

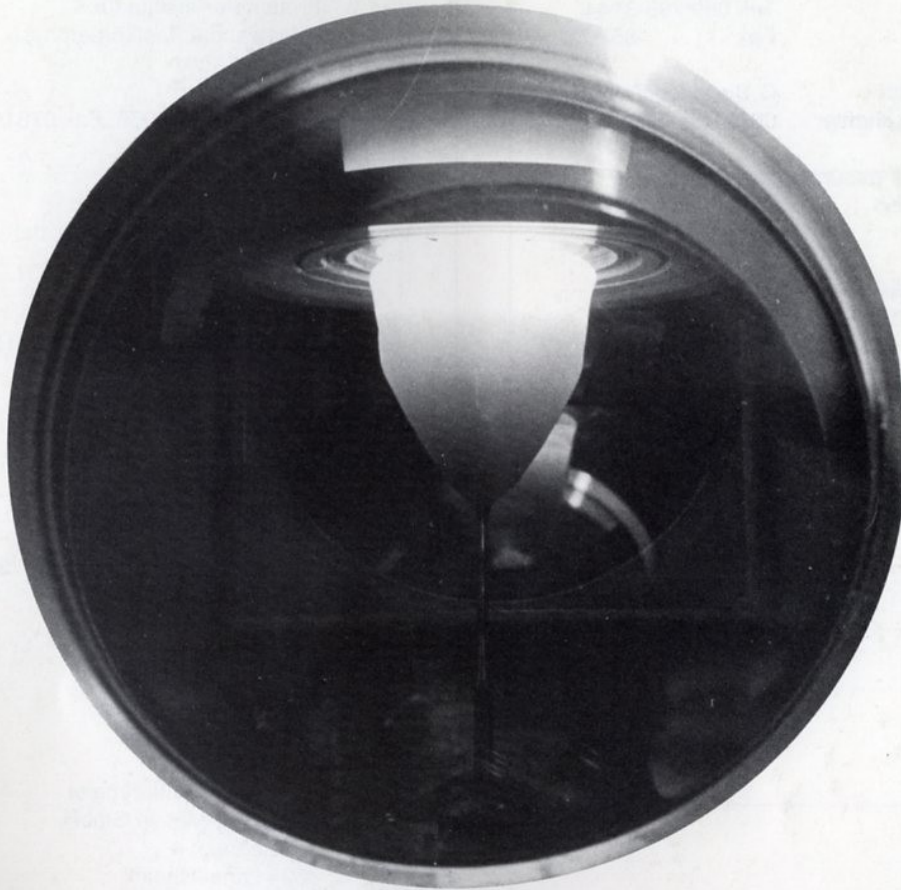
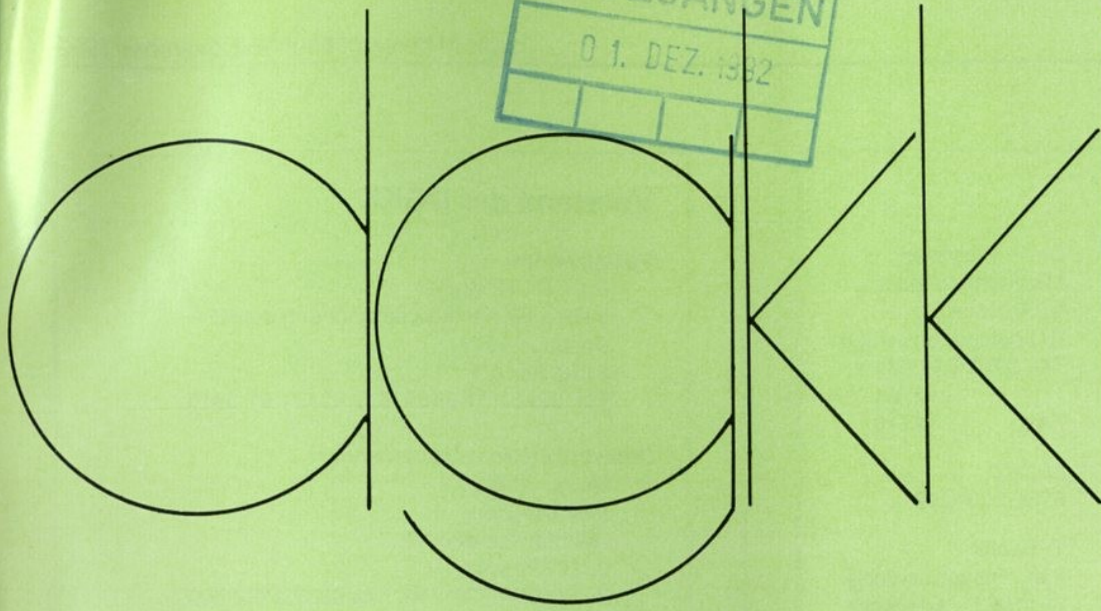
EINGEGANGEN  
01. DEZ. 1992

*Lau*

Mitteilungsblatt  
Nr. 56 / Nov. 1992



Deutsche Gesellschaft  
für Kristallwachstum und  
Kristallzüchtung e. V.



**INSTITUT FÜR KRISTALLZÜCHTUNG  
BERLIN - ADLERSHOF  
IM FORSCHUNGSVERBUND e. V.**

**INHALT**

Mitteilungen der DGKK .....	5
Kristallzüchtung in Deutschland .....	8

Übersichtsartikel .....	36
Mitteilungen anderer Gesellschaften .....	46
Tagungskalender .....	47

**Redaktion**

Chefredakteur	Dr. F. Wallrafen Mineralog. Institut 5300-Bonn 1 Poppelsdorfer Schloß Tel. 0228/73-2961 -2761 Fax -2770
Übersichtsartikel	A. Cröll 0761/2034282
Kristallzüchtung in Deutschland	T. Boeck Inst. Kristallzüchtung O-1199 B.-Adlershof Tel. 030-6704/4371
Tagungsberichte	W. Aßmus Tel. 069/798-3144 Fax -8520
Aktivitäten von und für junge Kristallwissenschaftler	C. Sussieck-Fornefeld 06221/56-2806
Stellenangebote und -gesuche Mitteilungen der DGKK	H. Walcher 0761/5159-358 Fax -400
Mitteilungen ausländischer Schwestergesellschaften Tagungskalender	J. Schmitz 0761/5159-846 Fax -400
Bücherecke	R. Diehl 0761/5159-416 Fax -400
Schmunzelecke	R. Diehl
Anzeigenwerbung	G. Müller-Vogt 0721/608-3470

**TITELBILD:**

Floating-Zone Silizium Kristallzüchtung  
(W. Schröder, IKZ Berlin)

**SATZ, DRUCK & WEITERVERARBEITUNG**

bollmann druck GmbH  
Rudolf-Diesel-Straße 3  
8502 Zirndorf bei Nürnberg

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

Prof. Dr. H. Wenzl  
Institut für Festkörperforschung der KFA  
Postfach 1913  
5170 Jülich 1  
Tel. 02461/61-6664, Fax 02461/61-3916

**Stellvertretender Vorsitzender**

Dr. M. Jurisch  
IFW Dresden  
Helmholtzstraße 20  
8027 Dresden  
Tel. 0037/2322-216, Fax 0037/2322-599

**Schriftführer**

Dr. H. Walcher  
Fraunhofer-Institut für  
Angewandte Festkörperphysik  
Tullastr. 72  
7800 Freiburg  
Tel. 0761/5159-358, Fax 0761/5159-400

**Schatzmeister**

Dr. German Müller-Vogt  
Kristall- und Materiallabor der  
Fakultät für Physik  
Kaiserstr. 12  
7500 Karlsruhe  
Tel. 0721/608-3470, Fax 0721/697123

**Beisitzer**

Dr. W. Aßmus  
Physikalisches Institut  
der Universität Frankfurt  
Postfach 11 19 32  
6000 Frankfurt/M. 11  
Tel. 069/798-3144, Fax 069/798-8520

Prof. Dr. J. Bohm  
ZOS-Berlin  
Rudower Chaussee 6  
1199 Berlin-Adlershof  
Tel. 0037/6743-952

Dipl.-Geol. F. Strohmeier  
PPM Pure Metals GmbH  
Am Bahnhof 4  
3394 Langelsheim  
Tel. 05326/507420

**BANKVERBINDUNGEN**

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

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

## Editorial

Liebe Leser,  
drei Jahre nach Sendai (Japan) hat turnusgemäß die ICCG 10 in San Diego (USA) stattgefunden, eine Tagung, die für die relativ große deutsche Gruppe erfolgreich verlaufen ist. Herrn Abmus und seinen 'ad hoc' Redakteuren G. Müller, H.J. Sprenger danke ich für die Bereitschaft, Ihnen Eindrücke von der Tagung zu vermitteln. (Leider haben einige Kollegen ihre Zusage zu einem Artikel über die ICCG 10 nicht eingelöst). Ebenso gilt mein Dank den Herren Wenzl (Lektor auf der ISSCG8) und Fischer für den Bericht von der 'Sommer School' in Palm Springs.

Unsere Berliner Kollegen sind z.Z. eifrig dabei, unsere nächste DGKK-Frühjahrstagung vorzubereiten (s. dazu den Artikel in der Rubrik 'Kristallzüchtung in Deutschland'). Diese umfassende Darstellung des IKZ macht einem schon Geschmack auf Berlin (Gosen). Herrn Schröder und seinen Mitarbeitern danke ich für die sehr gelungene Vorstellung des Instituts. Ich hoffe, daß wir im März eine erfolgreiche und interessante DGKK-Tagung in Berlin (Brandenburg) erleben werden. Melden Sie sich rechtzeitig an und beteiligen Sie sich mit einem Beitrag, um zum Gelingen der Tagung beizutragen.

Hinweisen möchte ich auf den Artikel zum 65. Geburtstag von Herrn Haussühl, dem die DGKK ihr Dasein verdankt und der lange Jahre ein unermüdlicher Streiter für die Belange unserer Gesellschaft war.

Herrn Möhling möchte ich an dieser Stelle für seinen Übersichtsartikel recht herzlich danken. Im übrigen hat der letzte Übersichtsartikel von Herrn Bischopink ein sehr gutes Echo in den 'Newsletter der BACG' gefunden und ich denke, daß sich der Artikel von Herrn Möhling in diesem Sinne nahtlos anschließt.

Ab der nächsten Ausgabe (Nr. 57, 1993) möchte ich eine neue Rubrik 'Leitartikel' bzw. 'Kommentar' in das MB aufnehmen. Diese soll keine Konkurrenz zu den Notizen des Vorsitzenden sein, sondern hier kann sich jedes Mitglied über Probleme äußern und seine Meinung dazu vortragen. Ich warte auf Ihre Aktivitäten.

Ihr  
F. Wallrafen

K. Th. Wilke / J. Bohm

## *Kristallzüchtung*

2, Neubearb. Auflage 1988

200 Restexemplare; DM 198

Verlag Harry Deutsch/Gräfestr.47  
6000 Frankfurt 90

## Notizen des Vorsitzenden

Im Alten Testament ist Gosen die Landschaft in Unterägypten, in die die Hebräer unter Jakob mit ihren Herden einwandern. Im März 1993 ist Gosen das Städtchen bei Köpenick und Berlin-Adlershof, in dem die Kristallzüchter sich zur DGKK-Jahrestagung treffen. Der Tagungskomplex liegt idyllisch zwischen zwei Seen des Spree-Gebiets und ist mit allen Einrichtungen für Vorträge, Plakate (Poster), Essen, Gespräche, Lesen und Schlafen gut versorgt. Nur wenige Kilometer im Nordwesten liegt Berlin-Adlershof mit dem neuen Institut für Kristallzüchtung, das man besichtigen sollte. Ein Autopendeldienst zur nächsten S-Bahnstation wird für günstige Verbindung zur Innenstadt sorgen.

Bei der Jahresversammlung der DGKK-Mitglieder in Gosen wird der Vorsitzende der DGKK und sein Stellvertreter neu zu wählen sein. Ich möchte Sie ermuntern, dazu Vorschläge zu machen. Der Vorstand wird, wie üblich, einen eigenen Vorschlag zur Wahl stellen.

Das herausragende Ereignis des Jahres war die große International Conference on Crystal Growth in San Diego, bei der die deutschen Kristallzüchter nicht zu übersehen waren. Besonders auffällig waren für mich die deutschen Beiträge aus dem Bereich der AIII-BV und AII-BVI Verbindungskristalle aus O-Berlin und dem Humboldt-Freiburg-Verbund. Hervorheben möchte ich auch die Vorträge der Preisträger: Robert Sekerka hielt seinen Frank-Preis-Vortrag über morphologische Instabilitäten beim Kristallwachstum in gewohnt perfektonierter Weise. Die Laudise-Preise wurden an zwei herausragende „Zirkonia“ Züchter, V. Osiko, Russische Akademie der Wissenschaften, und Joseph Wenckus, Ceres Corporation, vergeben, die beide anschauliche und eindrucksvolle Vorträge über Zirkonia hielten. Besonders spannend wurde die Debatte bei der Frage, wie man schnell billigen Zirkonia-Schmuck von Diamantschmuck unterscheiden könne. Die Ceres-Corporation sah sich gezwungen, dafür einen Wärmeleitfähigkeitstester zu entwickeln, während K. Nassau in der Diskussion die viel einfachere Methode des Anhauchens empfahl.

Über die International School on Crystal Growth berichte ich an anderer Stelle im Heft.

Insgesamt muß man der US-Tagungsmannschaft unter Bill Bonner gratulieren und ihr herzlich danken für zwei hervorragend gestaltete Tagungen in traumhafter landschaftlicher Umgebung.

ICCG11 und ISSCG9 finden in 3 Jahren in den Niederlanden statt. Herr C. Woensdrecht stellte seine Pläne vor, verteilte Tulpenaufkleber und wurde als Organisator der ISSCG11 identifiziert: welche glückliche Fügung! Heiner Müller-Krumbhaar, KFA Jülich, ist Mitglied des internationalen Beraterkreises, und auch wir anderen deutschen Kristallzüchter sollten unsere holländischen Kollegen kräftig unterstützen.

H. Wenzl

# ANNULAR 55

Unsere Lösung für Ihre Schneidprobleme. Eine Innenlochsäge speziell für den Laborbereich und für die Kleinfertigung.

## Features:

- besonders vibrationsarmer Rundlauf
- Höhenschlag des Sägeblattes 10  $\mu\text{m}$
- Schnittstärke 100  $\mu\text{m}$
- hohe Oberflächengüte
- dreh- und schwenkbarer Kristallhalter  $\pm 15^\circ$
- manuelle Kristallzustellung bis max 100 mm
- optional: Zustellung über Digitalanzeige
- hydr. gedämpfte Bewegung des Arbeitstisches
- integriertes Kühlsystem
- Sichtfenster aus bruchsicherem Glas

## Spezifikationen:

Max. Kristalllänge	90 mm
Max. Schnitttiefe	55 mm
Man. Kristallzustellung	100 mm, Teilg. 0,02 mm
Option: Digitalanzeige	Auflsg. 2,5 oder 10 $\mu\text{m}$
Sägeblatt:	
Außendurchmesser:	257 mm
Innendurchmesser:	101 mm
Blattstärke	variabel
Blattgeschwindigkeit	0 — 5000 rpm
Antriebsmotor mit dyn.	220 V / 0,75 kW
Bremssystem	
Kühlmittelreservoir	60 ltr.
Höhe	1370 mm
Breite	890 mm
Tiefe	1300 mm
Gewicht	370 kg



Ein Produkt der  
**GFV**

## Unser Lieferprogramm:

- Hochreine Materialien und Einkristalle auf Anfrage
- Einkristallziehenanlagen nach Ihren Spezifikationen: Bridgman, Czochralski, Floatzone
- Komponenten für den Aufbau von Kristallziehenanlagen Ziehköpfe, Tiegelrotations- und Hubeinrichtungen, Durchmesserkontrolle
- Laborsägen, Innenloch und peripher
- Poliermaschinen
- Hochtemperaturöfen
- Epitaxieanlagen für verschiedene Prozesse
- MOVPE Systeme der MR Semicon
- Trockner für Prozeßgase - Scrubber für Arbeitsgase
- Plasmaätzgeräte
- Aufdampf- u. Sputteranlagen, CVD-Anlagen
- Entwicklung von Prozessen u. Aufbau von Anlagen nach Kundenspezifikation
- Prozeßautomatisierung der GFV mbH
- Fertigungsanlagen für LWL
- LIDAR-Systeme zur Messung von Luftverschmutzung

nie preiswerte Alternative:  
unser  
**Gebrauchtgätemarkt**

## 2. Mitteilungen der DGKK

### 2.1 Wahl des Vorstands der DGKK: Aufruf zur Nennung von Vorschlägen

Die Amtsperiode des derzeitigen Vorstands endet am 31.12.1993. Während der Jahrestagung 1993 in Berlin muß deshalb der Vorstand neu gewählt werden.

In der Satzung ist festgelegt, wie Wahlvorschläge eingereicht werden können.

Auszug aus § 8 der Satzung:

„Vorschläge für die Wahl der Vorstandsmitglieder müssen mindestens eine Stunde vor Beginn der Mitgliederversammlung beim Vorstand schriftlich mit mindestens fünf Unterschriften von Mitgliedern eingereicht werden.“

Der Vorstand bittet alle DGKK-Mitglieder um Vorschläge, die an den Schriftführer H. Walcher eingesandt werden können.

Alle Mitglieder haben im Oktober einen Brief mit ihren persönlichen Auszügen ihres Beitragskontos mit ihrer Karteikarte erhalten. Wenn Ihr Beitragskonto ein Minus aufweist, bezahlen Sie bitte ihre Mitgliedsbeiträge umgehend, falls das nicht schon geschehen ist oder Sie eine Einzugsermächtigung erteilt haben. Denken Sie außerdem daran, daß Anfang des Jahres 1993 ein überarbeitetes Mitgliederverzeichnis erstellt werden soll. Das Mitgliederverzeichnis soll nicht nur dokumentieren, wer der DGKK als Mitglied angehört, sondern vor allem aktuelle Informationen für die Kristallzüchter enthalten. Mit Hilfe der Stichwortdatei ist es z.B. möglich, Personengruppen mit speziellen Erfahrungsgebieten zu finden und diese auch anzusprechen. Es wird immer häufiger von der Möglichkeit Gebrauch gemacht, beim Schriftführer solche Personengruppen über die existierende Datenbank herauszufinden und ausdrucken zu lassen. Ca. 65 % der Mitglieder haben Stichworte angegeben, so daß nur noch eine mäßig große Lücke vorhanden ist. Schicken Sie deshalb Ihre korrigierte Mitgliederkartei bitte umgehend dem Schriftführer zurück, damit das Verzeichnis möglichst aktuell erstellt werden kann!

Auf die Rubrik „Personalien“, die sich normalerweise am Ende des Mitteilungsblatts befindet, wird in diesem Heft mit Hinblick auf das überarbeitete Mitgliederverzeichnis im neuen Jahr verzichtet.

H. Walcher

### 2.2 Professor Haussühl 65 Jahre

Der 65. Geburtstag von Herrn Haussühl im November 1992, einem der profiliertesten deutschen Kristallographen der Nachkriegszeit und einem begeisterten (und begeisternden) Kristallzüchter, dessen Wirken mit der Gründung und Entwicklung unserer Gesellschaft untrennbar verbunden ist, soll Anlaß einer kurzen Würdigung seiner wissenschaftlichen Aktivitäten und seiner Verdienste um unsere Gesellschaft sein.

Sein Weg zur Kristallographie führte über ein Studium der Physik. Die Themen der Diplomarbeit („Elektroneninterferenzen an dünnen  $\text{MoS}_2$ -,  $\text{CdJ}_2$ - und  $\text{PbJ}_2$ -Einkristallen im konvergenzen Bündel“, 1953 bei Walther Kossel) und der Doktorarbeit („Die elastischen Eigenschaften der Alkalihalogenide des Steinsalz-Typus“, 1956 bei Kurt Spangenberg) führten zu einer engen Berührung mit der Welt der Kristalle, deren Studium er seine weitere Forschungstätigkeit widmete. Nach der Habilitation für „Mineralogie“ mit einer Arbeit über „Struktur und Eigenschaften der Alaune“ (1960) folgte 1964 ein Ruf auf die Professur für Kristallographie an der Universität Freiburg.

Seit August 1966 ist er Direktor des Instituts für Kristallographie an der Universität Köln.

Zentrales Thema seiner wissenschaftlichen Arbeiten ist die Erforschung des Zusammenhangs zwischen Kristallstruktur und physikalischen Eigenschaften. Dabei umfaßt die breite Palette der Eigenschaften, mit denen er sich beschäftigt hat, nicht nur die zahlreichen Effekte, deren Anisotropie durch Tensoren beschreibbar ist (Dielektrizität, Pyro- und Piezoelektrizität, Elektrooptik, Elastooptik, Elastizität und Thermoelastizität, etc.), sondern auch Eigenschaften wie Härte, Festigkeit, Abriebhärte und Auflösungsgeschwindigkeit. Besondere Aufmerksamkeit widmete er dem Verhalten der tensoriellen Eigenschaften bei Phasenumwandlungen. Stets wurden modernste physikalische Meßtechniken eingesetzt und neue Methoden entwickelt, um die Meßgenauigkeit und die Empfindlichkeit zu erhöhen. So konnten einige kristallphysikalische Effekte, die bislang nur theoretisch postuliert waren (z.B. Elektrogyration, zirkularer Elektrodichroismus), in Köln erstmalig nachgewiesen und gemessen werden.

Von den tensoriellen Eigenschaften lagen ihm die elastischen und thermoelastischen Eigenschaften, letztere vor allem als Indikatoren für Phasenumwandlungen, besonders am Herzen. Er hat zahlreiche Messungen an Kristallen unterschiedlichster Zusammensetzung und Symmetrie durchgeführt. So wurden die 21 elastischen Konstanten eines triklinen Kristalls erstmalig in Köln vollständig bestimmt. Auch hier gelang es ihm, durch ständige Verfeinerung der Meßmethoden und der Auswertverfahren die Bestimmung der elastischen Konstanten an kleinen Proben auch niedersymmetrischer Kristalle zu einem Routinevorgang zu reduzieren.

Seinen reichen Erfahrungsschatz in der Behandlung physikalischer Eigenschaften hat er in der Serie „Taschentext“ (Verlag Chemie) im Band „Kristallphysik“ wiedergegeben. In derselben Serie sind auch seine Bändchen „Kristallgeometrie“ und „Kristallstrukturbestimmung“ erschienen.

Da die Messungen physikalischer Eigenschaften meist an orientierten Einkristallen vorgenommen wurden, deren Abmessungen mehrere Millimeter betragen mußten, stellte die Züchtung großer Einkristalle von Anbeginn eine unabdingbare Voraussetzung dar. Die vorwiegend eingesetzte Züchtungsmethode war das Wachstum aus Lösungen. Nach Optimierung der apparativen Techniken zog Herr Haussühl eine Züchtung in großem Maßstab auf. Es gibt auf der Welt keinen Menschen, der so viele unterschiedliche Kristallarten gezüchtet hat und der einen so großen Vorrat an großen Einkristallen allerbesten Qualität besitzt. Daher erreichen Herrn Haussühl stets Anfragen auswärtiger Forschergruppen mit der Bitte um Proben, woraus sich zahlreiche fruchtbare Kooperationen entwickelten.

Im Bewußtsein der Bedeutung der Kristallzüchtung für den Fortschritt der Festkörperwissenschaften und für den industriellen Bedarf machte er 1969 erste Anstrengungen, die Kristallzüchter in Deutschland zu einem Erfahrungsaustausch zusammenzubringen. Diese Aktivitäten führten schließlich 1970 zur Gründung der DGKK. Es lag auf der Hand, daß Herr Haussühl zum 1. Vorsitzenden der neuen Gesellschaft gewählt wurde. Er packte diese Aufgabe mit großer Tatkraft an, die besonders in den ersten Jahren des Bestehens unserer Gesellschaft erforderlich war. Die rasche Entwicklung der DGKK von einem kleinen Häuflein (71 Mitglieder im Jahre 1970) zu einer mächtigen Gesellschaft, die heute über 600 Mitglieder zählt, ist maßgeblich seinem Einsatz in der Gründungs- und Konsolidierungsphase zu verdanken. Ein Beispiel seiner Aktivitäten waren die von ihm in Köln und Bonn veranstalteten Kurse zur praktischen Kristallzüchtung, in denen das „Know-how“ an die junge Generation weitergereicht wurde. Wer Herrn Haussühl kennt, weiß, daß der 65. Geburtstag für ihn kein Anlaß ist, die Hände in den Schoß zu legen. Die Befreiung von administrativen Pflichten wird ihm die Möglichkeit

geben, sich auf „wichtigere“ Aufgaben zu konzentrieren. Sein Rat und seine Hilfe werden auch weiterhin für jüngere Wissenschaftler unentbehrlich sein.

Die DGKK verbindet mit den herzlichsten Glückwünschen den Dank für seinen Einsatz zum Gedeihen unserer Gesellschaft.

H. Küppers

### 2.3 Nachruf

**Dipl.-Ing. Vahan Djevahirdjian, geb. 26. Juli 1905 in Paris, gest. 1. Juli 1992 in Monthey**



Kurz vor Vollendung seines 87. Lebensjahres verstarb Herr Vahan Djevahirdjian, bis zu seinem Tode Chef der Industrie des Pierres Scientifiques Hrand Djevahirdjian SA im schweizerischen Monthey. Der Verstorbene war seit 1983 Mitglied der DGKK.

Vahan Djevahirdjian absolvierte 1925 seine Ausbildung an der Chemie-Ingenieurschule der Stadt Mülhausen im Elsaß als Diplom-Ingenieur.

Nach seiner Tätigkeit im „Laboratorium für die Anwendung farbgebender Materialien“ in St. Denis war er geschäftlich für seine Familie in Frankreich tätig. Sein Onkel Hrand Djevahirdjian hatte zwischenzeitlich in Monthey eine Firma zur Herstellung von Korundeinkristallen mit dem Verneuil-Verfahren gegründet. 1934 ließ der Neffe sich in Monthey nieder und übernahm 1947 die Nachfolge seines verstorbenen Onkels. 1949 wurde er in den Verwaltungsrat der Firma berufen; ab 1966 war er dessen Vorsitzender.

Sich gänzlich mit der Firma Djevahirdjian („Djeva“) und ihren Forschungsgruppen identifizierend, entwickelte er das Verneuil-Verfahren zur großtechnischen Produktion weiter und erschloß den synthetischen Korundeinkristallen neue Anwendungen, u.a.

- im Bereich der Telekommunikation mit entspannten Saphirscheiben zum Schutz des ersten Telstar-Satelliten;
- im Laserbereich, als er zwei Monate nach der Veröffentlichung von Maimans Arbeiten über die stimulierte Lichtverstärkung die ersten Spezialrubine für Laser in die USA lieferte;
- wiederum im Laserbereich durch die Entwicklung von Titan-dotierten Saphirkristallen mit dem Verneuil-Verfahren, die heute weite Verbreitung als abstimmbare Laser gefunden haben.

Mit der Übernahme der Arbeiten von Prof. R. Collongues stellten die Djeva-Labors die ersten Korundeinkristalle mit der Kalttiegelmethode her. Damit wurde auch das Geschäft mit kubischem Zirkonoxid („Djevalith“) erschlossen, ein Material, das bis heute als die beste Diamant-Imitation gilt.

Fußend auf Vahan Djevahirdjians Initiative und seinen guten Beziehungen zur Fachwelt war Monthey mehrfach Treffpunkt bekannter Gelehrter und Wissenschaftler, z. B.

- 1954 anlässlich der Konferenz von Prof. Henri Lafuma, Nachfolger von Prof. Henri Verneuil am Pariser „Conservatoire des Arts et des Métiers“, über das Werk von Auguste Verneuil;
- 1964 bei der Konferenz von Nobelpreisträger Prof. Alfred Kastler über Laser und Maser;
- 1974 bei der Konferenz von Prof. Robert Collongues über ideale und reale Festkörper.



Wer glaubt,  
etwas zu sein,  
hat aufgehört,  
etwas zu werden.



Mir sind  
die liebenswürdigen Fehler  
angenehmer  
als die  
unausstehlichen Tugenden.

1984 erhielt Vahan Djevahirdjian die Goldmedaille der Französischen Gesellschaft für Hohe Temperaturen und wurde Ehrenmitglied der Schweizer Gesellschaft für Kristallographie sowie Korrespondierendes Mitglied der „Académie des Sciences Belles-Lettres et Arts“ von Besanon.

Vahan Djevahirdjian gilt als Pionier der industriellen Kristallzüchtung. Djeva hat dank seiner unternehmerischen Leistung heute Weltruf als Hersteller von Korundeinkristallen für eine Vielfalt von Anwendungen.

R. Diehl

### 3. Arbeitskreise

#### 3.1 DGKK-Arbeitskreis „Oxide“

Am Donnerstag, 17. September 1992, fand im Kristalllabor des Physikalischen Instituts der Universität Frankfurt ein Treffen des AK-Oxide statt. Wie auf der DGKK-Jahreshauptversammlung 1992 in Dresden abgesprochen, hatte Herr Dr. Aßmus, Frankfurt, zu diesem Treffen unter dem speziellen Thema: „Oxid- und Laserkristalle“ bereits im April zum obigen Thema nach Frankfurt eingeladen. 17 Teilnehmer stellten kurz ihr Aufgabengebiet vor. Bei der anschließenden Diskussion wurde, wie schon in Dresden, der Name des DGKK-Arbeitskreises „Oxide“ als zu weit und diffus empfunden. In der Tat hatten sich bei den vorangegangenen Treffen wegen der Aktualität die Kristalle der Hochtemperatur-Supraleiter-Oxide (HTS) und die dazugehörigen Substratkristalle von alleine als ein Schwerpunktthema herausgebildet. Die Teilnehmer in Frankfurt kamen überein, einen DGKK-Arbeitskreis „Kristalle für Laser und nichtlineare Optik“ zu bilden unter der Federführung von Herrn Prof. Paus, 2. Physikalisches Institut der Universität Stuttgart, Pfaffenwaldring 57, W-7000 Stuttgart. Er wird voraussichtlich am Donnerstag, den 18. Februar 1993, ein Treffen dieses Arbeitskreises in Stuttgart organisieren, das Erfahrungsaustausch in Form von Vorträgen, Diskussionen und Besichtigung der einschlägigen Instituteinrichtungen beinhalten wird. Interessenten an diesem Arbeitskreis, die nicht an dem Treffen in Frankfurt teilgenommen haben, möchten sich bitte an Herrn Prof. Paus wenden. Ein Anmeldebogen liegt dem Mitteilungsblatt bei. Die Mitglieder des neuen Arbeitskreises werden gebeten, eine kurze Übersicht ihres Arbeitsgebietes und gegebenenfalls Wünsche zur Zusammenarbeit Herrn Prof. Paus schriftlich zur Verfügung zu stellen.

Auf der Jahrestagung 1993 in Berlin kann diskutiert werden, ob sich genügend aktive Interessenten für einen zweiten Arbeitskreis finden, der sich aus dem Arbeitskreis „Oxide“ bilden könnte. Hier möchte ich vor allem die Kollegen, die auf dem Gebiet der HTS arbeiten, ansprechen. Die Fortführung des Arbeitskreises „Oxide“ in der bisherigen Form halte ich nicht für sinnvoll.

Am Nachmittag gingen die Herren Dr. Ackermann, Idar-Oberstein; Dr. Uecker, IKZ Berlin; Dr. Schwenkbrecher, CRYSTAL GmbH Berlin; Dr. Becker, DLR Stuttgart, und Prof. Paus in ad-hoc-Vorträgen auf spezielle Probleme aus ihrem Arbeitsgebiet ein. Zum Schluß stellte Herr Dr. Aßmus die Arbeiten im Kristalllabor vor und lud zu einer Besichtigung ein. Herrn Dr. Aßmus und seinen Mitarbeitern danke ich für dieses interessante und lehrreiche Treffen.

W. Tolksdorf

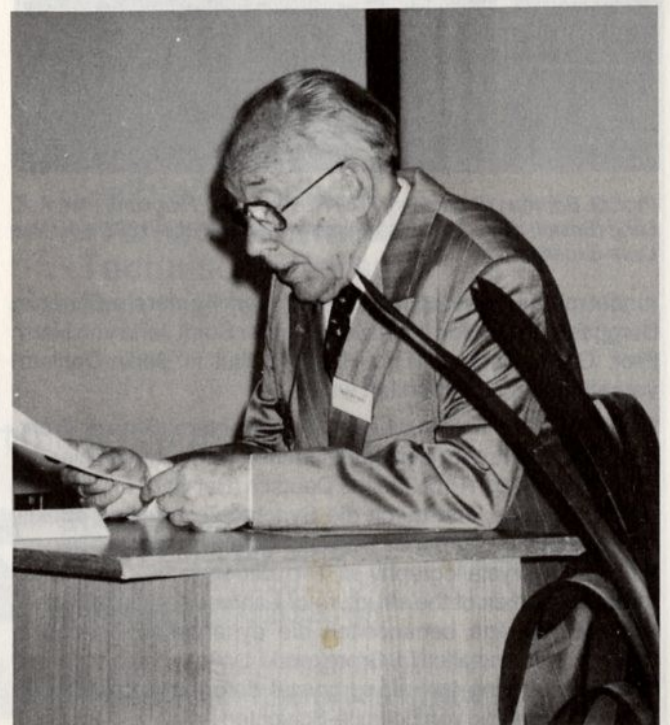
Uecker, Reinhard, Berlin; Becker, Uwe, Stuttgart; Schwenkbrecher, Klaus, Berlin; Brauch, Uwe, Stuttgart; Paus, Hans, Stuttgart; Dupré, Klaus, Bonn; Wallrafen, Franz, Bonn; Ritter, Franz, Frankfurt; Wolf, Thomas, Karlsruhe; Geray, Roland, Tettang; Tolksdorf, Wolfgang, Ranstadt; Aßmus, Wolf, Frankfurt; Lommel, Bettina, Frankfurt; Römer, Bettina, Frankfurt;

Wilke, Thorsten, Frankfurt; Hesse, Hartmut, Osnabrück; Ackermann, Lothar, Idar-Oberstein.

#### 3.2 Workshop des Arbeitskreises Röntgentopographie (RÖTO '92) (gemeinsam mit der AG „Realstruktur und Dynamische Interferenztheorie“) in Jena, 17./18.9.1992

Fast 60 Wissenschaftler aus Deutschland und den Nachbarländern waren nach Jena gekommen, um an dem Workshop „RÖTO '92“ teilzunehmen. Gastgeber war die Physikalisch-Astronomisch-Technikwissenschaftliche Fakultät der Friedrich-Schiller-Universität (FSU), vertreten durch ihren Dekan, Herrn Dr. habil. Konrad Goetz. In seiner Begrüßungsansprache wies der Dekan auf die Tradition der FSU u.a. auch im Bereich der Röntgenphysik hin und berichtete über die nach der „Wende“ bereits erfolgten und für die Zukunft geplanten Umstrukturierungen der Universität. Von besonderem Interesse für die Mitglieder des Arbeitskreises ist die Einrichtung der Max-Planck-Arbeitsgruppe „Röntgenoptik“ unter der Leitung von Herrn Dr. habil. E. Förster.

„1912–1992: 80 Jahre Laue-Experiment“. Unter diesem Untertitel wurde in einer besonderen Sitzung in vier Vorträgen ein Rückblick auf 80 Jahre Röntgenstrahl-Interferenzen mit dem Schwerpunkt auf der dynamischen Theorie der Röntgenbeugung und der Röntgentopographie gegeben. Zu diesem Zwecke waren vier „emeritierte“ Wissenschaftler, die in ihren früheren Jahren zum Fortschritt der dynamischen Interferenztheorie und der Röntgentopographie maßgeblich beigetragen haben, eingeladen worden. Herr Professor G. Borrmann, früher Fritz-Haber-Institut in Berlin Dahlem, hatte trotz seines Alters von 84 Jahren nicht den Weg von Braunfels nach Jena gescheut, um in seinem Referat „Max von Laues Rückblick auf seine Röntgenstrahl-Interferenzen (1959)“, den Nobelpreisträger und sein Werk zu würdigen. Frau Dr. R. Bubáková (Czech. Akademie der Wissenschaften, Prag) sprach über ihre Untersuchungen zur „Übereinstimmung der Dynamischen Theorie mit Experimenten (Bragg-Fall mit parallelen Strahlen)“. Herr Prof. Andrew R. Lang (Univ. Bristol, England) zeigte in seinem Rückblick „Highlights in the history of X-ray topography“ eine Fülle brillanter Röntgentopogramme von Kristallen unterschiedlichster Zusammensetzung und physikalischer Eigenschaften. Der Rückblick auf Laues Werk wurde abge-





Prof. G. Borrmann (Braunfels), Frau R. Bubáková (Prag) und Prof. A.R. Lang (Bristol) bei ihren Vorträgen zum Thema „1912–1992: 80 Jahre Laue-Experiment“.

rundet mit einem Videofilm, der nach dem Konferenzdinner im Berggasthof „Landgrafenhaus“ über der Stadt Jena von Herrn Prof. G. Hildebrandt (Fritz-Haber-Institut in Berlin-Dahlem) vorgeführt und kommentiert wurde.

Die „RÖTO '92“ war in diesem Jahr als internationaler Workshop konzipiert. Von den eingeladenen Referaten ist hier der Vortrag von Herrn Prof. Moshe Deutsch (Bar-Ilan Univ., Israel) über ein neues, erst durch die Synchrotronstrahlung effektiv „bearbeitbar“ gewordenes Forschungsfeld besonders hervorzuheben: „Crystallography in two dimensions: Synchrotron radiation studies of the structure of Langmuir films on water“. Weitere Vorträge behandelten die dynamische Theorie in deformierten Kristallen (J. Gronkowski, Univ. Warschau: „Interbranch scattering for strong crystal deformations“) und die Charakterisierung von Epitaxie-Schichten (V. Holy, Univ. Brno/

Czech.: X-ray double-crystal investigations of mosaic structure in epitaxial layers).

Die eingereichten Vorträge wurden thematisch in drei Gruppen zusammengefaßt:

**Allgemeine Themen:** Stichworte: Struktur von Langmuir-Blodgett-Vielschichtenstrukturen, Neubestimmung des Profils charakteristischer Röntgenlinien, Kossel-Effekt an Quasikristallen, Interferenzen von Fourierordnungen in Satellitenreflexen, Neutronen-Doppelkristalldiffraktometrie zur Untersuchung von Oberflächen.

**Themen mit Bezug zur (dynamischen) Theorie:** Michelson-Röntgeninterferometer,  $\lambda/4$ -Plättchen für Röntgenstrahlung, Anomale Röntgentransmission, gebogene Kristalle für Röntgenspektroskopie und Röntgenoptik, Streuamplituden von Mehrschichtstrukturen (kinematisch und dynamisch).

**Charakterisierung epitaktischer Schichten:** Verspannungen und Gitterverzerrungen in GaInAs/GaAs-, AlGaAs/GaAs-SiGe/Si- und CdTe(111)/GaAs(001)-Schichten, epitakt. Metallschichten, YBCO-Schichten (HT Supraleiter).

Das thematisch vielseitige Programm umfaßte insgesamt 23 wissenschaftliche Beiträge und sprengte damit fast den zeitlichen Rahmen des Workshops. Die Sitzungen fanden in familiärer Atmosphäre hoch über den Dächern der Stadt Jena im 26. Stock des Universitätshochhauses statt. Die Tagung klang aus mit einer Exkursion nach Eisenberg (ca. 25 km von Jena) zur Besichtigung des Bereiches „**Kristallzüchtung**“ der Carl-Zeiss GmbH. Hier fand die Quarzzüchtung mit der Ausstellung großer Quarzkristalle bester Qualität das besondere Interesse der Teilnehmer. Insgesamt war die „RÖTO '92“ aufgrund des umfangreichen und vielseitigen Vortragsprogramms, der Anwesenheit und der Vorträge der Ehrengäste und der vorzüglichen Organisation durch die Kollegen und Mitarbeiter der FSU ein schöner Erfolg.

Die Langfassungen der Vorträge der „RÖTO '92“ werden gedruckt und in einem Proceedings-Heft zusammengefaßt. Sie können zum Selbstkostenpreis (zuzüglich Versandkosten) erworben werden. Interessenten mögen sich bitte bis 15. Dez. 1992 bei Herrn Prof. H. Klapper, Universität Bonn, melden.

