

**Untersuchung zur elektromagnetischen Strömungskontrolle mittels externer
Magnetfelder bei der VGF-Kristallzuchtung**

Von der Fakultät für Nichteisenmetallurgie und Reinststoffe
der Technischen Universität Bergakademie Freiberg

genehmigte

DISSERTATION

zur Erlangung des akademischen Grades
Doktor rerum naturalium

Dr.rer.nat.

vorgelegt

von Dipl. Nat. Kathrin Niemietz
geboren am 06. April 1981 in Meißen

Gutachter: Prof. Dr.-Ing. Michael Stelter, Freiberg
Prof. Dr.-Ing. Peter Wellmann, Erlangen

Tag der Verleihung: 12. Juli 2013

Inhaltsverzeichnis

EINLEITUNG	1
2 THEORETISCHE GRUNDLAGEN.....	7
2.1 VERTICAL GRADIENT FREEZE - EINKRISTALLZÜCHTUNG	7
2.1.1 <i>Technologiebeschreibung.....</i>	7
2.1.2 <i>Wärmetransport während der Kristallisation.....</i>	9
2.1.3 <i>Stofftransport- und Segregation.....</i>	11
2.2 GRUNDLAGEN DER MAGNETOHYDRODYNAMIK	15
2.2.1 <i>Hydrodynamische Grundgleichungen.....</i>	15
2.2.2 <i>Grundgleichungen der Elektrodynamik.....</i>	18
2.3 KRISTALLZÜCHTUNG UNTER DEM EINFLUSS ZEITABHÄNGIGER MAGNETFELDER.....	20
2.3.1 <i>Magnetohydrodynamik eines TMF's.....</i>	20
2.3.2 <i>Magnetohydrodynamik eines RMF's</i>	23
2.4 DIMENSIONSLOSE KENNZAHLEN	27
2.5 MODELLE FÜR DIE NUMERISCHEN BERECHNUNGEN VON INSTATIONÄREN STRÖMUNGEN	29
2.6 STAND DER LITERATUR	34
2.6.1 <i>Isothermale Modellexperimente zur Strömungsuntersuchung.....</i>	34
2.6.2 <i>Einfluss eines TMF's auf die Durchbiegung der Phasengrenze und den ther- mischen Stress bei der VGF-Züchtung.....</i>	38
2.6.3 <i>Einfluss zeitabhängiger Magnetfelder auf die Schmelzdurchmischung.....</i>	40
3 VERSUCHSDURCHFÜHRUNG UND NUMERISCHE SIMULATIONEN	43
3.1 AUFBAU DES 3'' VGF-ZÜCHTUNGSOFENS	43
3.2 AUFBAU UND CHARAKTERISIERUNG DER MAGNETFELD-SPULENSYSTEME.....	45
3.2.1 <i>TMF-/ DC- Spulensystem</i>	45
3.2.2 <i>RMF-Spulensystem.....</i>	47
3.3 AUFBAU DER VERSUCHSGEOMETRIEN FÜR DIE MODELLEXPERIMENTE.....	49
3.3.1 <i>Doppelmantelgefäß</i>	49
3.3.2 <i>Modellofen.....</i>	51

3.4 CHEMISCHE PRÄPARATION	53
3.4.1 Vorbereitung der Züchtungsexperimente	53
3.4.2 Präparation der Kristallscheiben.....	55
3.5 EINGESETZTE MESSMETHODEN	57
3.5.1 Ultrasonic Doppler Velocimetrie	57
3.5.2 Metallographische Charakterisierung der Kristallscheiben.....	60
3.5.3 Messung der elektrischen Eigenschaften - Vierspitzenmethode	61
3.5.4 Messung der elektrischen Eigenschaften - Hallmethode	62
3.6 FÜR DIE NUMERISCHE SIMULATIONEN EINGESETZTE CODES	65
3.6.1 CrysMAS.....	66
3.6.2 OpenFOAM.....	68
3.6.3 Semtex.....	71
4 STRÖMUNGSUNTERSUCHUNGEN IN DER MODELLSCHMELZE GAINSN.....	74
4.1 THERMISCHE CHARAKTERISIERUNG DER MODELLGEOMETRIEN	74
4.1.1 Doppelmantelgefäß	75
4.1.2 Modellofen.....	77
4.2 MODELLEXPERIMENTE ZUR TYPISCHEN VGF-AUFTRIEBSSTRÖMUNG	79
4.2.1 Einfluss des axialen Temperaturgradienten auf die Strömungsstruktur.....	80
4.2.2 Vergleich mit der hydrodynamischen Situation während der VGF-Züchtung.....	81
4.3 KOMBINIERTER VGF/TMF-STRÖMUNG	83
4.3.1 Untersuchungen zur Strömungsstruktur.....	83
4.3.2 Untersuchungen zur Strömungsstabilität.....	86
4.3.3 Einfluss des axialen Temperaturgradientens	89
4.3.4 Vergleich mit der hydrodynamischen Situation während der VGF-Züchtung unter TMF-Einfluss.....	91
4.4 KOMBINIERTER VGF/RMF-STRÖMUNG.....	92
4.4.1 Beschreibung des Spin-up Verhalten der isothermalen RMF-Strömung.....	92
4.4.2 Untersuchungen zur Strömungsstruktur.....	98
4.4.3 Untersuchungen zur Strömungsstabilität.....	99
4.4.4 Vergleich mit der hydrodynamischen Situation während der VGF-Züchtung unter RMF-Einfluss	100

5 VGF-ZÜCHTUNGSEXPERIMENTE	101
5.1 PARAMETERSTUDIE ZUM EINFLUSS EINES MAGNETISCHEN WANDERFELDES AUF DIE DURCHBIEGUNG DER PHASENGRENZE UND DEN THERMISCHEN STRESS	101
5.1.1 <i>Thermische Prozessentwicklung für 3''Ge- und 3''GaAs-Kristalle</i>	101
5.1.2 <i>Ergebnisse der numerischen Simulationen</i>	105
5.1.3 <i>Experimentelle Züchtungsergebnisse</i>	113
5.2 EINFLUSS ZEITABHÄNGIGER MAGNETFELDER AUF DIE DURCHMISCHUNG DER SCHMELZE BEI DER VGF-ZÜCHTUNG MIT GASPHASENDOTIERUNG	119
5.2.1 <i>Thermische Prozessentwicklung für 2''Ge-Kristalle</i>	119
5.2.2 <i>Numerische Simulationen zur Magnetfeldauswahl</i>	123
5.2.3 <i>Züchtungsergebnisse zur Gasphasendotierung</i>	128
ZUSAMMENFASSUNG UND AUSBLICK.....	132

