

MITTEILUNGSBLATT

Nr. 30

Dezember 1980

ICCG-7

7th INTERNATIONAL CONFERENCE ON CRYSTAL GROWTH
STUTT GART 1983

Liebe Mitglieder!

1. ICCG-7 wird 1983 in der Bundesrepublik ausgerichtet! Auf unseren Antrag hin hat die International Organization on Crystal Growth (IOCG) in Moskau einstimmig beschlossen, Stuttgart als nächsten Tagungsort zu akzeptieren. Damit kommt auf die DGKK und besonders natürlich auf unsere Kollegen aus Stuttgart und Umgebung eine große Aufgabe zu. Wir hoffen, daß sich viele unserer Mitglieder bereitfinden, durch Ratschläge und durch tatkräftige Mithilfe zum Gelingen dieser Konferenz beizutragen.

Die Vorbereitungen zur Konferenz haben selbstverständlich schon begonnen. Es wurden schon vor einiger Zeit die wichtigsten Komitees gegründet. Ihre Geschäftsführer sind:

Organization Committee	Prof. Dr. M. Pilkuhn (Co-Chairman)
	Prof. Dr. A. Rabenau (Co-Chairman)
	Dr. K.W. Benz (Secretary)
Program Committee	Prof. Dr. R. Lacmann (Co-Chairman)
	Prof. Dr. R. Nitsche (Co-Chairman)
	Dr. A. Räuber (Secretary)
Publications Committee	Dr. W. Tolksdorf (Chairman)

ICCG-7 wird vom 12. bis 16.9.1983 voraussichtlich in dem Kongreßzentrum "Schwabenlandhalle" in Fellbach bei Stuttgart stattfinden. Vorgeschaltet ist der großen Konferenz eine Sommerschule, die von unseren Kollegen der Sektion Kristallwachstum der Schweizerischen Gesellschaft für Kristallographie organisiert wird.

2. Vorstandssitzung

Am 7. November 1980 fand eine Vorstandssitzung in Burghausen statt. Wesentliche Themen waren die Vorbereitung der Mitgliederversammlung 1981 mit der Wahl des neuen Vorstands sowie die Tagungen in den nächsten drei Jahren.

3. Kommende Tagungen

a) Es wird nochmals auf die "Drielanden Conferentie" hingewiesen, die vom 6. bis 8. Mai 1981 in Noordwijkerhout stattfindet. Wer noch keine Unterlagen bestellt hat, kann dies nachholen bei:

Dr. B. Knook
Kamerlingh Onnes Laboratory
Nieuwsteg 18

NL-2311 SB Leiden

Gemäß Beschluß der Mitgliederversammlung 1980 gilt die "Drielanden Conferentie" als unsere Jahrestagung. Es wird deshalb eine Mitgliederversammlung abgehalten, zu der im Februar offiziell eingeladen werden wird. Der Vorstand möchte jetzt schon an alle Tagungsteilnehmer appellieren, zur Mitgliederversammlung zu erscheinen, da dieser durch die Vorstandswahl große Bedeutung zukommt.

b) Im Jahre 1982 werden wir uns mit den Kollegen der Sektion Kristallwachstum der Schweizerischen Gesellschaft für Kristallographie sowie der Gesellschaft für Verfahrenstechnik und Chemie-Ingenieurwesen in Basel zu einer Tagung treffen. Bitte, merken Sie sich folgenden voraussichtlichen Termin vor: 17. und 18. März 1982 Tagung, 19.3. Exkursionstag.

Die Tagung soll in erster Linie der "Industriellen Kristallisation" gewidmet sein, die in einer Reihe von Übersichtsreferaten dargestellt wird. Es wird aber darauf hingewiesen, daß auch andere Beiträge zum Kristallwachstum sehr willkommen sind, die in Form von Postern präsentiert werden.

Wir beabsichtigen, in Basel unsere Mitgliederversammlung 1982 abzuhalten.

c) Ebenfalls im Jahr 1982 wird in Prag eine Tagung veranstaltet, die wahrscheinlich ECCG-3 genannt wird. Ein entsprechender Antrag wurde vom IOCG Council auf seiner Sitzung in Moskau gutgeheißen unter zwei Bedingungen:

1. Die Tagung sollte unter einem bestimmten Thema stehen und nicht das ganze Spektrum des Kristallwachstums umfassen wie die bisherigen ECCG's, da im Jahr 1983 ja die große internationale Tagung stattfindet.
2. Es muß gewährleistet sein, daß sich keinerlei Beschränkungen für die Teilnehmer ergeben.

4. Reisekostenzuschüsse für die "Drielanden Conferentie"

Der Vorstand hat beschlossen, wie für die ECCG-2 auch im Jahre 1982 Reisekostenzuschüsse an jüngere Wissenschaftler zu vergeben, um ihnen die Teilnahme an der "Drielanden Conferentie" zu ermöglichen. Nach Maßgabe der verfügbaren Mittel ist vorgesehen, die Aufenthaltskosten (nicht Reisekosten) im Kongreßzentrum sowie die Tagungsgebühr zu ersetzen (ca. DM 350,--).

Antragsberechtigt sind Diplomanden, Doktoranden und jüngere Wissenschaftler, die

- a) Mitglieder der DGKK sind,
- b) keine Planstelle besitzen,
- c) Autor oder Koautor eines für die Drielanden Conferentie angemeldeten Vortrags sind.

Formlose Anträge sind bis 28. Februar 1981 an den Schriftführer der DGKK, Dr. A. Räuber (Fraunhofer-Institut für Angewandte Festkörperphysik, Eckerstr. 4, 7800 Freiburg) zu richten.

Dem Antrag sind beizufügen:

- a) Eine Kopie der Kurzfassung des Vortrags (abstract),
- b) eine Empfehlung des Institutsdirektors mit Bescheinigung des Beschäftigungsverhältnisses,
- c) eine Erklärung darüber, daß eine Finanzierung der Aufenthaltskosten von dritter Seite nicht zu erwarten ist, bzw. sollte sie doch (ganz oder teilweise) erfolgen, der Antragsteller sich verpflichtet, den Differenzbetrag an die DGKK zurückzuüberweisen.

Sollte die Zahl der Bewerber die vorhandenen Mittel übersteigen, behält sich der Vorstand die Auswahl vor.

5. Wir freuen uns, daß wir eine ganze Reihe von Tagungsberichten erhielten, die wir diesem Mitteilungsblatt - zum Teil in gekürzter Fassung - beiheften. Wir möchten allen Mitgliedern herzlich danken, die mit solchen Beiträgen unser Mitteilungsblatt bereichern.

Wir wünschen allen Mitgliedern angenehme Feiertage und ein gesundes und erfolgreiches Neues Jahr!

gez. A. Räuber
(Schriftführer)

gez. R. Nitsche
(Vorsitzender)

B e r i c h t

zur "Sixth International Conference on Crystal Growth (ICCG-6), Moskau

10. - 16. September 1980

aus Beiträgen von F. Lutz, Ch. Grabmaier, D. Mateika, G. Raab, D. Schwabe und
W. Tolksdorf; redigiert von R. Nitsche

Diese im Drei-Jahres-Turnus stattfindende Tagung war die bisher größte ihrer Art: 1200 Teilnehmer, 13 Plenarvorträge, 30 eingeladene Vorträge, 48 Kurzvorträge, 11 Filme und 500 Poster. Infolge Afghanistan und einer restriktiven Reisefinanzierungspolitik der USA und Großbritanniens lag die Teilnehmerquote des Gastlandes relativ hoch:

Teilnehmerverteilung: USSR 900; Japan 50; DDR 43; Polen 41; andere Ostblockländer 38; Frankreich 39; BRD 28; Holland 9; USA 8; Italien 6; Spanien 5; Schweiz 5; England 4; sonstige 24.

Durch die Unterbringung aller Tagungsteilnehmer am Tagungsort ("Zentralhaus der Touristen"; ca. 15 km vom Zentrum) sollte die Möglichkeit zum intensiven Erfahrungsaustausch gegeben werden. Während der Tagung konnten wissenschaftliche Institute besichtigt werden, anschließend fand eine Sommerschule (ca. 350 Teilnehmer) über Kristallwachstum in Suzdal (ca. 200 km nordöstlich von Moskau) statt.

Einen vollständigen Tagungsbericht zu geben, ist nicht möglich. Die folgenden Beiträge der obigen Referenten, denen hiermit herzlich gedankt sei, zeigen nur einen kleinen Teilaspekt und widerspiegeln natürlich deren persönliche Interessenlage. Lesefreudigen Interessenten wird empfohlen, bei einem Teilnehmer Einblick zu nehmen in das vierbändige (!) "extended abstracts"-Werk von 1681 Seiten.

