratorium Li<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> (suprapur von Fa. Merck) und Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> (optical grade von Fa.

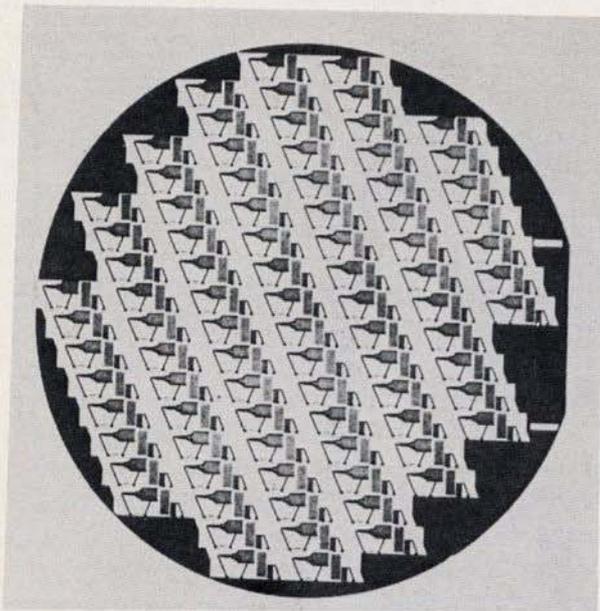


Bild 3: Anordnung der Filterstrukturen auf einer 3" LiNbO<sub>3</sub>-Scheibe

Starck). Die Reinheit der Kristalle hängt stark von der Verwendung des geeigneten Ausgangsmaterials ab, da z.B. Übergangsmetalle, die durch ihre starke Farbgebung im LiNbO<sub>3</sub> besonders störend sind, einen Verteilungskoeffizienten von  $\approx 1$  haben.

Das Ausgangsmaterial wird in einem größeren Platintiegel zusammengeschmolzen und anschließend berührungslos aus dem Tiegel herausgeklöpft.

Zur Züchtung von 2"-Kristallen wurde eine widerstandsbeheizte automatische Kristallziehmaschine gebaut. Abb. 4 zeigt in einem Photo die Anlage. Das stabile Ziehgestell trägt die Ziehspindel und den wassergekühlten Ofen. Die Motoren für

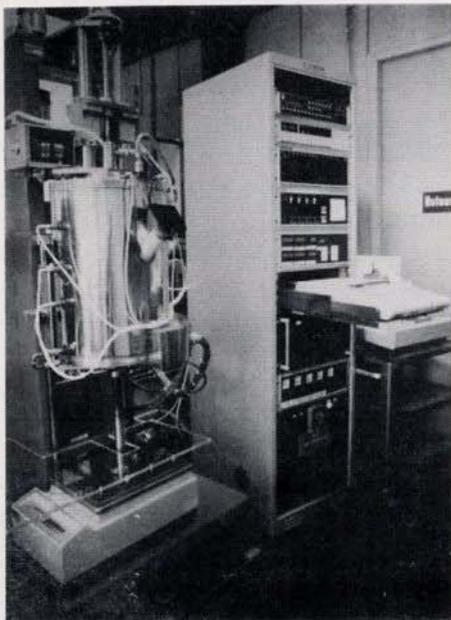


Bild 4: Photographie der widerstandsbeheizten Czochralski-Anlage

den Zieh- und Rotationsmechanismus sitzen auf einem zweiten Gestell und sind nur über den Riemenantrieb mit der Ziehmaschine verbunden. Die automatische Regelung erfolgt über die Wägung von Tiegel und Schmelze. Der Tiegel mit der Schmelze wird von unten berührungsfrei in den Ofen geführt und sitzt selbst auf der Waage, die ihrerseits auf einem separaten Podest steht. Abb. 5 zeigt das Prinzip der automatischen Ziehmaschine.

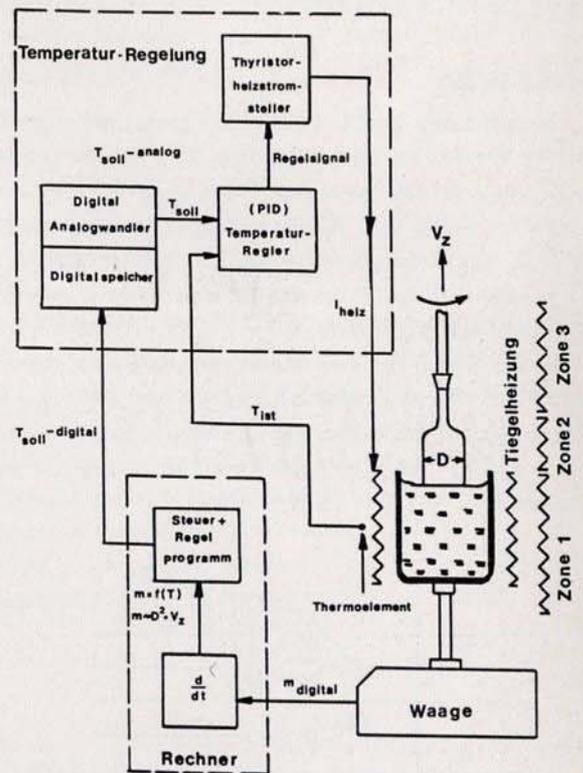


Bild 5: Prinzip der automatischen Durchmesserregelung in der widerstandsbeheizten Anlage

Der Ofen besteht aus einer Dreizonenkanthalwicklung. Zone 1 dient zur Beheizung des Tiegels, Zone 2 zur Beheizung der Zone um das Schauloch herum, Zone 3 dient der Nachheizung. Ein zusätzlicher Pt/Rh-Band-Ofen ermöglicht schnelle Temperaturänderungen im Bereich des Kristalltiegels.

Die Waage wird vom Rechner alle 4 Sekunden abgefragt. Diese Wägesignale werden aufsummiert, gemittelt und daraus der Massenzuwachs pro Minute und seine Änderungsgeschwindigkeit berechnet. Durch Vergleich mit dem im Rechner gespeicherten Sollmassenzuwachs, erfolgt die Regelung der Temperatur.

Der Rechner druckt während der Züchtung die wichtigsten Betriebswerte aus. Geplottet werden außerdem der mittlere Massenzuwachs sowie die Abweichung vom entsprechenden Sollwert, außerdem die Isttemperaturen der vier Heizzonen. Die wichtigsten Betriebsdaten werden auf Kassette gespeichert und können nach Beendigung des Ziehversuchs ausgeplottet werden.

Es sind die Programme zum Aufheizen der Anlage, für das automatische Eintauchen des Keimes in die Schmelze, das automatische Ziehen des Kristalls bei vorgegebener Form und ein Abkühlprogramm mit frei wählbarem Temperaturprofil vorhanden. Mit dieser Anlage gelingt es routinemäßig LiNbO<sub>3</sub>-Kristalle mit 2"-Durchmesser zu ziehen.

## 5. Charakterisierung der Kristalle und Verbesserung der Kristallqualität

Da  $\text{LiNbO}_3$  ferroelektrisch ist, zeigen sich auf Schlibfbildern Domänenanordnungen. Dieses Domänenbild ist völlig unregelmäßig im guten Kristall (Abb. 6). Die Kristalle werden im elektrischen Feld beim Durchlaufen der Curietemperatur

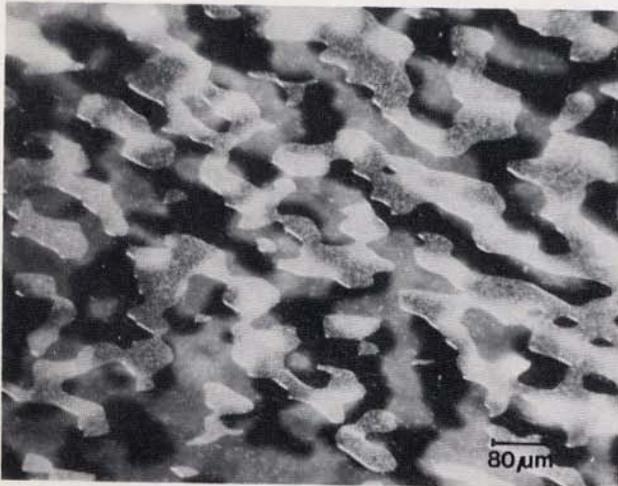


Bild 6: Domänen auf dem ungepolten Kristall

gepolnt. Die polierte und geätzte Scheibe erscheint dann glatt (Abb. 7). Oft verbleiben jedoch Restdomänen, wie sie in Abb. 7 zu sehen sind. Röntgentopographische Aufnahmen haben gezeigt, daß diese Restdomänen an Kleinwinkelkorn-grenzen hängen bleiben, vor allem dann, wenn die Kleinwinkelkorn-grenze senkrecht zur polaren Achse verläuft.

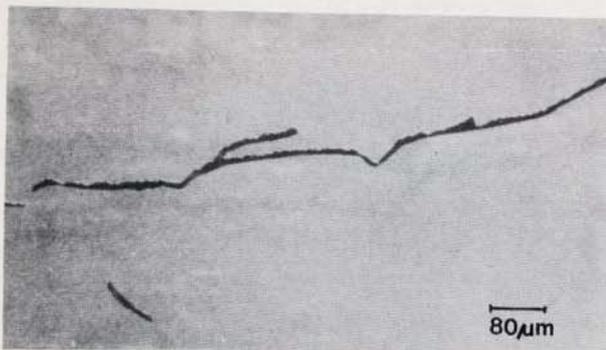


Bild 7: Gepolte Scheibe mit Restdomänen

Da diese Restdomänen die Filteranwendungen stören, mußten sie verhindert werden, d.h. die im Kristall häufig auftretenden Kleinwinkelkorn-grenzen (Abb. 8) waren zu eliminieren.

Deshalb wurden die Gründe für das Auftreten von Kleinwinkelkorn-grenzen untersucht:

- Der Keim:** Wird ein Keim verwendet, der Kleinwinkelkorn-grenzen besitzt, so wachsen diese im Kristall weiter und vermehren sich während und nach der Schulterbildung (Abb. 9).
- Der Keimansatz:** Schwimmen auf der Schmelze noch Partikel, oder befinden sich am Keim evtl. Sägerückstände so ist der Keimansatz eine Quelle für Kleinwinkelkorn-grenzen

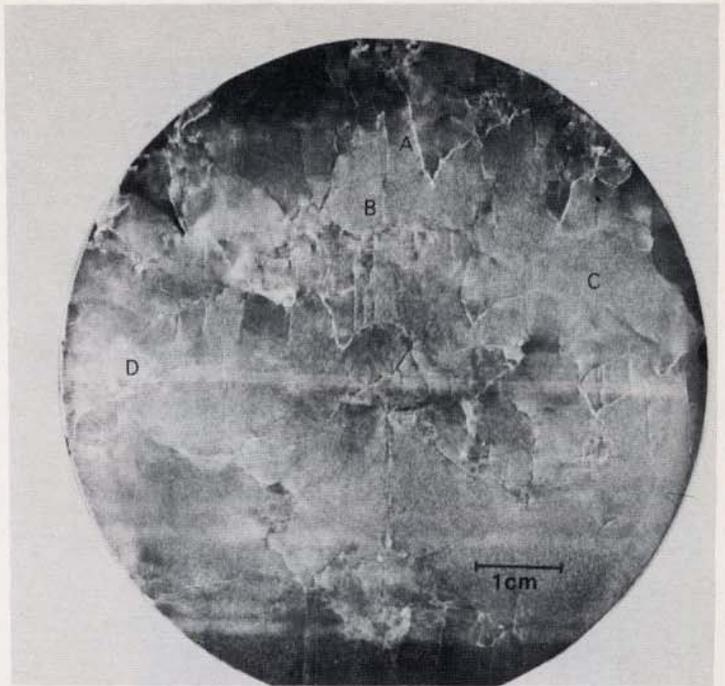


Bild 8: Röntgentopogramm einer gepolten 3"-Scheibe

- A: ferroelektrische Domäne
- B: Kleinwinkelkorn-grenze
- C: Versetzungen
- D: elastische Verspannungen

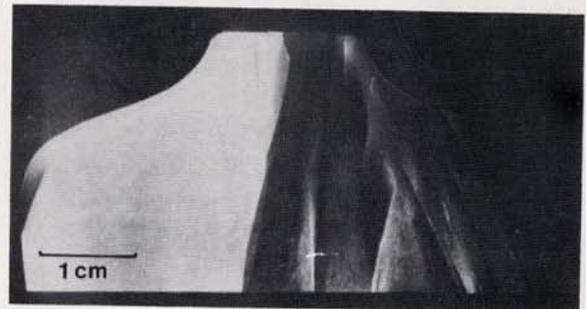


Bild 9: Kleinwinkelkorn-grenzen im Keim

(Abb. 10a). Diese Kleinwinkelkorn-grenzen bedecken nur einen Teil der Kristallscheibe (Abb. 10b) und so sind wenigstens Teile des Kristalls brauchbar.

c) Konkaves Interface: Aber auch bei Vermeidung der Ursachen 1 und 2 zeigen viele Kristalle Kleinwinkelkorn-grenzen vor allem im unteren Teil eines Kristalls. Röntgentopographische Aufnahmen im Längsschliff zeigten, daß es nach der Ausbildung der Kristallschulter zu Rückschmelzeffekten kommt. Dadurch ändert sich das konvexe Interface und wird flach bis konkav. Wird das Interface konkav, kühlt der Kristall in seinem Randbereich früher ab als im entsprechenden Mittelteil und es kommt wegen der Volumenkontraktion zur Entstehung von Kleinwinkelkorn-grenzen im Kern des Kristalls. Auch diese Korn-grenzen breiten sich aus und erstrecken sich letztlich über den ganzen Kristall. Diese Rückschmelzeffekte sind nur durch Verminderung des Temperaturgradienten im Bereich der Wachstumszone zu verhindern, d.h. durch Einsatz einer Nachheizzone, die den Temperaturgradienten im Bereich des Interface auf 10 K/cm erniedrigt.

Unter Beachtung der drei Punkte gelingt es,  $\text{LiNbO}_3$ -Kristalle ohne Kleinwinkelkorn-grenzen zu züchten.

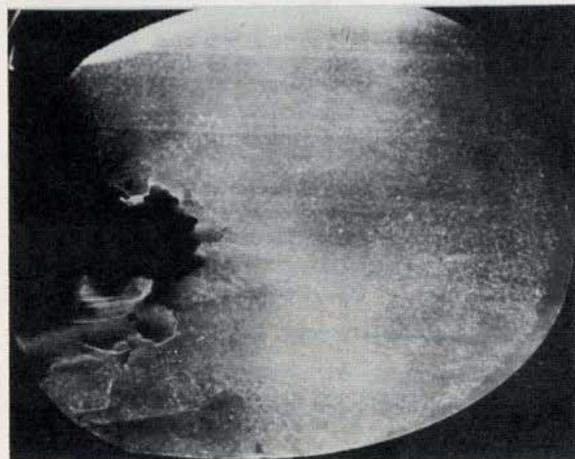


Bild 10: a) Kleinwinkelkorngrenzen am Übergang Keim/  
Kristall, Längsschliff  
b) Querschliff

#### 6. Züchtung von Kristallen mit Durchmessern $>2''$

Die Technik verlangte sehr bald Kristalle mit größeren Durchmessern. Die Autox-Anlage der Firma Cambridge Instruments war seinerzeit die einzige kommerziell verfügbare Ziehanlage zur Züchtung von 3"-Kristallen. Sie arbeitet ebenfalls mit Durchmesserkontrolle durch Wägung. Gewogen wird der Kristall, die Regelung erfolgt analog (Abb. 11). Die Beheizung erfolgt induktiv.