ANHANG

A1 MATERIALEIGENSCHAFTEN DER EINGESETZTEN MATERIALIEN	A1
<i>Galliumarsenid</i>	A1
<i>Germanium</i>	A3
<i>Galliumindiumzinn</i>	A5
A2 ÜBERSICHT GEZÜCHTETE KRISTALLE	A6
<i>3''GaAs-Kristalle</i>	A6
<i>3''Ge-Kristalle</i>	A7
<i>2''Ge-Kristalle</i>	A8
A3 SYMBOL- UND ABKÜRZUNGSVERZEICHNIS	A9
<i>Abkürzungen</i>	A9
<i>Lateinische Symbole</i>	A10
<i>Griechische Symbole</i>	A13
<i>Dimensionslose Größen</i>	A15
A4 VERÖFFENTLICHUNGSLISTE	A16
A5 QUELLENANGABE	A18
VERSICHERUNG	A30
DANKSAGUNG	A31

Einleitung

Mit zunehmender Integrationsdichte kommerziell hergestellter Halbleiterbauelemente [KE06, IW09] steigen die Anforderungen an die Qualität und Homogenität des Kristallmaterials ständig an. In einer 2011 veröffentlichten Prognose [ITRS11] wird z.B. bei Flash-Chips von einer Verdopplung der Chipanzahl aller zwei Jahre und bei den DRAM-Chips von einer Dopplung der Chipanzahl aller drei Jahre bis 2026 ausgegangen. Die durchschnittliche Größe der DRAM's soll daher im gleichen Zeitraum von 56mm^2 auf 19mm^2 sinken und die Leistung pro Chip von 4.24GB auf 68.72GB steigen. Die Größe der Flash's soll von 105.93mm^2 auf 158.18mm^2 ansteigen und die Leistung pro Chip soll von 34GB auf 412GB erhöht werden. Die Steigerungen in der Größe und Leistung bei den Flash's gelten aber unter der Voraussetzung, dass Technologien entwickelt werden, um die Chips mit dreidimensionalen Bauelementestrukturen zu versehen [ITRS11].

Eine Möglichkeit die Anforderungen nach Leistungssteigerung der Bauelemente in der Roadmap zu erfüllen, ist die Kristallqualität der Substrate für die Bauelementeherstellung zu erhöhen. Inhomogenitäten in der Dotierung sowie den elektrischen und mechanischen Eigenschaften wirken sich negativ auf die Qualität des Kristallmaterials [MU11] und damit auch auf die Bauelementequalität [BR04, CH11] aus.

Da sich viele einkristalline Halbleitermaterialien z.B. Si, GaAs und Ge durch gerichtete Kristallisation direkt aus der Schmelze züchten lassen, werden die strukturellen und elektrischen Eigenschaften der Kristalle maßgeblich durch den Wärme – und Stofftransport in der Schmelze während der Kristallisation beeinflusst [SCHE08]. Ziel ist es daher, den Wärme- und Stofftransport während der Kristallisation gezielt zu beeinflussen, um die Kristalleigenschaften zu optimieren. Konkrete Zielstellungen bei der Schmelzkristallzüchtung können sein:

- Reduktion der Durchbiegung der Phasengrenze flüssig/fest, um thermische Spannungen im Kristall zu minimieren [SCHW04].
- Die Durchmischung in der Schmelze zu maximieren, um axial und radial homogene elektrische Eigenschaften zu erzeugen [BE04, BE09].

- Die Vermeidung von Temperaturfluktuationen in der Schmelze mit dem Ziel, Kristalle ohne Striations¹ zu züchten [FI99].

Im Rahmen dieser Arbeit wird als Kristallzüchtungsverfahren das Vertical Gradient Freeze Verfahren (VGF) [GAU86] betrachtet. Bei dem VGF-Züchtungsverfahren ist eine Möglichkeit, die genannten Zielstellungen zu erreichen, der Einsatz von externen Magnetfeldern. Grundlage für den Einsatz einer solchen Technologie sind die Wechselwirkungen eines von außen angelegten Magnetfeldes mit der elektrisch leitfähigen Schmelze. Der dabei induzierte Strom erzeugt eine Lorentzkraft, die die Schmelzströmung gezielt beeinflussen und steuern kann.

Bereits 1966 versuchten H.P. Utech und M.C. Flemings erfolgreich Temperaturfluktuationen in der Schmelze bei der Züchtung von Te dotiertem InSb in einem horizontalen Bridgmanofen durch den Einsatz von statischen magnetischen Feldern (DC-Felder) zu unterdrücken [UT66]. Es folgten viele weitere Arbeiten auf dem Gebiet z.B. in Motakef [MO90] werden für die Züchtung von Ge, GaAs und CdTe Skalierungsgesetze zur Bestimmung der kritischen DC-Feldstärke, überhalb derer diffusionskontrollierte Segregation [WILK88] auftritt, bestimmt. In Cröll et al. [CR99] wird der Einsatz eines DC-Feldes bei der Floating Zone Siliziumkristallzüchtung untersucht. Ziel ist es, Striations bei moderaten Feldstärken von 0.5T zu unterdrücken, da erst bei Magnetfeldstärken größer 1T die axiale Dotierstoffverteilung signifikant beeinflusst wird [CR99].

Bereits bei diesen Beispielen wird deutlich, dass die DC-Felder in ihren Einsatzgebieten begrenzt sind, da sie nur die Geschwindigkeitskomponente der Schmelzströmung senkrecht zum Magnetfeld dämpfen, aber keine Schmelzströmung induzieren. Im Gegensatz dazu kann mit Wechselstrom (AC)-Magnetfeldern gezielt die Strömung in der Schmelze gesteuert werden, mit dem Ziel optimale Konvektionsbedingungen mit definierten Strömungsmustern zu erzeugen. Die beiden gängigsten Magnetfeldtypen sind ein rotierendes Magnetfeld (rotating magnetic field RMF) und ein Wanderfeld (traveling magnetic field TMF).

¹ Striations sind Dotierstoffinhomogenitäten entlang der Phasengrenze, welche durch zeitliche Fluktuationen der Strömungsgeschwindigkeit entstehen [WILK88].