1. A^{III}B^V-Materialien

Während man bisher InP-Einkristalle mit niedriger Versetzungsdichte nur durch eine hohe Dotierung erhalten konnte, gelang es C. Nemura durch Wahl geeigneter Temperaturgradienten in der B₂O₃-Schutzschmelze und der Dünnhalbsziehtechnik versetzungsfreies Material zu erhalten. (Veröffentlicht in Jap. J. Appl. Phys. 19 L 331 (1980)). Ebenfalls eine Verbesserung der InP-Qualität erzielte F. Moravec mit einem hinsichtlich Temperaturführung geänderten SSC-Verfahren.

Nicht ohne Probleme scheint noch immer die Herstellung von gutem einkristallinem GsSb zu sein. Über Versuche hierzu berichtete M. Hársy et al., der nach einem Bridgman-Verfahren arbeitete.

Auf die Beeinflussung der Versetzungsstrukturen durch Dotierung (und auch Wachsbedingungen) ging M. G. Mil'vidsky in einem Plenarvortrag ein.

Über allgemeine Prinzipien zur Herstellung von großen SiC-Kristallen über die Gasphase trug Yu. M. Tairov vor. Kristalle mit einem kreisrunden Durchmesser von 14 mm und einer Länge bis zu 18 mm konnten durch Keimvorlage mit einer Wachsrate von 2 mm/h erhalten werden. Bauelemente hieraus wurden nicht angesprochen. (G.R.)

2. Oxid-, insbesondere Granatkristalle

S.F. Akhmetov and co-workers prepared coloured varieties of Y₃Al₅O₁₂ by an horizontal uniaxial crystallization technique up to 2 kg in weight using an horizontal sealed molybdenum container. The protective atmosphere was an argon-hydrogen gas mixture.

Unidirectional growth of Y₃Al₅O₁₂ was studied by Prikhod'ko. Bridgman-Stockbarger method was used for Y₃Al₅O₁₂:Nd³⁺ by Nikolov et al. and for Gd₃Sc₂Al₃O₁₂:Nd³⁺ by Peshev et al. B.V. Mill and coworkers have grown Ca₃Ga₂Ge₃O₁₂ single crystals of about 20 mm in diameter and 100 mm in length. Crystals of good quality were obtained only in the (100) growth direction with an extremely convex shaped interface. These crystals exhibit stress birefringence caused by facet growth. Solid solution of Ca₃Ga₂Ge₃O₁₂ with Nd, Gd, Ga, In and Sc as guest phase have been grown by S.A. Astashkin and coworkers.

A.M. Balbashov and S.K. Egorov have grown Y₃Fe₅O₁₂, YFeO₃, (NiZn)Fe₂O₄ and BaFe₁₂O₁₉ in a high-pressure (100 atm) radiation furnace (Xenon lamps) using the floating zone technique. Single crystals of Y₃Fe₅O₁₂ were grown at 20 atm oxygen using a zone of nonstoichiometric melt composition. An oxygen pressure of about 60 atm was necessary to stabilize the hexagonal barium ferrite phase. These crystals exhibit a block structure and contained 4 mole% FeO.

A.G. Avanesov and coworkers have grown hexagonal single crystals of $\text{ReMgAl}_{11}\text{O}_{19}$ (Re = Ce, La) up to 15 mm^3 in size by the skull melting technique. Single crystals of cubic ZrO_2 stabilized by Eu_2O_3 , Gd_2O_3 and Yb_2O_3 have been grown by V.J. Aleksandrov and coworkers with dimensions of 70 mm in length and 8 cm^2 in cross-section using the same technique. B.T. Melekh and coworkers have grown single crystals of semiconductor oxides (TiO_2 , CoO , Fe_3O_4 , Ta_2O_5 , CeO_2 , Pr_2O_3 , Nd_2O_3) by direct high frequency melting in a cold crucible. Crystals up to $1-3 \text{ cm}^3$ in size were obtained.

New compounds of double molybdates and tungstates, e.g. $\text{KY}(\text{MoO}_4)$ and $\text{CsPr}(\text{MoO}_4)_2$, have been grown by P.V. Klevtsov and coworkers using the Kyropoulos technique. The structure of the compounds is similar to that of the natural scheelite. Some of these crystals have a rather high acousto-optical coefficients.

Ishii et al. have grown colourless $\text{Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$ crystals up to 58 mm diameter and 140 mm length by Czochralski method and Taguki et al. ZnWO_4 crystals with ca. 20 mm diameter and 80 mm length. (D.M.; W.T.)

3. Hochkonzentrierte Festkörperlaserkristalle

3.1 Nd-Phosphatlaser:

$\text{LiNdP}_4\text{O}_{12}$: Tetraphosphat-Typ

(für Li ist Ersatz durch Na, K, Cs, Rb möglich)

$\text{NdP}_5\text{O}_{14}$: Pentaphosphat-Typ

a) DOUBLE META- AND POLYPHOSPHATES OF RARE-EARTH ELEMENTS, METHODS OF GROWTH, STRUCTURE, SPECTRAL PROPERTIES AND APPLICATIONS
V.N. Batog et al. (Kurnakov Institute): Übersicht über die bekannten Tetraphosphat-Kristalle einschließlich Fluoreszenzdaten. Laserdaten sind nicht aufgeführt.

b) GROWTH OF SINGLE CRYSTALS FOR MINILASERS

B.N. Litvin et al. (Lomonosov University)

Diese Gruppe züchtet recht erfolgreich große Nd-Pentaphosphate für Laserzwecke. Die für diese Phosphatklasse typischen Nachteile (Spuren von H_2O , OH^- , Fe etc.) werden kritisch diskutiert und durch Modifizierung der Herstellungsmethode ausgeschaltet. Im Laserbetrieb (muß außerhalb des Züchtungslabors geschehen) wird der Erfolg dieser Bemühungen erkannt werden.

c) GROWTH AND PROPERTIES OF $\text{LiErP}_4\text{O}_{12}$ SINGLE CRYSTALS

D. Schultze, J. Böhm and C. Waligóra (Central Institute of Optics and Spectroscopy, Academy of Sciences of the GDR)

In der Tetraphosphatmatrix wird das Nd^{3+} durch Er^{3+} ersetzt, um einen Er^{3+} -Laser bei $\lambda = 1,54 \mu\text{m}$ zu betreiben. Die Kristalle sind mit $3 \times 4 \text{ cm}$ beeindruckend groß und von sehr guter optischer Qualität. Der Er-Laser scheint (Fluoreszenzmessungen und Erkenntnisse über nichtstrahlende Prozesse im Er^{3+} , durchgeführt in unserer Gruppe, eingeschlossen) realisierbar.

3.2 Nd-Silikatlaser:

CZOCHELSKY GROWTH OF SINGLE CRYSTALS OF LANTHANIDES, YTTRIUM AND SCANDIUM SILICATES? THEIR STRUCTURE AND SOME PHYSICAL PROPERTIES

G.V. Anan'eva et al.: Eine Reihe Silikate ($\text{Ln}_2\text{Si}_2\text{O}_7$; Ln = 10 Seltene Erden, und Ge, Br, Sc) wurden nach Czochralski gezüchtet. Lasertätigkeit wird für einige spezielle Nd-Silikate erhalten. Die Laserdaten sind vergleichbar mit Nd-Pentaphosphat.

3.3 Alexandrite: Cr^{3+} , ($\text{Be Al}_2\text{O}_4:\text{Cr}^{3+}$)

a) GROWTH OF ALEXANDRITE CRYSTALS AND INVESTIGATION OF THEIR PROPERTIES

G.V. Bukin et al. (Institute of Geology and Geophysics, Siberian Branch of the USSR Academy of Sciences)

Die Cr^{3+} -dotierten Alexandritkristalle wurden nach Czochralski gezüchtet; Lasertätigkeit wurde gezeigt. Die Laserparameter (insbesondere die Laserschwelle) sind vergleichbar mit Cr-dotiertem Rubin.

b) GROWTH OF ALEXANDRITE ($\text{BeAl}_2\text{O}_4:\text{Cr}$) SINGLE CRYSTALS BY THE FLOATING ZONE METHOD

H. Kojima, and H. Oguri (Yamanashi University, Kofu, 400, Japan)

Alexandritkristalle wurden mit der Methode "Floating Zone" hergestellt. Die Kristalle wurden kristallographisch eingehend untersucht. Weiterhin werden Absorptionsmessungen gemacht.