Mit Hilfe der Erfahrung, die bei der Züchtung von 2"-Kristallen gewonnen wurde, und nach Einbau einer passiven Nachheizzone, die die Bedingung erfüllt:  $\Delta T = 10 \text{ K/cm}$  im Bereich des Interface und  $\Delta T = 0 \text{ K/cm}$  im Bereich des Nachtemperatur- und Abkühlraumes, konnten Kristalle mit 3" Durchmesser gezogen werden, deren Röntgentopogramm in Abb. 12 auf einer Scheibe zu sehen ist.

Die Züchtung von Kristallen mit 4" Durchmesser in dieser Anlage aus einem Tiegel mit 6" Durchmesser erscheint nicht aussichtslos. Erste Versuche sind angelaufen.

#### 7. Weiterarbeit

Für die Anwendung von  $\text{LiNbO}_3$  für Oberflächenwellenfilter sind heute Kristalle verfügbar, die die kommerzielle Herstellung von reproduzierbaren Bauelementen ermöglicht. Anders liegt der Fall für die elektrooptische Anwendung. Da im  $\text{LiNbO}_3$  die kongruente Schmelzzusammensetzung von der stöchiometrischen Zusammensetzung abweicht, muß es im Kristall zu Fehlstellen kommen. Diese Punktdefekte spielen bei

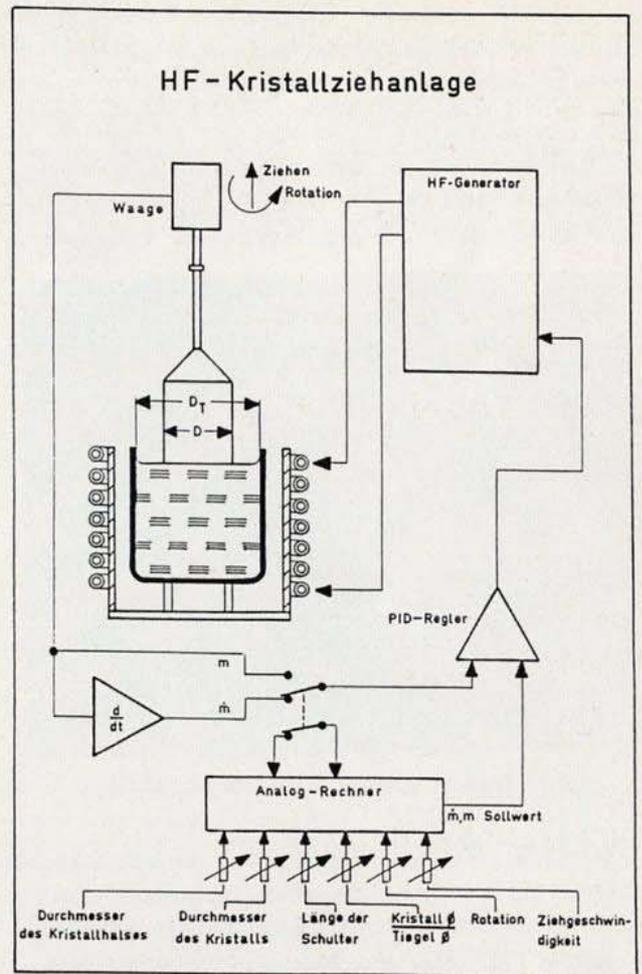


Bild 11: Prinzip der automatischen Durchmesserregelung in der HF-beheizten Anlage von Cambridge-Instruments

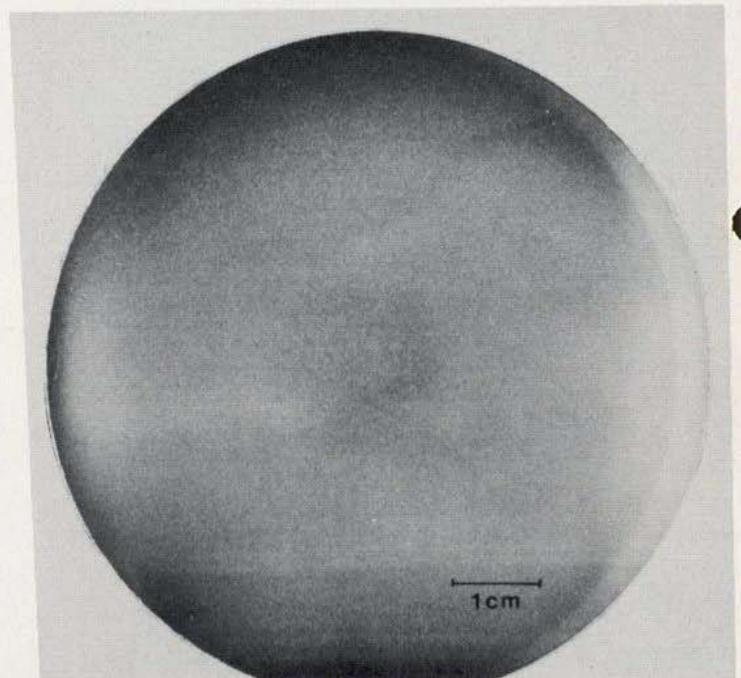


Bild 12: Röntgentopogramm einer 3"-Kristallscheibe ohne Kleinwinkelkorngrenzen

der elektrooptischen Anwendung sicher eine Rolle und sind die Ursache dafür, daß die Herstellung elektrooptischer Bauelemente mit reproduzierbaren Eigenschaften und ohne Alterung immer noch schwierig ist.

- /1/ B.T. Matthias und J.P. Remeika  
Phys. Rev. 76, (1949), 1886
- /2/ A.A. Ballman  
J. Am. Ceram. Soc. 48, (1965), 112
- /3/ K. Nassau et al.  
J. Phys. Chem. Solids 27, (1966), 983
- /4/ S.C. Abrahams et al.  
J. Phys. Chem. Solids 27, (1966), 997

B.C. Grabmaier und F. Otto  
Siemens AG, Zentrale Forschung und  
Entwicklung, München

+++++

## SCHMUNZELECKE

Wenn Sie

- fleißig sind wie eine Biene,
- Kräfte haben wie ein Stier,
- arbeiten wie ein Pferd und
- abends müde sind wie ein Hund:

dann sollten Sie mal zum Tierarzt gehen, vielleicht sind Sie ein Kamel!

Leute, die sich von ihrer besten Seite zeigen wollen, übersehen oft, daß sie schon darauf sitzen.

Nichts ist so gerecht verteilt wie der gesunde Menschenverstand. Niemand scheint mehr davon zu brauchen als er hat.

Wer ein Geheimnis wirklich für sich behalten will, schafft das auch ohne fremde Hilfe.

Keiner ist Follkommen.

+++++

## STELLENANGEBOT

Am Institut für Physikalische und Theoretische Chemie der Technischen Universität Braunschweig sind

Doktorandenstellen

für Arbeiten auf dem Gebiet des Kristallwachstums, auch der Elektrokristallisation, zu besetzen.

Interessenten können sich wenden an:

Prof. Dr. R. Lacmann,  
Hans-Sommer-Str. 10, 3300 Braunschweig,  
Tel. 0531/5326

## KRISTALLFORSCHUNG IN D

### Kristallwachstum in Braunschweig

In Braunschweig sind neben der Technischen Universität (TU) zahlreiche Forschungseinrichtungen, wie die Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB), das Institut für Angewandte Mikroelektronik (IAM, im Aufbau), Institute der Deutschen Forschungs- und Versuchsanstalt für Luft- und Raumfahrt (DFVLR), die Gesellschaft für Biotechnologische Forschung (GBF), die Biologische Bundesanstalt (BBA) und die Forschungsanstalt für Landwirtschaft (FAL) ansässig. Es ist nicht verwunderlich, daß bei einer derartigen Konzentration auch an zahlreichen Stellen Probleme des Kristallwachstums, der Kristallzüchtung und der Massenkristallisation bearbeitet werden. So lautet der Werbeslogan der Stadt "In Braunschweig ist die Forschung zu Hause". Dabei liegt im Gegensatz zu anderen Forschungszentren, über die im Rahmen der Reihe "Kristallforschung in D" berichtet worden ist bzw. berichtet werden wird, der Schwerpunkt nicht auf der Einkristallzüchtung, sondern es werden sehr viele Probleme des Kristallwachstums bearbeitet. Darüber soll im folgenden berichtet werden.

Im Institut für Verfahrens- und Kerntechnik der TU (Leiter: Prof. Dr.-Ing. M. Bohnet, Bearbeiter: Dipl.-Ing. S. Krause) werden die Verkrustung und Verschmutzung von Wärmeübertragungsflächen bei Flüssigkeitsströmungen, allgemein auch als "Fouling" bezeichnet, untersucht. Fouling erhöht den Wärmedurchgangs- und Strömungswiderstand und vermindert damit die Leistung eines Wärmeaustauschers. Man unterscheidet beim Fouling verschiedene Mechanismen; hier soll nur über die Verkrustung durch Kristallisation berichtet werden. Gezielte vorbeugende Maßnahmen zur Vermeidung oder zur Verringerung des Foulingvorgangs sind nur in bestimmten Fällen möglich und erfolgversprechend. So geht das Bemühen dahin, Fouling physikalisch und damit auch rechnerisch zu erfassen, um die für die Reinigung erforderliche Zahl von Betriebsunterbrechungen durch eine verbesserte Kenntnis der physikalischen Vorgänge zu verringern. Da brauchbare Unterlagen zur Erfassung des Fouling-Verhaltens noch nicht vorliegen, wurde eine Versuchsanlage gebaut, mit welcher die für die Praxis wichtigen Fälle der Verschmutzung durch Sedimentation und der Verkrustung durch Kristallisation untersucht werden können. Das Kernstück der Versuchsanlage stellen zwei gleiche, parallel angeordnete Meßstrecken dar (s. Abb. 1), in denen den Flüssigkeitsströmen über elektrische Heizstäbe Wärme zugeführt wird.

Jede Meßstrecke enthält einen Hochleistungsstab, der aus drei Mantelheizleitern mit Durchmessern von 2,3 mm besteht, die auf einen Kupferkern gewickelt und von außen mit einem geschmiedeten Stahlmantel aus einer

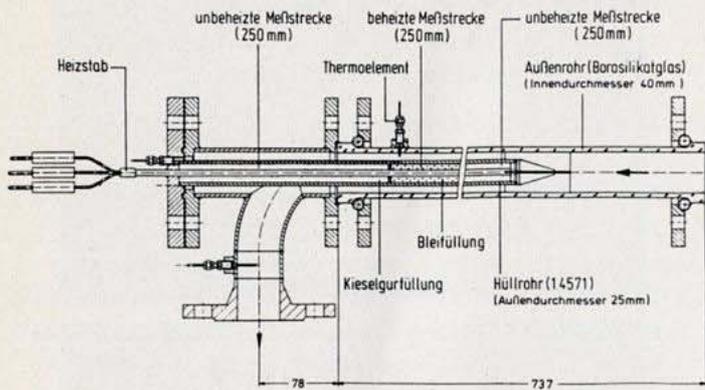


Abb. 1: Meßstrecke

NiCr-Legierung umschlossen sind. Der Außendurchmesser des Stahlmantels beträgt 6 mm. Die beheizte Strecke ist 250 mm lang. Unbeheizte Ein- und Auslaufstrecken sorgen dafür, daß die Verschmutzung bei ausgebildeter Strömung stattfindet. Die maximale Heizleistung beträgt 8 kW. Der Hochleistungsheizstab selbst ist in ein Hüllrohr aus rostfreiem Stahl (Werkstoff Nr. 1.4571) mit einem Außendurchmesser von 25 mm zentriert eingebaut. Als Wärmeübertragungsmedium dient eine über die Länge des Heizteils eingebrachte Bleifüllung.

Zur Messung der Oberflächentemperatur sind am Umfang des Hüllrohres drei Mantelthermoelemente mit 1 mm Durchmesser in 1,1 mm breite Nuten eingelegt. Die Thermo-elemente sind am Ende der beheizten Strecke in tangentielle Bohrungen von 1,1 mm Durchmesser eingelötet. Die Verschmutzung der Hüllrohroberfläche bewirkt eine Abnahme des Wärmedurchgangskoeffizienten, die aus Temperaturmessungen bestimmt wird. Der sogenannte Foulingfaktor ergibt sich dann aus den Kehrwerten der Wärmedurchgangskoeffizienten für die verschmutzte (Index "f") und saubere (Index "o") Wärmeaustauschfläche zu

$$R_f = \frac{1}{k_f} - \frac{1}{k_o}$$

Bisher liegen Meßergebnisse mit wäßrigen Lösungen von Salzen (Calciumsulfat) vor. Es wurde beobachtet, daß bei hinreichend langer Versuchsdauer der Foulingfaktor einem asymptotischen Endwert zustrebt. Ein für die Verkrustung entwickeltes physikalisches Modell beschreibt das Fouling über den Stofftransport und die anschließende Kristallisation. Dabei wird die Kristallisation als chemische Reaktion erster oder zweiter Ordnung gedeutet, bei der Feststoff entsteht. Da der Foulingfaktor einen Grenzwert erreicht, muß auch ein Feststoffabtrag Berücksichtigung finden. In diesem Ansatz ist der Abtrag proportional der angreifenden Schubspannung und umgekehrt proportional der Scherfestigkeit der Schicht. Der asymptotische Endwert des Foulingfaktors wird umso schneller erreicht, je größer

- die Strömungsgeschwindigkeit
- die Kristallgröße

- der lineare Ausdehnungskoeffizient
- der Temperaturabfall in der Schicht ist und je kleiner
- die interkristallinen Haftkräfte sind.

Beispielhaft für die Meßergebnisse zeigt Abbildung 2 Foulingkurven für unterschiedliche Strömungsgeschwindigkeiten bei annähernd gleichen Flüssigkeitstemperaturen.

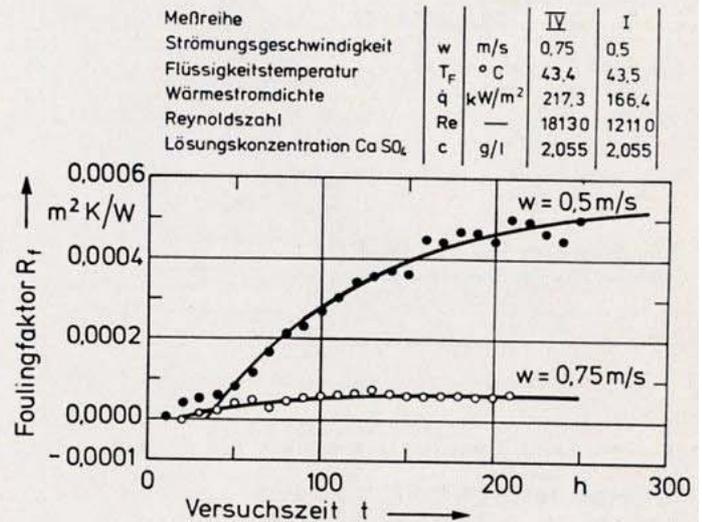


Abb. 2: Foulingkurven für unterschiedliche Strömungsgeschwindigkeit bei annähernd gleicher Flüssigkeitstemperatur

Der starke Einfluß der Strömungsgeschwindigkeit auf das Foulingverhalten ist deutlich zu erkennen. Die Übereinstimmung des experimentell gefundenen Sachverhalts mit den theoretischen Ansätzen ist zufriedenstellend (M. Bohnet: Chem. Ing. Technik 57(1985) 24-36).