Das RMF [DO99] ist durch eine Primär- und Sekundärströmung gekennzeichnet², wobei aber vor allem die Sekundärströmung die Kristalleigenschaften beeinflussen kann. Es wurde zum ersten Mal in der Kristallzucht 1959 von K.F. Hulme und J.B. Mullin [HU59] bei der Czochralski-Zucht von Tellur dotiertem Indiumantimonid zusätzlich zu der Tiegelrotation eingesetzt. Die magnetohydrodynamischen Grundlagen wurden 1974 in Gorbachev et al. [GO47] für einen Zylinder mit einer endlichen Höhe veröffentlicht. In Dold et al. [DO99] ist das Potential des Einsatzes eines RMF's bezüglich Modellexperimente, Floating Zone, Czochralski- und Bridgmanzucht zusammengefasst dargestellt. Weitere Untersuchungen zur Beeinflussung der Schmelzströmung während der Kristallzucht mittels eines RMF's sind in den Kapitel 2.6 zitiert.

Aktuelle Untersuchungen beschäftigen sich mit der Möglichkeit gepulste RMF's für eine bessere Schmelzdurchmischung einzusetzen. In Eckert et al. [ECK08] werden die Grundlagen zum Einsatz eines gepulsten RMF's beschrieben und in Willers et al. [WI08] wird die praktische Anwendung bei der Erstarrung von Al-7wt%Si gezeigt.

Im Gegensatz zum RMF induziert das TMF [MA02] direkt eine torusförmige Grundströmung in der meridionalen Schmelzebene. Die erste Erwähnung des Einsatzes eines TMF's erfolgte 1997 in Ono et al. [ON97] bei numerischen Simulationen zur Siliziumzucht mittels Czochralski-Technik. Eine Zusammenfassung der Nutzungsmöglichkeiten eines TMF's bei der industriellen Kristallzucht mittels des Einsatzes eines Heizer-Magnet-Moduls [RU08, KAS08] für die vapour pressure controlled Czochralski (VCz) und liquid encapsulated Czochralski (LEC) GaAs-Zucht wird in Rudolph [RU08] aufgezeigt. Das Heizer-Magnet-Modul besteht aus mehreren Spulen, welche im Inneren des ZuchtungsOfens angeordnet sind und Widerstandsheizern darstellen, welche gleichzeitig ein TMF erzeugen. Die magnetische Induktion, Frequenz und Phase des TMF's sind dabei frei wählbar und können den Halbleitermaterialien und Zuchtungsbedingungen angepasst werden.

Aktuell werden auf der einen Seite die Einsatzmöglichkeiten eines TMF's bei der Bridgman-Erstarrung von multikristallinen Siliziumblöcken z.B. [KIE12] untersucht bzw. auf der anderen Seite wird das TMF modifiziert (Doppelfrequenz TMF) um die Lorentzkraftverteilung in der Schmelze gezielt anpassen zu können. In Dropka et al. [DRO12b] wird der Einsatz eines Doppelfrequenz TMF's am Beispiel der Czochralski-Siliziumzucht mit Hilfe von numeri-

² Die Primärströmung wird direkt durch das Magnetfeld induziert. Die Sekundärströmung entsteht auf Grund von Druckunterschieden in der Schmelze, welche durch die Primärströmung erzeugt werden. Die Sekundärströmung befindet sich in der meridionalen Schmelzebene und ist durch zwei spiegelsymmetrische, gegenläufig rotierende Strömungswirbel gekennzeichnet. Insgesamt ist ihre Strömungsgeschwindigkeit eine Größenordnung kleiner als die der Primärströmung.

sche Simulationen vorgestellt. Durch den Einsatz von zwei Frequenzen lässt sich die Lorentzkraftverteilung in der Schmelze so steuern, dass ein Herauslösen von Sauerstoff aus dem Tiegel reduziert wird und gleichzeitig das Abdampfen von SiO_2 aus der Schmelze verstärkt wird und damit insgesamt die Sauerstoffkonzentration im Kristall reduziert wird.

Um die gewünschten positiven Effekte bei den Kristalleigenschaften durch den Einsatz eines AC-Magnetfeldes bei Kristallzuchtung zu erhalten, ist es aber in allen Fällen notwendig die Magnetfeldparameter in Abhängigkeit von den thermischen Zuchtungsparametern und Materialeigenschaften zu optimieren. Diese Parameteroptimierung erfolgt über numerische Simulationen z.B. [DRO10], Zuchtungsexperimente z.B. [FRA09, RU9] und Modellexperimente z.B. [GA12].

Für die numerischen Simulationen von z.B. Temperaturfeldern in der Schmelze bzw. im gesamten Ofen, Verteilungen der Lorentzkraft und Bestimmung des Strömungsfeldes in der Schmelze stehen eine Vielzahl von Simulationscodes zur Verfügung. Deren Vor- und Nachteile sind in der Dissertation von Dadzis [DA12] zusammengefasst. Je nach verwendetem Code sind in Abhängigkeit von den Simulationsparametern verschiedene Aussagen über die Kristalleigenschaften möglich. Es ist z.B. möglich die Durchbiegung der Phasengrenze bzw. das thermische Stressniveau im Kristall z.B. [FRAR08] zu bestimmen oder Aussagen bezüglich der Heizerleistungen z.B. [BIR00] und Verteilung der Lorentzkraft z.B. [DRO12b] zu treffen.

Neben den numerischen Simulationen sind auch Modellexperimente für eine umfassende Charakterisierung der Schmelzströmung nötig, da die Schmelzströmung einen signifikanten Einfluss auf die Kristallqualität hat z.B. [FRAR09, PÄ13].

Die Modellexperimente dienen der Bestimmung der Strömungsgeschwindigkeit und -struktur in einer Modellschmelze (typischerweise GaInSn), welche vergleichbare elektrische und thermische Eigenschaften wie die Halbleiterschmelzen hat, aber bei Raumtemperatur flüssig ist. Da es bei jetzigem Stand der Technik nicht möglich ist, die Schmelzströmung direkt im Ofen während der Kristallzuchtung zu messen, sind Modellexperimente zur Untersuchung der magnetfeldinduzierten Schmelzströmung unter isothermalen Bedingungen z.B. [RAM00, BA97] ein weit verbreiteter Stand der Technik³. Mit Hilfe der so ermittelten Strömungsstrukturen und Geschwindigkeiten in der Schmelze lassen sich Modellannahmen und Codes, welche bei numerischen Simulationen verwendet wurden, überprüfen [DA12]. Des

³ Die in der Literatur bekannten Ergebnisse isothermaler Modellexperimente bezüglich der RMF- und TMF-induzierten Schmelzströmung sind in Kapitel 2.6 zusammengefasst dargestellt.