H. Klapper

#### 4. Kristallzüchtung in Deutschland

W. Schröder

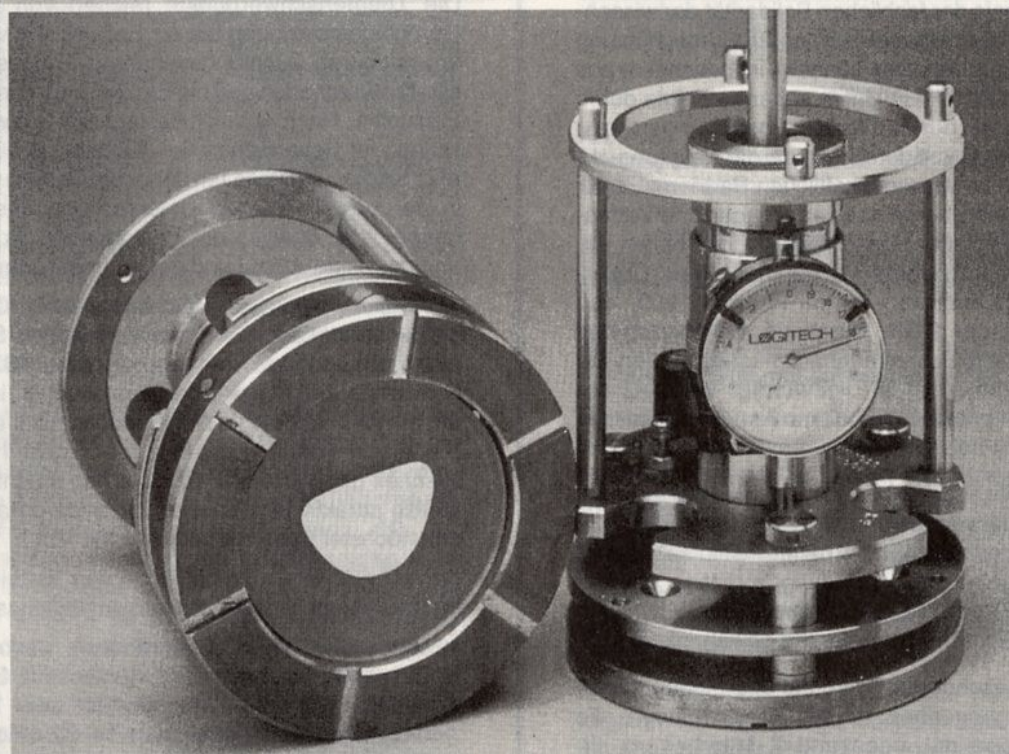
Institut für Kristallzüchtung Berlin-Adlershof  
im Forschungsverbund Berlin e.V., Rudower Chaussee 6,  
O 1199 Berlin

Am 1. Juli 1991 empfahl die Bund-Länder-Kommission für Bildungsplanung und Forschungsförderung der Bundesrepublik Deutschland den Regierungschefs des Bundes und der Länder, aus dem „Technikum für Kristallzüchtung“ des Zentrums für wissenschaftlichen Gerätebau der Akademie der Wissenschaften der DDR ein Institut für Kristallzüchtung zu gründen und in die gemeinsame Förderung Bund/Länder (Blaue Liste) aufzunehmen.

Dieser Entwicklung vorausgegangen war eine Evaluierung der gesamten außeruniversitären Forschung in der DDR. Die Evaluierung wurde im Frühling 1990 durch eine Wissenschaftlergruppe im Auftrag des Berliner Senates und dann, im Spätsommer 1990, durch den Wissenschaftsrat (Köln) der Bundesrepublik durchgeführt. Dieses in der Wissenschaftspraxis der DDR unbekanntes Verfahren erzeugte bei vielen Mitarbeitern zwar Ängste und Unsicherheit – zugleich wurden aber auch Kräfte durch die nach der Wende und der wiederhergestellten deutschen Gesamtstaatlichkeit gegebenen neuen Möglichkeiten geweckt.



# Geometrisch präzise



Oberflächenpräparation in Vollendung mit LOGITECH Geräte-Systemen.

Erreichbare Ergebnisse:

- Planparallelität von <math>< 2</math> Bogenminuten
- Dickenabweichung  $\pm 1 \mu\text{m}$
- Planheit bis zu  $\lambda / 10$
- Mikrorauigkeit bis zu 1 nm RMS

Anwendungsbereiche für LOGITECH Präparations-systeme sind

- Optik
- Elektro-Optik
- Halbleitertechnik
- Werkstoffentwicklung
- Technische Keramik
- Polymertechnologie

Interessiert? Nehmen Sie Kontakt mit uns auf!



**Struers GmbH**  
 Albert-Einstein-Str.5 · D - 4006 Erkrath  
 Telefon (02 11) 20 20 51  
 Telefax (02 11) 20 20 55

Technisches Büro Süd: Zeisigweg 24 · 7035 Waldenbuch · Telefon (0 71 57) 40 50  
 Technisches Büro Nord: Alandweg 18 · 3000 Hannover · Telefon (05 11) 60 23 33

Von den ehemals 92 Mitarbeitern des Bereiches erhielten 42 Mitarbeiter die Chance, in dem neugegründeten Institut zu arbeiten. Weitere 4 Mitarbeiter wurden, ebenfalls entsprechend einer Empfehlung des Wissenschaftsrates, aus der Züchtungsgruppe II-VI-Verbindungen des Zentralinstitutes für Elektronenphysik der AdW übernommen. Zusammen mit 3 Wissenschaftlern, die aus anderen AdW-Instituten, aus dem Bereich Kristallographie der Humboldt-Universität und der Industrie kamen, umfaßt das Institut heute 49 Mitarbeiter. Rechnet man die Verwaltungskräfte ab, besteht mit 46 Wissenschaftlern, darunter 3 habilitierten und 17 promovierten Fachleuten, ein erhebliches wissenschaftlich-technisches Potential für die Kristallzüchtung, das in das geeinte Deutschland eingebracht wurde. Daß dieses Potential so erhalten bzw. aufgebaut werden konnte, ist ein Ergebnis der fachlichen Solidarität der wissenschaftlichen Arbeit in der Vergangenheit und der Unterstützung durch Fachkollegen aus den alten Ländern, insbesondere aus dem IFF der KFA-Jülich. Diese Unterstützung erfolgte durch Kooperationsverträge, durch Geräte (insbesondere zur Kommunikationstechnik) und durch Hilfe bei der Knüpfung von neuen Verbindungen zu wissenschaftlichen Partnern. Es sei hier ausdrücklich an die Übernahme von Anlagen und Verfahren zur Mischperowskitzüchtung (Entwicklungsarbeiten Dr. Mateika) des Philipps-Konzerns im Rahmen eines Dreier-Kooperationsvertrags erinnert – ein im Frühling 1990, also noch bei Bestehen der DDR, durchaus risikobehaftetes Unternehmen. In diesem Zusammenhang muß besonders die Rolle von Dr. Uelhoff vom IFF gewürdigt werden, der unermüdlich, nie resignierend und mit großem Enthusiasmus die in dieser Situation notwendigen Türen öffnete.

Ein konsequenter aber auch glücklicher Umstand war es dann, daß Prof. H. Wenzl, der vom Berliner Senat und vom BMFT als Mitglied des Gründungskomitees des neuen Institutes benannt worden war, zum Leiter des Gründungskomitees gewählt wurde. Damit war die Kompetenz für die Institutsgründung und die sichere organisatorische Realisierung gewährleistet.

Entsprechend der besonderen Rolle, die das Floating Zone Silicium in der Vergangenheit spielte, ist auch heute die Silicium-Arbeitsgruppe mit insgesamt 7 Mitarbeitern die größte. In diesem Bereich wurden seit Ende der 50er Jahre drei Generationen Zonenschmelzanlagen (Floating Zone Technik) für Siliciumkristalle bis 5 Zoll Durchmesser entwickelt. Für die industrielle Anwendung verliefen Anlagen- und Verfahrensentwicklung stets parallel. Die so realisierte Kombination von Grundlagenforschung und Maschinen- und Prozeßentwicklung, die im Auftrag des VEB Spurenmetalle Freiberg/Sa (heute Freiburger Elektronik-Werkstoffe GmbH) durchgeführt wurde, war ein wesentlicher Grund für die Entscheidung, eine Service-Einrichtung für die Forschung in Berlin-Adlershof zu gründen. Die Verbindung nach Freiberg/Sa. besteht beim Silicium aus den bekannten wirtschaftlichen Gründen in den ostdeutschen Ländern derzeit nur noch in geringem Maße. Dafür wurden aber stabile Kooperationsbeziehungen mit der Wacker-Chemitronic aufgebaut, die heute schon zu einer engen Zusammenarbeit geführt haben.

Ähnlich stabile Verbindungen sind gerade in der letzten Zeit auch von den anderen im Institut bestehenden Arbeitsgruppen zu Hochschulen, außeruniversitären Forschungseinrichtungen und industriellen Partnern in Deutschland geknüpft worden. Selbstverständlich ist es dabei ein Ziel des IKZ, die genaue Kenntnis der ostdeutschen Forschungslandschaft auszunutzen, um durch neugeordnete wissenschaftliche Beziehungen zu traditionellen Forschungszentren in den neuen Bundesländern einen Beitrag zur Harmonisierung der gesamten deutschen Forschungslandschaft zu leisten und derartige Aktivitäten auch auf Osteuropa auszudehnen.

In den ersten Monaten des Bestehens unseres Institutes ist es gelungen, in größerem Maße Drittmittel, vor allem vom Bundesministerium für Forschung und Technologie, der Deutschen Forschungsgemeinschaft und der Deutschen Agentur für Luft- und Raumfahrt zu erhalten. Dies hat zu der erfreulichen Tatsache geführt, daß das Institut eine Reihe von Ausbildungsaufgaben erfüllen kann und daß der personelle Bestand, vor allem durch Doktorandenstellen, derzeit um 12 Mitarbeiter erhöht werden konnte.

Im folgenden sollen die wesentlichen Forschungsfelder des Instituts dargestellt werden:

### 1. Silicium-Kristallzüchtung

Die Themenschwerpunkte reichen von praxisorientierter Grundlagenforschung bis zur Entwicklung von technologisch anwendbaren Züchtungsverfahren. Eingeschlossen sind in situ-Meßmethoden und die Einführung neuer technologischer Prinzipien. Nach wie vor besteht der Schwerpunkt der Forschung im Beherrschen der Züchtung großer Floating Zone (FZ) Silicium-Kristalle mit hoher struktureller Perfektion sowie in der experimentellen Untersuchung des Wachstumsvorganges, der Analyse der Bedingungen für dessen sicheren und perfekten Ablauf und der rechnerischen Modellierung.

FZ-Silicium hat in der hochintegrierten IC-Technologie im Vergleich zum dominierenden Czochralski-Silicium (CZ) stets eine untergeordnete Rolle gespielt. Obwohl CZ-Silicium stabiler, homogener und billiger in der Herstellung ist, ist der Wettbewerb um die IC-Technologie bisher jedoch nicht entschieden. Eine Reihe von Vorteilen, die das FZ-Silicium hinsichtlich seiner Reinheit gegenüber CZ-Silicium hat, macht das Material zukünftig attraktiv für Speicher und andere Bauelemente hoher und höchster Integrationsdichte (64 Mbit).

Das FZ-Silicium hat eine Reihe von Vorteilen bezüglich der Materialeigenschaften und der Herstellungstechnologie:

- Verunreinigungskonzentrationen besonders störender Elemente, wie Sauerstoff, Kohlenstoff, Eisen, Kupfer und anderer Schwermetalle, die um zwei bis vier Größenordnungen niedriger sind als bei CZ-Silicium.
- Eine einstellbare, homogene axiale Dotierungskonzentration fast über die gesamte Kristalllänge.
- Vermeidung des Tiegels, dessen Kosten mit wachsender Kristallmasse und steigendem Kristalldurchmesser immer bedeutender werden.
- Geringerer spezifischer Energieverbrauch für die Kristallzüchtung bei technologisch möglichen Durchmessern von ca. 6" und 1,5 m Kristalllänge.

Aus diesen Gründen ist – neben der Durchmessererhöhung – die Vermeidung des Hauptnachteils des FZ-Siliciums, der sich mit größerem Durchmesser verstärkenden unbefriedigenden radialen Dotierungshomogenität sowohl im mikroskopischen Bereich als auch über den gesamten Scheibendurchmesser, wesentlicher Forschungsgegenstand.

Auch für sehr große Siliciumkristalle ist heute die Nadelöhrtechnik das Verfahren zur Erzeugung einer stabilen Schmelzzone. Der Hochfrequenz(HF)-Induktor schmilzt den Ausgangstab ab und muß gleichzeitig den Kristallisationsprozeß garantieren. Die Konstruktion des Induktors, seine relative Stellung zum Ausgangstab und zum Kristall bestimmen die Temperaturverteilung im wachsenden Kristall und beeinflussen die Konvektion in der Schmelze. Damit hängen mikroskopische und makroskopische Dotierungshomogenität und das bei großen Durchmessern erforderliche versetzungsfreie Kristallwachstum vom Induktor ab.

Der tellerförmige HF-Induktor erzeugt einen elektrodynamischen Druck auf die Schmelzoberfläche. Die Schmelze wird

gegen die Oberflächenspannung im Nadelöhr eingeschnürt und passiert unter weiterer Erwärmung das Innenloch des Induktors. Sie füllt schließlich die muldenförmige Phasengrenze des wachsenden Kristalls aus. Der obere Schmelzmeniskus erreicht eine Höhe von 5 – 8 mm über dem äußeren Rand der Phasengrenze. Der wachsende Kristall ist für Durchmesser von über 2" nur im versetzungsfreien Zustand stabil. Dadurch ist er besonders empfindlich gegen zu hohe thermoelastische Spannungen, die durch radiale Temperaturgradienten bedingt sind. Durch berührungslose Messung der axialen Temperaturverteilung auf der Kristalloberfläche (fotometrisch) und aus dem Verlauf der Kristallisationsgrenzfläche wurden der mittlere radiale Temperaturgradient über der Kristalllänge und die thermoelastischen Spannungen nahe der Kristallisationsphasengrenze mit ca. 80 – 100 K/cm bzw. 100 MPa für den 4"-Kristall berechnet. Die Spannungen liegen deutlich unter der theoretisch elastischen Fließspannung (CRSS) von 200 MPa, die für eine Versetzungsbildung in einer versetzungsfreien Matrix erforderlich ist. Sie liegen aber wesentlich über den Spannungswerten, die für das Si-CZ-Verfahren berechnet werden. Dieses hohe Grundlevel der Spannungen bei der FZ-Si-Kristallzüchtung erklärt die hohe Empfindlichkeit des Verfahrens gegenüber zusätzlichen Störungen (Vibrationen, Partikel etc.). Daher ist ein relativ hoher maschinenbautechnischer, elektronischer und kristallhygienischer Aufwand zur Züchtung von versetzungsfreien FZ-Kristallen mit großen Durchmessern notwendig.

Strömungen in der Schmelzzone ändern lokal die Dicke der Diffusionsgrenzschicht vor der Kristallisationsfront. Dies bewirkt einen ungleichmäßigen Fremdstoffeinbau (Dotierungsinhomogenitäten). Da der Kristall während des Wachstums rotiert, um das Temperaturfeld zu symmetrieren, das u.a. wegen des zur Isolation notwendigen Induktorspaltes stark von der Rotationssymmetrie abweicht, tritt während einer Umdrehung des Kristalls eine synchrone Modulation der Temperatur und damit auch der Kristallisationsfront auf. Im Wafer dokumentiert sich dieser Sachverhalt als Widerstands-Striations. In der Vergangenheit sind zahlreiche Versuche unternommen worden, diesen negativen Einfluß auszuschalten. Derartige Bemühungen haben meist aber nur einen geringen Erfolg gehabt.

Es ist nahezu unmöglich, die induzierte Wärmeverteilung auf der realen Si-Schmelzzone und die Konvektionsströmungen in der Schmelze direkt zu messen. Deshalb sind HF-Induktoren bisher empirisch entworfen worden; das heißt, die Eignung des Induktors konnte nur durch den Erfolg des Kristallwachstums überprüft werden. Eine weniger aufwendige Testmethode wurde in unserem Institut gefunden, indem ein kurzer Si-Zylinder auf der Oberseite mit einem Induktor geschmolzen wurde. Hierbei sind aufeinanderfolgende charakteristische Schmelzkanäle erzeugt worden. Da diese Kanäle durch Selbstbündelung der induzierten Ströme hervorgerufen wurden, geben sie einen ausgezeichneten Überblick über Symmetrie und Leistungsverteilung des Induktors.

Quantitative Ergebnisse erhält man, wenn eine Metallscheibe (nichtmagnetischer CrNi-Stahl) vom Induktor erhitzt und ihre optische Strahlungsdichte ausgewertet wird. Mit infrarotempfindlichem Film wurden Glühbilder aufgenommen. Hierbei konnte der oben beschriebene Einfluß des Spaltes bestätigt werden. Außerdem gelang der Nachweis des großen Einflusses des Kegelwinkels des Induktors.

Die Messungen der Leuchtdichte der glühenden Scheibe mit einer CCD-Zeilenkamera unter dem Induktorspalt und im Bereich ohne Spalt (gegenüberliegend) zeigen dies deutlich (Abb. 1.1).

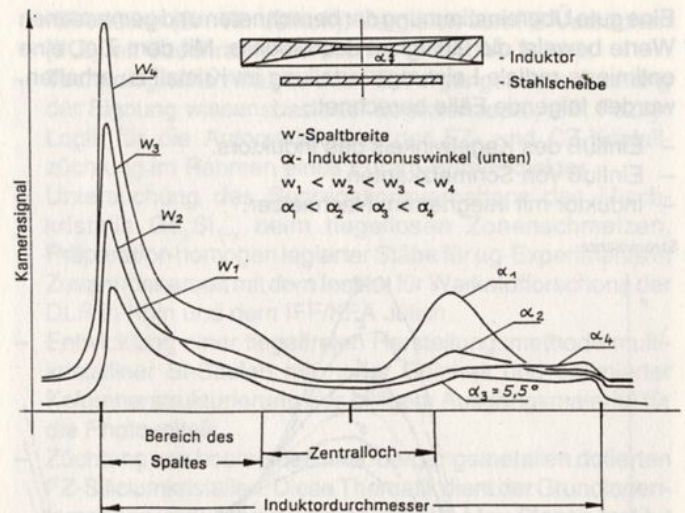


Abbildung 1.1  
Messung der Glühintensität der Unterseite einer Stahlscheibe mittels CCD-Zeilenkamera.  
Links Bereich des Spaltes Rechts Bereich ohne Spalteinfluss  
Man erkennt deutlich den Einfluß der Spaltbreite bzw. des Induktorkonuswinkels (unten) auf die Erwärmung der Stahlscheibe.

Durch derartige Tests konnten im Institut geeignete Induktorformen überprüft und entwickelt werden.

Die Herstellung von Induktoren verschiedener Geometrien wurde durch mathematische Modellierungen unterstützt, um verschiedene Induktorformen mit geringen Hard- und Softwarekosten zu testen. Dazu ist ein einfaches numerisches Modell der Stromverteilung auf der Oberfläche des Induktors erarbeitet worden, das auf dem Skin-Effekt beruht. Dieses Modell wurde auf die Si-Schmelze erweitert. Weiterhin konnte ein Modell für die Strom- und Feldverteilung des Induktorspaltes entwickelt werden.

Zusammengefaßt werden für das mathematische Modell folgende Vereinfachungen vorgenommen, die von Experimenten und physikalischen Zusammenhängen abgeleitet sind:

1. Die HF-Stromdichte ist in einer unendlich dünnen Schicht konzentriert, sowohl im Induktor als auch in der Si-Schmelze.
2. Das Stromdichtefeld wird in einen rotationssymmetrischen Teil (Grenzfall für sehr schmale Spalte) und einen unsymmetrischen Spalt-Teil aufgeteilt. Beide werden separat behandelt.
3. Der rotationssymmetrische Teil wird durch konzentrische Ringströme modelliert, die Stromdichte im Spalt durch parallele Linienströme.
4. Der Strom verteilt sich so auf die einzelnen Ring- oder Linienströme, daß die Normalkomponente des Magnetfeldes in der Mitte benachbarter Ströme auf der Oberfläche verschwindet. Sie verlaufen somit tangential zur Oberfläche und der innere Teil des Induktors bleibt feldfrei.

Mit den Annahmen 1 – 4 kann folgende Berechnungsmethode abgeleitet werden, die aus drei Stufen besteht:

1. Festlegung der geometrischen Position der Ringströme und ihrer Zwischenpunkte, für die Bedingung 4 angenommen wird.
2. Berechnung des Magnetfeldes für jeden Ringstrom und jeden Punkt nach dem Biot-Savartschen Gesetz.
3. Aufstellung und Lösung eines linearen Gleichungssystems für alle Ringströme.

Es wird für jeden Ringstrom die aus den vier Bedingungen resultierende Gleichung aufgestellt. Damit erhält man ein Gleichungssystem für die zu berechnenden Ringströme.

Eine gute Übereinstimmung der berechneten und gemessenen Werte beweist die Gültigkeit des Modells. Mit dem Ziel, eine optimierte radiale Leistungsverteilung im Kristall zu erhalten, wurden folgende Fälle berechnet:

- Einfluß des Kegelwinkels des Induktors.
- Einfluß von Schmelzkanten.
- Induktor mit integriertem Nachheizer.

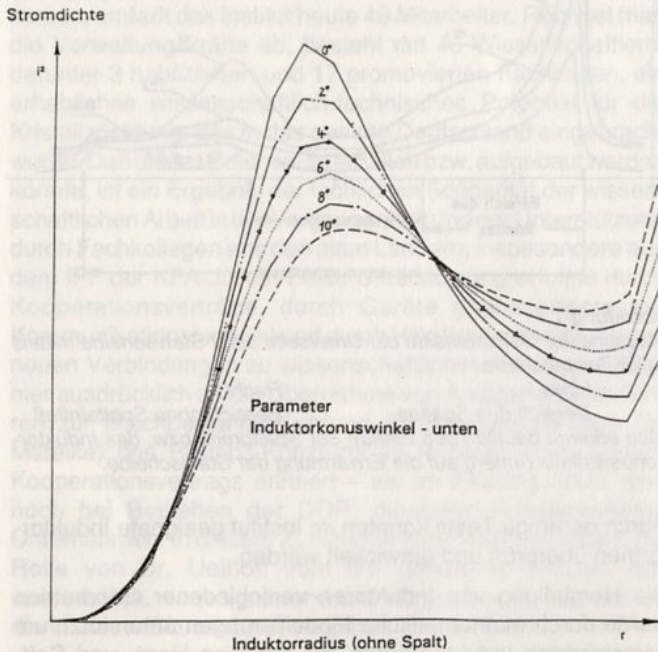


Abbildung 1.2  
Berechnung der  $i^2(r)$  Verteilung für verschiedene Winkel des Induktors und der Unterflächen.

Abb. 1.2 zeigt als Beispiel die Berechnung der Stromdichte über den Induktorradius (ohne Spalteinfluß) in Abhängigkeit vom inneren Induktorkonuswinkel. Die zuvor experimentell gefundenen Zusammenhänge konnten bestätigt werden und dienten der Berechnung und Konstruktion von neuen Induktoren. Die so entwickelten Induktoren gestatten ein verbessertes Abschmelzen, sicheres Kristallwachstum und führen zu verbesserter Homogenität der Kristalle mit einem Durchmesser bis zu 125 mm.

Die Forderung der Bauelementeentwickler nach einem FZ-Silicium, das frei ist von Punktdefektagnomerationen (Swirls), konnte durch eine Verringerung der Verunreinigungskonzentration (Kohlenstoff), eine optimierte Züchtungsgeschwindigkeit und durch Zusätze in der Schutzgasatmosphäre erfüllt werden. Letzteres erwies sich als besonders effektiv, da schon bei geringer Stickstoffkonzentration (0,05 - 0,20 %) in der Schutzgasatmosphäre (Ar) die swirlförmigen Punktdefektanordnungen völlig unterdrückt werden und keine Veränderung der spezifischen elektrischen Leitfähigkeit, keine tiefen Terme und auch kein Siliciumnitrid beobachtet wurden (Abb. 1.3).

Eine wissenschaftlich und technisch interessante Aufgabe ist die Untersuchung des Versetzungsverhaltens beim Dünnziehprozeß. Das Verhalten der Versetzungen im Dünnhals, in dem der technologisch wichtige Prozeß der Versetzungselimination eintritt, wurde eingehend untersucht. Hierzu sind Versuche mit den Keimorientierungen [111], [100] und [113] und Ziehgeschwindigkeiten zwischen 1 mm/min und 30 mm/min durchgeführt worden. Die Übergänge von Impfkristall zum Dünnhals bei hoher Versetzungsdichte und vom versetzungsbehafteten zum versetzungsfreien Bereich wurden mittels Lang-Topographie analysiert (Abb. 1.4). Es zeigte sich, daß zumindest in der [111]-Richtung auch bei einer relativ geringen Ziehgeschwindigkeit vollständige Versetzungselimination

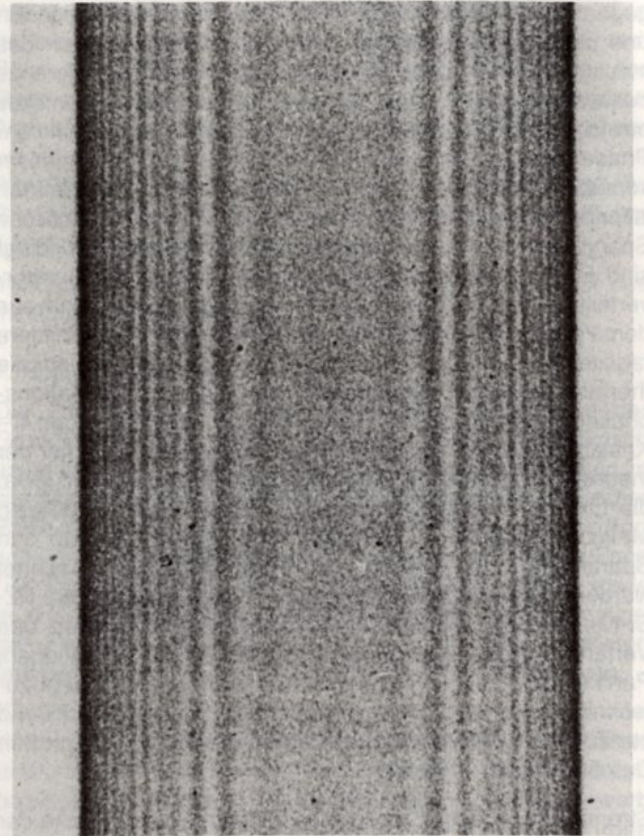


Abbildung 1.3  
Section-Topographie (220-Reflex, MoK  $\alpha_1$ -Strahlung) eines stickstoffdotierten FZ-Si-Kristalls. Die sehr deutlich und verzerrungsfrei abgebildeten Pendellösungsstreifen zeigen, daß der Kristall frei von Defekten (Swirls, etc.) ist.

eintrat; ein Befund, der nicht im Einklang mit aktuellen Deutungen der Versetzungselimination steht. Die Ergebnisse werden Anstöße zu einer Präzisierung des Modells der Versetzungselimination sein.

Parallele Untersuchungen an gezüchteten Dünnhälsen, die im IFF (Dr. Uelhoff) der KFA Jülich nach dem Czochralski-Verfahren hergestellt wurden, zeigten, daß die Versetzungsdichte am Anfang der Dünnhäse in beiden Fällen  $10^4 \dots 10^5$  Vers./ $\text{cm}^2$  beträgt, so daß die Wechselwirkung der Versetzungen untereinander vernachlässigbar ist.

Aus der starken Temperaturabhängigkeit der Wechselwirkungen erklärt sich die große Bedeutung der lokalen Wachstumsgeschwindigkeit. Die Fortsetzung der Versetzungen in bevorzugten Linienrichtungen und das Gleiten und Klettern hin zur Dünnhalsoberfläche führt bei einigen Ziehrichtungen zur vollständigen Versetzungselimination. Der stationäre Zustand, bei dem die Ziehgeschwindigkeit der lokalen Wachstumsgeschwindigkeit entspricht, ist bei der FZ-Technik schwieriger zu erreichen als bei der CZ-Technik.

Diese Untersuchungen sind sowohl kristallphysikalisch von großem Interesse als auch wichtig für Kristalle mit speziellen Orientierungen ([110]!), die bisher noch nicht versetzungsfrei gezüchtet werden konnten, für die sich aber ein steigender Bedarf, z.B. in der Mikromechanik, abzeichnet.

Weiterhin werden in der Silicium-Arbeitsgruppe des IKZ folgende Aufgaben bearbeitet bzw. sind geplant:

- Bestimmung des Temperatur- und elastischen Spannungsfeldes im wachsenden FZ-Kristall mittels Oberflächentemperaturmessungen und Feldberechnungen.
- Berechnung der HF-Stromdichte und der induktiven Heizwirkung von einwindigen HF-Induktoren (Tellerspulen), Ent-



Abbildung 1.4  
Röntgentopogramm (5fach vergrößert, Positiv) eines FZ-Si-Dünnhalses mit Ziehrichtung [111] (220-Reflex,  $\text{MoK}\alpha_1$ -Strahlung). Trotz instationärer Züchtung (gewellte Oberfläche), ist der Dünnhals nach der halben Ziehlänge nahezu versetzungsfrei.

wurf und Bau von Induktoren mit verbesserter thermischer Symmetrie und radialer Leistungsverteilung als Voraussetzung für ein störungsarmes versetzungsfreies FZ-Kristallwachstum bei minimalen thermoelastischen Spannungen und gleichzeitig homogenen Kristallparametern bei Durchmesser  $> 100$  mm.

- Untersuchung der Konvektionsvorgänge in der induktiv beheizten Si-Schmelzzone, rückwirkungsarme Messung der Oberflächenströmungsgeschwindigkeit der Schmelze, Modellrechnung unter Einbeziehung der elektrodynamischen Konvektion in Zusammenarbeit mit dem Institut für Elektrowärme der Universität Hannover.
- Untersuchung des Versetzungsverhaltens bzw. der Versetzungselimination bei der Herstellung versetzungsfreier Si-Kristalle nach dem Dünziehverfahren nach DASH, Zusammenarbeit mit dem Institut für Festkörperphysik der

KFA Jülich (Dr. W. Uelhoff), Vergleich von FZ-Versuchen (IKZ) mit Czochralski-Versuchen (IFF/KFA Jülich).

- Technologische Analyse des FZ-Vorgangs, Untersuchung der Eignung wissenschaftlicher Logikkonzepte, z.B. Fuzzy-Logik für die Automatisierung der FZ- und CZ-Kristallzüchtung im Rahmen eines Euram-Brite-Projektes.
- Untersuchung des Segregationsverhaltens des Mischkristalls  $\text{Ge}_x\text{Si}_{1-x}$  beim tiegellosen Zonenschmelzen, Präparation homogener legierter Stäbe für  $\mu\text{g}$ -Experimente in Zusammenarbeit mit dem Institut für Werkstofforschung der DLR in Köln und dem IFF/KFA Jülich.
- Entwicklung einer tiegelfreien Herstellungsmethode multikristalliner Si-Säulen mit hoher Reinheit und optimierter Kolumnarstrukturierung aus billigem Ausgangsmaterial für die Photovoltaik.
- Züchtung von hochreinen mit Übergangsmetallen dotierten FZ-Siliziumkristallen. Diese Thematik dient der Grundlagenforschung und wird zusammen mit dem Max-Planck-Institut IFF Stuttgart durchgeführt.

## 2. III-V-Kristallzüchtung

Die wichtigsten Vertreter dieser Materialgruppe sind GaAs und InP. Beide Materialien stehen in keiner Konkurrenz zum Silicium, sind aber Voraussetzung für die moderne optische Nachrichtentechnik.

Während die InP-Kristallzüchtung und die Untersuchung des Wachstums anderer III-V-Verbindungshalbleiter schon eine längere Tradition im IKZ haben, wurde die Kristallzüchtung von GaAs erst in diesen Monaten aufgenommen. Allerdings war bereits vor der Wende mit der Entwicklung einer GaAs-Ziehanlage begonnen worden, die in der Folgezeit, d.h. nach der Evaluierung, mit BMFT-Mitteln vorangetrieben wurde. Die Aufnahme bzw. Fortführung der in der Wacker-Chemitronic eingestellten GaAs-Produktion in der Freiburger Elektronikwerkstoffe GmbH und das Wiederaufleben eines GaAs-Forschungsverbundes haben zu der Vereinbarung geführt, im IKZ Forschungsarbeiten zur Hochdruck-GaAs-Züchtung (ca. 2 MPa) aufzunehmen. Es ist geplant, die Arbeiten im Rahmen von BMFT- bzw. EG-Projekten mit nationalen und internationalen Partnern durchzuführen.

Optoelektronische Bauelemente erfordern für den bei der Signalübertragung günstigen Wellenbereich von 1,3 bis 1,6  $\mu\text{m}$  defektarme InP-Einkristallsubstrate. Sowohl die strukturellen als auch die elektrischen Eigenschaften werden durch Dotierstoffe beeinflusst, wobei die notwendige Hochohmigkeit für das semiisolierende Verhalten für die Optoelektronik bisher reproduzierbar und bei möglichst wenig Nebeneffekten (Versetzungen, Striations, radiale und axiale Punktdefektstörungen) über Fe-Dotierung erreicht wird.

Die Züchtung von InP-Einkristallen erfolgt im IKZ nach dem Hochdruck-LEC-Verfahren, wobei die dazu erforderliche Labor-Anlage eigenständig entwickelt und gebaut wurde.

Bei dieser Variante des bekannten Czochralski-Verfahrens kommt dem Gasdruck der Abdeckschicht über der Schmelze besondere Bedeutung zu. Die Schmelztemperatur muß wesentlich geringer als die der Halbleiterverbindung sein, die Abdeckschicht soll auf der Schmelze schwimmen, transparent und genügend viskos sein sowie das Abdampfen der V-er Komponente stark eindämmen. Diese Bedingungen erfüllt thermisch vorbehandeltes Bortrioxid.

Die Hauptprobleme bei der Herstellung aller III-V-Verbindungshalbleiter bestehen in den hohen Dissoziationsdampfdruckwerten der V-er Komponente am Schmelzpunkt (bei InP ist der P-Druck 2,7 MPa), einer für die Bildung von Versetzungen relativ geringen Stapelfehlerenergie, den vielfältigen Fehlbe-

setzungsmöglichkeiten von Gitterplätzen und der starken Tendenz zur Bildung von Wachstumszwillingen.

Zur Optimierung der Form der Kristallisationsgrenzfläche wurden, ähnlich wie im Abschnitt Silicium-Kristallzüchtung bereits dargestellt, Berechnungen zur Temperaturverteilung im wachsenden Kristall, insbesondere unter Berücksichtigung der Drei-Phasen-Grenze (Schmelze, Kristall, Abdeckschicht) und unterstützt durch Temperaturmessungen am wachsenden Kristall, durchgeführt (siehe auch Abschn. 6). Die so erreichte Versetzungsverteilung auf einer (001)-Scheibe ist in Abb. 2.1 dargestellt.

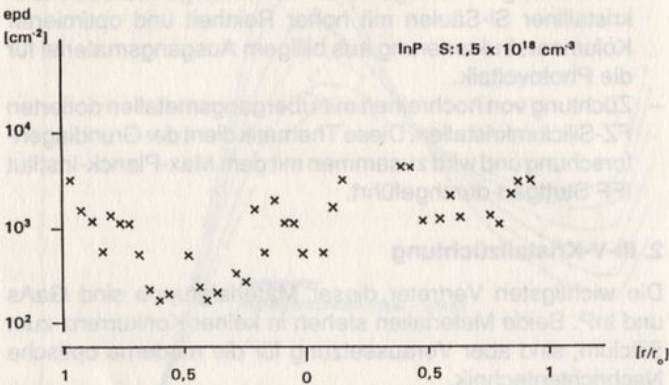
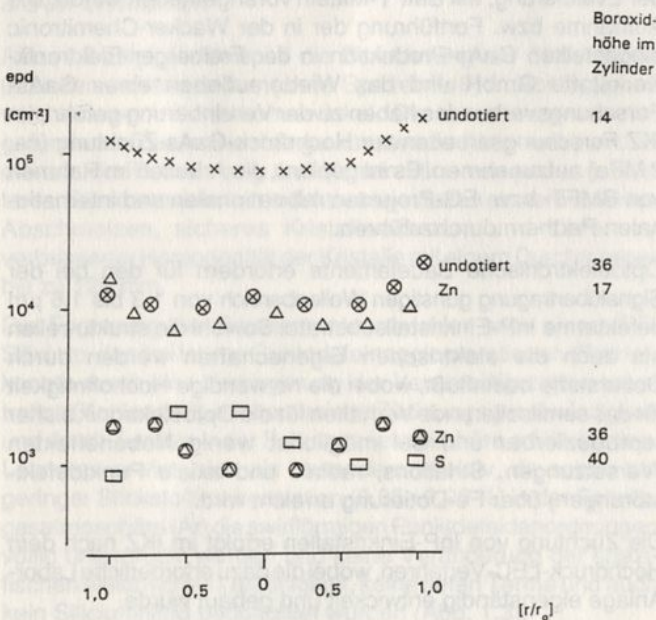


Abbildung 2.1  
Verlauf der Versetzungsdichte über den Kristalldurchmesser (mittlerer Teil des Kristalls). Versetzungsdichte dargestellt als etch-pits-Dichte.

Nicht nur durch eine Veränderung der Züchtungsparameter, sondern auch mittels Fremdstoffdotierung, läßt sich Einfluß auf die Versetzungsdichte der InP-Kristalle nehmen.

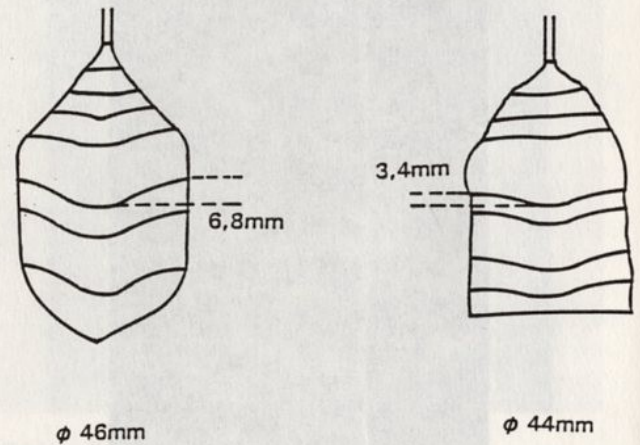


S ca.  $1 \times 10^{15} \text{ cm}^{-3}$   
Zn ca.  $6 \times 10^{17} \text{ cm}^{-3}$

Abbildung 2.2  
Abhängigkeit der mittleren Versetzungsdichte von der Dotierung. Versetzungsdichte dargestellt als etch-pits-Dichte.

Abb. 2.2 zeigt die Abhängigkeit von der Sn- und S-Dotierung im Vergleich zu nominell undotiertem Material. Bei den vergleichbaren Messungen handelt es sich um Kristallscheiben, die aus dem Mittelbereich des Kristalls entnommen wurden. Der Einfluß der Züchtungsparameter auf die Versetzungsdichte ist beim LEC-Verfahren von großer Bedeutung, da der

Temperaturgradient, wesentlich bedingt durch die Abdeckschmelze, nicht beliebig gering gestaltet werden kann. Durch Anwendung von Abschirmungen in Kristallnähe und günstiger  $B_2O_3$ -Schichtdicke läßt sich der axiale Gradient mit 50 ... 60 K/cm in Verbindung mit der Tiegelrotation so gestalten, daß der radiale T-Gradient hinreichend klein wird. Hierbei bewirkt ein über Wägezelle und Meßwerterfassung geregelter Züchtungsprozeß eine hohe Durchmesser Genauigkeit. Die dominierenden Kräfte und damit die vorherrschenden Fließmuster im Tiegel werden dann von der Rotation bestimmt, und man kann durch Variation der Rotation des wachsenden Kristalls den Temperaturgradienten in der Schmelze und im wachsenden Kristall reduzieren. Ein experimentelles Ergebnis dokumentiert Abb. 2.3.



Rotation			
Tiegel/Kristall	-10/10	-20/13	[U/min]
$B_2O_3$			
Schichtdicke	27	27	[mm]
Ziehrate	12	14	[mm/h]

Abbildung 2.3  
Phasengrenzverlauf in Abhängigkeit von der Rotation des Impfkristalls.

Trotz optimierten Züchtungsaufbaus und Variation der  $B_2O_3$ -Abdeckschicht können die komplizierten thermischen Bedingungen beim LEC-Verfahren nur begrenzt verbessert werden, da die Temperatur des Gasraumes oberhalb der Abdeckschicht in Verbindung mit dem Wärmetransport durch den wachsenden Kristall zu einem Abdampfen von der Kristalloberfläche führt. Eine dünne (ca. 100  $\mu\text{m}$ )  $B_2O_3$ -Schicht auf der Mantelfläche verhindert diesen Effekt.

Neben der Optimierung der Dotierstoffverteilung und der Senkung der Versetzungsdichte ist das Auftreten von Wachstumszwillingen ein immer wieder auftretendes und uns interessierendes Problem.

Während die sogenannten mechanischen Zwillinge ihre Ursache im plastischen Verformungsmechanismus, beschrieben durch Partialreaktionen und Bewegungen von Versetzungen haben, sind die Ursachen von Wachstumszwillingen weitaus komplizierter und noch immer nicht hinreichend aufgeklärt. Durch die Literatur beschrieben und durch eigene Untersuchungsergebnisse bestätigt und vertieft, muß ein Zusammenwirken oder zumindest das Auftreten mehrerer Faktoren gleichzeitig verantwortlich gemacht werden.

Keimorientierung, Schmelzstöchiometrie, Konuswinkel, axialer Temperaturgradient, Kristallisationsphasengrenzform, Ziehgeschwindigkeit, Wassergehalt der Boroxidabdeckung und Dotierung. So sind verschiedene Zwillingenmechanismen in der Diskussion.