Literaturzusatz zu 3): IEEE JOURNAL OF QUANTUM ELECTRONICS, Vol. QE-16, No. 2, February 1980

John C. Walling et al. (Allied Chemical Corporation, Morristown, NJ.) berichten über: TUNABLE CW ALEXANDRITE LASER (Ein typisches Beispiel für Synchronforschung)

3.4 Anfügen möchte ich, daß die eigene Übersicht bekannte Festkörperlaser im Hinblick auf optimale optische Verstärkung vergleicht. Das Nd-Borat $[\text{Nd}(\text{Al}, \text{Cr}, \text{Ga})_3(\text{BO}_3)_4\text{-Typ}]$ hat die höchste Nd-Konzentration ($5.43 \cdot 10^{21} \text{ cm}^{-3}$) und mit 1.75/opt. Wellenlänge die höchste Verstärkung in dieser Laserklasse. Die Züchtung großer Kristalle mit Laserqualität (vergleichbare Größe Phosphate \rightarrow 5 cm) wird inzwischen in mehreren Labors unternommen. (F.L.)

4. Kristalle für spezielle Anwendungen

Für uns von besonderem Interesse waren zwei Poster von Hitachi. Dr. Ishii berichtete über die Züchtung von $\text{Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$ und Dr. Takagi über die Züchtung von ZnWO_4 -Kristallen. Beide Kristalle haben Röntgenlumineszenzeigenschaften; ZnWO_4 ist für den Ganzkörper-scanner von großem Interesse.

ZnWO_4 kann in Kristallen bis 100 mm Länge und 20 mm Durchmesser hergestellt werden. Sie zeigen eine leichte Rotfärbung, die auf eine Verunreinigung durch Eisen (nur wenige ppm) zurückgeführt wird.

Vom Moscow Institute of Radio-Engineering, Electronics and Automation wurde ein Poster über Fresnoit-Einkristalle ($\text{Ba}_2\text{TiSi}_2\text{O}_8$) gezeigt. Man glaubt, daß dieses Material - ist erst mal eine spezielle Technologie zur Herstellung der Kristalle erarbeitet - das LiNbO_3 als Oberflächenwellenfilter schon aus Kostengründen ersetzen wird. (Ch.G.)

5. Kristallzüchtung in China

Die Chinesen zeigten erneut ihre Leistungsfähigkeit auf dem Gebiet der Oxid-Einkristalle. So wurden folgende Oxide gezüchtet:

Pb Mo O_4	Li Ta O_3
$\text{Bi}_{12} \text{ Si O}_{20}$	Li Nb O_3
$\text{Bi}_{12} \text{ Ge O}_{20}$	$\text{Ba}_x \text{ Sr}_{1-x} \text{ Nb}_2 \text{ O}_6$
K Nb O_3	$\text{Ba}_2 \text{ Na Nb}_2 \text{ O}_{15}$
Ti O_2	$\text{Bi}_4 \text{ Ge}_3 \text{ O}_{12}$

Bilder zeigten, daß es sich stets um große, einwandfreie Kristalle handelt. Für die ferroelektrischen Kristalle wurden die Polarisationsbedingungen angegeben. Von besonderem Interesse ist dabei die Angabe: Mikrozwillinge können durch Tempern unter Druck vermieden werden. Das Auftreten dieser Zwillinge ist bei $\text{Ba}_2 \text{ Na Nb}_2 \text{ O}_{15}$ bekannt. Ob diese Kristallfehler auch in anderen ferroelektrischen Kristallen (etwa bei Li Nb O_3) auftreten, wurde mit Achselzucken beantwortet. (Ch.G.)

6. Transportvorgänge

Diesem Thema (Konvektion, Wärme und Massentransport sowie Züchtung unter Bedingungen der Mikrogravitation) waren direkt drei Vorträge gewidmet:

"Convection During Crystal Growth on Earth and in Space"
V.I. Poleshayev et al. (USSR)

"Hydrodynamics in Czochralski Growth-Computer analysis and Experiments"
N. Kobayashi (Japan)

"Technological Experiments on Growing of Semiconductor Crystals at Low Gravity Conditions on Salyut-6 Space Station"
V.T. Hriapov et al. (USSR)

sowie drei Filmbeiträge mit Vortrag:

"Marangoni Convection in Open Boat and Crucible"
D. Schwabe, A. Scharmann (GFR)

"Gasflow Pattern in Horizontal Epitaxial Reaction Cells Observed by Laser Holography"
L.J. Giling (Netherlands)

"Effect of Low-to-Normal- and Normal-to-Low-Gravity Transition on Evolution of Convection"
A.G. Daikovsky et al. (USSR)

Der Film von Giling demonstrierte eindrucksvoll die Möglichkeiten, mit Hilfe der Laser-Holographie Temperaturverteilung, Strömungsbild und die hydrodynamische Stabilität im Reaktionsraum zu studieren und zu optimieren. Die Kühlbedingungen, Wahl des Trägergases, Strömungsgeschwindigkeit und Einströmungsverhältnisse sind entscheidende Parameter.

N. Kobayashi gab eine schöne Übersicht über neuere numerische Arbeiten zur natürlichen und erzwungenen Konvektion im Tiegel. Die Möglichkeiten der Kristall- und

besonders der Tiegelrotation erlauben es, die Effekte der natürlichen Konvektion auf den Kristall in weiten Grenzen zu unterdrücken. Die größte Schwierigkeit liegt darin, die Randbedingungen realer Züchtungssituationen (Stoffparameter, Kühl- und Heizbedingungen) zu kennen; dies verhindert genauere Rechnungen der Hydrodynamiker sowie die Übertragung der Ergebnisse auf praktische Systeme. So sind die Ergebnisse der Rechnungen nach meiner Ansicht für die Praktiker z.Zt. nur wertvolle quantitative Hinweise.

Besonders interessant fand ich das Poster "Nonstationary Flow in the Melt due to Crystal Rotation and Thermal and Thermocapillary Convection during Crystal Growth by the Floating Zone Technique" von B.Yo. Martuzans und E.N. Martuzane (Latvian State Univ. Riga, USSR). Nach den Rechnungen erzeugen die natürliche Konvektion durch Auftrieb und Oberflächenspannungsgradienten in Verbindung mit der Rotation sehr komplizierte Strömungsbilder. Die Autoren haben die Stärke verschiedener Parameter (Konvektionsantriebe, Rotation) symmetrisch variiert und berücksichtigen verschiedene Heizbedingungen sowie Zonenlängen. Dies ermöglichte einen guten Einblick in Wirkung und Bedeutung der Parameter. Nichtstationäre hydrodynamische Bedingungen entstanden durch plötzliches "Einschalten" der Rotation. (D.S.)

7. Technologische Entwicklungen

7.1 Nachheizzone

Zur Züchtung großer Fresnoitkristalle ($Ba_2TiSi_2O_8$) nach Czochralski wurde von Murašov et al., Institute of Radio-Engineering, Electronics and Automation (USSR), eine Hochfrequenz-Nachheizzone vorgestellt, die sowohl einen einstellbaren Temperaturgradienten am Phasenübergang fest/flüssig ermöglicht als auch die Einstellung einer definierten Nachheiztemperatur. Die Nachheizzone wird mit dem gleichen HF-Sender, der auch den Tiegel heizt, betrieben.

Eine Nachheizzone, die sich zur Züchtung von $La_2Ti_2O_7$ gut bewährt hat, wurde von Zhang (China) vorgestellt. Sie besteht aus einer Edelmetallabdeckplatte auf dem Tiegel und reicht trichterförmig in die Schmelze hinein.

Allgemein wird zur Züchtung optischer Kristalle nach Czochralski zur HF-Tiegelheizung ein Kanthalnachheizer benutzt, bei dem der Temperaturgradient an der Phasengrenze durch Abstandshalter zwischen Tiegel und Nachheizer gesteuert wird.

7.2 Automatische Ziehanlagen

Automatische Czochralskianlagen arbeiten in der UdSSR, China und osteuropäischen Staaten prinzipiell durch Wägung des Tiegels und Steuerung der Kristallform über einen Phantomkristall.