Weiteren ist es möglich, die erhaltenen Daten mit Hilfe von dimensionslosen Kennzahlen auf die realen Züchtungsprozesse zu transferieren, z.B. [LA07] unter der Annahme das die magnetfeldinduzierten Strömung die thermische Strömung komplett kompensiert.

Im geringeren Umfang sind auch Untersuchungen publiziert, welche die Überlagerung einer magnetfeldinduzierten Strömung mit einem stabilen z.B. [GR09] oder instabilen axialen Temperaturgradienten (Rayleigh-Bénard-Konfiguration) z.B. [VO01] bei moderaten Temperaturen betrachten. Diese Experimente stellen stark idealisierte Modelle für zwei verschiedene Züchtungsverfahren da. Der instabile axiale Temperaturgradient ist ein Modell für die Czochralski-Züchtung [WILK88], wobei vernachlässigt wird, dass der zu erstarrende Kristall sich nicht über die gesamte Schmelzoberfläche erstreckt. Der stabile axiale Temperaturgradient ist ein Modell für das VGF-Verfahren. Im Gegensatz zum realen Züchtungsverfahren werden aber die radialen Temperaturgradienten und die dadurch erzeugte thermische Auftriebsströmung vernachlässigt. In der Literatur sind keine Veröffentlichungen zu Modellexperimenten bekannt, die die so erzeugte VGF-Auftriebsströmung mit oder ohne Kombination einer magnetfeldinduzierten Strömung nachbilden. Die Entwicklung entsprechender Modellgeometrien inklusive der entsprechenden Experimente zur VGF-Auftriebsströmung alleine bzw. in Kombination mit einer magnetfeldinduzierten Strömung stellt daher einen Haupt-schwerpunkt der vorliegenden Arbeit dar.

Zusammenfassend kann man sagen, die Arbeit befasst sich mit der Strömungsbeeinflussung der VGF-Auftriebsströmung mittels RMF- und TMF. Die Untersuchungen beinhalten sowohl numerische Simulationen, als auch Modellexperimente bzw. Ge- und GaAs-Züchtungsversuche. Der Hauptschwerpunkt der Arbeit liegt auf der Entwicklung von Modellexperimenten für die VGF-Auftriebsströmung in Kombination mit der RMF- bzw. TMF induzierten Strömung.

An Hand dieser gewählten Thematik ergibt sich folgende Gliederung der Arbeit:

In Kapitel 2 werden die theoretischen Grundlagen inklusive des vorherrschenden Wärme- und Stofftransportes während der Kristallzüchtung, als auch die Grundlagen der Magneto-hydrodynamik zusammengefasst. Sowohl für das TMF als auch für das RMF wird die zeitlich gemittelte Lorentzkraftdichte unter der Zuhilfenahme verschiedener Annahmen analytisch hergeleitet. Des Weiteren werden grundlegende Modelle für die numerischen Berechnungen von instationären Strömungen aufgeführt. Der Stand der Literatur wird bezüglich der gewählten Arbeitsschwerpunkte der Arbeit zusammengefasst.

In Kapitel 3 werden detailliert die im Rahmen der Arbeit entwickelten Modellgeometrien zur Strömungsmessung in der Modellschmelze GaInSn beschrieben. Des Weiteren wird der 3''VGF-Züchtungs-ofen und das TMF- bzw. RMF-Spulensystem mit den prinzipiellen Eigenschaften vorgestellt. Es wird auch eine Übersicht über die chemische Präparation der Züchtungsexperimente und Kristallscheiben gegeben. Zusätzlich werden alle verwendeten Messmethoden und die zur Verfügung stehenden numerischen Simulationsmethoden zusammengefasst dargestellt.

In Kapitel 4 werden die Ergebnisse der Modellexperimente inklusive der thermischen Charakterisierung der Modellgeometrien vorgestellt. Es werden sowohl die Ergebnisse der Charakterisierung der reinen VGF-Auftriebsströmung als auch der kombinierten VGF-/TMF- bzw. VGF-/RMF-Strömung bezüglich ihrer Strömungsstruktur und -stabilität vorgestellt.

In Kapitel 5 werden die thermische Charakterisierung des 3''VGF-Ofens als auch die Züchtungs- und Simulationsergebnisse von 3''Ge- und 3''GaAs-Kristallen bzw. 2''Ge-Kristallen vorgestellt. Ziel dieser Untersuchungen ist es: Zum einen die Grenzen für den Einsatz eines TMF down's in Hinblick auf die Minimierung der Durchbiegung der Phasengrenze bzw. des lokalen thermischen Stresses aufzuzeigen. Zum anderen wird der Einfluss von Magnetfeldern auf die Durchmischung der Schmelze im Falle der Gasphasendotierung für einen großen Parameterraum numerisch untersucht. Zusätzlich erfolgen exemplarische 2''Ge-Züchtungsversuche mit einer Zinkdotierung über die Gasphase.

2 Theoretische Grundlagen

2.1 Vertical gradient freeze - Einkristallzüchtung

2.1.1 Technologiebeschreibung

Das Vertical gradient freeze (VGF)-Züchtungsverfahren beinhaltet die gerichtete Erstarrung von Einkristallen aus der Schmelze. Es ist ein Kristallzüchtungsverfahren, welches bevorzugt für die Züchtung von versetzungsarmen Verbindungshalbleitern z.B. GaAs und InP eingesetzt wird [GAU86]. Der Hauptvorteil des Verfahrens ist, dass im Vergleich zum Bridgman-Verfahren [BRIC86] keine mechanische Bewegungen des Ofens bzw. des Tiegels erfolgen, um eine Verschiebung des Temperaturfeldes im Ofen relativ zur Position der Schmelze bzw. des erstarrten Kristalls zu erreichen. Das Temperaturfeld selber wird in Abhängigkeit der Züchtungszeit geändert. Dadurch können die Kristalle erschütterungsfrei gezüchtet werden, was sich positiv auf die strukturellen Kristalleigenschaften auswirkt. Am Institut für NE-Metallurgie und Reinststoffe sind spezielle VGF-Öfen vorhanden (vgl. Kapitel 3.1), welche die VGF-Kristallzüchtung unter Dampfdruckkontrolle [PÄ04] ermöglichen.

