



ISSN 2193-3758

Mitteilungsblatt  
Nr. 102 / 2016



Deutsche Gesellschaft  
für Kristallwachstum und  
Kristallzüchtung e.V.



---

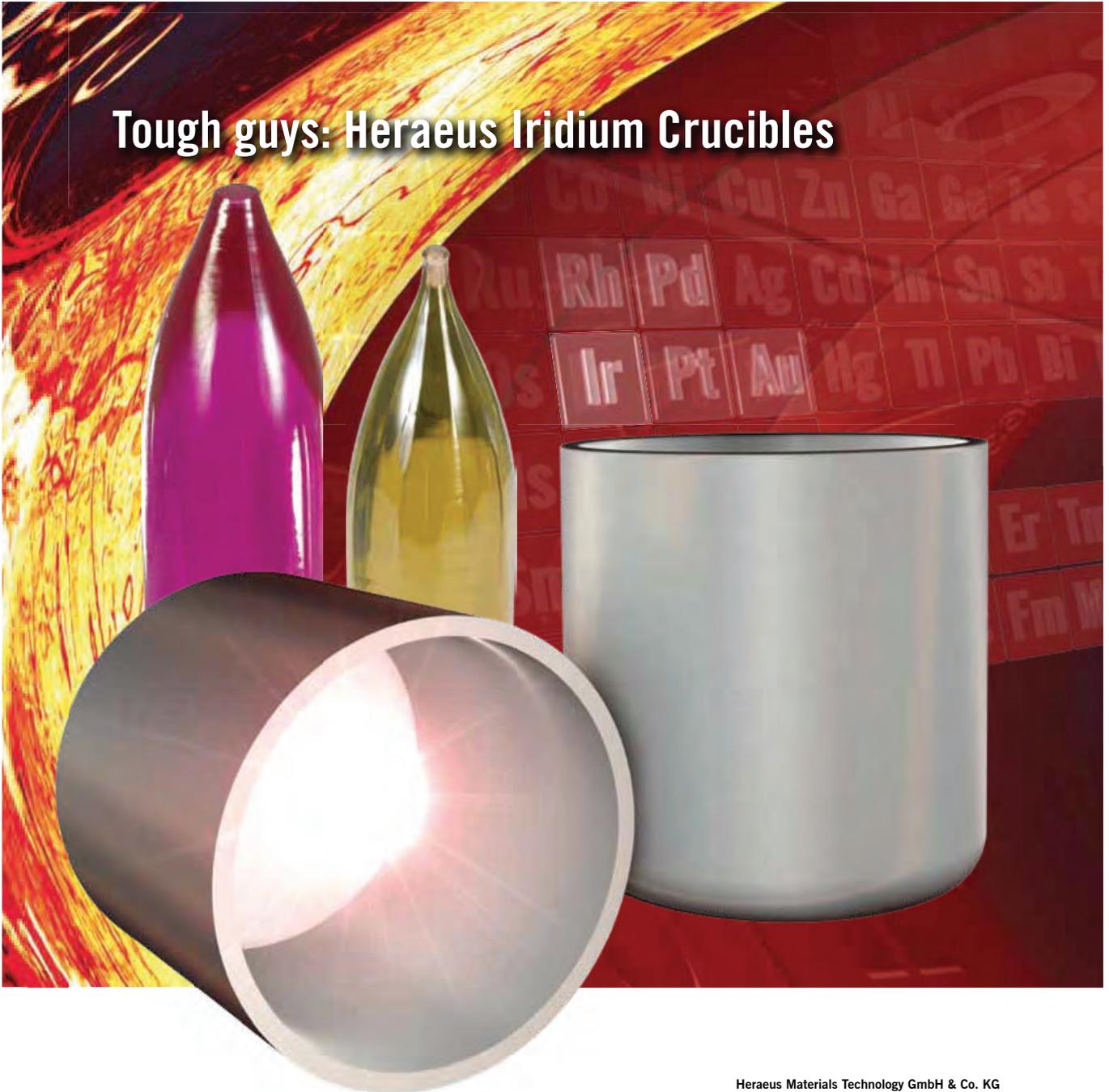
## Inhaltsverzeichnis

Der Vorsitzende / Editorial . . . . .	3
DGKK intern . . . . .	5
DGKK Personen . . . . .	7
DGKK Nachrichten . . . . .	10
DGKK Fokus . . . . .	20
DGKK Nachwuchs . . . . .	45
Über die DGKK . . . . .	47
Tagungskalender . . . . .	48

---

# Heraeus

## Tough guys: Heraeus Iridium Crucibles



### Precious Metals

Precious Metals are essential tools in laboratories and factories. Our product range extends from standard items to highly specific custom-made equipment.

[www.pt-labware.com](http://www.pt-labware.com)

### Heraeus Materials Technology GmbH & Co. KG

Engineered Materials Division  
Business Unit Precious Metals Technology  
Heraeusstr. 12 - 14  
63450 Hanau, Germany  
Phone +49 6181.35-5123  
Fax +49 6181.35-3533  
[precious-metals-technology@heraeus.com](mailto:precious-metals-technology@heraeus.com)

## Der Vorsitzende

### Liebe Kolleginnen und Kollegen,

gerade haben wir unsere Vorstandssitzung in Berlin abgehalten. Ein Thema war die Zusammenarbeit mit anderen Verbänden. An erster Stelle dabei die DGK, die Deutsche Gesellschaft für Kristallographie. Hier ist geplant, gegenseitig Minisymposien bzw. Sitzungen auf den jährlichen Konferenzen der jeweils anderen Organisation durchzuführen. Eine stärkere Verzahnung ist sicherlich im Interesse aller. Das gilt auch für Schulen und Weiterbildung. Die DGK veranstaltet in jedem Jahr Schulen zu bestimmten Themen, die eventuell auch für den einen oder anderen Nachwuchswissenschaftler im Umfeld der DGKK von Interesse sein könnte. Deshalb wollen wir in Zukunft die Informationen darüber auch über unsere Kanäle wie z.B. die DGKK News verbreiten.

Wir schauen auch in andere Richtungen und werden evaluieren, inwiefern Zusammenarbeit mit anderen in der Materialwissenschaft angesiedelten Verbänden möglich ist. Anregungen und Ideen in dieser Richtung nimmt der Vorstand gerne entgegen.

Der Überbau aller materialwissenschaftlichen Verbände, die BV Matwerk, erscheint uns etwas zu breit, als dass dort unsere Interessen gut vertreten werden könnten. Es war in der Vergangenheit auch nicht klar, ob BV Matwerk überhaupt weiter Bestand haben würde. Inzwischen ist eine grundlegende Konsolidierung eingetreten. Man wird sehen, ob der neue Vorstand mit Dr. Ursula Eul vom FhG-LBF in Darmstadt und Dr. Peter Dahlmann vom Stahlinstitut VDEh in Düsseldorf mehr Leben in die Organisation bringen kann. Wir werden kritisch beobachten, ob die DGKK von den Aktivitäten des BV Matwerk in irgendeiner Weise profitieren kann.

Ein anderer Diskussionspunkt bei unserer Vorstandssitzung waren die Kristallzüchtungskonferenzen. So haben wir im nächsten Jahr unsere DKT als 5th German-Swiss Conference on Crystal Growth. In den Anfangsjahren der DGKK wurden häufig gemeinsame Tagungen mit der Sektion Kristallwachstum der Schweizerischen Gesellschaft für Kristallographie durchgeführt. Die letzte gemeinsame Veranstaltung in Basel

ist nunmehr fast 25 Jahre her und so freut es mich, dass wir im nächsten Jahr endlich wieder zusammenkommen. 2018 wird die DKT voraussichtlich in Wien stattfinden. Hier hat sich Andrey Prokofiev bereit erklärt, die Veranstaltung an der TU Wien durchzuführen. Ich bin gespannt, dort mehr über die Aktivitäten unserer österreichischen Kollegen zu erfahren, die eher selten bei den typischen Kristallzüchtungstagungen in Erscheinung treten. Wie immer wird die endgültige Entscheidung für 2018 durch die Mitgliederversammlung vorgenommen. Ich hoffe, dass viele von Ihnen zur DKT 2017 nach Freiburg kommen und an der Mitgliederversammlung teilnehmen werden.

Im Rückblick auf das Jahr 2016 war der Höhepunkt die ICCGE-18 in Nagoya. Hier war es dem Chairman Koichi Kakimoto gelungen, zwei der drei Nobelpreisträger von 2016 für die Plenarvorträge zu gewinnen: Isamu Akasaki und Hiroshi Amano. Darüber hinaus gab sich der japanische Kronprinz die Ehre, der Eröffnungszeremonie beizuwohnen und eine Ansprache zu halten. Nicht nur für Japaner war dieses ein besonderes Erlebnis. Und es trägt dazu bei, unser Forschungs- und Arbeitsgebiet in eine breitere Öffentlichkeit zu tragen.

Leider gibt es auch traurige Mitteilungen weiterzugeben: Im Juni dieses Jahres verstarb Prof. Piet Bennema, einer der ganz Großen auf dem Gebiet der theoretischen und numerischen Wachstumskinetik. Bereits im August 2015 ist Prof. Horst Strunk verstorben. Horst Strunk war langjähriges Mitglied der DGKK und wir würdigen ihn mit einem Nachruf in diesem Heft.

An dieser Stelle möchte ich allen danken, die sich im zu Ende gehenden Jahr für die DGKK engagiert haben. Als ein kleines aber wichtiges Gebiet der Material- und Werkstoffforschung müssen wir immer sehen, wie wir unsere Sichtbarkeit erhöhen können.

Geruhsame Tage über Weihnachten und Jahreswechsel sowie alles Gute für 2017 wünscht Ihnen und Ihren Familien

Ihr Wolfram Miller

## Editorial

### Verehrte Leserinnen und Leser,

es ist geschafft: Mit dem vorliegenden Heft, der zweiten im zurückliegenden Jahr 2016 erschienenen Ausgabe des DGKK-Mitteilungsblattes, haben wir es dank Ihrer Unterstützung geschafft, wieder zu der Tradition der zwei Ausgaben pro Jahr zurückzufinden.

Einige Beiträge dieser Ausgabe waren bereits vor dem Druck der Vorgängerausgabe eingetroffen (das betrifft u.a. den Bericht über die Promotion auf Seite 45). Aus technischen Gründen konnten diese Beiträge für das letzte Heft aber nicht berücksichtigt werden. Wir haben deshalb entschieden, diese Beiträge jetzt nachzureichen. Bitte versorgen Sie uns weiter-

### Anmerkung zur Online-Ausgabe

Kein Workflow ist so gut, dass er nicht verbessert werden könnte: Leider hatte es der interessante Artikel von A.v.Ammon zu Geschichte der Czochralski Kristallzucht von Silizium auf Seite 21 nicht in die Druckversion geschafft - dabei passt dieser Beitrag exakt zum Thema dieses Heftes.

hin aktiv mit Ihren Beiträgen und Berichten, so dass wir die Mitglieder abwechslungsreich über die Entwicklungen in der Gemeinschaft der Kristallzüchter informieren können.

Nicht nachgereicht, sondern extra für diese Ausgabe fertiggestellt, ist der Schwerpunktartikel auf Seite 26 über die Entwicklung der Oxidkristallzucht hier in Berlin-Adlershof in den zurückliegenden 50 Jahren, den ich geschichtlich sehr interessant finde und dessen Lektüre ich Ihnen daher unbedingt empfehlen möchte.

Ein besinnliches Weihnachtsfest sowie ein gesundes und erfolgreiches neues Jahr wünscht Ihnen und Ihren Familien

Uwe Rehse

Aus diesem Grund habe wir entschieden, diesen Beitrag mit dieser Online-Ausgabe nachzureichen.

Und weil es eben eine Online-Ausgabe ist, ist der Artikel auch nur einen Klick weit entfernt. Viel Spaß bei der Lektüre.

Uwe Rehse

## Titelbild



Foto: IKZ

Auch das Titelbild dieser Ausgabe steht ganz im Zeichen des Übersichtsartikels auf Seite 26 und zeigt links einen  $\text{Y}_2\text{SiO}_5$ -Kristall mit einem Durchmesser von ca. 30 mm und einer Zylinderlänge von ca. 50 mm, der als Wirtskristall für  $\text{Ce}^{3+}$ -Dotierung Verwendung findet (Szintillatormaterial). Dem schließt sich ein durch eine spezielle Züchtungsatmosphäre grün gefärbter  $\text{SrLaGaO}_4$ -Kristall (Durchmesser ca. 30x20 mm, Zylinderlänge ca. 50 mm) an. Der sonst eher farblose Kristall dient als Substrat für Perowskitschichten mit einer pseudo-kubischen Gitterkonstante von  $a_0 \sim 3,85 \text{ \AA}$ . Rechts befindet sich ein  $\text{SmScO}_3$ -Kristall (Durchmesser ca. 18 mm, Zylinderlänge ca. 40 mm), der ebenfalls als Substrat für Perowskitschichten verwendet wird. Die pseudo-kubische Gitterkonstante beträgt hier  $a_0 \sim 4,00 \text{ \AA}$ .

## Inhaltsverzeichnis

Der Vorsitzende .....	3	MAP Elite Students at Fraunhofer IISB .....	15
Editorial .....	4	Semikron Award für Früherkennung von Materialfehlern .....	16
Titelbild .....	4	Ausstellung von Granat-Kristallen am Fraunhofer IISB .....	18
DGKK-intern .....	5	Silizium-Kristalle mit „ALL.TÄGLICH!“ auf Wanderschaft .....	19
French-German Workshop on Oxide, Dielectric, and Laser Crystals .....	5	Neue Mitglieder 2016 .....	19
DGKK-Personen .....	7	DGKK-Fokus .....	20
Nachruf Horst Paul Strunk .....	7	Jan Czochralski und seine folgenreiche Entdeckung .....	20
Einladung zur Jahreshauptversammlung 2017 .....	9	100 Jahre CZ Kristallzucht .....	21
DGKK-Nachrichten .....	10	50 Jahre Oxidkristallzucht in Berlin-Adlershof .....	26
German-Japanese Gallium Oxide Technology Meeting 2016 .....	10	DGKK-Nachwuchs .....	45
Tagungsbericht von der ICSS-16/IVC-20 .....	13	Materialien mit abstimmbarem quantenkritischen Verhalten .....	45
Mit Kristallen regenerativ Wasserstoff erzeugen .....	14	Über die DGKK .....	47
		Arbeitskreise der DGKK .....	48
		Tagungskalender .....	48

## DGKK-intern

### French-German Workshop on Oxide, Dielectric, and Laser Crystals

Klaus Dupré, FEE GmbH, Idar-Oberstein

Der ursprüngliche Arbeitskreis Oxidkristalle-Dielektrika-Laserkristalle der DGKK hat sich inzwischen zum „French-German Workshop on Oxide, Dielectric, and Laser Crystals“ entwickelt. Er fand dieses Jahr zum fünften Mal statt und wurde von Matthias Bickermann am IKZ in Berlin organisiert. Die 47 Teilnehmer aus 21 Institutionen und sechs Ländern

(China, Deutschland, Frankreich, Italien, Polen, Schweden und Tschechien) trafen sich am 15. und 16. September 2016 im Seminarraum des IKZ. An einem Nachmittag und dem folgenden Vormittag wurden in sechs Sitzungen die folgenden 25 Vorträge präsentiert und diskutiert.

- Philippe Veber, CNRS, Pessac, Frankreich  
**High piezoelectric response and evolution of ferroelectric properties of single crystals grown in  $\text{BaTiO}_3$ - $\text{CaTiO}_3$ - $\text{BaZrO}_3$  pseudo-ternary solid-solution**
- Andrius Zukauskas, Royal Institute of Technology (KTH), Stockholm, Schweden  
**Fabrication of sub-micrometer ferroelectric domain gratings for counterpropagating nonlinear interactions**
- Simon J. Herr, Universität Freiburg  
**Calligraphic Poling of Congruent MgO-doped Lithium Niobate**
- Lena Schmack, IKZ Berlin  
**New ferroelectric single crystals: A study of the  $\text{LiNb}_{1-x}\text{Ta}_x\text{O}_3$  solid solution**
- Paul Sass, SciDre GmbH, Dresden  
**Crystal growth with high pressure atmospheres and more – new developments at Scientific Instruments Dresden (SciDre GmbH)**
- Jan Pejchal, Institute of Physics CAS, Prag, Tschechien  
**Crystal growth of Ce-doped lutetium-aluminum garnet scintillation crystals: Influence of stoichiometry and Mg cooping**
- Martin Klejch, CRYTUR, Turnov, Tschechien  
**Growth of radiation hard Lead Tungstate (PWO) crystals in open furnaces**
- Andreas Erb, TU München  
**Single crystal growth of various oxide materials for basic research and applications**
- Michal Głowacki, Polish Academy of Sciences, Warschau, Polen  
**Czochralski growth of rare earth-doped  $\text{Gd}_3(\text{Al,Ga})_5\text{O}_{12}$  single crystals and their optical characterization**
- Christo Gugushev, IKZ, Berlin  
**Growth of  $\text{SrTiO}_3$  and  $\text{Tb}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$  bulk crystals**
- Patrick Leisching, Toptica, Gräfelfing  
**Challenges to dielectric and laser crystals for advanced laser system applications**
- Sven H. Waesermann, Universität Hamburg  
**Non-thermal equilibrium growth of rare-earth doped sapphire**
- Alberto Sottile, Università di Pisa, Italien  
**Visible Laser Operation of a  $\mu$ -PD Grown  $\text{Pr}^{3+}$ :  $\text{LiYF}_4$  Single Crystal Fiber**



Die Teilnehmer des diesjährigen Französisch-deutschen Workshops

Foto: IKZ Berlin

- Alexander Marc Heuer, Universität Hamburg  
**HEM-growth of Dy:Lu<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and other Sesquioxide Laser Crystals**
- Daniel Rytz, FEE GmbH, Idar-Oberstein  
**Crystal growth and characterization of YAl<sub>3</sub>(BO<sub>3</sub>)<sub>4</sub>(YAB) single crystals**
- Martin Schellhorn, ISL, Saint-Louis, Frankreich  
**Recent results in high-energy nonlinear conversion in ZGP**
- Lukacz Galecki, ISL, Saint-Louis, Frankreich  
**Research on Er<sup>3+</sup>-doped ceramic and crystalline oxide laser media for direct operation in the eye-safe spectral band**
- Nora Wolff, IKZ, Berlin  
**Growth of Delafossite substrate crystals**
- Maciej D. Neumann, Leibniz-Institut für Analytische Wissenschaften, Berlin  
**Inversion of absorption anisotropy in wurtzite MgZnO**
- Alma Dorantes, Walther Meissner Institute for Low Temperature Physics, Garching
- Yuechen Jia, Shandong University, Shangdong, China  
**Femtosecond laser written 3D photonic waveguide devices in dielectric crystals**
- Sebastian Schwung, FEE GmbH, Idar-Oberstein  
**Luminescent States in Lanthanide doped Single Crystals**
- Christian Kijatkin, Universität Osnabrück  
**Structural clarification of polar nanocrystals by nonlinear diffuse fs-pulsereflectometry**
- Staffan Tjörnhammar, Royal Institute of Technology (KTH), Stockholm, Schweden  
**On the nature of color-centers induced by picosecond blue-ultraviolet pulses in KTiOPO<sub>4</sub> isomorphs**
- Bastian Gronloh, Fraunhofer ILT, Aachen  
**Space-resolved absorption measurements on a ppm scale by Photo-Thermal Commonpath Interferometry**

Das nächste Arbeitskreistreffen findet am 14. und 15. September 2017 am FEE in Idar-Oberstein statt.

## Material-Technologie & Kristalle für Forschung, Entwicklung und Produktion

- ▲ Kristallzüchtungen von Metallen, Legierungen und Oxiden
- ▲ Kristallpräparation (Formgebung, Polieren und Orientieren)
- ▲ Reinstmaterialien (99,9 – 99,99999 %)
- ▲ Substrate (SrTiO<sub>3</sub>, MgO, YSZ, ZnO, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, etc.)
- ▲ Wafer (Si, Ge, ZnTe, GaAs und andere HL)
- ▲ Sputtertargets
- ▲ Optische Materialien (Fenster, Linsen, etc.)
- ▲ Auftragsforschung für Werkstoffe und Kristalle



# MaTeck

Im Langenbroich 20  
52428 Jülich

**Tel.:** 02461/9352-0

**Fax:** 02461/9352-11

**eMail:** info@mateck.de

Besuchen Sie uns im Internet (inkl. Online-Katalog):  
**www.mateck.de**

## DGKK-Personen

### Nachruf Horst Paul Strunk

Martin Albrecht, Leibniz-Institut für Kristallzüchtung (IKZ), Berlin



Prof. Horst Paul Strunk  
(1940 – 2015)

Horst Paul Strunk, geboren am 13.6. 1940 in Den Haag, studierte von 1960-1968 Physik an der Universität Stuttgart. Er verfasste seine Diplomarbeit am Max-Planck-Institut für Metallforschung bei Uwe Eßmann zur Plastizität von Kupfer. Er promovierte 1973 bei Alfred Seeger mit elektronenmikroskopischen Arbeiten zur Plastizität von Natriumchlorid. Er setzte dazu die Hochspannungselektronenmi-

kroskopie ein und analysierte die Proben bei tiefen Temperaturen in einem eigens entwickelten He-Kühlhalter, um die Strahlenschädigung bei der Analyse zu vermeiden. In den folgenden Jahren als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Max-Planck-Institut für Metallforschung wandte er sich elementaren Prozessen der Kristallzüchtung und des Kristallwachstums zu. In enger Zusammenarbeit mit Elisabeth Bauser studierte er dabei Versetzungen als Stufenquellen beim epitaktischen Wachstum. Er setzte dabei die Hochspannungselektronenmikroskopie ein, die er auch zur Analyse von NaCl genutzt hatte. Er nutzte aber auch die Reflexionselektronenmikroskopie, ein abbildendes elektronenoptisches Verfahren, das die Analyse von Oberflächen bis auf die atomare Skala erlaubte, als Rasterkraftmikroskope noch nicht zur Standardausstattung jedes Epitaxielabors gehörten. Ausgehend von seiner Kenntnis plastischer Prozesse befasste er sich mit den elementaren Relaxationsprozessen beim heteroepitaktischen Wachstum, einem Thema, das sich nach den wegweisenden theoretischen Arbeiten zu Halbleiterheterostrukturen von Krömer gerade zu entwickeln begann. Während Forschungsaufenthalten an der Cornell University in Ithaca befasste er sich mit dem Zusammenhang struktureller und elektrischer Eigenschaften von polykristallinem Silizium für Anwendungen in der Photovoltaik. Er kombinierte dort erstmals ortsaufgelöste Messungen elektrischer Eigenschaften von Korngrenzen mit elektronenmikroskopischen Strukturuntersuchungen, um die Ursachen für das elektrische Rekombinationsverhalten von Korngrenzen zu analysieren.

1983 wurde Strunk zum Professor für Materialanalytik an der neugegründeten Technischen Universität Hamburg-Harburg berufen, wo er den Zentralbereich Elektronenmikroskopie aufbaute. Während seiner Zeit in Hamburg verbrachte er einen Forschungsaufenthalt am Siemens Forschungslabor in München, wo er sich mit Defekten bei der Ionenimplantation befasste. 1989 folgte er dem Ruf an die Friedrich-Alexander-Universität Erlangen-Nürnberg und gründete dort den Lehrstuhl Mikrocharakterisierung am Institut für Werkstoffwissenschaften und das Verbundlabor für hochauflösende Elektronenmikroskopie. In seiner Erlanger Zeit entstanden

wegweisende Arbeiten zum heteroepitaktischen Wachstums von Germanium auf Silizium, zu Struktur und Eigenschaften von Gruppe III-Nitriden, sowie Arbeiten zu Materialien der Photovoltaik. Strunk verbrachte Forschungsaufenthalte an der Universität Rennes in Frankreich und an der Universität Campinas in Brasilien. Nach seiner Pensionierung und einem erzwungenen Abschied von der Universität Erlangen, vertrat er den Lehrstuhl für Materialphysik an der Universität Stuttgart bis zu dessen Wiederbesetzung 2014. Neben der Lehre, die seine Arbeit in Stuttgart bestimmte, gelang es ihm auch seine in Erlangen begonnenen Arbeiten zur Lumineszenz von seltenen Erden in kristallinen und amorphen Gruppe III-Nitridschichten fortzusetzen. Strunk starb am 17.8. 2015 in Stuttgart.

Strunks wissenschaftliche Arbeiten waren häufig auch von spekulativen Momenten geprägt; sie waren häufig vorausschauend, so dass ihre Bedeutung erst spät erkannt wurde. Eine seiner meistzitierten Arbeiten aus seiner Stuttgarter Zeit, ein Mechanismus, der die Versetzungsmultiplikation in heteroepitaktischen Schichten mit geringer Fehlanpassung durch Bildkräfte zum Thema hat, wurde erst zehn Jahre nach ihrem Erscheinen wirklich wahrgenommen, wurde aber dann zum Gegenstand intensiver wissenschaftlicher Diskussion. Die frühen Arbeiten zum lateralen Überwachsen von SiGe-Schichten auf maskierten Si-Substraten nahmen entsprechende Arbeiten bei den III-Nitriden vorweg.

Strunk war ein leidenschaftlicher Wissenschaftler, der falsche Konventionen ablehnte. Er hatte die seltene Fähigkeit zuzuhören und sich auf die Gedanken anderer einzulassen. Wissenschaft entstand für ihn im Dialog und im Austausch. Für eine wissenschaftliche Diskussion war er bereit, jede andere Tätigkeit ruhen zu lassen. Wissenschaftliche Produktivität setzt für ihn die Fähigkeit zur Assoziation voraus, die auch Vorstellungen und Bildern aus anderen Bereichen als dem der Naturwissenschaft entspringen konnte. Wenn er Mitarbeiter einstellte, waren ihm Lebenserfahrung und musische Fähigkeiten wichtig. Karrieren, die sich an vorgegebenen Standards orientierten, dagegen waren ihm eher suspekt. Strunks Forschungsarbeiten, so grundlegend sie auch waren, bezogen die möglichen Anwendungen immer mit ein. Die langjährigen Arbeiten zur Photovoltaik, die er Ende der siebziger Jahre mit wegweisenden Untersuchungen begann, sind hierfür ein Beispiel. Strunk gehörte zu den Gründungsmitgliedern der großen Forschungsverbände im Bereich der Photovoltaik, die Anfang der neunziger Jahre begannen. Strunk verweigerte sich aber auch dem potentiellen Missbrauch wissenschaftlicher Tätigkeit. Als man ihm, einem ausgewiesenen Experten zum Thema Plastizität von Steinsalz, Projekte zu diesem Thema anbot, die im Zusammenhang mit der Sicherheit von Endlagerstätten für nukleare Brennstäbe standen, verweigerte er sich dem, weil er die Auffassung vertrat, dass sich aus der Kenntnis des plastischen Verhaltens von Steinsalz solche Aussagen nicht machen ließen.



<http://www.dkt2017.de>

### Wednesday, March 08, 2017

13:00 Opening Ceremony  
 13:30 Session 1  
 15:30 Coffee break  
 16:00 Session 2 (including DGKK-Award)  
 18:00 Break  
 19:00 General Assembly of DGKK

### Thursday, March 09, 2017

09:00 Session 3  
 10:30 Coffee break  
 11:00 Session 4  
 13:00 Lunch break  
 14:00 Poster Session  
 16:00 Session 5  
 18:00 Break  
 19:00 Conference Dinner

### Friday, March 10, 2017

08:30 Session 6  
 10:30 Coffee break  
 11:00 Session 7  
 13:00 Closing Ceremony  
 15:00 Optional: Lab tour Fraunhofer ISE

## 5<sup>th</sup> German-Swiss Conference on Crystal Growth March 8 – 10, 2017 Freiburg, Germany

### Conference Site

GSCCG-5 / DKT 2017 will take place in the lecture hall of the Chemistry Faculty of the University of Freiburg.

### Registration

The registration fee includes all conference events including the conference dinner on Thursday.

- Fee for DGKK/SSCr members:  
120 € until January 31, 2017, 145 € afterwards
- Fee for all other participants:  
140 € until January 31, 2017, 170 € afterwards
- Fee for enrolled bachelor/master students:  
80 € until January 31, 2017, 90 € afterwards

Please register via our homepage. For further questions regarding the registration, please write an email to [registration@dkt2017.de](mailto:registration@dkt2017.de)

### Abstract

Authors are invited to submit an abstract not later than **January 31, 2017**. The use of the layout as provided by the document on the homepage is mandatory. Please keep in mind the limit of one full page.

Please send the abstract as Word document to the address [abstract@dkt2017.de](mailto:abstract@dkt2017.de)

You are invited!

## To the 6<sup>th</sup> Seminar of the Junge DGKK on current research projects in crystal growth and epitaxy

7<sup>th</sup>- 8<sup>th</sup> March, 2017 in Freiburg



### AGENDA:

Tue (13:00-19:00) Talks by guest speakers and poster session. Afterwards join us for a get together and dinner in the city!  
 Wed (9:00-12:00) Visit of the Fraunhofer Institutes of Applied Solid State Physics (IAF) and Solar Energy Systems (ISE). We close with the beginning of the GSCCG-5 / DKT2017

### LOCATION:

Fraunhofer Institute for Solar Energy Systems ISE, Heidenhofstr. 2, 79110 Freiburg

Join us for a great opportunity to establish contact with young scientists and get in touch with current and up to date projects, plus a visit of two research institutes to get a look on crystal growth.