Am Institut für Landwirtschaftliche Technologie und Zuckerindustrie (Direktor: Prof. Dr. rer. nat. E. Reinefeld) des Vereins der Zuckerindustrie, das der TU angegliedert ist, werden dimensionslose Gruppen bei der Berechnung der Schwebbett-Kristallisation verwendet (Prof. Dr. rer. nat. D. Schliephake, Dr.-Ing. K.E. Austmeyer), da die hydrodynamischen Bedingungen bei der Kristallisation häufig einen erheblichen Einfluß auf die Wachstumsrate der Kristalle ausüben. Die daraus resultierenden funktionalen Zusammenhänge für die Kristallisation im Schwebbett darzustellen, ist Ziel dieser Arbeit. Im Hinblick auf die Anwendbarkeit der Frössling-Gleichung

$$(1) \quad \left(\frac{k_D d_K}{D_L}\right) = K + B \left(\frac{v_{rel} d_K}{v_L}\right)^P \left(\frac{v_L}{D_L}\right)^Q$$

ergab sich das Problem, den Geschwindigkeitskoeffizienten  $k_D$  des Stofftransports aus beiden nachstehend aufgeführten formalkinetischen Massenumsatzgleichungen mit Hilfe der möglichen Meßdaten zu berechnen:

$$(2, 3) \quad \frac{dm}{dt} \frac{1}{A} = k_D (c_L - c_{Gr}) = k_R (c_{Gr} - c_S)^n$$

Erst nach der Einführung eines Aufteilungskoeffizienten  $\alpha$  des bei der Kristallisation zur Verfügung stehenden Konzentrationsgefälles  $\Delta c = (c_L - c_S)$  wurde die Bestimmung von  $k_D$  auch für den allgemeinen Fall ermöglicht, in dem die Reaktionsordnung  $n$  des untersuchten Systems ungleich eins oder zwei ist. Die Gleichungen (2) und (3) gehen dann in folgende Form über:

$$(4, 5) \quad \frac{dm}{dt} \frac{1}{A} = k_D \cdot \alpha (c_L - c_S) = k_R (1 - \alpha)^n (c_L - c_S)^n$$

Die Versuchsdaten der auf die Oberfläche des Kristallisations bezogenen Massenzuwachsraten  $(dm/dt) \cdot (1/A)$  als Funktion der Umströmungsgeschwindigkeit der Kristalle  $v_{rel}$  lassen unter der Bedingung, daß für jede Lösungstemperatur  $\vartheta$  mehrere Konzentrationen eingestellt worden sind, durch Extrapolation nach  $Re \rightarrow \infty$  die Ermittlung des Geschwindigkeitskoeffizienten  $k_R$  des Stofftransports und der Reaktionsordnung  $n$  zu. In diesem Grenzfall, für den  $\alpha$  gegen Null strebt, wird die Oberflächenreaktion allein verantwortlich für die Prozeßgeschwindigkeit. Die Berechnung von  $\alpha$  und der benötigten Größe  $k_D$  für die Versuchsbedingungen wird anschließend möglich, wenn die im Versuch gemessenen Kristallwachstumsgeschwindigkeiten mit den Ergebnissen der Extrapolation verglichen werden. Abbildung 3 zeigt den beschriebenen Auswertegang schematisch auf (D. Schliephake, K.E. Austmeyer: Chem. Ing. Technik 10(1976) 895; D. Schliephake, K.E. Austmeyer: Fortschrittsberichte der VDI-Zeitschrift, Reihe 3, 71(1982) 39). Am gleichen In-

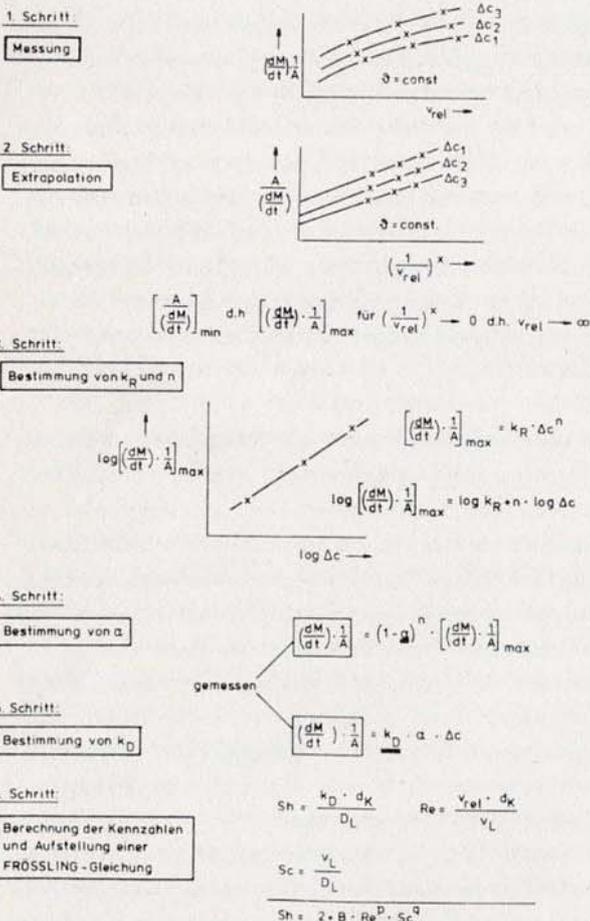


Abb. 3: Auswertegang zur Darstellung des Stoffübergangs bei der Kristallisation mit Hilfe einer Frössling-Gleichung

stitut wurde ein Verfahren und ein Kristallisator zur kontinuierlichen Zucker-Kristallisation entwickelt (Dr.-Ing. K.E. Austmeyer, Prof. Dr. rer. nat. E. Reinefeld). Diese Entwicklungen wurden kürzlich mit dem Technologietransferpreis des Präsidenten der IHK Braunschweig ausgezeichnet.

Die kontinuierliche Verdampfungskristallisation der Saccharose kam bisher hauptsächlich wegen zu kurzer inkrustationsbedingter Reisezeit und zu breiter Korngrößenverteilung des Produktkristallisations technisch nicht in Betracht. Es wurde ein Vorschlag erarbeitet, der zum einen die beiden genannten Hemmnisse sowie zum anderen die optimale Anpassung an die Prozeßanforderungen berücksichtigt. Den schematischen Aufbau dieses Konzepts zeigt Abbildung 4. Der kontinuierlich arbeitende Kristallisator besteht aus übereinander angeordneten Kammern, deren Suspensions-Füllhöhe sich an dem optimalen Wärmeübergang orientiert.

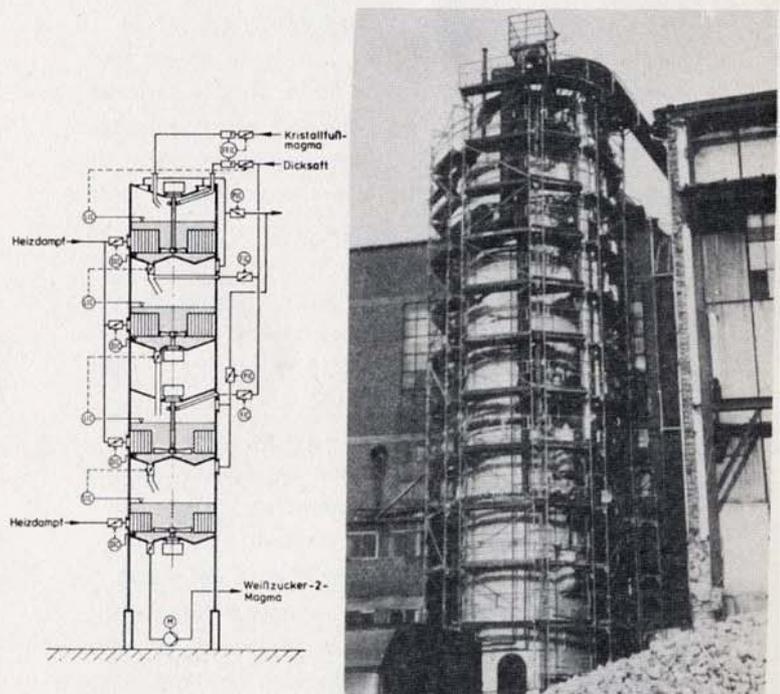


Abb. 4: Braunschweiger Verdampfungs-Kristallisationsturm

Zur Erzielung einer vertretbaren Korngrößenverteilung wird der kontinuierlich arbeitende Kristallisator mit einem chargenweise über Kühlungs- und nachgeschalteter Verdampfungskristallisation erzeugtes, eng gekörnertes Vorlagekristallisations gespeist. Auch diese Methode wurde im o.g. Institut entwickelt.

Der Apparatekonstruktion liegt zugrunde, daß in jeder Kammer die Übersättigungszahl der Mutterlösung und der Kristallgehalt der Suspension über densitometrische und thermometrische in-line-Messung mit Hilfe eines Mikrocomputers ermittelt und geregelt werden. Der Höhenstand in den Kammern wird mit Hilfe des Suspensionszulaufs, die Suspensionsdichte mit Hilfe des Heizdampfdrucks geregelt.

Der kontinuierlich arbeitende Verdampfungskristallisor ist auch aus energiewirtschaftlicher Sicht für die Zuckerindustrie von Interesse. Da in den einzelnen Kammern die jeweils optimalen Suspensionshöhenstände und die auf den Prozeßabschnitt zugeschnittenen Heizkammern sowie Rühr- und Umwälzorgane berücksichtigt werden können, lassen sich relativ hohe Verdampfungsgeschwindigkeiten auch bei reduziertem Heizdampfdruck verwirklichen. Die Beheizung mit niedrig gespanntem Brüden aus der Verdampfanlage wird möglich; auch der Einsatz von Brüdenkompressoren sollte angesichts dieser neuen Bedingungen erwogen werden.

In der kommenden Rübenkampagne 1985/86 werden vier derartige Verdampfungskristallisatoren in der deutschen Zuckerindustrie betrieben (K.E. Austmeyer, Zuckerindustrie 110(1985) 19; 107(1982) 401).

Im Institut für Pharmazeutische Technologie der TU (Leiter: Prof. Dr. phil. nat. C. Führer) werden zwei Themengruppen bearbeitet, die beide sich in größerem Umfang mit Kristallisationsphänomenen auseinandersetzen. Bereits vor etwa 20 Jahren wurden die ersten Versuche unternommen, mit Hilfe der Dehnungsmeßstreifentechnik den Kraftverlauf bei der Tablettierung pharmazeutischer Präparate sowohl in Abhängigkeit zur Zeit als auch in Abhängigkeit zum Kompressionsweg zu verfolgen. Dieser Methode bedienten sich die verschiedensten Arbeitskreise, um damit Einblicke in die physikalischen Vorgänge zu gewinnen, die sich bei der Pulverkompression abspielen. Es konnte dabei unter Beweis gestellt werden, daß mehr als 90% der für die Kompression aufgewendeten mechanischen Energie bei guten Tablettierungen für die irreversible, meist plastische, Verformung aufgewendet wird und demzufolge in Wärme umgewandelt wird. Diese Beobachtung machte es naheliegend, danach zu fragen, ob und wie weit bei der mechanischen Bearbeitung fester pulverförmiger Arzneistoffe kristallographische Phasentransformationen zu erwarten sind. Ausgehend von den Arbeiten von Kofler, später Kuhnert-Brandstätter und Burger sind zahlreiche Arbeiten über die Polymorphie von Arzneistoffen erschienen. Danach ist anzunehmen, daß der weitaus größte Teil der bekannten Arzneistoffe als polymorph zu betrachten ist. Viele Arzneistoffe kommen in einer metastabilen Modifikation in den Handel. Untersuchungen, die an unserem Institut durchgeführt worden sind, haben gezeigt, daß man relativ häufig bei Mahloperationen Phasentransformationen beobachten kann. Bei der pharmazeutischen Tablettierung treten diese wohl auch auf, jedoch in einem weitaus geringeren Maße, so daß sie oft analytisch nicht erfassbar sind. Dennoch haben diese Phasentransformationen, wenn sie in Richtung zur stabilen Form laufen, technologisch ihre Bedeutung. Die bei der Tablettierung u.U. auftretenden wenigen Zentren der stabilen Form können die Lagerstabilität des fertigen Produkts dahingehend beeinflussen, daß sie als Keime für eine

mehr oder minder langsame vollständige Umwandlung des fertigen Produktes wirken. Bei einer derartigen Umwandlung, die auf dem Wege der Mikrosublimation, der Oberflächendiffusion und ähnlichen Prozessen ablaufen kann, ändern sich nicht nur die allgemeinen partikeltechnologischen Eigenschaften, die z.B. in die Bruchfestigkeit, Zerfallbarkeit und dergleichen eingehen, sondern u.U. auch entscheidend die Lösungseigenschaften. Mit dem Chloramphenicol-Palmitat ist eine Substanz bekannt geworden, die überhaupt nur in einer metastabilen Modifikation als Wirksubstanz angesehen werden kann. Die anderen Formen sind für den Einsatz in der Therapie völlig ungeeignet.

Bei diesen Untersuchungen konnte auch festgestellt werden, daß Wirkstoffe, die miteinander zur Mischkristallbildung neigen, bei einer gemeinsamen mechanischen Verarbeitung interpartikulär ineinander diffundieren und auch zu Mischkristallzuständen kommen (H. Junginger: Pharm. Ind. 38, 8 (1976)).

In einer zweiten Arbeitsgruppe werden Phänomene der Lipidkristallisation bearbeitet, die insbesondere für die Technologie der halbfesten Zubereitungen wie Salben und Cremes und auch für die Technologie der Suppositorien von großer Bedeutung ist. In Salben und Cremes werden im allgemeinen die gesamte Masse durchziehende gerüstbildende Lipidkristallisate als konsistenzgebende Faktoren eingesetzt, die oft in der Lage sind, mischkristallartig Tensidmoleküle aufzunehmen. Dieses amphiphile Gerüst ist dafür verantwortlich, daß in diese lipiden Systeme sowohl eine Ölphase als auch eine Wasserphase eingearbeitet werden kann. Lipide sind im allgemeinen polymorph, so daß sie in Abhängigkeit von der Komposition und dem angewendeten Verfahren in unterschiedlichen Zuständen auftreten können, die sich in den Produkteigenschaften der entsprechenden Präparate niederschlagen (C. Müller-Goymann: Seifen-Öle-Fette-Wachse 110 395 (1985)).

Der momentane Schwerpunkt der Forschungsarbeiten des Kristallographie-Labors der GBF (Leiter: Priv. Doz. Dr. rer. nat. D. Schomburg) liegt auf dem Gebiet der Strukturermittlung von molekularen, biochemisch bzw. biotechnologisch interessanten Verbindungen, mit einem Schwerpunkt bei den aus Bakterien isolierten Antibiotika. Daneben werden im Rahmen von Kooperationen vor allem mit den Technischen Universitäten Braunschweig und Hannover unter anderem auch Strukturuntersuchungen von organischen, Organophosphor- und mikrobiologisch transformierten oder hypervalenten Organosiliciumverbindungen durchgeführt.

Die Kristallisation der Verbindungen erfolgt meistens mit Standardmethoden (vor allem kontrollierte Diffusion). Im Rahmen eines neu aufgenommenen Projektes werden Kristallisationsbedingungen für bestimmte Proteine erarbeitet, deren Struktur röntgenstrukturanalytisch untersucht werden soll.