Das Ausgangsmaterial inklusive einkristallinem Keim befindet sich in einem zylindrischen Tiegel, welcher wiederum in einer Quarzglasampulle sitzt. Um die Ampulle herum angeordnet sind mehrere übereinander liegende, separat steuerbare Heizer. Die Heizer erzeugen einen axialen Temperaturgradienten in der Schmelze, welcher über eine externe automatisierte Computersteuerung vertikal im Ofen während des Züchtungsprozesses verschoben wird. Die Verschiebung des Temperaturgradienten in der Schmelze erfolgt über eine Anpassung der Heizerleistungen in Abhängigkeit der Gesamtzüchtungszeit.

Enthält das Züchtungsmaterial leichtflüchtige Komponenten (z.B. Arsen bei GaAs) so ist es möglich, das Abdampfen dieser durch eine zusätzliche Abdeckschmelze (z.B. B_2O_3) und den Einsatz einer aktiven Dampfdruckquelle zu verhindern [FRA96]. Des Weiteren dient die Dampfdruckquelle dazu, den für die Gasphasendotierung benötigten Partialdruck

(z.B. Zinkpartialdruck bei der Gasphasendotierung von Germanium) in der geschlossenen Ampulle bereit zu stellen [BUH00]. In beiden Fällen ermöglicht die separate Temperatursteuerung dieser Heizzone eine Steuerung des Dampfdruckes in der Ampulle in Abhängigkeit der gewählten Temperatur und Zeit. Dieses erweiterte VGF-Prinzip ist nochmal in Bild 2.1 schematisch dargestellt.

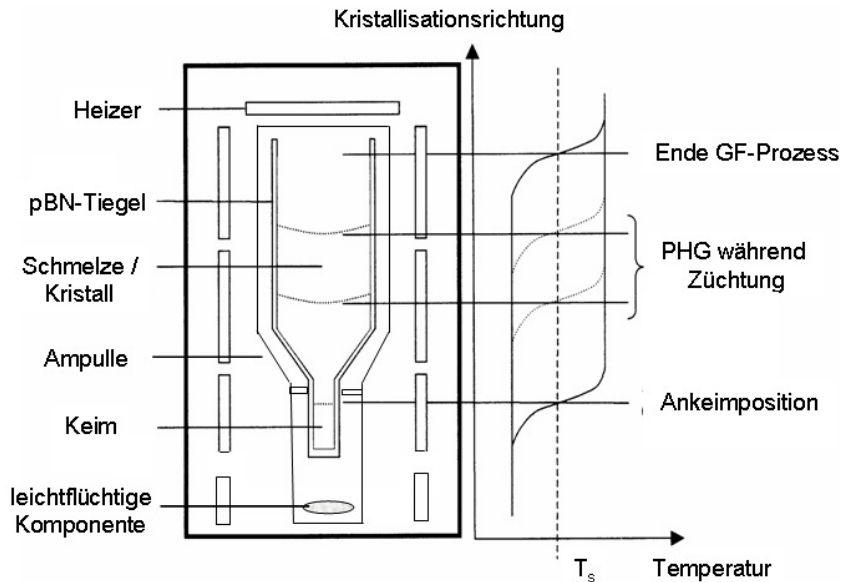


Bild 2.1: Schematische Darstellung des VGF-Ofens inkl. Dampfdruckquelle (links) mit axialem Temperaturverlauf im Bereich der Phasengrenze (rechts)

Der VGF-Prozess selber besteht aus vier Phasen:

- Aufheizphase
- Homogenisierung
- Gerichtete Erstarrung
- Abkühlphase

In der **Aufheizphase** werden das polykristalline Ausgangsmaterial und die Hälfte des einkristallinen Keims aufgeschmolzen. Die Lage der Schmelzpunktisothermen nach der Aufheizphase definiert die Position des Ankeimpunktes. Als zweiter Schritt wird die **Homogenisierungsphase** bei konstanten Heizerleistungen durchgeführt. Das Ziel der Phase ist: eine gleichmäßige Durchmischung der Schmelze und eine thermische Homogenisierung der Schmelze. Anschließend beginnt die **gerichtete Erstarrung** (gradient freeze (GF)-Prozess), d.h. die Temperatur im Ofenraum wird langsam vom Keim ausgehend zur Schmelzoberfläche hin abgesenkt und dementsprechend erstarrt der Kristall von unten nach oben. Das dafür benötigte Temperaturfeld ist axialsymmetrisch und weist einen geringen, annähernd linearen Temperaturgradienten an der Phasengrenze auf. Daraus resultieren Kristalle mit niedriger Versetzungsdichte und einer hohen strukturellen Perfektion. Auf der anderen Seite führt der

geringe Temperaturgradient zu einer begrenzten Wärmeabfuhr und damit zu einer niedrigen Wachstumsgeschwindigkeit. Die damit verbundenen Produktivitätsnachteile werden durch geringe Anlagen- und Prozesskosten und dem Nichtvorhandensein von bewegten Teilen kompensiert. Im Anschluss an die Erstarrung wird der gezüchtete Kristall in der **Abkühlphase** langsam auf Raumtemperatur abgekühlt.

2.1.2 Wärmetransport während der Kristallisation

Während der gerichteten Erstarrung treten typischerweise axiale und radiale Wärmeflüsse auf, die in Bild 2.2 dargestellt sind. Der Verlauf der Wärmeflüsse ergibt sich aus der Heizernanordnung bzw. -leistung.

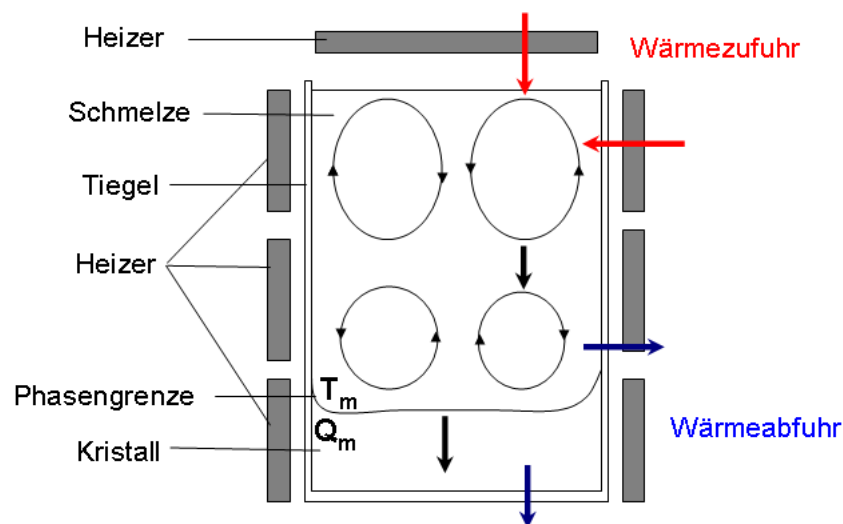


Bild 2.2: Schematische Darstellung der Wärmeflüsse und der Schmelzkonvektion beim VGF-Verfahren