**For participation and poster registration:**

[www.dgkk.de/junge-dgkk/](http://www.dgkk.de/junge-dgkk/)

### Keynote speakers



Prof. Dr. Oliver Ambacher (IAF)  
 "Pyro- and piezoelectric properties of MeAlN (Me = Ga, In, Sc)"



Dr. David Lackner (ISE)  
 "III-V based multi-junction solar cells"



Dr. Lutz Kirste (IAF)  
 "X-ray Diffraction Metrology for Thin Film Semiconductor Devices"



Dr. Ivan Maggio-Aprile (University of Geneva)  
 "d-wave vortex cores in YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-δ</sub> single crystals revealed by Scanning Tunneling Spectroscopy"



Dr. Christoph de Wild (Diamond Materials)  
 "Artificial CVD Diamond - From Research to Production"



**An alle Mitglieder**

**Schriftführerin**

Dr. Christiane Frank-Rotsch  
Leibniz Institut für Kristallzuchtung  
Max-Born-Str.2  
D-12489 Berlin  
Telefon: (030) 6392 3031  
Telefax: (030) 6392 3003  
Email: [christiane.frank-rotsch@ikz-berlin.de](mailto:christiane.frank-rotsch@ikz-berlin.de)  
14.11.2016

**Jahreshauptversammlung 2017 in Freiburg**

Liebe Mitglieder,

der Vorstand lädt Sie herzlich zur Jahreshauptversammlung 2017 ein, die anlässlich der Deutschen Kristallzüchtungstagung 2017 in Freiburg stattfindet.

Ort: Universität Freiburg, Chemische Institute, Alberstrasse 21, 79104 Freiburg

Zeit: Mittwoch, 08.03.2017, 19:00 Uhr

Weitere Informationen: <https://www.dkt2017.de/>

**Vorläufige Tagesordnung:**

1. Begrüßung und Feststellung der Beschlussfähigkeit
2. Bericht des Vorsitzenden
3. Bericht der Schriftführerin
4. Bericht des Schatzmeisters
5. Bericht der Kassenprüfer und Entlastung des Vorstandes
6. Wahl des Vorstandes für die Zeit vom 1.1.2018 - 31.12.2019
7. Wahl der Kassenprüfer für die Zeit vom 1.1.2018 - 31.12.2019
8. Diskussionen über Tagungen und Symposien:
  - Deutsche Kristallzüchtungstagung 2018
  - Deutsche Kristallzüchtungstagung 2019
  - Abschließende Diskussion und Beschluss über die DKT 2018
9. Berichte zu den DGKK – Arbeitskreisen
10. Verschiedenes

Anträge auf Erweiterung der Tagesordnung sind dem Vorstand gemäß § 9 (2) der Satzung rechtzeitig mitzuteilen.

Wir möchten Sie bitten, Ihre Teilnahme an der Jahreshauptversammlung 2017 möglich zu machen.

Mit freundlichen Grüßen

Christiane Frank-Rotsch  
Schriftführerin DGKK

## DGKK-Nachrichten

### German-Japanese Gallium Oxide Technology Meeting 2016

Matthias Bickermann, Leibniz-Institut für Kristallzüchtung (IKZ), Berlin

Am Leibniz-Institut für Kristallzüchtung (IKZ) in Berlin-Adlershof fand in der Zeit vom 7.-9. September 2016 ein internationales Expertentreffen zur Technologie des neuen Halbleitermaterials Galliumoxid ( $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$ ) statt. Knapp 40 Wissenschaftler und Technologen aus den führenden einschlägigen Forschungsinstituten und Industrieunternehmen waren gekommen, um über den Status und anwendungsorientierte Perspektiven der Materialherstellung, Epitaxie, Charakterisierung und Bauelementtechnologie von Galliumoxid zu diskutieren. Das Expertentreffen wurde von den Anwesenden als voller Erfolg und als wichtiger Schritt zur Anwendung von Galliumoxid bezeichnet. Das IKZ konnte mit dem Treffen seine internationale Kompetenz und Sichtbarkeit auf dem Gebiet der halbleitenden Oxide demonstrieren und weiter festigen.

Galliumoxid ist ein Halbleiter mit einer Bandlücke von 4,8 eV, der aus der Schmelze hergestellt werden kann. Der Schmelzpunkt beträgt ca. 1820°C, aktuell werden Kristalle mit bis 2 Zoll Durchmesser mit der Czochralski-Methode, bis zu 4 Zoll Durchmesser bei der Züchtung mit Formgeber gezogen. Durch Zugabe von Zinn oder Silizium lässt er sich bemerkenswert gut n-dotieren (bis einige  $10^{19} \text{ cm}^{-3}$ ), Zugabe von Magnesium oder Eisen führt zu semi-isolierenden Kristallen. Die Mobilität ist nicht sehr hoch (200–300  $\text{cm}^2/\text{Vs}$ ), und eine effiziente p-Dotierung ist wahrscheinlich nicht möglich. Aber das Material ist aufgrund der hohen Bandlücke und der Verfügbarkeit großer Kristalle für die Leistungselektronik (z.B. Leistungskonverter bei 600 V und 1200 V) sehr geeignet und kann dort – potentiell noch besser als SiC und GaN – zur weiteren Miniaturisierung und Effizienzsteigerung beitragen. Natürlich bestehen noch jede Menge Schwierigkeiten (d.h.

Forschungsbedarf), bevor es zu einer kommerziellen Anwendung kommen kann. Exemplarisch sei hier auf Probleme der Kristallzüchtung eingegangen: Aufgrund der beginnenden Zersetzung von Galliumoxid an Schmelzpunkt kann das Schmelzvolumen nicht beliebig skaliert werden.  $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$  besitzt eine monokline Kristallstruktur und damit Gitterplätze unterschiedlicher Symmetrie und stark anisotropes (Wachstums-) Verhalten. Die Kristallorientierung bei der Züchtung/Epitaxie sowie die Fertigung von Wafern und die Vereinzelung von Bauteilen sind durch die leichte Spaltbarkeit in einigen Richtungen eingeschränkt, und die Forscher benutzen je nach Historie und Machbarkeit unterschiedliche Oberflächen für ihre Bauelemententwicklung. Die Epitaxie selbst ist durch die Stabilität der Oberflächen auf Temperaturen bis 950°C begrenzt.

Bisher sind die Aktivitäten noch überschaubar. In Japan hat ein Konsortium, das die gesamte Wertschöpfungskette von der Kristallherstellung über die Epitaxie (Mist-CVD, MBE und HVPE) bis hin zur Strukturierung, Kontaktierung und Bauelementcharakterisierung abbildet, 2014 seine Arbeit aufgenommen und bereits erste Leistungsbauelemente demonstriert. An letzteren arbeiten auch einige Firmen, Forschergruppen und die Air Force Research Labs in den USA.

In Deutschland konzentrieren sich die Arbeiten auf die Grundlagenforschung sowie auf die Entwicklung der Kristallzüchtung und der Epitaxie, vor allem in Forschungsinstituten und universitären Gruppen im Rahmen unseres Leibniz-ScienceCampus „Growth and Fundamentals of Oxides for Electronic Applications (GraFOX)“.

Das Expertentreffen hatte auch zum Ziel, diese Aktivitäten zu stärken und mit Industriepartnern zu vernetzen.



Die Teilnehmer des German-Japanese Gallium Oxide Technology Meeting 2016

Foto: IKZ Berlin

Das Treffen ist aus dem Wunsch entstanden, unabhängig von den breiter aufgestellten internationalen Konferenzen zu Galliumoxid die technologischen und anwendungsrelevanten Fragestellungen zu bearbeiten. Die weltweit führenden Experten waren sofort bereit, an dem Treffen teilzunehmen. Die Organisation erfolgte durch das IKZ (Prof. M. Bickermann, Dr. G. Wagner) mit Unterstützung aus den japanischen Arbeitsgruppen (u.a. Dr. M. Higashiwaki, Prof. Y. Kumagai). Dazu wurden 17 eingeladene Vorträge abgehalten (7 aus Japan, 7 aus Deutschland, 2 aus den USA und einer von Infineon Austria), und es gab lange Kaffeepausen sowie eine Poster-sitzung zum Diskutieren und Netzwerken.

Die Kristallzüchtung war einer der Schwerpunkte der Tagung, mit Vorträgen zur Czochralski- (Z. Galazka, IKZ Berlin), Bridgman- (C. Miyagawa, Japan) und Formgeberzüchtung (A. Kuramata, Japan) von  $\beta$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Zur Epitaxie wurde über PLD (T. Oshima, Japan), MBE (O. Bierwagen, PDI Berlin), MOVPE (M. Baldini, IKZ Berlin), Mist-CVD (S. Fujita, Japan) und HVPE (Y. Kumagai, Japan) vorgetragen. Die Wahl der Methode hängt auch von der Anwendung ab, hinsichtlich der strukturellen Qualität und erzielbaren Wachstumsgeschwindigkeit konnte insbesondere die HVPE-Methode mit GaCl<sub>3</sub> und O<sub>2</sub> als Precursoren überzeugen.

Weitere Vorträge beschäftigten sich mit der Charakterisie-

rung der Volumenkristalle und der Epitaxieschichten. H. von Wenckstern (Univ. Leipzig) ging auch auf die Verwendung von Galliumoxid als UV-Detektormaterial ein. Zur Leistungselektronik waren T. Detzel (Infineon) und J. Würfl (FBH Berlin) eingeladen, um den Status und die Perspektiven des konkurrierenden Halbleitermaterials GaN zu beleuchten. Doch die Galliumoxid-basierten Bauelement-Demonstratoren von D. Jena (Cornell Univ., USA), M. Higashiwaki (NICT, Japan) und G. Jessen (Air Force Research Lab, USA) stellten anschließend die Stärken und Möglichkeiten des neuen Materials wieder in den Fokus – aus dem Stand wurden Durchschlagfestigkeiten von über 4 MV/cm erreicht, mehr als bei GaN oder SiC theoretisch möglich ist! Die ersten Ergebnisse waren für alle sehr ermutigend. Man darf gespannt sein, wie weit man mit diesem Halbleitermaterial noch kommt.

Für das IKZ, das in den letzten Jahren sowohl bei der Volumenkristallzüchtung als auch bei der metallorganischen Gasphasenepitaxie und der Materialcharakterisierung von  $\beta$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> eine weltweit beachtete Vorreiterrolle übernommen hat, steht nach dem Expertentreffen außer Frage, dass wir dieses Material weiter erforschen und verbessern müssen, um neue Bauelemente und damit auch neue Anwendungen zu ermöglichen. Und es freut mich sehr, dass solche Expertentreffen am IKZ möglich sind und eine so gute Resonanz finden!

**CARBOLITE**  
**IGERO** 30-3000°C

## Hochtemperaturöfen bis 3.000 °C

- Rohröfen bis 1800 °C
- Aufklappbare Rohröfen bis 1700 °C
- Vielzonenrohröfen bis 1800 °C
- Kammeröfen bis 3000 °C
- Bottom Loader bis 2500 °C
- Laboröfen bis 3000 °C
- Retortenöfen
- Pyrolyseöfen
- Silizieröfen
- Öfen für MIM-Verfahren
- Sonderanlagen
- Reichhaltiges Zubehör



KZV Kristallziehanlage mit Leistungsregelung für Fluoride nach dem Stockbarger- oder Bridgman-Verfahren bis 1800 °C

part of **VERDER**  
scientific

[www.carbolite-gero.de](http://www.carbolite-gero.de)

# SurfaceNet

## Crystals



## Crystal Puller



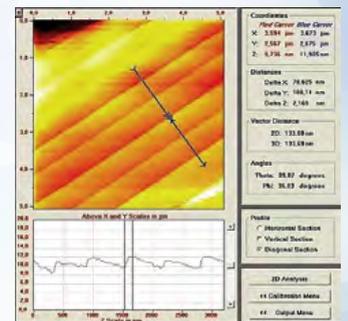
## Wafers



## Substrates Custom Parts

## Sputter Targets PLD Targets Custom Crystal Growth

## Analytical Services



## SurfaceNet GmbH

Oskar-Schindler-Ring 7 · 48432 Rheine – Germany  
Telefon +49 (0)5971 4010179 · Fax +49 (0)5971 8995632  
sales@surfacenet.de · www.surfacenet.de

## 16th International Conference on Solid Surfaces (ICSS-16/IVC-20), Busan, Südkorea

Oliver Supplie, TU Ilmenau, Nachwuchspreis 2016

Die Verknüpfung von Epitaxie mit Grenzflächenphysik und Oberflächenanalytik kann ein mächtiges Instrument sein, um Kristallwachstum besser zu verstehen und gezielt zu steuern. Insbesondere die atomare Struktur von Heterogrenzflächen hat einen oft erheblichen Einfluss auf das nachfolgende Kristallwachstum und die elektronische Struktur des Bauteils. Da eben jene Verknüpfung Kern meiner Dissertation („GaP/N-on-Si(100) and buried interfaces: *In situ* spectroscopy during MOVPE growth“) war, habe ich den Nachwuchspreis der DGKK für die Teilnahme an der „16th International Conference on Solid Surfaces“ (ICSS-16) eingelöst. Die ICSS findet alle drei Jahre unter dem Dach des „International Vacuum Congress“ (IVC) statt, welcher in diesem Jahr seine 20. Auflage in Busan, Südkorea, erlebte und von der Korean Vacuum Society in Kooperation mit der International Union for Vacuum Science, Technique and Applications (IUVSTA) organisiert wurde. Insgesamt nahmen knapp 1600 WissenschaftlerInnen aus 46 Ländern mit 126 Vorträgen und über 1200 Poster-Präsentationen an IVC-20 teil. Hinzu kamen wohl nicht ganz 600 Teilnehmer der Industrieausstellung mit mehr als 40 Ausstellern sowie ca. 200 öffentliche Gäste, z.B. aus Schulen.

Durch die Verbindung verschiedener Teilkonferenzen ist das Spektrum des IVC recht breit und interdisziplinär, was sich in bis zu 16 Parallelsessions widerspiegelte. Scanning-Probe Techniken stehen auf Oberflächen-Konferenzen traditionell oft im Fokus, dieses Mal aufgrund des 30. Geburtstages des ebenso betitelten PRLs von Binnig et al. insbesondere auch das Rasterkraftmikroskop. Medizinische Anwendungen wurden hervorgehoben, u.a. durch Plenarvorträge des Nobelpreisträgers Prof. E. Neher und des frisch gekürten IUVSTA-Preisträgers für Technologie, Prof. T. Hyeon für das „design of metal oxide nanoparticles for medical applications“. Den IUVSTA-Preis für Wissenschaft erhielt Prof. JM. Dubois für seine Arbeiten zu „metallic glasses, quasicrystals and complex metallic alloys“. Die Photoelektronenspektroskopie bildete einen weiteren Schwerpunkt, den Prof. C. Fadley sehr schön einleitete und der für uns „Kristall-Wachser“ nicht zuletzt durch die immer stärkere Verwendung harter Röntgenstrahlen auch für die Vermessung von Volumina und vergrabenen Grenzflächen äußerst interessant und vielfältig ist. Materialeitig lag ein Schwerpunkt, neben nahezu allen erdenklichen Oberflächen und deren Funktionalisierung, selbstredend auf 2d-Materialien und dünnen Schichten sowie Energie-relevanten Materialien, sowohl traditionell halbleitender als auch oxidischer oder organischer Natur. Während die Vorträge größten-

teils sehr interessant, lehrreich und auch von der Form her überzeugend waren, gab es leider einige Sprachbarrieren an den Postern. Im Vorprogramm wurden short courses u.a. zur Röntgen-Photoelektronenspektroskopie, zu Magnetronspütern und zum Wachstum/Nukleation dünner Schichten angeboten.

Quasi direkt aufbauend auf meinem Vortrag auf der DKT im Frühjahr habe ich unsere neuen Ergebnisse zum Einfluss von As auf das GaP-Wachstum auf Si(100) in einem Vortrag im Symposium „Surface Science in Energy Related Materials“ präsentieren dürfen. GaP/Si(100) untersuchen wir in Ilmenau als Quasisubstrat für die weitere III/V Integration hinsichtlich Anwendungen in der Photovoltaik und direkten solaren Wasserspaltung. Da anwendungsrelevante MOCVD-Wachstumsprozesse oft As-haltige Schichten und/oder Reaktorbelegungen voraussetzen, ist es wichtig den Einfluss von As auf insbesondere die III/V Nukleation zu identifizieren und diesen ggf. gezielt zu nutzen. Im Wesentlichen gelang uns in der MOCVD mittels *in situ* Reflexions-Anisotropie Spektroskopie die kontrollierte As-modifikation des Si(100) Substrats und dessen Präparation mit nahezu eindomäniger, (1x2)-rekonstruierter Oberfläche. Auf diesen Si:As Substraten konnten wir pseudomorphe, Antiphase-domänen-freie GaP Filme wachsen. Deren Untergitterorientierung ist verglichen zum Wachstum auf As-freiem Si(100)-(1x2) invertiert, was auf die atomare Struktur der Heterogrenzfläche zurückzuführen ist. *In system* XPS-Messungen der As-modifizierten Si(100) Oberfläche deuten dabei auf Si-As Durchmischung in Oberflächen-nahen Schichten hin. Um die atomare Ordnung der Heterogrenzfläche aufzulösen sind jedoch weitere Messungen notwendig. Diesbezüglich inspiriert haben mich auf der ICSS insbesondere die Vorträge zur Photoelektronenspektroskopie.

Südkorea habe ich als ein überaus gastfreundliches Land erlebt, in dem sich Höchsttechnologie und seit Jahrhunderten bewahrte Kultur auf spannende Weise miteinander verbinden. Essen ist in Südkorea eine soziale Angelegenheit und auch wer sich nicht à la Chan-wook Park's „Oldboy“ mit einem lebendigen Oktopus vergnügen möchte, kommt in den unzähligen kleinen Restaurants auf seine Kosten: Die koreanische Küche ist variantenreich, oft mit frischen, hochwertigen Zutaten raffiniert auf den Punkt zubereitet—und weniger scharf als befürchtet.

Ich habe in Südkorea nicht nur „oberflächlich“ viel lernen dürfen und möchte mich hiermit dafür herzlich bei der DGKK bedanken!

## Mit Kristallen regenerativ Wasserstoff erzeugen – Preisgekrönte Idee für die Nutzung von Niedertemperaturabwärme

Auf der E-MRS-Tagung 2016 in Lille wurde Herr Rico Belitz vom Fraunhofer THM in Freiberg mit dem „Best Poster Award“ im Symposium W – „Materials and Systems for Microenergy Harvesting and Storage“ – ausgezeichnet. Der Fraunhofer-Wissenschaftler konnte zeigen, dass sich mithilfe von speziellen Kristallen Wasserstoff gewinnen lässt. Bei diesen so genannten pyroelektrischen Kristallen führen von außen aufgeprägte Temperaturänderungen zu einer elektrischen Aufladung der Kristalloberflächen. Dabei kann die Aufnahme von Ladungsträgern aus der Umgebung zur Kompensation der Oberflächenladungen ausgenutzt werden, um Wasserstoff aus Wasser zu erzeugen. Nach diesem Prinzip könnte zum Beispiel bislang ungenutzte Niedertemperaturabwärme in wertvolle chemische Energie umgewandelt werden.



EMRS-Preisträger Rico Belitz vom THM Freiberg bestückt den Versuchsaufbau mit einem Mikroreaktor. Mit dem Aufbau konnte die Wasserstoffherzeugung an pyroelektrischen Kristallen nachgewiesen werden. Bild: Fraunhofer THM

Der Effekt der Pyroelektrizität war bereits in der Antike bekannt, die breite technische Umsetzung erfolgte allerdings erst in der Mitte des 20. Jahrhunderts mit der Entwicklung von Infrarot-Sensoren. Die Sensoren nutzen dabei die elektrische Aufladung der Oberflächen pyroelektrischer Materialien bei Wärmeeinwirkung aus. Auf diesem Detektor-Prinzip basiert heute der am häufigsten verwendete Typ von Bewegungsmeldern. Aber auch Geräte zur berührungslosen Temperaturmessung, so genannte Strahlungsthermometer oder Pyrometer, benutzen kleine, pyroelektrische Kristalle. Strahlungsthermometer lassen sich z.B. bei der Bauthermografie zum Aufspüren von Wärmebrücken einsetzen.

Die Arbeiten am Fraunhofer THM verfolgen den Ansatz, pyroelektrische Kristalle im direkten Kontakt mit Wasser einem Temperaturwechsel auszusetzen. Die damit einhergehende Änderung der Oberflächenpotentiale von z.B. Bariumtitanatkristallen ( $\text{BaTiO}_3$ ) ermöglicht eine Reaktion der adsorbierten Wasserstoff- und Sauerstoff-Ionen oder Moleküle zur Bildung von gasförmigen Wasserstoff und Sauerstoff. Eine vorab durchgeführte theoretische Studie zu diesem Prozess zeigte, dass dafür eine sehr große wirksame Oberfläche der pyroelektrischen Kristalle nötig ist und die Temperaturwechsel mit hoher Frequenz erfolgen müssen, um in den Bereich messbarer Wasserstoffkonzentrationen zu gelangen. Für eine relevante Produktionsmenge aus Sicht einer technischen

Nutzung, zum Beispiel zur Wandlung von Niedertemperaturabwärme in chemische Energie, wären diese Werte noch weitaus größer. Rico Belitz und seine Kolleginnen und Kollegen vom Fraunhofer THM und vom Kurt-Schwabe-Institut für Mess- und Sensortechnik e.V. in Meinsberg hatten hier vorläufig das Ziel, das Funktionsprinzip mit einem Labordeemonstrator nachzuweisen.

„Als pyroelektrisches Material wurde Bariumtitanat ( $\text{BaTiO}_3$ ) ausgewählt. In einem Temperaturfenster von 0 bis 120 °C liegt  $\text{BaTiO}_3$  in der pyroelektrisch wirkenden, tetragonalen Kristallphase vor, was sehr gut zum Temperaturniveau industrieller Abwärme in Rückkühlanlagen oder dem Rücklauf von Heizungssystemen passt“, erläutert Rico Belitz. Für die Versuche wurden zunächst grobe Kristallstücke in Mörsern zu Pulver gemahlen, um die wirksame Oberfläche zu erhöhen, und dann in einen kleinen, quaderförmigen Behälter gefüllt. Nach der Polarisation, also dem Ausrichten der einzelnen elektrischen Dipole in jedem Pulverteilchen in einem elektrischen Feld, wurde der Behälter mit Wasser gefüllt und einer periodischen Temperaturänderung zwischen 40 und 70 °C ausgesetzt. Dies erfolgte in einem von Rico Belitz speziell dafür konzipierten Mini-Teststand. Um eine Beeinträchtigung durch den in der Atmosphäre enthaltenen Wasserstoff sicher auszuschließen, wurde die Apparatur vor Versuchsbeginn mit Stickstoff gespült. Mit Hilfe eines hochempfindlichen Wasserstoff-Gassensors konnte nach einigen Durchläufen schließlich pyroelektrisch erzeugter Wasserstoff nachgewiesen werden, wenn auch in sehr geringen Mengen. „Dieses Ergebnis zeigt die prinzipielle Möglichkeit auf, pyroelektrische Kristalle zur Erzeugung von Wasserstoff einzusetzen. Für eine spätere technische Umsetzung ist jedoch noch weitere intensive Forschungsarbeit, insbesondere auch unter Verwendung alternativer pyroelektrischer Materialien, erforderlich“, stellt Rico Belitz klar.

Auf der EMRS-Frühjahrstagung (EMRS: European Materials Research Society) Anfang Mai 2016 in Lille, an der mehr als 2500 Materialwissenschaftler aus der ganzen Welt teilnahmen, stellte Rico Belitz seinen Prinzipnachweis der Wasserstoffherzeugung durch pyroelektrische Kristalle erstmals der Öffentlichkeit vor. Der wissenschaftlich-technische Pos-

terbeitrag begeisterte die wissenschaftliche Community so sehr, dass er mit dem „Best Poster Award“ im „Symposium W – Materials and Systems for Microenergy Harvesting and Storage“ ausgezeichnet wurde.

Auch wenn es noch ein langer Weg vom Nachweis der prinzipiellen Machbarkeit bis zur tatsächlichen Anwendung ist, zeigt sich doch das hohe wissenschaftlich-technische Interesse an innovativen Methoden zur Energieumwandlung, die einen Beitrag zur Energiewende leisten können. Die hier prä-

mierte Arbeit hat ihren Ursprung in einer Zusammenarbeit zwischen dem Fraunhofer THM und der Technischen Universität Bergakademie Freiberg im Rahmen der Nachwuchsforschergruppe „PyroConvert“, die aus Mitteln der Europäischen Union und des Freistaates Sachsen gefördert wurde.

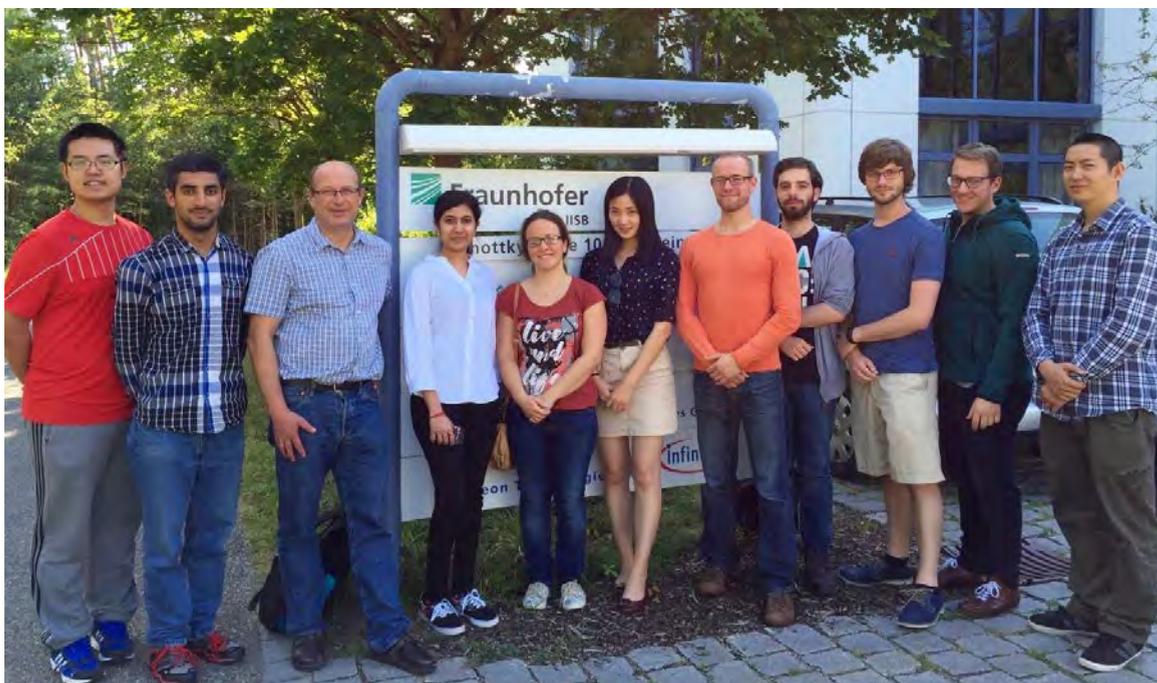
**Ansprechpartner** Dr. Jochen Friedrich  
Fraunhofer IISB  
Schottkystraße 10, 91058 Erlangen, Germany  
Tel. +49-9131-761-270  
Fax +49-9131-761-280  
info@iisb.fraunhofer.de

## MAP Elite Students Carried out a Course on Roadmaps in Semiconductor Crystal Growth including Lab Tour at Fraunhofer IISB

Materials play an indispensable role in our everyday lives. In order to solve key challenges facing the world such as food and energy shortage, disease, climate change and communications it is essential that economically and environmentally sustainable materials with improved function are developed. The Elite Masters Programme in Advanced Materials and Processes (MAP) under the leadership of the Friedrich-Alexander University Erlangen – Nuremberg is training the next generation of engineers with exactly this philosophy in mind.

Because of the importance of semiconductor crystals Fraunhofer IISB invited MAP students to the 2<sup>nd</sup> MAP Course on Roadmaps in Semiconductor Crystal Growth (MAPS). Under the leadership of Dr.-Ing. Jochen Friedrich, Fraunhofer IISB, the course “Roadmaps in Semiconductor Crystal Growth”

aimed at the familiarization of MAP students with the semiconductor industry and at viewing technology from markets' perspective. In a series of lectures experts from Fraunhofer IISB introduced semiconductor crystals, their further processing to semiconductor devices, and the applications of such semiconductor devices in the areas photovoltaic and power-electronics. Subsequently, teams of 3 to 5 students analyzed the market developments for different materials, their applications and the challenges which arise for, e.g., the production of devices. As a last step a one day presentation at Fraunhofer IISB took place, where the student teams presented their results with respect to the future applications and development of materials in the different markets. The course was closed by a lab tour through Fraunhofer IISB.