In einigen Fällen werden Anordnungen von Versetzungen in Verbindung mit Zwillingsgrenzen beobachtet, obgleich eine ursächliche Beziehung zur Zwillingsbildung nicht erklärbar ist. In verschiedenen Arbeiten wird eine unmittelbare Verbindung von Oberflächenfacetten und der Erzeugung von Wachstumszwillingen beschrieben. Durch unsere Experimente wurde jedoch deutlich, daß die Existenz von {111}-Facetten kein zwingender Grund für die Zwillingsbildung ist. Eine Diskussion der speziellen Bedingungen, welche zu einer embryonalen Zwillingsbildung während des Wachstums führen, sollte die Geometrie der Kristallisationsgrenzfläche und niedrig indizierte Mikrofacetten, abweichend von {111}, betrachten.

Geometrische Modelle von möglichen lateralen Zwillingsgrenzen der ersten und zweiten Ordnung werden in der Literatur vorgeschlagen.

Untersuchungen zum Phänomen der Zwillingsbildung wurden im IKZ mittels Infrarottransmissions- und Transmissions-elektronenmikroskopie an InP- und GaSb-Kristallen durchgeführt. Die letztere Verbindung wurde gewählt, da hier die Züchtung ohne B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Abdeckung möglich ist und somit Rückschlüsse auf ihren Einfluß gezogen werden können.

Bei der LEC-Züchtung in [111]B-Ziehrichtung können 3 Typen von Zwillingen unterschieden werden:

1. Zwillingsgrenzen laufen aus dem konischen Teil des Kristalls heraus. Sie können zu {111}<sub>B</sub>-Ebenen zugeordnet werden.
2. Zwillingsgrenzen, die in den konischen Teil hineinlaufen und den Kristall kreuzen, können {111}<sub>A</sub>-Ebenen zugeordnet werden.
3. Selten werden Zwillingsgrenzen gefunden, die senkrecht zur Ziehrichtung [111]B verlaufen.

Während die B-Zwillinge (Typ 1) bei Anwendung eines Konuswinkels < 39° vermieden werden können, sind die A-Zwillinge

(Typ 2) ein ernstes Problem, da bereits ihr einzelnes Auftreten die Kristallorientierung verändern kann.

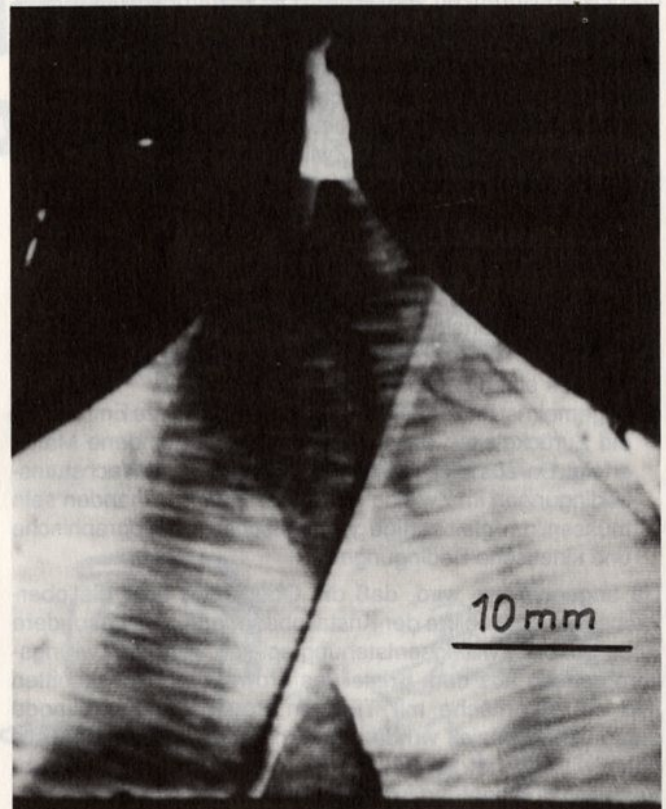


Abbildung 2.4  
IR-Topographie eines Schwefel-dotierten InP-Kristalls. Auf dem {110}-Schnitt sind A- und B-Zwillinge zu erkennen.

# CRYSTAL

## • Kristallpräparation

- Orientieren, Sägen
- Polieren
- II-VI Substrate
- IV-VI Substrate
- Hoch-Tc Substrate
- Keimkristalle
- Sputtertargets
- Planoptik
- (Prismen, Fenster, Filter, ...)

## • Einkristalle

- THM
- Bridgman
- II-VI
- IV-VI
- Metalle

**Herstellung und Vertrieb von Reinstoffen, Einkristallen und Planoptik**

## • Reinstoffe

- Zn, Cd, Hg
- Sn, Pb
- Se, Te
- Mn
- und deren binäre und ternäre Verbindungen

**CRYSTAL GmbH**  
 Ostendstraße 1-14 O-1160 Berlin  
 Tel. (00372) 63 83 29 63  
 Fax (00372) 63 83 36 96

In Abb. 2.4 ist ein parallel zu  $\{011\}$  herausgeschnittener Teil eines Kristalls mit Wachstumsstriations, einem Kerngebiet und Zwillingsgrenzen vom A- und B-Typ dargestellt.

Für die Bildung von Zwillingen ist folgendes charakteristisch:

1. Empirisch besteht ein Zusammenhang mit dem Auftreten von  $\{111\}$ -Facetten. Offensichtlich ist die Bildung von  $\{111\}$ -Wachstumsfacetten eine notwendige, aber nicht hinreichende Bedingung für die Zwillingsbildung.
2.  $\{111\}_B$ -Facetten im Kerngebiet führen sehr selten zu makroskopischer Zwillingsbildung, die sich über den gesamten Durchmesser ausbreitet (Typ 3). Zwillingsbildung in der Oberflächenregion wird oft beobachtet.
3. Zwillinge des Typs 2 werden auch in der Oberflächenregion erzeugt. Offensichtlich ist, daß die Kristalloberfläche (Meniskusregion) oder/und die Geometrie der Oberflächenfacetten einen bestimmenden Einfluß haben.
4. Allgemein ist festzustellen, daß über relativ kurze Entfernung ein Zurückgleiten der Zwillinge in die vorhandene Matrix erfolgt. Daraus folgt, daß ähnliche Bildungs- und Wachstumsbedingungen im Zwilling und in der Matrix vorhanden sein müssen, d.h. gleichartige geometrische, kristallographische und kinetische Bedingungen.

Da angenommen wird, daß die Oberfläche oder die oberflächennahen Gebiete der Kristallperipherie eine besondere Rolle bei der Zwillingsentstehung spielen, wurden Zwillingskorngrenzen aus dem Kristall 'as grown' herausgeschnitten und die Oberfläche mit TEM im Beugungscontrastmode untersucht. Speziell wurde die Fläche des keimnahen Teils des Zwillings betrachtet. Die Untersuchung ist an GaSb-Kristallen durchgeführt worden, die Folienstärke betrug  $1\ \mu\text{m}$ . GaSb ist ein geeignetes Material für diese Untersuchungen, da es keine abdampfbare Komponente besitzt, nicht zum Spalten neigt und eine niedrige Versetzungsdichte hat. Die Untersuchungen konzentrierten sich auf folgende Fragen:

1. Sind heterogene Keimbilder für die Zwillinge vorhanden, d.h. Fremdpartikel oder Einschlüsse unmittelbar an der Oberfläche?
2. Gibt es eine Beteiligung von Versetzungen bei der Erzeugung von Wachstumszwillingen?

3. Existiert eine wechselseitige Beeinflussung verschiedener Zwillingsstypen?

In einigen Fällen wurden planare Defekte beobachtet, die auch in den  $\{111\}$ -Ebenen liegen. Es ist sehr wahrscheinlich, daß sie extrem eng ausgebildete Zwillingslamellen darstellen. Abb. 2.5 zeigt einen solchen Defekt.

Es wird angenommen, daß der Planardefekt eine Zwillingslamelle im Initialstadium darstellt und daß seine laterale Ausdehnung durch einen regulär orientierten Keim gestoppt wurde.

### 3. Oxidkristallzüchtung

Im IKZ werden in Fortsetzung der langjährigen Tradition der Abteilung Kristallchemie des Zentralinstituts für Optik und Spektroskopie der früheren AdW oxidische Kristalle aus der Schmelze gezüchtet. In dieser Tradition begründet liegen umfangreiche Erfahrungen zur Czochralski-Züchtung von optischen Materialien, der Verfahrens- und Anlagenentwicklung vor.

Zu entscheidenden Verbesserungen von Kristallqualität und Kristallausbeute führten u.a. wichtige Arbeiten zur Modifizierung des Heizersystems in induktionsbeheizten Czochralski-Kristallzüchtungsanlagen:

Schmelztemperatur und Temperaturgradienten haben wesentlichen Einfluß auf die Kristalleigenschaften. Sowohl der axiale als auch der radiale Temperaturgradient wirken über den Massentransport in der Schmelze auf den Wachstumsprozeß an der Phasengrenze und damit auf die Realstruktur des Kristalls ein.

Im Ergebnis dieser Arbeiten werden die Temperaturgradienten oberhalb der Schmelze durch einen an zusätzliche HF-Spulenwindungen ankoppelnden Nachheizer deutlich verringert. Sein Einsatz führt dazu, daß die Wärmeableitung über den wachsenden Kristall stark reduziert wird. Dadurch kann die Überhitzung der Schmelze gesenkt werden, was zur Folge hat, daß die Temperaturgradienten und somit die thermische Konvektion sehr klein werden.

Am Boden, dem ohnehin kältesten Teil des Tiegels bei konventioneller HF-Heizung, kann es nun verstärkt zu uner-

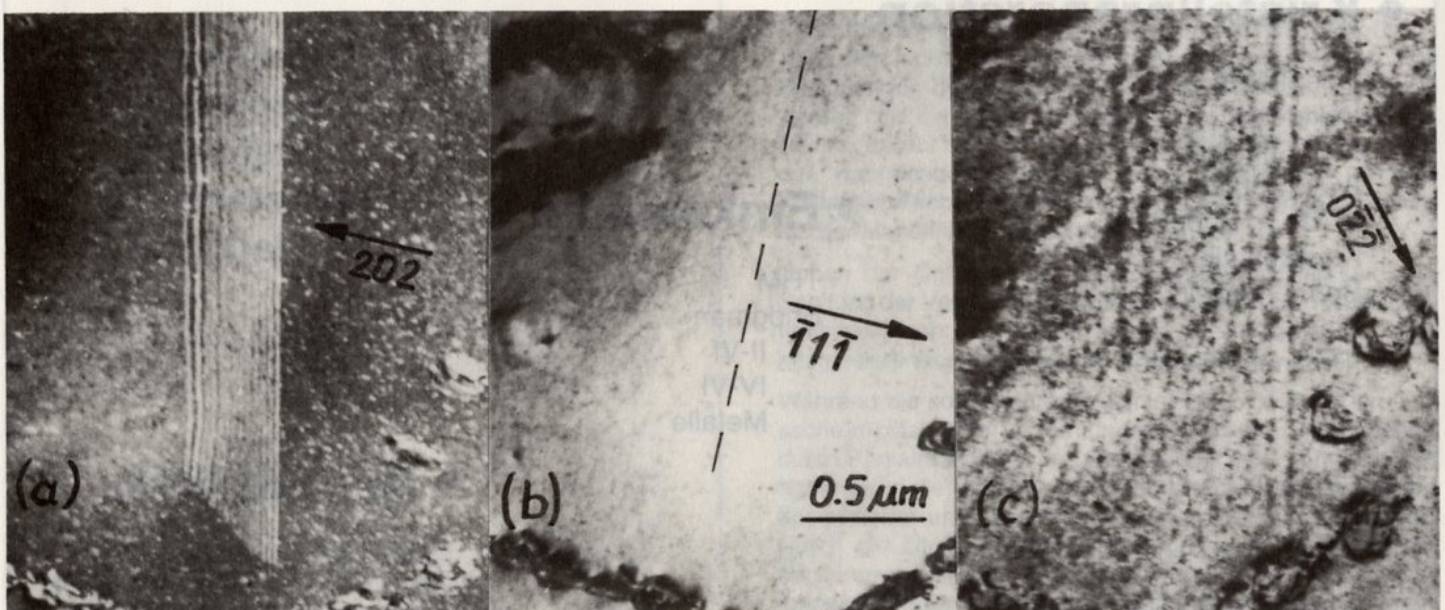


Abbildung 2.5  
Transmissionselektronenmikroskopische Abbildung des Endbereiches eines schmalen Planardefektes mit einer Defektebene.

(a) Weak-beam  $g/2g$ , Dunkelfeld.

(b) Edge-on Stellung, Hellfeld.

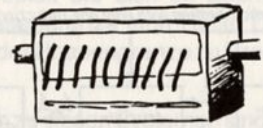
Der Defekt ist unsichtbar und seine Lage wird durch die gestrichelte Linie markiert.

Bei den Kontrasten handelt es sich um Präparationsartefakte.

(c) Schwache Streifenkontraste mit einem Beugungsvektor in der Defektebene.

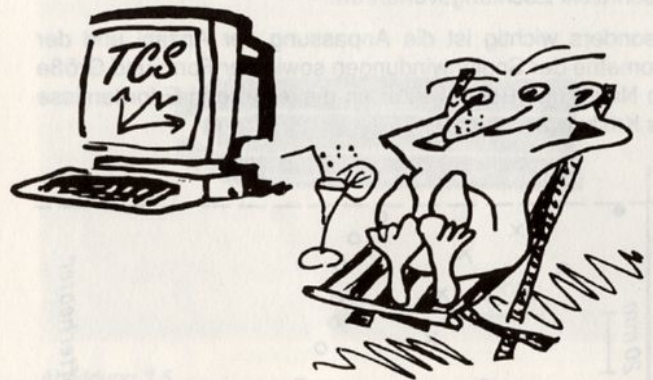
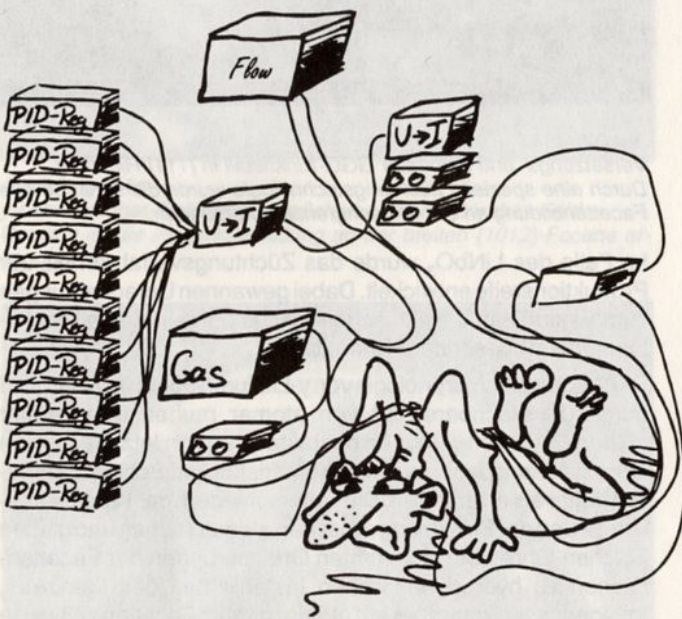


# Temperaturregelung eines Zehnzonenofens:



entweder so..

oder so...



## **GFV** = Prozeßautomatisierung:

- PC-Temperaturregelung
- max. 99 Zonen
- Pullerkontrolle
- Bewegungsautomation
- Travelling-Heater-Systeme
- Plasmatechnologie
- Gashandling
- Prozeßprotokollerstellung

**Fordern Sie unser kostenloses Informationsmaterial an!**

wünschter Kristallisation kommen. Sie wird durch Verwendung eines Bodenheizers vermieden, der wiederum an zusätzliche Spulenwindungen ankopfelt.

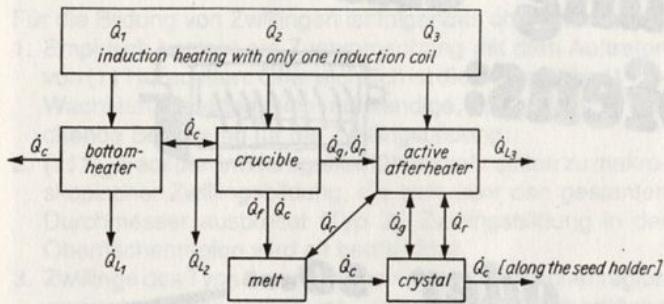


Abbildung 3.1  
Wärmeflußbild bei Einsatz von aktivem Nach- und Bodenheizer.  
 $Q$  - Wärmestrom, die Indizes bedeuten:  $g$  - Gaskonvektion,  $f$  - Schmelze,  $r$  - Strahlung,  $c$  - Leitung,  $L$  - Verlust

Abbildung 3.1 zeigt die Modifizierung des Wärmeflußbildes durch Einsatz je eines aktiven Nach- und Bodenheizers beim Czochralski-Züchtungsverfahren.

Besonders wichtig ist die Anpassung der Anzahl und der Geometrie der Spulenwindungen sowie der Form und Größe von Nach- und Bodenheizer an die jeweiligen Erfordernisse des Kristallwachstums.

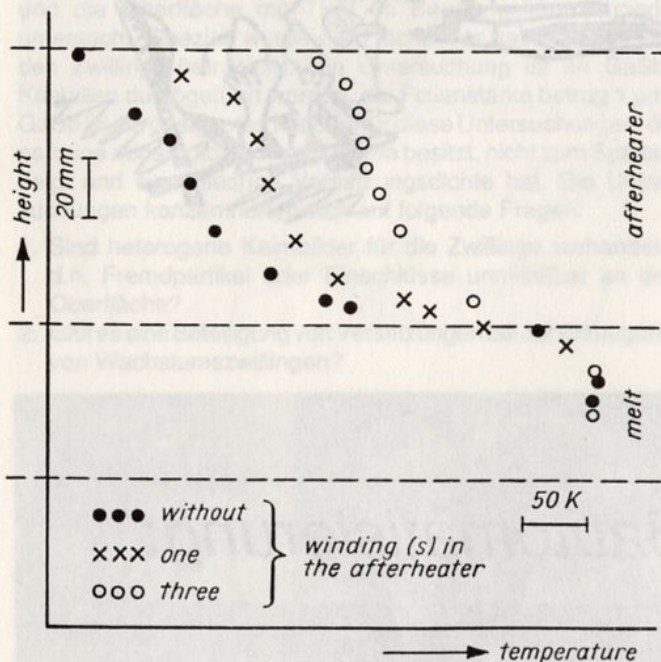


Abbildung 3.2  
Temperaturverteilung oberhalb der Schmelze in Abhängigkeit von der Zahl der Windungen am Nachheizer.

Abbildung 3.2 zeigt die Effizienz des entwickelten Heizersystems. Unter unveränderten Züchtungsbedingungen verringert sich mit zunehmender Windungszahl am Nachheizer der Temperaturgradient oberhalb der Schmelze. Eindrucksvoller Nachweis: Bei der Züchtung von Lithiumniobat-Einkristallen (Durchmesser 55 mm, Länge 100 mm) konnte mit diesem Heizersystem ein vertikaler Temperaturgradient  $<15 \text{ Kcm}^{-1}$  über die Gesamtlänge oberhalb der Schmelze eingestellt werden. Besonders umfassende Erkenntnisse liegen u.a. zur Züchtung von Granaten (z.B. GGG, GSGG, dotiert und undotiert), BGO,  $\text{LiNbO}_3$  und SBN vor. Es gelang infolge eigener Verfahrensentwicklung, diese Kristalle in hoher Perfektion zu züchten (versetzungsfreie GGG - siehe Abb. 3.3, versetzungsfreie und striationarme SBN).

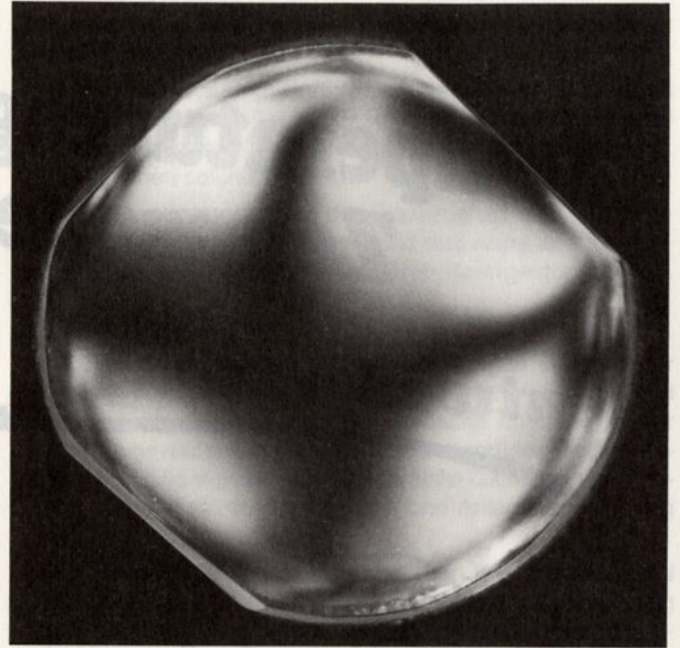


Abbildung 3.3  
Versetzungs- und kernfreier GGG-Einkristall in [111]-Richtung.  
Durch eine spezielle Züchtungstechnologie wurde die sonst übliche Facettenbildung an der Phasengrenze unterbunden.

Im Falle des  $\text{LiNbO}_3$  wurde das Züchtungsverfahren bis zur Produktionsreife entwickelt. Dabei gewannen Untersuchungen zum Einfluß eines elektrischen Feldes auf den Kristallwachstumsprozeß besondere Bedeutung:

Die Wachstumsmorphologie von  $\gamma$ -Lithiumniobat-Kristallen wird durch die Nachbarschaft von atomar rauhen und atomar glatten (Facetten-)Flächen charakterisiert. An letzteren ist die Grenzflächenspannung zwischen Kristall und Schmelze deutlich höher als an ersteren. Die Unterschiede in der Wachstumskinetik und der Benetzung zwischen atomar rauhen und glatten Flächen führen bei bestimmten Orientierungen der Facettenflächen zu hydrodynamischen Instabilitäten des Meniskus. Infolgedessen kommt es auf atomar glatten Facetten zeitweise zum Aufreißen des Schmelzfilms und anschließend zu ihrer Wiederbenetzung. Da sie im unbenetzten Zustand durch Strahlung Wärmeverluste erlitten, sind sie beim Wiederbenetzen Ausgangspunkt von spontaner Kristallisation und Polykristallbildung (Abb. 3.4a).

Das Anlegen eines elektrischen Feldes an den wachsenden Kristall führt im Fall des  $\gamma$ -Lithiumniobates, insbesondere im Bereich der Verbreiterung, zu Änderungen seiner Morphologie (Abb. 3.4b). So verringert sich die Ausbildung der Facetten deutlich. Damit ist die Unterdrückung der Polykristallbildung eng verbunden.

Sie ist mit dem Effekt der Elektrokapillarität zu erklären: Das Anlegen des elektrischen Feldes führt zu einer Verringerung der Grenzflächenspannung zwischen Schmelze und atomar glatter Fläche. Dadurch kommt es zur Verkleinerung des Kontaktwinkels, wodurch sich die Benetzung dieser Facetten verbessert. Damit werden die Meniskusinstabilitäten als auslösendes Moment der Polykristallbildung unterbunden.

Von besonderer Bedeutung sind in diesem Zusammenhang Resultate aus ersten Versuchen, nach denen obige Erkenntnisse auch für andere Oxidkristalle nutzbar sind.

Weitere wichtige Erkenntnisse stehen aus Forschungsarbeiten zur Kristallzüchtung aus kalten Tiegeln zur Verfügung.

Der Schwerpunkt der laufenden Arbeiten liegt in der Entwicklung von Verfahrenstechnologien für die reproduzierbare Züchtung oxidischer Kristalle hoher Qualität.

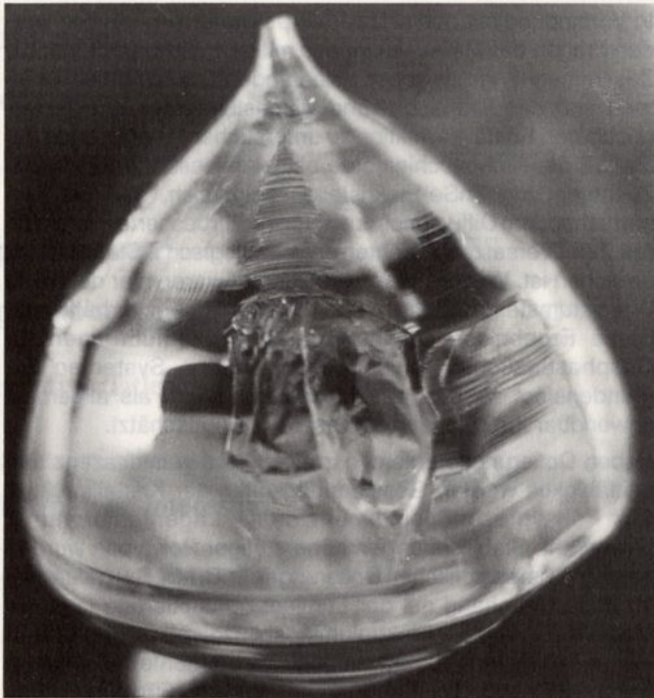


Abbildung 3.4a  
 $\gamma$ -Lithiumniobat-Einkristall - gezüchtet ohne elektrisches Feld.  
 Deutlich ist die Polykristallbildung an der breiten  $\{1012\}$ -Facette erkennbar.

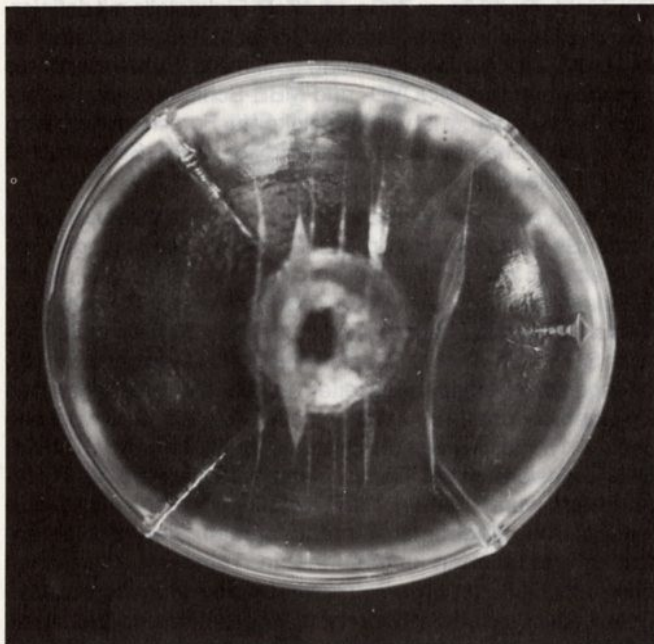


Abbildung 3.4b  
 $\gamma$ -Lithiumniobat-Einkristall - gezogen unter Einwirkung eines elektrischen Feldes.  
 Deutlich erkennbar ist die starke Reduzierung der Facettenbildung, mit der eine wesentlich geringere Neigung zur Polykristallbildung verbunden ist.

Zwei Materialgruppen sind z.Zt. Forschungsgegenstand:  
 - HTSL-Substratkristalle mit Perowskitstruktur  
 - neue Laserkristalle

Es werden Untersuchungen zur Züchtung von gitterangepaßten, quasiquaternären Perowskit-Mischkristallen (kubisch) der Zusammensetzung  $(SE_{1-x}, Sr_x)(Al_{1-y}, Ta_y)O_3$  mit  $SE = Nd, La$  (nach Mateika), die als Substratkristalle eingesetzt werden sollen, durchgeführt. Da die Verteilungskoeffizienten aller vier Elemente nahe 1 sind, wird durch Minimierung der makrosko-

pischen Segregationseffekte eine möglichst konstante chemische Zusammensetzung und damit eine unveränderte Gitterkonstante über die gesamte Kristalllänge angestrebt. Problematisch ist das Auftreten hoher innerer Spannungen in diesen Kristallen. Hier spielt die sich im Züchtungsverlauf ändernde Form der Phasengrenze eine Rolle. Des weiteren führen Vergrößerungen der Phasengrenze zu Brechungsanzahl-inhomogenitäten.

Schwerpunkt der Arbeiten zu diesen Systemen sind demzufolge die Einstellung definierter Temperaturverhältnisse während des gesamten Züchtungsverlaufes. Die Untersuchungen zu Überstrukturen werden fortgesetzt.

In Abb. 3.5 sind zwei Mischperowskitkristalle gezeigt.

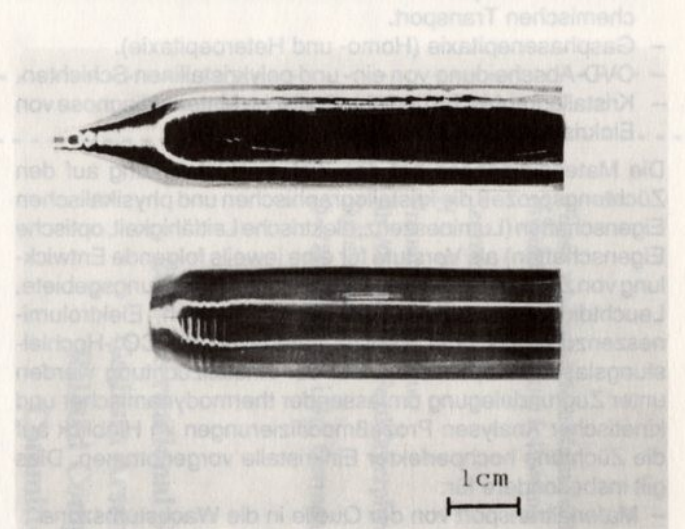


Abbildung 3.5  
 Einkristalle von Nd(oben)- und La(unten)-Mischoxidperowskiten, gezüchtet nach dem Czochralski-Verfahren.

Mit der gleichen Aufgabenstellung wird auch das System  $NdGaO_3$  (orthorhombisch) bearbeitet. Die für den Einsatz als HTSL-Substrat genutzte Richtung ist  $[110]$ .

In dieser Richtung gezüchtete Kristalle haben eine starke Neigung zur Zwillingsbildung. Durch Modifizierung der Züchtungstechnologie gelang es, die Zwillingsbildung und das Auftreten fremder Phasen im Kristall zu unterdrücken.

Die Bedeutung kompakter Festkörperlaser hoher Effizienz, die möglichst durchstimmbare sein sollen, hat stark zugenommen. Ihre Realisierung erfordert neue optische Kristalle höchster Qualität.

Unter diesem Gesichtspunkt werden verschiedene Mischkristallsysteme untersucht: Züchtungsversuche zu dem Mischoxidsystem  $ABC_3O_7$  erscheinen sehr vielversprechend, da einige Arbeiten auf für einen Lasereinsatz besonders stoffgünstige Eigenschaften dieses Systems hinweisen. Ein solches System ist z.B.  $SrLaGa_3O_7$ .

Verschiedene Elemente aus der Gruppe der Seltenen Erden werden auf ihre Eignung als Dotand geprüft.

Auf die Nutzung als Wirtskristall für einen möglichen Lasereinsatz wird in diesem Zusammenhang auch die Eignung der Mischkristalle vom Typ  $ABCO_4$ , wie z.B.  $SrLaAlO_4$ , untersucht.

Außerdem werden die Arbeiten zu den Granatkristallen, die für einen Einsatz in Lasersystemen interessant sind, kontinuierlich fortgesetzt. Dies betrifft GGG-, GSGG- und TGG-Kristalle. Die auf früheren Erfahrungen aufbauende Züchtungstechnologie führt hier zur Realisierung von Kristallen hoher Perfektion.

In kleinerem Umfang werden Züchtungsversuche zu anderen aktuellen Materialien u.a. zu BGO und BSO nach der Czochralski-Methode, aber auch nach der Schmelzlösungs-Methode durchgeführt.

#### 4. II-VI-Verbindungen

Untersucht wird die Substanzgruppe der breitlückigen II-VI-Verbindungen, insbesondere ZnS, ZnSe und ZnTe. Seit mehr als 20 Jahren besteht hier eine wissenschaftliche Tradition, eingebunden in einer breiten nationalen und internationalen Zusammenarbeit. Die Arbeiten werden im DFG-Schwerpunktprogramm „II-VI-Halbleiter“ koordiniert. Besondere Erfahrungen liegen auf folgenden Gebieten vor:

- Einkristallzüchtung aus der Gasphase in offenen und geschlossenen Systemen durch dissoziative Sublimation bzw. chemischen Transport.
- Gasphasenepitaxie (Homo- und Heteroepitaxie).
- CVD-Abscheidung von ein- und polykristallinen Schichten.
- Kristallographische und physikalische Materialdiagnose von Einkristallen und Schichten.

Die Materialdiagnose hat das Ziel, in Rückwirkung auf den Züchtungsprozeß die kristallographischen und physikalischen Eigenschaften (Lumineszenz, elektrische Leitfähigkeit, optische Eigenschaften) als Vorstufe für eine jeweils folgende Entwicklung von z.B. Luminophoren für spezielle Anwendungsgebiete, Leuchtdioden im blauen und grünen Bereich, Elektrolumineszenzdisplays oder Fenstermaterialien für CO<sub>2</sub>-Hochleistungslaser zu optimieren. Bei der Kristallzüchtung werden unter Zugrundelegung umfassender thermodynamischer und kinetischer Analysen Prozeßmodifizierungen im Hinblick auf die Züchtung hochperfekter Einkristalle vorgenommen. Dies gilt insbesondere für:

- Materialtransport von der Quelle in die Wachstumszone
- Keimbildungs- und Wachstumsprozesse
- Mischkristallbildung und Lumineszenzdotierung.

Derzeit werden für den Fall des chemischen Transports der II-VI-Verbindungen mit Jod die in Abhängigkeit von den Versuchsbedingungen, wie Systemdruck, Temperatur und Ampullengeometrie auftretenden wachstumskontrollierenden Transportmoden (Diffusion, Konvektion) experimentell bestimmt. Durch Vergleich mit theoretischen Analysen werden angemessene Modelle in Zuordnung zu spezifischen Versuchsführungen in ihrer Gültigkeit überprüft. Besonderes Interesse findet dabei die Deutung von Konvektionsinstabilitäten, die bei erhöhten Totaldrücken auftreten und zu einer beträchtlichen Erniedrigung des Materialtransportes führen. Im Zusammenhang mit der Deutung von Nichtstöchiometrie-Effekten wurde das P<sub>Zn</sub>-T-Diagramm für ZnSe mit Darstellung des stabilen Homogenitätsbereiches berechnet. Zur Zeit wird der Einfluß von Nichtstöchiometrien in der Gasphase auf die Transport- und Wachstumsraten sowie die im Zusammenhang damit erreichbare Kristallperfektion untersucht. Die Einstellung der sog. P<sub>min</sub>-Bedingung ist dabei Grundlage für die Optimierung des Wachstumsprozesses.

In Verbindung mit Modellierungen von Gasphasenzüchtungen in geschlossenen Systemen wird ein Experiment zu den kosmischen Materialwissenschaften vorbereitet. Ziel des Experiments ist die eindeutige Analyse des durch die Versuchsbedingungen modifizierten Massentransports in der Ampulle, da im Vergleich zu Laborversuchen insbesondere unter den Bedingungen der Mikrogravitation Konvektionsanteile weitgehend reduziert sind. Es sollen Versuchsergebnisse überprüft werden, die aussagen, daß bei vorliegendem Diffusionstransport bei gleichzeitig reduzierter Keimbildungshäufigkeit Kristalle in hoher Perfektion gezüchtet werden können und Konvektionsanteile zur Verschlechterung der Kristallqualität führen.

In Verbindung mit den skizzierten präparativen Arbeiten werden Fragen der Materialdiagnose mit dem Ziel bearbeitet, die Zusammenhänge zwischen ablaufenden Transportmechanismen und den Transport- und Wachstumsraten mit der erreichbaren Kristallperfektion zu untersuchen. Hier ist auch der Einfluß der Nichtstöchiometrie eingeschlossen. Im Falle der Züchtung von ZnSe-Einkristallen zeigt sich, daß bei vorherrschendem Diffusionstransport eine verbesserte Perfektion (geringe Versetzungsdichten, morphologische Stabilität) zu erreichen ist. Weitere Voraussetzungen waren hier definierte Wachstumstemperaturen und Übersättigungsverhältnisse. Diese Ergebnisse sollen weiteren Prozeßführungen für Gasphasenzüchtungen in geschlossenen Systemen zugrundegelegt werden. Die Modellierung wird als allgemein anwendbar für Züchtungen dieser Art eingeschätzt.

Neben Dotierungsproblemen in bezug auf Lumineszenz und Leitfähigkeit werden Gesetzmäßigkeiten der Kristallstruktur, wie Polytypie und eindimensionale Lagenfehlordnung, untersucht. Stabilisierungen höherstufiger Polytypen wurden beim ZnS bei spezifischen Dotierungen (z.B. Mn, Se) gefunden. Im Zusammenhang mit der Lumineszenzdotierung (z.B. als Modelle für farbige Elektrolumineszenzdisplays) wurden in letzter Zeit die Einbaumechanismen für Elemente der seltenen Erden (SE) (z.B. Tb, Tm, Eu, Sm) studiert. Für den Einbau dieser relativ großen Ionen spielen Nichtstöchiometrien im Sinne eines SE-Überschusses und Kodotierungen (Li, Cl) zur Platz- und Ladungskompensation eine Rolle. Wahrscheinlich liegt eine Clusterbildung vor.

Die Züchtung größerer ZnSe- und ZnS-Einkristalle mit definierten physikalischen und kristallographischen Eigenschaften ist neuerdings für die Bereitstellung geeigneter Substrate für die Abscheidung von MOCVD- und MBE-Schichten von Bedeutung. Dies wiederum ist von Wichtigkeit für Forschungsarbeiten zur Entwicklung der blauen Leuchtdiode (DFG-Schwerpunkt „II-VI-Halbleiter“).

Über mehrere Jahre wurden Arbeiten zur Gasphasenepitaxie von ZnSe auf GaAs und arteigenen Substraten durchgeführt. Zielsetzung war die Herstellung von bis zu 10 µm dicken einkristallinen und n-leitenden ZnSe-Schichten. Es wurde ein Verfahren ausgearbeitet, das die Abscheidung von einkristallinen Schichten in hoher Qualität (niedrige Versetzungsdichten, geringe Oberflächenrauigkeiten) zuließ, die unter definierten Zn-Überschüssen mit Leitfähigkeiten bis 0,1 Ωm wuchsen (Abb. 4.1). Hier wurden die Systeme Zn-Se-H-Ar bzw. Zn-Se-H-Ar-J hinsichtlich der Transporteffizienz optimiert. Als Transportmittel wurde neben Wasserstoff und Jod auch Chlorwasserstoff eingesetzt. Anfangsstadien des Schichtenwachstums wurden untersucht. In Temperaturbereichen oberhalb 600 °C bis etwa 750 °C waren die Aufwuchsprozesse überwiegend durch den Materialtransport im Reaktor bestimmt. Unterhalb 600 °C wirkten kinetische Prozesse an der Oberfläche bestimmend, wodurch die Oberflächenrauigkeiten beträchtlich erhöht wurden. Lumineszenzdotierungen der Schichten wurden mit mehreren Aktivatoren wie Cu, Mn, Te erreicht. Seit einigen Jahren laufen Arbeiten zur CVD-Abscheidung von dicken polykristallinen Schichten, die großflächig als Fenstermaterialien für CO<sub>2</sub>-Hochleistungslaser eingesetzt werden können. ZnSe-Schichten eignen sich hier besonders gut wegen der optischen Transmission im Infraroten und der thermischen Beständigkeit. Hier wird ein umweltfreundliches CVD-Verfahren (Se-Verfahren) in seinen Mechanismen untersucht. Im Gegensatz zum international ausschließlich angewendeten, hochtoxischen H<sub>2</sub>Se-Verfahren werden bei der Alternativmethode Zn und Se als Ausgangsmaterialien eingesetzt. Hier ist jedoch das durch die relativ hohen Reaktionsgeschwindigkeiten bedingte starke Kristallitwachstum mit der Züchtungsdauer problematisch, welches zu inhomogenen Schicht-

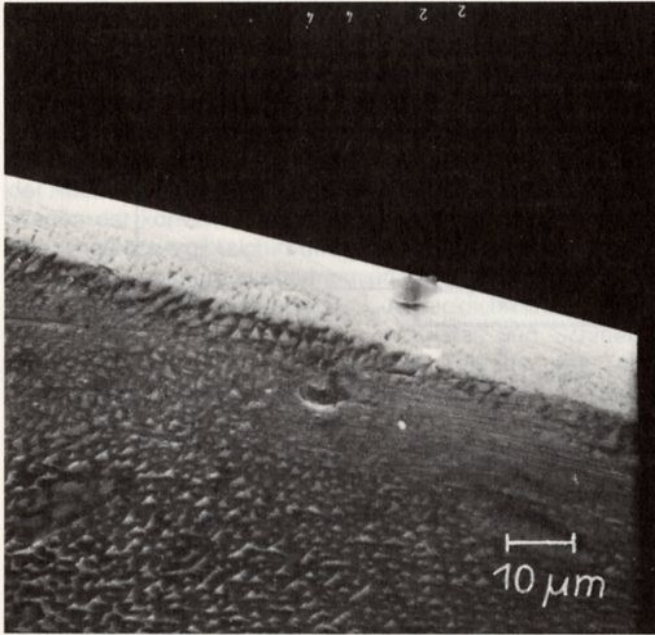


Abbildung 4.1  
Lumineszierende, einkristalline ZnSe-Schicht, abgeschieden durch Gasphasenepitaxie auf einem GaAs-Substrat. Seitenanschliff  
Transportmittel: H<sub>2</sub>, Jod; Wachstumstemperatur: 600 °C

dicken über die Substratfläche führt (Abb. 4.2). Es kommt weiterhin zu morphologischen Instabilitäten und stark ausgeprägter Oberflächenrauigkeit. Die Forderung in bezug auf optimale Transmissions- und Festigkeitseigenschaften sind über die Gesamtdicke gleichbleibende Korngrößen von 80 bis 100 μm. Dies wird erreicht mit Hilfe einer definierten Homogenkeimbildung in der Gasphase, die nahezu gleich-

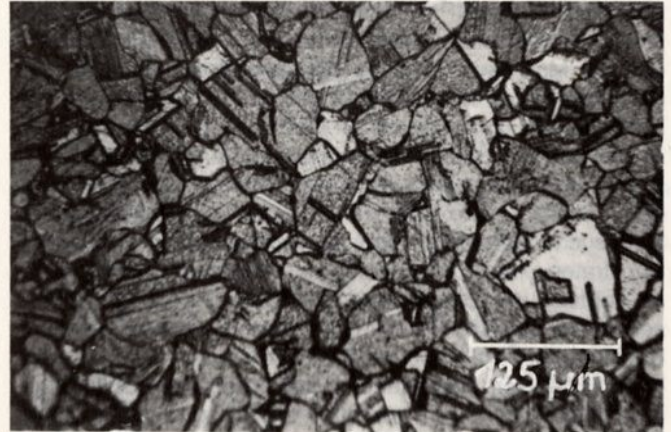


Abbildung 4.2  
Oberflächenansicht des Korngefüges einer mehrere mm dicken polykristallinen ZnSe-Schicht, die im System Zn-Se-Ar durch CVD auf Glaskohlenstoff abgeschieden wird.

bleibende Keimbildungshäufigkeiten über die gesamte Versuchszeit voraussetzt. Die experimentelle Einstellung definierter Übersättigungsverhältnisse macht sich hier notwendig.