Im oberen Teil der Schmelze wird Wärme über die Seiten- und den Deckelheizer von außen zugeführt (rot markierte Pfeile in Bild 2.2) und damit steigt die Temperatur in der Schmelze an. Durch Konvektion und Wärmeleitung (schwarz markierte Pfeile in Bild 2.2) wird die erzeugte Wärme in die Schmelze abtransportiert. Zusätzlich wird im unteren Teil des Ofens Wärme (blau markierte Pfeile in Bild 2.2) über die Schmelze an die Ofenumgebung abgegeben, wodurch die Temperatur der Schmelze absinkt und die Schmelze gerichtet erstarren kann. Durch die Erstarrung wird an der Phasengrenze Schmelze/Kristall Kristallisationswärme Q_m freigesetzt. Die Kristallisationswärme wird sowohl an die Schmelze abgegeben als auch im Kristall über Wärmeleitung abtransportiert.

Die so beschriebenen Wärmeflüssen resultieren in radialen Temperaturgradienten, welche auf der einen Seite eine Auftriebskonvektion in der Schmelze mit zwei spiegelsymmetrischen, meridional gegenläufigen rotierenden Wirbeln erzeugen (vgl. Bild 2.2) und auf der anderen Seite die Durchbiegung der Temperaturisothermen an der Phasengrenze verursachen.

Die Menge des Wärmeein- und -austrages lässt sich durch verschiedene Prozessparameter beeinflussen:

- Heizereinstellungen
- Züchtungsgeschwindigkeit
- Genaue Positionierung des Tiegels im Temperaturfeld
- Zusätzliche Einbauten wie z.B. Tiegelstützen
- Unterschiedliche Wärmeleitfähigkeiten von Halbleiterschmelzen bzw. -kristalle und Tiegelmaterialien

Für ein Einheitsvolumen lässt sich ausgehend vom Energieerhaltungssatz⁴ die **konvektive Wärmeleitungsgleichung** für die inkompressible⁵ Halbleiterschmelze herleiten [NI11]:

$$\frac{\delta T}{\delta t} + (\vec{u} \cdot \vec{\nabla})T = \kappa \vec{\nabla}^2 T \quad \text{mit } \kappa = \frac{\lambda_l}{c_p \rho} \quad (2.1)$$

Die Gleichung 2.1 beschreibt die zeitliche Änderung eines Temperaturfeldes T in einem strömenden Fluid, welche sich aus einem strömungsabhängigen Term $(\vec{u} \cdot \vec{\nabla})T$ mit der Strömungsgeschwindigkeit \vec{u} und einem Anteil der Wärmeleitung $\kappa \vec{\nabla}^2 T$ mit dem Wärmeleitwert κ ergibt. Der Wärmeleitwert setzt sich aus der Wärmeleitfähigkeit λ_l , der Wärmekapazität c_p und der Dichte ρ zusammen.

Für das Lösen der Wärmeleitungsgleichung müssen Randbedingungen definiert werden. Typische Randbedingungen sind:

- Eine konstante Randtemperatur: $T = \text{const.}$ (Dirichet Randbedingung)
- Kein Wärmeaustausch mit der Umgebung: $\frac{\delta T}{\delta \vec{n}} = 0$ (Neumann Randbedingung)
- Einen linearen Wärmefluss durch z.B. die Tiegelwand $-\lambda \frac{\delta T}{\delta \vec{n}} = \alpha(T_w - T_\alpha)$ mit der Wandtemperatur T_w , der Referenztemperatur T_α und dem Wärmeübergangskoeffizienten α . (Poincare Randbedingung)

⁴ Der Energieerhaltungssatz (1. Grundsatz der Thermodynamik) besagt, dass der Energieanstieg in einem System gleich der zugeführten Wärme und der vom System realisierten Arbeit ist.

⁵ Inkompressibel bedeutet, dass das Fluid bei einer Druckänderung bei konstanter Temperatur seine Dichte nicht ändert.

Für die Definition der Temperaturrendbedingung an der Phasengrenze (Gl. 2.2) muss zusätzlich die Freisetzung der Kristallisationswärme an der Phasengrenze berücksichtigt werden.

Es werden folgende Annahmen getroffen:

- Direkt vor der Phasengrenze tritt keine Schmelzkonvektion auf.
- Alle Wärmeflüsse treten entlang der Normalenrichtung der Phasengrenze auf.
- Die Phasengrenze weist eine konstante Temperatur T_m auf.

$$\lambda_l \left(\frac{\delta T}{\delta \bar{n}} \right)_l + \rho q_m \bar{v}_k = \lambda_s \left(\frac{\delta T}{\delta \bar{n}} \right)_s \quad (2.2)$$

Gleichung 2.2 besagt, dass die Wärmeleitung in der Schmelze zusammen mit der freigesetzten latenten Wärme, welche von der spezifischen Kristallisationswärme q_m und der Züchtungsgeschwindigkeit \bar{v}_k abhängt, gleich der Wärmeleitung über den erstarrten Kristall ist. Durch Umstellen der Gleichung 2.2 ergibt sich die maximale Wachstumsgeschwindigkeit $\bar{v}_{k,\max}$ als Funktion der Temperaturgradienten in der Schmelze und im Kristall, der freigesetzten Menge der latenten Wärme und den Wärmeleitfähigkeiten in der Schmelze bzw. im Kristall.

$$\bar{v}_k = \frac{1}{\rho q_m} \left(\lambda_s \left(\frac{\delta T}{\delta \bar{n}} \right)_s - \lambda_l \left(\frac{\delta T}{\delta \bar{n}} \right)_l \right) \quad (2.3)$$

2.1.3 Stofftransport- und Segregation

Die homogene Verteilung und damit auch der Transport von Dotierstoffen und Verunreinigungen spielt eine entscheidene Rolle für die Kristallqualität. Das Konzentrationsfeld in der Schmelze lässt sich ausgehend vom Satz der Massenerhaltung (vgl. Kap. 2.2) durch die **konvektive Diffusionsgleichung** für inkompressible Fluide mit konstanter Dichte beschreiben.

$$\frac{\delta c}{\delta t} + (\bar{u} \cdot \bar{\nabla})c = \bar{\nabla} \cdot (D \bar{\nabla}^2 c) \quad (2.4)$$

Die zeitliche Änderung der Konzentration c in einem Kontrollvolumen basiert auf konvektiven - und diffusiven Stofftransport. Der konvektive Stofftransport hängt von der Strömungsgeschwindigkeit \bar{u} und der Diffusive von der Diffusionskonstante D ab.