Im Rahmen der Bestimmung von Fundamentalkonstanten beschäftigt sich die PTB (Präsident: Prof. Dr.-Ing. D. Kind) seit längerer Zeit mit der Absolutbestimmung von Netzebenenabständen in Einkristallen mit Hilfe des Röntgenverschiebeinterferometers nach Bonse und Hart /1/. Nachdem die Messung des  $d_{220}$ -Netzebenenabstandes eines Si-Einkristalls gelungen ist /2/ (Unsicherheit  $\Delta d/d = \pm 5,8 \times 10^{-8}$ ), sind Experimente möglich, die eine genaue Kenntnis von Netzebenenabständen bzw. Gitterparametern voraussetzen. Zwei Experimente werden zur Zeit in langfristigen Vorhaben bearbeitet, nämlich die Bestimmung des Quotienten aus Planck'schem Wirkungsquantum und Neutronenmasse /3/ (Bearbeiter: Dr. W. Weirauch)

$$(1) \quad h/m_n = \lambda v,$$

sowie der Avogadro-Konstante /4/ (Bearbeiter: Dipl.-Phys. P. Seyfried)

$$(2) \quad N_A = \frac{M/\rho}{V_0/n}$$

Die Wellenlänge  $\lambda$  der Neutronen in Gleichung (1) erhält man aus der  $180^\circ$ -Bragg-Reflexion an einem Si-Gitter mit bekanntem Gitterparameter ( $\lambda = 2d$ ), das Volumen der Einheitszelle  $V_0$  in Gleichung (2) eines Si-Kristalls aus dem Netzebenenabstand nach der Beziehung  $V_0 = (\sqrt{8}d_{220})^3$ . Beide Experimente erfordern den Vergleich der jeweils benutzten Kristallnetzebenenabstände mit absolut bekannten Abständen im Standardkristall. Die benutzte experimentelle Methode setzt hinreichend homogene Kristalle voraus. Das  $N_A$ -Experiment verlangt darüber hinaus, daß die in Gleichung (2) eingehenden Größen Dichte  $\rho$ , molare Masse  $M$  und  $V_0$  ( $n$  = Anzahl der Atome in der Einheitszelle) den ungestörten reinen Siliziumkristall repräsentieren. Die PTB besitzt apparative Möglichkeiten, die Homogenität der Netzebenenabstände zu überprüfen. Daß mehrfach zonengezogene hochreine Si-Einkristalle sich hinsichtlich des Gitterparameters nur wenig unterscheiden, ist inzwischen durch Vergleichsmessungen zwischen Kristallen unterschiedlicher Herkunft nachgewiesen worden. Maximale Unterschiede  $\Delta d/d = 2 \times 10^{-7}$  wurden gefunden. Auch die Verzerrungsparameter der Einheitszelle übersteigen nicht diesen Betrag, wie aus Messungen der sechs Netzebenenscharen mit

$$h^2 + k^2 + l^2 = 8$$

in einem kleinen Bereich eines Kristalls hervorgeht. Laufende Untersuchungen betreffen die Verteilung von Leerstellen, Fremdatomen (insbes. CO) und Clustern in Si-Kristallen sowie deren quantitativen Einfluß auf Gitterparameter und Dichte. Erste Messungen über den Einfluß von Verunreinigungen durch As, P, Sb und B, haben Zweifel aufkommen lassen, ob die bei hohen Konzentrationen ( $n_v = 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ ) gewonnenen Koeffizienten auch bei geringen Konzentrationen ( $n_v = 10^{16} \text{ cm}^{-3}$ ) gelten. Die Experimente werden von grundlegenden theoretischen Untersuchungen begleitet. Die Experimentier-technik zum Netzebenenvergleich ist inzwischen soweit verfeinert worden, daß Meßunsicherheiten  $\Delta d/d \leq 1 \times 10^{-8}$  erreicht werden. Daher können künftig auch Effekte

von geringem Einfluß auf den Gitterparameter untersucht werden. Die genannten Arbeiten dienen dem Ziel, die Unsicherheit von  $N_A$  deutlich herabzusetzen und - wenn möglich -  $\Delta N_A/N_A = 10^{-7}$  zu unterschreiten. Ein solches Ergebnis ist eine Voraussetzung für eine neue Definition des Kilogramm auf der Basis der Masse eines Silizium-Atoms.

/1/ U. Bonse, M. Hart; Z. Phys. 199 (1965) 154

/2/ P. Becker et. al.; Phys. Rev. Lett. 46 (1981) 1540

/3/ E. Krüger, W. Nistler, W. Weirauch in Precision Measurements and Fundamental Constants II, B.N. Taylor and W.D. Phillips, Eds.; Natl. Bur. Stand. (U.S.A.), Spec. Publ. 617 (1984) 369

/4/ P. Seyfried; Phys. Bl. 40 (1984) 372

Das Institut für Halbleiterphysik und Optik der TU

(Leiter: Prof. Dr. phil. F.R. Keßler, Bearbeiter: Dipl.-Phys. R. Schulz) verfügt über eine Kristallzieh-Anlage, mit der ein Teil des im Institut untersuchten Probenmaterials selbst hergestellt werden kann. Im wesentlichen werden nach dem Czochralski-Verfahren Silicium- und Germanium-Einkristalle unterschiedlicher Dotierung und Orientierung gezogen. Die Anlage ist jedoch so konzipiert, daß prinzipiell auch andere Kristallzucht-Verfahren möglich sind, wie Bridgman-Verfahren, Kyropoulos-Verfahren und tiegelfreies Zonenziehen.

Die Anlage EKZ 300/100 besteht aus dem Ofenkessel mit den angebauten Hub-Dreh-Geräten für die Ziehspindel und die Tiegelspindel, dem Vakuumteil, dem Hochfrequenz-Generator, dem Steuerschrank sowie einigen Hilfsaggregaten.

An den Ofenkessel (Innenmaße: etwa 250 mm Durchmesser und 250 mm Höhe) sind das Hub-Dreh-Gerät für die Tiegelspindel, die HF-Zuleitung und der Vakuumteil fest angeflanscht. Das Hub-Dreh-Gerät für die Ziehspindel ist an einem hydraulisch abhebbaren und wegschwenkbaren Kessel-Oberteil angeflanscht, so daß der Kesselraum gut zugänglich ist. Der Zugang zum Kesselraum beim tiegelfreien Zonenziehen ist durch einen seitlichen Flansch (NW 200) gegeben. Der Einblick in den Kesselraum erfolgt durch zwei Stützen mit Schaugläsern (NW 40). Alle Flanschverbindungen sowie die Verbindung von Ofenkessel und Kessel-Oberteil sind für einen Druck von 20 atü ausgelegt.

Der Vakuumteil besteht aus einer zweistufigen Drehschieber-Pumpe und einer wassergekühlten Öl-Diffusions-Pumpe, die über ein Eckventil (NW 100) an den Ofenkessel angeflanscht ist, sowie den erforderlichen Ventilen und Vakuum-Meßgeräten. Die Ventile werden elektromagnetisch bzw. elektropneumatisch betätigt. Der gesamte, nicht hochdruckfeste Vakuumteil kann beim Betrieb mit Überdruck durch ein Hochdruckventil (NW 100) vom Ofenkessel abgetrennt werden.

Somit ist - je nach Bedarf - ein Arbeiten im Hochvakuum ( $< 10^{-5}$  Torr), bei Normaldruck und bei Überdruck bis 20 atü möglich. Ferner ermöglichen Gas-Ein- und -Auslässe am Ofenkessel auch ein Arbeiten mit strömendem Schutzgas.

Ziehspindel und Tiegelspindel sind wassergekühlt, was prinzipiell auch das Kyropoulos-Verfahren ermöglicht. Die Hubgeschwindigkeit der Ziehspindel ist zwischen 1 und 280 mm/h, die Tiegelspindel zwischen 1 und 40 mm/h einstellbar, die Drehgeschwindigkeit in beiden Fällen zwischen 1 und 40 Upm, sowohl rechts- als auch linksläufig. Ferner ist für beide Spindeln ein handbetätigter Schnellgang vorhanden. Beim tiegelfreien Zonenziehen wird die Synchronisation der Spindeln durch mechanische Kopplung erreicht.

Die Erwärmung des Tiegels und des Probenmaterials erfolgt induktiv mit Hilfe eines HF-Generators, der aus dem Generatorteil und dem Netzteil besteht. Die Frequenz kann eingestellt werden auf 200 kHz und auf 2,8 MHz, so daß eine gewisse Anpassung an die Leitfähigkeit des zu erwärmenden Materials möglich ist. Die maximale HF-Ausgangsleistung des Generators beträgt 25 kW bei 200 kHz bzw. 15 kW bei 2,8 MHz und ist stufenlos zwischen 10 und 100% der Maximalleistung regelbar. Der Steuerschrank enthält, übersichtlich gegliedert, die Steuerung der Vakuum-Anlage (Pumpen, Ventile, Meßgeräte), die Steuerung und Anzeige der Hub-Dreh-Geräte sowie die Steuerung des HF-Generators. Die Anlage wurde von der Firma Leybold-Heraeus, Hanau, der HF-Generator von der Firma Hüttinger, Freiburg/Brsg., geliefert.

In der Abteilung für Grenzflächenphysik des gleichen TU-Instituts (Leiter bis 1983: Prof. Dr.-Ing. E. Menzel) wurden kugelförmige Kristalle aus Schmelztropfen für Oberflächenuntersuchungen gezogen. Versuche zur Oberflächenphysik und -Chemie sind empfindlich gegen die Präparation der Oberflächen. Nur wenn neben den üblichen Methoden (Schneiden, Polieren, Ionenbeschuß und Tempern) auch andere Verfahren die gleichen Ergebnisse liefern, werden diese unabhängig von den Verfahren sein. Neben den üblichen Versuchen an ebenen Kristallflächen bestimmter Orientierung liefern Versuche an kugelförmigen Kristallen auf nur einer Probe eine Übersicht über das Geschehen auf allen Kristallflächen.

Wir benutzen seit Jahren (E. Menzel, Studies in the preparation and behaviour of nearly perfect metal surfaces, Rep. Progr. Phys. 26(196347) kugelförmige Kristalle, Durchmesser 1 - 6 mm, von Cu, Ag, Au, Pb, Ni und binären Legierungen sowie auch von Alkalihalogeniden. Die Kristalle wachsen im Temperaturgradienten auf stromdurchflossenen Trägern im Vakuum oder UHV innerhalb von etwa 30 s. Die Träger sind meist aus Spektralkohle; für Ni wurde Wolframband mit oxidischen Sinterschichten belegt. Gute Goldkristalle wachsen auch an Luft auf voroxidierten Heizleitern. Die

kugelförmigen Kristalle sind leicht abgeflacht, entsprechend den Formen der Schmelztropfen. Bei reinen Metallen sind die Oberflächen glatt mit ebenen Bereichen um die (111)- und (001)-Pole; diese Abplattungen entstehen wegen der Anisotropie der relativen, freien Oberflächenenergie; die Abplattungen erlauben, die Kristalle visuell zu orientieren. Elektronenbeugung in Reflexion liefert kontrastreiche Kikuchi-Diagramme, diese erlauben, die Kristalle nach dem Leuchtschirmbild zu orientieren; andererseits zeigen die scharfen Kikuchi-Linien eine hohe Kristallqualität an. Auger-Elektronen-Spektroskopie gab Auskunft über restliche Verunreinigungen der Oberflächen und die Wirksamkeit von Reinigungsmethoden für das Material.

Die durch Erstarren gewachsenen Kristalloberflächen wurden ohne jede weitere Behandlung zu verschiedenen Versuchen benutzt: Epitaxie von dreidimensionalen Anlauf- und Ausscheidungs-Schichten; zweidimensionale Adsorptionsschichten der auf Epitaxie untersuchten Systeme; optische Konstanten bei verschiedenen Temperaturen und auch an Schmelzen; Elektronenbeugung bei höheren Temperaturen und dynamische Effekte bei der Elektronenbeugung; Oberflächenschmelzen auf Cu, Au und schwachen Cu-Au-Legierungen; Oberflächendriten und Entmischungsstrukturen beim Erstarren von schwachen Legierungen der Systeme Cu-Au, Ag-Au und Ag-Cu; Oberflächen-Entmischungen beim Erstarren dieser Legierungen aus der thermischen Lichtemission und AES; Rekonstruktionsstrukturen auf höher indizierten Goldflächen.

Zahlreiche Probleme aus dem Bereich des Kristallwachstums werden in der Abteilung Physikalische Chemie: Thermodynamik und Kinetik des Instituts für Physikalische und Theoretische Chemie der TU (Leiter: Prof. Dr.-Ing. R. Lacmann) bearbeitet.

#### 1. Kristallwachstum aus der Gasphase

Auf diesem Gebiet wird das Wachstum von Eis untersucht. Ebenso wie bei anderen Eigenschaften, zeichnet sich auch beim Kristallwachstum die Substanz  $H_2O$  durch Besonderheiten aus, nämlich durch eine Vielfalt der Wachstumsformen. Beim Wachstum unter atmosphärischen Bedingungen entstehen unterhalb  $0^\circ C$  Plättchen, zwischen  $-4$  und  $-10^\circ C$  Säulen, zwischen  $-10$  und  $-20$  bis  $-35^\circ C$  wieder Plättchen und unterhalb  $-20$  bis  $35^\circ C$  wieder Säulen. Die Übergangstemperatur  $-20^\circ C$  bis  $-35^\circ C$  hängt von der Übersättigung ab.

Zur Interpretation dieses häufigen Wechsels der Wachstumsform muß man berücksichtigen, daß die Eisoberfläche in diesem Temperaturbereich von einer quasi-flüssigen Schicht bedeckt ist. Daraus resultieren 3 mögliche Wachstumsmechanismen:

- 1.: Dampf  $\rightarrow$  quasiflüssige Schicht  $\rightarrow$  Kristall (nahe  $0^\circ C$ )
- 2.: Wachstum einer aufgerauhten Fläche mit einer Kondensationskoeffizienten von 1 (bei niedrigeren Temperaturen)
- 3.: Normales Wachstum über zweidimensionale Keime (bei tiefen Temperaturen)

Die beiden Temperaturen für den Wechsel des Wachstumsmechanismus liegen bei der Basisfläche (0001) höher als bei der Prismenfläche (10 $\bar{1}$ 0). Die ausgeprägten Säulen- und Prismenform kann man nur deuten, wenn man auch das stärkere Diffusionsfeld an den Säulenenden bzw. Plättchenrändern im Vergleich zu den Seitenflächen der Säulen bzw. zu den Flächen der Plättchen berücksichtigt.

Außerdem erfolgt bei -20°C bis -25°C wegen der Wachstumshemmung der Basisflächen infolge der zweidimensionalen Keimbildung, ähnlich wie beim Whiskerwachstum von Kalium, eine Oberflächendiffusion von dort zu den Prismenflächen. Die Übersättigungsabhängigkeit von  $T_3$  (-20°C bis -35°C) wird dadurch bestimmt, daß die Keimbildungshäufigkeit der Basisfläche die maximale Wachstumsgeschwindigkeit nach der Hertz-Knudsen-Gleichung ermöglicht (T. Kuroda and R. Lacmann: J. Cryst. Growth 56(1982) 189-205).

Zur experimentellen Untersuchung der Wachstums- und Verdampfungskinetik von Eis wurden eine Metall- und eine Glaszelle, beide mit Kupfer als Substrat, verwendet. Für eine gezielte Keimbildung wurde die Unterkühlung für das Wachstum eingestellt und die Übersättigung kurzzeitig mit Hilfsdampf erhöht. Ohne Fremdstoffzugabe entsprach bei kleinen Übersättigungen die Wachstumsgeschwindigkeit in Abhängigkeit von der Übersättigung bei einem Teil der Kristalle dem Birth- and Spread-Modell (2-dimensionale Keimbildung), bei den anderen dem Versetzungsmodell mit Spiralwachstum. In beiden Fällen mußte die quasi-flüssige Schicht zur quantitativen Interpretation berücksichtigt werden. Bei hohen Übersättigungen und bei Untersättigungen war die Wachstums- bzw. Verdampfungsgeschwindigkeit linear von der Über- bzw. Untersättigung abhängig. Der Kondensations- bzw. Verdampfungskoeffizient betrug etwa 0,15.