Für die CVD-Systeme Zn-Se-Ar-H bzw. Zn-H<sub>2</sub>Se-Ar werden quantitative Analysen der typischen p- und T-Bereiche sowie Gasphasenzusammensetzungen versucht. Dies bedeutet gleichermaßen eine Bestimmung der Bedingungen, die zur für die Schichtenabscheidung schädlichen Homogenreaktion (Pulverbildung) bzw. Heterogenkeimbildung führen.

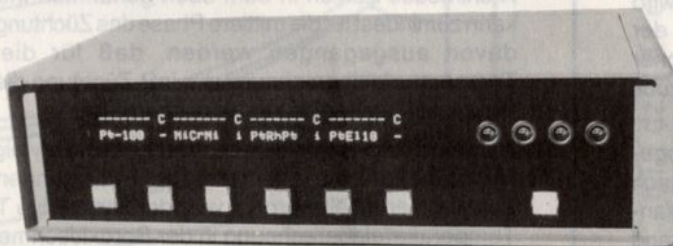
### 5. Silicium-Epitaxie

Eine neue Forschungsrichtung in unserem Institut ist die Schichtabscheidung von Silicium. Innerhalb eines Verbund-

**Unsere Geräte-Evolution zu Ihrem Vorteil!  
Wir liefern bereits jetzt die Technologie von morgen!**

**Ein Höchstmaß an Genauigkeit:**

## THERMOMASTER TM1000



- 10 Meßbereiche von -273 °C bis +2400 °C
- Präzisions-Temperaturmultimeter neuer Klasse
- 4 Meßwerte gleichzeitig
- Auflösung 0,1 °C oder 0,01 °C
- RS232/RS422-Schnittstelle serienmäßig
- PC-Auswertesoftware lieferbar

**novocontrol** →

**NOVOCONTROL GmbH**  
Postfach 2110 5431 HUNDSANGEN  
Tel.: 0 64 35 / 70 06/07 Telefax: 0 64 35 / 60 24

projektes mit dem MPI für Festkörperforschung, Stuttgart, dem Institut für Werkstoffwissenschaften der Universität Erlangen und der Max-Planck-Gruppe Röntgendiffraktometrie an der Humboldt-Universität zu Berlin wird an der Entwicklung von Technologien und apparativen Lösungen zum epitaktischen Aufwachsen von möglichst perfekten  $\geq 20\mu\text{m}$  Si-Schichten für die Herstellung von Bauelementen für die Mikroelektronik und den Einsatz in der Photovoltaik gearbeitet. Dabei stehen Untersuchungen zur Flüssigphasenepitaxie auf polykristallinen Substraten unter Verwendung verschiedener Lösungsmittel im Vordergrund. Gegenstand der Forschung ist die Verbesserung der Realstruktur der Epitaxieschichten bezüglich des Substratmaterials. Dabei werden besonders die Einflüsse von Kristallbaufehlern (Korngrenzen, Zwillingsgrenzen, Dotierungsinhomogenitäten) auf die strukturellen und elektrischen Eigenschaften der abgeschiedenen Schichten untersucht. In Vorbereitung sind ebenfalls Experimente zum Keimbildungsstadium und zur selektiven Keimauslese bei der Verwendung „alternativer“ Substrate durch den Einsatz moderner Abscheidungsverfahren aus der Gasphase. Zielstellung ist die Herstellung von Si-Schichten auf Substratflächen  $\geq 4''$ .

## 6. Numerische Modellbildung der Kristallzucht

Numerische Methoden werden in unserem Institut in der Kristallzucht und in der Kristalldiagnostik angewendet. Dies betrifft das Czochralski- und das Floating Zone Verfahren (s. Kap. 1) und Untersuchungen zur Elektronen-Spin-Resonanz (s. Kap. 7). Im folgenden wird ein Programmpaket näher erläutert, mit dem für das LEC-Verfahren zur Zucht von III-V-Kristallen eine stationäre wärmephysikalische Analyse der Zuchtungsanordnung ermöglicht wird.

### 6.1 Wärmetechnisches Modell und numerisches Verfahren

Neben den kristallographischen, chemischen und strömungsmechanischen Aspekten stellt die wärmetechnische Seite ein wesentliches Charakteristikum eines Zuchtungsprozesses dar. Weil die Kristallzucht ein gesteuerter Prozeß ist, muß zur Durchführung der wärmetechnischen Analyse mathematisch gesehen eine Kombination von direkter und inverser Aufgabenstellung gelöst werden.

Der Inhalt der direkten Aufgabenstellung ist die Berechnung des Temperaturfeldes in der Zuchtungsanordnung. Im Programmpaket erfolgt die Temperaturfeldberechnung durch die Lösung der stationären Wärmeleitungs-gleichung mit der Finite-Elemente-Methode (FEM).

Der Wärme-fluß durch die Zuchtungsanordnung besitzt als Quellen die Leistungseinspeisung durch den Heizer und die Kristallisationswärme und wird in den Materialien durch Wärmeleitung und Wärmeübertragung infolge der Schutzgas-konvektion und der Strahlungswechselwirkung geprägt.

Zur Berechnung des konvektiven Wärmeübertragungs-koeffizienten von Festkörper bzw. Fluid an das Schutzgas wird eine Näherung für die Abhängigkeit der Nußelt-Zahl von der Rayleigh-Zahl verwendet, deren Gültigkeit sich auf die stationär ausgebildete Konvektionsströmung bezieht. Auch der Druck des Schutzgases findet Berücksichtigung.

Zur Erfassung des Strahlungsaustausches im Zuchtungsge-häuse wird die Methode des umschlossenen Raumes nach Gebhart angewendet. Die Oberflächen in der Zuchtungsan-ordnung werden dazu als diffus grau strahlend und reflektierend angenommen.

Über die Lösung eines inversen Problems wird jeweils derjenige Wert der Heizleistung ermittelt, der im Rahmen des Modells als einziger zur Zucht unter dem anvisierten konstanten Kristalldurchmesser geeignet ist. Das Ineinandergreifen von direkter und inverser Aufgabe ist in Abb. 6.1 grafisch dargestellt.

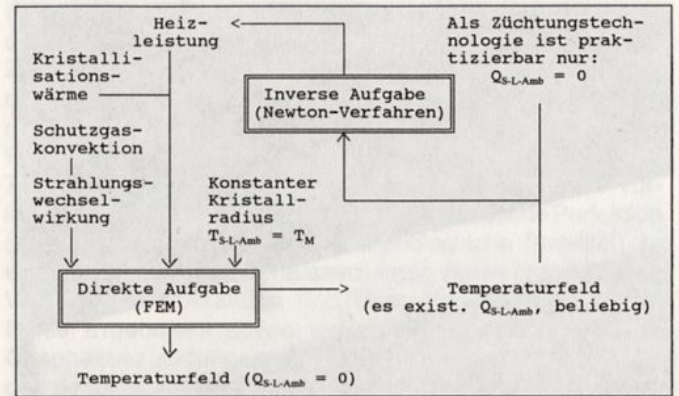


Abbildung 6.1

Abhängigkeit von direkter und inverser Aufgabenstellung bei der Temperaturfeldberechnung zur Kristallzucht

$T_M$  Schmelzpunkttemperatur

$T_{S-L,Amb}$  Temperatur an der Phasengrenze Kristall - Schmelze - Umgebung

$Q_{S-L,Amb}$  Leistungsumsatz an der Phasengrenze Kristall - Schmelze - Umgebung

### 6.2 Korrelation zwischen Modellrechnungen und experimentellen Ergebnissen am Beispiel der Hochdruckzucht von InP

Das Programm ist zu einer wärmetechnischen Analyse der InP-Hochdruckzucht verwendet worden. Der konvektive Wärmetransport in der InP-Schmelze (Prandtl-Zahl etwa 0.015) wird hierbei vernachlässigt, so daß der Einfluß der Konvektion auf das Temperaturfeld mit Hilfe von Kennzahlen abgeschätzt werden muß. Es existieren in der Literatur mehrere Arbeiten, in denen Modellrechnungen zur Überlagerung von Auftriebs- und durch Tiegelrotation verursachter Zwangskonvektion in Fluiden mit einer Prandtl-Zahl von etwa  $10^{-2}$  Strömungszustände ergeben, die eine sehr geringe Intensität aufweisen, einen nur geringen Einfluß der Kristallrotation vorausgesetzt. Die charakteristische Kennzahl für die Überlagerung von Auftriebs- und Zwangskonvektion ist die Archimedes-Zahl, die den Quotienten aus der Grashof- und dem Quadrat der Reynolds-Zahl bewertet. Die Analyse dieser Veröffentlichungen ergibt, daß bei der Kombination von Auftriebs- und durch Tiegelrotation verursachter Zwangskonvektion die resultierende Strömung (quantifizierbar an der Geschwindigkeit oder der Strömungsfunktion) genau dann eine sehr geringe Stärke aufweist, wenn die Archimedes-Zahl etwa in dem Intervall von 1 bis 50 liegt. In diesem Zustand wird der Wärmetransport in der Schmelze hauptsächlich durch Wärmeleitung bewirkt.

Werden die in der Schmelze vorhandenen Temperaturdifferenzen mit 30 bis 70 K angenommen und für die Schmelzhöhen Werte zwischen etwa 2 und 3 cm herangezogen, so ergeben sich bei Verwendung typischer Tiegelrotationsraten (10 bis 20  $\text{min}^{-1}$ ) Archimedes-Zahlen in dem oben genannten Intervall. Damit kann zumindest für die mittlere Phase des Zuchtungsprozesses davon ausgegangen werden, daß für die stationäre Temperaturfeldberechnung zur InP-Zucht die Lösung der Wärmeleitungs-gleichung hinreichend ist.

Aufgrund der sehr kleinen Werte der Rayleigh- und der Reynolds-Zahl, die unter Bezug auf Bedingungen bei der InP-Zucht ermittelt wurden, wird der konvektive Transport zur Temperaturfeldberechnung in der Boroxidschmelze vernachlässigt.

Die über den Heizer einzuspeisende Leistung, der Verlauf der Kristall-Schmelze-Phasengrenze, die Temperaturgradienten u.a. Größen stehen insbesondere mit der Schichtdicke und der Wärmestrahlungstransparenz der Abdeckschmelze in einem komplexen Abhängigkeitsverhältnis. Zur Überprüfung der

rechneten Temperaturverläufe wurden Messungen des zeitlichen Verlaufs der Temperatur mittels eingewachsener bzw. am Kristall anliegender Thermolemente vorgenommen. Ein typisches Temperaturfeld, bei der für die  $B_2O_3$ -Abdeckschicht Wärmestrahlungsundurchlässigkeit angenommen wurde, zeigt Abb. 6.2. Die Kristalllänge beträgt 5 cm, die Dicke der Abdeckschicht 3 cm, der Druck des Schutzgases 4 MPa. Wegen der konvexen Durchbiegung der Kristall-Schmelze-Phasengrenze ergibt sich im unteren Kristallbereich eine Region mit nahezu ebenem Isothermenverlauf. In Abb. 6.3 sind für Kristalllängen, die die Dicke der  $B_2O_3$ -Abdeckschicht überragen, die vertikalen Temperaturprofile in Kristall und Schmelze dargestellt. Die Abbildung stellt einen Zeitraffer des Temperaturverlaufs in dem erfaßten Kristalllängenbereich dar; diese zeitliche Entwicklung ist ablesbar, wenn bei einundderselben z-Koordinate von Kurve zu Kurve in Richtung zunehmender Kristalllänge gesehen wird.

Mit zunehmender Dicke der Boroxidschicht braucht der Heizer nur geringere Leistungen aufzubringen. Damit sinkt die Temperaturdifferenz in der Schmelze, was zu einer wesentlichen Vergrößerung der konvexen Durchbiegung der Kristall-Schmelze-Phasengrenze in die Schmelze hinein führt.

Es wurden Temperaturmessungen im wachsenden Kristall vermittelt zweier Thermolemente durchgeführt, die in der Rotationsachse und auf dem Kristallmantel positioniert waren.

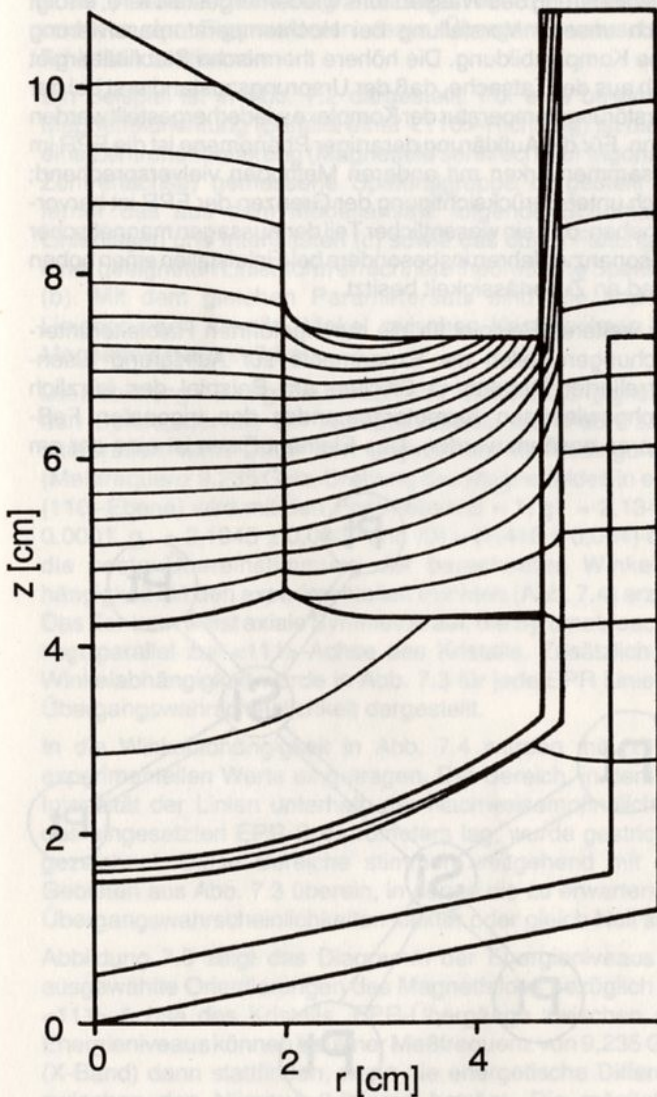


Abbildung 6.2  
Temperaturfeld (Isolinienabstand: 20 K; Schmelzpunkttemperatur: 1062 °C)

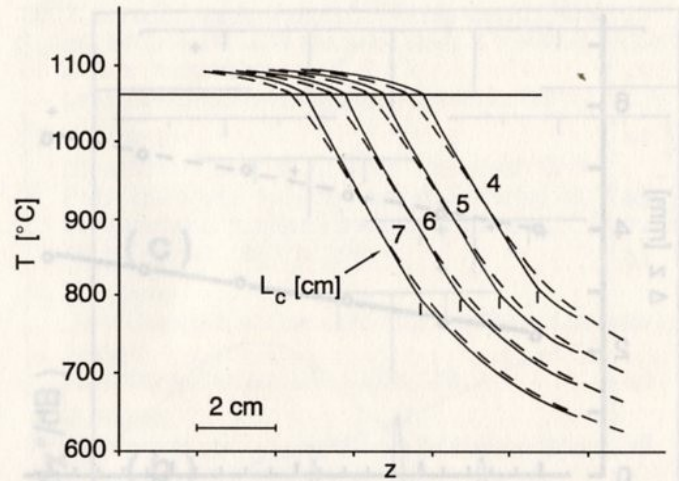


Abbildung 6.3  
Vertikale Temperaturprofile in Kristall und Schmelze. Die Dicke der Boroxidschicht beträgt 3 cm. (--- Rotationsachse, — Kristallradius-Koordinate,  $L_c$  Kristalllängen, relativer oberer Pegel der Boroxidschicht)

Den Vergleich zwischen Experiment und Modellrechnungen zeigt Abb. 6.4. Die abgebildeten Gradienten offenbaren für niedrige z-Werte den Unterschied, der aus dem Vergleich der Messung bei sich stark verändernder Geometrie und der stationären Rechnung bei voll ausgebildeter, konstanter Kristalllänge resultiert.

Aus Abb. 6.5 geht hervor, daß bei Annahme einer für Wärmestrahlung undurchlässigen  $B_2O_3$ -Schicht die errechneten konvexen Durchbiegungen  $\Delta z$  der Phasengrenze im Bereich der experimentellen Werte liegen, die mit einer Ätztechnik ermittelt und in der Rotationsachse gemessen wurden. Die Kristall- und die Tiegelrotationsrate bei der Züchtung der untersuchten Kristalle betragen 13 bzw. 20  $\text{min}^{-1}$ .

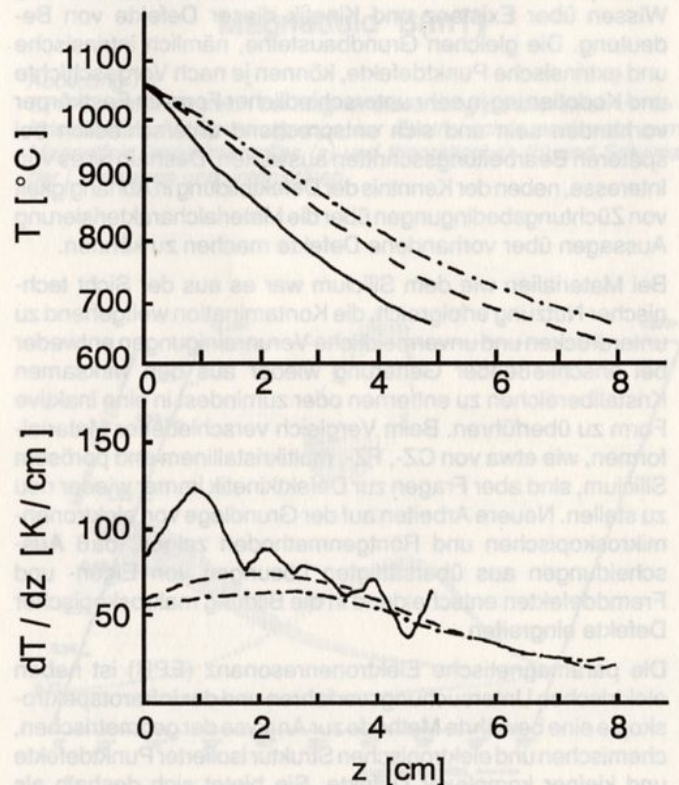


Abbildung 6.4  
Vergleich der vertikalen Verläufe der Temperatur und deren Gradienten in der Rotationsachse (--- nicht-transparentes  $B_2O_3$ , -.- transparentes  $B_2O_3$ , — Experiment)

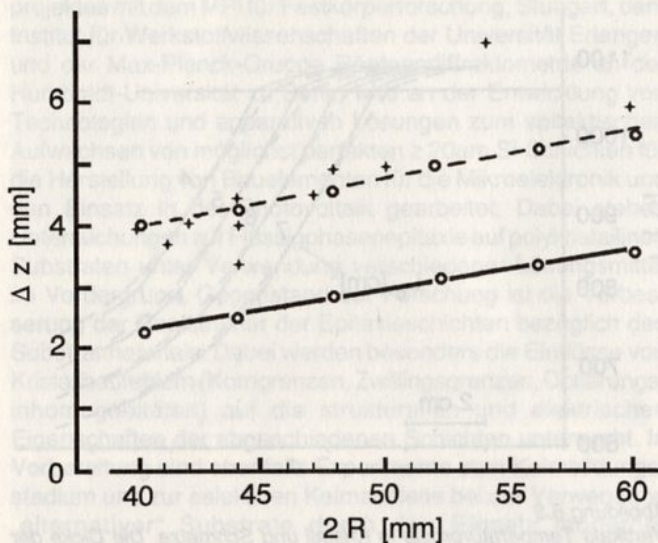


Abbildung 6.5  
Konvexe Durchbiegung der Kristall-Schmelze-Phasengrenze  $z$  über dem Kristalldurchmesser  
(- - - nicht-transparentes  $B_2O_3$ , o transparentes  $B_2O_3$ , + Experiment)

Mit dieser relativ guten Übereinstimmung bzgl. Wert und Vorzeichen sowie der Radiusabhängigkeit der Durchbiegung der Kristall-Schmelze-Phasengrenze wird gezeigt, daß bereits mit den vorgestellten einfachen numerischen Mitteln Korrelationen zwischen einigen wichtigen Parametern bei der LEC-Züchtung nachvollzogen werden können.

## 7. Untersuchungen an Halbleitermaterialien mit der Methode der Elektron-Spin-Resonanz

Da insbesondere Halbleiter in ihren Eigenschaften wesentlich durch Defekte bestimmt werden, ist für die Kristallzüchtung Wissen über Existenz und Kinetik dieser Defekte von Bedeutung. Die gleichen Grundbausteine, nämlich intrinsische und extrinsische Punktdefekte, können je nach Vorgeschichte und Kodotierung in sehr unterschiedlicher Form im Festkörper vorhanden sein und sich entsprechend unterschiedlich bei späteren Bearbeitungsschritten auswirken. Deshalb ist es von Interesse, neben der Kenntnis der Defektbildung in Abhängigkeit von Züchtungsbedingungen über die Materialcharakterisierung Aussagen über vorhandene Defekte machen zu können.

Bei Materialien wie dem Silicium war es aus der Sicht technischer Nutzung erfolgreich, die Kontamination weitgehend zu unterdrücken und unvermeidliche Verunreinigungen entweder bei anschließender Getterung wieder aus den wirksamen Kristallbereichen zu entfernen oder zumindest in eine inaktive Form zu überführen. Beim Vergleich verschiedener Materialformen, wie etwa von CZ-, FZ-, multikristallinem und porösem Silicium, sind aber Fragen zur Defektkinetik immer wieder neu zu stellen. Neuere Arbeiten auf der Grundlage von elektronenmikroskopischen und Röntgenmethoden zeigen, daß Ausscheidungen aus übersättigten Lösungen von Eigen- und Fremdefekten entscheidend in die Bildung makroskopischer Defekte eingreifen.

Die paramagnetische Elektronenresonanz (EPR) ist neben elektrischen Untersuchungsverfahren und der Infrarotspektroskopie eine bewährte Methode zur Analyse der geometrischen, chemischen und elektronischen Struktur isolierter Punktdefekte und kleiner komplexer Defekte. Sie bietet sich deshalb als Hilfsmittel bei den oben skizzierten Aufgaben an. Insbesondere wurde gezeigt, daß Komplexzentren bzw. Nukleationszentren in Zwischentemperaturbereichen gebildet werden, wobei je nach Kodotierung und Temperatur-Zeit-Regime eine reiche

Vielfalt von Zentren entsteht. Die von uns durchgeführte EPR-spektroskopische Analyse von Silicium, das mit den Lebensdauerbegrenzern Gold und Platin dotiert wurde, hat hierfür eine Reihe von Beispielen geliefert. Dort, wo die EPR bezüglich der Auflösung kleiner Wechselwirkungen mit Liganden an ihre Grenzen stößt, kann die Fortsetzung der Untersuchungen mit Elektron-Kern-Doppelresonanz (ENDOR) die Zentralanalyse zum Erfolg führen.

Eigene neuere Ergebnisse zeigen, daß Diffusionsdotierung aus einer metallischen Oberflächenschicht bei 1200 bis 1300 °C bei geeigneten Nachttemperaturen zu einer Reihe von komplexen Defekten führt, die bei der üblichen Diffusionsdotierung in Vakuum oder Schutzgas nicht entstehen. Als Beispiel sei ein 6-Pt-Cluster genannt, das trigonale Symmetrie aufweist (Abb. 7.1). Die geometrische Anordnung der sechs äquivalenten Pt-Ionen ist ein verlässliches Ergebnis. Offenkundig werden infolge einer Oberflächenreaktion zusätzliche Defekte – möglicherweise Wasserstoff oder Eigendefekte – ins Gitter eingebracht, die durch eine 'Passivierung' die Bildung bestimmter Komplexe erst ermöglichen. Eine Identifizierung dieser zusätzlichen Partner mittels EPR war bisher nicht möglich. Die unlängst bekanntgewordene höhere Stabilität von Hochtemperaturpassivierung in Silicium ist möglicherweise grundsätzlich in ähnlicher Weise zu verstehen: Während bei der üblichen Niedertemperaturpassivierung durch Wasserstoff nur die elektrische Aktivität außer Funktion gesetzt und nach Abwanderung des Wasserstoffs wiederhergestellt wird, erfolgt nach unserer Vorstellung bei Hochtemperaturpassivierung eine Komplexbildung. Die höhere thermische Stabilität ergibt sich aus der Tatsache, daß der Ursprungszustand erst bei der Zerstörungstemperatur der Komplexe wiederhergestellt werden kann. Für die Aufklärung derartiger Phänomene ist die EPR im Zusammenwirken mit anderen Methoden vielversprechend; auch unter Berücksichtigung der Grenzen der EPR ist hervorzuheben, daß ein wesentlicher Teil der Aussagen magnetischer Resonanzverfahren insbesondere bei Einkristallen einen hohen Grad an Zuverlässigkeit besitzt.

Als weiteres Beispiel für die durchgeführten Halbleiteruntersuchungen sollen die Experimente zur Aufklärung Eisenkorrelierter Defekte in Silicium am Beispiel des kürzlich nachgewiesenen Akzeptorzustandes des trigonalen FeB-Paares erwähnt werden. Das Element Eisen ist eine der am

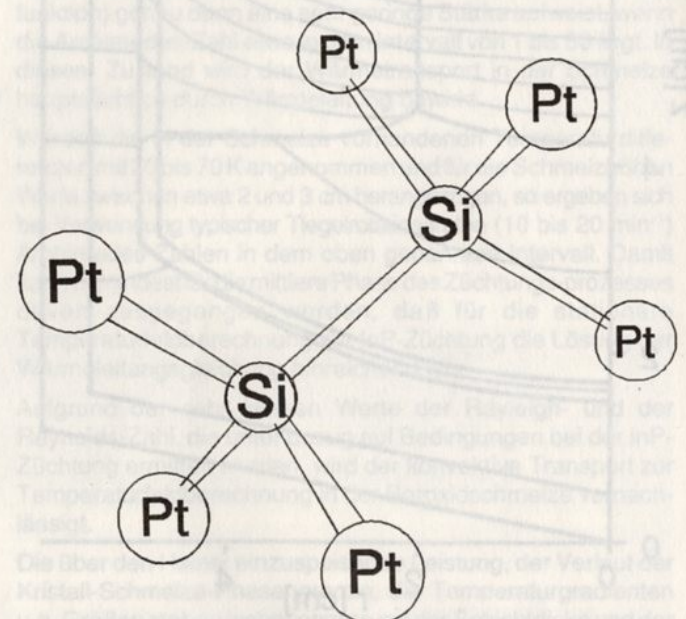


Abbildung 7.1  
Geometrisches Modell des 6-Platin-Clusters in Silicium



häufigsten vorkommenden Verunreinigungen in Siliciumkristallen und führt – auf Grund der Instabilität bei Raumtemperatur – dort zur Bildung von Komplexen mit anderen Störstellen. Diese Defekte haben eine Verkürzung der Ladungsträgerlebenszeiten zur Folge.

Eine Reihe von Fe-Defekten, allen voran das in p-Silicium dotierte trigonale FeB-Paar, wurden bereits in den letzten Jahren durch eine Reihe von Autoren mit elektrischen (DLTS) und EPR-Experimenten analysiert. Zusätzlich zu dem  $(FeB)^{0/+}$ -Niveau ( $E_v+0.1$  eV) war bereits vor längerer Zeit ein Akzeptorniveau bei  $E_c-0.29$  eV durch elektrische Messungen nachgewiesen worden. Die identischen Tempercharakteristiken dieses Niveaus und des Donatorniveaus  $E_v+0.1$  eV legten die Vermutung nahe, daß es sich um den Akzeptorzustand des FeB-Paares handeln könnte. Eine mikroskopische Identifikation dieses Zentrums liegt bis jetzt noch nicht vor. Unsere EPR-Untersuchungen ermöglichen jedoch den Nachweis eines Spektrums, dessen Ursprung ein negativer Ladungszustand des FeB-Paares mit einem Akzeptorniveau bei  $E_c-(0.25\pm 0.05)$ eV darstellt.

Aus numerischer Sicht ist für die Interpretation des registrierten EPR-Spektrums die Diagonalisierung des Spin-Hamilton Operators, der alle wesentlichen Wechselwirkungen einer Modellvorstellung enthält, erforderlich. Aus der Berechnung der Eigenwerte innerhalb eines Magnetfeld- und eines Drehwinkelintervalls (typisch: Magnetfeld 0... 2 T, Drehwinkel 0...90°) lassen sich die Magnetfeldlagen der EPR-Übergänge und aus den Eigenvektoren deren Übergangswahrscheinlichkeiten bestimmen.

Ein Beispiel ist in Abb. 7.2 dargestellt. Für eine bestimmte Magnetfeldrichtung (parallel einer  $\langle 110 \rangle$ -Richtung) ist die für eine Zentrenorientierung (Magnetfeld senkrecht zur trigonalen Zentrenachse) gemessene Spektralgruppe dargestellt (a), ferner das aus dem Modellansatz folgende Schema für Linienlagen und Intensitäten (c) sowie das durch Faltung mit einer geeigneten Linienform errechnete theoretische Spektrum (b). Mit dem gleichen Parametersatz sind alle anderen Liniengruppen für alle Winkel zwischen Kristallachsen und Magnetfeld beschreibbar.

Die Abbildung 7.3 zeigt die berechnete Winkelabhängigkeit für den Defekt, der als ein Akzeptorzustand des FeB-Paares interpretiert wird. Unter den gegebenen Meßbedingungen (Meßfrequenz 9,235 GHz, Drehung des Magnetfeldes in einer  $\{110\}$ -Ebene) wird mit den Parametern  $S = 1$ ,  $g = 2,1345 \pm 0,0001$ ,  $g = 2,1345 \pm 0,0004$  und  $IDI = (1,418 \pm 0,001) \text{ cm}^{-1}$  die beste Übereinstimmung der berechneten Winkelabhängigkeit mit den experimentellen Punkten (Abb. 7.4) erzielt. Das Zentrum weist axiale Symmetrie auf; die Symmetrieachse liegt parallel zur  $\langle 111 \rangle$ -Achse des Kristalls. Zusätzlich zur Winkelabhängigkeit wurde in Abb. 7.3 für jede EPR Linie die Übergangswahrscheinlichkeit dargestellt.

In die Winkelabhängigkeit in Abb. 7.4 wurden mit (x) die experimentellen Werte eingetragen. Der Bereich, in dem die Intensität der Linien unterhalb der Nachweisempfindlichkeit des eingesetzten EPR-Spektrometers lag, wurde gestrichelt gezeichnet. Diese Bereiche stimmen weitgehend mit den Gebieten aus Abb. 7.3 überein, in denen die zu erwartenden Übergangswahrscheinlichkeiten kleiner oder gleich Null sind.

Abbildung 7.5 zeigt das Diagramm der Energieniveaus für ausgewählte Orientierungen des Magnetfeldes bezüglich der  $\langle 111 \rangle$ -Achse des Kristalls. EPR-Übergänge zwischen den Energieniveaus können bei einer Meßfrequenz von 9,235 GHz (X-Band) dann stattfinden, wenn die energetische Differenz zwischen den Niveaus  $0.3 \text{ cm}^{-1}$  beträgt. Die möglichen Übergänge wurden als gefüllte Pfeile (erlaubte Übergänge,  $\Delta M = \pm 1$ , M - Elektronenspinquantenzahl) bzw. schraffierte

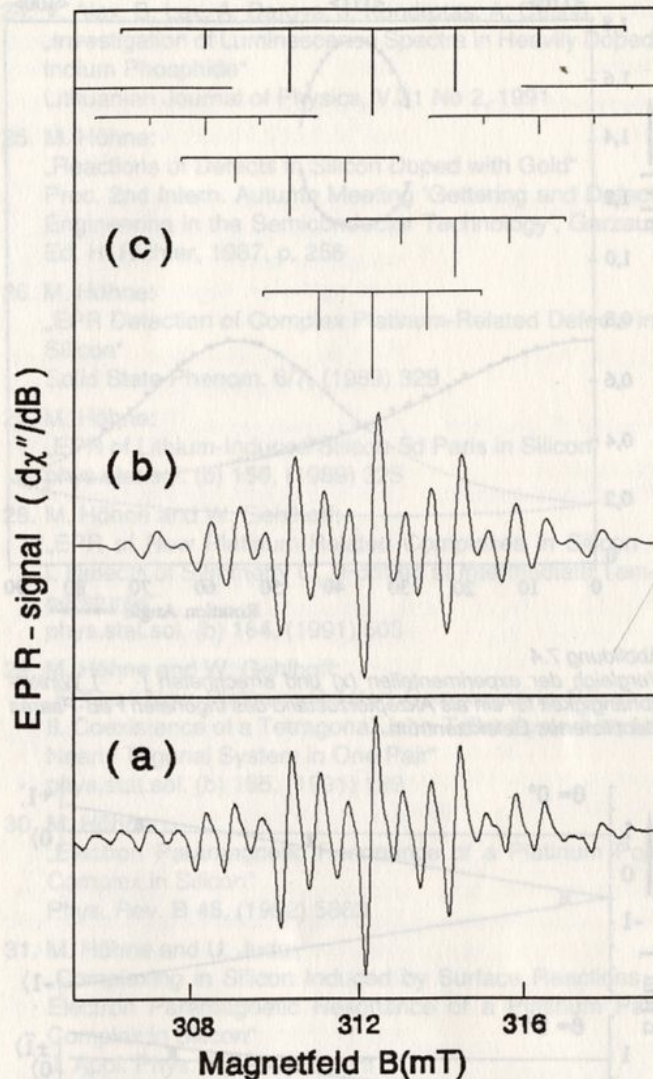


Abbildung 7.2  
EPR-Spektrenvergleich bei Magnetfeldrichtung parallel einer  $\langle 110 \rangle$ -Kristallachse für Spektralgruppe zur Zentrenachse senkrecht zum Magnetfeld: experimentelles (a) und theoretisches (b) und Schema der Linienlagen und -intensitäten.

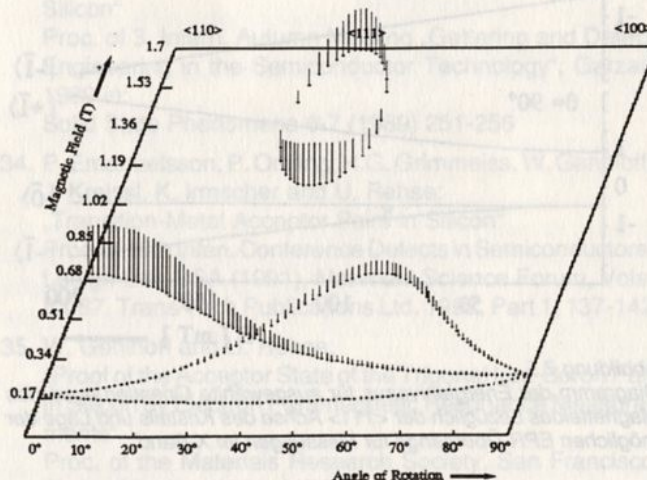


Abbildung 7.3  
Berechnete Winkelabhängigkeit für ein FeB-Paar: Neben der Abhängigkeit der Magnetfeldlagen von der Orientierung zum äußeren Magnetfeld ist die Übergangswahrscheinlichkeit der errechneten Übergänge dargestellt.

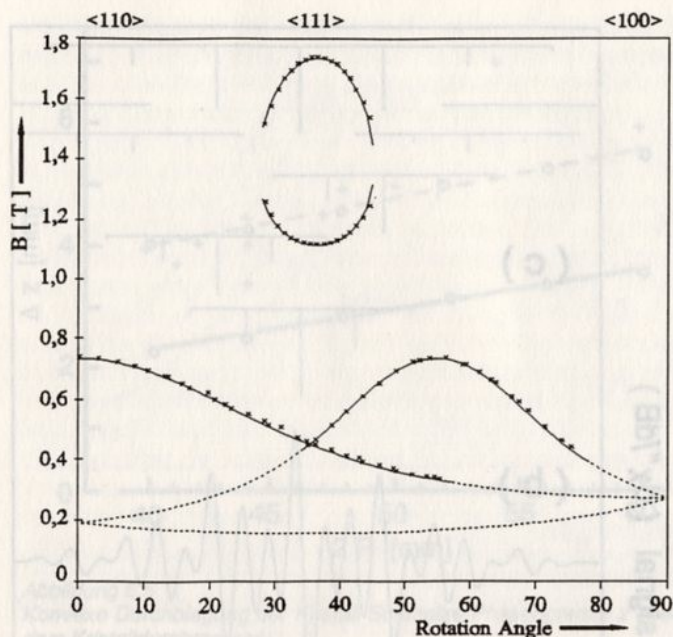


Abbildung 7.4  
Vergleich der experimentellen (x) und errechneten (- - -) Winkelabhängigkeit für ein als Akzeptorzustand des trigonalen FeB-Paares identifiziertes Defektzentrum.

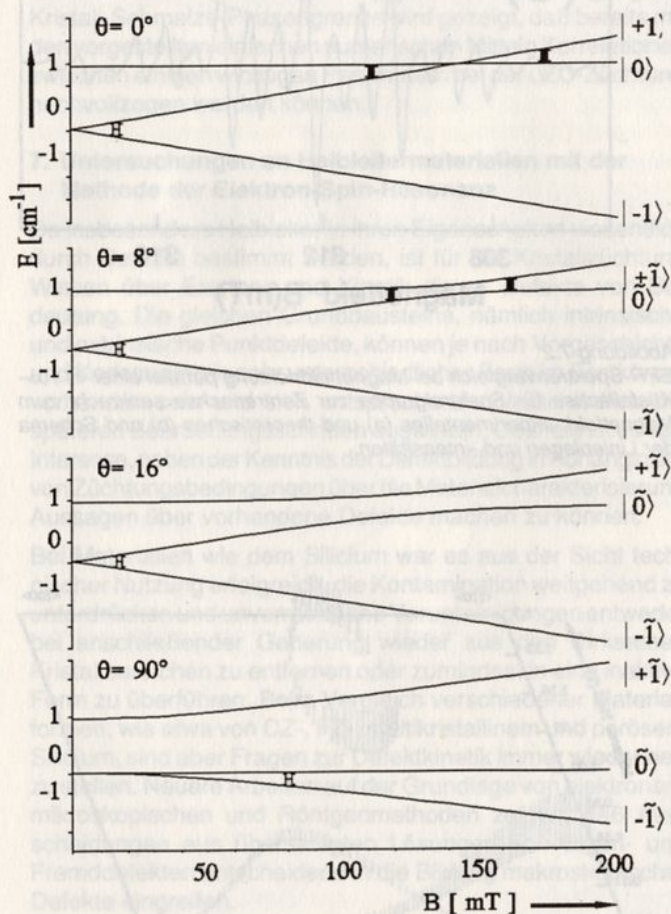


Abbildung 7.5  
Diagramm der Energieniveaus für ausgewählte Orientierungen des Magnetfeldes bezüglich der <111> Achse des Kristalls und Lage der möglichen EPR-Übergänge für Messungen im X-Band.