Group Portrait of the participants of the 2<sup>nd</sup> MAP School on Semiconductor Crystal Growth 2016, organized by Fraunhofer IISB

Picture: FAU

## Früherkennung für Materialfehler - SEMIKRON Innovation Award für neuartigen Leistungselektronik-Test

Sie sind unentbehrlich, wenn elektrische Energie verteilt, umgewandelt oder gespeichert werden soll: leistungselektronische Bauelemente. Besonders zuverlässig müssen diese Bauteile sein, wenn sie an zentralen oder schwer zugänglichen Punkten im Energienetz wie in Umspannwerken oder Offshore-Windanlagen zum Einsatz kommen. Gerade für höhere Spannungsklassen können zukünftig Bauelemente aus dem Material Siliziumkarbid herkömmliche Bauelemente aus Silizium ablösen, da sich hiermit wesentlich energieeffizientere Lösungen realisieren lassen. Doch Siliziumkarbid enthält noch deutlich mehr Materialfehler als Silizium, die sich zuweilen erst im Laufe der Zeit durch den Ausfall von Bauteilen zeigen. Einem Konsortium aus Wirtschaft und Wissenschaft ist es gelungen, einen kostengünstigen Test zu entwickeln, mit dem sich kleinste Defekte bereits auf Siliziumkarbid-Wafern – dem Rohmaterial für neuartige, besonders energieeffiziente Bauelemente – nachweisen lassen. Stellvertretend für ihre Teams sind die vier Projektleiter Dr. Patrick Berwian (Fraunhofer-Institut für Integrierte Systeme und Bauelementetechnologie IISB), Dr. Michael Krieger (Friedrich-Alexander-Universität Erlangen-Nürnberg), Larissa Wehrhahn-Kilian (Infineon Technologies AG) sowie Dr. Michael Schütz (Intego GmbH) mit dem SEMIKRON Innovation Award 2016 ausgezeichnet worden.



V.l.n.r.: Bettina Martin (SEMIKRON-Stiftung), Prof. Leo Lorenz (ECPE e.V.), Dr. Patrick Berwian (Fraunhofer IISB), Larissa Wehrhahn-Kilian (Infineon Technologies AG), Dr. Michael Krieger (LAP, Friedrich-Alexander-Universität Erlangen-Nürnberg), Dr. Steffen Oppel (Intego GmbH) in Vertretung für Michael Schütz (Intego GmbH).

Bild: SEMIKRON

Der kontinuierlich steigende Anteil erneuerbarer Energien mit schwankender Einspeisung und den oft sehr langen Wegen zwischen Stromerzeugung und Verbrauchern stellt sehr hohe und steigende Anforderungen an die öffentlichen Stromnetze. Deren Infrastruktur wird zunehmend auf intelligenten Energiesystemen beruhen, welche die elektrische Energie nach Bedarf verteilen, umwandeln, speichern und filtern. Aufgrund der zunehmenden Komplexität der Systeme und der hierfür benötigten Leistungselektronik werden auch an die Zuverlässigkeit der Komponenten höchste Anforderungen gestellt. Beispielsweise stelle man sich eine Offshore-Windturbine mit ausgefallener Leistungselektronik vor: Die Reparatur auf hoher See verursacht großen Aufwand und hohe Kosten, ganz zu schweigen von Zuverlässigkeitsproblemen in zentralen Einrichtungen der Hochspannungsversorgung, wie zum Beispiel Umspannwerken oder Stromtrassen.

Halbleiterbauelemente aus dem Material Siliziumkarbid (SiC) können eine zentrale Rolle in künftigen leistungselektronischen

Systemen spielen. SiC-basierte Leistungselektronik hat im Vergleich zu konventioneller siliziumbasierter Leistungselektronik das Potenzial, die Energieeffizienz aller Anwendungen deutlich zu steigern und zugleich die Kosten auf Systemebene zu reduzieren. Die Herstellung kostengünstiger, energieeffizienter und höchst zuverlässiger SiC-Leistungsbaulemente für Energieanwendungen ist deshalb ein wichtiges Ziel der Halbleiterindustrie.

### Anspruchsvolles Halbleitermaterial

In Bezug auf Herstellung und Bearbeitung ist SiC allerdings ein anspruchsvolles Material. Bislang haben vor allem die bereits kommerziell erhältlichen so genannten unipolaren SiC-Bauelemente eine sehr hohe Zuverlässigkeit bewiesen. Dagegen sind bipolare SiC-Bauelemente, welche für Anwendungen in Energiesystemen mit höheren Spannungsklassen benötigt werden, heute noch deutlich anfälliger für bestimmte Materialdefekte. Eine Schwierigkeit ist dabei, dass diese Defekte nicht immer zum sofortigen Ausfall des bipolaren Bauelements führen, sondern es zu einer schleichenden Degradation kommen kann, die nach dem heutigen Stand der Technik nur mit unverhältnismäßig hohem Aufwand während der Herstellung bzw. im Endtest der Bauelemente beim Hersteller erkannt wird.

Vor diesem Hintergrund haben sich die Infineon Technologies AG und die Intego GmbH mit dem Fraunhofer-Institut für Integrierte Systeme und Bauelementetechnologie IISB sowie dem Lehrstuhl für Angewandte Physik (LAP) der Friedrich-Alexander-Universität Erlangen-Nürnberg im Rahmen des von der Bayerischen Forschungsförderung geförderten Projekts „SiC-WinS“ zusammengeschlossen. Ziel der Zusammenarbeit war die Verbesserung eines qualitätskritischen Prozessschrittes bei der Bauelementherstellung, der sogenannten Epitaxie des Driftgebiets, und die Entwicklung und Evalu-

ierung einer neuen Methode für die Qualitätskontrolle. Die Vision war, in der Qualitätskontrolle eine Null-Fehler-Toleranz zu erreichen und damit hundertprozentige Zuverlässigkeit bei Bauelementen für die besonders anspruchsvollen Anwendungen in der Energietechnik zu garantieren.

#### Stand der Messtechnik: ausbaufähig

Aktuell kommt zum Nachweis einer Degradation von SiC-Bipolarbauelementen ein elektrischer Stresstest zum Einsatz, bei dem die Bauelemente für mehrere Minuten bis hin zu Stunden mit hohen Strömen von über 100 A/cm<sup>2</sup> beaufschlagt werden. Da dieser Test zum einen zeitaufwändig und teuer ist und zum anderen nicht frühzeitig in der Produktion auf Waferebene, sondern nur bei fertig gekapselten Bauelementen durchgeführt werden kann, ist diese Methode für eine industrielle Fertigung nicht geeignet.

Die Idee der Projektpartner war es, die Ursache der Bauelementdegradation – spezifische Kristalldefekte in den SiC-Scheiben – durch direkte Abbildung nachzuweisen. Um ein solches Verfahren auch in industriellen Produktionslinien einsetzen zu können, musste es für die Inspektion ganzer SiC-Wafer ausgelegt sowie zerstörungs- und kontaminationsfrei und vor allem schnell sein. Die Forscher haben sich deshalb für die Methode der abbildenden Photolumineszenz (PL) bei Raumtemperatur entschieden, um die kritischen Defekte nachzuweisen. Aus der wissenschaftlichen Literatur war bereits bekannt, dass in PL-Bildern von SiC-Substraten

die Defekte als helle oder dunkle Strukturen vor dem Hintergrund des SiC-Grundmaterials abgebildet werden können, je nach Art des Defekts und der Wellenlänge der Lumineszenz-Signale. Allerdings existierte bislang kein PL-Messgerät, das schnell genug für die Defektanalyse ganzer Wafer und damit für den Einsatz in einer Fertigungslinie geeignet war.

#### Reihenuntersuchung für SiC-Wafer

Im Rahmen des Projektes SiC-WinS, das durch die Bayerische Forschungsstiftung gefördert wurde, konnte diese Herausforderung gemeistert werden. Ein neu entwickeltes PL-Messgerät liefert Aufnahmen ganzer SiC-Wafer und aller darauf teilprozessierten Bauelemente mit einer Auflösung von 2 bis 5 µm. Kritische Bauelemente, die später im Betrieb ausfallen würden, lassen sich so sicher identifizieren und markieren. Die zerstörungsfreie und kontaktlose Messung eines 150-Millimeter-Wafers benötigt dabei weniger als 30 Minuten und kann nach verschiedenen Zwischenschritten bei der Prozessierung des Wafers wiederholt werden.

Die Ergebnisse, die mit dieser abbildenden Photolumineszenz-Messtechnik erzielt werden, sind beeindruckend und haben die ursprünglichen Erwartungen übertroffen. Bereits nach dem ersten Prozessschritt der Bauelementfertigung – der epitaktischen Abscheidung des Driftgebiets – identifiziert der PL-Scanner Materialdefekte in den noch unfertigen Bauelementen. In umfangreichen Studien konnte gezeigt werden, dass es im späteren Betrieb genau bei diesen Bauelementen zu

## I-B-S Fertigungs- und Vertriebs GmbH

für Forschung und Produktion  
D-82284 GRAFRATH Postfach 30  
Tel. 08144 / 7656 Fax 08144 / 7857 email:ibs-scholz@t-online.de

### Läppen-Polieren



**IB 400**  
für Läpp-Polierteller  
von 300 - 400 mm dia.  
Läpp-Poliermittelzufuhrsystem,  
Polier-Jigs.

**Innenlochsägen Annular 40/50**  
Schnitttiefen 42 bzw. 52 mm  
Man. Tischstellung  
Digitalanzeige für Upm,  
Tischposition und Schnittvorschub.

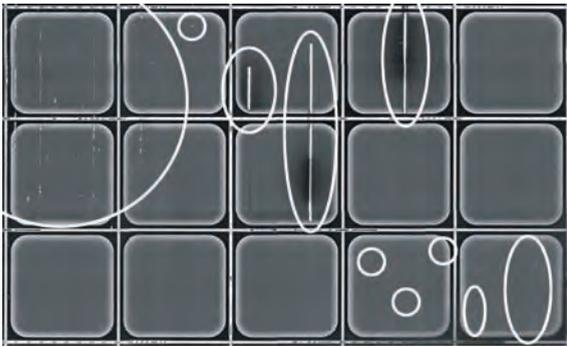
### Schneiden



Weitere Produkte: Fadensägen nach dem Läppprinzip

Bitte besuchen Sie unsere Internetseite

[www.ibs-grafrath.de](http://www.ibs-grafrath.de)



Photolumineszenz-Aufnahme einer Siliziumkarbid-Halbleiterscheibe mit teilprozessierten Bauelementen. Markiert sind auffällige Strukturen, die zu funktionsunfähigen oder im Betrieb unzuverlässigen Bauelementen führen.  
Bild: Fraunhofer IISB



Mit dem neu entwickelten Photolumineszenz-Messsystem lassen sich bereits während der Produktion kleinste Materialfehler in Siliziumkarbid-Wafern nachweisen.  
Bild: Fraunhofer IISB

Ausfällen kommt, selbst wenn sie in den üblichen elektrischen Standardtests absolut unauffällig waren. Damit ist das neu entwickelte Inspektionsverfahren eine sehr wertvolle Ergänzung der Qualitätskontrollmethoden bei der industriellen Produktion von bipolaren SiC-Hochvoltbauelementen. Durch die Vorhersage des Fehlerverhaltens trägt die PL-Messtechnik

unmittelbar zur Einführung zuverlässiger und effizienter bipolarer SiC-Leistungsbauerelemente im Energie- und Hochvoltmarkt bei.

#### **Ansprechpartner**

Dr. Jochen Friedrich

(Adresse siehe Seite 15)

## **Ausstellung von Granat-Kristallen aus dem ehemaligen Philips Forschungslaboratorium am Fraunhofer IISB**

**Das Philips Forschungslaboratorium in Hamburg war in den 70iger und 80iger Jahren eine Hochburg der Kristallzüchtung von Granat-Kristallen. Diese werden heute eingesetzt in der Sensorik, Optik und Hochfrequenztechnik. Prof. Wolfgang Tolksdorf, ehemaliger Leiter des Labors, übergab seine Kristallschätze ans Fraunhofer IISB. Dort werden sie jetzt dauerhaft ausgestellt.**



Prof. Wolfgang Tolksdorf (Mitte), ehemaliger Leiter des Philips Forschungslaboratorium in Hamburg, Dr. Jochen Friedrich (rechts), Leiter der Abteilung Materialien am Fraunhofer IISB in Erlangen und Prof. Dr. Georg Müller, ehemaliger Leiter des Erlanger Kristallabors (rechts) bei der Eröffnung der Ausstellung über Granat-Kristallen

Granat-Kristalle finden unter anderem Anwendung als magneto-optische Isolatoren und Wellenleiter, in der Hochfrequenztechnik als Filter für Frequenzen im Gigahertz-Bereich,

in der Sensorik zur Prüfung von Magnetkarten und Banknoten oder in der Optik zum Beispiel im Laserpointer. Von 1980 bis 2000 wurden die Granat-Kristalle außerdem in der Datenspeicherung als Magneto-Optische Disk und als Magnetblasenspeicher verwendet. Damit ließen sich für damalige Verhältnisse riesige Datenmengen speichern. Das Philips Forschungslaboratorium Hamburg war in den 70iger und 80iger Jahren eine international führende Forschungseinrichtung auf dem Gebiet der Herstellung von Granat-Kristallen und Dünnschichten. Unter der Leitung von Prof. Wolfgang Tolksdorf wurden damals von Herrn Dr. Dieter Mateika mittels Züchtung aus schmelzflüssiger Lösung große Granat-Kristalle, z.B. Yttrium-Eisen-Granat, und mittels Flüssigphasenepitaxie dünne Granat-Schichten, z.B. Gadolinium-Gallium-Granat, abgeschieden. Diese wurden dann zu Magnetspeichern oder zu Mikrowellenbauteile weiterprozessiert. Prof. Wolfgang Tolksdorf übergab seine private Sammlung von Kristallen, Schichten und Bauelementen dem Fraunhofer IISB in Erlangen. Dort werden die Exponate in einer Vitrine dauerhaft ausgestellt und Besuchern zugänglich gemacht. „Wir freuen uns sehr, dass wir unsere Kristallsammlung um diese Exponate erweitern konnten. Nun verfügen wir neben zahlreichen Kristallen,

die die Entwicklung der Halbleitertechnologie dokumentieren, mit den Granat-Kristallen über ein weiteres Kapitel Technikgeschichte. Dafür sind wir Herrn Tolksdorf sehr dankbar.“ erläutert Dr. Jochen Friedrich, Leiter der Abteilung Materialien am Fraunhofer IISB. „Ich bin froh, dass auf diese Art und Weise meine Kristalle einen würdigen Platz gefunden haben

und Besuchern und Studenten so zugänglich gemacht werden.“ ergänzt Prof. Wolfgang Tolksdorf, der auf Einladung des Fraunhofer IISB Anfang Juli die Ausstellung offiziell eröffnete.

**Ansprechpartner**

Dr. Jochen Friedrich  
(Adresse siehe Seite 15)

## Silizium-Kristalle des Fraunhofer IISB mit „ALL.TÄGLICH!“ auf Wanderschaft durch Deutschland

**Silizium-Kristalle aus dem Fraunhofer IISB werden auf der Wanderausstellung „ALL. TÄGLICH!“ in ganz Deutschland zu sehen sein. Mit „ALL.TÄGLICH!“ präsentiert das Raumfahrtmanagement des Deutschen Zentrums für Luft- und Raumfahrt e.V. (DLR) eine Ausstellung, die das Innovations- und Transferpotenzial von Raumfahrt und Welt- raumforschung in den Fokus der öffentlichen Wahrnehmung rückt.**

Silizium-Kristalle aus dem Fraunhofer IISB werden in den nächsten drei Jahren auf der Wanderausstellung „ALL.TÄGLICH!“, die vom Raumfahrtmanagement des Deutschen Zentrums für Luft- und Raumfahrt e.V. (DLR) präsentiert wird, zu sehen sein. „ALL.TÄGLICH!“ will die Innovationsfähigkeit und den Beitrag der Raumfahrt für Wirtschaft, Gesellschaft und Umwelt öffentlichkeitswirksam darstellen. Die Ausstellung wird im August in Berlin feierlich eröffnet und dann an verschiedenen Orten in Deutschland für jeweils sechs bis acht Wochen Station machen. Geplant sind unter anderem Stuttgart, München, Bremen und Essen. Die Ausstellung präsentiert über 40 exemplarische Innovationen, Technologien und Anwendungen. Mit dabei Silizium-Kristalle des Fraunhofer IISB.

„Wir nutzen die Schwerelosigkeit, wie sie uns auf unbemannten Raketenflügen oder bemannten Missionen zur Verfügung steht, um Phänomene, die bei der Herstellung von Kristallen auftreten können, grundlegend zu untersuchen. Jüngstes Beispiel: Der Einbau von SiC-Partikel bei der Erstarrung von Silizium für die Photovoltaik folgt nicht der klassischen Theorie. Deshalb haben wir auf der Mission TEXUS51 im ParSiWal-Experiment einen Silizium-Kristall im Weltall gezüchtet.“ erläutert Dr. Christian Reimann, Gruppenleiter in

der Abteilung Materialien am Fraunhofer IISB. In der Wanderausstellung werden anhand anschaulicher Exponate die wissenschaftlichen Hintergründe dieses Experimentes erklärt sowie die Bedeutung für die industrielle Produktion von Silizium für die Photovoltaik illustriert.



Terrestrische Vergleichsprobe des ParSiWal-Experimentes: Siliziumstab mit dem Partikeldepot (nicht sichtbar), der in einer Quarzglasampulle gehalten wird. Der Stab mit Ampulle wird in eine Ofenanlage eingebaut und unter Schwerelosigkeit bzw. auf der Erde aufgeschmolzen und wieder erstarrt. Bild: Universität Freiburg

**Ansprechpartner**

Dr. Jochen Friedrich  
(Adresse siehe Seite 15)

## Neue Mitglieder 2016

Wir begrüßen seit dem 01.07.2016 als neue Mitglieder (Stand 31. Oktober 2016):

**Neumitglieder / Privatpersonen:**

Herr Dipl.-Phys. Malte Ernst

Solarworld Innovations GmbH Freiburg

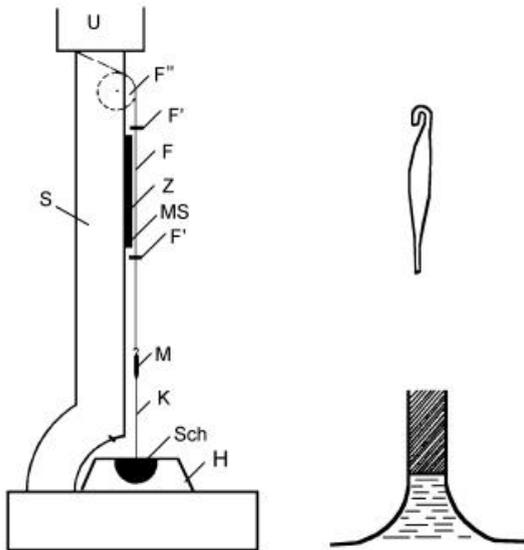
Herr M.Sc. Ulf Gattermann

Siltronic AG Burghausen

## DGKK-Fokus

### Jan Czochralski und seine folgenreiche Entdeckung

Wolfram Miller, Leibniz-Institut für Kristallzüchtung (IKZ)



Aufbau der Czochralski'schen Apparatur von 1916. Komplette Zeichnung wie in der Veröffentlichung in *Z. Phys. Chem.* 92 (1918), 219.

Jan Czochralski wurde am 28. Oktober 1885 in Kcynia geboren. Über seine Kindheit einschließlich der Schulzeit ist nicht viel bekannt, trotz der Nachforschungen von Pawel Tomaszewski, der sich seit 1984 mit dem Leben und Wirken von Jan Czochralski beschäftigt. Zusammengetragen sind seine Ergebnisse in dem Buch Pawel E. Tomaszewski: *Jan Czochralski Restored*. Die Erstellung des Buches war eine der Aktivitäten der Polnischen Gesellschaft für Kristallzüchtung (PTWK) zur Ausrufung des Jahres 2013 als Jahr von Jan Czochralski (weitere Informationen dazu unter <http://www.ptwk.org.pl/php/rokcz1.php?p=eng,dz>).

1904 oder 1905 ist Jan Czochralski nach Berlin gekommen und hat zunächst eine Zusatzausbildung in Metallurgie gemacht, die mit einem Examen an der Technischen Hochschule in Berlin-Charlottenburg endete. Genauer ist darüber nicht bekannt.

Am 1. August 1907 begann er seine Arbeit im Kabelwerk Oberspree der AEG in Berlin-Oberschöneweide. Er wurde Assistent im Forschungslaboratorium von Wichard von Moellendorff, um Aluminium in die Elektrotechnik einzuführen. Wichard von Moellendorff war der Gründer des Metall-Forschungslaboratoriums bei der AEG.

1913 publizierte er zusammen mit von Moellendorff seinen ersten Artikel. Jan Czochralski beschäftigte sich mit unterschiedlichen Aspekten der Metallurgie und eines seiner Hauptgebiete war die Messung der Kristallisationsgeschwindigkeit. In diesem Zusammenhang kam es dann zu der zufälligen Entdeckung der Einkristallzüchtung aus der Schmelze durch kontinuierliches Herausziehen des Kristalls aus dem

Schmelztiegel. Es ist nicht ganz sicher, dass sich die Geschichte wirklich so abgespielt hat, aber sie passt in die gute Beobachtungsgabe von Jan Czochralski.

Als er eines Abends am Verfassen eines Tagesberichts war – damals noch mit Feder und Tinte geschrieben – tauchte er aus Versehen die Feder in den Tiegel mit der noch heißen Zinnlösung, die er für seine Experimente benutzt hatte. Und er bemerkte den dünnen Faden von kristallinem Zinn, der sich an der Spitze der Feder gebildet hatte. Weitere Versuche mit unterschiedlich schnellem Herausziehen folgten, wobei ab einer bestimmten Geschwindigkeit der Faden abbriss (bei Zinn liegt die Geschwindigkeit bei 90 mm/min). Über dieses neue Verfahren schrieb er einen Artikel den er am 19.8.1916 bei der Zeitschrift für Physikalische Chemie einreichte. Titel: Ein neues Verfahren zur Messung der Kristallisationsgeschwindigkeit der Metalle. Erschienen ist der Artikel im nächsten Jahr. Die Methode diente am Anfang allein zur Bestimmung von Materialdaten von Metallen, die bis dahin an polykristallinem Material gemessen werden konnten.

Jan Czochralski verließ die AEG zum 30. September 1917.

In Berlin wurde die Czochralski-Methode an verschiedenen Orten zur Züchtung von Metall-Einkristallen benutzt. So von H. von Wartenberg an der Universität Berlin, von E. von Gompertz am Kaiser-Wilhelm-Institut für Faserstoffchemie sowie von Grüneisen und Goens an der Physikalisch Technischen Reichsanstalt. Im Jahre 1923 endeten vorerst die Aktivitäten in Deutschland. Dafür wurde 1925 in den USA begonnen, die Czochralski-Methode einzusetzen und zwar zunächst im Laboratorium von E. P. T. Tyndall an der State University of Iowa.

Aber in allen Fällen wurden Metalle mit dieser Methode gezüchtet. Und so wurde die Czochralski-Methode bei dem 1st Congress of Crystal Growth 1949 in Bristol nicht erwähnt, weil dieser sich nur mit nicht-metallischen Werkstoffen beschäftigte. Dabei hatten Teal und Little bereits erfolgreich Germanium-Einkristalle mit dieser Methode gezüchtet. Ihre Apparatur hatten sie allerdings erst im Januar 1950 zum Patent angemeldet, so dass sie 1949 hierzu noch nichts veröffentlichen konnten. Nach der Erfindung des Halbleiter-Transistors durch John Bardeen und Walter Brattain im Jahre 1947 wuchs schlagartig der Bedarf nach hochwertigen Einkristallen und setzte damit auch die Erfolgsgeschichte der Czochralski-Methode in Gang. Diese wird im nachfolgenden Artikel von Wilfried von Ammon beschrieben.

Ein ausführlicher Artikel über die frühen Jahre der Czochralski-Züchtung ist von Reinhard Uecker verfasst worden und in *J. Crystal Growth* 401 (2014), 7-24, erschienen.

## 100 Jahre CZ Kristallzucht: Die Entwicklung der Silicium Einkristallzüchtung

Wilfried von Ammon, Roth

Als Jan Czochralski 1916 seine Methode zur Messung maximaler Kristallisationsgeschwindigkeiten publizierte ([1]) und bei seinen Untersuchungen entdeckte, dass es ihm gelungen war, dünne Einkristalle zu erzeugen, konnte er sicherlich nicht ahnen, welche Bedeutung seine Erfindung mehr als 30 Jahre später für die Entwicklung der Halbleitertechnologie haben wird. Über 90% der für die Halbleiter Industrie und etwa ein Drittel der für die Solarindustrie produzierten Siliciumkristalle werden heute nach dem Czochralski-Verfahren gezogen.

### Die anfängliche Konkurrenz zwischen CZ und FZ-Verfahren

Der Siegeszug des Czochralski-Verfahrens begann vor nicht ganz 70 Jahren, als Bardeen und Brattain sowie Shockley 1947 bei Bell Lab die ersten Transistoren auf der Basis von Germanium bauten. Es wurde schnell klar, dass man für die Weiterentwicklung dieser Technologie möglichst gute Einkristalle benötigte. Bereits ein Jahr später gelang es Teal und Little ([2][3]) die ersten Germanium Kristalle nach dem Czochralski-Verfahren zu ziehen. Ein weiteres Jahr später schloss sich Buehler der Gruppe an. Der Prozess wurde weiter entwickelt und schließlich patentiert ([4]). 1949 wurden dann von Pietenpol und Ohl die ersten Transistoren auf der Basis von Silicium gebaut ([5]) und man erkannte, dass Silicium gegenüber Germanium deutliche Vorteile als Halbleitermaterial hatte. Dazu zählte vor allem die ungleich höhere Verfügbarkeit und damit niedrigere zu erwartende Herstellkosten, aber auch die Entwicklung des Siemensverfahrens, das die wirtschaftliche Herstellung von hoch reinem Silicium im industriellen Maßstab ermöglichte. Zudem hat Silicium eine größere Bandlücke, was höhere Betriebstemperaturen erlaubt. Von großer Bedeutung war bei der späteren Weiterentwicklung der Halbleiterbauelementprozesse, dass Silicium ein sehr stabiles und hoch isolierendes, natives Oxid besitzt. 1951 wurden dann von Teal und Buehler ([6]) die ersten Silicium-Kristalle nach dem Czochralski-Verfahren mit einer Einwaage von 50 - 100g und einem Kristalldurchmesser von 0.5" gezogen. Die experimentelle Züchtungsapparatur wies bereits wesentliche Merkmale heutiger CZ-Prozesse wie die Verwendung eines Quarzglasziegels, der durch einen Graphittiegel gestützt wird, und die Spülung der Ziehatmosphäre durch ein Edelgas auf. Letzteres ist bei der Silicium Kristallzucht nach dem CZ-Verfahren unabdingbar, um das leicht flüchtige SiO, das bei der Reaktion von flüssigem Silicium und SiO<sub>2</sub> entsteht, aus der Ziehanlage zu entfernen. In diesem Stadium stellte sich jedoch bald heraus, dass das CZ-Verfahren die geforderte Reinheit der Si-Einkristalle mehr schlecht als

recht erfüllen konnte. Grund war, dass nicht nur die verwendeten Hilfsstoffe wie Quarzglas und Graphit, sondern auch das Ausgangsmaterial Polysilicium noch nicht in ausreichender Reinheit zur Verfügung standen. Das CZ-Verfahren erhielt daher bald Konkurrenz durch das von Keck und Golay (Bell Labs)([7]), Theuerer (Bell Labs)([8]) sowie Sieberts und Henker (Siemens) ([9]) und Emeis (Siemens)([10]) entwickelte tiegelfreie (FZ) Zonenziehverfahren, - eine Weiterentwicklung des von Pfann 1951 erfundenen Zonenziehverfahrens ([11]). Das tiegelfreie Zonenziehen löste auf elegante Weise das Reinheitsproblem, indem es die Verwendung von Hilfsstoffen ganz vermied und das damals noch unsaubere Polysilicium durch mehrfaches Zonenziehen reinigte. Es hat aber den Nachteil, dass das Vormaterial in Stabform mit vergleichbarem Durchmesser zum Kristalldurchmesser vorliegen muss. Die Weiterentwicklung des Zonenziehverfahrens wurde vor allem von Siemens vorangetrieben. Die Konkurrenz zwischen FZ- und CZ-Verfahren hielt bis Anfang der 80iger Jahre im letzten Jahrhundert an. Die Gründe, warum sich am Ende das CZ- gegen das FZ-Verfahren weitgehend durchsetzte, sind vielfältig. Zum einen stellte sich die Herstellung des Vormaterials in Form von ganzen Polysiliciumstäben als vergleichsweise sehr teuer gegenüber Silicium in Bruchform, wie es für CZ eingesetzt wird, heraus, zum anderen zeigte sich, dass es mit dem FZ-Verfahren deutlich schwieriger war, der von der Halbleiterindustrie vorangetriebenen Kristalldurchmesserentwicklung zu folgen. Das lag unter anderem daran, dass für jeden Kristalldurchmesser auch ein größerer Polysiliciumstabdurchmesser entwickelt werden musste, so dass man auf zwei verschiedenen Gebieten die Entwicklung synchron vorantreiben musste. Beim Sprung von 100mm zum 125mm Standarddurchmesser Anfang der 80iger Jahre hinkte dann das FZ- dem CZ-Verfahren zeitlich endgültig hinterher. Einen entscheidenden Einfluss hatten aber auch qualitative Merkmale. In den 70iger Jahren entdeckte man zunehmend die positiven Eigenschaften der für CZ zwangsläufigen Sauerstoffdotierung. Es zeigte sich, dass der Sauerstoff die Bewegung und Multiplizierung von Versetzungen bei der thermischen Prozessierung von Silicium Wafern erheblich reduziert und die Sauerstoffpräzipitate im Bulk der Wafer sehr vorteilhaft als Getterzentren für schnell diffundierende, metallische Verunreinigungen genutzt werden können. Von da an setzten weltweit Forschungsaktivitäten ein, um die Effekte von Sauerstoff in Silicium aufzudecken und technisch nutzen zu können. Eine wichtige Erkenntnis war, dass man durch eine Hochtemperaturbehandlung am

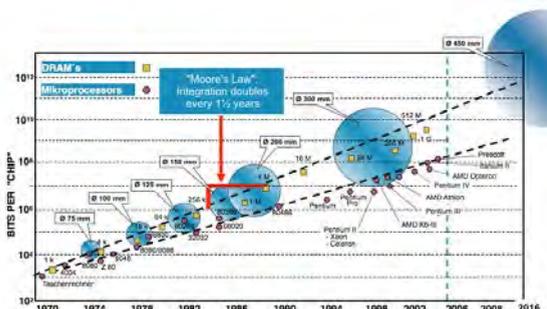
Anfang der Bauelementprozesse eine sogenannte „denuded zone“ im Oberflächenbereich des Siliciumwafers erzeugen konnte, die je nach Temperaturbehandlung bis in eine Tiefe von einigen  $\mu\text{m}$  frei von Sauerstoffpräzipitaten bleibt. Damit konnten die aktiven Bauelemente wie z.B. MOS-Transistoren in eine weitgehend defektfreie Umgebung gebaut werden. IBM war wohl die erste Firma die sich diesen Vorteil zunutze machte, was die Silicium Lieferanten dadurch zu spüren bekamen, dass IBM in den 70iger Jahren plötzlich begann, den Sauerstoffgehalt der Kristalle zu spezifizieren. Auf Seiten der Siliciumhersteller löste dies erhebliche Forschungsanstrengungen aus, um die relevanten Parameter für die Steuerung des Sauerstoffgehaltes während des Kristallziehens ausfindig zu machen. Mit dem zunehmenden Verständnis der Rolle des Sauerstoffs in Silicium verwandelte sich der ehemalige Nachteil des CZ-Verfahrens zu einem Vorteil gegenüber FZ, so dass letzteres heute fast nur noch für Hochleistungsbauelemente, die keine Defekte im Bulkbereich des Wafers tolerieren, zum Einsatz kommt. Siemens war schließlich die letzte Firma, die dann Ende der 80iger Jahre ihre DRAM Produktion endgültig ebenfalls auf CZ-Material umstellte.