7.3 Nachfüllvorrichtungen zum automatischen Züchten großer Kristalle

Sowohl die Ungarische Akademie der Wissenschaften als auch All-Union Research Institute, Kharkov, UdSSR, zeigten, daß Nachfüllvorrichtungen bei Czochralski-Anlagen einen wesentlichen technologischen Schritt zur Züchtung großer perfekter Einkristalle darstellen. Bei beiden Forschungsgruppen erfolgt die Nachfüllung fortlaufend über ein Zweistufen-Kaskadenvorratsgefäß, so daß zudem die Schmelzenfläche stets auf gleicher Höhe im Tiegel bleibt. Dadurch können nicht nur sehr große Kristalle gezogen werden, sondern auch die Qualität bleibt über die ganze Länge gleich.



Die ungarische Gruppe zeigte am Beispiel des $LiTaO_3$, daß ein Kristall mit dreifachem Volumen des Tiegelvolumens gezüchtet werden kann.

Die russische Gruppe zeigte am Beispiel des KCl , daß Kristalle nach Czochralski erhalten werden können von einer Größe, wie sie nebenstehende Abbildung zeigt. Dieser Kristall hat ein Gewicht von über 100 kg und konnte in einer Ausstellung besichtigt werden.

In ausführlichen Gesprächen wurde betont, daß sich diese Anlage auch zur Züchtung von Saphir-Bändern und -Rohren eignet. Es wurden Saphirrohre gezeigt, die für Halogenlampen mit hoher Lebensdauer Verwendung finden.

Die russische Gruppe ist über eine eigene Lizenzgesellschaft daran interessiert, sowohl das Know-how als auch ganze Anlagen zu verkaufen. (Ch.G.)

KCl single crystal pulled automatically from the melt.

8. Besuch wissenschaftlicher Institute

8.1 "Baikov Institute of Metallurgy" der Akademie der Wissenschaften

Das Institut hat ca. 1500 Mitarbeiter, von denen 2/3 akademische Ausbildung haben. Man zeigte uns die Züchtung von Seltenen Erdkristallen wie Dysprosium und Lanthan, die Herstellung von MnBi-Legierungen und Wo-Einkristallen im Plasma. Es standen drei Apparaturen zur Verfügung, von handgesteuert bis vollautomatisch.

An Untersuchungsmöglichkeiten zeigte man uns Röntgendiffraktometer, in denen Mehrfachuntersuchungen möglich sind (zusätzliche Bestimmung von Oberflächenstruktur, elektrischem Widerstand, Schmelzpunkt). Diese Apparaturen waren alle Eigenbau, wie man nicht ohne Stolz hervorhob. Uns fiel auf, daß auch die Einzelteile fast ausnahmslos aus russischen Geräten bestanden.

Als besonderer Stolz des Instituts wurde das japanische IEO-Elektronenmikroskop bis 1 000 000-facher Vergrößerung gezeigt, mit dem auch monomolekulare Schichten von Si, Ge und MoB sichtbar gemacht wurden.

Die Ausstattung des Instituts entspricht etwa westlichen Verhältnissen. In allen Räumen herrschte jedoch bedrückende Enge.

8.2 Kristallographisches Institut der Akademie der Wissenschaften

Das Institut hat etwa 500 Mitarbeiter, weitere 500 Mitarbeiter hat das dem Institut angeschlossene "Institut für Design", dessen Aufgabe es ist, nicht nur die Anlagen für das Kristallographische Institut zu bauen, sondern auch diese Anlagen zu verbessern, um sie für die Fertigung in Betrieben einsatzfähig zu machen.

In einem Schaukasten konnten ansehnliche Exemplare folgender Kristalle besichtigt werden:

Rubin, Saphir, SiO_2 , Hg_2Cl_2 , KDP, ADP, KCl, NaCl, LiJO_3 , $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ + Nd, Zr, Rubin mit Saphirenden, Al, Cu, CdWO_4 (klein), Saphir-Bänder und -Rohre, Seltene Erdoxide, Granate.

Gezeigt wurde uns die Gasphasenzüchtung von Si, Ge, GaAs, CdS; Abscheidung auf amorphen Substraten wie Si und Ge auf Glas. (Wachstumsgeschwindigkeit: $1 \mu\text{m}/\text{min}$).

Molecular beam Abscheidung von

NaCl auf Ta, W, Pt, Ir

KCl auf Ta

Cr, Au)
NaCl) auf Al_2O_3

Cr, Au auf NaCl

Die gezeigte Anlage weicht von einer konventionellen Anlage ab. So kann sowohl der Strahl als auch das Substrat bewegt werden.

Laseruntersuchungen werden an YAlO_3 , $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$, $\text{Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$ und an $\text{LiLa}_{1-x}\text{Nd}_x$ -Phosphat durchgeführt.

Die Verneuilzüchtung wurde an acht Anlagen unterschiedlicher Ausstattung vorgeführt. Ein Raum mit 25 arbeitenden Lösungszüchtungsanlagen konnte besichtigt werden.

Ein spezielles Labor zur Herstellung neuer Materialien wurde gezeigt. Hier werden vor allem optische Kristalle hergestellt. Es können Einkristalle bis zu einem Schmelzpunkt von 1800°C gezüchtet werden. Folgende Anlagen stehen zur Verfügung:

2 Bridgman-Anlagen

2 Czochralski-Anlagen (1 x HF; 1 x Widerstand)

5 Lösungszüchtungsapparaturen

Von den hier hergestellten Kristallen ist bei Arbeitsbeginn oft nur dessen Name bekannt. (Ch.G.)

Tagungsbericht

"1980 NATO Sponsored InP Workshop"
in Harwichport, Mass., USA, 17. - 19.06.1980

Berichterstatter: Prof. Dr. M. Pilkuhn, Prof. Dr. Schneider, Dr. K.-W. Benz,
Dr. E. Kuphal, Dr. Tomzig

I. Allgemeine Eindrücke

Der NATO-Workshop über InP befaßte sich ausschließlich mit den Materialeigenschaften und der Technologie von InP und den zu InP passenden Mischkristallen $\text{In}_{0,53}\text{Ga}_{0,47}\text{As}$ und $\text{In}_{1-x}\text{Ga}_x\text{P}_{1-y}\text{As}_y$. Die Anregung dazu kam von einem früheren NATO-Symposium über "Microwave Components for the frequency range above 6 GHz", das vom 23.-25.01.1978 in Brüssel stattfand, auf dem die besonderen Vorteile des InP für Mikrowellen-Bauelemente hervorgehoben worden waren. Die noch wichtigere Bedeutung des InP und seiner Mischkristalle liegt jedoch in der Verwendung für optoelektronische Komponenten im Wellenlängenbereich von $\lambda = 1,1 - 1,6 \mu\text{m}$ im Hinblick auf eine breitbandige optische Nachrichtenübertragung.

Die Organisation und Leitung des Workshops lag bei Herrn Dr. J.K. Kennedy, Department of the Air Force, Hq. Rome Air Development Center (AFSC), Hanscom AFB, Mass. 01731, USA. Die Mehrzahl der 84 Teilnehmer der Tagung kam aus den USA, die restlichen Teilnehmer kamen aus Frankreich, Großbritannien, der BRD, Kanada und den Niederlanden. Da es sich um eine NATO-Tagung handelte, waren die Japaner, die wohl mit die intensivste Forschung auf diesem Sektor betreiben, nicht vertreten. Es wurden 40 Vorträge gehalten, davon 3 aus der BRD (Uni Stuttgart, FTZ Darmstadt und RWTH Aachen). Die Sitzungsleiter waren (erstaunlicherweise) alle Amerikaner. Die Themen der einzelnen Sitzungen waren:

- A: Synthesis and growth of bulk InP
- B: Characterization of InP and its alloy systems
- C: Liquid phase epitaxy of InP and its alloys
- D: LPE of InP and its alloys and miscellaneous subjects
- E: Vapor phase epitaxy of InP and its alloys

Sämtliche Vorträge werden im Fotoprintverfahren in einer begrenzten Auflage gedruckt und in ca. 6 Wochen den Teilnehmern zugestellt. Ferner ist geplant, daß die Beiträge im "Journal of Crystal Growth" noch vor Jahresende publiziert werden. Die Publikation ist den einzelnen Autoren freigestellt und unterliegt dann dem üblichen Referee-Verfahren der North-Holland Publishing Comp.