Die Form der Kristalle war isometrisch, bei etwa -7° waren es Plättchen. Die Kristalle wurden zum Teil stereo-photogrammetrisch vermessen. Flächen, die am Substrat auflagen, wuchsen schneller als freiliegende Flächen.

Bei Zusatz von Stickstoff nahm die Wachstumsgeschwindigkeit drastisch ab. Es konnte gezeigt werden, daß dies auf die Grenzflächenkinetik und nicht auf die Volumendiffusion zurückzuführen ist. Diese Aussage wurde durch Berechnungen mit der Methode der finiten Elemente untermauert (W. Beckmann, R. Lacman and A. Bierfreund: J. Phys. Chem. 87 (1983) 4142-4146).

## 2. Elektrokristallisation und elektrolytische Auflösung von Metall- und Legierungskristallen

In Fortsetzung von früheren Arbeiten über die elektrolytische Abscheidung von Messing aus cyanidischen Lösungen, bei denen sich schon zeigte, daß in diesem Fall der Kupfergehalt der abgeschiedenen Legierung

in Abhängigkeit von dem Abscheidungspotential durch ein Minimum geht, wurde das System Pd/Ag untersucht und die Wachstumskinetik analysiert.

Die Wachstumsgeschwindigkeit wird durch die Volumendiffusion der Metallkationen zur Elektrode, die Durchtrittsreaktion ( $Me^{Z+} + ze^- \rightarrow Me$ ) und den Einbau der Atome in das Gitter bestimmt. Dies führt zu einer Diffusions- ( $\eta_{Diff}$ ), einer Durchtritts- ( $\eta_{Du}$ ) und einer Kristallisationsüberspannung ( $\eta_{Kr}$ ). Die Gesamtüberspannung ist die Summe der Einzelüberspannungen. Abbildung 5 zeigt schematisch den Verlauf der Stromdichte als Funktion der Überspannungen.

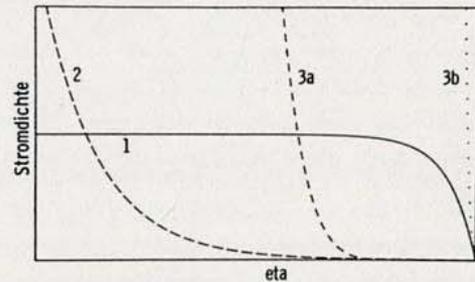


Abb. 5: Stromdichte als Funktion der Überspannung (schematisch)

Kurve 1:

Es tritt nur Diffusionshemmung auf. Die Stromdichte kann nicht größer als die Grenzstromdichte werden. Der Diffusionswiderstand ( $R=\eta/i$ ) nimmt mit der Überspannung exponentiell zu.

Kurve 2:

Es tritt nur Durchtrittshemmung auf. Die Stromdichte nimmt mit der Überspannung exponentiell zu.

Kurve 3:

Es tritt nur Kristallisationsüberspannung auf. Die Stromdichte nimmt mit der Überspannung exponentiell (3a "Birth & Spread"-Modell) bzw. quadratisch (3b BCF-Theorie) zu.

Die Kristallisationsüberspannung ist zwar relativ klein, beeinflusst im Fall der Legierungsabscheidung bei Stromdichten, die kleiner als die Summe der Grenzstromdichten sind, die Legierungszusammensetzung jedoch stark.

Es wurde die potentiostatische Abscheidung von Pd/Ag-Legierungen aus perchlorsauren Elektrolyten untersucht. Die Zusammensetzung der Legierungen wurde mit der AAS bestimmt. Abbildung 6 zeigt die Legierungszusammensetzung als Funktion des Elektrodenpotentials für einen Elektrolyten der  $9 \cdot 10^{-3}$  M an  $Pd^{2+}$  und  $1 \cdot 10^{-3}$  M an  $Ag^+$  ist. Bei hohen Potentialen wird bevorzugt die Komponente mit dem höheren Standardpotential (Palladium) abgeschieden. Aufgrund der höheren Austauschstromdichte und der niedrigeren Randspannung des Silbers nimmt der Palladiumgehalt mit negativer werdendem Potential ab und führt bei entsprechender Zusam-

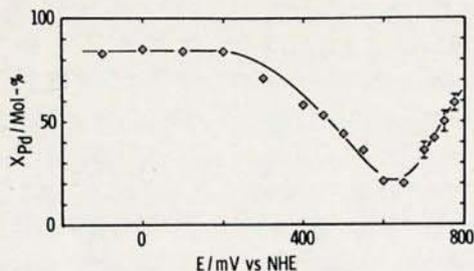


Abb. 6: Legierungszusammensetzung vs Potential

menetzung des Elektrolyten ( $[Ag^+]/[Pd^{2+}] > 1/3$ ) zu fast reinem Silber. Da die Teilstromdichte des Silbers die Grenzstromdichte erreicht hat, wird sie konstant. Der Palladiumgehalt der Legierung nimmt bei weiter negativer werdendem Potential wieder zu, bis er potentialunabhängig wird. Dann ist die Legierungszusammensetzung durch die Elektrolytzusammensetzung vorgegeben.

Anhand von Modellrechnungen mit Variation der Parameter wird gezeigt, wie die einzelnen Parameter die Legierungszusammensetzung beeinflussen. Dabei werden die Abhängigkeit der Randspannung von der Legierungszusammensetzung, die zweidimensionale Keimbildungsarbeit und die Zusammensetzung des Keimes berücksichtigt. Das Kristallwachstum erfolgt über zweidimensionale Keime ("Birth & Spread"-Modell) oder über Schraubenversetzungen (Wachstumsspirale nach Burton, Cabrera und Frank) (G. Hoogestraat Dissertation TU Braunschweig 1984, G. Hoogestraat und R. Lacmann: Journal of Crystal Growth, in Vorbereitung).

Untersuchungen am System Pd/Cu, die z.Z. durchgeführt werden, zeigen auch ein Minimum für den Pd-Gehalt, das aber nicht so ausgeprägt ist wie im System Pd/Ag; das ist in erster Linie dadurch bedingt, daß die Austauschstromdichte von Cu zwar höher ist als die von Pd aber nicht so hoch wie die von Ag.

In einer anderen elektrochemisch ausgerichteten Arbeit wurden die Kinetik der elektrolytischen Auflösung von Kupfereinkristallkugeln und die Deckschichtbildung untersucht (D. Könneke, R. Lacmann, A. Fattah und W. Uelhoff: Electrochimica Acta 28 (1983) 967-972; D. Könneke: Dissert. TU Braunschweig, 1982).

Bei voltametrischen Untersuchungen an Kupfer und Zinkschichten auf Platin in alkalischen Cyanidlösungen wurde die Bildung von Cyanid- und Oxidschichten, einer monomolekularen Schicht und einer Pt-Zn-Legierung untersucht (D. Linsel-Böttcher: Dissert. TU Braunschweig, 1983).

Darüber hinaus werden Untersuchungen über das elektrolytische Wachstum von Kupfer und Silbereinkristallkugeln, die analog der Temperatur-Oszillationsmethode (TOM) bei einer periodisch wechselnden Überspannung (Potential-Oszillationsmethode, POM) bzw. mit einer

periodisch wechselnden Stromdichte (COM) wachsen, gemacht. Der Vorteil von POM und COM ist der, daß die Frequenz hier viel höher (bis zu einigen 100 Hz) gewählt werden kann, als bei TOM.

### 3. Lösungskristallisation

Herr Dr. rer.nat. W. Beckmann befaßt sich mit den Wachstumsmechanismen bei der Lösungskristallisation. Als Modellsubstanz dient Stearinsäure, eine langkettige Fettsäure. Diese Säure hat eine Bedeutung in der Nahrungsmittelindustrie als Vorstufe für Synthesen. Sie wird aus pflanzlichen Fetten gewonnen. Interessant ist bei Stearinsäure, daß sie in drei Modifikationen auftritt, die bei Raumtemperatur nebeneinander vorliegen können. Weiterhin läßt sich durch die Wahl des Lösungsmittels Einfluß auf die Molekülgröße der gelösten Säure nehmen; in polaren Lösungsmitteln liegt die Säure monomer, in nicht polaren dimer vor.

Die Untersuchungen zu den Wachstumsmechanismen beschränken sich auf die beiden monoklinen Modifikationen B und C. Primär werden Wachstumsgeschwindigkeiten der zur Wachstumsform gehörenden (001)- und (110)-Flächen für diverse Lösungsmittel (wie Butanon oder Dekan) als Funktion der Übersättigung und Temperatur erfaßt. Die Abhängigkeiten der Wachstumsgeschwindigkeiten von der Übersättigung und die Temperaturabhängigkeit der Wachstumsgeschwindigkeit lassen Aussagen über die Wachstumsmechanismen zu. Besonders aufschlußreich ist ein Vergleich der B- und C-Modifikation, die sich in den Kristallstrukturen nur wenig, aber stark in ihrem Kristallisationsverhalten unterscheiden.

Die experimentelle Anordnung für die Messung der Wachstumsgeschwindigkeit besteht aus einer Umlaufapparatur zur Züchtung der Kristalle unter weitgehendem Ausschluß der Volumendiffusion. Die Wachstumsgeschwindigkeit der (110)-Fläche wird mittels eines optischen Mikroskops mit angeschlossenem Fernsehsystem verfolgt. Für die (001)-Fläche wird eine interferometrische Technik unter Ausnutzung der Doppelbrechung der Kristalle angewendet. Sämtliche Meßdaten werden von einem Kleinrechner erfaßt und können zur detaillierten Auswertung an leistungsfähige Rechner übertragen werden. Neben diesen Arbeiten werden auch genaue Untersuchungen zur Polymorphie der Stearinsäure durchgeführt. So werden die Koexistenzbereiche, die thermodynamischen Daten der Umwandlungen, die Löslichkeiten sowie die Kristallisationsdomänen und Gleichgewichtsformen der einzelnen Modifikationen bestimmt (W. Beckmann: Fette - Seifen - Anstrichmittel 86 (1984) 217-225).

Andere Arbeiten über die Kinetik des Phasenwechsels mit Kristallen werden in der Abteilung Angewandte Physikalische Chemie des gleichen Instituts (Leiter: Prof. Dr. rer.nat. H.K. Cammenga) durchgeführt:

### 1. Sublimationskinetik organischer Molekülkristalle

Untersuchungen befassen sich hier mit der Kinetik des Kristallabbaus ähnlich strukturierter organischer Moleküle, z.B. trans-Azobenzol, cis-Azobenzol, Benzo(c) cinnolin, trans-Stilben und Phenanthren. Dabei konnte gezeigt werden, daß der Einfluß der Oberflächentopographie auf die Größe des Verdampfungskoeffizienten bzw. Kondensationskoeffizienten  $\alpha_c$  i.allg. klein, wenn nicht häufig überhaupt vernachlässigbar ist. In sehr vielen Fällen sind  $\alpha$  und  $\alpha_c = 1$ , und Abweichungen davon werden (wie bereits früher für Flüssigkeiten von uns nachgewiesen) durch sekundäre Phänomene wie Diffusion in der Gasphase, Behinderungen der Molekülströme, Abkühlung bzw. Erwärmung der Oberfläche und Oberflächenkontamination vorgetäuscht. Im Falle  $\alpha, \alpha_c < 1$  tragen bei Molekülkristallen auch orientierte Dipol-Dipol-Wechselwirkungen sowie Änderungen von Bindungslängen und/oder der Molekülformation zu diesem Befund bei (H.K. Cammenga, J.-J. Petrick and F.W. Schulze: J. Cryst. Growth 55 (1981) 351-362).

### 2. Reaktionen in Molekülkristallen

Kinetik und Mechanismus von Reaktionen in organischen Molekülkristallen werden bisher allgemein sehr wenig bearbeitet. Wir gehen aus von gut charakterisierten Kristallen bekannter Kristallstruktur, ermitteln die Kinetik thermisch und photochemisch induzierter Reaktionen und versuchen, die jeweiligen Mechanismen aufzuklären. In vielen Fällen kommt dabei der Natur und Verteilung von Defekten im Kristall eine entscheidende Bedeutung zu, besonders in der Phase der Keimbildung. Neben echten chemischen Reaktionen in organischen Molekülkristallen werden auch detaillierte Untersuchungen von Phasenumwandlungen erster und höherer Ordnung in organischen Molekülkristallen durchgeführt. Bei allen diesen Arbeiten kommen u.a. spektroskopische, mikroskopische, röntgenographische, thermooptische und kalorimetrische Methoden zum Einsatz (H. Bothe and H.K. Cammenga: Z. Phys. Chemie (Frankfurt/Main) 127 (1981) 193-206).

### 3. Krustenbildung auf kristallisierenden Salzsolen

Auf Salzsolen (z.B. Halit-Sole, Meerwasser u.a.) bilden sich häufig bei der Kristallisation aufgrund von Verdunstung an der Oberfläche Salzkrusten aus. Dabei entstehen zunächst Hohlkristalle ("Schiffchen"), die auf der Oberfläche treiben, wachsen und zusammenwachsen zu "Inseln", die noch mehr oder minder große Löcher zeigen. Beim Zusammenwachsen der Inseln kann schließlich eine Kruste entstehen, die die ganze Oberfläche bedeckt, jedoch noch porös ist. Zweiwertige Ionen vermögen durch Förderung der Dendritenbildung das Zusammenwachsen der Schiffchen und der Inseln sehr begünstigen. Durch die Adsorption von Tensiden, z.B. fettsauren Salzen 2- und 3-wertiger Metalle, kann man praktisch porenfreie, recht stabile Krusten

hervorrufen, in denen keine makroskopischen Kristallflächen mehr wahrnehmbar sind. Andererseits ist man, so durch den Zusatz nicht-ionogener, insbesondere perfluorierter, Tenside in der Lage, eine Oberflächenkristallisation auch ganz zu unterdrücken, so daß die Kristallisation dann nur im Lösungsinnen auftritt.

Ergebnisse solcher Untersuchungen haben z.B. Bedeutung für die Speicherung fluider Energieträger in Salzkavernen (bei denen auf der Solesumpfoberfläche Krustenbildung erwünscht, manchmal auch unerwünscht sein und entsprechend beeinflusst werden kann), bei Meerwassersalinen, in technischen Kristallisatoren u.a.m. (D. Herz, D. Hamann, H.-J. Petrick, K. Elbeshausen und H.K. Cammenga: Ber. Bunsenges. Phys. Chem. 86 (1982) 1069-1077).

Darüber hinaus werden im Institut für Technische Physik der TU (Leiter: Prof. Dr. rer.nat. W. Gey) von Prof. Dr. rer.nat. G. Schneider Einkristalle nach dem Zonenschmelzverfahren (Bi/Sb, CdSb) und dem Bridgman-Verfahren ( $Cd_3As_2$ ,  $Zn_3As_2$ ) gezüchtet. An diesen Kristallen werden Transportgrößen gemessen.

Im Institut für Metallphysik und Nukleare Festkörperphysik der TU (Leiter: Prof. Dr. rer.nat. Ch. Schwink) werden zusammen mit Prof. Dr. rer.nat. H. Neuhäuser Metall- und Legierungseinkristalle (Kupfer- und Kupferlegierungen) nach dem Bridgman-Verfahren gezogen, um an ihnen plastische Eigenschaften (z.B. Versetzungsstrukturen) zu untersuchen.