Nicht unerwähnt bleiben darf die Erfindung des Dünnhalsziehens nach Dash ([12]), die es ermöglichte versetzungsfreie Silicium-Kristalle zu züchten, indem die Versetzung durch schnelles Ziehen und einem niedrigen thermischen Gradienten im Dünnhalsbereich abgehängt und zur Kristalloberfläche gelenkt werden. Im Gegensatz zu Solarzellen sind Versetzungen für elektronische Bauelemente nicht tolerierbar, so dass die Entwicklung der elektronischen Bauelemente ohne diese Erfindung wohl anders verlaufen wäre.

Nachdem das CZ-Verfahren das Wettrennen gegenüber dem FZ-Verfahren für sich entschieden hatte, kamen bald neue, erhebliche Herausforderungen auf das nun dominante Verfahren zu.

### Entwicklung des Kristalldurchmessers

Die Entwicklung zu immer größeren Kristalldurchmessern war und ist durch die Kostenreduzierung in der Halbleiterindustrie getrieben.



Zeitliche Entwicklung des Silicium-Kristalldurchmessers. Der 450mm Durchmesser ist bis heute nicht in die Fertigung eingeführt.

Die Kostenreduzierung hat unter anderem damit zu tun, dass die Chipgröße wegen der wachsenden Zahl an Transistoren pro Chip trotz fortschreitender Miniaturisierung meistens größer wird, wodurch immer weniger Chips auf eine vorgegebene Fläche passen und somit die Produktivität sinkt.

Zunächst erfolgte die Vergrößerung in 1-Zoll-Schritten. Ab 4“ ging man dann auf das metrische Maß 100 mm über und die weitere Vergrößerung wurde in 25 mm Schritten vorgenommen. Ab 150 mm wurde schließlich der jeweils nächst größere Durchmesser so gewählt, dass sich die Waferfläche dabei ungefähr verdoppelt, also 200, 300 und in Zukunft 450 mm. Während zu Beginn der Entwicklung ein Durchmesserprung alle 3 bis 4 Jahre stattfand (siehe Fig.1), hat sich das Durchmesserwachstum inzwischen erheblich verlangsamt. Der Durchmesser 450 mm ist bis heute nicht in die Produktion eingeführt, obwohl der Schritt zu 300 mm bereits Ende der 90iger Jahre des letzten Jahrhunderts erfolgte, also mehr als 15 Jahre zurückliegt. Die Gründe für diese Verlangsamung sind vielfältig. Zum einen lohnt sich der Übergang zu 450 mm nur noch für Produkte mit sehr hohen Stückzahlen/Monat und damit nur für wenige Firmen wie Intel, Samsung, TSMC, während für Firmen mit kleineren Produktstückzahlen der Durchmesserwechsel wegen der hohen Kosten für eine 450 mm Fabrik unbezahlbar wird. Auch für die Equipment-Lieferanten steigen die Entwicklungskosten enorm an, bei einem gleichzeitig kleiner werdenden Markt aufgrund der schrumpfenden Kundenzahl. Damit wird eine Amortisierung der Entwicklungskosten fraglich. Zum anderen steigen bei den Silicium-Lieferanten insbesondere die Herstellkosten für die Kristalle stark an.

Für den Anstieg der Herstellkosten gibt es mehrere Ursachen. Wegen des größeren Durchmessers erhöht sich auch das Gewicht von Anfangs- und Endkonus sowie das Volumen der im Tiegel verbleibenden Restschmelze. Infolgedessen muss die zylindrische Länge des Kristalls entsprechend vergrößert werden, um zu einer wirtschaftlichen Ausbeute an verwendbarem Material zu kommen. Dies zwingt zu deutlich höheren Einwaagen und in der Folge zu größeren Tiegeln und Grafitöfen (hotzone). Diese Hilfsstoffe werden jedoch mit zunehmender Größe unverhältnismäßig teurer. Dazu kommt, dass die Wahrscheinlichkeit für einen Strukturverlust des wachsenden Kristalls signifikant abgesenkt werden muss, da jede Versetzungsgenerierung zu einer Versetzungsmultiplikation führt und die dadurch erzeugten Rückgleitungen das bereits versetzungsfrei gezogene Material über eine Länge von ca. einem Kristalldurchmesser unbrauchbar machen. Dies bedeutet, dass man bei einem 450 mm Prozess im Fall eines Strukturverlustes etwa einen halben Meter bereits versetzungsfrei gezogenes Material verliert. Der Ziehprozess mit

dem größeren Durchmesser muss daher deutlich störungsfreier laufen, was in der Praxis aber nur schwer zu erreichen ist und die Prozessentwickler vor große Herausforderungen stellt. Tendenziell sinkt daher die versetzungsfreie Ausbeute mit zunehmendem Kristalldurchmesser. Noch stärker geht aber die Produktivität in die Knie. Wegen des größeren Grafitofens steigt das thermische Budget, was die unproduktiven Prozesszeiten wie Aufschmelzen und Abkühlen empfindlich verlängert. Die Produktivität wird weiter abgesenkt durch die Tatsache, dass sich mit zunehmendem Kristalldurchmesser zudem die maximal mögliche Ziehgeschwindigkeit reduziert. Aufgrund dieser kostentreibenden Faktoren könnte 300 mm noch für weitere Jahre der größte Standarddurchmesser in der Halbleiterindustrie bleiben. Wann 450mm als Standarddurchmesser in die Fertigung eingeführt wird, ist derzeit noch nicht absehbar.

Die technologischen Herausforderungen bei der Durchmessersteigerung werden zusätzlich dadurch erschwert, dass mit der Einführung gleichzeitig auch die Materialqualität dem jeweils höchsten Stand entsprechen muss, da in den neuen Fabriken regelmäßig die neuesten Bauelemente gefertigt werden sollen. Dabei gestaltete sich in der Vergangenheit die Verbesserung der Materialqualität häufig schwieriger als die Durchmessersteigerung.

### Entwicklung der Kristallqualität

In der Anfangsphase der Mikroelektronik war für viele Bauelemente eine begrenzte Dichte von Versetzungen noch tolerierbar. Ein signifikanter Teil der Entwicklungsaktivitäten befasste sich daher mit der Kontrolle und der Reduzierung der Versetzungsdichte. Mit der Zunahme des Kristalldurchmessers wurde jedoch bald klar, dass die Versetzungsdichte oberhalb eines Durchmessers von 25 - 35 mm nicht mehr mit wirtschaftlich vertretbarem Aufwand kontrollierbar war, da die höheren, thermischen Spannungen zunächst zu einer Multiplizierung der Versetzungen und schließlich zum Umschlagen in multikristallines Wachstum führten. Dies zwang zur Entwicklung von versetzungsfreien Kristallen mit Hilfe der Dash-Methode. Von großem Vorteil war dabei, dass im Fall von Silizium eine vergleichsweise hohe Energie erforderlich ist, um eine erste Versetzung zu erzeugen. Sind die Versetzungen während des Dünnhalbsziehens erst einmal eliminiert, kann der versetzungsfrei wachsende Kristall erhebliche Spannungen tolerieren, ohne seine Struktur zu verlieren. Aufgrund dieser Tatsache ist es heute möglich, versetzungsfreie Kristalle bis 450mm Durchmesser im industriellen Maßstab zu fertigen. Spezielle, elektronische Bauelemente wurden noch bis in die 80iger Jahre des letzten Jahrhunderts auf der Basis von versetzten Siliciumeinkristallen produziert. Nachdem die Versetzungsproblematik gelöst war

und der negative Einfluss der Sauerstoff-Präzipitate bei CZ-Kristallen durch die „denuded zone“- Technik während der Bauelementherstellung beherrschbar wurde, zeigte sich in den 70iger Jahren zunächst bei FZ-Kristallen und dann in den 80iger Jahren bei CZ-Kristallen, dass die Aggregation von Eigenpunktdefekten (Leerstellen und Si-Zwischengitteratome) die Funktionalität der Bauelemente erheblich beeinträchtigen können. Bei FZ-Kristallen erzeugte die Aggregation von Si-Zwischengitteratomen lokale Versetzungsschleifen mit einer Größe von mehreren Mikrometern, sogenannter A-swirl bzw. L-Pits, die sich während der Abkühlphase des Kristalls bilden. Diese Defekte hatten insbesondere bei Leistungsbauelementen eine nicht tolerierbare Instabilität der Raumladungszone zur Folge. Erfreulicherweise zeigte sich bald, dass bei FZ die Aggregation der Eigenpunktdefekte durch eine leichte Stickstoffdotierung (im Bereich von  $10^{14}$  at/cm<sup>3</sup>) sowie einem niedrigen Kohlenstoffgehalt ( $<2 \times 10^{16}$  at/cm<sup>3</sup>) weitgehend unterdrückt werden kann. Im Fall von CZ kämpfte die Industrie über viele Jahre mit Defekten, die die Gateoxidqualität von DRAM-Speicherezellen zerstörten und daher erhebliche Ausbeuteverluste bei der DRAM-Produktion nach sich zogen. Als Ursache wurden schließlich Ende der 80iger/Anfang der 90iger Jahre Leerstellenaggregate mit einer Größe von 30 - 100 nm, die heute überwiegend als „voids“ bezeichnet werden, erkannt.



State-of-the-Art 300mm Silicium-Kristall

(Quelle: Siltronic AG)

Im Gegensatz zu FZ, war der Aggregation von Eigenpunktdefekten in CZ Kristallen leider nicht durch eine einfache Kodotierung mit Stickstoff beizukommen. Stattdessen folgte eine Phase mit schwieriger, teils zermürender Entwicklungsarbeit. Basis für diese Aktivitäten war eine Theorie, die von V.V.Voronkov 1982 publiziert wurde ([13]) und die den Einbau von Eigenpunktdefekten während des Kristallziehens beschreibt. V.V.Voronkov zeigte, dass der Einbau von einem einfachen Parameter  $V/G$  ( $V$  = Ziehgeschwindigkeit,  $G$  = Temperaturgradient im Kristall an der Phasengrenze) gesteuert wird und dass bei einem bestimmten  $V/G$ -Wert Leerstellen und Si-Zwischengitteratome in gleicher Konzentration eingebaut werden und sich daher gegenseitig auslöschen. Seine bahnbrechende Arbeit fand jedoch zunächst nur wenig Beachtung und es dauerte mehrere Jahre bis man schließlich erkannte, dass sie den entscheidenden Schlüssel zur Lösung der anstehenden Defektprobleme lieferte. Leider führte diese Erkenntnis noch nicht zum Ziel, weil  $G$  bei den damaligen Ziehprozessen in radialer Richtung erheblich variierte und man daher den kritischen  $V/G$ -Wert nur in einem schmalen, radialen Bereich einstellen konnte. Die Si-Kristalle wurden daher immer so gezogen, dass die Kristalle im Inneren einen Leerstellen reichen Bereich aufwiesen, in dem die Leerstellen zu „voids“, aggregieren. Nur ein schmaler Bereich am Kristallrand war Si-Interstitial reich, allerdings ohne L-Pits. Letztere mussten unter allen Umständen vermieden werden, da L-Pits wegen ihrer Größe nicht nur einzelne Transistoren, sondern ganze Bauelementbereiche zerstörten. Mühsam erlernten die Si-Kristallzieher schließlich, durch welche Ziehparameter der radiale Verlauf von  $G$  so kontrolliert werden kann, dass man einen radial homogenen Temperaturgradienten  $G$  erhält und damit der kritische  $V/G$ -Wert für das gesamte Kristallvolumen eingestellt werden kann. Diese Entwicklungsarbeit führte dann endlich Ende der 90iger Jahre zum Erfolg. Die Entwicklung von sogenanntem „defektfreies“ Silizium wurde vor allem von der Firma Samsung forciert, die ihre Si-Lieferanten unter massiven Druck setzte, derartiges Material kommerziell verfügbar zu machen. „Defektfreies“ Silizium ist allerdings nicht wirklich frei von Defekten. Im Gegenteil, die Defekte können sogar relativ zahlreich sein, aber die Defektgröße ist so klein, dass sie im Bauelement zu keinen Störungen mehr führen können. Ein wesentlicher Teil der heutigen Si-Produktion für elektronische Bauelemente wird mit diesen hochentwickelten CZ-Ziehprozessen hergestellt.

### Weiterentwicklungen des CZ-Verfahrens

Eine wesentliche Verbesserung des Verfahrens wurde in den 70iger Jahren durch die Einführung eines konischen Wärmeschildes um den wachsenden Kristall erzielt (Wacker Chemitronic, heute Siltronic AG). Der Wärmeschild schützte den

wachsenden Kristall nicht nur vor der Strahlung des heißen Grafitofens, sondern führte auch zu einer definierten Gasströmung über die Schmelzoberfläche bis zum Gasabzug aus der Ziehanlage. Dadurch ergaben sich gleich mehrere Vorteile. Zum einen konnte wegen des höheren Temperaturgradienten im Kristall deutlich schneller gezogen werden, zum anderen sorgte die definierte Gasströmung dafür, dass sich das aus der Schmelze abdampfende  $SiO$  nicht unkontrolliert an kälteren Anlagenteilen niederschlagen konnte, von wo es später wieder in den Gasstrom gewirbelt wurde. Dadurch blieb die Anlage nicht nur sauberer, sondern es erhöhte sich auch die versetzungsfreie Ausbeute. Darüber hinaus stellte man fest, dass sich über Gasdurchsatz und -druck der Sauerstoffgehalt des wachsenden Kristalls steuern ließ. Seit Ende der 90iger Jahre werden sogar wassergekühlte Wärmeschilde in der Produktion verwendet, mit denen die Ziehgeschwindigkeiten nochmals erheblich gesteigert werden konnten.

Mitte der 80iger Jahre des letzten Jahrhunderts wurde von der Firma Toshiba Ceramics die Anwendung von Magnetfeldern beim CZ-Verfahren (MCZ) im industriellen Maßstab eingeführt. Der Grund hierfür war, dass man bei der Herstellung bestimmter Leistungsbaulemente, für die bis dahin 4“ FZ Wafer eingesetzt wurden, aus Kostengründen den Sprung auf 5“ Wafer machen wollte. Da 5“ (125 mm) FZ Kristalle nicht rechtzeitig zur Verfügung standen, suchte man nach einer Alternative und fand sie in der Anwendung von statischen Magnetfeldern beim CZ-Verfahren. Hohe, statische Magnetfelder bremsen die Schmelzenkonvektion stark ab, was zu einer deutlichen Erniedrigung des Sauerstoffgehaltes im Kristall führt. Es gelang den Sauerstoffgehalt so weit zu senken, dass die Funktionalität der Bauelemente durch Sauerstoffpräzipitate nicht mehr beeinträchtigt wurde. Intensiv wurden auch dynamische Magnetfelder untersucht, die die Schmelzenkonvektion gezielt antreiben. Damit konnte man zwar Temperaturschwankungen in der Schmelze deutlich verringern, aber der Antrieb der Schmelzenkonvektion erhöhte andererseits die Korrosion des Quarzglasziegels. Dies führte nicht nur zu einer Erhöhung des Sauerstoffgehaltes, sondern auch zu einer kürzeren Standzeit des Quarzglasziegels, was die versetzungsfreie Ausbeute reduzierte. Dynamische Magnetfelder haben sich daher in der Si-Produktion nicht durchgesetzt. Heute sind Magnetfelder aus der Produktion von CZ-Kristallen für elektronische Anwendungen nicht mehr wegzudenken. Insbesondere die hochentwickelten Ziehprozesse für „defektfreies“ Silicium kommen ohne die Anwendung von Magnetfeldern nicht aus.

Schon früh befasste man sich mit der Entwicklung von Nachchargierverfahren, da das langwierige Aufheizen und Schmelzen sowie das Abkühlen die Produktivität des CZ-Verfahrens

empfindlich einschränken. In der Literatur finden sich daher zahlreiche Vorschläge für eine kontinuierliche Nachchargierung in den Quarzglasiegel (CCZ), so dass man, ähnlich wie beim Zonenziehen, Aufschmelzen und Kristallisieren gleichzeitig ausführen kann. Ein wesentlicher Antrieb für eine derartige Entwicklung war aber auch die Aussicht, den axialen Widerstandsverlauf zu homogenisieren, da man damit ein konstantes Schmelzenvolumen aufrechterhalten konnte. Dieser Vorteil würde sich insbesondere bei n-Typ Silicium auszahlen, da die in Frage kommenden Dotierelemente P, Sb, As verhältnismäßig kleine Segregationskoeffizienten aufweisen, was beim Standard CZ-Verfahren eine erhebliche, axiale Widerstandsvariation zur Folge hat. Prinzipiell unterscheidet man zwischen einer Flüssigchargierung mit Si-Schmelze und einer Chargierung mit festem Si-Granulat. Durchgesetzt hat sich nur die zweite Variante mit Si-Granulat. Obwohl in den 90iger Jahren die CCZ Entwicklung intensiv vorangetrieben und das Verfahren schließlich von einigen Si-Herstellern in die Produktion übertragen wurde, stellte man die CCZ Produktion Ende der 90iger/Anfang der 2000er Jahre wieder ein. Die höhere Komplexität des Verfahrens erhöht die Störanfälligkeit und das konstante Schmelzenvolumen erlaubt es nicht, einen versetzten Kristall zurück zu schmelzen und den Prozess neu zu beginnen, wodurch die versetzungsfreie Ausbeute in der Regel sinkt. Den endgültigen Todesstoß erhielt das CCZ-Verfahren, als man feststellte, dass sich durch das Nachchargieren im Kristall Löcher mit einer Größe im Mikrometer-Bereich bilden, die für elektronische Anwendun-

gen nicht tolerierbar sind. Heute gibt es Bestrebungen, das CCZ-Verfahren für Solaranwendungen wieder zu beleben, da die Löcher die für Solarzellen wichtige Ladungsträgerlebensdauer wenig beeinträchtigen.

Durchgesetzt hat sich hingegen das diskontinuierliche Nachchargieren, bei dem aus einem Tiegel mehrere Kristalle gezogen werden, indem nach jedem Kristall der Tiegel im heißen Zustand wieder mit Feedstock aufgefüllt und erneut geschmolzen wird.

### Ausblick

Das CZ-Verfahren hat sich als dominantes Kristallisationsverfahren für versetzungsfreie Si-Kristalle fest etabliert und es ist derzeit nicht erkennbar, dass sich daran auf absehbare Zeit etwas ändern wird. Im Solarbereich, wo Verfahren mit gerichteter Erstarrung dominieren, könnte seine Bedeutung in Zukunft weiter zunehmen, da die Wirkungsgradsteigerung der Solarzellen auf deutlich über 20% Si-Wafer mit sehr hoher Ladungsträgerlebensdauer erfordert, was gegenwärtig nur mit CZ-Material wirtschaftlich machbar ist.

Danksagung: Für die kritische Durchsicht des Artikels und einige Anregungen möchte ich an dieser Stelle Hr. Dr. Alfred Miller (Siltronic AG) meinen besonderen Dank aussprechen.

### Kontakt:

Wilfried von Ammon

von Ammon Consulting, Freyjastr. 6, 91154 Roth, Germany  
E-Mail: wilfried.ammon@aon.at

## Literatur

- [1] J.Czochralski, Z.Phys.Chem. 92 (1917) 219
- [2] G.K.Teal, J.B.Little, Phys.Rev. 77 (1950) 809
- [3] G.K.Teal, J.B.Little, Phys.Rev. 78 (1950) 647
- [4] E.Buehler, G.K.Teal, US Patent No. 2,768,914, filed 29<sup>th</sup> June 1951, issued 30<sup>th</sup> November 1956
- [5] W.J.Pietenpol, R.S.Ohl, Conference on Electronic Devices, Ann Arbor, MI, 1950
- [6] G.K.Teal, E.Buehler, Phys.Rev. 87 (1952) 190
- [7] P.H.Keck, M.J.E.Golay, Phys.Rev. 89 (1953) 1297
- [8] H.C.Theuerer, US Patent No. 3,060,123, filed 17<sup>th</sup> Dec. 1952, issued 23th Oct. 1962
- [9] K.Sieberts, H.Henker, Internal Invention Report, Siemens AG, 30th Oct. 1952
- [10] R.Emeis, Z.Naturforsch. 9a (1954) 67
- [11] W.G.Pfann, Trans. AIME 194 (1952) 747
- [12] W.C.Dash, J.Appl.Phys. 29 (1958) 736
- [13] V.V.Voronkov, J.Crystal Growth 59 (1982) 625

## Ein halbes Jahrhundert Oxidkristallzüchtung in Berlin-Adlershof

### Ein Rückblick anlässlich des 100. Jubiläums der Czochralski-Methode

Reinhard Uecker, Leibniz-Institut für Kristallzüchtung (IKZ)

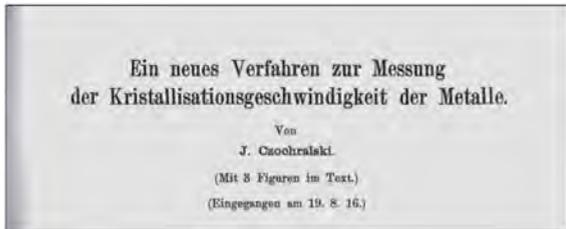


Abb. 1: Titelblatt des Czochralski-Aufsatzes

#### Vorgeschichte

Die Erfindung der bis heute wichtigsten Kristallzüchtungsmethode, der Czochralski-Methode, feiert in diesem Jahr ihr 100-jähriges Jubiläum. Am 19. August 1916 bestätigte die *Zeitschrift für Physikalische Chemie* den Eingang eines Manuskriptes von Johann Czochralski unter dem Titel „Ein neues Verfahren zur Messung der Kristallisationsgeschwindigkeit der Metalle“ (Abb. 1).

In diesem Artikel beschreibt Czochralski einen einfachen experimentellen Aufbau, mit dem er die Kristallisationsgeschwindigkeiten verschiedener Metalle (Zinn, Blei, Zink) messen konnte. Er taucht einen an einem Seidenfaden hängenden „Mitnehmer“ aus Glas (in der Folgezeit vielfach fälschlich als Kapillare bezeichnet) in eine überhitzte Metallschmelze ein und zieht ihn nach Einstellung der Schmelztemperatur mit Hilfe eines leicht regulierbaren Uhrwerkes nach oben. Dabei bildeten sich lange zylindrische Metallfäden, „homogene langgestreckte Kristallnadeln“, die sich je nach Übereinstimmungsgrad von Zieh- und Kristallisationsgeschwindigkeit verdickten bzw. verjüngten oder sogar abbrachen.

Im Jahr 1937 fügte der Bell Labs Wissenschaftler Henry Walther dem einfachen Herausziehen aus der Schmelze eine Kristallrotation hinzu. Damit war die noch heute wichtigste Methode für die Züchtung hochperfekter Volumenkristalle fertig entwickelt. Sie ermöglichte es erstmals große, freiwachsende, regelmäßig geformte Kristallzylinder zu züchten [1]. Ab 1951 bürgerte sich der Name „Czochralski-Methode“ international ein [2].

Zur Person Czochralski gibt es eine umfassende Biographie von Tomaszewski [3]. Wie besonders dort ersichtlich, ist die Beschreibung von Czochralski's Persönlichkeit schwierig. Er war zweifelsohne ein genialer Wissenschaftler. Er prägte z.B. den deutschen Begriff „Metallurgie“, schrieb ausgezeichnete Bücher und Aufsätze, hielt wichtige Patente. Die volkswirtschaftliche Bedeutung seiner Arbeiten, insbesondere die Erfindung des strategischen „Bahn-Metalls“, brachte ihn aber auch in die Nähe von Politik und Politikern. Diese Nähe wur-

de ihm nach dem Zweiten Weltkrieg zum Verhängnis. 1929 noch zum Professor und Institutsdirektor in Warschau ernannt, wurde er 1945 geächtet und zog sich in seinen Geburtsort zurück, wo er 1953 starb. Ob er je noch erfahren hat, welche Bedeutung das inzwischen nach ihm benannte Kristallzüchtungsverfahren in den Industrienationen der Nachkriegszeit erlangt hatte, ist nicht bekannt. Seit 1948 begründeten nach seiner Methode gezüchtete Germanium- und Siliciumkristalle in den USA den Siegeszug des Transistors. Aus seinem Nachbarland Deutschland wird noch zu Czochralski's Lebzeiten -1952- über die Czochralski-Züchtung von Silicium berichtet [4].

Heute ist die Czochralski-Methode unbestritten die wichtigste und verbreitetste Methode zur Züchtung von Volumenkristallen hoher Perfektion. Ca. 90 % aller Siliciumkristalle und praktisch alle Oxidkristalle weltweit werden heute nach dieser Methode gezüchtet.

Czochralski's Erfindung gelang während seiner Tätigkeit als Leiter des Metallurgischen Labors der AEG in Oberschöneweide, einem südöstlichen Vorort von Berlin. Er war im Jahre 1904 als 19-Jähriger aus der damaligen preußischen Provinz Posen nach Altglienicke –ebenfalls ein Vorort im Südosten Berlins- gekommen. Zunächst fand er Unterkunft und Arbeit beim Apotheker Dr. A. Herbrand in der Cöpenicker Straße 18 [5]. Bevor er 1907 zur AEG nach Oberschöneweide wechselte, arbeitete er für ca. zwei Jahre bei der Fa. Kuhnheim & Co. in Niederschöneweide. Inmitten dieser drei, nur wenige Kilometer voneinander entfernten Standorte Oberschöneweide, Altglienicke und Niederschöneweide liegt Adlershof. Irgendwie scheint der Südosten Berlins ein besonderer Standort für die Kristallzüchtung zu sein.

Eine der wichtigsten Erfindungen des 20. Jahrhunderts trat am 6. August 1960 in einem kleinen Artikel der Zeitschrift *Nature* unter der Überschrift „Stimulated Optical Emission in Ruby“ in das Licht der Öffentlichkeit [6]. Th. Maiman von der Hughes Aircraft Co. in Malibu/Kalifornien hatte den erbitterten Wettstreit um den Bau des ersten Lasers gewonnen. Aus leicht beschaffbaren kommerziellen Komponenten wie einer Blitzlampe und einem von der Linde Air Products Co. gekauften Rubinkristall (Cr-dotiertes  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) sowie mit handwerklichem Geschick setzte Maiman den ersten funktionfähigen Laser zusammen. Ein scharf gebündelter, tieferer Lichtstrahl trat aus dem Rubinkristall aus.

Zwar wurden der Laser 1960 vom Reader's Digest als „light of hope“ bezeichnet und bereits 1961 ein Rubinlaser er-

folgreich als Lichtskalpell in der Augenheilkunde eingesetzt, doch blieb das Potential des Lasers zunächst spekulativ. Erst 1962 setzte eine stürmische Entwicklung auf dem Gebiet des Lasers ein, zu der auch die Kubakrise beitrug, die einen gefährlichen Höhepunkt des Kalten Krieges bildete. Allein in den USA starteten ca. 500 Unternehmen Laser-Aktivitäten. Die US-Regierung erhoffte im Kalten Krieg ei-

ne wesentliche Erhöhung ihrer militärischen Stärke durch technologischen Vorsprung auf Basis des Lasers. Das US-Verteidigungsministerium förderte 1962 den Laser mit rund 1,5 Millionen USD (entspräche heute ca. 12 Millionen USD). Der Lasermarkt wurde für 1973 auf eine Milliarde USD prognostiziert!