II. Einzelberichte

Synthesis and growth of bulk InP: Die Herstellung von InP-Substratmaterial wird an verschiedenen Stellen der USA (NRL, Washington; Bell Labs, Murray Hill; Crystal Specialties, Monrovia; MIT, Lincoln Lab, Lexington; Varian Ass., Palo Alto; Crysta Comm Inc., Mountain View) und mit erstaunlicher Intensität auch in Großbritannien (M.C.P. Electronic Materials Ltd., Windsor; Metals Research Ltd., Royson; RSRE, Malvern) betrieben. In der BRD wurde InP bisher nur in der Uni Stuttgart nach dem THM-Verfahren gezogen. Eine erste Czochralski-Ziehanlage für InP befindet sich in der Uni Erlangen im Aufbau. Kommerziell ist InP in der BRD nicht erhältlich.

Wünschenswert ist ein möglichst versetzungsfreies Substratmaterial, da durch TEM-Messungen erwiesen wurde, daß die Versetzungsdichte in Epischichten quantitativ gleich der Versetzungsdichte im Substrat ist. Versetzungen im Epimaterial setzen die Durchbruchspannung in p-n-Dioden herab und verhindern somit u.U. den Avalanche-Effekt in Fotodetektoren. Der Einfluß von Versetzungen auf die Lebensdauer quaternärer Laser ist noch nicht abgeklärt. Die Versetzungsdichte von üblichem InP liegt heute bei $10^4 - 10^5/\text{cm}^2$ und liegt damit weit über der von guten GaAs-Substraten. Übereinstimmend wurde beobachtet, daß bei sehr starker Dotierung, etwa mit Zn, S, Se ($> 5 \cdot 10^{18}/\text{cm}^3$), das Material versetzungsfrei wird (Mahajan, Bell Labs). Es ist allerdings nur makroskopisch versetzungsfrei (bei Messung mit der Röntgentopographie). Stattdessen treten Präzipitationen von Dotierstoffen auf (beobachtbar mit Transmissionscathodolumineszenz), die von mikroskopisch kleinen Versetzungsknäueln umgeben sind (beobachtbar mit TEM). Eine weitere Schwierigkeit bei der Kristallzucht von InP ist seine Neigung zu Zwillingsbildung. Diese konnte unterbunden werden durch Anwendung der Dünnhalsziehtechnik und Herausfinden der günstigsten Grenzfläche zwischen Kristall und Schmelze bei Variation der Ziehparameter (Bonner, Bell Labs). Die Reinheit undotierter InP-Einkristalle liegt heute bei $n = 6 \dots 10 \times 10^{15}/\text{cm}^3$ (Ware, Metals Res.). Dabei ist offenbar die Donatordichte im wesentlichen durch die Si-Verunreinigung im In gegeben, während die Akzeptordichte nicht unmittelbar mit der C- und Zn-Kontamination der Ausgangsmaterialien (gemessen mit SIMS) korreliert zu sein scheint.

Flüssigphasenepitaxie: Epitaktisches InP wird bisher ausschließlich durch LPE oder VPE erzeugt. MBE von InP wurde wegen des hohen Phosphordampfdruckes noch nicht durchgeführt. Allerdings wurden Schichten aus $\text{In}_{0,53}\text{Ga}_{0,47}\text{As}$ und $\text{In}_{0,52}\text{Al}_{0,48}\text{As}$ mit Hilfe der MBE als FET-Struktur auf InP aufgewachsen (Eastman, Cornell).

Bei der LPE von InP gehen die Bemühungen dahin, Schichten mit möglichst geringer Hintergrunddotierung im Hinblick auf Fotodetektoren zu wachsen. Hauptverunreinigung ist das Si. Eine Si-Konzentration von 0,1 ppm im In führt bereits zu $n = 1,2 \cdot 10^{17}/\text{cm}^3$ in der Epischicht. Das Si im In wird deswegen abgereichert durch Vorbacken des In in einer H_2 -Atmosphäre, die $\sim 0,5$ ppm H_2O enthält. Hierbei wird das Si aufoxidiert entweder zu SiO (gasförmig) oder zu SiO_2 (fest) und kann damit nicht mehr als Donator eingebaut werden (Groves, MIT; Eastman, Cornell). Schichten mit $n = 1 - 2 \cdot 10^{15}/\text{cm}^3$ und $\mu_{77\text{K}} \leq 70\,000 \text{ cm}^2/\text{Vs}$ wurden auf diese Weise erzielt. J. Haigh (British Post Office) machte auf die Elemente der Gruppe VI (S, Se, Te) aufmerksam, die mit großem Verteilungskoeffizienten als Donatoren eingebaut werden. Zugabe von Ba beim Vorbacken des In führt zu stabilen II-VI-Verbindungen, die nicht ins InP-Gitter (großer Ionenradius von Ba) eingebaut werden. Allerdings wurden nur Untergrunddotierungen von $n = 1 \cdot 10^{16}/\text{cm}^3$ erreicht.

Bei der LPE von InGaAs wurden Beweglichkeitswerte μ bei RT erreicht, die 50 - 100 % höher sind als die von GaAs bei gleicher Trägerdichte (Pearsall, Thompson/CSF). Die μ -Werte von MO-VPE-InGaAs lagen etwas niedriger als die von LPE-InGaAs. Aus der Messung der Temperaturabhängigkeit $\mu(T)$ bei InGaAs konnten die einzelnen Streubeiträge (impurity, phonon, alloy scattering) separiert werden (Oliver, Cornell Univ.). Es zeigte sich, daß die Phononen- und Alloy-Streuung die Beweglichkeit bei 77 K auf $88\,000 \text{ cm}^2/\text{Vs}$ begrenzen. Die μ -Werte des Systems $\text{In}_{1-x}\text{Ga}_x\text{P}_{1-y}\text{As}_y$ haben Maxima bei $y = 0$ (InP) und $y = 1$ ($\text{In}_{0,53}\text{Ga}_{0,47}\text{As}$) und ein schwach ausgeprägtes Minimum bei $y \approx 0,4$ sowohl bei LPE-Material (Greene, STL) als auch bei VPE-Material (Hyder, Varian Ass. Inc.) und bestätigen damit nicht die Theorie von Littlejohn (1977), die ein Maximum von μ bei $y \approx 0,8$ vorhergesagt hatte.

Gasphasenepitaxie von InP und seinen Mischkristallen: Für die VPE von InP eignet sich sowohl der konventionelle Effer-Prozeß ($\text{PCl}_3 + \text{H}_2 + \text{flüss. In-Quelle}$) wie der Hydrid-Prozeß ($\text{HCl} + \text{PH}_3 + \text{flüss. In-Quelle}$) als auch der Mo-VPE-Prozeß, bei dem neben PH_3 das In als gasförmige metallorganische Verbindung (z.B. Trialkyl-In) ins Reaktionsrohr geleitet wird. Die erreichte Hintergrunddotierung beim Effer-Prozeß ist sehr gering: $n = 10^{14}/\text{cm}^3$, $\mu_{300\text{K}} = 5200$, $\mu_{77} = 90000$ (Clarke, Westinghouse). Die Si-Kontamination des In stört hier wesentlich weniger als bei der LPE. Es wurden FET-Schichten gefertigt mit $n = 10^{17}$ und einer Bufferschicht mit $n = 10^{14}$, wobei ein sehr scharfer Übergang von $500 \text{ \AA}/\text{Dekade}$ erzielt wurde. Vohl (Lincoln Lab., MIT) berichtete über VPE von InP und InGaPAs aus den Reaktionspartnern PCl_3 , AsCl_3 , H_2 , InP, GaAs, InAs (Chlorid-Prozeß). Es wurde ein starker Einfluß der Kinetik auf das Wachstum beobachtet: Sowohl die Wachstumsrate als auch die Trägerdichte nahmen mit der Substrat-orientierung in der Reihenfolge $(110) > (111) > (100)$ ab. Die Wachstumsgeschwindigkeit verhält sich bei $(111\text{A}) : (111\text{B})$ wie $20 : 1$! Entsprechend wurde ein starkes laterales Wachstum auf (100) -Oberflächen beobachtet. SiO_2 -Streifen von $10 \mu\text{m}$ Breite wurden brückenartig komplett überwachsen. Olsen (RCA) berichtete über die VPE des Systems InP/InGaPAs mit dem Hydrid-Prozeß und einem neuartigen Doppelrohr-Reaktor. In einem der beiden parallelen Rohre befindet sich eine In-Quelle (InP-Erzeugung), im anderen eine In- und Ga-Quelle (InGaPAs-Erzeugung): das auf einem Drehhalter befestigte Substrat kann von dem einen Rohrausgang vor den anderen Rohrausgang bewegt werden, wodurch ein sehr schnelles Umschalten beim Wachstum von einer Schichtzusammensetzung zur anderen ermöglicht wird: Schichtdicken von 200 \AA Dicke und einer Übergangszone von 60 \AA (mit SIMS gemessen) ließen sich realisieren.