Pfeile (verbotene Übergänge,  $\Delta M = \pm 2$ ) eingetragen. Aus den Darstellungen für  $\theta = 0^\circ$  (Magnetfeld <111>-Achse) sowie den Winkelwerten  $8^\circ$  und  $16^\circ$  wird offensichtlich, daß die Hochfeldlinien im Magnetfeldbereich zwischen 1,1 - 1,8 T nur

in einem schmalen Winkelbereich um die <111>-Achse auftreten können.

### Ausblick

Mit den beschriebenen Aufgabenstellungen und Projekten sind die Arbeitsaufgaben des Instituts für die nächste Zeit bestimmt. Dennoch wird das Institut als Serviceeinrichtung für die Forschung für neue Aufgaben stets offen sein. Die vielfältigen Kontakte und Kooperationen, die zu den unterschiedlichsten Einrichtungen bisher aufgebaut wurden, sind die Garantie, daß es seinem Auftrag folgen kann. Der Ausbau des ehemaligen Flughafens Johannisthal und des Geländes des ehemaligen Fernsehfunks zu einem Technologiepark, in dem sich für die Forschung wichtige Institutionen wie die Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), BESSY II und die naturwissenschaftlichen Institute der Humboldt-Universität zu Berlin sowie zahlreiche gewerbliche Einrichtungen niederlassen werden, wird für die zukünftige Arbeit des Instituts von ganz erheblicher Bedeutung sein. Schon jetzt bestehen mit den anderen materialwissenschaftlich orientierten Forschungseinrichtungen im Berliner Raum sehr enge Beziehungen.

Das Institut hat die Ausrichtung der Jahrestagung 1993 der DGKK zusammen mit dem Hahn-Meitner-Institut und dem Institut für Kristallographie und Materialwissenschaften der HUB übernommen.

### Literaturverzeichnis

1. W. Schröder:  
„Si-Kristallzüchtung“ in: Monografie Kristallzüchtung, ed. by J. Bohm  
Verlag Harri Deutsch Frankfurt/Main (1987)
2. W. Schröder, E., Wolf, H.-J. Rost:  
„Investigations for the Improvement of the Radial Doping Homogeneity of Dislocation-Free FZ-Silicon Crystals“  
Cryst. Research & Technology 24 (1989)
3. H. Riemann, A. Lüdge, W. Schröder:  
„Experimentelle und rechnerische Bestimmung der Leistungsverteilung an HF-Induktoren“  
Proceedings Semicon 1991, Zürich 1991
4. W. Schröder:  
„Floating Zone Si Crystal Growth“  
Proceedings of the 3. European Conference of Crystal Growth, Budapest 1991
5. W. Schröder, E. Wolf:  
„Nitrogen Doping during Growth of Dislocation-Free FZ-Silicon Crystals“  
Proceedings 2. International Autumn Meeting 1987 Garzau, 125-127 ed. by H. Richter
6. J. Bohm, A. Lüdge, W. Schröder:  
„Crystal Growth by Floating Zone Melting“ in:  
Handbook of Crystal Growth, ed. by D.T.J. Hurle  
Elsevier Science Publishers B.V., to be published
7. P. Reiche, B. Hermoneit, D. Schultze:  
„A Modified Heater System for RF Czochralski Equipment“  
Crystal Res. Technol. 20 (1985) 845-849
8. P. Reiche, B. Hermoneit, D. Schultze, R. Schalge:  
„A New Heater System for RF Czochralski Equipment“  
Proc. Europ. Meet. Cryst. Growth, Prague 23.-27.8.1982,  
p. 175
9. J. Bohm, D. Kürsten, P. Reiche, R. Schalge:  
„Morphologie von Versetzungen und Ausscheidungen in Gadolinium-Gallium-Granat (GGG)“  
phys.stat.sol. (a) 39 (1977) 517-523

10. P. Reiche, R. Schalge, J. Bohm, D. Schultze:  
„Growth of Defect-Free  $\text{Sr}_{1-x}\text{Ba}_x\text{Nb}_2\text{O}_6$  (SBN) Crystals“  
Kristall und Technik, 15 (1980) 23-28
11. K. Nitsch, M. Nikl, C. Barta, D. Schultze, A. Triska, R. Uecker:  
„Preparation and Emission Properties of  $\text{NaBi}(\text{WO}_4)_2$  and  $\text{NaBi}(\text{WO}_4)_2:\text{Ce}$  Single Crystals“  
phys.stat.sol. (a) 118 (1990) K133
12. P. Reiche, J. Bohm, B. Hermoneit, P. Rudolph, D. Schultze:  
„Wachstumsmorphologie von  $\text{LiNbO}_3$ -Einkristallen bei der Züchtung nach dem Czochralski-Verfahren unter Einwirkung eines elektrischen Feldes“  
Crystal Res. Technol. 23 (1988) 467-474
13. P. Reiche, J. Bohm, B. Hermoneit, P. Rudolph, D. Schultze:  
„The Effect of an Electrical Field on the Growth of Lithium Niobate Single Crystals“  
J. Cryst. Growth 108 (1991) 759-764
14. P. Rudolph, P. Reiche, D. Schultze, B. Hermoneit:  
„Verfahren zur Züchtung von oxidischen Einkristallen nach dem Czochralski-Verfahren“  
Patent DD 235 890 (1986)
15. J. Doerschel, D. Mateika, P. Reiche, W. Schröder, W. Uelhoff:  
„Züchtung von Perowskit-Mischkristallen als Substrate für HTSL-Schichten“  
Jahresbericht der KFA-Jülich 1991
16. H. Hartmann, L. Hildisch, E. Krause, W. Möhling:  
„Morphological Stability and Crystal Structure of CVD-grown Zinc Selenide“  
J. Mater. Science 26 (1991) 4971
17. H. Hartmann, R. Mach, B. Selle:  
„Wide Gap II-VI Compounds as Electronic Materials“  
Review in Current Topics in Materials Science 9 (1982)
18. D. Hommel, H. Hartmann, W. Busse, H.-E. Gumlich, J. Kreißl:  
„II-VI Compounds Codoped with Transition Metals and Rare Earths“  
J. Cryst. Growth 48, 49 (1991) 655
19. H. Hartmann, R. Mach, N. Testova:  
„Vapour Phase Epitaxy of Wide Gap II-VI Compounds“  
J. Cryst. Growth 84 (1987) 199
20. J. Tatariewicz, A. Breitschwerdt, A.M. Witowski, H. Hartmann:  
„Hydrogen Vibrations in  $\text{ZnSe}$ “  
Solid State Communications 68 (1988) 1081
21. K. Böttcher, A. Krüger, B. Schleusener:  
„On Steady-State Modelling of the High-Pressure Encapsulated Czochralski (HPLEC) Crystal Growth“  
Cryst. Res. Technol. 25 (1990) 1007
22. K. Böttcher, P. Fuhrmann, B. Lux, J. Rauchfuß:  
„Comparison of Computed and Measured Temperature Distributions in the High-Pressure Liquid Encapsulated Czochralski (HPLEC) Configuration“  
Cryst. Res. Technol. 26 (1991) 949
22. B. Lux:  
„Einflußfaktoren für die Zwillingsbildung bei der LEC-Züchtung von  $\text{InP}$ -Einkristallen“  
Fifth Hungarian Conference on Shaped Crystal Growth, 1989
23. J. Doerschel, U. Geißler:  
„Characterization of Extended Defects in Highly Te-doped [111]  $\text{GaSb}$  Single Crystals Grown by the Czochralski Technique“  
J. Crystal Growth 121 (1992) 781-789
24. V. Alex, B. Lux, A. Dargys, J. Kondrotas, A. Cesna:  
„Investigation of Luminescence Spectra in Heavily Doped Indium Phosphide“  
Lithuanian Journal of Physics, V.31 No 2, 1991
25. M. Höhne:  
„Reactions of Defects in Silicon Doped with Gold“  
Proc. 2nd Intern. Autumn Meeting 'Gettering and Defect Engineering in the Semiconductor Technology', Garzau, Ed. H. Richter, 1987, p. 256
26. M. Höhne:  
„EPR Detection of Complex Platinum-Related Defects in Silicon“  
Solid State Phenom. 6/7, (1989) 329
27. M. Höhne:  
„EPR of Lithium-Induced Silicon-5d Pairs in Silicon“  
phys.stat.sol. (b) 156, (1989) 325
28. M. Höhne and W. Gehlhoff:  
„EPR of New Platinum-Related Complexes in Silicon - I. Defects of Symmetry  $C_{1h}$  Formed at Intermediate Temperatures“  
phys.stat.sol. (b) 164, (1991) 503
29. M. Höhne and W. Gehlhoff:  
„EPR of New Platinum-Related Complexes in Silicon - II. Coexistence of a Tetragonal Jahn-Teller System and a Nearly Trigonal System in One Pair“  
phys.stat.sol. (b) 165, (1991) 189
30. M. Höhne:  
„Electron Paramagnetic Resonance of a Platinum Pair Complex in Silicon“  
Phys. Rev. B 45, (1992) 5883
31. M. Höhne and U. Juda:  
„Complexing in Silicon Induced by Surface Reactions - Electron Paramagnetic Resonance of a Platinum Pair Complex in Silicon“  
J. Appl. Phys. 7 (1992) in print
32. W. Gehlhoff, K. Irmscher, U. Rehse:  
„Electronic Characterization of Defects in Iron-Doped p-Type Silicon“  
Proc. 15th Intern. Conf. on Defects in Semiconductors, Budapest 1988, Materials Science Forum Vols 38-41 (1989) 373-378
33. W. Gehlhoff, U. Rehse:  
„Formation and Defect Structure of Fe-B-Fe Complexes in Silicon“  
Proc. of 3. Intern. Autumn Meeting „Gettering and Defect Engineering in the Semiconductor Technology“, Garzau 1989 in:  
Solid State Phenomena 6-7 (1989) 251-256
34. P. Emanuelsson, P. Omling, H.G. Grimmeiss, W. Gehlhoff, J. Kreißl, K. Irmscher and U. Rehse:  
„Transition-Metal Acceptor Pairs in Silicon“  
Proc. of 16th Intern. Conference Defects in Semiconductors, Lehigh Uni. USA (1991), Materials Science Forum, Vols. 83-87, Trans Tech Publications Ltd. 1992, Part 1, 137-142
35. W. Gehlhoff and U. Rehse:  
„Proof of the Acceptor State of the Trigonal Iron-Boron Pair in Silicon by Electron Paramagnetic Resonance Measurements“  
Proc. of the Materials Research Society, San Francisco Spring Meeting 1992, MRS Volume 262

**Dissertationen am Institut**

Name	Titel
Hartmann, Horst (habil)	Breitlückige II-VI-Verbindungen als elektronische Materialien - Einkristallzucht und Epitaxie (1982)
Wolf, Eberhard	Untersuchungen zu Natur und Entstehungsbedingungen wasserstoff-induzierter anomaler Defekte in versetzungsfreien, tiegelfrei gezüchteten Silizium-Einkristallen (1985)
Lüdge, Anke	Ein Beitrag zur Identifikation diffusions-behafteter Systeme (1987)
Rauchfuß, Joachim	Automatisierung des LPE-Prozesses (1987)
Rost, Hans-Joachim	Untersuchungen zur Einflußnahme von Parametern auf die Ausbildung der Phasengrenze flüssig-fest bei der Züchtung versetzungsfreier Silizium-Kristalle mit Durchmesser > 76 mm nach der Methode des tiegelfreien Zonenschmelzens (FZ-Verfahren) (1989)
Reiche, Peter	Entwicklung der Züchtungstechnologie von „eindomänigen“ Lithiumniobat-Einkristallen nach der Czochralski-Methode für den Einsatz in Oberflächenwellenbauelementen (1989)
Schröder, Winfried (sc.)	Entwicklung eines Verfahrens für die Züchtung von versetzungsfreien Float-Zone-Siliziumeinkristallen mit 76...105 mm Durchmesser mit verbesserten kristallographischen und elektronischen Parametern (1990)
Tomm, Yvonne	Untersuchungen zur Züchtung versetzungsarmer GaSb-Kristalle nach dem Czochralski-Verfahren (1990)
Böttcher, Klaus	Wärmephysikalische Analyse des CZ-Verfahrens mit Abdeckschmelze am Beispiel der InP-Hochdruckkristallzucht (1991)

**5. Tagungsberichte****5.1 Berichte über die ICCG 10,**

San Diego 16.-21. August 1992

Gut ausgewählt war er, der Tagungsort San Diego und das Tagungshotel in einer wunderschönen Lage an der Hafengebucht. Die Tagung war ausgezeichnet organisiert, im Vorfeld wie auch während der Tagungswoche. Man war sehr bemüht, den Gästen in jeder Weise behilflich zu sein. Dafür gebührt den Organisatoren ein herzliches 'Danke'. Naturgemäß muß man auch einige Dinge kritisch sehen, was aber nicht überbewertet werden soll und auch nur die persönliche Auffassung des Verfassers darstellt.

Erstaunlich war, daß die Industrie-'Exhibition' nur von einer geringen Zahl von Ausstellern wahrgenommen wurde, wobei man davon ausging, daß in den USA, wo sich viele Firmen mit der Kristallzucht und ihrer Peripherie beschäftigen, ein größeres Kontingent vertreten sein würde. Woran das liegt?

'Invited Talks' sind wie schon seit Jahrzehnten ein Kapitel für sich. Auf einen Nenner gebracht: wer etwas Neues hören wollte, sollte nur Kurzvorträge besuchen. Ich könnte mir vor-

stellen, daß man das Thema 'Übersichtsvorträge'-'Invited Talks' auch anders gestalten könnte und sich nicht nur anhört, was zum größten Teil schon veröffentlicht war. Allerdings gilt auch hier: Ausnahmen bestätigen die Regel.

Vor allen Dingen hat der immer stärker ausgeprägte Hang zu Abkürzungen gestört. Beispiel: In einem 'invited talk' über Züchtung und Eigenschaften von Laserkristallen zeigte der Vortragende Absorptionsspektren verschiedener Materialien mit der Bezeichnung 'BYF', 'KYF' u.ä. Auf meine Frage, was 'BYF' bedeute, wußte der 'invited speaker' nicht, um welche Substanz mit ihrer chemischen Formel es sich handelte und verwies mich an eine andere Person, die darüber Auskunft geben könne. Im übrigen 'BYF' =  $BaY_2F_8$ . Solche elementaren Mängel dürften gerade bei einem Übersichtsvortrag nicht vorkommen, ein Beispiel, was allerdings nicht typisch für Übersichtsvorträge war.

Die im 2. Zirkular angekündigten Poster waren natürlich nicht alle vertreten, aber die hohe Quote von 'Leerstellen' war schon erstaunlich. Eine Reihe von Postern zeichnete sich durch einen hohen Standard aus; jedoch gab es auch erschreckende Beispiele. Eines fiel in dieser Hinsicht besonders stark auf. Das Bild des 'Contributors' (es war von allen Posterausstellern gefordert) sowie die Landschaftsaufnahme seines Heimatlandes nahmen flächenmäßig wie inhaltlich einen größeren Raum ein als der wissenschaftliche Beitrag.



Bild 1: Unser Vorsitzender in angeregter Diskussion mit J. Wilkes zu Wachstumsproblemen des Siliziums; aber sie 'blieben auf dem Teppich' (S. auch Bericht von H. Wenzl über die ISSCG 8).

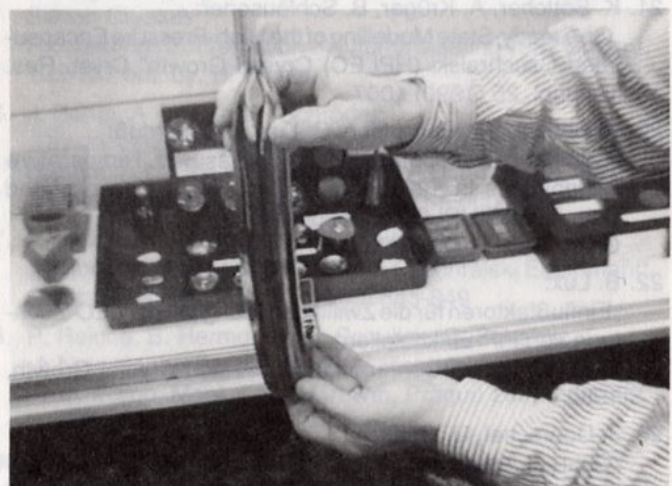


Bild 2: H. Wenzl mit einer 'Silizium-Banane', ein Lieblingsthema von J. Wilkes



Bild 3: Nach den intensiven Gesprächen ein Erinnerungsfoto vor dem Tagungsgebäude (v.l. H. Wenzl, H. Walcher, J. Wilkes)

Leider erhalten die Teilnehmer an der ICCG-10 erstmals keinen Tagungsband der veröffentlichten 'Papers'. Bei dem hohen Tagungsbeitrag hätte man das erwarten können. Hätte man sich nicht die täglichen Ausgaben für diverse, kostenlose Frühstücksbuffets und Lunches für die Chairmen sparen können und dies der Allgemeinheit in Form von Tagungsbänden zukommen lassen können?

Die Tagung war insgesamt ein Erfolg, besonders wenn man an die vielen Diskussionen mit ausländischen Kollegen außerhalb der Vorträge denkt – eine Kommunikationsmöglichkeit von unschätzbarem Wert.

Zur Statistik: 641 registrierte Teilnehmer und 100 Begleitpersonen aus 33 Ländern.

Argentina	1
Australia	1
Austria	3
Belgium	1
Brazil	1
Bulgaria	1
Canada	8
China PR	21
China RO	1
Czechoslovakia	3
Denmark	3
Egypt	1
France	18
Germany	41
Hong Kong	1
Hungary	2

India	8
Israel	6
Italy	6
Japan	138
Korea	7
Latvia	1
Mexico	1
Netherlands	18
Poland	3
Romania	1
Russia	25
Spain	7
Sweden	3
Ukraine	7
United Kingdom	33
USA	264

F. Wallrafen

### 5.1.1

Die Konferenz wurde eröffnet mit einem eingeladenen "plenary talk" von D.T.J. Hurlle (UK) zum Thema "Dynamics, Stability and Control of Czochralski Growth". Nach historischer Einführung von Czochralski-Verfahren, für dessen eigentliche Geburtsstunde für die Kristallzüchtung 1943 verbunden mit dem Namen Little benannt wurde, erläuterte Don Hurlle die wesentlichen physikalischen Vorgänge, die die Dynamik des Systems beherrschen. Dies sind im wesentlichen die Form des Schmelzmeniskus und der Wärmehaushalt, die beide den Durchmesser des wachsenden Kristalls bestimmen. Es wurden die zugehörigen mathematischen Zusammenhänge formuliert, mit denen die „Antwort“ des Kristalls auf eine Variation der Temperatur und Ziehgeschwindigkeit erhalten werden kann. Anschließend wurde die Umsetzung dieser Kenntnisse und deren Eingabe in ein automatisches Durchmesserregelungssystem beschrieben und mit einigen Beispielen belegt.

Insgesamt ein – wie von Don Hurlle gewohnt – inhaltlich auf hohem Niveau stehender, interessanter Vortrag - vielleicht für einige im Plenum etwas trocken als Eröffnungsvortrag.

### Silicon Growth (Session 1C)

Der Vortrag „Point Defect, Carbon and Oxygen Complexing in Polycrystalline Silicon“ von J.P. Kalys/Mobil Solar Energy Corp. befaßte sich mit der Herstellung (EFG) von polykristallinem Si für Solarzellen und den dabei auftretenden Punktdefekten.

Im Beitrag „Characterization of Interstitial Oxygen Striations in Si-Single Crystals“ wurden Ergebnisse mit einem kürzlich entwickelten „micor-FTJR mapping System“ gezeigt, mit denen neue Erkenntnisse über das Auftreten von O<sub>i</sub>-Präzipitaten und anderer Kristalldefekte gewonnen wurden.

Ebenso mit Defektcharakterisierungsmethoden befaßten sich die beiden folgenden Beiträge: „Detection of Microdefects near Surface and Inside of Ultrathin Semiconductor Crystals by Light Scattering and Interference Methods“ (K. Moriya, H. Woda und K. Hirai/Mitsui Mining, Japan).

Dann folgten einige mehr kristallzüchtungsrelevante Beiträge über Transportvorgänge beim Czochralski-Verfahren von Si: „Characteristics of a Crystal Temperature in a Czochralski Puller – Comparison between Simulation and Experiment“ (T. Fujiwara, ..., S. Kobayashi et al./Sumitomo Metal, Japan);

„In-Situ Observation of Surface Tension Driven Flow on the Molten Si Surface“ (K. Kakimoto, ..., T. Hibiya et al./NEC, Japan);

„In-Situ Observation of the Convection on the Surface of Si-

Melt" (H. Yamagisky et al./Shin-Etsu, Japan). Hier wurde über das Auftreten von „irregularly shaped black band images“ auf der Si-Schmelze berichtet (Marangoni-Konvektion) und ihre Beeinflussung durch verschiedenartige Magnetfelder.

Den Anschluß der Sitzung bildeten Beiträge von T.F. Cisek et al. (National Renewable Energy Lab., USA) über „Growth of Thin Crystalline Si-Layers for Photovoltaic Device Use“ mit Cu als Lösungsmittel, der einzige (!) deutsche Beitrag zur Si-Sitzung von meinen Kollegen H.P. Strunk und M. Albrecht (Universität Erlangen-Nürnberg) über „Misfit Dislocation Formation and Interaction in Ge on (001) Si“ mit großem Anwendungspotential im Hinblick auf GaAs auf Si – und V.V. Voronkovs (Moskau) Beitrag über Punktdefekte in Si.

**Kommentar:** Nur japanische Beiträge zu züchtungsrelevanten Themen von Si, keine Beiträge über irgendwelche Neuentwicklungen zur Si-Züchtung (hier ist vermutlich die Sorge zu groß, daß Konkurrenten Vorteile aus einer Publikation gewinnen könnten.) Si spielt demzufolge keine Führungsrolle in der veröffentlichten Kristallzüchtungsforschung.

#### III-V-Bulk Growth (Session 2C)

R. Fornari (Maspec, Italien) eröffnete die Sitzung mit einem eingeladenen Überblicksvortrag „Advances in Preparation of GaAs and InP Crystals by LEC Method“, wobei in seinem Beitrag die Zwillingsbildung bei InP eine besondere Betonung erfährt.

Es folgen dann im weiteren durchweg „echte“ Kristallzüchtungsbeiträge. So bleibt Dave Bliss (Hanscom Air Force Base, USA) weiterhin dabei, sein Czochralski-Verfahren mit anfänglichem Flachsulterauswachsen ohne Ziehen als Kyropoulosverfahren zu bezeichnen („MLEK Crystal Growth of (100) InP“). Andy Jordan (AT+T, USA) hat wieder einmal eine Gelegenheit benutzt (mit Recht), auf die Vorzüge des Vertical-

Bridgman-Verfahrens für GaAs mit eindrucksvollen Züchtungsergebnissen hinzuweisen. Die größte Aufmerksamkeit haben sicherlich (nicht zu Unrecht) die 4" (320 mm lang) und 6" (170 mm lang) GaAs Kristalle von Hitachi, Japan, vorgeführt von T. Suzuki, auf sich gezogen. In diesem Beitrag wurde nicht nur „Größe“, sondern auch sorgfältiges wissenschaftliches Arbeiten zur Erforschung des Polywachstums vorgeführt.

Mit dem Beitrag „Heat Transfer During GaAs Growth of Bulk Single Crystal by the Liquid Encapsulated VB Technique“ haben Okano, Hoshikawa und Fukuda (Tohoku Universität Sendai, Japan) ihre Stellung als eine der führenden universitären Kristallzüchtungsgruppen untermauert.

Den Bezug zu Bauelementeeigenschaften (MESFETs) in Abhängigkeit von GaAs Züchtungsbedingungen (LEC) stellte Saito (Toshiba, Japan) her. Ergebnisse zu GaAs und CdTe mit einem weniger gebräuchlichen Verfahren (Vertical Zone Melting) präsentierte die Gruppe Henry et al. vom Naval Res. Lab., Washington, USA.

**Anmerkung:** Die Sitzung 3C über III-V Mischkristalle, GaSb-Züchtung und Charakterisierung konnte ich wegen unglücklicher Überschneidung mit anderen Parallelsitzungen nicht verfolgen.

**Kommentar:** die III-V Volumenkristallzüchtung (GaAs, InP und Mischkristalle) wurde bezüglich des neuesten technischen Standes im wesentlichen repräsentiert und spielt damit weiterhin das Zugpferd für die F+E Arbeiten zur Kristallzüchtung von Schmelzen mit kleiner Prandtl-Zahl.

#### Convection and Segregation (Session 4A)

Die Sitzung wurde eröffnet mit einem sehr schönen und klaren eingeladenen Vortrag von J.J. Favier (CEN, Grenoble) in dem er die Stärken des Grenzschichtmodells zur Beschreibung

# Lassen Sie Ihre Probleme unsere Sorge sein !

Wenn es um Anlagen für die Kristallzüchtung, um spezielle thermische Prozesse und Präzisions-Steuerungsaufgaben für diese Bereiche geht, sind wir Ihr kompetenter Partner.

Wir konstruieren Anlagen für die Kristallzüchtung ...

Wir kennen uns aus in Sachen Zonenschmelzanlagen und Anlagen für die allgemeine Wärmebehandlung von Feststoffen und Gasen unter Vakuum, Schutzgas oder oxidierender Atmosphäre ...

Wir entwickeln komplexe Baugruppen mit hohem mechanischem Anteil zur Steuerung von Prozeßbewegungen und Erfassung von Temperaturprofilen ...

Unsere Spezialitäten sind Verschlußflansche für Prozeßrohre und kundenspezifisch spezialisierte Baugruppen für die Vakuumtechnik ...

... und wenn Sie Ihre Anlage in Ihren eigenen Werkstätten selbst bauen möchten, vermitteln wir Ihnen gerne das Know-how und übernehmen auf Wunsch die Projektierung, die Durchführung und alles, was Ihnen Probleme bereiten könnte - das lassen Sie unsere Sorge sein !

INNOVATIVE PHYSIKALISCHE TECHNOLOGIEN

**IPT**

verschiedenster Segregationsphänomene demonstriert.

Es folgten eine numerische Untersuchung „Analysis of the Bridgman Growth of Semitransparent Crystals“ von Brandon and Derby (Univ. Minnesota, USA), ein Vergleich von Experimenten und numerischer Simulation zum Thema „Radial Segregation in Floating-Zone Crystal Growth“ von Lan und Kou (Univ. Wisconsin, USA), die numerische Simulation von Konzentrationsverteilungen um einen in einer Lösung wachsenden Kristall herum (Garcia-Ruiz und Otorola, Univ. Grenada), eine experimentelle Untersuchung zu „Characterization of the Onset of Turbulence in Liquid Tin in a Bridgman Configuration“ (Knuteson, Fripp et al., NASA Center and Univ. Florida).

**Kommentar:** Ein gewohnt gewichtiger Beitrag von Bob Browns Gruppe (MIT) fehlte diesmal – trotz Anmeldung eines papers. Vielleicht wollte er sich auf das nächste Meeting (1993) über Computer Modelling in Crystal Growth konzentrieren.

#### Convection and Convective Instabilities (Session 5A)

Der eingeladene Eröffnungsbeitrag von Sam Corriell et al. (National Inst. of Standards and Technology, USA) zum Thema „The Effect of Gravitational Modulation on Thermosolutal Convection During Crystal Growth“ erweckte bei mir wieder einmal den Eindruck, daß die Autoren mehr an eleganten mathematischen Lösungen von Gleichungen interessiert sind, die u.a. auch in den Materialwissenschaften eine Rolle spielen, als an konkreten Ergebnissen zur Kristallzüchtung. Ich habe etwas den Vergleich mit konkreten experimentellen Ergebnissen vermißt.

Sehr konkreten Bezug haben die Arbeiten von Carlberg (Schweden), der sich seit Jahren mit Marangoni Konvektion in Floating Zone Anwendungen befaßt. Motakef berichtete über ein konkretes Problem bei der Züchtung von HgCdTe („Convective Instabilities During Directional Solidification of Pseudo-Binary Systems“). Von der Clarkson Universität Potsdam (Wilcox et al.) kamen zwei Beiträge: „Flow Mode Transitions During Crystal Growth in a Centrifuge“ rein numerisch (noch?) ohne Bezug zu Experimenten und „Directional Solidification with ACRT“ (experimentelle Ergebnisse zur Striationbildung bei ACRT).

Interessante neue Ergebnisse (experimentell und numerisch) wurden von A. Ostrogorsky (Columbia Univ., USA), dem Erfinder der neuen Kristallzüchtungsmethode SMH vorgestellt: „Convection and Segregation During Growth of Ge and InSb Crystals by the Submerged Heater Method“. Nach dem Beitrag von Nicoara (Timisoara, Rumänien) über „Heat Transfer Analysis and Structural Perfection of Shaped Semi-Transparent Crystals“ wurde von Dieter Hofmann über eine Arbeit aus unserem Kristalllabor berichtet „Growth of 2“ Ge:Ga Crystals by the Dynamical VGF Process and its numerical Modelling Including Transient Segregation“. In diesem Beitrag sollte gezeigt werden, daß es erstmals möglich war, aufgrund berechneter Wärmeübertragungsbedingungen eine konvexe Phasengrenze bei VB definiert einzustellen.

Daran schloß sich noch ein Beitrag einer europäischen (!) Si-Kristallzüchtungsfirma an. Andrea Virzi (MEMC, Meran) berichtete über eine „Numerical Study of Czochralski Full Process Thermokinetics“.

**Kommentar:** Die Sitzung war interessant, lebhaft und hat mir gut gefallen – nicht nur weil ich Co-Autor von zwei Beiträgen und Chairman war.

G. Müller

#### 5.1.2 Bericht über die Sitzung 6D: Aqueous Solution I (Bio-material)

In der Sitzung mit dem Thema Kristallisation von biologischen Materialien (Proteine, Enzyme, Viren etc.) wurde die Notwendigkeit der interdisziplinären Zusammenarbeit zwischen Biologen und Züchtern anorganischer Kristalle besonders herausgestellt. Nach wie vor ist die Kristallzüchtung die Schlüsselmethode zur Strukturaufklärung der Proteine mit der Zielsetzung, durch Steigerung von Größe und Qualität (Mosaikstruktur) das Auflösungsvermögen beider Röntgenfeinstrukturanalyse zu erhöhen.

In seinem Einführungsvortrag „Towards an Understanding of the Precrystallization and Early Stages of Crystal Growth of Biological Macromolecules“ wies R. Giegé (Inst. de Biologie Moleculaire et Cellulaire du CNRS, Strasbourg) auf die wichtigen Faktoren und Parameter wie Reinheit und Homogenität der Proteinlösungen hin, die das Kristallwachstum von Proteinen beeinflussen. Bereits bei 1% Degradation der Moleküle wird keine Kristallisation mehr beobachtet. Über Lichtstreuungsverfahren ist man heute in der Lage, die einzelnen Stufen der Keimbildungs- und Wachstumsprozesse zu untersuchen und danach die zur Züchtung „großer“ Kristalle (bis zu einem Millimeter) relevanten Parameter zu optimieren. So versucht man heute, nach der Keimbildungsphase die Übersättigung so einzustellen, daß ein Weiterwachsen ohne Neukeimbildung und unter Unterdrückung der Kristallmultiplikation möglich ist. Zum Verständnis des Kristallisationsprozesses seien allerdings noch weitergehende physikalische Studien erforderlich.

F. Rosenberger (Univ. of Alabama in Huntsville) berichtete über Wachstum und Auflösungskinetik von Lysozym in einer temperaturkontrollierten Kristallisationszelle. Dabei konnte über hochauflösende Elektronenmikroskopie die Echtzeitentwicklung von Grenzflächenphänomenen mit einer Tiefenauflösung von 300 Å studiert werden. Es wurde festgestellt, daß die Ausbreitungsgeschwindigkeit von Makrostufen vom Übersättigungsgrad in einer Weise abhängt, wie sie auch bei anorganischen Kristallen beobachtet wird. Jedoch erfordern vergleichbare Wachstumsraten eine um mehrere Größenordnungen höhere Übersättigung.

Der Vortrag von A. Malkin und A. McPherson (Univ. Calif., Riverside) beinhaltete Untersuchungen zum Keimbildungsverhalten bei der Kristallisation des Satellite Tabak-Mosaikvirus (STMV). Bei zu hoher Übersättigung der Lösung bilden sich schlagartig große Aggregate von mehreren tausend Viruspartikeln, weshalb die gezielte Keimbildung übersorgfältige Kontrolle der Übersättigung erfordern muß. Das weitere Wachstum der STMV-Kristalle ist stärker durch Volumen-diffusion begrenzt als durch die Kinetik von Oberflächenvorgängen. Die Ergebnisse, im wesentlichen über quaielastische Lichtstreuung mittels Photonen-Korrelations-Spektroskopie erzielt, demonstrieren die Nützlichkeit dieser Methode.

R.C. de Mattei und R.S. Feigelson (Stanford Univ.) berichteten über neuartige Methoden zur Kontrolle der Keimbildung bei der Proteinkristallisation. Da die Löslichkeitsdiagramme der Proteine Canavalin und Lysozyme eine starke Abhängigkeit der Löslichkeit von der Temperatur aufweisen, machten die Autoren sich diese Eigenschaft zunutze und entwickelten einen „Thermonucleator“, indem die Keimbildung von einer kälteren Stelle ausgehend erfolgt. Eine weitere Methode arbeitet mit einem variablen Temperaturgradienten und mit Keimkristallen. Es ist möglich, die beiden Verfahren für die Optimierung der Proteinkristallisation zu vervollkommen.

Die Ergebnisse solcher Entwicklungen, gestützt durch numerische Rechenverfahren zum Modellieren intermolekularer Kräfte, werden für eine einfachere biologische Moleküle bereits zur industriellen Nutzung bereitgestellt, wie M. MacCalman (Univ. of Strathclyde) berichtete. Dabei geht es zunächst um die Herstellung solcher

Kristallmorphologien, die z.B. für das Pressen von Tabletten und ihren Zusammenhalt von Bedeutung sind. Der Einfluß der Kristallisationsparameter auf die Morphologie von Cholesterinmonohydraten und die Herstellung geordneter Makrodefekte in porösen anorganischen Salzen waren Themen weiterer Vorträge (F.C. Voogtetal., Univ. Nijmegen; S. Halasz, Ungarische Akademie der Wissenschaften).

R.C. De Mattei ging schwerpunktmäßig auf die Möglichkeit der Nutzung der Mikrogravitation für die Proteinkristallisation ein. In den Vorträgen zuvor (Giegé, Rosenberger) und in den Diskussionen war diese Thematik bereits angesprochen worden. Dabei war die Feststellung bedeutsam, daß in den bisher durchgeführten Weltraumversuchen, unabhängig von der eingesetzten Methode, stets um die 20% der unter annähernder Schwerelosigkeit gezüchteten Kristalle deutlich besser als unter vergleichbaren Bedingungen auf der Erde wachsen. Modellexperimente in Kapillaren mit dem Protein Isocitratlyase zeigten, daß das auf der Erde beobachtete dendritische Wachstum der Kristalle nicht auf Sedimentationseffekten sondern auf zu hoher Übersättigung der Lösung beruht. Der Grund dafür ist die stark erhöhte Abdampfrate des Lösungsmittels abhängig von der Tropfengröße bzw. -form in der Kapillare. Diese Ergebnisse unterstreichen die von Feigelson bereits 1985 angeregte Notwendigkeit der engen interdisziplinären Zusammenarbeit zwischen Biologen und Kristallzüchtern, deren Erfolge aufgrund systematischen Studiums der grundlegenden physikalischen Effekte langsam sichtbar werden.

In diesem Zusammenhang ist der auch ästhetisch hervorragende Videofilm von S. Durbin (Carlton College, Northfield, MN, USA) über die In-situ Beobachtung des Kristallwachstums von Lysozym mit Hilfe einer abgewandelten Raster-Kraft-Mikroskopie zu erwähnen. Obwohl die angestrebte hohe Auflösung bisher noch schwierig ist, war die Aggregation der Proteinmoleküle, ihre Anlagerung an die Kristalloberfläche und die Bildung von Defekten, die manchmal überwachsen und ausgeheilt werden, sehr deutlich zu beobachten.

H.J. Sprenger

## 5.2 Bericht über die International Summer School on Crystal Growth 8 in Palm Springs, California, 9. bis 15. August 1992

Die Temperatur lag so etwa um die 40°C als Edith Bourret, Lynn Boatner und Ken Jackson die ISSCG8 am Sonntag am Swimming Pool im Kreis von rd. 150 Teilnehmern, inmitten der Oasenlandschaft von Palm Springs, umgeben von kahlen, hohen Bergen, einläuteten. Drinnen, im „Salon“, dem Vortragsraum, war's aber gut gekühlt, und warme Kleidung war angebracht.

Lynn Boatner begann die Schule mit einer brillanten Vortragstour durch den ganzen Kristallzuchtzirkus mit seinen vielfältigen Verfahren. Er zeigte viele Kristalle und wagte es, all die schönen Stücke herumgehen und betasten zu lassen. Am eindruckvollsten war für mich die Beschreibung des „submerged sparc“ Ofens, in dem in Oak Ridge hochschmelzende Oxide wie in einer Vulkanschmiede in einer funkensprühenden Schmelze wachsen, die von drehstromdurchsetzten Graphitelektroden geheizt wird und auf einer wassergekühlten Kruste des eigeigen Materials ruht.

Ken Jackson, der Erfinder des Alpha-Faktors, der den Rauheitsgrad von Kristallwachstumsflächen kennzeichnet, gab eine gekonnte Einführung in die moderne Theorie des Kristallwachstums. Er diskutierte die immer wieder erstaunliche Frage, wie Atome sich an der Grenzfläche zwischen Schmelze und Kristall für eine dieser beiden kondensierten Phasen entscheiden können. Den Atomtransfer zwischen Flüssigkeit

und Kristall kann man durch numerische Lösung der Newtonschen Bewegungsgleichung auf Großrechenanlagen simulieren und auf diese Weise Einblick in das atomare Geschehen beim Wachsen eines Kristalls aus der Schmelze gewinnen. Dabei beobachtet man charakteristische Unterschiede im Verhalten der Atome bei Verwendung unterschiedlicher interatomarer Potentiale. Bei Lennard-Jones-Wechselwirkung laufen die Atome ungebremst in die Kristallisationsplätze. Beim Stillinger-Weber-Potential, bei dem auch 3-Körperwechselwirkung berücksichtigt wird, bewegen sich die Atome erst einmal eine gewisse Strecke in der Grenzfläche, ähnlich wie im Volumen, bis sie einen geeigneten Kristallisationsplatz gefunden haben. Dementsprechend kann man zwei Typen von Materialien im Hinblick auf die Kristallisationskinetik unterscheiden. Die eine Klasse umfaßt Materialien mit niedriger Schmelzentropie (Metalle, Edelgase, „plastische“ Kristalle), bei denen keine Aktivierungsbarriere für Kristallwachstum auftritt. Solche Substanzen können nicht einmal durch Tieftemperaturaufdampfung in den amorphen Zustand gebracht werden. Zur anderen Klasse gehören z.B. die Halbleiter, Molekülkristalle und Polymere. Bei diesen gibt es eine Aktivierungsbarriere für Kristallisation, die der für Diffusion in der Flüssigkeit entspricht.

Prof. Robert Sekerka gab eine Vorlesung über Komponenten-segregation und morphologische Stabilität beim Kristallwachstum binärer Systeme. Die Kriterien der morphologischen Instabilität ebener Wachstumsflächen wurden in verschiedener Weise definiert und gezeigt, daß die Anwesenheit einer Lösungskomponente in der Schmelze eine destabilisierende Wirkung auf ebene Phasengrenzflächen haben kann, selbst wenn der Temperaturgradient eine stabilisierende Richtung besitzt (in die Schmelze hinein wird's heißer). Beim klassischen „Tiller-Kriterium“ wird nur überprüft, ob die Flüssigkeitsgebiete kurz vor der Wachstumsfläche übersättigt sind („konstitutionelle Unterkühlung“). Dazu benötigt man Informationen über Phasendiagramm und Temperatur und Konzentrationsverlauf in die Schmelze hinein. Die klassische Mullins-Sekerka Analyse betrachtet die zeitliche Entwicklung einer sehr kleinen Gestaltsvariation der sich bewegendenden Wachstumsfläche, um zu einem linearen Stabilitätskriterium zu kommen.

Beim Kristallwachstum entwickeln sich Gestaltsänderungen der Wachstumsfläche oft in extrem nichtlinearer Weise. Die modernen Theorien sind weit entfernt von einer realistischen Beschreibung dieser komplexen Vorgänge, bei denen Transportvorgänge und kristallographische Einflüsse zusammenwirken (s. unten über J. Wilkes' Lecture!). Ganz kompliziert wird es, wenn es beim Wachstum zu Zellbildung, Versetzungsbildung oder zu Ausscheidungen kommt.