### **Die Oxidkristallzüchtung in den Berlin-Adlershofer Forschungsinstituten, dem II. Physikalisch-Technischen Institut der Deutschen Akademie der Wissenschaften (II. PTI) und dem Zentralinstitut für Optik und Spektroskopie der Akademie der Wissenschaften der DDR (ZOS) 1963-1989**

Dieses Kapitel fällt überproportional umfangreich aus. Der Autor, selbst der jüngste Mitwirkende an der vorwendezeitlichen Oxidzüchtung in Adlershof, konnte dankenswerter Weise noch auf Originalinformationen der Zeitzeugen der ersten Stunde, Dr. Dietrich Schultze und Dr. Peter Reiche, zurückgreifen, wofür ihnen an dieser Stelle herzlichst gedankt sei. Die Bewahrung ihres Wissens soll hiermit geschehen.

Erwartungsgemäß löste die Erfindung des Lasers einen weltweiten Wettlauf aus. Er erreichte im selben Jahr auch die Deutsche Akademie der Wissenschaften/DAW in Berlin-Adlershof. Am 30. März 1962 wird die Laserkommission des DDR-Forschungsrates (entsprach dem westdeutschen Wissenschaftsrat) gebildet. Am 7. August desselben Jahres stellte Dr. Kurt Lenz vom Institut für Optik und Spektroskopie der DAW seinen Rubinlaser (den ersten „sozialistischen“ Laser) einer Expertenkommission vor. Als „Bauplan“ hatte ihm eine bulgari-

sche Fotokopie von Maimanns Artikel gedient. Wie Maiman setzte auch er einen kommerziellen Verneuil-Rubinkristall ein. Er kam aus der Bitterfelder Züchtung. (Im späteren Elektrochemischen Kombinat Bitterfeld wurden bereits seit 1933 synthetische Edelsteine, u.a. Rubine, nach dieser Methode gezüchtet. Eine Bitterfelder Berühmtheit von internationalem Rang waren die seit 1934 von H. Espig aus der Schmelzlösung gezüchteten kubikzentimetergroßen Smaragdkristalle.)

Um die Laserforschung in der DDR zu fördern, wurden bestehende Forschungsgruppen stärker unterstützt bzw. neue aufgebaut. Prof. Robert Rompe, eine der maßgeblichen Persönlichkeiten des Wiederaufbaus der Hochschulen und Forschungsinstitutionen in der SBZ und der späteren DDR sowie Direktor des (I.) Physikalisch-Technischen Institutes der DAW, hatte frühzeitig die Bedeutung der Laserforschung erkannt. Er hatte wesentlichen Anteil an der Gründung des II.



Abb. 2: Dr. Klaus-Thomas Wilke, Leiter der Abt. Kristallchemie 1964-1972  
Foto: D. Schulze



Abb. 3: K.-Th. Wilke: „Methoden der Kristallzüchtung“ von 1963

Physikalisch-Technischen Institutes der DAW. Diese Neugründung, deren Aufbau am 9.1.1963 beschlossen wurde, sollte ein Institut mit starker physikalisch-technischer Ausrichtung werden. Als Gründungsdirektor wurde auf Anregung von R. Rompe Prof. Hans Jancke eingesetzt, der ehemalige Direktor des Akademie-Institutes für Gerätebau (ein Vorgängerinstitut des späteren Zentrums für Wissenschaftlichen Gerätebau der Akademie der Wissenschaften der DDR/ZWG, das seinerseits besonders durch Arbeiten auf dem Gebiet der Float-Zone-Züchtung von Siliciumkristallen zu internationaler Anerkennung kam).

Das II. PTI nahm am 1.1.1964 seine Arbeit auf. Innerhalb dieses Institutes wurde eine Abteilung „Kristallchemie“ gegründet, deren Aufgabe es u. a. war, den Bedarf an verbesserten Rubinkristallen für die Laserforschung zu decken, denn die Bitterfelder Rubinkristalle erfüllten nicht die Anforderungen eines Laserkristalls. Auch in den USA war eine der Transistorentwicklung zur Milliardenbranche vergleichbare Entwicklung zunächst nicht beim Laser gelungen. Schon 1964 stellte man dort fest, dass die Lasermaterialien nicht rein genug, die Konstruktion zu anfällig und die Leistung oft unzureichend waren [7].

Hinter dem Auftrag für das II. PTI standen sowohl das DDR-Militär als auch der Wunsch beim Zeiss-Werk in Jena; der Auftrag war also besonders wichtig. Zum Leiter dieser Abteilung wurde Dr. Klaus-Thomas Wilke berufen, ein langjähriger Mitarbeiter von R. Rompe, der auf Grund seiner umfassenden Kenntnisse auf dem Gebiet der Kristallzüchtung für diese Position prädestiniert war (Abb. 2).

K.-Th. Wilke hatte bereits 1956 einen Überblick über „Die Entwicklung der Kristallzüchtung seit 1945“ gegeben [8] und 1963 seine Monographie „Methoden der Kristallzüchtung“ publiziert [9] (Abb. 3). Letztere, im März 1962 abgeschlossene Monographie enthielt zwar nur ca. eine Seite zu Laserkristallen, führte aber schon spektakuläre Anwendungsgebiete auf: Intensive Lichtquelle für Fotochemie und Spektroskopie, Aussendung von Lichtsignalen hoher Energie zu weit entfernten Objekten (Mond, Satelliten, Leitstrahlführung von Raketen) sowie das Schmelzen und Bearbeiten von Hochtemperaturwerkstoffen.

Zu den ersten Mitarbeitern dieser Abteilung zählte Dr. Robert Müller, der sich bereits in seiner Diplomphase mit spektroskopischen Untersuchungen am Rubin beschäftigt hatte. Er bekam 1963 im Vorgänger-Institut für Gerätebau den Auftrag zur Züchtung von Rubinkristallen nach der Verneuil-Methode auf einer umgebauten Bitterfelder Anlage (Abb. 4). Der Beginn der Oxidkristallzüchtung in den Berlin-Adlershofer Forschungsinstituten fällt somit auf das Jahr 1963, auch wenn das Züchtungslabor zunächst noch in einem Wohn-

haus bzw. dem daneben gelegenen, früheren Bootshaus in Berlin-Köpenick verblieb und erst 1966 in den Institutsneubau nach Adlershof umzog.

Durch eine Kooperation mit dem Edelsteinbetrieb des Chemiekombinates Bitterfeld wurde die Rubinzüchtung auf die nächste Stufe gehoben: Es war ein Verfahren für die kommerzielle Herstellung von Laserrubinen zu entwickeln. Daran waren weitere Wissenschaftler der ersten Stunde beteiligt, wie Heinz Blumberg, der für die apparative Entwicklung der Züchtungsanlagen verantwortlich war und sich bereits vor seiner Tätigkeit im II. PTI mit der Kristallzüchtung nach der Czochralski-Methode befasst hatte [10], sowie Wolfgang Großkreutz, der die chemische Analytik der Rubinkristalle übernahm.

Dr. Joachim Bohm kam im Frühjahr 1964 zur Abteilung. Er war für die Untersuchung der strukturellen Perfektion der Rubinkristalle mittels optischer und röntgenographischer Methoden zuständig.



Abb. 4: Rubinkristall aus der Verneuil-Züchtung des II. PTI (M. Mühlberg sei herzlich für die Überlassung dieses Fotos gedankt)



Abb. 5: D. Schultze: „Differentialthermoanalyse“ von 1969 (Für die Überlassung der Reproduktion des Bucheinbandes sei dem Antiquariat Eidam in Lichtenau herzlich gedankt.)

Die Arbeiten der Abteilung zur Züchtung und Charakterisierung von Rubinkristallen schlugen sich zwischen 1966 und 1970 in mehreren Publikationen nieder, deren Inhalt zum Teil durch Geheimhaltungsverpflichtungen beschnitten war [11, 12].

Mit aus diesen Kristallen gefertigten Laserstäben wurden eigene Laser im II. PTI gebaut (H. Volkenand). Diese Arbeiten erfolgten durchaus in Konkurrenz zum IOS (K. Lenz). Am 1.3.1965 übergaben das II. PTI und die Akademiewerkstätten für Forschungsbedarf das gemeinsam entwickelte, erste Labormuster eines Laser-Entfernungsmessers (EML) für Panzerabwehrkanonen an den eigentlichen Auftraggeber, die Nationale Volksarmee. Das Herzstück dieses Gerätes, der Rubinkristall, war in der Abteilung Kristallchemie entstanden. Neben der Rubinzüchtung wurden auf Initiative von K.-Th. Wilke verschiedene lumineszierende Materialien aus Schmelzlösungen gezüchtet. Hierzu gehörten ternäre Oxide wie Wolframate, Molybdate, Borate, Manganate und Ferrite [13]. Dr. Dietrich Schultze, ebenfalls Abteilungsmitglied der ersten Stunde und später Leiter dieser Abteilung, schuf mit seinen DTA-Untersuchungen zu den Phasendiagrammen dieser Materialsysteme die Voraussetzungen für ihre erfolgreiche Züchtung. Aus der Beschäftigung mit dieser Methode entstand seine Monographie „Differentialthermoanalyse“, die mehrfach aufgelegt wurde [14] (Abb. 5). Ein jüngeres Review von D. Schultze beschreibt speziell die DTA-Anwendungen mit Bezug auf die Kristallzüchtung [15].

In diese Zeit fiel auch die Züchtung verschiedener doppelbrechender Materialien wie  $\text{NaNO}_3$  und  $\text{NaNO}_2$  nach der

Bridgman-Methode.

Im Jahre 1965 wurde Dr. Klaus Junge –ein Rompe-Schülerneuer Direktor des II. PTI. Als auch R. Müller 1966 in den Instituts-Neubau in Adlershof einzog, standen drei, von den Akademiewerkstätten für Forschungsbedarf gebaute neue Verneuil-Anlagen für die Züchtung der Rubinstäbe bereit. Doch die Arbeiten zur Rubinzüchtung wurden nach nur wenigen Jahren im Jahre 1969 eingestellt. Der Einsatz der Verneuil-Methode lief schließlich 1973 mit der Züchtung einiger Spinellkristalle als Substrat für Halbleiterschichten für die TH-Karl-Marx-Stadt aus.

Es geschah auf J. Bohms Empfehlung, dass die Kristallzüchtung nach der Czochralski-Methode in der Abteilung Kristallchemie eingeführt wurde. Besonders da der wachsende Kristall bei dieser Methode keine Berührung mit dem Tiegel hat, sei eine bessere Kristallperfektion zu erwarten. Diese Methode sei die einzige, mit der größere Kristalle störungsarm gezüchtet werden könnten. Mitte der 60er Jahre wurde darauf hin die sog. „Alte Radyne“ vom Institut für Angewandte Physik der Reinststoffe/ZFW in Dresden übernommen. Da sie ursprünglich für die Float-Zone-Züchtung von Silicium eingesetzt worden war, wurde sie von H. Blumberg zur Czochralski-Anlage umgebaut und 1966 in Betrieb genommen.

In das Jahr 1966 –übrigens das Jahr des 50-jährigen Jubiläums der Czochralski-Methode- fällt auch die erstmalige Züchtung von Oxidkristallen nach dieser Methode in Berlin-Adlershof. Peter Reiche, seit diesem Jahr zur Abteilung gehörig, züchtete zunächst mittels Widerstandsheizung den ersten  $\text{LiNbO}_3$ -Kristall nach der Czochralski-Methode. Als die „Alte Radyne“ betriebsbereit war, stand eine HF-beheizte Czochralski-Anlage für die Lithiumniobatzüchtung zur Verfügung. Diese Arbeiten erfolgten im Rahmen einer mehrjährigen Kooperation mit den Zeiss-Werken in Jena. Ziel war die Realisierung eines elektrooptischen Schalters. Aus 1968 datiert der erste Bericht über diese Arbeiten an Zeiss.

Die wachsende Bedeutung dieses und anderer in der Gruppe bearbeiteter Themen trug wesentlich dazu bei, dass die Herren Junge, Wilke und Bohm mit ihrem Wunsch nach einer neuen Czochralski-Anlage aus dem kapitalistischen Ausland beim Geldgeber Gehör fanden. Im Jahr 1969 traf die „Neue Radyne“ der Fa. Malvern in Adlershof ein. Aufgrund des CoCom-Embargos waren die Begleitumstände ein wenig abenteuerlich: Während die Anlage direkt aus Hull/UK im Rostocker Hafen ankam, nahmen die offiziellen Begleitpapiere einen Umweg über Israel(!) und Dänemark.

In dieser Zeit bekamen die Kristallzüchter Verstärkung durch Siegfried Stähr. Zu den ersten auf der neuen Anlage gezüchteten Kristallen – natürlich für Carl Zeiss Jena – gehörte das Strontium-Barium-Niobat,  $(\text{Sr},\text{Ba})\text{Nb}_2\text{O}_6$  (SBN) (Abb. 6).



Abb. 6: SBN-Einkristall (Länge ca. 80 mm) aus der Czochralski-Züchtung der Abt. Kristallchemie Foto: IKZ

Dieser elektrooptische Kristall stellt eine relativ große Herausforderung für den Kristallzüchter dar: Aufgrund seiner starken Wachstumsanisotropie ist dieser tetragonale Kristall nur in  $c$ -Richtung züchtbar. Bei geringsten Abweichungen der Ziehachse von der kristallographischen  $c$ -Achse kommt es besonders in der Verbreiterungsphase zu Wachstumsinstabilitäten, die oftmals zum Züchtungsabbruch führen. Die Arbeiten am SBN wurden bis 1980 fortgesetzt mit dem Ziel, striationfreie und versetzungsarme Kristalle zu erhalten [16]. Ab 1970 begannen Versuche zur Züchtung von Barium-Natrium-Niobat,  $Ba_2NaNb_5O_{15}$  (BANANA), einem Kristall für die nichtlineare Optik. 1971 kam mit dem Gadolinium-Molybdat,  $Gd_2(MoO_4)_3$  (GMO) ein weiterer NLO-Kristall hinzu. Dieses Material wurde gemeinsam von Dr. Dieter Kürsten und J. Bohm in Kooperation mit dem Institut für Physik der Czechoslowakischen Akademie der Wissenschaften bearbeitet [17].

Die intensive Beschäftigung der Abteilung Kristallchemie mit der Czochralski-Methode ließ sehr bald eine Expertise auf diesem Gebiet entstehen, die die Mitwirkung an der Konzeption einer neuen Czochralski-Anlage „KC 70“ seit 1968 begründete.

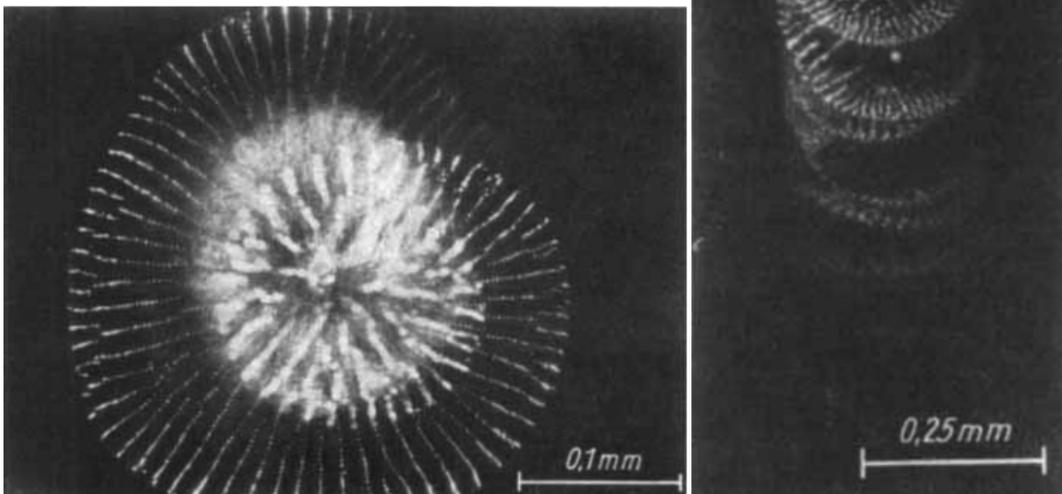


Abb. 7: links: Ausscheidungen innerhalb einer Versetzungswendel im GGG-Kristall (Bildebene  $\parallel$  (111), senkr. zur Ziehrichtung), rechts: Versetzungswendel, dekoriert durch Ausscheidungen. Bildebene senkr. (111),  $\parallel$  zur Ziehrichtung (Quelle beider Abbildungen: J. Bohm, H.-D. Kürsten, P. Reiche und R. Schalge. Morphologie von Versetzungen und Ausscheidungen in Gadoliniumgalliumgranat (GGG). phys. stat. sol. (a). 1977. 39. 517-523. Copyright Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA. Reproduced with permission.)

Partner waren neben der Abteilung Kristallchemie Carl Zeiss Jena, das ZWG und der VEB Steremat Berlin.

Am Ende dieser Entwicklung stand der Bau einer Musteranlage, die zunächst in der Abteilung erprobt und 1974 an Zeiss übergeben wurde.

Im Rahmen der Akademiereform waren 1969 die drei Institute, das II. PTI, das IOS (beide hatten ähnliche Ziele) und das Institut für Theoretische Physik sowie eine Arbeitsgruppe Strahlungsempfänger (als Außenstelle in Jena) zum Zentralinstitut für Optik und Spektroskopie (ZOS) zusammengefasst worden. Als Direktor wurde Prof. Junge berufen.

Die Abteilung Kristallchemie wurde mit unveränderter Themenstellung in das neue Institut übernommen. Das heißt, die Oxidkristallzüchtung gehörte weiterhin zum Institutsprogramm, sie wurde sogar Forschungsschwerpunkt:

1975 hieß es im Rechenschaftsbericht des ZOS zum ersten Fünfjahrplan: „Schwerpunkte (im Rahmen der Hauptforschungsrichtung Optik und Quantenelektronik) sind in Zukunft die... Kristallzüchtung optischer Kristalle...“ [18].



Abb. 8: Dr. Dietrich Schultze, Leiter der Abt. Kristallchemie 1972-1989  
Foto: D. Schulze

Die hohen Ansprüche an die Perfektion der optischen Kristalle erforderten zum einen eine immer bessere Kenntnis der Kristallisation und zum anderen ihre immer bessere Charakterisierung. Seit Beginn der 70er Jahre entwickelte D. Schultze die simultane DTA-Hochtemperatur-Mikroskopie für eine effizientere Untersuchung von Phasendiagrammen [19].

Gleichzeitig wurden die optischen Methoden (Orthoskopie, Streulicht, thermooptische Untersuchungen) durch Dr. Rudi Schalge deutlich verfeinert. Seine beeindruckenden Fotodokumentationen sind mehrfach publiziert (Abb. 7) [20].

Da K.-Th. Wilke bereits 1972 ernstlich erkrankt war, übernahm Dr. D. Schultze (Abb. 8) in diesem Jahr die Leitung der Abteilung.

1973 erlebte K.-Th. Wilke noch das Erscheinen seiner überarbeiteten Neuauflage der „Kristallzüchtung“ [21] (Abb. 9). Ein Jahr später verstarb er.



Abb. 9: K.-Th. Wilke: „Kristallzüchtung“ von 1973 [21]

Doch sein Werk wurde weitergeführt. 1988 gab J. Bohm eine neu verfasste, wesentlich erweiterte Ausgabe von Wilke's „Kristallzüchtung“ heraus [22] (Abb. 10).

J. Bohm war außerdem seit 1977 Mit-Herausgeber der Kleberschen „Einführung in die Kristallographie“ (13. – 19., z. T. überarbeitete Auflage, Abb. 11) [23, 24] und der Zeitschrift „Crystal Research and Technology“ (1988-1995).

In die Anfänge der 70er Jahre fällt der Beginn einer langjährigen Kooperation mit dem Institut für Kristallographie der Akademie der Wissenschaften in Moskau (IKAN) und dem Zentralinstitut für Physik der ungarischen Akademie der Wissenschaften in Budapest (KFKI) auf dem Gebiet der Laserforschung. Als erstes Lasermaterial nach dem Rubin wurden Seltenerd-dotierte Bismutgermanatkristalle,  $\text{SE:Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$  (BGO) nach der Czochralski-Methode gezüchtet [25]. Seit 1974 wurde die Züchtung von Gadolinium-Gallium-Granat,  $\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$  (GGG) (Abb. 7) Aufgabenschwerpunkt in der Abteilung. Dieses, später als Laserkristall eingesetzte Material war zunächst als Substrat für ferrimagnetische Granatschichten interessant.

Er wurde in Zusammenarbeit mit dem Institut für Magnetische Werkstoffe in Jena, dem Kombinat Keramische Werkstoffe in Hermsdorf und dem KFKI bearbeitet.

Es gelang damals P. Reiche, nur „von Hand und Auge“ versetzungsfreie GGG-Kristalle zu züchten.

Gleichzeitig wurden die  $\text{LiNbO}_3$ -Arbeiten reaktiviert. Im Rahmen einer Kooperation mit den Physikinstitutionen der Akademien der Wissenschaften in Prag (FzU Prag) und Bratislava (FUSAV) wurden Übergangsmetall-dotierte  $\text{LiNbO}_3$ -Kristalle gezüchtet.

Die erfolgreiche Arbeit der Abteilung Kristallchemie findet sich in obigem Rechenschaftsbericht von 1975 wider: „In der modernen Optik, insbesondere aber in der Quantenelektronik



Abb. 10: K.-Th. Wilke und J. Bohm: „Kristallzüchtung“ von 1988 [22]

und nichtlinearen Optik, spielen synthetische Kristalle eine bedeutende Rolle als dispergierendes Material, als ultraviolett- und infrarotdurchlässiges Material, als Laserkristall und als Kristalle zur Umwandlung der Frequenz des Lichtes. Daher sind die Arbeiten der Abteilung Kristallchemie zur Züchtung von Kristallen von besonderer Bedeutung. So gelang es u. a. GGG-Kristalle hoher Perfektion herzustellen. Bei dieser Art Arbeiten spielen die Erfahrungen der Mitarbeiter neben einer adäquaten apparativen Ausrüstung eine ganz besondere Rolle.“ [18, S. 159]

Die stetig wachsende Bedeutung der Abteilung Kristallchemie und Erweiterung ihres Materialspektrums ermöglichten bzw. erforderten in der ersten Hälfte der 70er Jahre eine personelle Verstärkung: Bernd Hermoneit, Rudi Ehlert und Reinhard Uecker erweiterten das Team.

Neben der dominierenden Czochralski-Methode begannen Mitte der 70er Jahre auch Versuche zur Züchtung von NLO-Kristallen aus wässriger Lösung in der Abteilung (zunächst Lithium- und Strontiumformiat, später Kaliumpentaborat).

Ebenfalls in die Mitte der 70er fällt das aufkeimende Interesse an Mikrolasern. D. Schultze züchtete zunächst  $A^+SEP_4O_{12}$ -Kristalle ( $A^+ = Li$ ;  $SE = Nd$ ) aus der Schmelzlösung. Später kamen Kristalle mit  $A^+ = K$  und  $SE = Pr, Nd, Gd, Ho, Er$  und  $Tm$  hinzu. Letztere Arbeiten waren in eine Kooperation mit dem Institut für Tieftemperatur- und Strukturforschung in Wrocław/PL eingebettet [26]. Das System  $K_5Bi(MoO_4)_4 - K_5Nd(MoO_4)_4$  wurde über mehrere Jahre gemeinsam mit dem IKAN in Moskau (Prof. A. A. Kaminskii) erforscht [27].



Abb. 11: W. Kleber, H.-J. Bautsch, J. Bohm und D. Klimm: 19. Auflage der „Einführung in die Kristallographie“ von 2010



Abb. 12:  $NaVO_3$ -Kristall (Länge = 60 mm, Durchmesser = 15 mm) Foto: IKZ

Diese Mischkristalle konnten nach der Czochralski-Methode gezüchtet werden.

Auch GGG, nun als Laserkristall Seltenerd-dotiert, wurde im Rahmen der Kooperation ZOS-IKAN-KFKI gezüchtet.

Natriummetavanadat ( $NaVO_3$ ), ein Kristall mit außergewöhnlich hoher Doppelbrechung, sollte den teuren Islandspat ersetzen. Aber erst die Czochralski-Züchtung in zweiter Generation führte zu Kristallen in geeigneter Qualität [28] (Abb. 12). Eine Episode blieb die Bänderzüchtung dieses Materials nach der EFG-Methode (Uecker).

Zwischen 1976 und 1983 wurden  $Pb_5Ge_3O_{11}$ -Kristalle (rein oder dotiert mit  $Nd$  bzw.  $Nd + K$ ) als IR-Strahlungsdetektoren nach der Czochralski-Methode gezüchtet. Partner bei diesem Thema waren wiederum das FzU Prag und das IKAN Moskau. (Die beiden letzten Materialien wurden als niedrigschmelzende Kristalle auf einer widerstandsbeheizten Anlage gezüchtet.)

Mit dem US-amerikanischen SDI-Programm Anfang der Achtzigerjahre kam die Möglichkeit, Laser als Waffen einzusetzen, wieder ins Blickfeld. Die Abteilung Kristallchemie forschte in diesem Zusammenhang an der Czochralski-Züchtung von Neodym- und Chrom-doppeldotiertem  $Gd_3Sc_2Ga_3O_{12}$  (GSGG) (Abb. 13). Zum Glück haben sich die erschreckenden Pläne eines Raketenabwehrschilts aus Röntgenlasern im Weltall als unrealistisch erwiesen.

Neben der weiter unten beschriebenen Industriekooperation zum  $LiNbO_3$  wurden weitere interessante Materialien in den 80ern nach der Czochralski-Methode gezüchtet: Das pyroelektrische  $LiTaO_3$ , an das sich zwei exotische Lasermaterialien anschlossen, zunächst das  $K_2BiNb_5O_{15}$  dotiert mit  $Nd$ , das wiederum mit dem bewährten Partner IKAN Moskau



Abb. 13: GSGG-Kristall (Zylinderlänge ca. 60 mm) aus der Czochralski-Züchtung der Abt. Kristallchemie Foto: IKZ

erforscht wurde, dann die Synthese und Züchtung des nicht-stöchiometrischen Lasermaterials  $\text{Bi}_{5,8}\text{PO}_{11,2}$  (undotiert und dotiert) [29], die ebenfalls in Kooperation mit dem IKAN und dem FUSAV Bratislava erfolgten. Ende der 80er Jahre wurde mit Versuchen zur Züchtung von frequenzverdoppelnden Boratkristallen, zunächst  $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$  begonnen.  $\beta\text{-BaB}_2\text{O}_4$  (BBO)-Versuche waren geplant, kamen aber nicht mehr zur Ausführung.

Der steigende Bedarf an hochwertigen Oxidkristallen führte auch zu Überlegungen hinsichtlich der ökonomischen Effizienz der Züchtungsversuche. Zunehmend waren Kristalle zu züchten, deren hohe Schmelztemperatur den Einsatz von Iridium-Tiegeln voraussetzte. Iridium-Tiegel waren in dieser Zeit nur aus dem „Westen“, d.h., gegen Devisen zu bekommen.

Da die mit der Radyne-Anlage gekauften Ir-Tiegel irgendwann ersetzt werden mussten, wurden Züchtungsversuche aus dem kalten Tiegel (skull-melting) begonnen, mit dem Ziel, Iridium weitgehend überflüssig zu machen. Diese Versuche wurden jedoch bald wieder eingestellt.

Eine erhebliche Verbesserung der Versuchsführung bei der Czochralski-Methode und damit der Kristallperfektion versprach man sich vom Einsatz der automatischen Durchmesserregelung mittels Tiegelwägetechnik. Seit 1970 waren Mikroprozessoren verfügbar, mit denen man elektronische Waagen bauen konnte. Sie wurden aber nur im „Westen“ gebaut,

d.h., wieder wurde eine Devisen-Investition nötig, diesmal für eine elektronische Waage, deren Wägesignal mittels Computertechnik in ein Signal für die Prozesssteuerung umgewandelt werden konnte. Wegen der geringen Wachstumsraten der Oxidkristalle musste die Auflösung der Waage im wenige-Milligramm-Bereich liegen bei einer Gesamtbelastbarkeit von mehreren Kilogramm. Da die Abteilung bereits 1973 begonnen hatte, sich mit der Automatisierung der Czochralski-Technologie zu beschäftigen [30], d.h., gewisse Vorerfahrungen vorlagen, wurde 1976 eine elektronische Waage als Institutsinvestition von der Fa. Sartorius beschafft (auch heute noch einer der führenden Waagenhersteller für die Kristallzüchtung). Alle anderen Komponenten für die Durchmesserregelung entstanden in Handarbeit (sogar das Tastenfeld wurde aus einzelnen Schaltern zusammengebaut), und die Schaltung wurde selbst entwickelt. Der erfolgreiche Einsatz dieser Regelungstechnik wurde an verschiedenen Kristallen demonstriert [31].

Er eröffnete 1980 den Zugang zur industrierelevanten Kristallzüchtung: Der VEB Elektronische Bauelemente Teltow beauftragte die Abteilung Kristallchemie mit der Verfahrensentwicklung zur Czochralski-Züchtung größerer  $\text{LiNbO}_3$ -Kristalle mit automatischer Regelung (Abb. 14), zunächst für akustoelektronische Bauelemente, seit 1985 für die Optik. Das Verfahren für die Züchtung von 2"-Kristallen wurde ab 1983 in die industrielle Produktion nach Teltow überführt.