Analog zur Definition vor Temperaturrandbedingungen lassen sich für die konvektive Diffusionsgleichung Konzentrationsrandbedingungen bestimmen:

- Eine unendliche Konzentrationsquelle lässt sich über $c = \text{const.}$ beschreiben (Dirlichet Randbedingung).
- In einem abgeschlossenem System gilt: $\frac{\delta c}{\delta \vec{n}} = 0$ (Neumann Randbedingung).

Für die Konzentrationsrandbedingung an der Phasengrenze muss zusätzlich der Einbau der Dotierstoffe in den Kristall über den Segregationseffekt berücksichtigt werden.

$$D \frac{\delta c}{\delta \vec{n}} = c(1 - k_0) \vec{u} \quad (2.5)$$

Der Segregationseffekt wird mit Hilfe des **Gleichgewichtsverteilungskoeffizienten** k_0 beschrieben, der sich wie folgt ergibt: Löslichkeitsunterschiede des Fremdstoffes in der festen und flüssigen Phase führen zur An- bzw. Abreicherung des Stoffes im Fluid und damit zur axialen Segregation. Diese lässt sich im thermodynamischen Gleichgewicht, wenn die Solidus- und Liquiduslinie sich als Geraden approximieren lassen, mit dem Gleichgewichtsverteilungskoeffizienten k_0 , der sich als Quotient der Konzentration des Dotierstoffes in der festen Phase c_s und in der flüssigen Phase c_l ergibt, beschreiben⁶.

$$k_0 = \frac{c_s}{c_l} \quad (2.6)$$

Für zwei Grenzfälle (pure Diffusion und komplette Durchmischung der flüssigen Phase) lassen sich analytische Ausdrücke für den axialen Verlauf der Dotierstoffkonzentration im Kristall finden. Das **Modell von Tiller** [TI53] beschreibt den axialen Verlauf der Dotierstoffkonzentration, wenn die Schmelze nur diffusiv durchmischt wird.

$$c_s = c_0 \left(1 - (1 - k_0) \exp\left(-\frac{k_0 v_k z}{D}\right) \right) \quad (2.7)$$

Das **Modell von Scheil** [SCHEI42] beschreibt den Verlauf der Dotierstoffkonzentration, wenn die Schmelze rein konvektiv durchmischt wird. Es gilt damit für Normalerstarrung und eine vollständig durchmischte Schmelze.

$$c_s = k_0 c_0 (1 - g)^{k_0 - 1} \quad (2.8)$$

Beide Modelle gehen von einem geschlossenen System aus und berücksichtigen keinen Stofftransport über die Schmelzgrenze hinweg (z.B. Abdampfen von Sauerstoff während der Kristallerstarrung).

⁶ Alle Erläuterungen gelten für eine höhere Löslichkeit des Dotierstoffes in der Schmelze als im Kristall. Sie lassen sich aber auch analog für den umgekehrten Fall treffen.

Bei realen Züchtungsbedingungen werden die Gleichgewichtsbedingungen meist nicht erreicht und es tritt in der Schmelze sowohl konvektiver als auch diffusiver Transport auf. Daher wird ein effektiver Verteilungskoeffizient k_{eff} definiert. Der effektive Verteilungskoeffizient hängt von Gleichgewichtsverteilungskoeffizienten k_0 , der Züchtungsgeschwindigkeit v_k , der Diffusionsgrenzsichtdicke vor der Phasengrenze δ und dem Diffusionskonstante D in der Schmelze ab.

In der Diffusionsgrenzsicht vor der Phasengrenze ist Konvektion als Transportmechanismus vernachlässigbar und der diffusive Stofftransport dominiert. Die Dicke dieser Schicht hängt wiederum von der Strömungsgeschwindigkeit u vor der Phasengrenze ab. Ein einfaches eindimensionales Modell für die Beschreibung dieser Grenzsicht und für die Bestimmung von k_{eff} wurde von **Burton, Prim und Slichter** (BPS) [Bu53a] aufgestellt. Es beinhaltet folgende zusätzliche Annahmen:

- Der Diffusionskoeffizient in der Schmelze und die Züchtungsgeschwindigkeit sind konstant.
- Es gibt keine Dichteunterschiede zwischen Schmelze und Kristall.
- Im Kristall tritt keine Diffusion auf.

Das Modell beschreibt den stationären Zustand der Diffusionsgrenzsicht, welche eine konstante Dicke hat und sich mit konstanter Geschwindigkeit entlang der Wachstumsrichtung vor der Phasengrenze bewegt. Die aus dem Schmelzvolumen antransportierten Dotierstoffteilchen werden mit einem konstanten k_0 in den Kristall eingebaut. Nur innerhalb der eindimensionalen Fluidschicht ergibt sich eine ortsabhängige Konzentrations- und Geschwindigkeitsverteilung. Die Schmelze ist außerhalb der Diffusionsgrenzsicht vollständig durchmischt und die Dotierstoffkonzentration ist homogen verteilt.

Daraus ergibt sich für k_{eff} folgender Zusammenhang, wobei die Dicke der Diffusionsgrenzsicht als numerischer Anpassungsparameter δ_{BPS} erfasst wird.

$$k_{eff} = \frac{k_0}{k_0 + (1 - k_0) \exp\left(-\frac{v_k \delta_{BPS}}{D}\right)} \quad (2.9)$$

Die Grenzsichtdicke wird umso kleiner je besser die Durchmischung der Schmelze vor der Phasengrenze ist. Eine gute Näherung für die Dotierstoffverteilung im Kristall bei gerichteter Erstarrung und unter der Ausbildung einer Diffusionsgrenzsicht erhält man, wenn man den nach Burton, Prim und Slichter definierten effektiven Verteilungskoeffizienten (Gl. 2.9) in die Konzentrationsgleichung nach Scheil (Gl. 2.8) einsetzt.

Je nachdem wie die konkreten Züchtungsbedingungen aussehen, gibt es in der Literatur weitere Modelle für den effektiven Verteilungskoeffizienten. Das Modell nach Czapelski [CZ98] berücksichtigt zum Beispiel eine variable Wachstumsgeschwindigkeit. Ostrogorsky und Müller [OS92] haben ein spezielles Modell für die Czochralski-Züchtung entwickelt.