Tagungsbericht

38th Annual Device Research Conference
Cornell University, Ithaca, N.Y., USA

23.-25.06.1980

Berichterstatter: Prof. Dr. M. Pilkuhn

Die von der IEEE Electron Devices Society jährlich veranstaltete Device Research Conference gehört zu den besten Konferenzen überhaupt auf dem Gebiet elektronischer Bauelemente. Wie in den Vorjahren, zeichnete sich auch die in diesem Jahr an der Cornell University stattfindende Tagung durch ein sehr hohes Niveau aus. Von einer sehr großen Zahl von Anmeldungen wurden 76 Vorträge zu aktuellen neuen Ergebnissen ausgewählt. Die Bundesrepublik Deutschland war mit insgesamt 2 (zwei) Beiträgen (Siemens, München, und Universität Stuttgart) unzureichend vertreten. Im Vergleich dazu waren aus Japan 8 (acht) Beiträge, die bei weitem größte Zahl jedoch aus USA. Mit rund 460 Teilnehmern gehörte die DRC zu den größeren Fachtagungen.

Zwei verschiedene Themengruppen wurden in zwei Parallelsitzungen behandelt:

- 1.) Opto-elektronische und Mikrowellen-Bauelemente, insbesondere auf der Basis von III-V-Verbindungshalbleitern.

2.) Silizium-Bauelemente: Speicher, VLSI-Probleme, mikroelektronische Prozesse, Leistungs-Bauelemente.

Die Themen der Sitzungen zum ersten Themenkreis waren:

- GaAs Opto-electronics
- III-V Photodetectors
- Long-wavelength sources
- III-V microwave devices
- Sensors and HgCdTe Photodiodes

und zum Themenkreis 2:

- Small-Geometry MOS Devices
- Si Memory and Punch-Through Devices
- Si Power Devices
- Fabrication and Processing (Beam Processing)

Die Aktualität neuerer Entwicklungen auf dem Bauelement-Sektor läßt sich aus dieser Themenverteilung ablesen: Es sind einmal neue optoelektronische Bauelemente für die optische Nachrichtenübertragung mit Schwerpunkt im langwelligen Spektralbereich ($1,3 - 1,6 \mu\text{m}$), FET's für den Mikrowellenbereich aus GaAs, InP und verwandten Verbindungshalbleitern, sowie Probleme der Si-Mikroelektronik (MOS-VLSI, kleinste Dimensionen, Lithographie, neue Herstellungsprozesse wie Laser und E-Beam-Annealing).

Einzelberichte

Für Silicon-on-Insulator (SOI) Bauelemente versucht man neue technologische Wege zu finden. Nachdem die SOS-Technologie auf große Probleme gestoßen ist, ist ein Alternativweg die Abscheidung von Poly-Si-Schichten auf SiO_2 -Isolatoren auf Si-Substratkristallen. Durch Raster-, Laser- oder E-Beam-Annealing kann eine lokale Rekristallisation des Poly-Si erreicht werden. Ein weiterer Alternativweg ist die Herstellung von "vergrabenen" Isolatorschichten durch eine Sauerstoff-Implantation in Si, wodurch SiO_2 -Isolatorschichten unterhalb der Oberfläche erzielt werden können. Motive für verstärkte Arbeiten auf diesem Gebiet, über das von A.F. Tasch, Texas Instruments, berichtet wurde, sind nicht nur die üblichen Vorteile geringerer Kapazitäten, höherer Packungsdichte bei C-MOS und höherer Spannungen, sondern das grundsätzliche Ziel von Multi-Ebenen integrierten Schaltkreisen.

Detektoren für die optische Nachrichtenübertragung (Wellenlängenbereich $1,3 - 1,6 \mu\text{m}$) waren wie auf der Vorjahrestagung ein weiteres zentrales Thema. Bevorzugt wird der Spektralbereich um $1,6 \mu\text{m}$, wofür das InGaAs (Heteroepitaxie von $\text{In}_{0,53}\text{Ga}_{0,47}\text{As}$ auf InP-Substraten: hierzu gab es die meisten Arbeiten) sowie das GaAl(As)Sb in Frage kommt (hierzu Arbeiten bei Rockwell und in Stuttgart). Als Technologie für InGaAs kommt neben der Flüssigphasenepitaxie die Gasphasenepitaxie (Chlorid- und Hydrid-Prozeß) und ebenfalls die Molekularstrahlepitaxie (Cho, Bell Labs.) in Frage. Ein grundsätzliches Problem bei APD's sind die hohen Dunkelströme, deren physikalischer Ursprung relativ unklar ist und viel diskutiert wird. In bezug auf Dunkelströme scheint das InGaAs dem GaAlSb überlegen zu sein. Allgemein herrschte Zuversicht, daß das Dunkelstrom-Problem durch Verbesserungen der Technologie gelöst werden kann. Tomasetta (Rockwell) teilt in einem Gespräch mit, daß die Dunkelströme beim GaAl(As)Sb nicht multiplikativ in APD's seien, und damit die Rauscheigenschaften nicht ungünstig beeinflussen.

InGaAsP/InP Lawinen-Photodioden, bei denen die Lichtabsorption im quaternären Strukturbereich und die Ladungsträgermultiplikation an einem pn-Übergang im InP erfolgt, gehören offensichtlich zu den optimalen Strukturen in bezug auf Dunkelströme und Multiplikationsfaktoren. Vom Lincoln Lab, MIT, wurden Dunkelstromdichten von weniger als 3×10^{-6} a/cm² und Multiplikationsfaktoren bis zu $M = 700$ berichtet. Allerdings steigen die Dunkelströme bei höheren Spannungen ($V > 60$ V) exponentiell an. Rauschmessungen als Funktion der Rückwärtsspannung und damit des Multiplikationsfaktors weisen auf günstige Verhältnisse der Ionisationskoeffizienten hin.

Die günstigsten Multiplikationskoeffizienten gibt es beim GaAlSb im Falle der resonanten Stoßionisation, worüber wir selber auf der Tagung berichteten. Diese Ergebnisse stießen auf sehr lebhaftes Interesse.

Alternative Detektorkonzepte sind: 1. PIN-FET Strukturen, die von Leheny und Mitarbeitern (Bell Labs., Holmdel) in integrierter Form aus $\text{In}_{0,53}\text{Ga}_{0,47}\text{As}$ hergestellt wurden. Die p-n-Photodiode ist dabei integraler Bestandteil der Gate-Elektrode eines JFET's. 2. Photoleitungsdetektoren mit sehr kleiner Transitzeit, ebenfalls hergestellt aus $\text{In}_{0,53}\text{Ga}_{0,47}\text{As}$ auf Fe-dotierten InP-Substraten, eignen sich ebenfalls als schnelle Detektoren (Ballantyne und Mitarbeiter, Cornell University). Als OPFET-Struktur wurden innere Verstärkungen von 10 erreicht, Zeitkonstanten von 200 ps bei Spannungen von unter 5 V.

Bei Laser-Emittern ist man ebenfalls bemüht, die Wellenlängen in den Bereich der geringsten optischen Faserdämpfung zu verschieben (geringste Dämpfung bei $1,6 \mu\text{m}$: 0,17 dB/km bei japanischen Herstellern). Von Suematsu und Mitarbeitern (Tokyo Institute of Technology) wurden "Buried-Heterostruktur" (BH)-Laser aus InGaAsP/InP für eine Wellenlänge von $1,6 \mu\text{m}$ hergestellt. Die bei einer Flüssigphasenepitaxie auftretenden "Rück-Schmelz-Probleme" können durch die Einführung einer weiteren Pufferschicht aus InGaAsP vermieden werden. Dauerstrichlaser mit Schwellströmen von 28 ma bei Quantenausbeuten bis über 40 % konnten auf diese Weise hergestellt werden.

Neue technologische Prozesse zur Herstellung quaternärer Laser werden an mehreren Stellen erforscht: 1. Die Gasphasenepitaxie (Hybrid-Prozeß) wird mit Erfolg bei RCA (Olsen und Mitarbeiter) und bei den Bell Labs. (Vortrag darüber von Johnston, Holmdel) benutzt. Die Schwellstromdichten unterscheiden sich offensichtlich nicht wesentlich von den mit Flüssigphasenepitaxie hergestellten Lasern. 2. Die metallorganische Gasphasenepitaxie MOCVD bei geringem Druck ist eine weitere alternative Technologie zur Laserherstellung (Duchemin und Mitarbeiter, Thomson CSF, Frankreich).