Wesentlich zur Erzielung der geforderten Qualitätsparameter trug die 1985 publizierte Einführung des aktiven Nachheizers bei [32, 33], mit dem es gelang, die relativ massive thermische Isolationskeramik durch einen aktiv geheizten metallischen Nachheizer zu ersetzen. Er ermöglichte vergleichbare axiale Temperaturgradienten (bis zu 3 K/cm) bei deutlich geringerer



Abb. 14, links: 2"  $\text{LiNbO}_3$ -Kristall aus der Czochralski-Züchtung der Abt. Kristallchemie, rechts: Oberflächenwellenfilter aus der Teltower Produktion auf Basis eines  $\text{LiNbO}_3$ -Kristalls

thermischer Trägheit zu erzielen, d.h., das System wurde trotz flacher Temperaturgradienten besser regelbar.

Mit der 1986 patentierten Züchtung von  $\text{LiNbO}_3$ -Kristallen unter Einwirkung eines elektrischen Feldes gelang es, die während der Verbreiterung an Facetten häufig auftretende Polykristallbildung zu unterdrücken. Verantwortlich hierfür ist der elektrokapillare Effekt, der an atomar rauen Grenzflächen Kristall-Schmelze zu einer Verbesserung der Benetzung führt. Er führt auch zu einer Veränderung der Wachstumskinetik. Unter seiner Einwirkung bleiben Facetten schmaler, was eine geringere kinetische Unterkühlung und damit eine geringere Gefahr der Polykristallbildung bedeutet [34, 35].

Die  $\text{LiNbO}_3$ -Kristalle mussten für ihren Einsatz als SAW-Filter eindomänig sein, d.h. sie mussten im elektrischen Feld oberhalb der Curietemperatur (1140 °C) gepolt werden. Das Kontaktproblem zwischen Elektrode und Kristall wurde durch Einbringen von  $\text{LiNbO}_3$ -Pulver zwischen beiden gelöst.  $\text{LiNbO}_3$ -Pulver hat bei hohen Temperaturen eine hohe elektrische Leitfähigkeit und konnte deshalb als „Mittler“ zwischen Elektrode und Kristall eingesetzt werden. Im Gegensatz zur Situation beim direkten Kontakt Elektrode-Kristall gab es bei dieser Anordnung keinerlei Angriff auf die Kristalloberfläche beim Polen. Dieses Polungsverfahren ist 1984 patentiert worden [36].

### Die Oxidkristallzüchtung im Zentrum für Wissenschaftlichen Gerätebau der AdW (ZWG) 1989-1991

Nach über 25 Jahren waren die Arbeiten der Abteilung Kristallchemie zum 30.9.1989 im ZOS eingestellt worden. Jedoch fanden alle Mitarbeiter dieser Abteilung nahtlos Anstellungen in anderen Adlershofer Forschungseinrichtungen. P. Reiche wechselte als einziger zum ZWG, dem jetzt alleinigen Adlershofer Institut mit Kristallzüchtungsaktivitäten. Hier hatte man offensichtlich – im Gegensatz zum ZOS – das Potential des Themas Oxidkristalle erkannt, denn man plante bereits im Oktober 1989, auf Basis der Übernahme von Materialien und Erfahrungsträgern aus der Abteilung Kristallchemie das Thema „Züchtung von Oxidkristallen“ im Rahmen einer Initiativforschung aufzunehmen. Den Grundstock sollte die bereits im Sommer 89 erfolgte Übernahme der Radyne-Züchtungs-Anlage, von Edelmetallgeräten, Chemikalien und Charakterisierungs- und Bearbeitungsgeräten bilden (Kosten ca. 1 Mio M).

In diese Zeit fiel der 9. November 1989. Schnell wurde die Notwendigkeit z.T. gravierender Veränderungen in der DDR-Forschungslandschaft absehbar. In dieser Zeit der thematischen Umorientierungen war es für den geplanten Aufbau der Oxidkristallzüchtung von großer Bedeutung, dass ehemals geheime Themen- und Abschlussberichte der Abteilung

Parallel zum Züchtungsverfahren und zur Polung wurden die zugehörigen optischen Prüfmethoden entwickelt und nach Teltow überführt.

Die Arbeiten zum  $\text{LiNbO}_3$ , die im Rahmen der Industriekooperation mit Teltow unter Federführung von Dietrich Schultze und Peter Reiche liefen, und in die die vier im Hause eigenständig entwickelten Problemlösungen bzw. wissenschaftlichen Fortschritte eingebracht wurden (automatische Durchmesserkontrolle, aktiver Nachheizer, elektrisches Feld und Polung), wurden 1988 mit dem Institutspreis ausgezeichnet.

Ein Jahr später findet man im Jahresbericht des ZOS von 1989 folgende Kurzinformation:

„Auf Grund fehlender Möglichkeiten der materiell-technischen Absicherung wurden die Forschungsarbeiten auf dem Gebiet der Kristallzüchtung und –chemie abgebrochen und Institutsverpflichtungen aufgekündigt.“ [18, S. 167]

Diese Abteilungsauflösung kam für die betroffenen Kollegen im Frühjahr 1989 (vor der Wende!) vollkommen unerwartet. Bei näherem Hinschauen hätte sie vielleicht doch nicht so überraschen sollen. Die Abteilung Kristallchemie war inzwischen im Halbleiter-dominierten ZOS in die Rolle von Außenseitern gerutscht, für die kaum noch Investitionsmittel zur Verfügung gestellt wurden; vielleicht trug auch die fehlende Systemnähe der Abteilung zu dieser Entscheidung bei.

Kristallchemie zu verschiedenen oxidischen Kristallmaterialien, u.a. zum  $\text{LiNbO}_3$ , aus dem ZOS dem ZWG übergeben wurden.

Am 20. Februar 1990 bot der alte Partner der Abteilung Kristallchemie, der VEB Elektronische Bauelemente Teltow dem ZWG einen Kooperationsvorschlag an. Ziel des bis zum Jahresende 1992 geplanten „Nationalen Forschungs- und Entwicklungsprojektes“ waren die Vergrößerung der Kristallausbeute und Verbesserung der Kristallperfektion beim  $\text{LiNbO}_3$ . „Arbeitsverantwortlicher“ sollte von ZWG-Seite P. Reiche werden. Die geplante wissenschaftlich-technische Zielstellung beinhaltete Untersuchungen der Züchtungsbedingungen zur Herstellung von  $3^{\text{rd}}$ - $\text{LiNbO}_3$ -Kristallen und deren Beeinflussungsmöglichkeiten. Durch Modellierung der thermischen und Strömungsverhältnisse sollten Hinweise auf Möglichkeiten zur Verbesserung der Kristallperfektion, d.h., der optischen Qualität gewonnen werden. Doch der Vertrag mit dem ZWG kam nie zustande, denn 1991 wurde das Unternehmen durch die Treuhand an die Unternehmensgruppe Roland Ernst verkauft. Zwar war 1989 das Jahr mit dem größten Produktionsausstoß der Teltower Firmengeschichte u.a. an Lithiumniobat-basierten OFW-Filtern gewesen (täglich 8000

Stück), aber mit dem Ende der Planwirtschaft waren diese Mengen nicht mehr absetzbar.

Am 31. Mai 1990 unterschrieben der ZWG-Direktor Prof. N. Langhoff und Prof. H. Weber von der Festkörper-Laser-Institut (West-)Berlin GmbH eine Kooperationsvereinbarung auf dem Gebiet der Oxidkristalle. Es wurden gemeinsame Arbeiten zur Züchtung Seltenerd-dotierter GGG-Kristalle und zur Untersuchung ihrer laserphysikalischen Eigenschaften vereinbart. Aber auch diese Absichtserklärung wurde nie mit Leben gefüllt.

Letztlich gab es ein zeitliches Zusammentreffen, das dann doch die Fortführung der Oxidkristallzüchtung im ZWG ermöglichte: Für die am ZWG geplante Oxidzüchtung wurde eine zukunftsfähige Materialgruppe gesucht, und das Philips GmbH Forschungslaboratorium Hamburg beendete in diesem Jahr seine Czochralski-Kristallzüchtung nach über 15 Jahren. Seit wenigen Jahren hatte man sich in Hamburg mit der Züchtung von oxidischen Substratkristallen für Epitaxieschichten der 1986 entdeckten Hochtemperatur-Supraleiter (HTSL) beschäftigt. Der Philips-Forscher Dr. Dieter Mateika hatte für den wichtigsten HTSL, das  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ , spezielle gitterangepaßte Substrate mit Perowskitstruktur entwickelt [37]. Für die Züchtung dieser quartäreren Materialsysteme suchte Philips nun einen Nachfolger.

Hier tritt die Kernforschungsanlage Jülich (KFA) auf den Plan. Die Kristallzüchtung des ZWG war positiv evaluiert worden; einen besonderen Eindruck hinterließ der große Maschinenpark dieses wissenschaftlichen Institutes. Es gab in den alten Bundesländern keine vergleichbare Einrichtung, und einflußreiche West-Kollegen drängten auf die Erhaltung der ZWG-Kristallzüchtung. (Als die empfohlene Bildung eines neuen Forschungsinstitutes für Kristallzüchtung -IKZ- umgesetzt wurde, ist Prof. H. Wenzl von der KFA als Gründungsdirektor

eingesetzt worden.) Für die Oxidzüchtung ist es als besonderer Glücksumstand zu werten, dass mit Dr. W. Uelhoff ein Kristallzüchter in Jülich arbeitete, der mit den ostdeutschen Kristallzüchtungsaktivitäten seit über zwei Jahrzehnten vertraut war und der der neuen Entwicklung mit großem Wohlwollen gegenüberstand. (Er war u.a. Teilnehmer der 1978 von J. Bohm in Berlin organisierten Jahrestagung der ostdeutschen *Vereinigung für Kristallographie* zum Thema Einkristallzüchtung gewesen.) W. Uelhoff hörte von der Einstellung der Oxidaktivitäten in Hamburg und brachte deshalb das ZWG mit seinem jungen Potential in der Oxidzüchtung und die Hamburger Kollegen (Prof. W. Tolksdorf, D. Mateika und Dr. J.-P. Krumme) zusammen. Schnell stellte sich heraus, dass die Züchtung der „Hamburger“ Perowskite fast nahtlos in Adlershof fortgeführt werden konnte. Als Projektleiter wurde Dr. P. Reiche eingesetzt.

Bereits Anfang September 1990 fuhren er und sein Kollege Bernd Lux nach Hamburg, um die Aufgabenstellung zu besprechen und sich mit den zu übernehmenden Czochralski-Anlagen vertraut zu machen. Während dieses Aufenthaltes züchtete P. Reiche auf den dortigen Philips-Anlagen je einen  $(\text{La,Sr})(\text{Al,Ta})\text{O}_3$  (LSAT)- und einen  $(\text{Nd,Sr})(\text{Al,Ta})\text{O}_3$  (NSAT)-Kristall, die beide den Hamburger Qualitätsanforderungen voll entsprachen. Da die Entwicklung der Züchtungstechnologie dieser perowskitischen Substratkristalle im Anfangsstadium in Hamburg abgebrochen wurde, stand mit der Übernahme dieses Themas die Optimierung der Züchtungsparameter mit Blick auf verbesserte Reproduzierbarkeit und höhere Ausbeute als Schwerpunktaufgabe vor den Berliner Kristallzüchtern. Philips und ZWG beschlossen ein gemeinsames Projekt zur Kristallzüchtung von perowskitischen HTSL-Substraten.

Die beiden Philips-Anlagen wurden Weihnachten 1990 in das ZWG überführt. In einem abenteuerlich überladenen Barkas-Transporter brachte P. Reiche eine zentnerschwere Ladung Zirkonoxidkeramik nach Berlin. Der Aufbau und die Wiederinbetriebnahme der beiden Czochralski-Anlagen in Adlershof wurden maßgeblich von Gerhard Rau realisiert.

Zum März 1991 war die „Kleine Philips-Anlage“ im ZWG betriebsbereit. Bereits am Anfang dieses Monats konnten sowohl der erste LSAT als auch der erste NSAT-Kristall vorgelegt werden. Während der Durchmesser des LSATs mit 15 mm dem in Hamburg erreichten entsprach, gelang es, seine Länge zu verdoppeln (Abb. 15).

Die Züchtung der LSAT-Kristalle ist nicht besonders anspruchsvoll, die des NSAT hingegen schon eher. Starke Spannungen führten häufig zum Zerspringen dieser Kristalle. Sie machten ein entsprechend modifiziertes Temperaturfeld bei der Züchtung erforderlich. Im Herbst kam mit dem  $\text{NdGaO}_3$  ein dritter HTSL-Substratkristall hinzu.



Abb. 15: Polaroid-Foto des ersten LSAT-Kristalls des ZWG vom 12.3.1991  
Foto: IKZ

Inzwischen konnte auch die zweite Philips-Anlage zur Kristallzüchtung eingesetzt werden. Für die Charakterisierung der gezüchteten Kristalle wurden verschiedene Methoden im Hause ausgebaut bzw. neu eingeführt (Laue-Orientierung, Orthoskopie-Messplatz, Schlierenmesstechnik). Die Untersuchung mittels Röntgenfluoreszenzanalyse und Röntgendif-

fraktometrie wurde mit Kooperationspartnern aus der AdW vereinbart. Die aus diesen Kristallen gefertigten Materialproben gingen zunächst noch zu Philips Hamburg, später an die KFA Jülich. Zum Ende des Jahres 1991 hatte sich somit eine kleine aber solide Basis für die Züchtung und Charakterisierung von Oxidkristallen im ZWG etabliert.

### Die Oxidkristallzüchtung im Institut für Kristallzüchtung (IKZ) von 1992 bis heute

Dieser Zeitraum wird gegenüber dem von 1963-1991 etwas gestraffter dargestellt, da er von vielen noch aktiven Kollegen mitgestaltet wurde und somit auch künftig noch gut erinnerbar sein wird.

Nachdem alle DDR-Akademieinstitute zum 31. Dezember 1991 geschlossen worden waren, begann mit dem 1. Januar 1992 der Neuanfang für die Kristallzüchtung in Berlin-Adlershof. Das Institut für Kristallzüchtung (IKZ) wurde aus Teilen des Technikums für Kristallzüchtung des ZWG (Si- und III-V-Halbleiterzüchtung sowie die aus dem ZOS übernommenen Aktivitäten der Abt. Kristallchemie) und der ebenfalls positiv evaluierten Gruppe „II-VI-Kristalle“ des Zentralinstituts für Elektronenphysik der AdW gebildet. Es wurde mit 52 Mitarbeitern als Serviceeinrichtung für die Forschung gegründet.

Zu den fünf neugegründeten Kristallzüchtungsgruppen gehörte von Beginn an die Gruppe „Oxide“. Als Leiter wurde Dr. Peter Reiche eingesetzt (Abb. 16). Mit ihm begannen seine ehemaligen ZWG-Züchter-Kollegen Gerhard Rau, Margitta Bernhagen und Andreas Tauchert sowie der zur Kristallzüchtung zurück gekehrte Reinhard Uecker. Bereits ein Jahr später stieß Steffen Ganschow zum Team. Um die Mitte der 90er Jahre arbeiteten neben fünf Wissenschaftlern jeweils 4-5 Techniker in der Gruppe (Doktoranden und Gäste sind an dieser Stelle nicht berücksichtigt).

Die Arbeit der Oxidgruppe läßt sich grob in zwei Perioden einteilen, deren Übergang mit der Erneuerung des Züchtungsanlagenparks anlässlich des Umzuges in den Institutsneubau im Jahre 1998 zusammenhängt.

Die apparative Ausstattung der Oxidgruppe bestand zunächst aus den drei mehr als 15 Jahre alten Czochralski-Anlagen. Aber bereits 1993 kam die erste neue Czochralski-Anlage, eine Cyberstar-Maschine (bis heute ein zuverlässiges „Arbeitsstier“) und 1994 eine gebrauchte Czochralski-Anlage vom Hahn-Meitner-Institut hinzu. Mit der Beschaffung einer Top-Seeded Solution Growth (TSSG)-Anlage im Jahre 1996 wurde auch die Möglichkeit zur Kristallzüchtung aus Schmelzlösungen geschaffen.

In der zweiten Hälfte der 90er Jahre wurden zusätzlich wichtige Methoden für Untersuchungen im Vorfeld der Züchtung (Schmelz- und Kristallisationsverhalten) und für die Charak-

terisierung der gezüchteten Kristalle in der Gruppe etabliert. So kam 1996 Dr. Detlef Klimm zur Oxidgruppe, der bald zu einem Spezialisten für differential-thermoanalytische Untersuchungen und thermodynamische Rechnungen wurde, einem Gebiet, das der Gruppe künftig in vielen Fällen die Tore zu bisher schwer zugänglichen Materialien öffnen sollte. Er übernahm die DTA-Untersuchungen (gekoppelt mit Möglichkeiten simultaner Thermogravimetrie TG und Massenspektrometrie QMS) verschiedenster Materialsysteme. Eine wenige Jahre später beschaffte ICP-OES-Anlage (Inductively Coupled Plasma – Optical Emission Spectroscopy) erweiterte die Möglichkeiten der Kristallcharakterisierung beträchtlich.

Sie ist sowohl für die quantitative Bestimmung der Hauptkomponenten als auch für den Nachweis von bis in den ppm-Bereich gehenden Verunreinigungen geeignet. Deshalb ist sie bis heute ein breit eingesetztes Werkzeug zur Charakterisierung der in der Oxidgruppe gezüchteten Kristalle. Als Spezialist auf diesem Gebiet trat Dr. Rainer Bertram im Jahr 2000 in die Gruppe ein.

Seit 1997 trug Dr. Hermann Wilke mit seinen aus numerischen Simulationen der hydrodynamischen Strukturbildung



Abb. 16: Dr. Peter Reiche, Leiter der Gruppe „Oxide“ 1992 - 2002

Foto: P. Reiche

in Oxidschmelzen gewonnenen Erkenntnissen zu wichtigen Modifizierungen der Züchtungsbedingungen bei.

Nun zu den in der Oxidgruppe bearbeiteten Forschungsthemen. Zunächst sei aber eine Vorbemerkung gemacht: Die hier vorgestellten Arbeiten beschreiben die Züchtung von Oxidkristallen im IKZ relativ losgelöst vom Umfeld. Sie waren jedoch in der Regel in Kooperationen mit anderen Gruppen des Hauses eingebettet. Zu diesen Gruppen gehören die heutige „Chemische und Thermodynamische Analyse“, „Physikalische Charakterisierung“, „Elektronenmikroskopie“ und die frühere „Numerische Simulation“. In diesen Gruppen erfolgten wichtige Arbeiten im Vorfeld der Kristallzüchtung (thermische Analyse des Schmelz- und Kristallisationsverhaltens, Technologieoptimierung) sowie die Charakterisierung der gezüchteten Kristalle. Die Präparation spezieller Materialproben erfolgte in der Gruppe „Kristallbearbeitung“. Schließlich wurden einige der Oxidkristalle im Hause einer Anwendung zugeführt: Sie sind in den Gruppen „Ferroelektrische Oxidschichten“ und „Halbleitende Oxidschichten“ als Substratwafer für die Epitaxie eingesetzt worden. Das heisst, etliche mit den Oxidkristallen verbundene Forschungserfolge sind ein Produkt der hausinternen Kooperation.

1992 bestand der erste Arbeitsschwerpunkt der Oxidgruppe in der Czochralski-Züchtung der HTSL-Substratkristalle LSAT, NSAT und  $\text{NdGaO}_3$  für die Vertragspartner Philips Forschungslaboratorien Aachen (PFA) und die KFA Jülich.

Diese beim Philips GmbH Forschungslaboratorium Hamburg begonnenen Arbeiten wurden praktisch nahtlos im IKZ fortgeführt.

Bald rückte  $\text{NdGaO}_3$  in den Fokus. Sein Durchmesser wurde bereits nach sechs Monaten von 18 auf 30 mm vergrößert. Problematisch war bei diesen Kristallen jedoch die hartnäckig auftretende Zwillingsbildung, deren Ursachen erforscht und publiziert wurden [38].

Im nächsten Jahr wurde mit den Arbeiten zu einer neuen HTSL-Substratgruppe mit  $\text{K}_2\text{NiF}_4$ -Struktur begonnen. Diese Verbindungen vom Typ  $\text{ABCO}_4$  ( $A = \text{Ca, Sr, Ba}$ ;  $B = \text{SE}$ ;  $C = \text{Al, Ga}$ ) waren interessante HTSL-Substratmaterialien mit



Abb. 17: 2" KI85-Kristall

günstigen dielektrischen Eigenschaften bei Mikrowellenfrequenzen. In Kooperation mit dem *Institute of Electronic Materials Technology* (ITME) in Warschau wurde mit der Züchtung des ersten Kandidaten, dem  $\text{SrLaAlO}_4$  begonnen. Sehr schnell folgten weitere Vertreter aus dieser Gruppe. Bis zum Umzug wurden fünf verschiedene Vertreter dieser Materialgruppe gezüchtet, die zum größten Teil ihre Bedeutung als Substrate vom Perowskit-Typ bis heute behalten haben.

Ebenfalls ins Gründungsjahr des IKZ fällt der Beginn der Arbeiten an einer weiteren Materialgruppe, den piezoelektrischen Kristallen. In diesem Jahr nahm die Schweizer Firma Kistler Instrumente AG Kontakt mit der Oxidgruppe auf und bot eine Zusammenarbeit auf dem Gebiet der piezoelektrischen Bauelemente an. Aus diesem Kontakt entwickelte sich die bis heute wichtigste Industrie-Kooperation der Gruppe. Am Anfang stand die reproduzierbare Züchtung von spannungsarmen  $\text{Bi}_{12}\text{SiO}_{20}$ -Kristallen. Von bis heute reichender Bedeutung sind die 1994 begonnenen Arbeiten zur Langasit-Züchtung (Prototyp  $\text{La}_3\text{Ga}_5\text{SiO}_{14}$ ), einer Strukturfamilie mit ca. 100 Mitgliedern. Diese Kristalle waren für den Einsatz in Hochtemperatur-Drucksensoren vorgesehen.

Im Verlauf der Zusammenarbeit mit der Fa. Kistler sind über 20 verschiedene Langasit-Abkömmlinge gezüchtet worden, von denen vier in die Industrie überführt wurden. Für den KI85, einen speziell geeigneten Langasit, wurde in der zweiten Hälfte der 90er Jahre die 2"-Züchtungstechnologie entwickelt; er wurde damit produktionsreif (Abb. 17).

Dieser Erfolg war für die Fa. Kistler Anlass, sich 1998 mit Hilfe der Oxidgruppe ein eigenes Züchtungslabor aufzubauen. Sie erwarb zwei neue Czochralski-Anlagen, auf die die 2"-Technologie für den KI85 überführt wurde. Zwei Jahre später konnte auch die 2"-Technologie für den KI91 zu Kistler überführt werden. Beide Kristalle hatten sich bald als Herzstück kommerzieller Druck-, Kraft- und Beschleunigungssensoren auf dem Markt etabliert. Deshalb wurden sie 2003 mit dem geschützten Namen *PiezoStar®* angemeldet.

Die gemeinsame Forschung war in der Folgezeit darauf ausgerichtet, durch zielgerichtete Modifikation der Züchtungsparameter die Anwendungseigenschaften der Kristalle noch erheblich zu verbessern. Heute steht eine ganze Serie von PiezoStar-Kristallen mit für die jeweilige Messanwendung optimierten Eigenschaften zur Verfügung.

Neben diesen beiden Schwerpunkten wurden ebenfalls vom ersten Jahr an verschiedene Kristalle für Lasersysteme gezüchtet, wobei auch auf Erfahrungen aus früheren Arbeiten im ZOS zurückgegriffen werden konnte. Zu ihnen gehörten SE-dotierter GGG und YAG ( $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ ) als aktive Laserkristalle, sowie  $\text{Tb}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$  (TGG) als Faraday-Rotator. Mit dem  $\text{Tb}_3\text{Sc}_2\text{Al}_3\text{O}_{12}$  (TSAG) wurde ein neuer Faraday-Rotator-Kristall gezüchtet, dessen Verdetkonstante um 20 % gegenüber dem TGG verbessert war [39]. Die Arbeiten zu

Foto: IKZ

letzteren beiden Kristallen erfolgten im Auftrag der Gsänger Optoelektronik GmbH.

Im Jahr 1995 wurde mit der Züchtung von  $\text{LiAlO}_2$ - und  $\text{LiGaO}_2$ -Einkristallen begonnen. Diese Kristalle waren als GaN-Substrate mit besonders geringer Gitterfehlpassung interessant geworden. Bereits nach kurzer Zeit konnten der TU München erste Substrate übergeben werden. Diese Kristalle erlebten ca. 10 Jahre später einen Boom als 2"-Substratwafer für GaN-Schichten.

Mitte der 90er Jahre wurde auch mit der Züchtung einer neuen, nicht-oxidischen Materialgruppe, den fluoridischen Laserkristallen begonnen. Das BMBF-Verbundprojekt „Neue laseraktive kristalline Materialien“ beinhaltet die Züchtung von  $\text{Cr}^{3+}$ -dotierten Colquiriiten ( $\text{LiEAAIF}_6$  mit EA=Erdalkalimetall) in optischer Qualität für den Einsatz als Höchstfeldlaser (Abb. 18). Partner waren das Institut für Laserphysik Hamburg (ILP), die Universität Kaiserslautern und das Max-Born-Institut Berlin (MBI). Ein besonderes Problem für die Anwendung stellten morphologische Defekte in diesen Kristallen dar, die über die Erforschung des Phasendiagramms identifiziert werden sollten. Für die Bearbeitung dieser Aufgabenstellung ist 1996 die oben erwähnte DTA-TG-QMS-Anlage beschafft worden, die in der Folgezeit ein unverzichtbares Hilfsmittel für die Aufklärung des Schmelz- und Kristallisationsverhaltens verschiedenster Materialien wurde.

Da die Fluoride aber nicht Gegenstand dieses Aufsatzes sind, seien an dieser Stelle nur die neben den Colquiriiten wichtigsten, bis heute gezüchteten kurz erwähnt:  $\text{CaF}_2$  und  $(\text{Ca},\text{Sr})\text{F}_2$  für die 157nm-Lithographie (Schott Lithotec AG), SE-dotiertes  $\text{YLiF}_4$  und  $\text{GdLiF}_4$  (IPEN Sao Paulo/BR, Universidad de Zaragoza/E, FEE Idar-Oberstein und ISL Saint Louis) sowie Yb-dotiertes  $\text{CaF}_2$  (Helmholtz-Zentrum Dresden) als Laserkristalle und  $\text{BaMgF}_4$  als NLO-Material.

Mit der Erneuerung des Anlagenparks im Jahre 1998 und der damit verbundenen deutlichen Erweiterung der Forschungskapazitäten begann die zweite Arbeitsperiode der Gruppe. Die Oxidgruppe bekam eine eigene Züchtungshalle. Als Er-

satz für die drei zu verschrottenden alten Czochralski-Anlagen aus der Anfangszeit wurden zwei neue Cyberstar-Anlagen gekauft, so dass mit den insgesamt drei Cyberstar- und der alten HMI-Anlage um das Jahr 2000 eine deutlich verbesserte Basis für die Kristallzüchtung zur Verfügung stand.

Zwar wurde letztere wenige Jahre später auch verschrottet, jedoch sind in der Folgezeit noch vier weitere Czochralski-Anlagen beschafft worden. Als zweite Volumenkristallmethode kam 2003 die Bridgman-Methode hinzu. Außerdem wurden die Möglichkeiten der Schmelzlösungszüchtung mit der Beschaffung von zwei neuen TSSG-Anlagen deutlich verbessert. Zusätzlich zur Bulk-Züchtung war ab 1998 die Micro-Pulling-Down-Methode für die Züchtung oxidischer Fasern verfügbar. Damit stellt die der Oxidgruppe heute zur Verfügung stehende züchtungstechnische Ausrüstung ein wohl fast einzigartiges Potential für die Oxidkristallzüchtung in Deutschland dar.

Im Neubau erfolgte 1998 der Wiedereinstieg in die Laserkristalle mit der Züchtung der selbstverdoppelnden Kristalle vom Typ  $\text{SECa}_4\text{O}(\text{BO}_3)_3$  (ITME) und der SE-dotierten Alkali-Seltenerd-Wolframate vom Typ  $\text{A}^+\text{SE}(\text{WO}_4)_2$  mit  $\text{A}^+ = \text{Li}, \text{Na}, \text{K}$  (IPEN Sao Paulo/BR). In den Folgejahren wurden weitere Laserkristalle gezüchtet, unter ihnen der TiSa (Titan-dotierter Saphir/ $\text{Al}_2\text{O}_3$ ). Dieses zu den wichtigsten Festkörperlasern gehörige Material wurde in Kooperation mit dem MBI bearbeitet (Abb. 19). Yb-dotiertes  $\text{YVO}_4$  [40] (ILP) und Rubin ( $\text{Cr}$ -dotiertes  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) [41] gehörten ebenfalls zum Spektrum der gezüchteten Laserkristalle.

Im Rahmen eines EU-Verbundprojektes (2000-2003) hatte die Oxidgruppe die Aufgabe, sich mit der Züchtung von  $[\text{Pb}(\text{Zn}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3]_{1-x}[\text{PbTiO}_3]_x$  (PZN-PT), einem Perowskit mit aussichtsreichen ferroelektrischen Anwendungen zu befassen (Abb. 20). Partner waren EPFL Lausanne, FEE Idar-Oberstein, MaTeck GmbH Jülich, CEA Grenoble, Vermon S.A. Tours/F.