Dies ist ein dankbares und eifrig beackertes Gebiet für geistreiche Theoretiker („nichtlineare Dynamik“) und für Computersimulatoren („Gestaltbildung in getriebenen Systemen“), und es ist von extremer Bedeutung für die Praxis der Kristallzucht.

John Weeks führte das Thema der Gestaltbildung (Pattern Formation) beim Kristallwachstum weiter. Er diskutierte die klassischen Mikroskop-Experimente mit gefärbtem  $\text{CBr}_4$  als binärem System, in denen man ganz anschaulich den Aufstau des gelösten Farbstoffs vor der Wachstumsfläche und die Gestaltumwandlungen der zunächst ebenen Phasengrenze bei sich steigender Wachstumsgeschwindigkeit beobachten kann. Er diskutierte das mathematische Problem der sich bewegendenden Grenzfläche und zeigte, welchen entscheidenden Einfluß numerisch kleine (Gibbs-Thomson) Terme auf die Gestaltbildung haben können. Er diskutierte außerdem die verschiedenen theoretischen Ansätze, die man heute zur Beschreibung der zeitlichen Entwicklung einer Wachstumsfläche auf verschiedenen Längenskalen einsetzen kann.



Don Hurl griff die Themen Lynn Boatners wieder auf und sprach über Melt Growth of Single Crystals, vor allem im Hinblick auf die AIII-BV Halbleiter und Silicium. Bridgman, Czochralski und Schmelzzonen-Verfahren wurden analysiert und bewertet. Die Regelproblematik beim inhärent instabilen Czochralski-Verfahren wurden diskutiert, ein Thema, das Don Hurl bei seinem Einführungsvortrag bei der ICCG-Tagung in San Diego wieder aufgriff. Vermutlich hätte er in Palm Springs eine aufnahmebereitere Zuhörerschaft für dieses sehr technische Thema gehabt, als bei der Mammutzuhörerschaft in San Diego. Versetzungen bilden sich in verdünnten Ge-Ga-Legierungen beim CZ-Züchten durch Ga-Tröpfchenbildung als Folge konstitutioneller Unterkühlung an Mikrofacetten, meinte er. Das Thema der Versetzungsbildung wurde leider weder von Hurl noch von anderen Dozenten gründlich durchgesprochen. So ist z.B. Ken Jackson fest davon überzeugt, daß sich Versetzungen infolge von Partikeleinbau bilden (wir reden hier über die Wachstumsversetzungen, nicht über Versetzungen, die durch Versetzungsmultiplikation im (thermischen) Spannungsfeld hinter der Wachstumsfront im abkühlenden Kristall entstehen können).

Jeffrey Derby sprach über Convection During the Growth of Single Crystals from the Melt, führte die Navier-Stokes Gleichungen ein und rekapitulierte schließlich die wichtigsten dimensionslosen Kennzahlen des Wärme und Materialtransports in Kristallzuchtschmelzen. Für die meisten Materialien kann man sich als Faustregel merken, daß das Temperaturfeld in einer binären Flüssigkeit nur wenig, das Konzentrationsfeld aber stark von Strömungen beeinflusst wird. Zur Beschreibung des Materialtransports zwischen Schmelze und Kristall führt man oft das Konzept einer schmalen Diffusionsgrenzschicht ein, die von der Strömungsgeschwindigkeit abhängt. Der effektive Segregationskoeffizient ergibt sich dann aus der berühmten Burton-Prim-Slichter Formel. Numerische Simulationen auf Großrechnern zeigen allerdings, daß dieses Grenzschichtkonzept nur für eine sehr grobe Abschätzung verwendet werden kann.

Trotz des relativ geringen direkten Einflusses von Strömungen auf das Temperaturfeld und damit auf die Wachstumsflächengeometrie ist es doch oft möglich, diese Geometrie durch geschickte Überlagerung von thermischer und erzwungener Konvektion zu optimieren. Heutzutage stehen weitere, meist aufwendige Methoden zur Verfügung, um Strömungen zu beeinflussen: Mikrogravitation, Zentrifugen, Magnetfelder, Tiegeleinsätze. Konvektion ist allerdings nur einer von vielen Mitspielern bei der Kristallzucht.

Robert Roth diskutierte die Höhen und Tiefen der Phasendiagrammbestimmung in Ceramic Systems. Anhand vieler Beispiele zeigte er die erstaunlichen Veränderungen, die Phasendiagramme von Oxiden im Laufe der Zeit durchlaufen haben. die Hochtemperatursupraleiter brachten endlich wieder 'some juice into the equilibrium studies and even crudely constructed diagrams based on very little experimental data can be of value' für den Kristallzüchter ... wie wahr! Und noch einige Ratschläge dieses excellenten Praktikers: 'Go to precursors and do not use only element mixtures to get samples at low T', und 'LiMoO<sub>3</sub> is a universal solvent for many oxide systems' ... hoffentlich habe ich das nicht mißverstanden. Ich hab's nicht nachgeprüft!

Groß und rundlich trat Patrick Gallagher an den Folienprojektor und gab eine hervorragende Vorlesung über Thermoanalyse. Er wies auf zahlreiche experimentelle Tricks hin, wie man z.B. aus einem Thermogravimeter mit Hilfe eines Magneten ein Thermomagnetometer machen kann. Beim Studium von Festkörperreaktionen magnetischer Materialien kann man damit

Monolagen-Auflösung erreichen. Es gibt eine Vielzahl thermoanalytischer Methoden, mit denen man ein umfassendes Bild von den Reaktionen und Phasenumwandlungen eines Kristallzuchtsystems gewinnen kann. Allerdings sind sie nur selten in einem Instrument vereint. Gallagher stellte sie alle vor und erläuterte an vielen Beispielen, welche Bedeutung sie für die Kristallzucht besitzen.

Einen glänzenden Vortrag hielt Daniel Rytz über Single Crystals for Non-linear Optical Applications. Für viele optische Geräte, in denen man blau-grünes Licht benötigt, werden heute nichtlineare optische Materialien neu entdeckt. Nichtlineare Kristalle, wie z.B. KNbO<sub>3</sub>, können niederfrequentes Pumplicht in blaues Licht umwandeln. Von besonderer Bedeutung für die Ausbeute ist dabei eine optimale Phasenanpassung der beiden Lichtsorten. Die Kristalle werden aus Hochtemperaturlösungen nach oben herausgezogen. Mit Hilfe einer Wägemethode, unterstützt durch stark ausgeprägte seitliche Facettierung, läßt sich die Züchtung vollautomatisch durchführen.

Auf ähnliche Weise lassen sich elektro-optische Kristalle, z.B. SrTiO<sub>3</sub>, züchten, in denen man Hologramme in Form von Raumladungen speichern kann.

Einen begeisterten Vortrag hielt John Wilkes über die Czochralski Züchtung von „mittelgroßen“ [111] Si-Kristallen. Er hatte einen umfangreichen Satz von Kristall-exemplaren mit, darunter einen bananenförmigen Kristall. Er hielt uns die Stücke der Reihe nach vor die Augen und fragte: what does this crystal tell us? Can you hear it? Und der Kristall erzählte uns, wie er seine Wachstumsflächengeometrie findet, indem er die Einflüsse der Crystal Habit, „C-H“, (Grenzflächenenergie, Facettierung) und des Thermal Field, „T“, optimalsiert und, wenn der Kristallzüchter die Kristallorientierung (auf 0.1 Grad genau) und das T-Feld (unter Nutzung des Einflusses der Kristallrotation) gut zubereitet hat, in die zero-dislocation mode ein-locked.

Bei Variation des Durchmessers durch T-Änderung der Schmelze oder Änderung der Ziehgeschwindigkeit kann es vorkommen, daß der Kristall in eine Wachstumsmode mit Versetzungen übergeht. Wie bei anderen Vorträgen auch, konnte J. Wilkes nicht im Detail erklären, woher die erste Versetzung kommt (K. Jackson würde sagen: ausgelöst durch Partikel; Ch. Frank könnte auf seine These der Leerstellen- oder Zwischengitteratom-Kondensation zurückkommen). Einwachsende Versetzungen haben im Querschnitt keine „Davidstern-Symmetrie“, während Gleitversetzungen diese charakteristische Symmetrie aufweisen.

Der Bedarf von [111]-Si-Kristallen zeigt eine höhere Steigerungsrate als der von [100]-Kristallen, allerdings bei wesentlich niedrigerer Gesamtmenge. Cz und FZ Verfahren konkurrieren miteinander, vor allem um den Markt der Leistungshalbleiter. Mit einigen Behauptungen war ich nicht einverstanden, aber insgesamt war dies für mich einer der Höhepunkte der Sommerschule.

Klaus Bachmann redete über Verbindungshalbleiter mit großer Energielücke, wie z.B. SiC, GaP, ZnSe. In seinem Vortrag verstand er es meisterlich, Physik, Thermodynamik und Kristallwachstum dieser Systeme zu einer wohlgeschmeckenden Gehirnsspeise zusammenzustellen. Die von Bachmann diskutierte Ziegler-Laning-Theis-Weyrich (Siemens)-Methode der SiC Kristallzucht wurde dann später, bei der ICCG in San Diego, von der Westinghouse-Gruppe in beeindruckender Weise ergänzt, die durch eine Art Ziehverfahren mit Gasphasentransport von unten her (modifizierte Lely-Methode) Kristalle mit 5 cm Durchmesser herstellen konnten. Bachmann diskutierte auch die von der Bell-Gruppe entwickelten Hochdruck-Bridgmann-Methoden (Gault, Clemens, Monberg), mit denen bisher von anderen noch nicht erreichte InP, GaAs oder GaP Kristallgrößen gezüchtet wurden. Trotz ihres Erfolges

konnte sich AT&T nicht durchringen, diese Arbeitsgruppe aufrechtzuerhalten. Man denkt dabei auch an Wacker-Chemitronic, den Untergang der so erfolgreichen Wiese-Truppe dort und ans liebe Geld.

Bachmann besprach auch die grundlegenden Einflüsse der Kristalleigenschaften auf p-n Bauelementeparameter, diskutierte die Probleme, die mit Wärmeumsatz und Kristallwärmeleitfähigkeit zusammenhängen und landete schließlich am Ende bei der (chemical beam) Epitaxie und den Problemen der Antiphasengrenzenbildung bei der Epitaxie der Zinkblende-Halbleiter. Er diskutierte auch kurz die Defektthermodynamik in Al-dotiertem ZnSe. Dieses Thema der Defektthermodynamik war dann auch der Schwerpunkt bei meinem eigenen Vortrag:

H. Wenzl und W.A. Oates: Defect Thermodynamics for AIII-BV Compound Crystal Growth Processes. Mit Hilfe von großen Rechenanlagen ist es heute möglich geworden, die verschiedenen totalen und partiellen thermodynamischen Defektgleichgewichte im Verlauf eines Kristallzüchtungs- oder Temperungsprozesses numerisch zu modellieren. Auf diese Weise kann man einen realistischen Zusammenhang zwischen Kristalleigenschaften bei Zimmertemperatur und Züchtungsbedingungen herstellen, selbst wenn ein komplexer Satz von über zwei Dutzend Defekten vorliegt.

Leider mangelt es an realistischen Defektbildungsenergien, so daß die Computersimulation selbst der GaAs oder InP KZ-Vorgänge noch recht hypothetisch bleiben muß. Beim Durchspielen der hypothetischen Fälle und dem Vergleich mit dem Experiment kommt man jedoch zu wesentlichen Erkenntnissen, z.B.: die gegenwärtigen Defekttheorien für GaAs erzeugen Defektbildungsenergien, die um den Faktor 2 oder mehr zu hoch zu sein scheinen; es ist sehr unwahrscheinlich, daß  $\text{El}_2$  in GaAs ein Defektpaar ist. Schließlich noch eine Ungereimtheit: der Gleichgewichtsdruck über der stöchiometrischen GaAs-Flüssigkeit beim Schmelzpunkt von GaAs liegt zwischen 1 und 2 atm. Sein genauer Wert ist aber leider noch immer unklar.

Am Ende meines Berichts (den Rest macht Herr Fischer) habe ich noch über einen Höhepunkt der Schule zu berichten, nämlich den Vortrag von Maria Kaminska, die einen perfekten Überblick über die optische und elektrische Charakterisierung von Halbleiterkristallen gab. Sie besprach die optische Absorption von Halbleitern, mit Hilfe derer man die Energielücke abtasten und den Einfluß von hoher Dotierung ermitteln kann. Man bekam einen Einblick in die optischen Anregungen von Punktdefekten, bei deren Erforschung die Autorin eine wesentliche Rolle gespielt hat.

Die Absorptionseffekte freier Ladungsträger, die eine große Rolle bei der mikroskopischen Untersuchung von „Striations“ spielen, wurden besprochen. Elektronische Transporteigenschaften, die DLTS-Meßmethode zur Untersuchung der Ladungsträgerlebensdauern und die Methode der thermisch stimulierten Ströme wurden diskutiert und ihre Bedeutung zur Messung von Defektenergieniveaus dargestellt.

H. Wenzl

### 5.3

Die Vorlesungen zur Schicht- oder Film-Herstellung wurden eingeleitet mit einem theoretischen Beitrag von G.H. Gilmer (AT&T Bell Labs, Murray Hill) über „*Thin Film Fundamentals: Growth Modes and Kinetics*“.

Die Abscheidung dünner Filme wird diskutiert hinsichtlich der Faktoren, die ihre Struktur bestimmen. Im Falle von Spannungen gegenwärtig bei der Abscheidung spielt eine positive freie Stufenenergie eine bedeutende Rolle beim Wachstum uniformer Filme. Monolagen von sogenannten „surfactanten“ können drastisch die Morphologie beeinflussen und die Cluster-

bildung unterdrücken. Stengelwachstum und amorphe Abscheidung werden in Abhängigkeit von der Abscheidungsrate diskutiert. Für den amorph-kristallinen Übergang bei Abscheidung auf einem kalten Substrat ist das interatomare Potential ausschlaggebend, was bedeutet, daß Edelgase und Metalle bei keiner Temperatur amorph abgeschieden werden können.

G.B. Stringfellow aus Salt City, University of Utah, sprach über „*Basic Principles of Organometallic Vapor Phase Epitaxy*“ (abgekürzt OMVPE)

Am Beispiel von III-V-Verbindungen und -Legierungen wird der Einfluß der Thermodynamik als bestimmende Größe für den Ablauf der Reaktion und die Wachstumsrate, die Kontrolle der Stöchiometrie und der Legierungszusammensetzung als auch als treibende Kraft bei der Phasentrennung und der Bildung von Übergitterstrukturen diskutiert. Die erhaltenen geordneten Strukturen hängen von der Oberflächenkinetik ab. Oberflächenreaktionsraten als auch der Antransport von Spezies durch die Gasphase sind nicht groß genug, um Gleichgewicht im gesamten System einzustellen. Die Wachstumsrate der Schichten ist somit nicht gleich der durch die Thermodynamik errechneten, sondern proportional dem Fluß der Atome, die durch die Grenzschicht gelangen. Die Kinetik homogener und heterogener chemischer Reaktionen der Ausgangssubstanzen (Gase) wird diskutiert sowie auf ihre hohe Giftigkeit und Handhabung vor und nach der Reaktion hingewiesen. Die Richtung der Stufenfortbewegung auf GaInP und GaAsP konnte kontrolliert werden durch ein [110] Muster von Rinnen in der Substratoberfläche, wobei jeweils die halbe Rinne von einer Domäne belegt wurde. [G.S. Chen, G.B. Stringfellow, Appl. Phys. Lett **59**, 3258 (1991)]

An diese Vorlesung schloß sich eine über „*Organometallic Vapor Phase Epitaxy: Basic Transport Phenomena and Reactor Considerations*“ von Klavs F. Jensen vom MIT in Massachusetts an.

Wachstumsrate, Schichtzusammensetzung und Dotierung werden in Beziehung gesetzt zur Geometrie der Züchtungsanordnung und den Betriebsparametern. Es wird gute Übereinstimmung zwischen berechneten und untersuchten OMVPE Prozessen erzielt. An einer weiteren Verbesserung der Berechnungsmodelle für ternäre und quaternäre Verbindungshalbleiter, die Zusammensetzung, Wachstumsrate und Verunreinigungsgehalt der Schichten festlegen, wird gearbeitet.

Über „*Atomic Layer Epitaxy*“ berichtete Tuomo Suntola von der Firma Microchemistry Ltd. aus Espoo, Finnland.

Polykristallines und epitaxielles Filmwachstum wird in Monolagen erzeugt durch sequentielle additive Chemisorption. Die Filmdicke wird durch die Anzahl der Sequenzen bestimmt, wobei für die Bildung einer Monolage der gewünschten, meist II-VI oder III-V Verbindung mehrere Sequenzen erforderlich sind. Es können Elemente oder Verbindungen zur Reaktion gebracht werden. Vor jedem Reaktionsschritt werden die nicht chemisorbierten Gas-Spezies aus dem Reaktor entfernt. Der Prozeß wird in einem „Travelling Wave Reaktor“ durchgeführt, in dem die zu reagierenden Gase von einem Inertgasstrom mitgeführt werden. Als Vorteile des Verfahrens gegenüber Vakuum-Systemen wird eine bessere Ausnutzung der Reaktionsgase und gleichmäßige Filmdicke angegeben. Schmutzpartikel auf der Substratoberfläche werden durch gleichmäßige Einbettung störungsfrei umwachsen, was ein Vorteil gegenüber dem Sputtern sein soll.

Morton B. Panish von AT&T Bell Labs aus New Jersey gab eine Vorlesung „*An Introduction To Several Varieties of Molecular Beam Epitaxy*“, die aus dem demnächst erscheinenden Buch „*Gas Source Molecular Beam Epitaxy: Growth and Properties of Phosphorus Containing III-V Heterostructures*“

entnommen war. Mit einem Überblick über die Entwicklung der MBE werden die drei wichtigsten Methoden nach ihrem Quellenmaterial Elemente-MBE, Wasserstoffverbindungen-MBE und Metallorganische-MBE geordnet, besprochen. Strahldichte und -Konstanz sowie -Homogenität werden genauestens untersucht und die Temperatur des Substrates sorgfältig bestimmt, wobei zuvor geeichte indirekte Methoden die Temperatur der Oberfläche genauer wiedergeben als die üblichen Temperaturmessungen am Substrat. Besonders am InP wird der Zusammenhang zwischen V-L-S Phasendiagramm, dem Wachstum der Schicht und ihrer Stöchiometrie und Stabilität (Abdampfung von Spezies) aufgezeigt. Beim Wachstum von III-V Verbindungen werden die Partialdrucke im Gleichgewicht mit dem abgeschiedenen Festkörper so eingestellt, daß in einem Bereich nahe der Liquidus auf der metallreichen Seite gearbeitet wird. Weitere Beispiele waren GaAs, GaInAs und GaInP. Bei den durch metallorganische Reaktionen abgeschiedenen Schichten wurden AlGaAs und GaInAs besprochen sowie die Dotierung von GaAs und InP mit Be und Sn.

V.J. Fratello von den AT&T Bell Labs aus New Jersey behandelte das Thema: "The Growth of Oxide Films by Liquid Phase Epitaxy".

Die Flüssigphasen-Epitaxie (LPE) gestattet das Abscheiden von Schichten am nächsten zum thermodynamischen Gleichgewicht. Es werden 10 Vorteile und 3 Nachteile der LPE aufgezählt, wobei als Nachteile bei Fremdflux der Fluxeinbau, ein notwendig geringer mismatch und homogene Keimbildung im Flux und somit Partikeleinbau genannt werden. Als Modellsysteme werden Granat Epitaxiesysteme behandelt. Die Wahl des Fluxes richtet sich, neben Eigenflux-Systemen, nach einer Reihe von technischen Parametern wie Viskosität, Abscheidungstemperatur, gewünschter Löslichkeit und Tiegel-

material, aber auch nach der freien Sauerstoffionenkonzentration, die über die richtige Mischung von „Lewis Säuren“ und „Lewis Basen“ eingestellt wird. Als Methode zur Filmabscheidung wird die horizontale isotherme Eintauchtechnik mit Rotationsmöglichkeit (bis zu 1000 U/min) zum Abschleudern des Fluxes vom Substrat empfohlen. Die Methode wird auch angewandt zur Herstellung von HTC-Schichten. Des weiteren werden wachstumskinetische Betrachtungen über Lösungsmittel- und Dotierungs-Einbau gemacht.

Dann folgte eine Vorlesung von Douglas H. Lowndes von der Solid State Division aus Oak Ridge, Tennessee über "Growth of Epitaxial Thin Films by Pulsed Laser Ablation (PLA)".

Vorteile der Laser-Ablation bestehen in der kongruenten Übertragung vom Target zum Substrat, in situ Substratreinigung, hohen Haftkoeffizienten und dadurch niedrigeren Substrattemperaturen, der Eignung für die Reaktion mit kontrollierter Gasatmosphäre, Strahlereinstellung durch Inertgas, geringem Materialverbrauch, einfache Reaktionskammern und hohe Abscheidungsraten. PLA wird als besonders einfache Methode zur Herstellung mehrschichtiger Heterostrukturen angesehen. Als Nachteile werden eingebaute Partikel im Film und begrenzter homogener Abscheidungsbereich angesehen. Die Physik des Ablationsprozesses und die Eigenschaften der freigesetzten Spezies sowie die Vorgänge im Target werden besprochen für Vakuum und bei Gegenwart von Reaktionsgasen. Es werden gepulste Excimer UV Laser und Target- und Substratrotation zum Ausgleich von Nachteilen sowie Anordnungen zur Verhinderung der Eintrittsfensterbedampfung verwendet. Die Vorlesung endet mit Beispielen bisher hergestellter Schichten, besonders von HT-Supraleitern.

Den Abschluß bildete eine Vorlesung von Thomas R. Anthony über "Low Pressure Growth of Diamond Crystals", in der man

## Für Forschung und Produktion

Wenn es um **EINKRISTALLE** geht

für **Oberflächenphysik,  
Substrate für Supraleiter,  
UV- und IR-Optik o.A.**

oder um **Seltene Erden,  
Sputter-Targets,  
Aufdampfmaterial etc.**

schicken Sie mir bitte Ihre Anfrage.

**KRISTALLHANDEL KELPIN**

6906 LEIMEN · Tel. 06224/72558 · FAX: 06224-77189 · Tlx: 466629



lernte, daß Diamant überall dort wächst, wo atomarer Wasserstoff und Kohlenwasserstoff-Radikale gegenwärtig sind. Während auf einer freien Diamantoberfläche durch Rekonstruktion graphitähnliche Strukturen entstehen an denen sich C auch wieder in Form von Graphit abscheidet, wird diese Rekonstruktion in Gegenwart von weniger als einer Monolage atomaren Wasserstoffes verhindert und C wird in Diamantstruktur angelagert. Die Keimbildung von Diamant wird ebenso erleichtert von komplexesten Verbindungen vom Target in Gegenwart von atomarem Wasserstoff durch Verringerung der kritischen Keimgröße auf  $\approx 10$  C-Atome. Es werden verschiedene Abscheidungsverfahren wie die Heißdrahtmethode ( $1 \mu\text{m h}^{-1}$ ), Nieder-(0.2) und Hochdruckplasma (500) und Abscheidung aus Flammen (39) mit den in Klammern angegebenen Abscheidungsrate sowie prozessunterstützenden Katalysatoren (Sauerstoff, Alkohol und Azeton) oder Mikrowellen- oder Glimmentladung besprochen. Auch eine CVD Abscheidung unter nur thermischen Bedingungen bei  $700^\circ\text{C}$  in Gegenwart von  $\text{F}_2\text{Cl}_2\text{C}$ ,  $\text{H}_2$  und He wird erwähnt.

Hiermit ist der Überblick über die Vorlesungen, an denen  $\approx 120$  Hörer teilnahmen, von denen  $\approx 18\%$  eine Vorlesung gaben, beendet. Es war schwierig, dem einen Skript von 2,5 Zoll Dicke beidseitig bedruckter DIN A4 Seiten entsprechenden Wissensschwall einigermassen einzuordnen. Dieses Script könnte bei Interesse sozusagen „rundgeschickt“ werden und ist von mir erhältlich.

(K. Fischer KFA, IFF, 5170 Jülich, Tel. 02461-61-4732)

K. Fischer

#### 5.4 Tagungsbericht

##### 7th International Conference on Molecular Beam Epitaxy

Die International Conference on Molecular Beam Epitaxy ist die wichtigste Konferenz auf dem Gebiet der Molekularstrahlepitaxie.

Sie findet alle zwei Jahre statt, in diesem Jahr in Schwäbisch-Gmünd vom 24. bis zum 28. August 1992. Insgesamt nahmen ca. 450 Personen an der Konferenz teil.

Das Programm unterteilte sich in insgesamt 13 Sessions in zwei parallelen Sitzungen. Zusätzlich gab es 10 eingeladene Plenarvorträge. Insgesamt waren 105 Vorträge und 135 Posterbeiträge angemeldet.

Die Themenbereiche der einzelnen Sitzungen waren:

- Devices - GaAs on Si - Chemical Beam Epitaxy - II-VI/IV-VI MBE - III-V-Growth - Si/SiGe - Strained III-V-Growth - Metals und high Tc Superconductors - Doping of III-V's - Patterned Growth - III-V-Quantum Wells - Monitoring - Late News

Weder soll, noch kann an dieser Stelle auf jeden Vortrag im einzelnen eingegangen werden; vielmehr soll versucht werden, einen Eindruck von den Schwerpunkten der Konferenz zu vermitteln.

Die überwiegende Anzahl der Arbeiten in der Device-Session betraf Herstellung und/oder Charakterisierung von Laser-Strukturen, an zweiter Stelle stand der HEMT. Andere Bauelemente, wie Photodetektoren oder FET's waren nur als Einzelbeitrag vertreten.

Bei den Materialien beschäftigte sich die überwiegende Mehrzahl der Beiträge mit den Systemen  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{GaAs}$  oder  $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{GaAs}$ . Allein die Session über „Strained III-V-Growth“ wurde zu über 70 % mit Untersuchungen im Materialsystem  $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{GaAs}$  bestritten. Auch wurde in über 80 % der Beiträge das Material mit 'Solid-Source MBE' hergestellt. Nur bei den phosphorhaltigen Materialien ist die 'Gas-Source MBE' eindeutig in der Überzahl. Hier gab es nur eine Gruppe um F. Briones, die mit selbstgebaute Phosphorquellen, sog. 'Valved Crackern', mit Erfolg P-haltige Materialien

mit der Solid-Source MBE hergestellt haben. Inzwischen sind Valved Cracker für den Einsatz von Phosphor käuflich zu erwerben. Es wird sich zeigen, ob die Gas-Source MBE ihre dominierende Stellung auf dem Gebiet der P-haltigen Materialien halten können.

Eine weitere Domäne der Gas-Source MBE war über lange Zeit die Dotierung mit Kohlenstoff. Seit einiger Zeit gibt es für die Solid-Source MBE eine Graphitquelle; auf dieser Konferenz wurde eine Gas-Quelle für die C-Dotierung in der Feststoff-MBE vorgestellt. Es sieht so aus, daß sich auch auf diesem Gebiet ein interessanter Wettbewerb anzubahnen scheint.

Inzwischen wird RHEED routinemäßig zur Bestimmung von Aufwachsrate und zur in situ Charakterisierung der wachsenden Schicht (Oberflächenrekonstruktion) von den meisten MBE-Gruppen eingesetzt. Aber auch für grundlegende Untersuchungen zum Wachstum wird das RHEED-Verfahren immer noch mit Erfolg eingesetzt, obwohl mehr abbildende Verfahren wie STM und  $\mu$ -RHEED anschaulicheres Material bieten. Beim RHEED sind jedoch die Möglichkeiten zur theoretischen Auswertung von Spot-Profilen und die Simulation von Oszillationen weiter fortgeschritten.

Die Session über II-VI/IV-VI-Growth wurde zu mehr als 2/3 von den 'wide gap' Materialien bestritten, im wesentlichen von ZnSe und ZnSSe (blaue und grüne Laser-Dioden und LED's). Beiträge zu den 'small gap' Materialien kamen überwiegend aus dem Materialsystem  $\text{Hg}_{1-x}\text{Cd}_x\text{Te}$ . Auch für die MBE von II-VI Verbindungen ist GaAs das bevorzugte Substratmaterial. Nur Laser- und Diodenstrukturen auf der Basis von  $\text{Hg}_{1-x}\text{Cd}_x\text{Te}$  werden auf CdZnTe aufgewachsen. Aber auch hier wird an möglichen Buffersystemen gearbeitet.

J. Schmitz

## 6. Übersichtsartikel

### Characterization of Crystal Defects

W. Möhling

Max-Planck-Arbeitsgruppe „Röntgenbeugung“  
Hausvogteiplatz 5-7  
O-1086 Berlin

#### 1. Introduction

From the crystallographer's point of view a crystal defect is a kind of deviation from the ideal crystal structure, with the full list ranging from phonons up to interfaces /1/. We shall restrict our review to the central part of that list and shall deal mainly with dislocations as the standard defects. Dislocations usually cause the most trouble during single crystal growth and often in post growth processing too. A detailed analysis of their character and their distribution is necessary in order to find out their origin and causes as a basis for improvements of techniques and processes.

Among the methods for dislocation detection only those based on diffraction are suited to analyse their character. Established methods are the diffraction mode of transmission electron microscopy (TEM) and x-ray topography (XRT). Their common principle is to record modifications of the diffraction intensity as an „image“ of a defect which are caused by the lattice deformations around this defect embedded in a perfect crystal.

The methods applied for dislocation analysis are likewise suited to analyse stacking faults, twins and grain boundaries. Their response to micro defects will be given notice in the following, too.

The main aim of the present review is to compare the various methods with regard to capacity and limitations. This will be done as a summary after having discussed the essential

principles underlying the methods. Existing text books on TEM /2/ and on single crystal XRT /3,4/ allow for a short outline of their principles. In some more detail we shall deal with double crystal topography (DCT). This powerful technique has never been reviewed although its first application to dislocation imaging was reported /5/ simultaneously with that of the renowned Lang technique /6/.

DCT is of special advantage for nearly perfect crystals, and with more material of that quality becoming available during the past decade an increasing application is observed. Special notice will be given in the following to recent progress in versatility of the technique. Examples include detection of microdefects, application to (homogeneously) curved samples as they are typical in wafer technologies, and characterization of dislocations in elastically isotropic crystals with less effort than with any other technique.

**2. Transmission Electron Microscopy and Transmission X-Ray Topography**

The most powerful electron microscopes allow for „imaging of individual lattice planes“ of a crystal. This so called **lattice imaging** in truth is a sophisticated diffraction effect which requires extreme care for adjustment and needs interpretation on the basis of contrast simulation. Moreover it is applicable only to samples well below 1µm in thickness. It is by far too laborious for mere characterization of dislocations with regard to Burgers vector (b) and line direction (l) and therefore is restricted to more fundamental problems such as the atomic structure of interfaces or the structure of a dislocation core. The main TEM mode for dislocation analysis is the **mode of diffraction contrast** which is closely related to transmission XRT. Therefore the principles of both methods will be discussed together (Fig. 1).

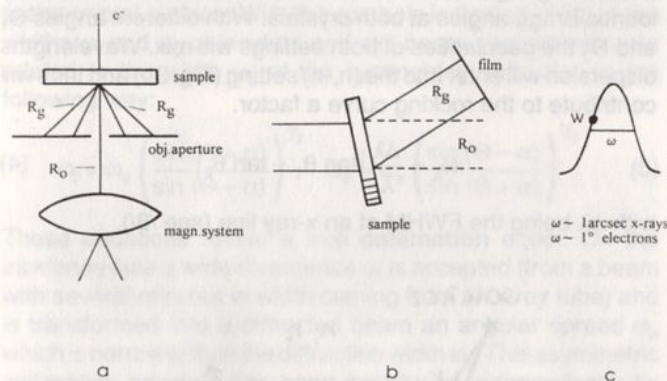


Fig. 1 Principles of TEM diffraction contrast (a) and transmission XRT (b).  $R_g$  = reflections for various lattice vectors  $g$ . c) reflection curve,  $\omega$  = full width at half maximum.  $W$  indicates a diffraction position for recording TEM or XRT images.

For a qualitative understanding we need to remember Bragg's law

$$\lambda = 2d \sin\theta \tag{1}$$

which relates the wavelength  $\lambda$  to the spacing  $d$  of a given set of lattice planes and to the diffraction angle  $\theta$ . And we need to know the meaning of the term **diffraction curve**. This curve (Fig. 1c) is the distribution of the diffracted intensity in dependence on the angle in the vicinity of the exact Bragg angle  $\theta$ . Its width  $\omega$  (full width at half maximum) is called **diffraction** (or reflection) **width**. For a given reflection  $g = [h,k,l]$  it is proportional to the structure factor  $F_{hkl}$  and to the wavelength  $\lambda$  applied.

$$\omega \sim F_{hkl} \cdot \lambda \tag{2}$$

The interaction of electrons with matter is much stronger than that of x-rays. Among others this results in much larger values of  $F_{hkl}$  for electrons and consequently in much larger reflection widths.

Values of  $\lambda$ ,  $\theta$  and  $\omega$  typically applied in TEM and XRT are listed in Tabelle 1.

Tabelle 1		
	TEM	XRT
$\lambda$	$\sim 10^{-2} \text{Å}$	$\sim 1 \text{Å}$
$\theta$	$< 1^\circ$	$> 5^\circ$
$\omega$	$\sim 1^\circ$	$\sim 1 \text{ arcsec}$

Short De Broglie wavelengths  $\lambda$  - resulting in small diffraction angles  $\theta$  - together with wide diffraction curves make an electron beam penetrating a crystal to generate the full pattern of reflections  $R_g$  (Fig 1a). A moveable object aperture is needed to allow only  $R_o$  or successively one of the reflections  $R_g$  to enter the magnifying system. In addition the sample is mounted on a goniometer stage (not indicated in Fig. 1a) which permits to adjust a desired reflection to a desired position on its diffraction curve. A magnified image of the  $R_o$  beam generates the „light field picture“ and that of an  $R_g$  beam generates a „dark field picture“.

Because of large diffraction angles  $\theta$  and narrow diffraction widths in the case of x-rays, diffraction is only observed after careful adjustment of the sample regard to  $\theta$  for a given set of lattice planes. Records of  $R_o$  and  $R_g$  beams correspond to light and dark field pictures in TEM, respectively. Information in a  $R_o$  picture is observed only in case a monochromatic and parallel exploring beam enters the crystal (see next section). In single crystal topography - as performed with the Lang technique, e.g. - this information is buried under the large fraction of the primary beam which penetrates the crystal undiffracted.

Imperfections embedded in a perfect crystal cause local deformations of the lattice as is shown for a screw dislocation and an edge dislocation in Fig. 2a,b respectively. This means a shift of the Bragg angle for the deformed region and consequently a modified diffraction intensity. This is immediately obvious if we refer to Fig. 1c. Let us assume the diffraction for the perfect crystal generated for the position  $W$  on the diffraction curve, then the deformed region will diffract for a different position. A record of the reflection therefore shows a contrast as an „image“ of the defect on the background diffracted from the undisturbed crystal.

Because of the wide diffraction widths  $\omega$  electrons are less „deformation sensitive“ than x-rays. Electron images are 10 to 50 nm wide and therefore need electron optical magnification. X-ray images are 10 - 50 µm wide and can be recorded directly on photo plate or film suited for photographic magnification. We immediately see that XRT is limited to dislocation densities below  $10^5 \text{ cm}^{-2}$  since at that limit the images widely overlap. The corresponding limit for TEM is somewhere between  $10^{10} - 10^{11} \text{ cm}^{-2}$ .

The deformations around dislocations show a directional dependence. This is the basis for analysing their character by comparing their contrast in suitably chosen reflections. As can be seen in Fig. 2 there is no deformation for a screw dislocation for all the directions normal to its line direction  $l$  (and Burgers vector  $b$ ), and there is no deformation for an edge dislocation parallel to its line direction. Therefore the defects will generate no contrast in reflections for which the diffraction vector  $g$  is parallel to these directions. This fact is formulated by the so called (zero) **contrast condition**:

$$\begin{aligned} \vec{g} \cdot \vec{b} &= 0 && \text{screw dislocation} && (3) \\ \vec{g} \cdot \vec{b} \times \vec{l} &= 0 && \text{edge dislocation} && \end{aligned}$$

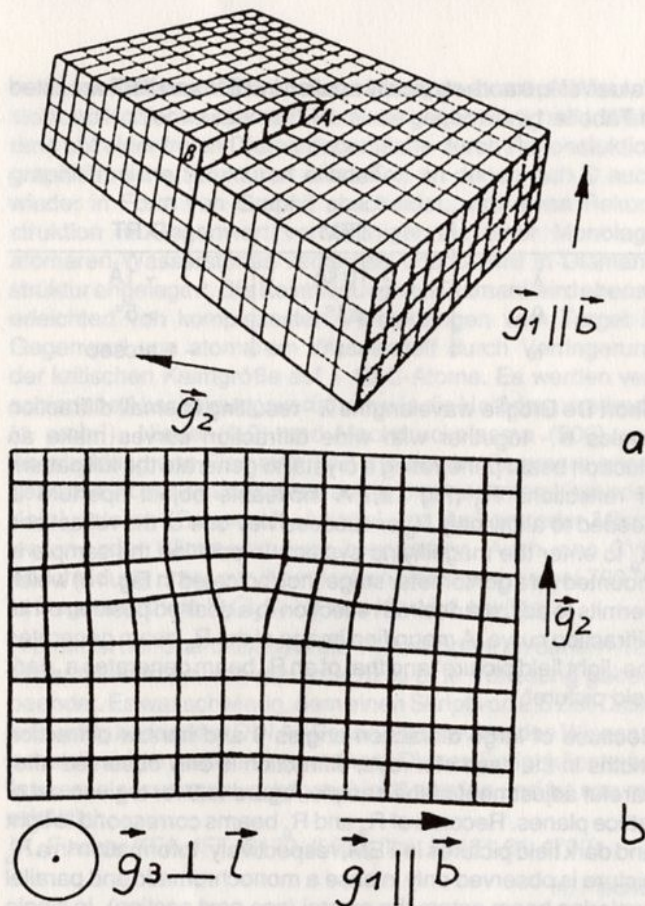


Fig. 2 Lattice deformations caused by a screw dislocation (a) and an edge dislocation (b).  $b$  = Burgers vector,  $l$  = line direction,  $g$  = lattice vectors chosen to record TEM or XRT images.

The procedure consequently is as follows: a dislocation once observed has to be shown to produce no contrast in a reflection with diffraction vector  $g$  according to the conditions (3).

No simple rules can be given for the general case of mixed dislocations. Their analysis requires to record images of a given defect for a number of reflections and to compare them to simulated images. Contrast simulation is a numerical modeling of the diffraction process for a crystal with a model defect. The procedure has to be repeated for a number of models until a satisfying fit with the recorded images is obtained. Simulations are based on the computer solution of the **Howie-Whelan** equations in the case of electrons (see /2/) and of the **Takagi** equations (see /3,4/) in the case of x-rays. They are in common use for TEM images so that a large number of reference images exists, but have been made only for a limited number of XRT images. Although TEM images and transmission XRT images widely resemble each other they differ in some fine details which are important for their interpretation. Therefore interpretation of XRT images by comparing them to existing reference images for TEM is not possible in general.

TEM and transmission XRT are powerful tools for a wide number of problems, as will be discussed in the final section. But their application to analyse dislocations in statistically relevant numbers is very time consuming.

### 3. Double Crystal Topography and its Specification to Plane Wave Topography

In the foregoing section we have discussed the diffraction curve as the main factor for the deformation (or strain) sensitivity. In practice this sensitivity can never be fully exploited because in an experiment the measured curve - **the rocking curve** - is a convolution of the diffraction curve with the residual angular and wavelengths spread of the exploring beam. We shall see now how a (quasi) **plane wave** can be „prepared“ by successive diffraction at two (or more) crystals which does not contribute

essentially to the rocking curve. To start with we shall restrict to identical diffraction angles at both crystals what usually means to apply two identical reflections  $n = h, k, l$  of the same material.

Successive diffraction at two crystals can be made with two different arrangements. According to Fig. 3a the beam diffracted at the first crystal is diffracted in the same directional sense at the second one. In Fig. 3b this sense of diffraction is opposite at both the crystals. The difference between the two arrangements is easily seen by tracing the paths of two neighbouring wavelengths as is shown for the two lines of a  $K_{\alpha}$  doublet. In an **(n,n) setting** (Fig. 3a) only one of the two lines is diffracted at the second crystal. This setting therefore is wavelength sensitive and is the basis for an **x-ray spectrometer**. In an **(n,-n) setting** both lines are diffracted simultaneously at the second crystal - though somewhat separated in space. However no diffraction will happen if this antiparallel setting is misaligned by more than the convoluted diffraction curves of both the crystals. And since the resulting rocking curve again has a width of the order of arcsec we see this **diffractometric setting** to be highly sensitive to the deformations caused by crystal defects.