Im Institut für Werkstoffe der TU (Leiter: Prof. Dr. rer.nat. F. Haeßner) werden kubisch-flächenzentrierte Metall-Einkristalle (reine Metalle bzw. Legierungen) vorgegebener Orientierung nach dem Bridgman- und dem Floating-Zone-Verfahren hergestellt.

R. Lacmann

## TAGUNGSKALENDER

1 9 8 5

05. - 07. Dezember Fort Lauderdale (FA)/U.S.A.  
16th Annual Semiconductor Interface Specialists Conference

P.V. Dressendorfer, Sandia National Laboratories, Div. 2144, Albuquerque, New Mexico 87185, U.S.A.

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.

18. - 20. Dezember Reading /U.K.  
Annual Solid State Physics Conference  
Institute of Physics

13. - 24. Januar Triest/I

Winter School on Technology, Characterization and Properties of Epitaxial Electronic Materials

International Centre of Theoretical Physics,  
P.O. Box 586, I-34100 Trieste

02. - 06. März New Orleans (LA)/U.S.A.

Phase Diagrams for Electronic Materials

Barbara Kampermann, AIME, 420 Commonwealth Drive  
Rarrendale, PA 15086, U.S.A.

06. - 07. März Marseille/F

Jahrestagung 1986 der GFCC

J.J. Métois, CRMC2, Campus de Luminy, Case 913  
F-13288 Marseille Cedex 9

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: "Herstellung von massiven III/V-Halbleiterkristallen"

Dr. G. Müller, Inst. für Werkstoffwissenschaften VI der Univ., Martensstr. 7, 8520 Erlangen

07. - 09. April Freiburg/D

Gemeinsame Tagung der Deutschen und Schweizerischen Gesellschaften für Thermische Analyse und Kalorimetrie (GEFTA und STK)

Prof. V. Krämer, Kristallographisches Institut der Universität,  
Hebelstr. 25, D-7800 Freiburg

13. - 16. April Pasadena (CA)/U.S.A.

3rd International Conference on Metal-Organic Vapor Phase Epitaxy (ICMOVPE-III),

Prof. P.D. Dapkus, Univ. of Southern California, SSC 502, University Park, Los Angeles, CA 90089 - 0483, U.S.A.

14. - 17. April Phoenix (AZ)/U.S.A.

INTERMAG '86 Conference

Edwards Della Torre, Dept. of EE & CS, The George Washington University, Washington, DC 20052, U.S.A.

22. - 25. April San Francisco (CA)/U.S.A.

Spring Meeting of the Materials Research Society

Bob Chang, AT & T Bell Laboratories, Murray Hill, New Jersey 07974, U.S.A.

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 (MA)/U.S.A.

The Electrochemical Society, including the 5th International Symposium on Silicon Materials Science and Technology

The Electrochemical Society, 10 South Main Street, Pennington, New Jersey 08543, U.S.A.

04. - 09. Mai Boston/U.S.A.

The Electrochemical Society

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

20. - 22. Mai Regensburg/D

3rd European Conference on Solid State Chemistry

GdCh-Geschäftsstelle, Postfach 900 440  
6000 Frankfurt 90

10. - 19. Juni Erice/I

Synchrotron Radiation for X-ray Crystallography

Prof. Dr. Riva de Sanseverino, Piazza Porta Donato 1, I-Bologna

23. - 27. Juni Mailand/I

World Congress on High Tech Ceramics

Dr. P. Vincenzini, Chairman WCHTC,  
P.O. Box 174, I-48018 Faenza

05. - 12. Juli Edinburgh /U.K.

6th International Summer School for Crystal Growth (ISSCG-6)

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.

22. - 25. Juli Budapest/H

4th Hungarian Conference on Crystal Growth (HCCG-4) 1st International Symposium on Shaped Crystal Growth (ISSCG-1)

Dr. Edmond Lendvay, Research Int. for Technical Physics, H-1325 Budapest, Ujpest 1. Pf. 76 Ungarn

05. - 09. August Breslau/P

10th European Crystallographic Meeting

Prof. K. Lukaszewicz, Institute for Low Temperature and Structure Research, Plac Katedralny 1, 50 - 950 Wroclaw, Polen

11. - 20. August Leipzig/DDR

Summer School on Crystallography Computing

Prof. P. Paufler, Karl Marx-Universität, Sekton Chemie, WB Kristallographie, Feldstr. 35, DDR-7010 Leipzig

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

4th International Conference on Molecular Beam Epitaxy (MBE IV)

Dr. G.J. Davies, British Telecom Research Laboratories, Morthesham Heath, Ipswich IPS 7RE, U.K.

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

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. Wolfe, Washington University,  
Box 1127, St. Louis, MO 63130, U.S.A.

19. - 24. Oktober San Diego (CA)/U.S.A.

Fall Meeting of the electrochemical Society

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

20. - 23. Oktober Bordeaux/F

7th European Symposium on Materials  
Sciences in Space

Dr. J.C. Launay, Laboratoire de Chimie du Solide  
du SNRS, Université de Bordeaux I  
F-33405 Talence Cedex

17. - 20. November Baltimore (MD)/U.S.A.

31st Conference on Magnetism and Magnetic Materials

Edward Della Torre, Dept. of EE & CS,  
The George Washington Univ.,  
Washington, DC 20052, U.S.A.

## 1 9 8 7

17. - 22. Mai Philadelphia (PA)/U.S.A.

Electrochemical Society Spring Meeting

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

18. - 22. Oktober Honolulu (HI)/U.S.A.

Fall Meeting of the Electrochemical Society, Inc.,  
10 South Main Street, Pennington,  
NJ 98543-2896, U.S.A.

09. - 12. November Chicago (Ill.)/U.S.A.

32rd Conference on Magnetism and  
Magnetic Materials

Edward Della Torre, Dept. of EE & CS,  
The George Washington Univ., Washington,  
DC 20052, U.S.A.

## Tagungsstipendien

Der Vorstand hat beschlossen, jüngeren DGKK-Mitgliedern  
Reisekostenzuschüsse zum Besuch der ICCG-8 (bzw.  
ISSCG-6) in York zu gewähren. Antragsberechtigt sind  
Diplomanden, Doktoranden und jüngere Wissenschaftler,  
die

- keine Planstelle besitzen und
- Autor oder Koautor eines für York angemeldeten  
Vortrags oder Posters sind.

Interessenten werden gebeten, formlose Anträge bis zum  
30. April 1986 an

Herrn Dr. K.W. Benz

Kristalllabor - Physikal. Institut Teil 4  
der Universität  
Pfaffenwaldring 57  
7000 Stuttgart 80

zu richten und dem Antrag

- die Kurzfassung des Vortrags oder Posters,
- eine Empfehlung des Vorgesetzten mit Bescheinigung  
des Beschäftigungsverhältnisses sowie
- eine Erklärung, daß die Finanzierung der Reise  
von dritter Seite nicht zu erwarten ist,

beizufügen.

## NEUE BÜCHER

PHASE EQUILIBRIA IN CHEMICAL ENGINEERING,  
S.M. Walas; Butterworth Publishers, Boston 1985,  
US\$ 49.95

MOLECULAR SEMICONDUCTORS: Photoelectrical Properties and  
Solar Cells,  
J. Simon und J.J. André; Springer-Verlag, Berlin 1985, 288 S.;  
US\$ 59.00

POLYCRYSTALLINE SEMICONDUCTORS: Physical Properties and  
Applications, ed. G. Harbeke;  
Springer-Verlag, Berlin 1985, 245 S.;  
US\$ 29.50

- Fundamental Aspects of Grain Boundaries
- Electronic Characterization of Grain Boundaries
- Properties and Applications of Polycrystalline Silicon
- Applications of Polycrystalline Semiconductor Compounds

CRYSTAL GROWTH OF ELECTRONIC MATERIALS,  
Proceedings of the 5th International Summer School of Crystal  
growth and Materials Research, CH-Davos, 03. - 10.09.1985,  
North Holland 1985, 396 S.,  
Dfl. 235

- Fundamental Aspects of Crystal Growth
- Melt-grown crystals with extreme dimensions
- Growth from high and low temperature solutions
- Silicon
- III/V compounds
- Miscellaneous Materials
- Characterization

CURRENT TOPICS IN MATERIALS SCIENCE,  
Volume 12, ed. E. Kaldis; North Holland 1985, 472 S.;  
Dfl. 275

1. Metallic, Ionic and van der Waals Clusters
2. Metastable Phases in the Bulk and on Substrates
3. Vapor Pressure Investigation of P-T-X Equilibria and Non-Stoichiometry in Binary Systems
4. Mechanical Properties of Brittle Materials - Modern Theories and Experimental Evidence

SILICON PROCESSING FOR PHOTOVOLTAICS I,  
ed. C.P. Khattak, K.V. Ravi; North-Holland 1985, 450 S.  
Dfl. 225

REACTIVITY OF SOLIDS, Proc. of the 10th Int. Symp. on the  
Reactivity in Solids, Dijon, 27. - 31.08.1984;  
ed. P. Barret, L.-C. Dufour; North-Holland 1985, 1148 S.,  
Dfl. 525

LASER-CONTROLLED CHEMICAL PROCESSING OF SURFACES,  
ed. A.W. Johnson, D.J. Ehrlich, H.R. Schlossberg;  
North Holland 1984, 440 S.  
Dfl. 245

RAPIDLY SOLIDIFIED METASTABLE MATERIALS, Proc. of the  
symposium, Nov. 1983 in Boston, U.S.A.; ed. B.H. Kear,  
B.C. Giessen; North-Holland 1985, 448 S.,  
Dfl. 310

INTEGRATED OPTICS, Proc. of the 3rd. Int. Conf. ECIO '85,  
Berlin, 06. - 08. Mai 1985; ed. H.P. Nolting, R. Ulrich;  
Springer-Verlag, Berlin 1985, 243 S.,  
US\$ 27.50

2. Applications
2. Material and Fabrications
3. Semiconductor Devices
4. Modulators
5. Fundamentals and Wave Guiding

## TAGUNGSBERICHTE

### Jahrestagung der BACG, 24.-27.9.1985

Unsere britische Schwestergesellschaft hielt ihre diesjährige Tagung an der Sussex University in Brighton ab. Als Zeichen der Verbundenheit lud sie dazu die DGKK ein. Natürlich konnten nur relativ wenige Mitglieder (13) dieser Einladung folgen. Die BACG trug die Kosten für 4 eingeladene Vorträge aus unserem Mitgliederkreis, wofür wir nochmals herzlich danken.

Als Gegenleistung hatten wir schönes Wetter mitgebracht, Brighton zeigte sich im herbstlichen Sonnenschein. Die Fröhlsportler unter uns berichteten von Unentwegten, die sogar im Meer badeten. Das Campus der Sussex University liegt etwa 6 km nordöstlich vom Stadtzentrum in einem hügeligen Wiesengelände, die Teilnehmer waren dort untergebracht. Mit Sherry und Dinner wurden wir am Dienstag Abend empfangen, am Mittwoch früh eröffnete Keith Barraclough als Chairman der BACG die von P. Cardew, R. W. Whatmore und John Wilkes bestens organisierte Tagung. Wir überbrachten die Grüße der DGKK und berichteten kurz über unsere Aktivitäten.

Die Vormittagssitzung begann Frau Bauser mit ihrem eingeladenen Vortrag über Wachstumsmechanismen bei geringen Abweichungen von der genauen Flächenorientierung und

über Striations zweiter Art, der viel Beachtung fand. Der Metal-Organic-Vapour Deposition waren drei Arbeiten des R.S.R.E gewidmet, die B. Mullin von der Theorie her sehr eindrucksvoll beleuchtete. Danach scheint das Auftreten eines  $\text{CH}_3$ -Radikals zusammen mit atomarem Wasserstoff für die homogene Pyrolyse bei der photoinduzierten Abscheidung verantwortlich zu sein. K.C. Pond stellte eine neue Theorie vor zur Struktur der Grenzflächen Si/PdSi und Saphir/Si.

In der Nachmittagssitzung wurde über Theorie und Praxis der Rekristallisation bei Zeolithen berichtet (Barrer, Cundy) und ein Überblick gegeben über die Entwicklung der Theorie des Kristallwachstums (Cardew).

Lichtwellenleiter in integrierten Optiks Schaltkreisen aus Lithiumniobat können durch Tantal-Dotierung hergestellt werden, vorteilhafter ist jedoch nach Darstellung von C.W. Pitt die Molekularstrahlepitaxie, auch gegenüber anderen Verfahren, wenn auch eine endgültige Beurteilung noch aussteht. Über die Anwendung der MOCVD zur Herstellung dünner Filme aus  $\text{TiO}_2$  und  $\text{Ta}_2\text{O}_5$  und deren Charakterisierung berichteten Mitarbeiter von Plessey. Weitere Vorträge an diesem Nachmittag beschäftigten sich mit der Polung sowie mit Oberflächenanalysen von Lithiumniobat und mit Zinkselenidschichten für die Elektrolumineszenz.

Einen Höhepunkt bildete an diesem Abend der "BACG-Jahresvortrag", für den Prof. Felix Franks von der University of Cambridge gewonnen werden konnte.

Hinter dem harmlosen Titel "Nucleation of Ice Crystals" verbargen sich dem mit dieser Materie nicht Vertrauten eine Menge von hochinteressanten Überraschungen. Wasser läßt sich in hohem Maße unterkühlen. Seine physikalischen Eigenschaften weisen dabei Anomalien auf, die bis heute noch nicht geklärt sind.

Auch die Natur macht von diesem Phänomen Gebrauch, Pflanzen und Insekten können in Abhängigkeit von ihrem klimatischen Lebensbereich Substanzen in ihren Körpersäften enthalten, die die Kristallisation des Wassers bis zu erstaunlich tiefen Temperaturen hinab verhindern.

Praktische Anwendung erfahren diese Forschungsergebnisse in der Lebensmittelindustrie, wo die Tiefkühltechnik im Lichte dieser Erkenntnisse noch einiges profitieren kann.

Das Konferenz-Dinner und der anschließende Steh-Cocktail bot wieder Gelegenheit zu vielen Diskussionen. Zu vorgeückter Stunde äußerte der Berichterstatter im kleinen Kreis auch einmal den Gedanken einer "European Association for Crystal Growth", zu der unsere Gastfreunde mit dieser Einladung den Keim gelegt hätten.

Nach des Tages Arbeit lieben die Engländer den Spaß. Dem Dinner folgte eine Darbietung der Entertainer-Gruppe "Demon Barbiers", die etwas an die "Comedian Harmonists" der dreißiger Jahre erinnerte. Wenn auch die Sprachbarriere und der mitunter schwer nachfühlbare englische Humor das Verständnis erschwerten, war die Stimmung jedoch ausgelassen und wir fühlten uns sehr wohl im Kreise unserer

englischen Freunde. Bier (was immer man in England darunter versteht) und sonstige Alkoholika flossen reichlich.