Da PZN-PT inkongruent schmilzt, musste es aus der Schmelzlösung gezüchtet werden.



Abb. 18: Chrom-dotierter  $\text{LiCaAlF}_6$ -Kristall (D = 30 mm) Foto: IKZ

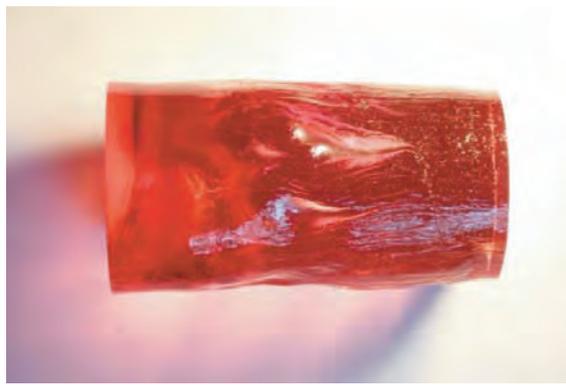


Abb. 19: 2" TiSa-Kristall

Foto: IKZ



Abb. 20: PZN-PT-Kristall (m = 72 g)

Foto: IKZ



Abb. 21: 2" LiAlO<sub>2</sub>-Kristall

Foto: IKZ

Zum Auffinden einer geeigneten Schmelzlösungszusammensetzung waren umfassende Untersuchungen zum quaternären Phasendiagramm PbO-ZnO-Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-TiO<sub>2</sub> erforderlich. Für die quantitative Bestimmung der Hauptkomponenten dieses Materialsystems ist deshalb die Beschaffung der ICP-OES-Anlage von großer Bedeutung gewesen. Im Ergebnis der Projektarbeiten gelang u.a. die Aufklärung des Phasenbestandes im Umfeld der morphotropen Phasengrenze [42].

Seit 2001 beschäftigte sich die Oxidgruppe wieder mit der Züchtung von LiAlO<sub>2</sub>-Kristallen. Zunächst standen eine Perfektionsverbesserung und Durchmesservergrößerung auf 30 mm im Vordergrund. Ab 2005 wurden diese Arbeiten in ein ProFIT-Projekt mit dem Ferdinand-Braun-Institut und der HU Berlin eingebettet. Zielstellung war die Herstellung von GaN-epitaxiegeeigneten 2"-Substraten [43] (Abb. 21).

Etwa gleichzeitig erfolgten Untersuchungen zur Züchtung von Lu<sub>3</sub>Al<sub>5</sub>O<sub>12</sub> (LuAG), einem Material, das sich aufgrund seiner hohen Transparenz im UV-Bereich u.a. als UV-Linse in fotolithografischen Belichtungsanlagen eignet (Schott Lithotec). Hauptaufgabe war die Züchtung in hochreiner Form, da schon geringste Verunreinigungen zu einem Anstieg der Absorption in diesem Spektralbereich führen würden. Letztere beide Materialien wurden von Dr. Boza Velickov bearbeitet, der von 2004 bis 2009 Mitarbeiter der Oxidgruppe war.

Für Vorfelduntersuchungen zur Züchtung und vergleichenden

Charakterisierung von großen Saphirkristallen als GaN-Substrat wurden 2003 Saphirkristalle mit Durchmessern bis zu 3" gezüchtet (Schott Glas). Entgegen der landläufigen Meinung konnte bewiesen werden, dass in *c*-Richtung gezüchtete Kristalle keinerlei Nachteil bei der Waferherstellung bedingen.

Auch die Züchtung von perowskitischen Substraten wurde nach dem Umzug in den Neubau 1998 fortgesetzt. Bereits 1997 hatte die wissenschaftliche Zusammenarbeit mit Prof. D. G. Schlom (zunächst PennState University, heute Cornell University) begonnen, die bald zu einer der bis heute wichtigsten und erfolgreichsten Kooperationen der Oxidgruppe wurden. In der Anfangszeit setzte D. G. Schlom noch die klassischen ABCO<sub>4</sub>-Verbindungen und NdGaO<sub>3</sub> als Substrate u.a. für (Sr,Ba)<sub>n+1</sub>Ru<sub>n</sub>O<sub>3n+1</sub>-Schichten ein [44].

Doch 2002 wurde auf seine Anregung hin mit der Czochralski-Züchtung von Seltenerd-Scandaten (SEScO<sub>3</sub> mit SE= Dy-Pr) begonnen (Abb. 23). Zunächst waren sie als alternatives high-*k* Gatematerial gedacht (Ersatz für SiO<sub>2</sub>) [45]. Doch bereits ein Jahr später rückten die strukturellen Eigenschaften der SE-Scandate in den Vordergrund. Mit ihnen konnten erstmals epitaxietaugliche Perowskit-Substratkristalle gezüchtet werden, deren Gitterkonstante größer als 3,90 Å war [46].

Im Jahr 2004 erschien in der Zeitschrift „Nature“ der gemeinsame Artikel „Room-temperature ferroelectricity in strained



Abb. 22: 3" Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Kristall

Foto: IKZ



Abb. 23: SmScO<sub>3</sub>-Einkristall (Durchmesser 20 mm, Zylinderlänge 40 mm)

Foto: IKZ

SrTiO<sub>3</sub>“, der weltweit zur Grundlage für das Strain-engineering von Oxidschichten wurde (bis heute ca. 1000 Mal zitiert) [47]:

Durch die Abscheidung einer SrTiO<sub>3</sub>-Schicht auf einem DyScO<sub>3</sub>-Substrat wird die Schicht tensil verspannt, was zu einer Erhöhung der Curie-Temperatur des SrTiO<sub>3</sub> um mehrere Hundert Kelvin führt. SrTiO<sub>3</sub>, das eigentlich bei keiner Temperatur ferroelektrisch ist, wurde durch die Verspannung zu einem Raumtemperatur-Ferroelektrikum (Abb. 24).

Die SE-Scandate sind sehr hochschmelzende Oxide ( $T_f \geq 2100$  °C). Bei solchen Temperaturen dominiert während der Czochralski-Züchtung die Strahlung den Wärmeabtransport von der Wachstumsfront. Da einige SE-Scandate bei Schmelztemperatur aber intransparent sind, kam es bei ihnen zu Wachstumsinstabilitäten, die schließlich zur Spiralbildung führten, einem Phänomen, das auch von anderen hochschmelzenden Kristallen bekannt war. Mittels einer speziellen Modifizierung des Züchtungsaufbaus gelang es, die Temperaturgradienten in der Schmelze so zu verändern, dass das Einsetzen der Spiralbildung hinaus geschoben und nahezu „normale“ Ausbeuten erzielt werden konnten [48]. Die Komplexität der Züchtung der SE-Scandate ist wahrscheinlich aber der Grund dafür, dass die Oxidgruppe des IKZ bis heute der einzige Züchter dieser international gesuchten Kristalle geblieben ist.

In diese Zeit fällt die Verabschiedung von Dr. Peter Reiche aus dem Berufsleben. Er hatte die Oxidkristallzüchtung in Adlershof über 35 Jahre entscheidend mitgeprägt bzw. seit 1992 geleitet. Zu seinen letzten Erfolgen gehörte die „spiralfreie“ Züchtung der SE-Scandate. Im Jahr 2003 trat er in den wohlverdienten Ruhestand. Die Leitung der Oxidgruppe übernahm nun Dr. Reinhard Uecker (Abb. 25).

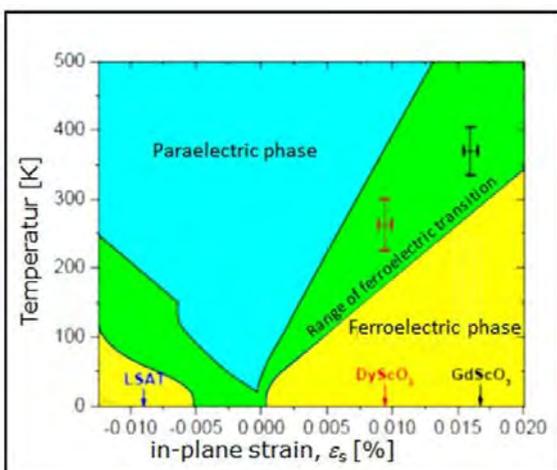


Abb. 24: Aus thermodynamischen Daten berechnete Erhöhung der Curie-Temperatur einer (100) SrTiO<sub>3</sub>-Schicht durch biaxiale in-plane Verspannung Foto: IKZ



Abb. 25: Dr. Reinhard Uecker, Leiter der Gruppe „Oxide/Fluoride“ 2003-2016 Foto: IKZ

In den folgenden Jahren gelang es der Oxidgruppe, alle perowskitischen SE-Scandate außer Cer- und Lanthan-scandate, deren Schmelzpunkte die Arbeitstemperatur der Iridiumtiegel überschreiten, nach der Czochralski-Methode zu züchten. Es wurde außerdem nachgewiesen, dass benachbarte SE-Scandate (auch zweite Nachbarn) miteinander lückenlose Mischkristalle bilden. Somit stehen heute Perowskitesubstrate für ein stufenloses Strain-engineering von Epitaxieschichten im gesamten Bereich von 3,95 – 4,02 Å zur Verfügung [49].

Der internationale Erfolg der SE-Scandate hängt neben der Zusammenarbeit von IKZ und Cornell University (D. G. Schlom) auch mit der über Jahrzehnte bewährten Kooperation mit der CrysTec GmbH Berlin zusammen. Diese Firma hat die SE-Scandat-Kristalle als perfekt präparierte Substratwafer überwiegend der Cornell University und der IKZ-Gruppe „Ferroelektrische Oxidschichten“ zur Verfügung gestellt.

Oberhalb von 4,02 Å war bisher nur ein Perowskit bekannt, der als Volumenkristall aus der Schmelze gezüchtet werden kann: LaLuO<sub>3</sub> mit  $a = 4,18$  Å. Einige neue Perowskiteschichten benötigten jedoch gerade aus der Lücke 4,02 – 4,18 Å einen Substratkristall. Jüngste Forschungen auf diesem Gebiet führten zur erfolgreichen Züchtung von LaScO<sub>3</sub>-LaLuO<sub>3</sub>-Mischkristallen, deren Gitterkonstanten in diese Lücke fallen, sie aber nicht vollständig schließen (Abb. 26) [50]. Erste Proben konnten bereits der Cornell University übergeben werden.

Seit wenigen Monaten wird an einem neuen quaternären Materialsystem gearbeitet, mit dem die noch verbliebene Lücke zwischen PrScO<sub>3</sub> und dem „kleinsten“ (LaLuO<sub>3</sub>)<sub>1-x</sub>(LaScO<sub>3</sub>)<sub>x</sub>-Mischkristall geschlossen werden soll.



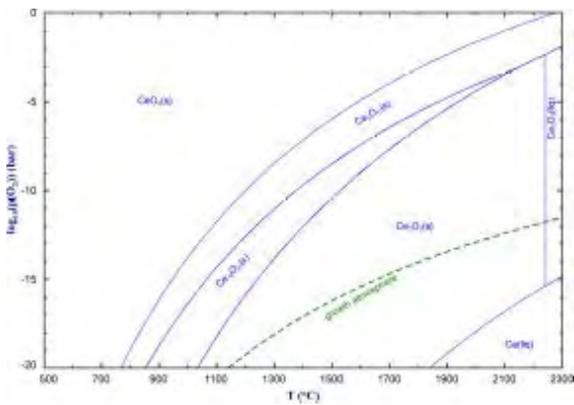


Abb. 28: Im Ce – O<sub>2</sub>-System auftretende Phasen in Abhängigkeit von Temperatur und Sauerstoffpartialdruck. Gestrichelt: Züchtungsatmosphäre bestehend aus 97,5 % Ar + 0,5 % CO + 2 % H<sub>2</sub> + 10 ppm O<sub>2</sub> (in allen Gasen vorkommender Mindest-Sauerstoffgehalt)

Foto: IKZ

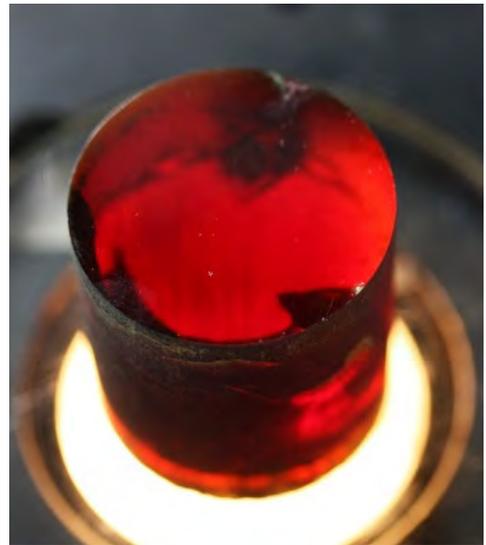


Abb. 29: ZnO-Einkristall (D = 30 mm)

Foto: IKZ

Grundlage war der Einsatz eines CO<sub>2</sub>/CO-Gemisches mit mindestens 90 % CO<sub>2</sub> bei Drücken bis zu 20 bar [53]. Im Ergebnis wurden Einkristalle mit ca. 30 mm Durchmesser und 40 mm Länge erhalten, aus denen Proben u.a. für die Universitäten in Gießen und Leipzig präpariert wurden.

Im Jahr 2008 war die University of California Santa Barbara an die Oxidgruppe mit dem Wunsch nach Kooperation auf dem Gebiet der Züchtung und Charakterisierung von TSO-Volumenkristallen herangetreten. Diese Kooperation konnte 2009 in ein bis 2012 laufendes DFG-NSF-Projekt zum Thema „Züchtung und Charakterisierung von  $\beta$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-, In<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-, SnO<sub>2</sub>- und ZnO-Volumenkristallen und Epitaxieschichten“ überführt werden, in das auch die Aktivitäten zur ZnO-Züchtung mit einfließen. (2012 wurde die ZnO-Gruppe mit Dr. Detlev Schulz auch administrativ in die Oxidgruppe eingegliedert.) Dritter Projektpartner wurde das Institut für Physik der HU Berlin. Für die Projektarbeiten zum  $\beta$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, In<sub>2</sub>O<sub>3</sub> und SnO<sub>2</sub> konnte 2009 Dr. Zbigniew Galazka gewonnen werden.

Die in diesem Projekt erreichten Forschungsergebnisse brachten das IKZ innerhalb weniger Jahre international in eine Spitzenposition bei der Bulk-Züchtung von oxidischen Halbleitern. Heute basiert (im wahrsten Sinne des Wortes) eine Vielzahl von internationalen, nationalen und IKZ-internen Projekten und Kooperationen auf den Arbeiten der Oxidgruppe zu oxidischen Halbleitern. Zu den wichtigsten Partnern des IKZ gehören die HU Berlin, das Paul-Drude Institut für Festkörperelektronik, die Universität Magdeburg, das ISAS-Berlin, die Brandenburgische Technische Universität Cottbus, die University of California, Santa Barbara/USA, die University of Wyoming/USA, das Air Force Research Laboratory/USA und das National Institute for Materials Science/Japan. Von

besonderer Bedeutung ist die gegenwärtige Bündelung der Aktivitäten mehrerer deutscher Forschungsinstitute in einem Leibniz ScienceCampus zum Thema „Growth and fundamentals of oxides for electronic applications (GraFOx)“.

Inzwischen werden von der Oxidgruppe  $\beta$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Einkristalle mit Durchmessern bis zu 2" nach der Czochralski-Methode gezüchtet (Abb. 30, links) [55]. In<sub>2</sub>O<sub>3</sub> und SnO<sub>2</sub> haben in Schmelzpunktnähe jedoch einen so hohen Dampfdruck, dass sie nicht nach der Czochralski-Methode gezüchtet werden können. Für die Züchtung von In<sub>2</sub>O<sub>3</sub> wurde eine neue Schmelzzüchtungsmethode entwickelt und patentiert [56], SnO<sub>2</sub> wird über die Gasphase gezüchtet [57]. Letztere beide Materialien konnten so erstmals in substratreifen Dimensionen und Qualitäten verfügbar gemacht werden (Abb. 30, rechts).

Das Spektrum der TSO's ist in jüngster Zeit um zwei interessante neue Kristalle erweitert worden: MgGa<sub>2</sub>O<sub>4</sub> als neuer breitlückiger Halbleiter [58] und BaSnO<sub>3</sub>, das als Lanthan-dotierter Kristall der oxidische p-Halbleiter mit der höchsten Beweglichkeit ist [59].

Rückblickend wird deutlich, dass zwei der vier aktuellen Schwerpunktmaterialien der Oxidgruppe, die perowskitischen Substratkristalle und die piezoelektrischen Kristalle, bereits seit der Institutsgründung im Jahr 1992 kontinuierlich, gewissermaßen als Forschungsstränge, bearbeitet wurden. Diese Materialgruppen haben ihre Aktualität über mehrere Dekaden behalten, da sie aus einer Vielzahl von Kristallen mit verschiedensten Eigenschaften und Eigenschaftskombinationen bestehen, die immer wieder wichtige neue Anwendungsfelder erschließen. Die ebenfalls 1992 begonnenen Aktivitäten zur Züchtung von Laserkristallen, die zwar nicht mit vergleichbarer Kontinuität, sondern mit einigen Unterbrechungen und

vielen Materialwechseln gezüchtet wurden, stellen heute eine wertvolle Grundlage für den künftigen Themenschwerpunkt „Laserkristalle“ dar. Auf „nur“ 16 Jahre können die Arbeiten der Gruppe zu den transparenten oxidischen Halbleitern zurück blicken. Sie werden aber wahrscheinlich künftig die rasanteste Entwicklung unter den vier Themenschwerpunkten der Oxidgruppe nehmen.

Neben den Schwerpunktthemen hat sich die Oxidgruppe aber auch immer mit der Züchtung von einzelnen Materialien befasst. Häufig wurden damit spezielle Wünsche von Universitäten und anderen Forschungseinrichtungen befriedigt. Diese Arbeiten, die in der Regel einen relativ großen Forschungsaufwand – sowohl im Vorfeld (Untersuchungen zum Phasendiagramm) als auch nach der Züchtung (Kristallcharakterisierung)– erforderten, trugen wesentlich zur Kenntnisbreite in der Oxidgruppe bei.



Zusammenfassend ist festzustellen: Im Jahr des 100sten Jubiläums der Erfindung der Czochralski-Methode ist die Oxidgruppe des IKZ ausgezeichnet aufgestellt. Die ein halbes Jahrhundert zurückreichende Tradition in der Oxidkristallzucht –überwiegend mittels Czochralski-Methode- hat einen wesentlichen Anteil am vorhandenen Wissens- und Erfahrungsfundus der Mitarbeiter. Die Wissenschaftler Dr. Stefan Ganschow als Gruppenleiter „Oxide/Fluoride“, Dr. Rainer Bertram (Arbeitsgruppe „Chemische und thermodynamische Charakterisierung“), Dr. Zbigniew Galazka, Dr. Christo Guguschev, Dr. Detlef Klimm (Abteilungsleiter „Numerische Simulation & Charakterisierung“) und Dr. Detlev Schulz sind die künftigen Träger der Oxidkristallzucht im IKZ. Auch wenn die Ingenieure und Techniker bisher nicht namentlich hier aufgeführt waren, weiss doch jeder Kristallzüchter, welche Rolle sie beim Zustandekommen der Kristalle spielen. Ohne ihre Beharrlichkeit, Geduld und Erfahrung würden viele Kristalle gar nicht existieren. Deshalb seien sie an dieser Stelle als Mit-Träger der bisherigen und künftigen Arbeiten und Erfolge in Dankbarkeit genannt: Margitta Bernhagen, Mario Brützam, Martina Rabe, Isabelle Schulze-Jonack, Andreas Tauchert und Elvira Thiede.

In Kombination mit der modernen Ausstattung ist dieses Team aus erfahrenen Wissenschaftlern, Ingenieuren und Technikern eine Garantie dafür, dass die Gruppe Oxide/Fluoride auch in Zukunft eines der wichtigsten Standbeine des IKZ bleiben wird.

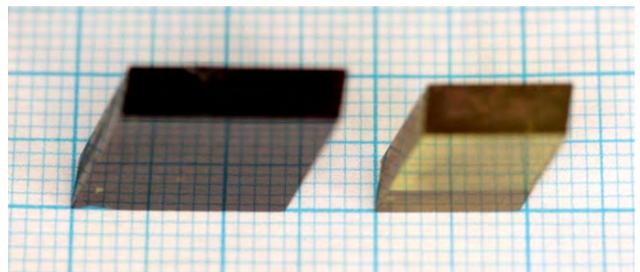


Abb. 30, links: 2"  $\beta$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (Mg-dotiert), rechts: In<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Blöcke (links as-grown, rechts oxidierend getempert) Foto: IKZ

## Literatur

- [1] R. Uecker, J. Cryst. Growth 401 (2014) 7-24.
- [2] H.E. Buckley, Crystal Growth, John Wiley & Sons New York, Chapman & Hall, London (1951) 82.
- [3] P.E. Tomaszewski, Jan Czochralski Restored, Oficyna Wydawnicza ATUT, Wrocław, 2013.
- [4] H. Kleinknecht, Naturwissenschaften 39 (1952) 400.
- [5] R. Uecker: 100 years of the Czochralski method - Historical aspects, GCCCG-1, Dresden 16.-18.3.2016.
- [6] Th. Maiman, Nature 187 (1960) 493-494.
- [7] Laser Community 02:09, S. 11.
- [8] K.-Th. Wilke, Fortschr. Miner. 34 (1956) 85.
- [9] K.-Th. Wilke, Methoden der Kristallzüchtung, VEB Deutscher Verlag der Wissenschaften, Berlin 1963 sowie Wissenschaftlicher Verlag Harri Deutsch GmbH, Frankfurt 1963.
- [10] H. Blumberg, Exp. Tech. Phys. 13 (1965) 414.
- [11] J. Bohm, Krist. Tech. 1 (1966) 347-350.
- [12] H. Blumberg, R. Müller, Krist. Tech. 5 (1970) K33-36.
- [13] D. Schultze, K. Th. Wilke und C. Waligora, Z. Anorg. Allg. Chem. 352 (1967) 184-191.
- [14] D. Schultze, Differentialthermoanalyse, Verlag Chemie, Weinheim/Bergstr. 1969 und 1972 sowie VEB Deutscher Verlag der Wissenschaften, Berlin 1969 und 1971.

- [15] D. Schultze, *Thermochim. Acta* 190 (1991) 77-110.
- [16] P. Reiche, R. Schalge, J. Bohm und D. Schultze, *Krist. Tech.* 15 (1980) 23-28.
- [17] J. Bohm und H.-D. Kürsten, *Krist. Tech.* 6 (1971) 313-217.
- [18] Wissenschaftshistorische Adlershofer Splitter, Hrsg. WITEGA e. V., 6 (2000) 156.
- [19] D. Schultze, *Thermochim. Acta* 29 (1979) 233-242.
- [20] J. Bohm, H.-D. Kürsten, P. Reiche und R. Schalge, *phys. stat. sol. (a)* 39 (1977) 517-523.
- [21] K.-Th. Wilke, *Kristallzüchtung*, VEB Deutscher Verlag der Wissenschaften, Berlin 1973.
- [22] K.-Th. Wilke und J. Bohm, *Kristallzüchtung*, VEB Deutscher Verlag der Wissenschaften, Berlin 1988.
- [23] W. Kleber, H.-J. Bausch, J. Bohm und I. Kleber, *Einführung in die Kristallographie*, VEB Verlag Technik, Berlin 1977.
- [24] W. Kleber, H.-J. Bausch, J. Bohm und D. Klimm, *Einführung in die Kristallographie*, Oldenbourg Verlag München 2010.
- [25] A. A. Kaminskii, D. Schultze, B. Hermoneit, S. E. Sarkisov, L. Li, J. Bohm, P. Reiche, R. Ehlert, A. A. Mayer, V. A. Lomonov und A. A. Balashov, *phys. stat. sol. (a)* 33 (1976) 737-753.
- [26] Z. Mazurak, E. Lukowiak, B. Jezowska-Trzebiatowska, D. Schultze und C. Waligora, *J. Phys. Chem. Sol.* 45 (1984) 487-493.
- [27] A. A. Kaminskii, S. E. Sarkisov, J. Bohm, P. Reiche, D. Schultze und R. Uecker, *phys. stat. sol. (a)*, 43 (1977) 71-79.
- [28] I. Gregora, V. Vorlicek und R. Uecker, *phys. stat. sol. (a)* 79 (1983) 497-501.
- [29] K. Kurbanov, E.S. Dosmagambetov, R. Uecker, D. Schultze und A.A. Kaminskii, *phys. stat. sol. (a)*, 98 (1986) K79-82.
- [30] H. Blumberg und K.Th. Wilke, *Krist. Tech.* 9 (1974) 447-455.
- [31] H. Blumberg, P. Reiche und W. Watzinger, *Cryst. Res. Technol.* 16 (1981) 1323-1338.
- [32] P. Reiche und B. Hermoneit: Anordnung zur Züchtung oxidischer Einkristalle nach dem Czochralski-Verfahren. Patentschrift Nr. 202 901 der DDR, Ausgabetag 5.10.1983.
- [33] P. Reiche, B. Hermoneit und D. Schultze, *Cryst. Res. Technol.* 20 (1985) 845-849.
- [34] P. Reiche, J. Bohm, B. Hermoneit, P. Rudolph und D. Schultze, *Cryst. Res. Technol.* 23 (1988) 467-474.
- [35] P. Reiche, J. Bohm, B. Hermoneit, P. Rudolph, R. Schalge und D. Schultze, *J. Cryst. Growth* 108 (1991) 759-764.
- [36] B. Hermoneit und P. Reiche: Verfahren zum Polen von ferroelektrischen Kristallen. Patentschrift Nr. 206 171 der DDR, Ausgabetag 18.01.1984.
- [37] D. Mateika, *American Conference on Crystal Growth* 8, 1990.
- [38] R. Uecker, P. Reiche, V. Alex, J. Doerschel und R. Schalge, *J. Cryst. Growth* 137 (1994) 278-282.
- [39] S. Ganschow, A. Gerhardt, P. Reiche und R. Uecker, *Proc. SPIE* 3178 (1997) 55 – 58.
- [40] C. Kränkel, D. Fagundes-Peters, S. T. Fredrich, J. Johannsen, M. Mond, G. Huber, M. Bernhagen und R. Uecker, *Appl. Phys. B* 79 (2004) 543–546.
- [41] S. Ganschow, D. Klimm und R. Bertram, *J. Cryst. Growth* 325 (2011) 81-84.
- [42] R. Bertram, G. Reck und R. Uecker, *J. Cryst. Growth*, 253 (2003) 212-220.
- [43] B. Veličkov, A. Mogilatenko, R. Bertram, D. Klimm, R. Uecker, W. Neumann und R. Fornari, *J. Cryst. Growth* 310 (2008) 214-220.
- [44] D. G. Schlom, S. B. Knapp, S. Wozniak, L.-N. Zou, J. Park, Y. Liu, M. E. Hawley, G. W. Brown, A. Dabkowski, H. A. Dabkowska, R. Uecker und P. Reiche, *Supercond. Sci. Technol.* 10 (1997) 891-895.
- [45] S.-G. Lim, S. Kriventsov, T. N. Jackson, J. H. Haeni, D. G. Schlom, A. M. Balbashov, R. Uecker, P. Reiche, J. L. Freeouf und G. Lucovsky, *J. Appl. Phys.* 91 (2002) 4500-4505.
- [46] J. Schubert, O. Trithaveesak, A. Petraru, C. Jia, R. Uecker, P. Reiche und D.G. Schlom, *Appl. Phys. Lett.* 82 (2003) 3460-3462.
- [47] J. H. Haeni, P. Irvin, W. Chang, R. Uecker, P. Reiche, Y. L. Li, S. Choudhury, W. Tian, M. E. Hawley, B. Craigo, A. K. Tagantsev, X. Q. Pan, S. K. Streiffer, L. Q. Chen, S. W. Kirchoefer, J. Levy und D. G. Schlom, *Nature*, 430 (2004) 758-761.
- [48] R. Uecker, H. Wilke, D. G. Schlom, B. Velickov, P. Reiche, A. Polity, M. Bernhagen und M. Rossberg, *J. Cryst. Growth* 295 (2006) 84-91.
- [49] R. Uecker, D. Klimm, R. Bertram, M. Bernhagen, I. Schulze-Jonack, M. Brützam, A. Kwasniewski, Th. M. Gesing und D.G. Schlom, *Acta Phys. Pol. A* 124 (2013) 295-300.
- [50] R. Uecker, R. Bertram, M. Brützam, Z. Galazka, Th. M. Gesing, C. Guguschev, D. Klimm, M. Klupsch, A. Kwasniewski und D. G. Schlom, *J. Cryst. Growth* 457(2017)137–142, <http://dx.doi.org/10.1016/j.jcrysgro.2016.03.014>.
- [51] C. Guguschev, Z. Galazka , D. J. Kok , U. Juda , A. Kwasniewski und R. Uecker, *CrystEngComm* 17 (2015) 4662 – 4668.
- [52] Y. Tomm, P. Reiche, D. Klimm und T. Fukuda, *J. Cryst. Growth* 220 (2000) 510-514.
- [53] D. Klimm, S. Ganschow, D. Schulz, R. Bertram, R. Uecker, P. Reiche und R. Fornari, *J. Cryst. Growth* 311 (2009) 534–536.
- [54] D. Klimm und S. Ganschow, *J. Cryst. Growth* 275 (2005) e849–e854.
- [55] Z. Galazka, R. Uecker, D. Klimm, K. Irmscher, M. Naumann, M. Pietsch, A. Kwasniewski, R. Bertram, S. Ganschow und M. Bickermann, *ECS Journal of Solid State Science and Technology*, 6 (2) (2017) Q3007-Q3011.
- [56] Z. Galazka, R. Uecker und R. Fornari, *J. Cryst. Growth* 388 (2014) 61 – 69.
- [57] Z. Galazka, R. Uecker, D. Klimm, K. Irmscher, M. Pietsch, R. Schewski, M. Albrecht, A. Kwasniewski, S. Ganschow, D. Schulz, C. Guguschev, R. Bertram, M. Bickermann und R. Fornari, *Phys. Stat. Sol. A* 211 (2014) 66 – 73.
- [58] Z. Galazka, D. Klimm, K. Irmscher, R. Uecker, M. Pietsch, R. Bertram, M. Naumann, A. Kwasniewski, R. Schewski und M. Bickermann, *Phys. Stat. Sol. A* 212 (2015) 1455 – 1460.
- [59] Z. Galazka, R. Uecker, K. Irmscher, D. Klimm, R. Bertram, A. Kwasniewski, M. Naumann, R. Schewski, M. Pietsch, U. Juda, A. Fiedler, M. Albrecht, S. Ganschow, C. Guguschev und M. Bickermann, submitted to *Journal of Physics: Condensed Matter* (2016).