We need to remember however that this result is obtained with monochromatic radiation. (Actually in Fig. 3b two wavelengths have been considered in order to demonstrate the function. In the final set up the second line is kept back by slits.) With radiation of a wide and homogeneous wavelengths distribution as it is delivered from a synchrotron a narrow wavelengths band has to be selected first with the help of a (n,n) setting. With such conditions at least three crystals are necessary in the arrangement (n,n,-n). However sophisticated combinations of more crystals are in use occasionally to realize strain sensitivities of up to  $10^{-8}$  /7/.

Comparing Figs. 3a,b we now understand our restriction on identical Bragg angles at both crystals. With different angles  $\Theta_1$  and  $\Theta_2$  the peculiarities of both settings will mix. Wavelengths dispersion will enter into the (n,-n) setting (Fig. 3b) and thus will contribute to the rocking curve a factor.

$$\omega_{\lambda} = \frac{\Delta\lambda}{\lambda} |\tan \theta_1 - \tan \theta_2| \quad (4)$$

with  $\Delta\lambda$  being the FWHM of an x-ray line (see /8/).

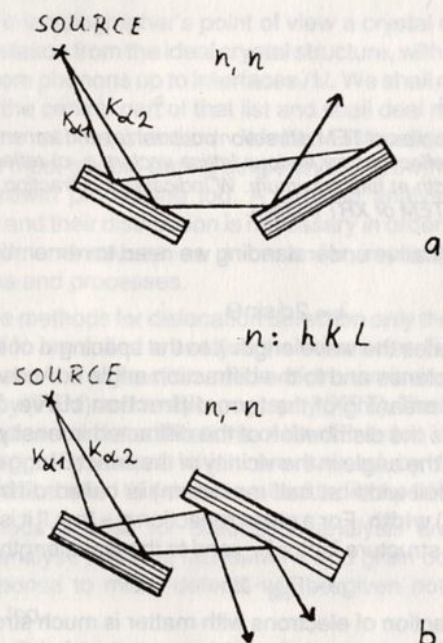


Fig. 3 Double crystal arrangements for spectrometry (a) and diffractometry (b),  $\alpha_1, \alpha_2$  = two neighbouring wavelengths ( $K_{\alpha}$  doublet).

As a final step to approximate **plane wave conditions** with a double crystal setting we consider the peculiarities of asymmetric diffraction geometries. Asymmetric here refers to situations where the diffracting lattice planes are not parallel (or not normal in transmission) to the crystal surface but make an angle  $\alpha$  with the latter. With an asymmetric diffraction (Fig. 4) a first advantage is that a limited beam from a limited source is spread in space and so generates a wide exploring beam which consists only of  $K_{\alpha 1}$  radiation, e.g., and which is well suited to illuminate a large sample area.

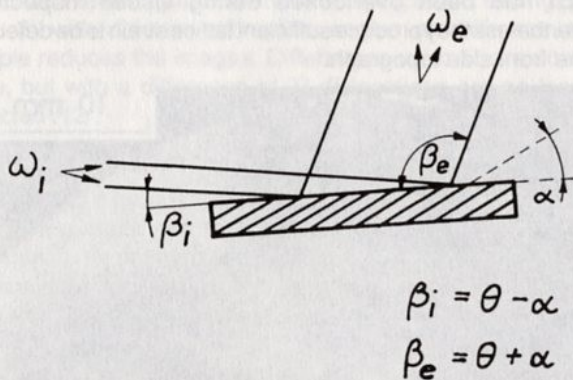


Fig. 4 Effect of asymmetric collimation  
 $\alpha$  = angle between diffraction lattice planes and the crystal surface,  
 $\theta$  = diffraction angle  $\omega_i, \omega_e$ : angular widths of accepted and diffracted beam, respectively

A second advantage is due to the conservation of the tangential component of the wave vector, which is a general law of optical interaction with matter. Application to our problem means that the diffraction width  $\omega$  is not a constant for a given reflection (see (2)) but depends on the incident and exit angles relative to the crystal surface. With the symbols indicated in Fig. 4 the widths  $\omega_i$  and  $\omega_e$  of incident and exit beam, respectively, are related to the width  $\omega_s$  of the symmetrical reflection in the following way:

$$\omega_i = \omega_s \left( \frac{\sin(\theta + \alpha)}{\sin(\theta - \alpha)} \right)^{1/2} \quad \omega_e = \omega_s \left( \frac{\sin(\theta - \alpha)}{\sin(\theta + \alpha)} \right)^{1/2} \quad (5)$$

These equations reveal a true **collimation** effect: On the incidence side a wide divergence  $\omega_i$  is accepted (from a beam with several minutes in width coming from an x-ray tube) and is transformed into a diffracted beam an angular spread  $\omega_e$  which is narrower than the diffraction width  $\omega_s$ . This asymmetric collimation principle has been introduced independently by Renninger /9/ and Kohra /10/.

Because of the square root dependence a high degree of asymmetry is necessary to make an effective collimation. For diffraction angles  $\theta \sim 45^\circ$  an incidence of  $2^\circ$  reduces  $\omega_e$  to about 10% of  $\omega_s$  and so gives a good approximation to a plane wave. For diffraction angles  $\theta \sim 20^\circ$  an incidence of only  $0,5^\circ$  is needed to approximate plane waves to the same quality. Preparation of collimators therefore requires great care. It is self-evident that collimators must be made of perfect crystals. After all these preliminaries we finally come to present in Fig. 5 the typical geometries for DCT with the sample in back reflection (Fig. 5a) or transmission (Fig. 5b). In case identical diffraction angles at collimator and sample and strongly asymmetric diffraction at the collimator is applied the settings realize plane wave condition. Deformation sensitivities of  $10^{-6} - 10^{-7}$  are obtained with such arrangements. This means, however, the settings are also very sensitive to misalignments due to thermal drift. Therefore the relative position between the crystals has to be kept constant during exposure. As a signal for the corresponding control mechanism the diffraction intensity is constantly measured by a detector behind the film or photo

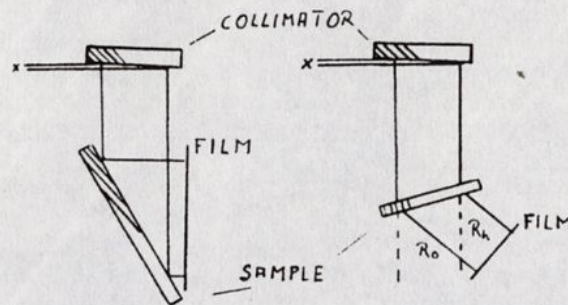


Fig. 5 Double crystal arrangements for back reflection (a) and transmission (b) topography. Plane wave conditions are realized by applying identical diffraction angles at collimator and sample.

plate. The equipment for adjustment of the crystals is usually constructed so that high resolution diffractometry can be performed also.

A general requirement in all kinds of topography is to obtain a high geometrical resolution. Among others this requires to keep the sample to film distance small. As can be seen in Fig. 5 this is easier to realize with back reflection at the sample than with transmission, because in the latter case the topograph can be recorded only after separation of the  $R_o$  and  $R_g$  beams. Therefore only samples of the order of  $1 \text{ cm}^2$  in size - or more strictly spoken sample areas of that size - can be analysed in transmission. In back reflection sample areas up to  $50 \text{ cm}^2$  (3 inch wafer) can be analysed in a single run with appropriate equipment.

#### 4. Examples of Plane Wave Topography

##### 4.1 Transmission case

The great amount of information revealed by the technique is best demonstrated by comparing such topographs with single crystal (Lang) topographs. As an example we present in Fig. 6 topographs of a wedge shaped silicon crystal containing pure screw dislocations. Fig. 6a is a Lang picture and Figs. 6b,c are plane wave pictures recorded with the  $R_g$  and  $R_o$  reflections, respectively. There are 9 screw dislocations in the sample area presented which show up as lines of enhanced intensity in Fig. 6a. In addition Pendellösungs fringes due to the wedge shape of the sample become visible parallel to the upper edge. (Pendellösung is a phenomenon inherent to diffraction. It is a consequence of two wave fields travelling through the crystal with a phase difference and a certain phase shift. This causes energy oscillations between the  $R_o$  and the  $R_g$  directions which are observed as intensity oscillations with wedge shaped crystals. As a hint: outsiders may remember that a diffracted wave obeys Bragg's law too and therefore is back reflected towards the incidence direction.)

In the Lang picture (Fig 6a) there is no indication for a modification of the Pendellösungs pattern in the strain fields of the defects. The situation is quite different in the plane wave pictures (Figs. 6b,c). Here the fringes shift up and down within the wide images of the defects. This can be understood in the following way: The deformations decreasing with the distance from a defect cause a variation of the diffraction positions along the rocking curve and since the Pendellösungs distance is different for each point along this curve we obtain a variation of the Pendellösungs with the distance from the defect.

There is obviously much more information revealed in those pictures than in Lang topographs. In the present case they allowed for the determination of magnitude and sense of the Burgers vector with the help of analytical calculations. A stronger modification of the fringes around the central image compared to the neighbouring ones first led to the interpretation that the Burgers vector of this dislocation is twice the usual magnitude of  $1/2 \langle 110 \rangle$  in silicon. A number of more topographs

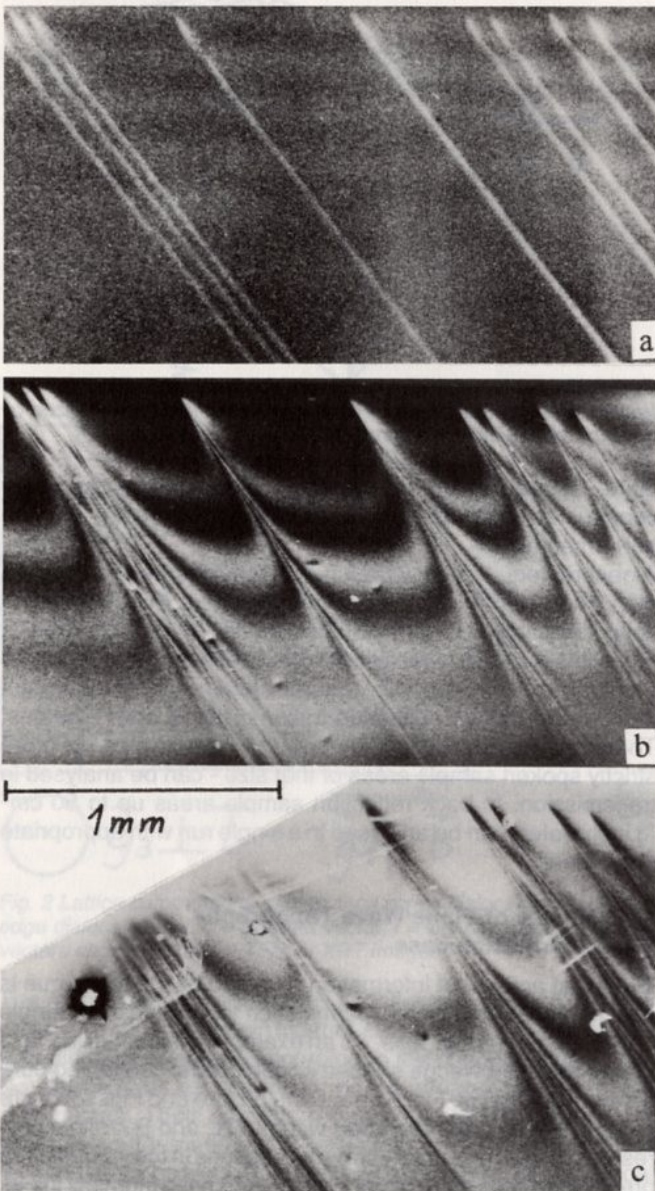


Fig. 6 Transmission topographs of a wedge shaped silicon crystal showing images of screw dislocations. a) single crystal (Lang) topograph. b,c) Plane wave topographs recorded with  $R_g$  and  $R_o$  reflections, respectively (corresponding to dark and light field pictures in TEM).

and corresponding calculations revealed however, that there are two dislocations with ordinary Burgers vectors but located within a distance of each other below the topographic resolution. (For more details the reader is referred to [11].)

We have present  $R_g$  and  $R_o$  pictures in Figs. 6b,c to illustrate the analogy between these topographs and dark and light field pictures in TEM. In our example both the pictures are fully complementary, light parts in the one correspond to dark parts in the other and vice versa. That is typical for diffraction under low absorption conditions. In case of noticeable (medium not strong) absorption the images in  $R_g$  and  $R_o$  need not to be fully complementary so that fine details reveal additional information about the defects.

#### 4.2 Back reflection case

Single crystal topography in back reflection geometry as it is performed with the Berg-Barrett technique [3,4] reveals dislocations only under conditions of very low absorption. In addition the record is limited to small sample areas because a narrow primary beam has to be applied in order to allow for a wavelengths definition. In the case of absorbing crystals the contrast arises only from the misorientations of the crystal lattice caused at the outcrop of a dislocation. These misorienta-

tions can be detected only with plane wave or near plane wave condition.

As we have seen in Fig. 5a the back reflection setting is well suited for topographic record of large sample areas. Informations revealed by this technique are illustrated with a topograph of a Bridgman GaAs wafer. The low magnification (Fig. 7a) shows striations *str.* near the upper and lower edge of the sample. Moreover two contours *B* and a spot like image near the center are to be seen with flaw contrast. All the three of these images result from (weak!) scratches on the back side of the wafer which had been overlooked during visual inspection. Nevertheless they produce sufficient lattice strain to be detected in the front side topograph.

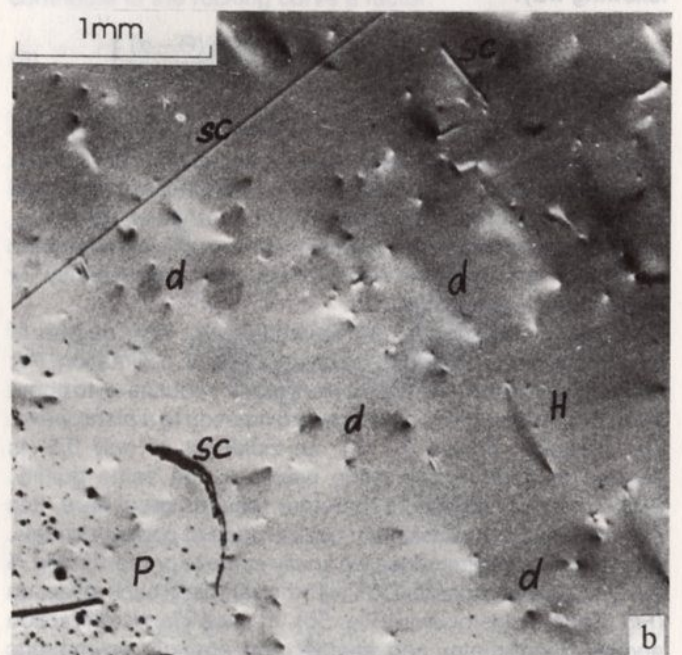
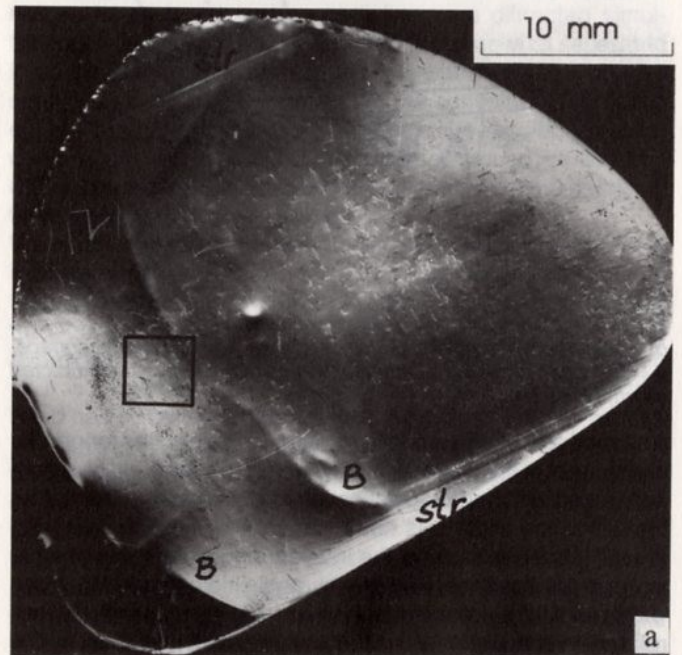


Fig. 7 Back reflection plane wave topograph of a Bridgman GaAs wafer. a) total view. b) magnified cut out for indicated field. *B*: back side damage, *str.*: striations, *sc*: scratches, *P*: deficient polishing, *d*: dislocations, *H*: dislocation half loop.

First informations on the density of dislocations and other defects often can be drawn by inspecting the original topograph with the naked eye. Here we present the essentials in a magnified cut out (Fig. 7b). One long and several short



scratches  $sc$  are detected. Black spots near  $P$  in the lower left corner reveal an insufficient polishing quality. Dislocations  $d$  in a density of about  $200\text{ cm}^{-2}$  become visible by dark and/or light contrast spots. Elongated dark or light tails at some images indicate dislocations meeting the surface under a low angle. A short dislocation half loop  $H$  shows that the information is not simply restricted to the surface but results from a certain depth. This information depth is of the order of  $10\text{ }\mu\text{m}$ .

It has to be stressed once more that dislocation images as presented in Fig. 7 are obtained only with near plane wave condition. Wavelengths dispersion entering a DCT setting (see sect. 3) with different diffraction angles at collimator and sample reduces the images. Differences up to  $1^\circ$  are acceptable, but with a difference of  $3^\circ$  dislocations are no longer detected [12].

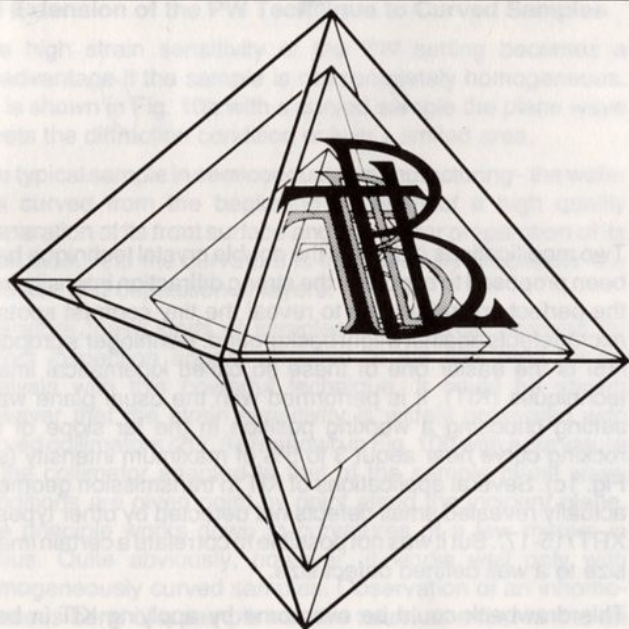
#### 4.3 Determination of the Dislocation Type

According to a proposal of Bonse [5] the analysis is based on comparing back reflection images of a dislocation to misorientation contours calculated for a number of model dislocations. This procedure is applicable only now and only for elastically isotropic crystals [13] since it needs to account for relaxation of the strain field of the defect at the outcrop to the crystal surface. An analytical solution [13] of this relaxation phenomenon allows for easy calculation of misorientation contours via the simplest computer and so makes analysis of the dislocation type much more rapid than that based on contrast simulations. The procedure needs about 6 back reflection images recorded for different diffraction vectors  $g$  and one or two transmission topographs for information on the line direction  $l$  of the dislocation.

The method has been applied recently to analyze the nature of dislocations nucleating growth in liquid phase epitaxy of GaAs [14]. An example (Fig. 8) out of these investigations appears

well suited to illustrate the procedure. In Fig. 8a the positions and winding senses of three growth spirals are indicated as they were observed by Nomarski contrast microscopy. A transmission topograph (Fig., 8b) reveals a dislocation half loop with its outcrops exactly located at the center of upper and lower spiral, respectively. The spiral near the middle between the ends of the half loop correlates to a dislocation which penetrates the volume of the crystal with its other outcrop on the back side. In Figs. 8c-e a selection out of 12 back reflection images is presented together with calculated misorientation contours (below). Such misorientations have been calculated for all the 12 possible Burgers vectors of type  $b = 1/2 \langle 110 \rangle$  and in addition for some fictitious ones of type  $b = \langle 100 \rangle$ ,  $b = 1/3 \langle 111 \rangle$  and  $b = 1/6 \langle 112 \rangle$ . Only those misorientations which gave the best fit to the topographic images are presented in Figs. 8c-e. With line direction  $l = (121)$  and  $l = (312)$  at upper and lower outcrop, respectively, the Burgers vectors  $b = 1/2 (101)$  above and  $b = 1/2 (101)$  below are obtained. The opposite sense of  $b$  at the opposite segments of a dislocation half loop is a direct evidence for the opposite orientation of these segments. (Theoretical descriptions of a dislocation are based on a constant  $b$  and consider any geometrical changes to be described by the variation of the line direction  $l$ . If we assume, however, both ends of a half loop to point outward the surface - what is reasonable when referring to back reflection topographs - the sense of  $b$  is changed.) At the upper end the dislocation therefore is pure edge type and is nearly screw type ( $19^\circ$ ) at its lower end. The opposite orientation of  $b$  is responsible for the winding sense of the growth spiral (Fig. 8a).

The dislocation with outcrop near the middle of Fig. 8 shows contrasts similar but not identical to that at the upper outcrop. Actually the calculations resulted in  $b = 1/2 [101]$  but with a line direction  $l = (132)$ . This dislocation, hence, is not pure edge



# Einkristalle für Forschung und Industrie

Unsere Schwerpunkte sind:

- **Einkristall-Züchtung**  
nach Czochralski-, Bridgman-, Zonenschmelzverfahren, aus der Gasphase (besonders II-VI-Photo-Halbleiter), durch chemischen Transport etc.
- **Auftragsforschung und Beratung**  
Züchtung nicht kommerzieller Materialien, Verfahrensentwicklung, Dokumentation (Film, Video).
- **Kristallpräparation**  
Orientieren, Sägen, Polieren, Funkenerosion, Orientieren auf  $\pm 10$ — $15$  Minuten, Gammastrahl-Diffraktometrie.

Bitte fordern Sie unsere Lagerliste an; rufen Sie uns an, wir informieren Sie über unser Produktions- und Lieferprogramm.

## Dr. Gerd Lamprecht

Technisches Büro für Kristallzüchtung  
II-VI Monokristalle  
Lehninger Straße 10-12  
7531 Neuhausen  
Telefon 07234/1007, Telex 783379

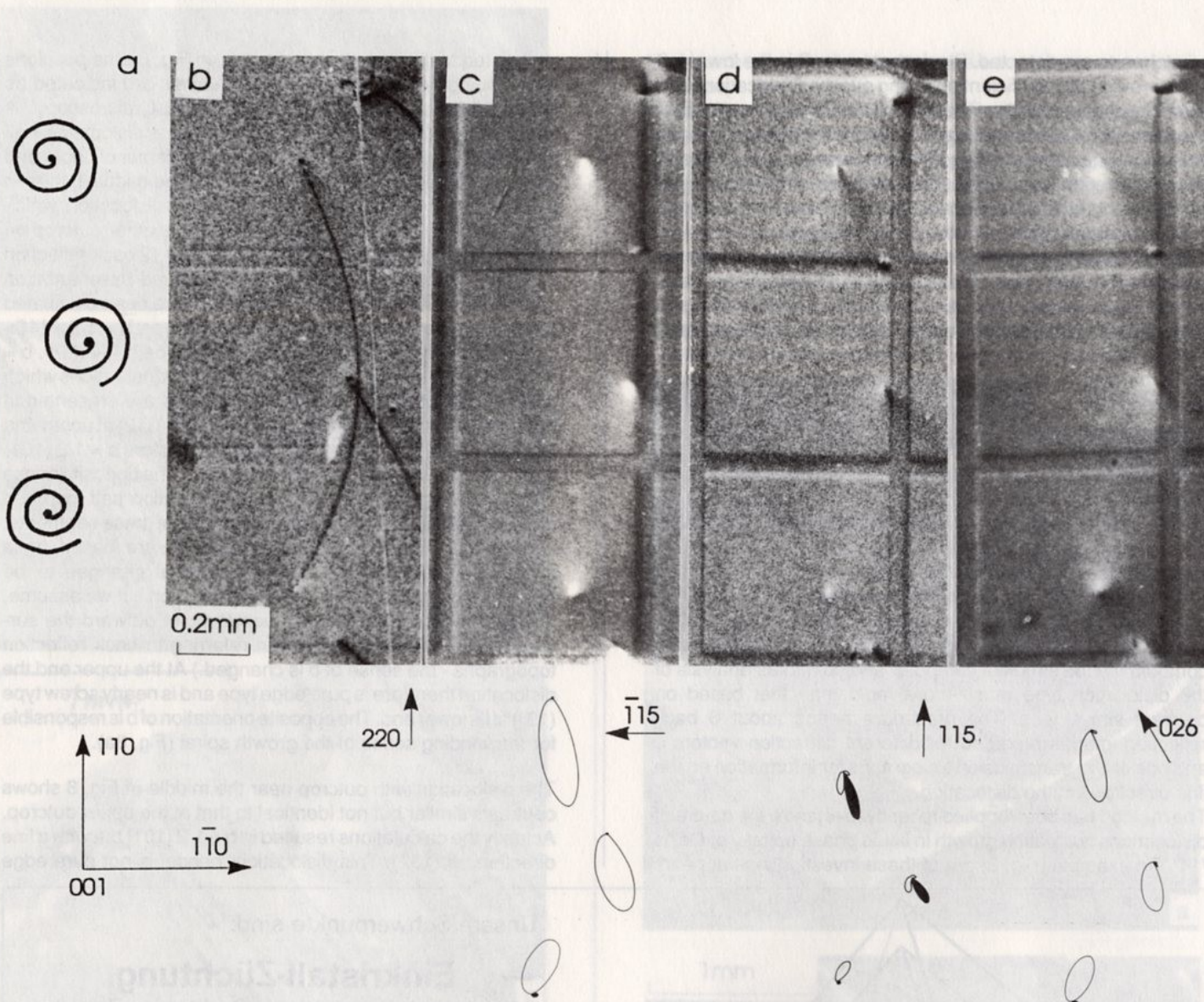


Fig. 8 Determination of the dislocation type. For details see text.

type but of  $80^\circ$  character. This result gives some hint to the sensitivity of the method. In addition it should be pointed out that the width of the misorientation contours is related to the magnitude of the Burgers vector, thus giving information on that value too.

The need of 6 (or more) back reflections and one or two transmission topographs may appear as a drawback of the method. These topographs, however, reveal the images of all the dislocations in the sample and allow the analysis of statistically relevant numbers of defects with far less expense than with any other method.

#### 4.4 Detection of Microdefects

The term microdefect summarizes a wide family of crystal defects with sizes ranging from several micrometers down to a number of clustered atoms. They may be dislocation loops or stacking faults generated by condensation of native point defects, or they may be precipitates of condensed foreign atoms or of compounds of such atoms with the host material. Without question TEM is the only tool for analysing these defects. It is reasonable, however, to check whether an XRT response of the defects can be obtained near the upper end of the size range and so to offer a nondestructive quality inspection of macroscopic samples.

Two modifications /15,16/ of the double crystal technique have been proposed to suppress the strong diffraction intensity from the perfect crystal and so to reveal the tiny contrast spots of microdefects against a light background. Renninger's proposal /16/ is the easier one of these so called kinematical image techniques (KIT). It is performed with the usual plane wave setting choosing a working position in the far slope of the rocking curve near about 3 to 5% of maximum intensity (see Fig. 1c). Several applications of KIT in transmission geometry actually revealed small defects not detected by other types of XRT /15-17/. But it was not possible to correlate a certain image size to a well defined defect size.

This drawback could be overcome by applying KIT in back reflection to oxidation induced stacking faults in silicon as model defects /18/. The defects can be generated with well defined sizes in the  $\mu\text{m}$ -range and they are located in a layer between the surface down to a depth of about  $30\ \mu\text{m}$  below. Fig. 9 presents KIT images of such stacking faults for 3 different sizes. The smallest defects available for that study are  $2\ \mu\text{m}$  wide and they generate well visible images as is shown in Fig. 9c.

A variation of the sizes of the images within each of the 3 pictures in Fig. 9 is correlated to the depth of the defects below the surface. Smaller images result from defects located deeper

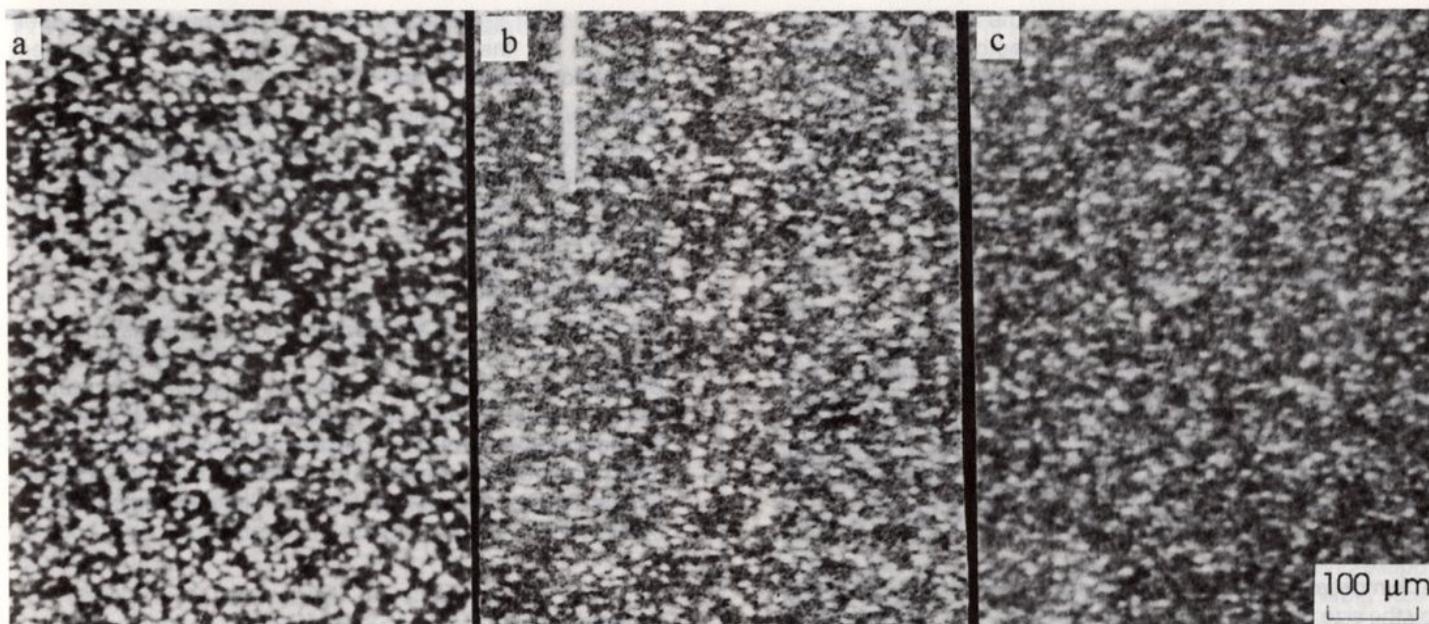


Fig. 9 Back reflection plane wave images of microdefects for different defect sizes. a) 8 μm, b) 3,5 μm, c) 2 μm, variation of the image size within a single picture results from different positions of the defects below the surface.

below because the soft parts of the contrast go lost on the path through the crystal. The largest images for the 2 μm defects (Fig. 9c) are about 15 μm wide. It was concluded therefore that the lower limit for XRT imaging is given for defect sizes between 0.5 and 1 μm. Contrast simulations /19/ have confirmed this conclusion to hold for back reflection and transmission as well. This limit is set by the smallest spot like images of about 5 μm which are discernible with the present days most efficient recording material Ilford L4.

**4.5 Extension of the PW Technique to Curved Samples**

The high strain sensitivity of the PW setting becomes a disadvantage if the sample is not completely homogeneous. As is shown in Fig. 10a with a curved sample the plane wave meets the diffraction condition only in a limited area.

The typical sample in semiconductor manufacturing - the wafer - is curved from the beginning because of a high quality preparation of its front surface and an inferior preparation of its back side. And the curvature is increased by processes like diffusion and deposition of layers.

Therefore these kinds of samples with a great demand for defect inspection appear unsuited at the first sight for an analysis with this powerful technique. It could be shown however that the strain sensitivity is widely preserved with curved collimators /20/. As is shown in Fig. 10b with a curvature of the collimator adapted to that of the sample plane wave conditions are given point by point along the incident plane. The principle works down to curvatures of a few meters in radius. Quite obviously, however, it works well only with homogeneously curved samples. Observation of an inhomogeneous bend of a sample may be taken as a first hint to an inhomogeneous processing. More information - though at a higher expense - can be obtained by stepwise rotating the sample through the diffraction range exposing the partial pictures on the same film.

A camera /21/ for application of curvable collimators is constructed with a vertical plane of incidence. This together with versatile adjustment facilities allows for a horizontally positioned sample. Therefore the sample is only put on its back side and does not need any clamps or glues so that damage or contamination is avoided. The camera allows for diffractometry, topography and measurement of the sample curvature. It can

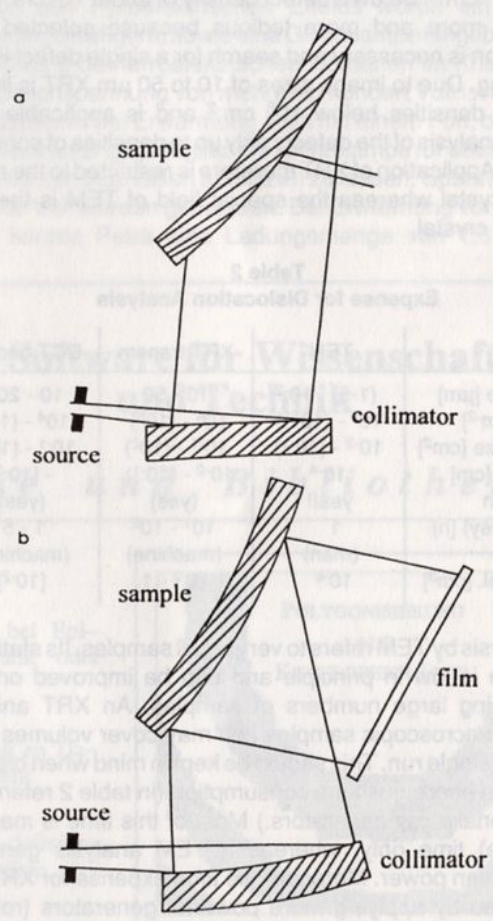


Fig. 10 Scheme of plane wave topography applied to a curved sample. a) Exploring beam from a flat collimator meets diffraction conditions only in a limited sample area. b) With a curvature of the collimator adapted to that of the sample „plane wave conditions“ are realized point by point.

be applied for transmission topography of small samples. It is of special advantage, however, for back reflection analysis of large samples.

Samples up to 80 mm in diameter can be examined in a single run. Exposure times for Ilford L4 plates are 3-5 h referred to an x-ray tube power of 1kW. With the diffraction geometry well

adjusted for a given kind of samples the defect images are usually so wide that no high resolution photo material is needed for routine inspections. The time expense for analysis can be reduced then to 1 or 2 hours and so becomes comparable to the expense for defect detection by selective etching. But the x-ray analysis is nondestructive and does not produce dangerous wastes. Back reflection topographs presented in Figs. 7,8 have been made with that camera.

### 5. Capacity and Limitations of the Methods for Defect Analysis

Some essential features of the methods discussed above are listed in table 2 as a basis for a comparison of their pros and cons. Again the values refer to dislocations as a „standard defect“. The figures given for transmission XRT refer to the (single crystal) Lang technique because it is the most widely used transmission technique and because its plan wave counterpart - though powerful - will be applied only to special problems for ever.

The most essential feature for the detection of defects is given by the size of their images. With image sizes of 10-50 nm TEM is well suited for detection and analysis of defects in the density range between  $10^7 - 10^9 \text{ cm}^{-2}$  with an upper detection limit of about  $10^{11} \text{ cm}^{-2}$ . Below a defect density of about  $10^5 \text{ cm}^{-2}$  TEM becomes more and more tedious because selected area preparation is necessary and search for a single defect is time consuming. Due to image sizes of 10 to 50  $\mu\text{m}$  XRT is limited to defect densities below  $10^5 \text{ cm}^{-2}$  and is applicable for a detailed analysis of the defects only up to densities of some few  $10^3 \text{ cm}^{-2}$ . Application of XRT therefore is restricted to the nearly perfect crystal whereas the special field of TEM is the very imperfect crystal.

**Table 2**  
**Expense for Dislocation Analysis**

	TEM	XRT transm.	DCT back refl.
Image Size [ $\mu\text{m}$ ]	(1-5) · $10^{-2}$	10 - 50	10 - 200
Density [ $\text{cm}^{-2}$ ]	$10^9 - (10^{11})$	$10^4 - (10^5)$	$10^4 - (10^5)$
Sample Size [ $\text{cm}^2$ ]	$10^{-2} - (10^{-1})$	$10^{-1} - (10^2)$	$10^{-1} - (10^2)$
Thickness [cm]	$10^{-4}$	$10^{-2} - (10^{-1})$	- [ $10^{-3}$ ]
Preparation	yes!!	(yes)	(yes)
Time (survey) [h]	1	$10^1 - 10^2$	1 - 5
	(man)	(machine)	(machine)
Sample Vol. [ $\text{cm}^3$ ]	$10^{-6}$	$10^2 - 1$	[ $10^{-2}$ ]

Any analysis by TEM refers to very small samples. Its statistical relevance is low in principle and can be improved only by investigating large numbers of samples. An XRT analysis refers to macroscopic samples and may cover volumes up to  $1 \text{ cm}^3$  in a single run. This should be kept in mind when blaming XRT for its enormous time consumption (in table 2 referred to conventional x-ray generators.) Most of this time is machine (exposure) time only, whereas a TEM analysis generally includes man power. Moreover the time expense for XRT can be reduced by applying more powerful generators (rotating anode units or synchrotrons) or by applying a more effective technique. For example, an analysis of density and distribution of defects need not to be made with the slow transmission technique but can be performed much more quickly with the plane wave back reflection technique.

Examples and discussions in this paper have shown that pros and cons of the methods can be judged only with regard to the special problem. With regard to defect density TEM and XRT are complementary. There is no alternative to TEM with regard to detailed analysis of microdefects. An essential advantage of XRT is the nondestructive analysis of macroscopic samples.

Actually XRT samples need a careful preparation of their surfaces but that should be welcome to their subsequent application in science and technology.

Finally we want to point out that a combination of several methods generally results in more information. A typical example is detection of density and distribution of microdefects  $\geq 1 \mu\text{m}$  by XRT - so giving statistical figures - and the detailed analysis of the defects by TEM.

### Acknowledgements

The author wishes to express his sincerest thanks to Drs. E. Bauser and H. Weishart from MPI Festkörperforschung, Stuttgart, for a fruitful cooperation on „Dislocation-Nucleated Growth“ to which Fig. 8 refers. Moreover he gratefully acknowledges careful photographic reproduction of the topographs and preparation of drawings by Mrs. J. Richter. Finally thanks are due to Mrs. B. Sichart for typing the manuscript.

### References

- /1/ Kleber, Will, Einführung in die Kristallografie, Verlag Technik, Berlin 1990
- /2/ Hirsch, P., Howie, A., Nicholson, R.B., Pashley, D.W., Whelan, M.J., Electron Microscopy of thin Crystals. R.E. Krieger Publishing Company, Huntington, New York
- /3/ Tanner, B.K., X-Ray Diffraction Topography, Pergamon Press Oxford, 1976
- /4/ Tanner, B.K. and Bowen, D.K. (ed.), Characterization of Crystal Growth Defects by X-Ray Methods, Plenum Press, New York, London 1980
- /5/ Bonse, U. and Kappler, E., Z. Naturforschung, **13a**, 348
- /6/ Lang, A.R., J. Appl. Phys. **29**, 597 (1958)
- /7/ Ishikawa, T. and K. Kohra, in Handbook of Synchrotron Radiation Vol. 3, edited by G.S. Brown and D.E. Moncton, North-Holland, Amsterdam 1991
- /8/ Matsushita, T. and H. Hashizume, in Handbook of Synchrotron Radiation, Vol. 1a, edited by E. Koch, North-Holland, Amsterdam 1983
- /9/ Renninger, M., Z. Naturforschung **16a**, 1110 (1961)
- /10/ Kohra, K., J. Phys. Soc. Jap. **17**, 589 (1962)
- /11/ Indenbom, V.L., Kaganer, V.M., Möhling, W. and E.V. Suvorov, phys. stat. sol. (a) **83**, 195 (1984)
- /12/ Möhling, W., Crystallography Reviews **2**, 89 (1989)
- /13/ Kaganer, V.M., and W. Möhling, phys. stat. sol. (a) **123**, 379 (1991)
- /14/ Möhling, W., Weishart, H. and E. Bauser, submitted to Journal of Cryst. Growth
- /15/ Chikawa, J., Asaeda, J. and I. Fujimoto, J. appl. Phys. **41**, 1922 (1970)
- /16/ Renninger, M., J. appl. Cryst. **9**, 178 (1976)
- /17/ Köhler, R., Möhling, W. and M. Pasemann, phys. stat. sol. (a) **53**, 509 (1979)
- /18/ Köhler, R. and W. Möhling, phys. stat. sol. (a) **78**, 489 (1983)
- /19/ Indenbom, V.L. and V.M. Kaganer, phys. stat. sol. (a) **87**, 253 (1985)
- /20/ Jenichen, B., Köhler, R. and W. Möhling, phys. stat. sol. (a) **89**, 79 (1985)
- /21/ Jenichen, B., Köhler, R. and W. Möhling, J. Phys. E: Sc. Instr. **21**, 1062 (1988)

## 7. Aktivitäten junger Kristallzüchter

Kristalle führen zum Erfolg beim Wettbewerb „Jugend-forscht“! Petra Roszkopf entwickelte einen pyroelektrischen Konverter mit Hilfe von selbstgezüchteten Triglycinsulfatkristallen.