Mit Rücksicht auf diesen Abend eine Viertelstunde später begann am Donnerstag die Sitzung mit zwei Vorträgen aus dem Bereich der Massenkristallisation, in denen über die Entstehung von Clustern in übersättigten Lösungen und von Versetzungen bei der plastischen Deformation hinreichend klein zermahlener Kristallkeime berichtet wurde. Dadurch lassen sich Verbreiterungen der Korngrößen-Verteilungskurven erklären. John Wilkes zeigte in einem brillanten Vortrag, wie wichtig es ist, die Vorgänge bei der heterogenen Zersetzung von gasförmigen Verbindungen genau zu studieren. Am Beispiel von  $\text{SiH}_4$  konnte er die Unterschiede des Silizium-Filmwachstums in Anwesenheit von Wasserstoff und/oder Argon auf Grund der Adsorptions- und Desorptionsgleichungen erklären. Dann waren die deutschen Gäste wieder an der Reihe, mit sehr klaren und (im Gegensatz zu manchen Engländern) auch akustisch sehr gut verständlichen Vorträgen gingen C.-P. Klages (invited), W.H.

Appel und F. Bantien auf die Kinetik bei der Flüssigphasenepitaxie von Wismut-dotierten Eisengranaten, auf den Einfluß des Lösungsmittels bei der Abscheidung von Silizium und auf die Vorteile Erbium-dotierter Galliumarsenidschichten ein. Dem Auftreten von Galliumausscheidungen in LEC-GaAs-Kristallen war zum Schluß der Vormittagsitzung ein Vortrag von D. J. Stirland gewidmet.

Die letzte Vortragsfolge eröffnete Frau C. Grabmaier mit ihrem eingeladenen Vortrag über die Züchtung von großen Lithiumniobat-Kristallen für optische Anwendungen. Defektfreies Wachstum wird erschwert durch die Stöchiometrieabweichung des Lithiumniobats. Eine Dotierung mit Magnesium, die eingehend untersucht wurde, wirkt der Bildung von Punktdefekten entgegen. Eine rege Diskussion zeigte, wie interessant dieses Thema ist. B.E. Watts berichtete über die Flux-Züchtung bisher nicht dargestellter Perowskite, I.R. Telfer über die Kristallzüchtung von Wismutgermanat als Szintillatormaterial und Miss P.A. Thomas über Versuche zur Messung der durch elektrische Felder induzierten optischen Rotation in BGO und Wismutsilikat. In einem sehr klaren eingeladenen Übersichtsvortrag stellte N. Karl die Züchtungs- und Reinigungsmethoden für organische Kristalle vor. Ihre optischen Eigenschaften lassen eine industrielle Anwendung im Bereich der Elektrolumineszenz und der nichtlinearen Optik erwarten. Diesem Thema war auch der folgende Vortrag von Sherwood gewidmet. Gegenüber Lithiumniobat sticht MAP mit einer fast zehnfach höheren Standfestigkeit gegenüber Laserstrahlen hervor. Zwei weitere Vorträge beschäftigten sich mit der Züchtung organischer Kristalle aus Lösungen und aus der Gasphase. Den Abschluß dieser Tagung bildeten Vorträge über Filme, die nach dem Langmuir-Blodgett-Verfahren hergestellt wurden. Man macht sich dabei die Ausbreitung von Filmen auf der Wasseroberfläche zunutze. Filme, die aus einer oder mehreren, auch verschiedenen, Moleküllagen aufgebaut sind, können so für elektrooptische Anwendungen auf Substrate aufgebracht werden.

Das Schlußwort sprach der neugewählte Chairman der BACG, I.J. Saunders. Er dankte den deutschen Gästen für die Teilnahme und betonte, daß die BACG auch künftig den Kurs der engen Zusammenarbeit mit der DGKK fortsetzen wolle. Wir möchten an dieser Stelle unseren englischen Freunden nochmals herzlich für die Einladung zu dieser Jahrestagung danken!

Dem Berichterstatter bot sich vor der Weiterreise noch Gelegenheit, seinem Hobby zu fröhnen. Unweit von Brighton betreiben Eisenbahnfreunde eine stillgelegte Bahnlinie. Durch Schenkungen und Aufkäufe sind sie mittlerweile in den Besitz von etwa 30 Lokomotiven der British Railway gekommen, die mit Hingabe repariert und zum Teil schon wieder gefahren werden. Eine Bahnstation wurde in ein Museum umgewandelt. Fahrten auf der 5 km langen Strecke mit einem Dampfzug und historischen Wagen bringen das nötige Geld in die Kasse. Wer Spaß an Dampflokomotiven hat, dem sei der Besuch der Blue Bell Railway bei passender Gelegenheit empfohlen.

Herbert Jacob

---

---

Gordon Research Conference on Crystal Growth

15.07. - 19.07.85

Die diesjährige Gordon Research Conference über Kristallzüchtungsprobleme fand am Plymouth State College in landschaftlich reizvoller Umgebung im US-Bundesstaat New Hampshire bei schönstem Sommerwetter statt. Die Umgebung und das Wetter sind bei "Gordon" Konferenzen ja nicht unwichtig, weil traditionell die Nachmittage frei von Vorträgen sind, die dafür in den späten Abendstunden stattfinden. Von den 135 Teilnehmern waren etwa 20 nicht aus den U.S.A., wobei hiervon die deutsche Delegation mit 9 Teilnehmern die mit Abstand größte darstellte.

Die Tagung wurde von F. Rosenberger, Univ. Utah Salt Lake City (Chairman) und von T. Gentile, Hughes Res. Labs. Malibu (Vice Chairman), organisiert.

Es ist eine gute Tradition dieser Konferenz, daß die Inhalte der wissenschaftlichen Beiträge nicht zur Veröffentlichung freigegeben sind und somit auch nicht ausführlich in einem Tagungsbericht dargestellt werden sollen. Behandelt wurden in 23 eingeladenen Vorträgen und in 21 eingeladenen (!) Postern die folgenden Themen:

- Surfaces: Equilibrium and Diffusion, Structure and Kinetics (Simulation und experimentelle Ergebnisse)
- MBE and Heterostructures (III-V-Halbleiter, Si-Ge)
- Crystal-Melt Interfaces (atomistische Behandlung)
- Interface Dynamics and Stability (makroskopische Behandlung)

- Fluid Dynamics Modelling (Theorie und Experimente)
- GaAs and Si (Defektbildung bei Volumenkristallen in Relation zu Züchtungsparametern, meist experimentelle Ergebnisse)
- HgCdTe (Defektbildung und Präparation)

Die wissenschaftlichen Beiträge lassen sich in zwei Gruppen unterteilen:

- a) Theorie zu Vorgängen an Oberflächen und Phasengrenzflächen mit Beispielen aus der Praxis
- b) Probleme der Kristallzüchtung hinsichtlich Si, GaAs und Si, GaAs und HgCdTe

Zwei nicht geplante Vorträge über Silizium und über Untersuchungsmethoden von Defekten in GaAs wurden eingeschoben. Die Thematik der meisten Vorträge der ersten Gruppe war Oberflächenstrukturen, -beschaffenheit und -stabilität gewidmet, wobei theoretische Überlegungen teilweise mit experimentell ermittelten Daten aus dem Bereich GaAs und Si belegt wurden. Besondere Aufmerksamkeit galt auch dem Grenzbereich zwischen mobiler Phase und wachsendem Kristall, in dem sich die Bausteine ordnen.

Die Bemühungen, die Kristallzüchtung aus dem Bereich der "Kunst" oder der "glücklichen Hand" herauszuführen und auf wissenschaftliche "Beine" zu stellen, tragen nun erkennbare Früchte. Durch Berechnung kann schon heute in vielen Fällen der experimentelle Arbeitsbereich weitgehend eingegrenzt werden. Bei den theoretischen Berechnungen ist es jedoch noch nicht möglich, die Randbedingungen des Experiments genau wiederzugeben. Hierzu fehlen allzu oft entsprechende Daten, die vom Experimentator nur sehr schwer bestimmt werden können. Nach wie vor werden daher systematische Experimente notwendig sein, bevor reproduzierbare Züchtungsergebnisse erzielt werden können.

Acht Vorträge beschäftigten sich mit speziellen Problemen der Kristallzüchtung von Si, GaAs und HgCdTe. Auffallend war, daß die Si-Kristallzüchtung in der Forschung nach wie vor eine sehr große Rolle spielt, gefolgt von Forschungsarbeiten zur Züchtung von GaAs. Durch seine spezifische Anwendung hat HgCdTe wirtschaftlich eine wesentlich geringere Bedeutung, was sich auch in der Zahl der Arbeitsgruppen widerspiegelt, die sich mit diesem Material beschäftigen.

Alles in allem war die "Gordon Research Conference" sehr beeindruckend, da in lückenloser Folge so viele interessante und gute Vorträge über Kristallzüchtungs- und Kristallwachstumsprobleme geboten wurden. Sehr positiv war auch, daß man sehr leicht mit bedeutenden Fachleuten Kontakt bekommen und Fachgespräche führen konnte, was durch die "Geschlossenheit" der Veranstaltung sehr gefördert wurde. Besonders erwähnenswert ist noch, daß aus den U.S.A. 15 Studenten (Doktoranden) teilnehmen durften.

Wir sollten in Deutschland zwar nicht versuchen, die "Gordon Research Conference on Crystal Growth" zu kopieren, aber eine "geschlossene" Veranstaltung im Seminarstil, bei der die Teilnehmer einige Tage an einem ruhigen Ort zusammen sind, würde bestimmt dem Gedankenaustausch über unsere Arbeiten und der Förderung von Nachwuchswissenschaftlern sehr dienlich sein.

Georg Müller, Herbert Walcher

---

Sitzung des Arbeitskreises Röntgentopographie  
am 17./18. Oktober in München

Mehr als 50 Teilnehmer aus Industrie und Hochschule hatten ihren Weg zur diesjährigen Sitzung des Arbeitskreises im Forschungszentrum der Siemens AG in München-Neuperlach gefunden. Zahlreiche Vortragsanmeldungen waren erst in letzter Minute eingegangen und würfelten das ursprüngliche Programm etwas durcheinander: 17 Vorträge, 4 Laborführungen und ein gemeinsames Abendessen versprachen schließlich ein anregendes Treffen.

Nach der Begrüßung durch den Vorsitzenden des Arbeitskreises Prof. Klapper, vermittelte Prof. Feldtkeller seitens des Gastgebers einen Eindruck von der Intensität, mit der Siemens Forschung betreibt: bei einem Forschungsetat von ca. 3,8 Mrd. DM jährlich sind 30.000 von 340.000 Mitarbeiter in Forschung und Entwicklung tätig. Damit bestreitet Siemens etwa 10% der Industrieforschung und über 6% der gesamten Forschung in der Bundesrepublik.

### 1. Übersicht

Die Vortragsthemen thematischen Schwerpunkten zuzuordnen fällt schwer, versuchsweise möchte ich einteilen in:

- methodische / apparative Fragestellungen,
- technologische Fragestellungen (Prozessoptimierung).

Vielleicht als Reverenz gegenüber dem Gastgeber zu deuten, vielleicht auch weil der Gastgeber selbst so viele Beiträge beisteuerte, dominierten diesmal die industriebezogenen Untersuchungen.

Zwei Gesichtspunkte möchte ich besonders hervorheben:

- Die röntgentopographisch kniffligen Verbindungshalbleiter und Heterostrukturen verlangen nach neuen Messmethoden: Mehrkristall-Diffraktometrie ergänzt die (verbesserten) konventionellen Techniken der Defektabbildung mit Röntgenstrahlung oder Elektronen.
- Wenn es sie jemals gab: vorbei sind die Zeiten, in denen "statische" Defektstrukturen das Interesse dominierten. Änderungen in der thermischen oder chemischen Prozessführung können nur zu leicht zunächst ungefährliche Kristallstörungen in z.B. elektronisch unerwünschter Weise aktivieren. Die Ursachen heraus-

zufinden entwickelt sich zum Puzzle-Spiel, denn es scheint, als legte jede Kristallstörung Wert auf eine "eigene" Kombination von Nachweismethoden.

## 2. Technologische Fragestellungen

Trotz der relativ langen Belichtungszeiten hat sich die Röntgentopographie als zerstörungsfreie Analysemethode neben Mikroskopie und Mikroanalyse als Standardwerkzeug etabliert. A. Papp (München) trug diesbezüglich über die prozessbegleitende Fehleranalyse von MOS-integrierten Schaltungen vor. Fehlerhafte Implantations- und Temperprozeduren, aber auch Oberflächenkratzer führen zum Auftreten oxidationsinduzierter Stapelfehler, die die Zuverlässigkeit des Bauelements herabsetzen.

Über Probleme mit Sauerstoffausscheidungen an bipolaren IC's berichtete G. Seebacher (München). Sauerstoffarmes Zonenmaterial ist nur bis zu etwa 100 mm Durchmesser lieferbar, größere Siliziumsubstrate müssen notwendigerweise auf sauerstoffhaltiges Material zurückgreifen. Im Verlauf der Verarbeitung entwickelt sich meist eine typische "Ringstruktur" von  $\text{SiO}_2$ -Ausscheidungen. Je nach Hersteller, Prozessführung und Lokalität im Silizium-Einkristall zeigen die Wafer drastisch unterschiedliche Neigung zur Ausbildung der Ringstruktur. Sauerstoff-, Kohlenstoff- und Metallverunreinigungen werden als mögliche Keime für die  $\text{SiO}_2$ -Ausscheidungen gesehen. Rückseitengeretterung und genau kontrollierte Vortemperschritte führen zu besseren Wafern.

Die Optimierung der Züchtungsbedingungen beim  $\text{LiNbO}_3$  war Gegenstand auch röntgentopographischer Untersuchungen von Chr. Grabmaier und E. Willibald (München). 3-Zoll dicke Kristalle sollen mit 2 mm/h nach Czochralski gezogen und anschließend bei etwa 1150°C elektrisch gepolt werden. Kleinwinkelkorngrenzen (s.u.) verhindern die Herstellung einkristalliner Kristalle und müssen vermieden werden. Röntgentopographie an Längs- und Querschliffen zeigte kritische Fehlerquellen: schlechten Keim, Umklappen der Wachstumsfront (konvex nach konkav) nach Ausbildung der Schulter. Insbesondere bei den sogenannten "ROT-Y-Kristallen", in denen die Z-Achse etwa 127° gegen die Ziehrichtung geneigt ist, kann die Wachstumsfront mehrere konkave "Einbuchtungen" aufweisen, falls nicht Nachheizzeiten das Temperaturprofil stabilisieren.

Schmale etwa 20µm dicke Domänen werden an Kleinwinkelkorngrenzen in  $\text{YZ-LiNbO}_3$  "gepinnt" und verschlechtern die elektrischen Eigenschaften des Kristalls. Der Grund für dieses merkwürdige Verhalten dürfte jetzt weitgehend aufgeklärt sein: wie H. Cerva (München) durch Vergleich von TEM-Aufnahmen mit computersimulierten Bildern nachwies, darf man sich Kleinwinkelkorngrenzen im  $\text{LiNbO}_3$  aus Versetzungen mit dem Burgersvektor  $\underline{b}=1/3 [\bar{1}0\bar{1}]$  aufgebaut denken. Die Verschiebung der Atome entlang von Versetzungen induziert bekanntermaßen in Piezoelektrika elektrische Felder. Mit Hilfe von Computersimulationen des

elektronenmikroskopischen Kontrastes einer Korngrenze wurde das "benötigte" elektrische Feld als Folge der "mechanischen" Verschiebungen in der Korngrenze zu  $10^4$  bis  $10^5 \text{ Vm}^{-1}$  abgeschätzt. Je nach Orientierung der Korngrenze relativ zum angelegten äußeren Feld werden u. U. Domänen stabilisiert, und es wird einsehbar, wieso die angelegten äußeren Felder der Größenordnung  $10^3 \text{ Vm}^{-1}$  nicht in der Lage sind, eine einheitliche Polarisierung im gesamten Kristall zu erzwingen.