## DGKK-Nachwuchs

Abgeschlossene Dissertation

# Entwicklung von Materialien mit abstimmbarem quantenkritischem Verhalten am Beispiel von Alkali-Kupfer-Halogeniden

Natalija van Well, Fachbereich Physik, Johan Wolfgang Goethe-Universität Frankfurt am Main

Ausgehend von den bereits bekannten und gut untersuchten Systemen  $\text{Cs}_2\text{CuCl}_4$  und  $\text{Cs}_2\text{CuBr}_4$ , die triangulare Antiferromagnete sind, geht es in dieser Dissertation insbesondere um das Mischsystem  $\text{Cs}_2\text{CuCl}_{4-x}\text{Br}_x$ . Dieses bildet ein isostrukturelles System und weist, wie auch die Randsysteme, die gleichen triangularen antiferromagnetischen Gitter auf. Somit stellt dieses Mischsystem ein abstimmbares Modellsystem zur Untersuchung des Zusammenhangs zwischen Frustration und quantenkritischem Verhalten dar.

Da der orthorhombische Strukturtyp unter bestimmten Züchtungsbedingungen beibehalten wird und eine partielle selektive Besetzung der Halogenpositionen möglich ist, kann man den spezifischen Einfluss der selektiven Besetzung auf die magnetischen Eigenschaften untersuchen. Durch eine Veränderung der Züchtungsparameter wird der Einfluss der Züchtungsbedingungen auf die Struktur und auf die damit einhergehenden physikalischen Eigenschaften der Materialien deutlich.

Die Ergebnisse dieser Züchtung aus wässriger Lösung [1] werden mit denen aus der Schmelze verglichen. Dieser Vergleich stellt insofern einen signifikanten Unterschied zwischen beiden Züchtungsarten fest, dass es nur bei den Einkristallen, die aus wässriger Lösung gezüchtet wurden, eine bevorzugte selektive Besetzung der Halogenpositionen gibt. Als Ergebnis der Untersuchungen wird das schematische Phasendiagramm für die Züchtung aus der Lösung, das in Abb. 1a gezeigt wird, und das aus der Schmelze bestimmt (siehe Abb. 1b).

Da die magnetischen Eigenschaften der Materialien beispielsweise durch die Änderung der Abstände zwischen den wechselwirkenden Einheiten beeinflusst werden können, kann die Substitution nicht nur von Cl durch Br erfolgen, sondern auch durch eine partielle Substitution von Cs durch das kleinere Rb, wodurch der Abstand zwischen den Ebenen (triangulare Gitter) geringer wird. In Abb. 2 werden Beispiele einiger gezüchteter Kristalle gezeigt.

Die Idee, mittels Substitution die Abstände zwischen den Ebenen der Materialien dieses Mischsystems zu verändern, führt zu der Überlegung, ob auch größere Moleküle in die orthorhombische Struktur (beispielsweise von  $\text{Cs}_2\text{CuCl}_4$ ) eingebaut werden können, um die Abstände zwischen den Ebenen der triangularen Gitter noch stärker voneinander zu entkoppeln. Es wurde eine Substitution von  $\text{Cs}^+$  durch flexible Kronenether-Moleküle vorgenommen. Diese Substitution mit Kronenether führte bisher noch nicht zum Erhalt der gewünschten orthorhombischen Struktur. Die Untersuchungen zeigen, dass andere Strukturtypen mit veränderten Wechselwirkungen entstehen.

Die Verfügbarkeit des Mischsystems im gesamten Konzentrationsbereich ermöglicht auch eine strukturelle Tieftemperatur-Charakterisierung. Die Ergebnisse [2] zeigt Abb. 3.

[1] N. Krüger, S. Belz, F. Schossau, A. A. Haghighirad, P.T. Cong, B. Wolf, S. Gottlieb-Schoenmeyer, F. Ritter, W. Assmus, *Crystal Growth & Design* 10, 4456-62 (2010)

[2] N. van Well, K. Foyevtsova, S. Gottlieb-Schoenmeyer, F. Ritter, B. Wolf, M. Meven, C. Pfeleiderer, M. Lang, W. Assmus, R. Valentí, C. Krellner, *Phys. Rev. B* 91, 035124 (2015)

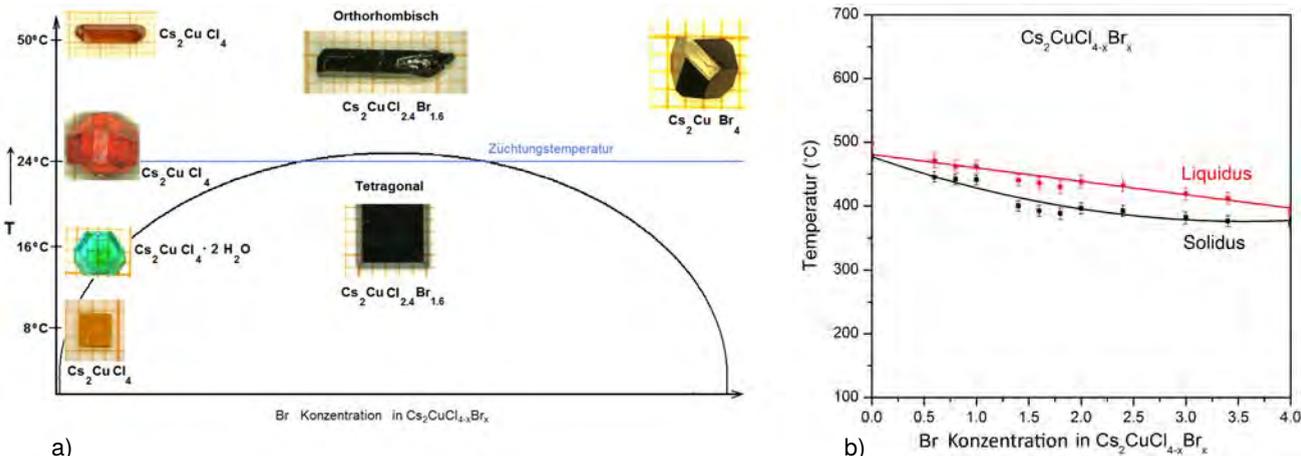


Abbildung 1: a) Schematisches Phasendiagramm für das Mischsystem  $\text{Cs}_2\text{CuCl}_{4-x}\text{Br}_x$  aus wässriger Lösung, b) Entwurf eines schematischen Phasendiagramms für das  $\text{Cs}_2\text{CuCl}_{4-x}\text{Br}_x$  Mischsystem als quasibinäres System bei einer Schmelzzüchtung. Die vertikalen Fehlerbalken geben die Unsicherheiten bei der Ermittlung der Solidus- und Liquidustemperatur wieder.

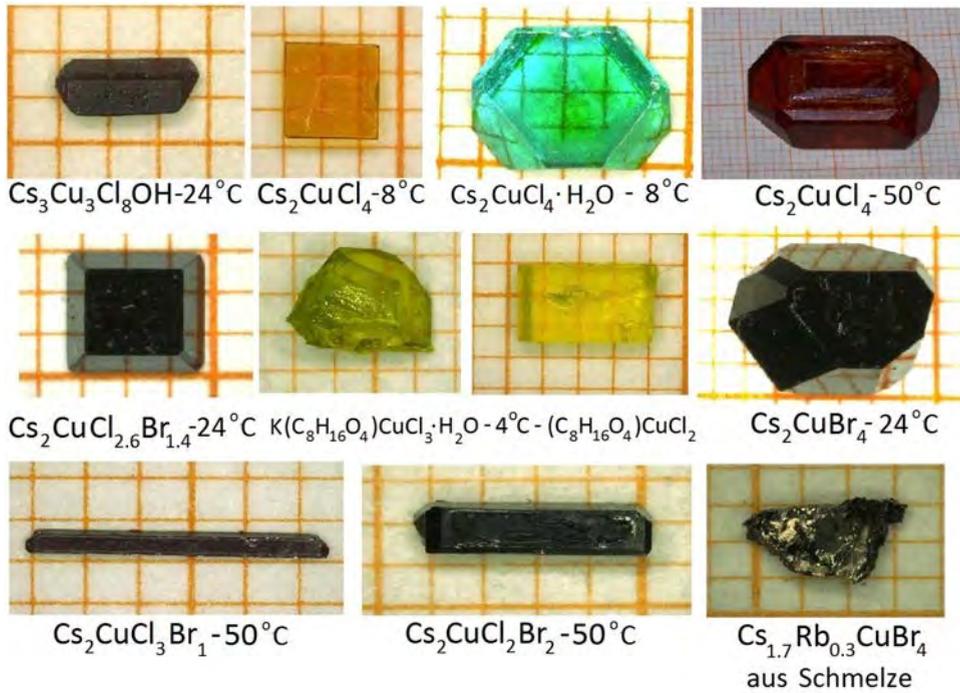


Abbildung 2: Beispiele von gezüchteten Kristallen mit jeweiligen Züchtungstemperaturen

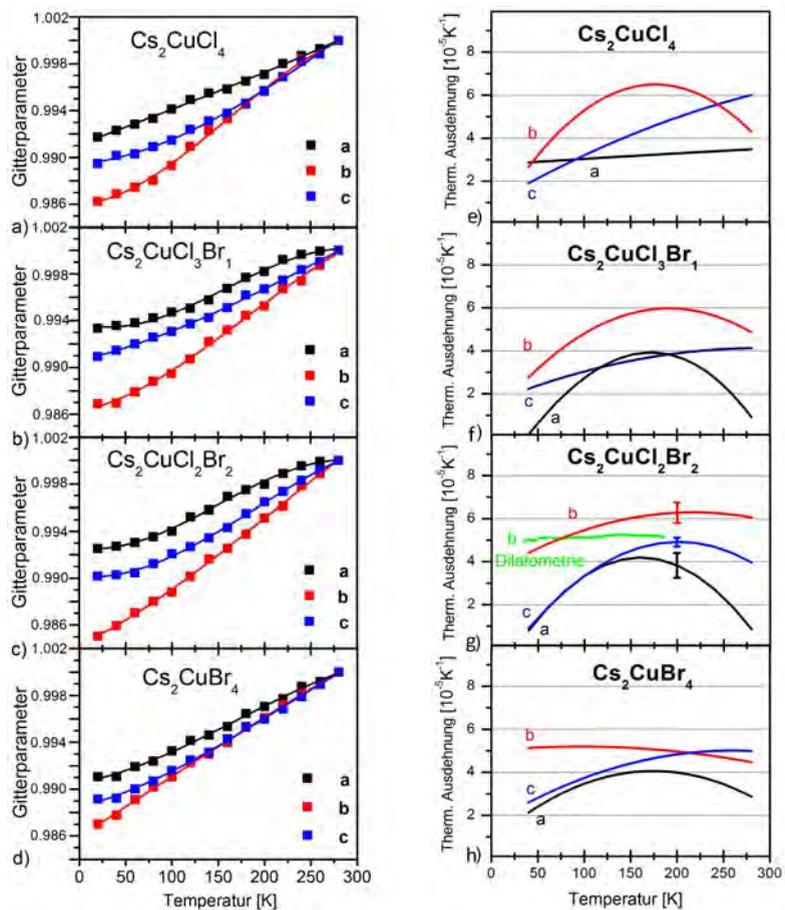


Abbildung 3: Normierte Gitterparameter für a)  $\text{Cs}_2\text{CuCl}_4$ , b)  $\text{Cs}_2\text{CuCl}_3\text{Br}_1$ , c)  $\text{Cs}_2\text{CuCl}_2\text{Br}_2$ , d)  $\text{Cs}_2\text{CuBr}_4$ , dargestellt als  $i(T)/i(280\text{K})$ . Temperaturabhängigkeit der thermischen Ausdehnung für e)  $\text{Cs}_2\text{CuCl}_4$ , f)  $\text{Cs}_2\text{CuCl}_3\text{Br}_1$ , g)  $\text{Cs}_2\text{CuCl}_2\text{Br}_2$ , h)  $\text{Cs}_2\text{CuBr}_4$ . Der Verlauf der thermischen Ausdehnung zeigt die Anisotropie in den drei verschiedenen kristallografischen Richtungen a, b, c und variiert mit der Br – Konzentration.

## Über die DGKK

Die Deutsche Gesellschaft für Kristallwachstum und Kristallzüchtung (DGKK) ist eine gemeinnützige Organisation zur Förderung der Forschung, Lehre und Technologie auf dem Gebiet des Kristallwachstums und der Kristallzüchtung. Sie vertritt die Interessen ihrer Mitglieder auf nationaler und internationaler Ebene.

Die DGKK ist Mitglied der Bundesvereinigung Materialwissenschaft und Werkstofftechnik e.V. (BV MatWerk). Die DGKK veranstaltet jährlich die Deutsche Kristallzüchtungstagung, gibt zweimal jährlich das DGKK-Mitteilungsblatt heraus und unterhält eine Web-Seite ([www.dgkk.de](http://www.dgkk.de)). Die Arbeit der Gesellschaft ist in Arbeitskreisen organisiert.

### Vorsitzender

Dr. Wolfram Miller  
Leibniz-Institut für Kristallzüchtung (IKZ)  
Max-Born-Str.2, 12489 Berlin  
Tel.: 030 / 6392 3074  
Fax: 030 / 6392 3003  
E-Mail: [wolfram.miller@ikz-berlin.de](mailto:wolfram.miller@ikz-berlin.de)

### Stellvertretender Vorsitzender

PD Dr. Andreas N. Danilewsky  
Kristallographie  
Institut für Geo- und Umweltwissenschaften  
Albert-Ludwigs-Universität Freiburg  
Hermann-Herder-Str. 5, 79104 Freiburg  
Tel.: 0761 / 201 - 6450  
E-Mail: [a.danilewsky@krist.uni-freiburg.de](mailto:a.danilewsky@krist.uni-freiburg.de)

### Schatzmeister

Prof. Dr. Peter Wellmann  
Institut für Werkstoffwissenschaften 6  
Friedrich-Alexander-Universität (FAU)  
Martensstr. 7, 91058 Erlangen  
Tel.: 09131 / 85 27635  
Fax: 09131 / 85 28495  
E-Mail: [peter.wellmann@ww.uni-erlangen.de](mailto:peter.wellmann@ww.uni-erlangen.de)

### Schriftführerin

Dr. Christiane Frank-Rotsch  
Leibniz-Institut für Kristallzüchtung (IKZ)  
Max-Born-Str.2, 12489 Berlin  
Tel.: 030 / 6392 3031  
Fax: 030 / 6392 3003  
E-Mail: [christiane.frank-rotsch@ikz-berlin.de](mailto:christiane.frank-rotsch@ikz-berlin.de)

### Redaktion und Anzeigen:

Uwe Rehse  
Leibniz-Institut für Kristallzüchtung (IKZ)  
Tel.: 030 / 6392 3070  
Fax: 030 / 6392 3003  
E-Mail: [redaktion@dgkk.de](mailto:redaktion@dgkk.de)

### Redaktionsschluss:

31. Oktober 2016  
ISSN 2193-374X (Druck)  
**ISSN 2193-3758 (Internet)**  
Gesetzt mit pdfL<sup>A</sup>T<sub>E</sub>X.

### Nachrichten der DGKK, Stellenangebote, Stellengesuche:

Dr. Christiane Frank-Rotsch  
Leibniz-Institut für Kristallzüchtung (IKZ)  
Tel.: 030 / 6392 3031  
Fax: 030 / 6392 3003  
E-Mail: [christiane.frank-rotsch@ikz-berlin.de](mailto:christiane.frank-rotsch@ikz-berlin.de)

### Anzeigenpreise:

Die Anzeigenpreise gelten pro Anzeige in Abhängigkeit von Größe und beauftragter Anzahl ab 3/2013 für Neukunden und sind Brutto-Preise. Bitte wenden Sie sich bei Interesse an die Redaktion des Mitteilungsblattes.

### Beisitzer

Dr. Alfred Miller  
Siltronic AG  
Johannes-Hess-Straße 24, 84489 Burghausen  
Tel.: 08677 / 83 4665  
E-Mail: [alfred.miller@siltronic.com](mailto:alfred.miller@siltronic.com)

Dr. Tina Sorgenfrei  
Kristallographie  
Institut für Geo- und Umweltwissenschaften  
Albert-Ludwigs-Universität Freiburg  
Hermann-Herder-Str. 5, 79104 Freiburg i. Br.  
Tel.: 0761 / 203 - 6436  
Fax: 0761 / 203 - 6434  
E-Mail: [tina.sorgenfrei@fmf.uni-freiburg.de](mailto:tina.sorgenfrei@fmf.uni-freiburg.de)

Dr. Berndt Weinert  
Freiberger Compound Materials GmbH  
Am Junger Löwe Schacht 5, 09599 Freiberg /Sa.  
Tel.: 03731 / 280 200  
Fax: 03731 / 280 106  
E-mail: [berndt.weinert@fcm-germany.com](mailto:berndt.weinert@fcm-germany.com)

### Bankverbindung:

Sparkasse Karlsruhe  
Kto.-Nr.: 104 306 19  
BLZ: 660 501 01  
IBAN DE84 6605 0101 0010 4306 19  
SWIFT-BIC: KARSDE66

### Internetredaktion:

Die Internetredaktion setzt sich gegenwärtig aus der Schriftführerin, der Webmasterin und dem Redaktionsteam des Mitteilungsblattes zusammen.  
E-Mail: [internet.redaktion@dgkk.de](mailto:internet.redaktion@dgkk.de)

Sabine Bergmann  
Leibniz-Institut für Kristallzüchtung (IKZ)  
Tel.: 030 / 6392 3093  
Fax: 030 / 6392 3003  
E-Mail: [webmaster@dgkk.de](mailto:webmaster@dgkk.de)  
WWW: <http://www.dgkk.de>

### Mitgliedschaft:

Der Mitgliedsbeitrag kostet zur Zeit im Jahr 30 € und für Studenten ermäßigt 20 €. Beiträge für juristische Personen erhalten Sie auf Anfrage. Das Aufnahmeformular finden Sie auf der letzten Seite in diesem Heft. Sie können sich aber auch über die Internetseite der DGKK online anmelden. Dort finden Sie auch die DGKK Stichwortliste.

Anzahl Anzeigen	DGKK-Mitglieder		Nicht-Mitglieder	
	1/1 Seite	1/2 Seite	1/1 Seite	1/2 Seite
1	288,00 €	135,00 €	320,00 €	150,00 €
4	234,00 €	108,00 €	260,00 €	120,00 €

## Arbeitskreise der DGKK

### Herstellung und Charakterisierung von Massiven Halbleiterkristallen

Sprecher: Prof. Dr. Peter Wellmann  
 Institut für Werkstoffwissenschaften 6, Universität Erlangen-Nürnberg, Martensstr. 7, 91058 Erlangen  
 Tel.: 09131 85 27635 Fax: (09131) 85 28495 E-Mail: peter.wellmann@ww.uni-erlangen.de

### Intermetallische und oxidische Systeme mit Spin- und Ladungskorrelationen

Sprecher: Dr. Andreas Erb  
 Walter-Meissner-Institut, Walther-Meissner-Straße 8, 85748 Garching  
 Tel.: (089) 2891 4228 E-Mail: a.erb@wmi.badw.de

### Kristalle für Laser und Nichtlineare Optik

Sprecher: Dr. Klaus Dupré  
 FEE, Struthstr. 2, 55743 Idar-Oberstein  
 Tel.: (06781) 21191 E-Mail: dupre@fee-io.de

### Epitaxie von III-V-Halbleitern

Sprecher: Prof. Dr. Michael Heuken  
 Aixtron AG Aachen, Kaiserstr. 98, 52134 Herzogenrath  
 Tel.: (0241) 8909 154 Fax: (0241) 8909 149 E-Mail: m.heuken@aixtron.com

### Wachstumskinetik und Nanostrukturen

Sprecher: Dr. Wolfram Miller  
 Leibniz-Institut für Kristallzüchtung (IKZ), Max-Born-Str. 2, 12489 Berlin  
 Tel.: (030) 6392 3074 Fax: (030) 6392 3003 E-Mail: wolfram.miller@ikz-berlin.de

### Industrielle Kristallzüchtung

Sprecher: Dr. Götz Meisterernst  
 Siltronic AG, Johannes-Hess-Straße 24, D-84489 Burghausen  
 Tel.: (08677) 83 7556 E-Mail: goetz.meisterernst@siltronic.com

### Angewandte Simulation in der Kristallzüchtung

Sprecher: Dr. Lev Kadinski  
 Siltronic AG, Johannes-Hess-Straße 24, 84489 Burghausen  
 Tel.: (08677) 83 1991 Fax: (08677) 83 7303 E-Mail: lev.kadinski@siltronic.com

## Tagungskalender

### 2017

- **08. – 10. März 2017**  
*4th German-Swiss Conference on Crystal Growth (GSCCG-4/DKT 2017)*  
**Freiburg, Germany**  
 Leitung: Stephan Riepe, Tina Sorgenfrei, Enrico Giannini  
<https://www.dkt2017.de/>
- **06. – 09. Juni 2017**  
*XVIII International UIE-Congress on Electrotechnologies for Material Processing*  
**Hannover, Germany**  
<http://uie2017.org/>
- **02. – 07. Juli 2017**  
*7th International Workshop on Crystal Growth Technology (IWCGT-7)*  
**Potsdam, Germany**  
 Leitung: M. Bickermann, H. Dabkowska, K. Nakajima  
<https://iwcgt-7.ikz-berlin.de>
- **30. Juli – 04. August 2017**  
*21st American Conference on Crystal Growth and Epitaxy (ACCGE-21)*  
 and  
*18th US Workshop on Organometallic Vapor Phase Epitaxy (OMVPE-18)*  
**Santa Fe, New Mexico, USA**
- **14. – 15. September 2017**  
*French-German Workshop on Oxide, Dielectric, and Laser Crystals)*  
**Idar-Oberstein, Germany**
- **18. – 21. September 2017**  
*European Materials Research Society (E-MRS) Fall Meeting*  
**Warsaw, Poland**  
<http://www.european-mrs.com/meetings/2017-fall-meeting>

### 2018

- **13. – 19. September 2018**  
*2nd European School on Crystal Growth (ESCG-2)*  
**Riviera Holiday Club, Varna, Bulgaria**  
 Leitung: Bogdan Rangelov, Michail Michailov, Vesela Tsakova
- **16. – 20. September 2018**  
*European Conference on Crystal Growth (ECCG-6)*  
**Riviera Holiday Club, Varna, Bulgaria**  
 Leitung: Bogdan Rangelov, Michail Michailov, Vesela Tsakova

# Antrag auf persönliche Mitgliedschaft in der DGKK

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

Name: \_\_\_\_\_ Vorname: \_\_\_\_\_

Titel: \_\_\_\_\_ Beruf: \_\_\_\_\_

Ich bin Student, Schüler, Auszubildner

z.Z. gültige Jahresbeiträge: 20 € (regulär), 10 € (Student, Schüler, Auszubildner)

Geburtsdatum: \_\_\_\_\_

**Dienstanschrift** (Firma, Institut, etc.):

Straße, Haus-Nr. : \_\_\_\_\_

PLZ: \_\_\_\_\_ Ort: \_\_\_\_\_

Telefon: \_\_\_\_\_ Fax: \_\_\_\_\_ Email: \_\_\_\_\_

**Privatanschrift :**

Straße, Haus-Nr. : \_\_\_\_\_

PLZ: \_\_\_\_\_ Ort: \_\_\_\_\_

Telefon: \_\_\_\_\_ Fax: \_\_\_\_\_ Email: \_\_\_\_\_

**Tätigkeit, Erfahrung charakterisieren**

über die DGKK – Stichwortliste (Bitte maximal 10 Stichwortnummern angeben!)

--	--	--	--	--	--	--	--	--	--

zusätzlich noch 3 Begriffe (-getrennt): \_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_

Einverständnis zur Veröffentlichung der Daten (außer Privatdaten) über die Suchfunktion der DGKK-Homepage (<http://www.dgkk.de>) ja  nein

Ort, Datum: ..... Unterschrift: .....

**bitte per Post oder Fax an Frau Dr. Christiane Frank-Rotsch** (DGKK-Schifführerin)  
Leibniz-Institut für Kristallzüchtung • Max-Born-Straße 2 • D-12489 Berlin  
Telefax: 030 6392 3003

Vermerke:

Mitgliedsnummer

Eintrittsdatum:   .   .

# FURNACE TECHNOLOGY LEADERSHIP



**Induction heating**  
High frequency generators up to 100 kW, 100 kHz - 27,12 MHz. Medium frequency inverter up to 1000 kW, 2 - 80 kHz.

**Crystal growth system**

Production of low defect SiC single crystals for high-performance, high-temperature electronics and optoelectronics. It allows for precisely defined process conditions (temperature, atmosphere) to grow up to 4" 4H and 6H SiC single crystals by physical vapour transport. System includes growth reactor, a high-stability induction heating unit (medium frequency 10 kHz/20 kW), process controller and a PC interface for monitoring and programming. Tmax 2300 °C.

**Tube furnace**

3 zone vertical tubular furnace for directional solidification of metals under vacuum / protective gas atmosphere e.g. argon and nitrogen. The furnace is mounted on a linear unit and is led above the sample. The furnace is connected with a cooling tube, suitable for liquid metal loading e.g. Galn. Tmax 1850 °C. Power: appr. 8 kW. Linear unit: 3,6 mm/h to 360 mm/h. Fast cooling: appr. 100 mm/s.



**Horizontal zone melting system**

for simultaneous purification of 6 Germanium ingots (length 600 mm, diameter 40 mm) in graphite boats. Production of semiconductor materials with a defined purity. Tmax: 1600 °C. Dim. of useful chamber: 6 quartz tubes, inner diameter 100 mm x 700 mm heated length. Max. induction heating power: appr. 50 kW, 25 - 30 kHz. Cleaning speed: 15 - 150 mm/h, back shift in < 2 min. Angle of inclination of the quartz tubes: 0 to 10°. Atmosphere: Nitrogen and Argon / vacuum at normal pressure.

**Micro-Crystal growth system**

Pulling of single crystalline fibers from the melt under inert gas or air. Fiber dimensions:  $\varnothing = 0,2 - 2,0 \text{ mm}$ ,  $l_{\text{max}} = 250 \text{ mm}$ . Up to 5000 mg of starting material is molten in a platinum crucible (for high-melting compounds also Ir-, W-, Mo-crucibles) and crystal is pulled down through a capillary nozzle with a secondary heater around the nozzle. Power supply: Primary heater 80 W (max. 500 W), secondary heater 30 W (max. 200 W).



**Tube furnace**

for horizontal crystal growing processes. Resistance heated. Bridgman process and zone-melting under protective gas / vacuum. Adjustable 1 - 200 mm/h. Single or multi zone. Tmax 1750 °C. Alumina, Sapphire or metal tubes.



**Special systems according to customer specifications!**

# THE TOOLS FOR YOUR WAY INTO NEW MATERIAL SPACES!

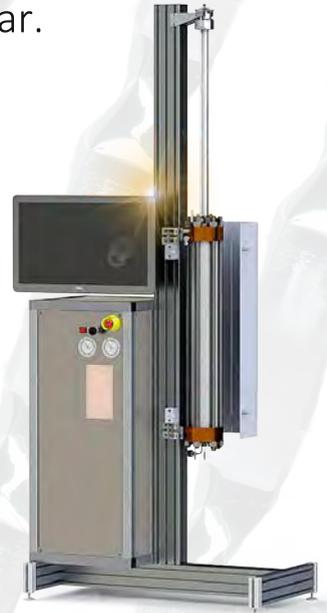


## HIGH PRESSURE CZOCHRALSKI PROCESS FURNACE

Compact tabletop Czochralski device to pull single crystals with 3" max. diameter under ambient gas pressure of up to 150 bar.

## HIGH PRESSURE BRIDGMAN FURNACE SYSTEM

Bridgman-type crystal growth furnace, applicable with pressures up to 150 bar in the growth chamber with (m)any gases.



## TURNABLE FLUX CRYSTAL GROWTH FURNACE

In-situ separation of flux and crystal material by simple rotation or centrifugation of the process chamber.

## PTM-PHASE TRANSITION MICROSCOPE

High temperature microscope with a light-heated crucible: study phase transitions, search new fluxes, make fast concentration/phase diagram studies.



**SCIDRE**  
SCIENTIFIC INSTRUMENTS DRESDEN GMBH