Seit 1983 bestehen gute Beziehungen zwischen dem Technischen Gymnasium in Müllheim und dem Kristallographischen Institut der Universität Freiburg. Durch Unterstützung von Prof. Nitsche und Prof. Krämer wurde es möglich, die Ergebnisse zweier „Jugend-forscht“ Arbeiten (1978 und 1984 über Trachtumwandlung an Alaunkristallen im Journal of Crystal Growth (1986) zu veröffentlichen.

Die von Dr. Eckstein im Kristallogr. Institut gezüchteten Triglycinsulfatkristalle (TGS) erregten mein besonderes Interesse. Nachdem von Herrn Seiler, einem unserer Technischen Lehrer, insgesamt drei Kristallzuchtapparaturen nach den Plänen des Kristallogr. Instituts angefertigt worden waren, bestand auch an unserer Schule die Möglichkeit TGS-Kristalle zu züchten.

Prof. Nitsche regte vor etwa vier Jahren an, mit Hilfe von TGS-Kristallen einen pyroelektrischen Konverter zu entwickeln, ein Gerät, das geeignet ist, aus Wärme elektrischen Strom zu gewinnen. Die hohe spontane Polarisierung des ferroelektrischen TGS und seine relativ problemlose Züchtbarkeit ließ dieses Material als besonders geeignet erscheinen. Dieses Thema schien mir für eine Technische Jahresarbeit, wie sie an unserem Gymnasium durchgeführt wird, geeignet. Nachdem sich ein angehende Abiturient wenig erfolgreich mit dem Thema beschäftigt hatte, kam Petra Roszkopf, damals Schülerin der Klasse TG 11, zu mir und fragte nach einem Thema. Dies ließ mich bereits aufhorchen, denn diese Art der Eigeninitiative ist zu diesem frühen Zeitpunkt nicht die Regel.

Nach der Synthese von TGS aus Glycin und Schwefelsäure haben wir zunächst etwa ein Jahr lang aus wässrigen Lösungen TGS-Kristalle gezüchtet. Es wurden in dieser Zeit etwa 25 Kristalle mit einem durchschnittlichen Gewicht von ca. 50 Gramm gezüchtet. Aufgrund seines inneren Aufbaus (monoklin, Punktgruppe 2) besitzt TGS eine zweizählige polare Achse. Senkrecht zu dieser Achse liegt eine Spaltebene, die es erlaubt einen Kristall in (mehrere Millimeter dicke) planparallele Platten zu spalten. Da der Kristall ein Isolator ist, müssen die Flächen der Spaltplatten zur Ableitung der elektrischen Ladungen mit einer leitfähigen Schicht belegt werden. Nach mehreren Versuchen erwies sich eine Blattgoldauflage als sehr geeignet. Die bei Erwärmung einer einzelnen Platte frei werdende Ladungsmenge ist sehr klein. Daher müssen, um nennenswerte Ladungsmengen freizusetzen, zahlreiche Platten elektrisch parallel miteinander verbunden und wegen ihrer Zerbrechlichkeit mechanisch solide verankert werden. Es wurden mehrere Problemlösungen verfolgt, die zur Entwicklung des vorliegenden Converters (Bild 1) führten. Er besteht aus zwei PVC-Platten, die zu einem „Koffer“ zusammengeklappt werden können. In den Platten befinden sich dreißig Ausfräsungen für die in Gießharz eingegossenen und damit standardisierten TGS-Spaltplatten. Alle Platten sind untereinander über vergoldete Leiterschienen verbunden. Zur Demonstration des Pyroelektrischen Effekts wurde ein digitales Spannungsmeßgerät sowie eine Glühlampe eingebaut. Nach Ausrichtung der ferroelektrischen Domänen im Kristall durch eine Gleichspannung von mehreren hundert Volt ist das Gerät einsatzbereit. Bei Erwärmung etwa mit einem Föhn, oder durch Wärmestrahlung, gelingt es die Glühlampe für etwa 10 Minuten in kurzen Intervallen aufblitzen zu lassen. Spannungen bis zu 1000 Volt wurden gemessen. Bei Erwärmung von 18°C auf 34°C konnte Petra eine Ladungsmenge von  $7.5 \cdot 10^{-5}$  C



# SOWITE

## Software für Wissenschaft und Technik

### Kundenorientierte Programme und Bibliotheken

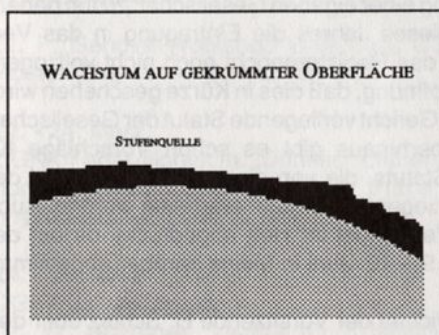
Keine konfektionierte Software ☺

Kundenorientiert mit wissenschaftlichem Hintergrund

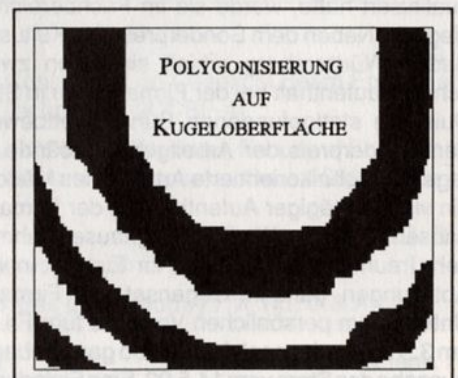
Bibliotheken oder Quellcodes für hohe Anpassungsfähigkeit bei später geänderten Problemstellungen.

Menues ohne Ballast (keine »Optionitis«)

Menues lassen sich individuell abschalten



- ◆ SIMULATION Stufenwachstum bei Epitaxie: Phänomenologie, Statistik oder Habitus
- ◆ PHASENDIAGRAMME Anpassung an Datensätze und vorgegebene Formeln
- ◆ MESSDATENANPASSUNG an frei definierbare mathematische Abhängigkeiten
- ◆ PULLDOWN-MENUE zur freien Gestaltung der Benutzeroberfläche. Einfache Applikation: nur zwei zusätzliche Zeilen im Programm erforderlich
- ◆ FENSTER für Dateneingabe wie bei PULLDOWN-Menue



BIBLIOTHEKEN UND PROGRAMME FÜR PC'S

PROGRAMMSPRACHEN:

TURBO PASCAL 6.0

MS-QUICK BASIC Compiler 4.5

BERATUNG, BEARBEITUNG UND PROGRAMMPFLEGE

QUELLCODES, BIBLIOTHEKEN zur späteren ERGÄNZUNG des PROGRAMMPAKETS



*Bild 1: Pyroelektrischer Konverter*

*Der Konverter besteht aus 2 unterschiedlich dicken PVC-Platten, die über Scharniere zu einem Koffer verbunden sind. Die Ausfräsungen in den Platten bilden das Array für die 30 mit Blattgold beschichteten TGS-Spaltplatten, von denen jede, in Gießharz eingebettet, einen 'Chip' bildet. Die Chips sind über vergoldete Leiterschienen miteinander verbunden. Zur Demonstration des pyroelektrischen Effekts wurde in die dickere Platte ein digitales Spannungsmeßgerät sowie eine Glühlampe eingebaut.*

messen, das entspricht, bei einer Gesamtkristallfläche von ca. 200 cm<sup>2</sup> einem pyroelektrischen Koeffizienten von

$$2,3 \cdot 10^{-4} \frac{C}{m^2 K}$$

Der Lohn ihrer Arbeit kann sich sehen lassen. Nachdem sie sich auf dem Regionalwettbewerb für den Landeswettbewerb qualifiziert hatte, wurde sie im Fachbereich Physik Landesiegerin. Neben dem Sonderpreis des Kultusministeriums von Baden Württemberg erhielt sie einen zweiwöchigen Forschungsaufenthalt bei der Firma Bosch in Stuttgart. In dem in Duisburg stattgefundenen Bundeswettbewerb erhielt Petra den Sonderpreis der Arbeitgeberverbände für eine herausragende technikorienteerte Arbeit eines Mädchens. Hinzu kam ein vierzehntägiger Aufenthalt bei der Firma Wacker in Burghausen. Die Firma Wacker/Burghausen nahm die Preisträgerin sehr freundlich auf und gab ihr Einblick in viele interessante Abteilungen, ganz im Gegensatz zur Firma Bosch/Stuttgart. Unter einem persönlichen Vorwand fuhr FrI. Roskopf schon am 3. Tag wieder nach Hause. So ganz nebenbei war sie in der Ausgabe des Stern vom 14.5.92. Eine Einladung der Association Nationale Sciences Techniques Jeunesse nach Paris zum Informationsforum über „The Usefulness of Space Technology for the Monitoring and Preservation of the Environment“ liegt ebenso auf ihrem Schreibtisch, wie die Einladung einer naturwissenschaftlich interessierten Klasse eines Gymnasiums in der Nähe von Bordeaux. Sie hatten den Artikel im Stern gelesen und wünschen nun Petra und ihre Arbeit näher kennenzulernen.

O. Schäfer  
(Studienrat, betreuender Lehrer)

## Mitteilungen anderer Gesellschaften

### AACG

Schwerpunkt der Frühlingausgabe des AACG Newsletters ist ein Fachartikel über die Anwendung der „Scanning Probe Microscopy“ für die Kristallzüchtung. Es werden verschiedene Verfahren besprochen, die unter anderem Auskünfte über die atomare Struktur von Oberflächen, Korngrößen und Oberflächenrauigkeit liefern. Der Beitrag ist ein guter Übersichtsartikel mit instruktiven Bildern und weiterführenden Literaturhinweisen.

Eröffnet wird diese Ausgabe mit der President's Corner. Dave Brandles Themen sind das neue Mitgliederverzeichnis (die AACG hat z.Z. 700 Mitglieder), anstehende Vorstandswahlen und bevorstehende Konferenzen, an denen die AACG organisatorisch beteiligt ist. Abgerundet wird das Heft durch Tagungsankündigungen, Nachrichten aus den Regionen und einem kurzen Konferenzbericht von der Jahrestagung der israelischen Kristallzüchtungsgesellschaft.

### BACG

Von der British Association for Crystal Growth liegen mir die März- und Juliausgabe dieses Jahres zur Durchsicht vor. Im Märzheft ergreift in den Chairman's Notes Don Hurle zum ersten Mal als Präsident das Wort. Er beginnt mit einem Dankeschön an seinen Vorgänger Peter Dryburgh für dessen Arbeit als Chairman der Gesellschaft. Ein weiteres Thema ist das neue Layout des Newsletters. Seit der letzten Ausgabe werden die einzelnen Beiträge mit Hilfe eines Desktop Publishing Systems in einen Computer eingescannt und in ein einheitliches Format gebracht. Dieses Verfahren hat die Herstellungskosten soweit reduziert, daß der Newsletter fast völlig durch die Mitgliedsbeiträge finanziert werden kann.

Es folgen Konferenzberichte von der 3rd International Conference of Chemical Beam Epitaxy and Related Growth Techniques vom 1. - 5. September 91 in Oxford und von einem eintägigen Meeting bei ICI in Runcorn über „Control of Structure and Mechanical Properties of Crystalline Material“.

Sowohl in der März als auch in der Juliausgabe gibt es eine Besprechung eines DGKK-Mitteilungsblattes (November 91 und Mai 92). Schwerpunkt des Juliheftes ist ein ausführlicher Konferenzbericht vom 2nd NATO Advanced Study Institute Workshop on In-Situ Processing. Weitere Themen sind eine Buchbesprechung (KDP - Family Single Crystals von L.N. Rashovich), ausführliche Tagungsankündigungen sowie ein Abdruck des Programms vom 2nd International Workshop on Crystal Growth of Organic Materials.

### DGK

Die Beiträge der dritten Ausgabe der Kristallographie-Nachrichten der Deutschen Gesellschaft für Kristallographie beschäftigen sich überwiegend noch mit Themen und Problemen, die mit der Gründung einer eigenen Gesellschaft zu tun haben. So war im April dieses Jahres die Eintragung in das Vereinsregister durch das Registergericht noch nicht vollzogen. Es bestand aber Hoffnung, daß dies in Kürze geschehen wird. Im Heft ist das dem Gericht vorliegende Statut der Gesellschaft abgedruckt. Darüberhinaus gibt es schon Vorschläge für Änderungen des Statuts, die von einer Kommission auf der Grundlage des vorliegenden Statuts erarbeitet wurden. Auch diese geänderte Version ist im Heft abgedruckt, da auf der DGK-Tagung vom 9. - 12. Juni in Mainz darüber abgestimmt werden soll.

Darüberhinaus berichtet der Vorsitzende H. Schulz über den Aufbau einer eigenen Mitglieder- und Finanzverwaltung, die zu Zeiten der AGK noch von der Gesellschaft Deutscher Chemiker

(GDCh) übernommen worden war. Noch heute verwaltet die GDCh das Vermögen der DGK, da diese bis jetzt noch nicht als gemeinnütziger eingetragener Verein anerkannt ist. Ein weiteres Kapitel beschäftigt sich mit den Assoziierungsverhandlungen mit den ehemaligen Trägergesellschaften. Diese Verhandlungen sind mit der Deutschen Physikalischen Gesellschaft und der GDCh soweit gediehen, daß über die Vereinbarungen auf der Mitgliederversammlung in Mainz abgestimmt werden kann. Vorgesehen sind die üblichen Regelungen zwischen assoziierten Gesellschaften: Beitragsermäßigung für Doppelmitglieder, Teilnahme an Veranstaltungen zu den Gebühren für Mitglieder und gegenseitige Vertretung in Vorstandsgremien. Mit der GDCh sind einige darüberhinausgehende Regelungen vereinbart worden. Die Gespräche mit der DMG (Deutsche Mineralogische Gesellschaft) sind noch nicht so weit gediehen, daß es zu einer Vorlage gekommen ist, über die die Mitgliederversammlung hätte abstimmen können. Ein weiterer Abschnitt des Heftes ist den Arbeitskreisen gewidmet. Diese sollen ihre Gründungsversammlungen während der Jahrestagung in Mainz durchführen.

#### KKN

Info Nr. 52 der Kontaktgroep voor Kristalgroei Nederland beginnt mit Namen und Adressen der Vorstandsmitglieder. Es folgen Zusammenfassungen mehrerer Promotionsarbeiten von Mitgliedern. Den Abschluß bildet ein Tagungskalender.

### Tagungskalender

#### 1992

**12. - 16. Oktober** La Hague / NL  
12th International Vacuum Congress (IVC-12)  
8th International Conference on Solid Surfaces (ICSS-8)  
Congress Secretariat IVC-12/ICSS-8, Van Namen & Westerlanden Congress Organization Services, P.O.Box 1558, 6501 BN Nijmegen, Niederlande

**2. - 4. November** Aachen / D  
European Workshop on II/VI Semiconductors  
H. Henke, Institut für Halbleitertechnik, Lehrstuhl I, RWTH Aachen, Templergraben 55, W-5100 Aachen

**30. November - 5. Dezember** Boston (MA) / U.S.A.  
Fall Meeting of the Materials Research Society (MRS)  
Ms. M. Geil, 9800 McKnight Road, Pittsburgh, PA 15237, U.S.A.

#### 1993

**7. - 10. März** Bardonecchia / I  
7th European Workshop on Molecular Beam Epitaxy (7th EURO-MBE)  
Dr. F. Genova Workshop Chairman, CSELT Via G. Reiss Romoli 274, 10148 Torino, Italy

**22. - 24. März** Gosen / D  
DGKK Fachkolloquium: „Dünnschichtherstellung von Verbindungshalbleitern und -isolatoren: Präparation, Morphologie physikalische Eigenschaften“

**24. - 26. März** Gosen / D  
DGKK Jahrestagung  
Dr. W. Schröder, Institut für Kristallzüchtung, Rudower Chaussee 6, D-O-1199 Berlin

**29. März - 2. April** Regensburg / D  
13th General Conference of the Condensed Matter Division of the EPS gemeinsam mit dem Arbeitskreis Festkörperphysik der DPG

Prof. Dr. H. Hoffmann, Institut für Angewandte Physik der Universität, Universitätsstr. 31, W-8400 Regensburg

**5. - 8. April** Oxford / U.K.  
8th Oxford Conference on Microscopy of Semiconducting Materials

Dr. A.G. Cullis, DRA Malvern, St Andrews Road, Malvern, Worcs WR14 3PS, U.K.

**12. - 16. April** San Francisco (CA) / U.S.A.  
Spring Meeting der Materials Research Society (MRS)

Ms. M. Geil, 9800 McKnight Road, Pittsburg, PA 15237, U.S.A.

**14. - 16. April** Glasgow / U.K.  
95th General Discussion of the Royal Society of Chemistry, Farady Division: Equilibrium Structure, Interface Kinetics, Lattice Defects and their Inter-relationships

Prof. J.N. Sherwood, Dept. of Pure and Applied Chemistry, University of Strathclyde, Thomas Graham Building, 295 Cathedral Street, Glasgow G1 1XL, U.K.

**16. - 21. Mai** Barcelona / E  
22nd Annual International Conference on Computer Coupling of Phase Diagrams and Thermochemistry (CALPHAD-22)

Prof. N. Clavaguera, Universidad de Barcelona, Facultad de Fisica, Avda. Diagonal 647, E-08028 Barcelona, España

**16. - 21. Mai** Honolulu (HA) / U.S.A.  
3rd International Symposium on Diamond Materials  
The Electrochemical Society Inc., 10 South Main Street, Pennington, NJ 08534-2896

**2. - 4. Juni** Malmö / S  
5th European Workshop on Metal-Organic Vapour Phase Epitaxy and Related Growth Techniques (EW-MOVPE V)  
P. Omling, Secretary of EW-MOVPE V, Dept. of Physics University of Lund, Box 118, S-221 00 Lund, Sweden

**21. - 23. Juli** Nara / J  
4th International Conference on Chemical Beam Epitaxy and Related Growth Techniques (ICBE-4)  
Prof. S. Hiyamizu, ICBE-4 Chairman, Faculty of Engineering Science, Osaka University, Toyonaka, Osaka 560, Japan

**1. - 6. August** Baltimore (MD) / U.S.A.  
9th American Conference on Crystal Growth  
V. Fratello, AT&T Bell Labs, Murray Hill, NJ, U.S.A.

**23. - 27. August** Garmisch-Partenkirchen / D  
6th International Conference on Modulated Semiconductor Structures (MSS6)  
G. Abstreiter, MSS6 Chairman, Walter Schottky Institut, Techn. Universität München, D-8046 Garching

**25. - 27. August** Saitama / J  
2nd International Conference on the Application of Diamond Films and Related Materials (ADC '93)  
ADC '93 Secretariat, c/o International Communications Inc., Kasho Bldg. 2F, 2-14-9, Nihombashi, Cuo-ku, Tokyo 103, Japan

**29. August - 2. September** Freiburg i.Br. / D  
20th International Symposium on Gallium Arsenide and Related Compounds

H.J. Boehnel, Fraunhofer-Institut für Angewandte Festkörperphysik, Tullastr. 72, D-7800 Freiburg i.Br., Germany

**29. August - 1. September** Chiba / J  
International Conference on Solid State Devices and Materials  
5th International Conference on Silicon Molecular Beam Epitaxy  
Prof. Y. Shiraki, Research Center for Advanced Science and Technology (RCAST), University of Tokyo, 4-6-1 Komaba, Meguro-ku, Tokyo, Japan

**1. - 8. September** Beijing / PRC  
16th Triennial General Assembly and International Congress of the International Union of Crystallography

Prof. M.-C. Shao, Institute of Physical Chemistry, Department of Chemistry, Peking University, Beijing 100871, China

**6. - 10. September** Cambridge / U.K.  
15th International Conference on Amorphous Semiconductors: Science and Technology

Dr. A.J. Snell, Dept. of Electrical Engineering, The University of Edinburgh, The King's Buildings, Edinburgh EH9 3JL, Scotland

**19. - 22. September** Bristol / U.K.  
4th International Workshop on Purification of Materials for Crystal Growth and Glass Processing

Prof. F.W. Aigner, The Pennsylvania State University, 134 Materials Research Lab., University Park, PA 16802, U.S.A.

**20. - 24. September** Albufeira / Portugal  
4th European Conference on Diamond, Diamond-like and Related Coatings (Diamond Films '93)

Conference Organizers in Medicine, Science and Technology, P.O.Box 415, Lausanne 1, Switzerland

**21. - 25. September** Leipzig / D  
15th European Crystallographic Meeting (ECM-15)

Prof. P. Paufler, Institut für Kristallographie, Mineralogie und Materialwissenschaft, Universität Leipzig, Scharnhorststr. 20, O-7030 Leipzig

## STELLENANGEBOT

### Offene, besoldete Doktorandenstelle

(ab April '93) in der neuen Gruppe für Chemie, Kristallzüchtung und Festkörpereigenschaften anorganischer und organischer Verbindungen (Institut für anorganische, analytische und physikalische Chemie, Universität Bern, Freiestr. 3, 3000 Bern, Schweiz).

Forschungsthemen im Grenzbereich Chemie-Physik mit Schwerpunkt Einkristallzüchtung (methodische Entwicklungen, Züchtung spezieller Verbindungen und in situ Charakterisierung des Wachstums).

Nähere Auskünfte: Prof. Dr. J. Hulliger (Tel. 0041-1 377 23 29)

## STELLENGESUCH

### Dr. rer. nat. / Dipl. Min.

Promotion 7/1990 in Marburg, 2 Jahre Postdoc in USA. Praktische Erfahrung: Oxidkristalle, Silikate, Diverse Kristallzüchtungs- und Charakterisierungsmethoden, Zonenschmelzen in Spiegelöfen, Magnetische Eigenschaften, Thermodynamik;

sucht Tätigkeit in Forschung, Entwicklung und Qualitätssicherung vorzugsweise im Bereich Anorganische Materialien und Werkstoffe (Kristalle, Dünne Schichten, Keramik, Glas, Metalle).

Dr. Roland Geray, Hoher Rain 8, 7990 Tettngang, Tel.: 0 75 42 / 78 80

## Kristallzüchter sucht Stelle:

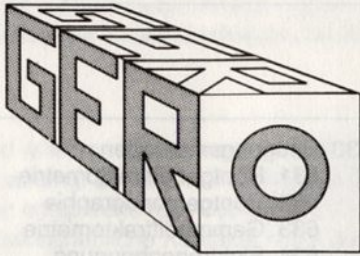
Seit 1958 Züchtung verschiedenster Kristalle für Anwendungen in den Bereichen Optik (Laser, Nichtlineare Optik), Halbleiter, Piezoelektrik und Ferroelektrik (ca. 30 verschiedene Substanzen).

Spezielle Erfahrungen liegen bei neuen Fluorid- und Oxidlaserkristallen vor (Forschungsprojekte und Produktion).

Wer hat Interesse an einer Zusammenarbeit für den Vertrieb von Kristallen und Zubehör zu Kristallzüchtungsanlagen aus China?

Bitte melden Sie sich bei **H. Walcher, Fraunhofer-Institut für Angewandte Festkörperphysik, Tullastraße 72, 7800 Freiburg, Tel.: 07 61 / 51 59-358, Fax: 07 61 / 51 59-4 00.**





**GERO Hochtemperaturöfen GmbH**

Monbachstraße 7

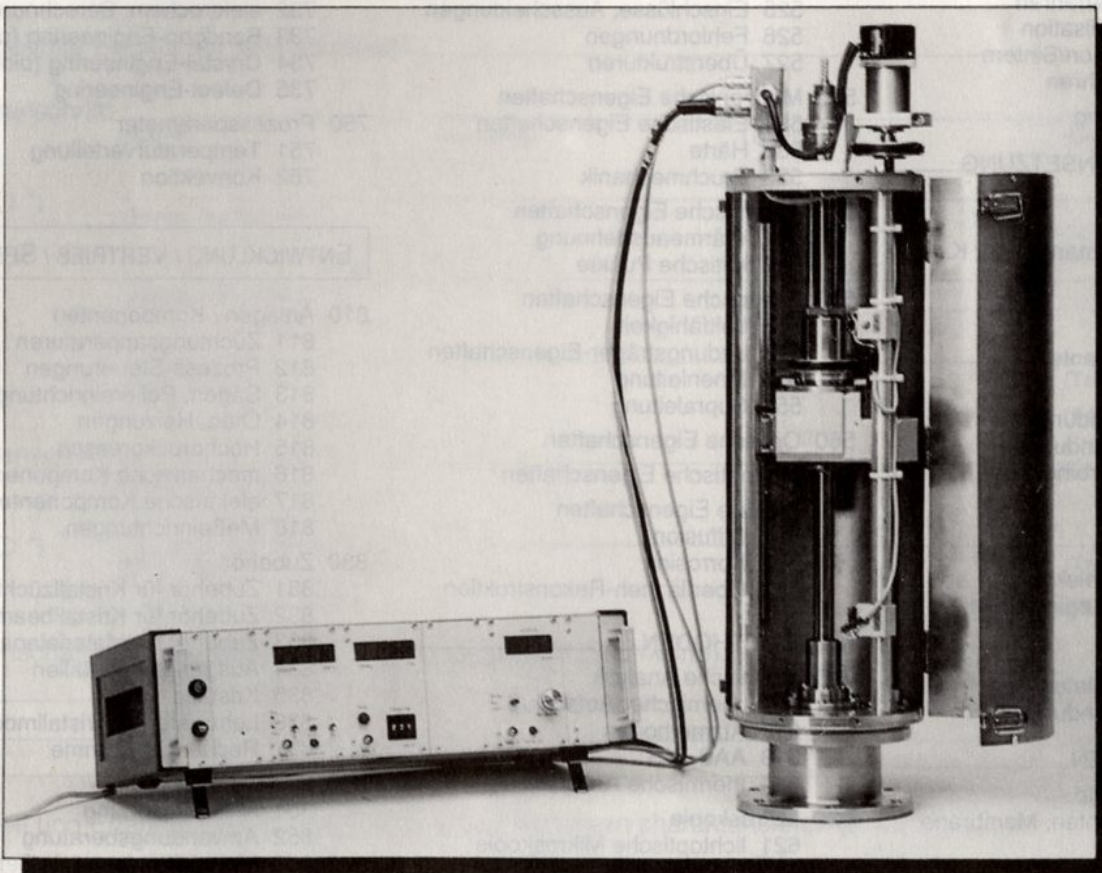
D-7531 Neuhausen

Telefon 0 72 34 / 61 36

Telefax 0 72 34 / 53 79

**Lieferprogramm:**

- Standardrohöfen bis 1800 °C
- Mehrzonenrohöfen bis 1800 °C
- Zehnzonenrohöfen bis 1500 °C
- SiC Rohr- und Kammeröfen bis 1500 °C
- Kammer- und Tiegelöfen bis 1800 °C
- Kalibrieröfen für Thermoelemente und Pyrometer
- Vakuum und Schutzgasöfen bis 3000 °C
- Bewegungseinrichtungen für Öfen und Proben
- Zonenschmelzanlagen
- Kristallziehvorrichtungen (Bridgman und Czochralski)
- Wärmerohre (heat pipes)
- Wassergekühlte Edelstahlflansche für Keramikrohre zum Arbeiten unter Vakuum und Schutzgas
- Mikrowellentrocken- und Aufschlußöfen
- Mikrowellenplasma-Sinteranlagen
- Mikrowellensendeanlagen
- Kalte Schwebeschmelztiegel
- Temperaturprofilmeßeinrichtungen
- Thyristorleistungssteller
- Diamantdrahtsägen zur Kristallpräparation
- Sonderofen- und -anlagenbau



**Kristallziehvorrichtung KZV 90**

Als Kristallziehkopf oder Tiegelhub- und -drehmechanismus an Czochralski-, Bridgman- oder ähnliche Anlagen anbaubar.

# DGKK - STICHWORTLISTE

## KRISTALLHERSTELLUNG

### ZÜCHTUNGSMETHODEN

- 110 Schmelzzüchtung
  - 111 Czochralski
  - 112 LEC
  - 113 Skull / kalter Tiegel
  - 114 Kyropoulos
  - 115 Bridgman
  - 116 Schmelzzonen
  - 117 gerichtetes Erstarren
  - 118 Verneuil
  - 119 andere Methoden
- 120 Gasphasenzüchtung
  - 121 CVD, CVT
  - 122 PVD, VPE
  - 123 MOCVD
  - 124 MBE, MOMBE
  - 125 Sputterverfahren
  - 129 andere Methoden
- 130 Lösungszüchtung
  - 131 wässrige Lösung
  - 132 Gelzüchtung
  - 133 hydrothermal
  - 134 Flux
  - 135 LPE
  - 136 THM
  - 139 andere Methoden
- 140 weitere Verfahren
  - 141  $\mu$ -g Züchtung
  - 142 Hochdrucksynthese
  - 143 Explosionsverfahren
  - 144 Elektrokristallisation
  - 145 Rekristallisation/Sintern
  - 149 andere Verfahren
- 150 Reinstoffherstellung

### MATERIALZUSAMMENSETZUNG

- 210 Elemente
  - 211 Graphit
  - 212 Diamant, diamantartiger K.
  - 213 Silizium
  - 214 Germanium
  - 215 Metalle
  - 219 andere Elemente
- 220 Verbindungen
  - 221 binäre Verbindungen
  - 222 ternäre Verbindungen
  - 223 multinäre Verbindungen
  - 231 IV-IV
  - 232 III-V
  - 233 II-VI
  - 234 Oxide, Ferroelektrika
  - 235 metallische Legierungen
  - 236 Supraleiter
  - 237 Halogenide
  - 238 organische Materialien
  - 239 andere Verbindungen

### WACHSTUMSFORMEN

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

- 323 amorphe Materialien, Gläser
- 324 Multischicht-Strukturen
- 325 Keramik, Verbundwerkstoffe
- 326 Biokristallit
- 327 Flüssigkristalle
- 328 Polymere
- 329 andere Materialtypen

### KRISTALLBEARBEITUNG

- 411 Tempern
- 412 Sägen, Bohren, Erodieren
- 413 Schleifen, Läppen, Polieren
- 414 Laserstrahl-Bearbeitung
- 421 Lithographie
- 422 Ionenimplantation
- 423 Mikrostrukturerung

### KRISTALLCHARAKTERISIERUNG

#### KRISTALLEIGENSCHAFTEN

- 510 grundlegende Eigenschaften
  - 511 Stöchiometrie
  - 512 Phasenreinheit
  - 513 Struktur, Symmetrie
  - 514 Morphologie
  - 515 Orientierungsverteilung
  - 516 Phasenumwandlungen
- 520 Strukturdefekte / Struktureinheiten
  - 521 Punktdefekte, Dotierung
  - 522 Versetzungen
  - 523 planare Defekte, Verzwilligung
  - 524 Korngrenzen
  - 525 Einschlüsse, Ausscheidungen
  - 526 Fehlernungen
  - 527 Überstrukturen
- 530 Mechanische Eigenschaften
  - 531 Elastische Eigenschaften
  - 532 Härte
  - 533 Bruchmechanik
- 540 Thermische Eigenschaften
  - 541 Wärmeausdehnung
  - 542 kritische Punkte
- 550 Elektrische Eigenschaften
  - 551 Leitfähigkeit
  - 552 Ladungsträger-Eigenschaften
  - 553 Ionenleitung
  - 554 Supraleitung
- 560 Optische Eigenschaften
- 570 Magnetische Eigenschaften
- 580 Weitere Eigenschaften
  - 581 Diffusion
  - 582 Korrosion
  - 583 Oberflächen-Rekonstruktion

#### MESSMETHODEN

- 610 chemische Analytik
  - 611 chemischer Aufschluß
  - 612 Ätzmethoden
  - 613 AAS, MS
  - 614 thermische Analyse
- 620 Mikroskopie
  - 621 lichtoptische Mikroskopie
  - 622 Elektronenmikroskopie
  - 623 Rastertunnel-Mikroskopie
  - 624 Lumineszenz-Topographie

- 630 Beugungsmethoden
  - 631 Röntgendiffraktometrie
  - 632 Röntgentopographie
  - 633 Gammadiffraktometrie
  - 634 Elektronenbeugung
  - 635 Neutronenbeugung

- 640 Spektroskopie, Spektrometrie
  - 641 UV-, VIS-, IR-, Fourier-
  - 642 Raman-, Brillouin-
  - 643 Kurzzeit-Spektroskopie
  - 644 NMR, ESR, ODMR
  - 645 RBS, Channeling
  - 646 SIMS, SNMS

- 650 Oberflächenanalyse
  - 651 LEED, AUGER
  - 652 UPS, XPS

- 660 Elektrische Charakterisierung
- 670 Andere Meßmethoden

### MATHEMATISCHE BEHANDLUNG

- 710 Kristallwachstum
  - 711 Keimbildung
  - 712 Wachstumsvorgänge
  - 713 Transportvorgänge
  - 714 Rekristallisation
  - 715 Symmetrieaspekte
  - 716 Kristallmorphologie
  - 717 Phasendiagramme
- 730 Materialeigenschaften
  - 731 thermodyn. Berechnungen
  - 732 elektrochem. Berechnungen
  - 733 Bandgap-Engineering (physik.)
  - 734 Crystal-Engineering (biolog.)
  - 735 Defect-Engineering
- 750 Prozessparameter
  - 751 Temperaturverteilung
  - 752 Konvektion

### ENTWICKLUNG / VERTRIEB / SERVICE

- 810 Anlagen / Komponenten
  - 811 Züchtungsapparaturen
  - 812 Prozess-Steuerungen
  - 813 Sägen, Poliereinrichtungen
  - 814 Öfen, Heizungen
  - 815 Hochdruckpressen
  - 816 mechanische Komponenten
  - 817 elektrische Komponenten
  - 818 Meßeinrichtungen
- 830 Zubehör
  - 831 Zubehör für Kristallzüchtung
  - 832 Zubehör für Kristallbearbeitung
  - 833 Zubehör für Materialanalyse
  - 834 Ausgangsmaterialien
  - 835 Kristalle
  - 836 Lehrmaterial, Kristallmodelle
  - 837 Rechenprogramme
- 850 Service
  - 851 Anlagenplanung
  - 852 Anwendungsberatung
  - 853 Materialanalyse (als Service)

**!! Stichwortliste neu !!**

Der Schriftführer bittet darum, bei Antrag auf Mitgliedschaft nur diese Code-Nr. zu verwenden.

Wenn Sie auf dem Gebiet Kristallwachstum, -züchtung, -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 400 Fachkollegen, die einer Gesellschaft angehören, deren Zweck 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 Beziehung zu anderen wissenschaftlichen Gesellschaften zu fördern, sowie
  - die Interessen ihrer Mitglieder auf nationaler und internationaler Ebene im Sinne der Gemeinnützigkeit zu fördern.

DGKK-Schriftführer  
Dr. H. Walcher  
Fraunhofer-Gesellschaft  
Inst. f. Angew. Festkörperphysik  
Tullastraße 72  
D-7800 Freiburg

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 30,—, für Studenten DM 15,—)

### Antrag auf Mitgliedschaft / Änderung

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) (Vorname) (Titel) (Beruf)

\*) \_\_\_\_\_  
(Firma, Institut, etc.)

\_\_\_\_\_  
(Straße, Haus-Nr.)

\_\_\_\_\_  
(PLZ, Ort) (Telefon)

(FAX) \_\_\_\_\_

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

\*) \_\_\_\_\_  
(PLZ, Ort) (Telefon)

Wissenschaftliche Interessen- und Erfahrungsgebiete (Stichworte):

\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_

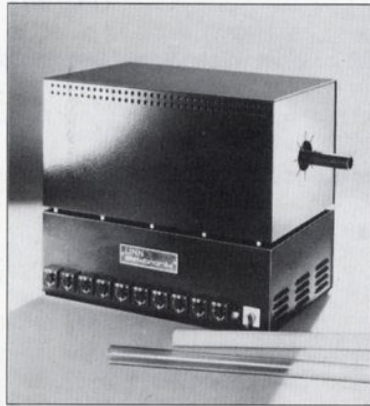
Tätigkeit und Erfahrung mit maximal 10 Stichwortnummern charakterisieren (s. Liste).

1.:.....; 2.:.....; 3.:.....; 4.:.....; 5.:.....; 6.:.....; 7.:.....; 8.:.....; 9.:.....; 10.:.....;

\_\_\_\_\_ den \_\_\_\_\_ (Unterschrift)

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

# LINN High Therm DAS UMFASSENDE PROGRAMM



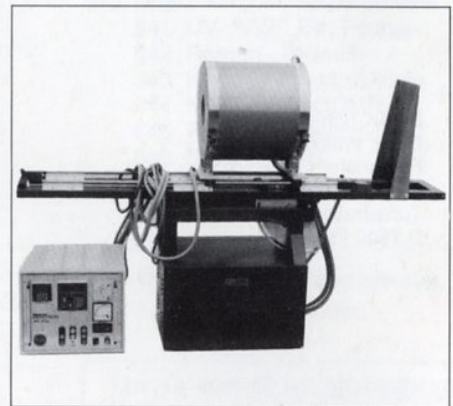
## FuE-Rohröfen

zum thermischen Modellieren  
20 (Halb)Zonen einzeln regelbar  
Temperaturbereich bis 1300° C  
Quarz-, Graphit, Keramik-  
und Metallrohre  
mehrere Rohrdurchmesser  
100 % Faserisolierung



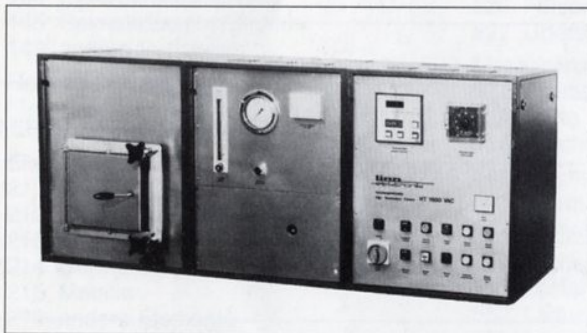
## Mini-Spiegelöfen

kompakteste Abmessungen  
mit Schutzgasbetrieb  
2 x 150 Watt Strahler  
Temperaturbereich bis 2000° C  
Kontrollleuchten für Wasser-  
mangel, Übertemperatur und  
Schutzgas  
auch größere Sonderanlagen



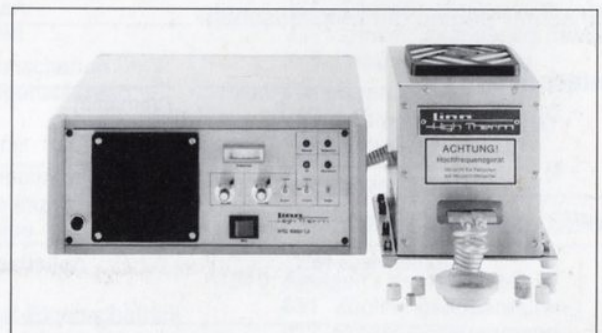
## Rohröfen

um 90° klappbar, ermöglicht horizontalen  
und vertikalen Betrieb  
verfahrbar von 2 bis 200 mm/h  
1 oder 3 beheizte Zonen  
Temperaturbereich bis 1700° C (vertikal)  
100 % Faserisolierung  
verschiedene Größen



## Hochtemperaturöfen

vakuumdicht und schutzgasdicht  
Kammervolumen 4, 26 und 52 Liter  
für oxidierende und reduzierende Atmosphären  
Temperaturbereich 1300° C, 1600° C und 1800° C  
für alle Erwärmungsprozesse  
100 % Faserisolierung  
große Auswahl an Temperaturregelungen  
**NEU:** 2100° C unter oxidierender Atmosphäre



## Hochfrequenz-Generatoren

in Halbleitertechnik  
zum induktivem Löten von z.B. Metall-Keramik-Verbin-  
dungen  
tiegelloses Schwebeschmelzen  
HF-Ausgangsleistung 1,3 kW  
sehr hoher Wirkungsgrad  
äußerst kompakt B 470 x H 160 x T 400 mm  
geringes Gewicht  
bis 20 m absetzbarer HF-Generator als Option  
weitere Generatoren bis 12 kW

**linn** GmbH  
**High Therm**

Heinrich-Hertz-Platz 1 · Eschenfelden · D-8459 Hirschbach 1  
Telefon (0 96 65) 17 21-25, Telex 63902 · Telefax (0 96 65) 17 20

Industrial Furnaces  
Laboratory Furnaces  
High-Frequency Heating  
High-Temperature Technologies