Mit hochauflösender Röntgendiffraktometrie an quaternären und ternären III-V-Verbindungshalbleitern befaßten sich H. Meyerheim und H. Göbel (München). Der verwendete 4-Kristall-Monochromator (Silizium (100)) begrenzt die spektrale Halbwertsbreite der charakteristischen Röntgenstrahlung auf das für Präzisionsmessungen erforderliche Maß, ohne daß dispersionsbedingte Linienverbreiterungen in Kauf genommen werden müssen. Erst durch diese Eigenschaft ist es sinnvollerweise möglich, mit Hilfe asymmetrischer Beugungsgeometrien eine vollständige Charakterisierung des Verzerrungszustandes von Epischichten anzugehen. Auch Schichtdickenbestimmungen bei Multischichtstrukturen sowie die Ermittlung von Konzentrationsgradienten über die Schichtdicke (Anwendung der Vegard'schen Regel) werden mit bisher ungewohnter Präzision möglich. Durch numerische Simulation der Reflexionsprofile (Lösung der Takagi-Taupin-Differentialgleichungen) werden auch relativ komplexe Reflexionskurvenverläufe interpretierbar - hoffentlich eindeutig. Anstrengungen in dieser Richtung werden derzeit weltweit in zahlreichen Labors unternommen, wir stehen hier erst am Anfang einer Entwicklung.

Einen Einblick in die Analytik bei Siemens vermittelte H. Oppolzer (München): für die elektrooptischen Eigenschaften einer GaAs-Laserdiode sind die Ebenheit und Schärfe der Grenzfläche vor allem der aktiven Zone wichtig. Mit dem TEM ist man in der Lage die Rauigkeit der Grenzfläche zwischen GaAs- und (Ga,Al)As-Schichten auf 0,5 nm zu bestimmen. Möglich wird dies dadurch, daß sich die 200-Reflexe für GaAs und AlAs im Strukturfaktor stark unterscheiden. Selbst Zusammensetzungsunterschiede von nur 5% lassen sich im Dunkelfeldbild dieses Reflexes über die Intensität feststellen.

## 3. Methodische / apparative Fragestellungen

Ein neues Verfahren der Zweikristalltopographie und seine Anwendung auf GaAs, (Ga,Al)As und Silizium verantworten B. Jenichen, R. Köhler und W. Möhling (Ostberlin). Ein im Krümmungsradius veränderbarer Kollimator aus Germanium erlaubt über die dadurch "erweiterte" Primärstrahldivergenz die röntgentopographische Abbildung von gekrümmten Proben. Die Kollimatorkrümmung (min. Radius: 10 m) kompensiert dabei die Probenkrümmung. Der Zeitgewinn kann mehr als eine Größenordnung betragen. Die Abbildungen zeigen mancherlei Verwandtschaft mit herkömmlichen (Doppelkristall-) Rückstrahltaufnahmen. So wer-

den Oberflächenkratzer, Versetzungsausstoßpunkte, Misfit-Versetzungen und lokale Verspannungen z.B. an Kanten von Passivierungsschichten deutlich erkannt.

Noch nicht ganz verstanden scheint die Ursache für die welligen Kontraste auf solchen Topogrammen, die abseits des Substratpeaks der Rockingkurve aufgenommen wurden. Ob bei der geringen Dicke von Epischichten (in der Größenordnung der Extinktionslängen) eine getrennte Abbildung der Schichten sinnvoll ist, werden zukünftige Experimente erst erweisen müssen. Die Methode stellt eine Bereicherung des Spektrums röntgentopographischer Verfahren dar und dürfte zunächst bei der Routinekontrolle stark absorbierender Wafer ihre Anwendung finden.

Dem Entwurf und inzwischen auch der Erprobung von Halbleiter-Fernsehsystemen für die Röntgentopographie widmete sich R. Germer (Berlin). Als Sensor dient ein CCD-Bildwandler, der mit einem Seltenerd-Phosphor von etwa 20 µm Dicke beschichtet wurde. Dies erhöht die Lebensdauer und die spektrale Empfindlichkeit des Si-Chips in Richtung auf härtere Strahlung. Jetzt muß "nur" die Auflösung noch etwas besser werden.

Manche Kristalle sind von so schlechter struktureller Qualität, daß man auf den Topogrammen nur noch Schwarz sieht. Diesen Leuten zum Trost: es gibt Kristalle, die sind noch schlechter und dann sieht man mit konventioneller Lang-Topographie überhaupt kein Topogramm, weil die Reflexionsstellung nicht definiert ist. Solche Kristalle standen am Anfang der Untersuchungen von B. Schmidt, G. Müller-Vogt und I. Reisner (Karlsruhe). Mit weißer Synchrotronstrahlung ließen sich jedoch auch die anfänglich extrem schlechten (gasphasengezüchteten) CdS-Kristalle topographieren. Jeder noch so verkippte Kristallbereich sucht sich dazu aus dem angebotenen Spektrum die Wellenlänge heraus, mit der er die Bragg-Bedingung erfüllt. Systematische Variation der Züchtungsparameter verbesserte die Kristalle etwas, jedoch ließen sich starke thermische Spannungen als Folge eines parabolischen Temperaturgradienten nicht vermeiden.

Über erste synchrotrontopographische Untersuchungen an BaTiO<sub>3</sub> und Ferriten berichtete J.D. Stephenson (Berlin). Die Phasenumwandlung des BaTiO<sub>3</sub> von der tetragonalen in die kubische Phase ist von auffälliger diffuser Streuung begleitet; eine Erklärung steht noch aus.

FZ-Silizium, das in reiner H<sub>2</sub>-Atmosphäre gezüchtet worden war, untersuchten W. Fiedler und Zh. Mai (Berlin, Beijing). Die Auswertung des diffus-gestreuten Intensitätsanteils von Doppelkristall-Rockingkurven ermöglichte Aussagen zum mittleren Radius von Wasserstoff-Clustern im Silizium in Abhängigkeit von einer vorangegangenen Wärmebehandlung.

Ebenfalls auf kleine Teilchen und Cluster (Durchmesser: 1-300 µm) zielte der Beitrag von W. Treimer (Tübingen,

Berlin) über Neutronen-Kleinwinkelstreuung. Nach einem kurzen Abriss der zugrundeliegenden Theorie wurde ein raffinierter Kristall-Monochromator für Neutronen vorgestellt.

Versetzungen und elastische Verzerrungen in einem strained-layer-Übergitter waren Gegenstand einer Untersuchung von P. Pongratz, H. Clemens und E. Fantner (Wien, Leoben). In einem Hot-Wall-Reaktor wurden abwechselnd bis zu 50 PbTe- und Pb<sub>1-x</sub>Sn<sub>x</sub>Te-Schichten (mit x=0,1-0,2) epitaktisch auf (111)-BaF<sub>2</sub>-Substrat abgeschieden. Die Kompression von PbTe und die Dilatation von (Pb,Sn)Te liegen in der gleichen Größenordnung ( $\Delta d/d=10^{-3}$ ). Die TEM-Bilder weisen eine enorm hohe Versetzungsdichte ( $3 \times 10^9/\text{cm}^2$ ) bei Einfachschichten aus. Nicht aufgespaltene Stufenversetzungen mit  $b=1/2 \langle 110 \rangle$  werden auf den zur Wachstumsfläche geneigten {100}-Ebenen beobachtet. Diese Versetzungen können aber aufgrund ihrer Geometrie den auftretenden Misfit zwischen den Schichten allenfalls zu 5% kompensieren, der Rest muß elastisch aufgefangen werden.

Die Beobachtung von {111}-Zwillingen im kubischen BaTiO<sub>3</sub> gelang O. Eibl (München). Ihre Entstehung wird durch sukzessives Abscheren der {111}-Ebenen entlang  $\langle 112 \rangle$  erklärt. Eine Abbildung des Gitters mit hochauflösender Elektronenmikroskopie legt eine kohärente Verwachsungsebene nahe.

Röntgentopographische Untersuchungen von Phasenumwandlungen sind eine Spezialität der Aachener Topographen, naheliegend, daß irgendwann auch einmal Seignette-Salz als eines der ältesten Ferroelektrika an der Reihe war: D. Götz und H. Klapper untersuchten den Zusammenhang zwischen Domänenstruktur und Wachstumsgeschichte. Es stellte sich heraus, daß Wachstumsstreifungen, die besonders in den domänenfreien paraelektrischen Phasen sichtbar werden, für einen Memory-Effekt bei der Ausbildung der Zwillingslamellen / Domänen in der ferroelektrischen Phase verantwortlich zeichnen.

Die Kristallqualität organischer Molekulkristalle aus unterkühlten Schmelzen untersuchten M. Göbbels, R.A. Becker und H. Klapper (Aachen). Mit Hilfe einer neu entwickelten evakuierbaren gläsernen Zuchtapparatur gelang es, den sonst praktisch unvermeidlichen Einbau atmosphärischer Gase in den wachsenden Kristall zu unterbinden. Gleichzeitig wurde die Wachstumsrate optisch völlig homogener Kristalle (Durchmesser bis 8 cm) um den Faktor 2-3 erhöht. Röntgentopographische Untersuchungen zeigen, daß die so gezüchteten Kristalle in großen Bereichen (bis 60 cm<sup>3</sup>) völlig frei von Versetzungen sind. Gleitversetzungen in Form von Schleifen werden beobachtet, wenn beim Abkühlen inhomogene thermische Spannungen auftreten.

#### 4. Laborführungen

Eine Röntgentopographieanlage, die innerhalb einer halben Stunde einen 4-Zoll-Siliziumwafer topographiert, hat sich wohl jeder Röntgentopograph einmal gewünscht. Beim Besuch in der Balanstraße wurde schnell deutlich, daß ein solches Gerät seine eigene Infrastruktur benötigt. Herrn Dr. Seebacher und seinen Mitarbeitern gebührt Dank für die interessanten ausliegenden Arbeitsproben (Topogramme), um die sich schon nach wenigen Minuten kleine Gruppen diskutierender Topographen sammelten.

Nicht weniger interessant die Ausführungen und Demonstrationen von Herrn Dr. Grabmaier und Mitarbeiter zu den Themen "Darstellung von reinem Silizium" und "Herstellung von Solarzellen".

Der anschließende Besuch der Analytik (Elektronenmikroskopie / Röntgendiffraktometrie) bot u.a. Gelegenheit die Herren Dr. Oppolzer, Dr. Göbel und Herrn Meyerheim noch einmal zu ihren Vorträgen zu befragen.

Vor dem Schaukasten im Kristallzüchtungslabor von Frau Dr. Grabmaier hatten einige Teilnehmer Schwierigkeiten, die ausliegenden Kristalle auch in unbewachten Momenten an ihrem Platz zu belassen, schließlich könnte man von einigen sicher hübsche Röntgentopogramme anfertigen und auf der nächsten Arbeitskreissitzung in Wien (9./10. Oktober 1986) präsentieren.

Der Bericht darf nicht schließen, ohne Frau Dr. Chr. Grabmaier, ihren Kollegen und der Fa. Siemens für die großzügige Gastfreundschaft und die ausgezeichnete Organisation des Treffens zu danken.

Nikolaus Herres

Sekretariat: Hella Preuninger  
Druck: Rauscher Nachf., Freiburg

## Überweisungsauftrag an

|   |   |                            |
|---|---|----------------------------|
| Empfänger (genaue Anschrift)<br>Deutsche Gesellschaft für Kristallwachstum<br>und Kristallzüchtung e.V. |   | Bankleitzahl<br>700 700 10 |
| Konto-Nr. des Empfängers<br>16/10419  | bei (Bank usw.) - oder ein anderes Konto des Empfängers *)<br>Deutsche Bank München |                            |
| Verwendungszweck (nur für Empfänger)<br>Jahresbeitrag 19 ..   |   | DM                         |
| Konto-Nr. des Auftraggebers — Auftraggeber  |   |                            |

\*) Soll die Überweisung auf ein anderes Konto ausgeschlossen sein, so sind die Worte „oder ein anderes Konto des Empfängers“ zu streichen.

Datum

Unterschrift

## Gutschrift

|   |   |                            |
|---|---|----------------------------|
| Empfänger (genaue Anschrift)<br>Deutsche Gesellschaft für Kristallwachstum<br>und Kristallzüchtung e.V. |   | Bankleitzahl<br>700 700 10 |
| Konto-Nr. des Empfängers<br>16/10419  | bei (Bank usw.) - oder ein anderes Konto des Empfängers *)<br>Deutsche Bank München |                            |
| Verwendungszweck (nur für Empfänger)<br>Jahresbeitrag 19 ..   |   | DM                         |
| Konto-Nr. des Auftraggebers — Auftraggeber  |   |                            |

### Einzahlungsbeleg

DM  für

Deutsche Gesell-  
schaft für Kristall-  
wachstum und  
Kristallzüchtung

Deutsche Bank München

16/10419

### Bescheinigung zur Geltendmachung von Werbungskosten:

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 verwenden.

DEUTSCHE GESELLSCHAFT FÜR KRISTALLWACHSTUM UND KRISTALLZÜCHTUNG E.V.

DGKK Symposium 1986  
DGKK Jahrestagung 1986  
an der Technischen Fakultät der Universität  
Erlangen (17. - 20. März 1986)

Rückantwort bis spätestens 19. Dez. 1985 erbeten an:

Dr. Georg Müller  
Kristallabor  
Institut für Werkstoffwissenschaften  
Martensstr. 7  
D-8520 Erlangen

1. Zirkular

- DGKK Symposium 1986 (17.-18. März)  
Thema: Herstellung von massiven III-V Halbleiterkristallen
- DGKK Jahrestagung 1986 (18.-20. März)
- DGKK Mitgliederversammlung 1986
- Werksbesichtigung (Siemens Forschungslabor)
- Besichtigung des Instituts für Werkstoffwissenschaften
- Ausstellung von Industriegeräten für die Kristallzüchtung (17.-20. März)

- 
- Ich beabsichtige an den oben angekreuzten Veranstaltungen teilzunehmen und bitte um Zusendung des 2. Zirkulars
  - Ich beabsichtige bei der Jahrestagung einen Kurzbeitrag (15-20 min Vortrag)
  - ein Poster zu präsentieren

.....  
Name, Vorname

.....  
Anschrift

- Unsere Firma beabsichtigt auf der Ausstellung für Industriegeräte für die Kristallzüchtung präsent zu sein

.....  
Ansprechpartner

.....  
Firma, Anschrift

Wenn Sie auf dem Gebiet des Kristallwachstums, der Kristallzüchtung, -charakterisierung und -anwendung tätig und noch nicht Mitglied der Deutschen Gesellschaft für Kristallwachstum und Kristallzüchtung (DGKK) 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 Zweck es ist

- 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) beantrage(n) hiermit die Mitgliedschaft in der Deutschen  
Gesellschaft für Kristallwachstum und Kristallzüchtung e.V. (DGKK).

Art der Mitgliedschaft:

- ordentliches Mitglied
- studentisches Mitglied
- korporatives Mitglied

Gewünschter Beginn der Mitgliedschaft: . . . . .

Dienstanschrift: . . . . . (Name) . . . . . (Titel, Beruf)

\*

. . . . . (Firma, Institut, etc.)

. . . . . (Straße, Haus-Nr.)

. . . . . (Plz., Ort) . . . . . (Tel.)

Privatanschrift: . . . . . (Straße, Haus-Nr.)

\*

. . . . . (Plz., Ort) . . . . . (Tel.)

Meine (Unsere) wissenschaftlichen Interessen- und Erfahrungsgebiete sind:

. . . . .  
. . . . .  
. . . . .

. . . . ., den . . . . . (Unterschrift)

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