Zu den großen ungelösten Problemen der langwelligen Laser gehört die unverstandene Temperaturabhängigkeit der Schwellstromdichte, das sog. "T₀-Problem". Offensichtlich ist die Temperaturabhängigkeit der Schwellstromdichte bei den neuen $1,6 \mu\text{m}$ -Lasern ähnlich wie bei $1,3 \mu\text{m}$. Ansätze zu einem Verständnis sind bisher kaum vorhanden. Integration von Lasern mit anderen Bauelementen (Dioden, FET's, weitere Laser, etc.) sind ein anderes zentrales Thema, das viel diskutiert wurde. Von Coldren und Mitarbeitern (Bell Labs, Holmdel) wurde in einem Vortrag auf die Möglichkeit des reaktiven Ionen-Ätzens hingewiesen. Mit dieser Technik konnten Laserspiegel guter Qualität hergestellt werden, was eine Integration von Lasern mit anderen Bauelementen auf einem Wafer erlaubt.

Im Falle von GaAs wurde von der Gruppe Yariv (California Institute of Technology) über die Integration eines Lasers mit einem Heterostruktur-Bipolartransistor berichtet: der Translaser. Eine BE-Implantation wurde als Technologie hierfür benutzt. Die Gruppe hatte früher schon über eine Integration von Lasern mit MESFET's berichtet sowie über einen integrierten Repeater (1 OPFET und 2 FET's und 1 Laser). Sicherlich ist mit einer Intensivierung der Arbeiten zu einer Integration optischer und elektrischer Bauelemente in Zukunft zu rechnen. Die langwelligen Laserstrukturen scheinen hierfür besonders attraktiv zu sein, weil das InGaAs wegen seiner hohen Beweglichkeit ein ausgezeichnetes FET-Material darstellt.

Ein anderes eindrucksvolles Beispiel für integrierte Laserstrukturen wurde von der MIT-Gruppe (Hsieh, Groves und Mitarbeiter, Lincoln Lab) gebracht: Ein optischer Verstärker, Wellenleiter und Elektro-Absorptionsmodulator (rückwärts gepolter p-n-Übergang) wurden aus InGaAsP hergestellt. Dies ergibt die Möglichkeit einer internen Modulation innerhalb des Resonators, die bei Repetitionsfrequenzen oberhalb 2 GHz einer direkten Strommodulation des Lasers überlegen sein sollte. Eine Pulsmodulation mit 2,5 GHz, Modulationstiefen von $> 50\%$ und Pulslängen von 10 ps konnten demonstriert werden. Durch diese Fortschritte in der Technologie sind Halbleiterlaser im "Mode-Lock-Betrieb" wieder stark in den Vordergrund gerückt (Bell Labs, MIT).

Bei Mikrowellen-Bauelementen aus III-V-Verbindungen ist auf die großen Fortschritte bei GaAs MESFET's hinzuweisen. Probleme ergeben sich jedoch noch immer durch die unzureichende Qualität der Substrat-Kristalle, insbesondere GaAs:Cr, was in vielen Laboratorien auch kaum noch benutzt wird.

Neu sind die Arbeiten zu FET's aus $\text{Ga}_{0,47}\text{In}_{0,53}\text{As/InP}$ (Cornell University). Beweglichkeiten von über $12.000 \text{ cm}^2/\text{Vs}$ und maximale Driftgeschwindigkeiten von $2,8 \times 10^7 \text{ cm/s}$ bei $3,7 \text{ kV/cm}$ (300 K) sind attraktive Eigenschaften dieses Materials. Außerdem bietet sich die Möglichkeit der Herstellung von Heterostrukturen unter Benutzung von InP und $\text{In}_{0,52}\text{Al}_{0,48}\text{As}$. Heterostruktur-FET's wurden unter Verwendung des letzteren Materials an der Cornell University (Gatelängen von $0,6 \mu\text{m}$) hergestellt. Nachteile dieses Materials sind die geringen Schottky-Barrieren ($\phi_b \approx 0,2 \text{ eV}$) und die schlechten Eigenschaften von MIS-Strukturen. Eine MIS-Technologie ist andererseits sehr vielversprechend für Mikrowellen-Bauelemente aus InP, worauf von Lile und Mitarbeitern (Naval Ocean Systems Center, San Diego) in einem Vortrag hingewiesen wurde. Siliziumoxid und -nitrid werden als Isolatoren benutzt, und erste Ergebnisse sind bemerkenswert. Insbesondere ist darauf hinzuweisen, daß neben einem "Depletion-Mode" auch ein "Enhancement-Mode"-Betrieb erreicht wurde. Falls sich die technologischen Probleme der Reproduzierbarkeit und Stabilität lösen lassen, öffnet sich hier ein neues Gebiet für Mikrowellen-Bauelemente aus III-V-Verbindungshalbleitern.

Tagungsbericht

GORDON RESEARCH CONFERENCE

"CRYSTAL GROWTH"

14.-18. Juli 1980; Holderness School, Plymouth N.H. / USA

Berichtersteller: Prof. Dr. R. Nitsche

Die Gordon Research Conferences (genannt "frontiers of science") bezwecken eine Bestandsaufnahme der Arbeiten in bestimmten, als aktuell angesehenen Fachgebieten und die Diskussion zukünftiger Entwicklungen zwischen Vertretern von Industrie und Hochschule.

Die diesjährige Konferenz (organisiert von G.W. Cullen, RCA und E.A. Giess, IBM) wurde von 133 Personen (davon 19 aus dem Ausland) besucht. Es wurden 22, ca. einstündige Fachvorträge gehalten und 17 Poster (2 aus der Bundesrepublik) präsentiert.

Schwerpunkte waren:

1. Silizium und III-V Halbleiter

- 1.1 W. Lin (Bell Labs.) erzielte in nach Czochralski aus SiO_2 -Tiegeln gezüchteten Si-Kristallen eine wesentlich gleichförmigere Dotierverteilung, wenn er die sog. Zweitiegelmethode verwendete. Reproduzierbare Konzentrationen von SiO_2 -Ausscheidungen wurden erzielt durch Regelung der SiO-Verdampfungsrate aus der Schmelze durch kontrolliertes Anblasen mit Inertgasströmen.
- 1.2 T. Seidel (Bell Labs.) berichtete über Möglichkeiten des "getterns" von Baufehlern in Si-Bauelementen durch bestimmte chemische Behandlungen, z.B.: Baufehlerverarmung der Oberfläche durch Behandlung mit HCl-Gas bei höheren Temperaturen oder Einfangen von Cu- und Au-Verunreinigungen in einer, an der Rückseite der Scheibe befindlichen Phosphordiffusionsschicht. Diese besitzt offenbar eine viel höhere "Löslichkeit" für Au und Cu als reines Si und wirkt als "Mülleimer" für in den aktiven Regionen unerwünschte Stoffe.
- 1.3 T. Cizek (Solar Energy Research Inst.) gelang es, aus einer Si-Schmelze mit zwei eintauchenden Graphitstäbchen an einem zwischen diesen geführten W-Drahtbügel dünne, endlose Siliziumbänder für Solaranwendungen zu ziehen (ESP = Edge-Supported Pulled-Sheet Method).
- 1.4 N. Thomas (Westinghouse) konnte undotierte, "halbisolierende" große Kristalle (\varnothing 7 cm) von GaAs nach der liquid encapsulating-Methode erhalten durch Verwendung von Tiegeln aus Pyroboritrid und besonders gereinigtem B_2O_3 . Durch genaue Einstellung des Verbreiterungswinkels des Keims erhielt er zu 80 % unverzwilligtes Material, das direkt als Substrat für die Epitaxietechnik verwendbar war.

2. Laser Annealing

Diese Methode zur Rekristallisation von Halbleiteroberflächen (und der damit verbundenen Umverteilung von z.B. durch Ionenimplantation eingebrachten Dotierstoffen oder Verunreinigungen) wird viel studiert. Messungen im Oak Ridge National Laboratory haben z.B. ergeben, daß hier Wachstumsgeschwindigkeiten bis zu einigen m/sec (!) im Spiel sind, bei denen noch ungestörtes, epitaktisches Kristallwachstum stattfindet. Dies wird dadurch erklärt, daß die Phasengrenzfläche nicht verunreinigt und der Wärmefluß optimal gerichtet ist.

. Spezielle Materialien

Starke Aktivität ist auf dem Gebiet der Infrarotmaterialien für Nachrichtenübertragung und Detektion sowie von Solarmaterialien festzustellen.

- .1 W. Bonner (Bell Labs.) berichtete über die Herstellung von InP, das für Emitter und Detektoren im 1.3 - 1.5 μ m Bereich und als Substrat für Flüssigphasenepitaxie ternärer und quaternärer III-V-Mischungen eingesetzt wird.

Kontrollierte Vereinigung von In und P bei 1070^o liefert Schmelzlinge von 110 g, aus denen in einer Hochdruck-Czochralski-Apparatur bei einem P-Druck von 40 at und Verwendung von B₂O₃ als "encapsulant" Kristalle (l = 80 mm, ϕ = 30 mm) gezüchtet werden. Besonders günstig für unverzwilligtes Material ist eine Keimorientierung so, daß die (III)-Phosphorfläche Schmelzkontakt hat.

. Kristallcharakterisierung

Es werden nach wie vor enorme Anstrengungen unternommen, Baufehler, insbesondere in Si und den III-V-Verbindungen, Dotierstoffverteilungen im Volumen und an der Oberfläche sowie Oberflächenschichten und -strukturen mit einem gewaltigen Arsenal immer größer und teurer werdenden Maschinen aufzuspüren, zu charakterisieren und elektrisch und chemisch zu verstehen.

(Auger Spektroskopie, SIMS, TEM, SEM, EBIC, Röntgen- und Photoelektronenspektroskopie, RHEED, Topographie usw. usw.)

Mehrere ausgezeichnete Referate wurden zu diesem Thema gehalten, jedoch schleicht sich der Eindruck ein, daß mit zunehmendem instrumentellem Aufwand auch die Zahl der Baufehler wächst.

Tagungskalender 1981

10. - 12.3. Sitzung des GVC-Fachausschusses "Kristallisation",
Bad Homburg, Germany
Prof. Dr. G. Matz, Bayer AG - Werk Elberfeld,
Friedrich-Ebert-Str. 217-219, 5600 Wuppertal-Elberfeld
18. - 20.3. Jahrestagung der Arbeitsgemeinschaft Kristallographie
der DMG, DPG und GDCh, Karlsruhe
R. Benjes, Institut f. Kristallographie der Universität,
Kaiserstr. 12, 7500 Karlsruhe
23. - 27.3. 45. Physiker Tagung, Hamburg
DPG, Hauptstr. 5, 5340 Bad Honnef
6. - 9.4. 5th Interdisciplinary Surface Science Conference,
Liverpool, England
Dr. R.H. Williams, Department of Physics, New Univer-
sity of Ulster, Coleraine, North Ireland BT52-15A
6. - 10.4. Microscopy of Semiconducting Materials, Oxford, U.K.,
Dr. A.G. Cullis, RSRE, St. Andrew Road, Great Malvern,
Worcester WR14-3PS, U.K.
6. - 8.5. Trie Landen Conferentie BACG, DGKK, KKN,
Noordwijkerhout, Niederlande
Dr. B. Knook, Kamerlingh Onnes Laboratory,
Nieuw Steeg 18, 2311 SB Leiden/Niederlande
10. - 15.5. Electrochemical Society & 4th Symposium on Silicon
Materials Science and Technology,
The Electrochemical Society, Inc.,
10 South Main Street, Pennington, New Jersey 08534, USA
11. - 15.5. International Magnetics Conference (Intermag),
Grenoble, France
Dr. Randet, CEN. B.P. No. 85, Centre de Tri,
F-38041 Grenoble Cedex, France
10. - 12.6. C L E O, Washington, D.C.
Conference on Lasers and Electro Optics
Optical Society of America
24. - 26.6. Intern. Conference on Applied Mineralogy in the
Mineral Industry, Johannesburg
ICAM 81, Nat. Inst. of Metallurgy, P.B. X3015,
Randburg, 2125 South Africa
19. - 23.7. Joint-ICVGE5 + ACCG-5, San Diego, U.S.A.,
Dr. D. Shaw, Texas Instruments Inc., P.O. Box 225436
M/S 145 Dallas, Texas 75265, USA
- July Summer School on III-V Compounds and their Applications
Erice, Italy
Dr. L. Hollan, Laboratoire d'Electronique et de Physique
Appliquée, BP 15, 94450 Limeil-Brevannes, France
16. - 25.8. XIIth Congress and General Assembly, International
Union of Crystallography, Ottawa, Canada
M.K. Charbonneau, Secrétaire exécutif, IXxe Congrès
de l'U.I.Cr., a/s Conseil national de recherches du
Canada, Ottawa, Ontario, Canada K1A 0R6
- 28.8. - 1.9. 59. Jahrestagung der DMG gemeinsam mit der Österrei-
chischen Mineralogischen Gesellschaft, Wien/Österreich
Deutsche Mineralogische Gesellschaft
Prof. W. Wimmerbauer, Mineralogisches Institut,
Universität Freiburg, Hebelstr. 40, 7800 Freiburg
7. - 11.9. 5th General Conference European Phys. Soc.,
Istanbul, Türkei
Europ. Phys. Soc., P.O. Box 69, CH-1213 Tetit-Lancy 2,
Schweiz

14. - 18.9. 19. GDCh-Hauptversammlung, Hamburg
Gesellschaft Deutscher Chemiker, Geschäftsstelle,
Varrentrappstr. 40-42, 6000 Frankfurt/Main 90
15. - 18.9. 8th International GVD Conference, Chateau De Mont
Villar Genne, Chantilly, Gouvieux, France
Electrochemical Society Europe Committee
Dr. J.M. Blocher, Batelle, Columbus Labs, 505 King Ave.,
Columbus, Ohio 43201, U.S.A.
21. - 25.9. 5th International Congress on Thin Films,
Herzlia-on-Sea, Israel
Y. Shapira, 122 Hayarkon Street, P.O. Box 3054,
Tel-Aviv, Israel
22. - 24.9. BACG Annual Meeting, Briston, England
Mr. D.J. Stirland, Plessey Research, Ltd., Allen Clark
Research Center, Caswell Towcester, Northants, U.K.
28. - 30.9. VIII. Symposium on Industrial Crystallization, Buda-
pest, Ungarn
Dr. M. Preisich, Magyar Kémikusok Egyszerulete,
Anker Köz 1, H 1061 Budapest VI, Hungary
5. - 7.10. Gemeinsame Tagung der GEFTA (Gesellschaft für Ther-
mische Analyse) und TAWN (Thermische Analyse Werk-
groep Nederland), 5100 Aachen, Germany
16. - 20.11. 3M Conference, Atlanta, Georgia, USA
Dr. D.T. Landau, Department of Physics, University of
Georgia, Athens, Georgia 30601, U.S.A.

1982

22. - 24.3. 22. Jahrestagung der AGKr, Kiel
Prof. F. Liebau, Mineralogisches Institut der
Universität Kiel, Olshausenstr. 40-60, 2300 Kiel
17. - 19.3. Jahrestagung der DGKK, zusammen mit dem CVD-Fachaus-
schuß Kristallisation und der Sektion für Kristall-
wachstum der Schweizerischen Gesellschaft für Kri-
stallographie in Basel, Schweiz
6. - 12.6. European Meeting of Chemical Engineering and Acheme
Exhibition Congress, Frankfurt
Dechema, P.O.B. 970146, D-6000 Frankfurt/Mai 97
12. - 16.7. Gordon Conference on Crystal Growth, New Hampshire
Dr. E.A. Giess, IBM Research Center, Yorktown Heights,
New York, U.S.A.
20. - 23.7. Joint 3M-Intermag Conference, Montreal, Canada
23. - 28.8. ECCG-3, Prague, Czechoslovakia
27. - 30.8. 23rd International Symposium on Molecular Beam Epitaxy
and Related Clean Surface Techniques, Lake Kawaguchi,
Japan
MBE-CST-2 Secretariat
c/o Professor R. Ueda, Department of Applied Physics,
School of Science and Engineering, Waseda University
3-4-1, Ohkubo, Shinjuku-Ku, Tokyo, Japan

1983

18. - 22.4. Intermag, Philadelphia, Pennsylvania, USA
3. - 10.9. Summer School on Crystal Growth, Rideralp, Switzerland
Dr. H. Arendt, ETH Zürich, Hönggerberg, CH-8049 Zürich,
Switzerland
12. - 16.9. ICCG-7 in Stuttgart
8. - 11.11. 3M Conference, Pittsburg, Pennsylvania