Neben den Transportbedingungen können auch kinetische Effekte ein Grund für den inhomogenen Einbau von Dotierstoffen im Kristall sein. Zum Beispiel liegen bei Facettenwachstum lokal unterschiedliche Wachstumsgeschwindigkeiten vor, die zu einem unterschiedlichen Einbau von Dotierstoffen entlang verschiedener kristallographischer Richtungen führen [CHT90].

Neben der axialen Segregation spielt auch die **radiale Segregation** eine Rolle. Radiale Konzentrationsunterschiede werden durch die Durchbiegung der Phasengrenze bzw. die Intensität der Strömungskonvektion genau vor der Phasengrenze erzeugt. Im Falle des thermischen Auftriebes bei der VGF-Züchtung hat man vor der Phasengrenze zwei axialsymmetrische meridionale Strömungswirbel vorliegen. Dies resultiert in einer Strömungsgeschwindigkeit, welche in der Schmelzachse erniedrigt ist. Das bedeutet wiederum, dass die Diffusionsgrenzschicht an dieser Stelle dicker ist, der Stofftransport deshalb verlangsamt ist und die Dotierstoffe dort verstärkt eingebaut werden [BE09].

Zusätzlich kann man bei der VGF-Züchtung auch noch gezielt **Striations** (Mikrosegregation) erzeugen, um die Phasengrenze zu markieren (vgl. Kapitel 3.5). Striations haben eine Ausdehnung von einigen Mikrometern und entstehen durch Dotierstoffinhomogenitäten entlang der Phasengrenze, welche wiederum durch zeitliche Fluktuationen der Strömungsgeschwindigkeiten entstehen. Um diese Effekte zu vermeiden, benötigt man eine laminare Strömung und eine hohe Regelgenauigkeit der Heizer.

2.2 Grundlagen der Magnetohydrodynamik

In der Kristallzüchtung werden Magnetfelder zur kontaktlosen Strömungskontrolle von elektrisch leitenden Halbleiterschmelzen eingesetzt. Die Wirkungsweise eines Magnetfeldes auf ein elektrisch leitendes Fluid wird im Rahmen der Magnetohydrodynamik (MHD) behandelt. Zur Beschreibung der magnetohydrodynamischen Kopplung zwischen dem Geschwindigkeitsfeld und dem Magnetfeld werden neben den hydrodynamischen Grundgleichungen die Grundgleichungen der Elektrodynamik benötigt. Für eine detaillierte Herleitung der hydrodynamischen Gleichungen wird auf die gängigen Lehrbücher z.B. Shercliff „Introduction to the magnetohydrodynamic“ [SH65] bzw. Kaiser „Magnetohydrodynamische Effekte bei der Halbleiterkristallzüchtung“ [KA98] verwiesen. Für die Herleitung der Grundgleichungen der Elektrodynamik wird auf die Lehrbuchreihe „Grundkurs der Theoretischen Physik“ von Nolting [NO00] verwiesen.

2.2.1 Hydrodynamische Grundgleichungen

Kontinuitätsgleichung

Die Erhaltung der Masse (Kontinuitätsgleichung) ist ein fundamentales Gesetz, welches das physikalische Verhalten kontinuierlicher Medien beherrscht. Das Hauptprinzip besagt, dass die Masse erhalten bleibt und es damit keine Erzeugung und Vernichtung von Masse gibt. Die zeitliche Änderung der Masse dm/dt in einem Kontrollvolumen dV ist über die Zeit t betrachtet null.

$$\frac{dm}{dt} = 0 \quad (2.10)$$

Eine Änderung der Gesamtmasse m in dem Kontrollvolumen (linker Term Gl. 2.11) entspricht einem Netto-Massestrom $\vec{j}_p = \rho \vec{u}$ durch die Oberfläche dieses Volumens (rechter Term Gl. 2.11).

$$\frac{d}{dt} \int_V \rho \delta V = - \int_A \rho \vec{u} \delta \vec{A} \quad (2.11)$$

Mit Hilfe des Gaußschen Satzes lässt sich aus der Gleichung 2.11 die Kontinuitätsgleichung herleiten.

$$\int_V \left(\frac{\partial \rho}{\partial t} + \vec{\nabla} \cdot (\rho \vec{u}) \right) \delta V = 0 \quad \text{bzw.} \quad \frac{\partial \rho}{\partial t} + \vec{\nabla} \cdot (\rho \vec{u}) = 0 \quad (2.12)$$

Gleichung 2.12 besagt, dass eine Masseänderung in einem fixen Volumen nur durch einen Massefluss in das Volumen hinein bzw. aus dem Volumen heraus realisiert werden kann.

Für ein inkompressibles Fluid ($\rho(\vec{r}, t) = \text{konst.}$) vereinfacht sich die Kontinuitätsgleichung wie folgt:

$$\vec{\nabla} \cdot \vec{u} = 0 \quad (2.13)$$

Diese Annahme wird von allen in dieser Arbeit untersuchten Halbleiter- und Modellschmelzen erfüllt. Daher kann bei allen weiteren Betrachtungen die vereinfachte Kontinuitätsgleichung zu Grunde gelegt werden.

Navier-Stokes-Gleichung

Die Differentialgleichung zur Erhaltung des Impulses (Navier-Stokes-Gleichung) kann aus dem 2. Newtonschen Gesetz bestimmt werden. Das 2. Newtonsche Gesetz besagt, dass die zeitliche Änderung eines Impulses eines Fluides (linke Term Gl. 2.14) gleich der Summe der angreifenden Kräfte ist. Man unterscheidet dabei zwischen Volumen- und Oberflächenkräften.

$$\frac{d}{dt} \int_V \rho \vec{u} dV = \int_V \rho \vec{f}_a dV + \int_A d\vec{A} \cdot \sigma_{ij} \quad (2.14)$$

Auf ein Volumenelement wirkt die Volumenkraft $\rho \vec{f}_a dV$ und auf ein Oberflächenelement die Oberflächenkraft $d\vec{A} \cdot \sigma_{ij}$ mit σ_{ij} gleich dem Spannungstensor.

Zur Umformung der linken Seite der Gleichung 2.14 verwendet man die Gleichung 2.15 für eine beliebige physikalische Größe Ψ und den Gaußschen Satz.

$$\frac{d}{dt} \int_V \rho \Psi(\vec{r}, t) dV = \int_V \rho \frac{d\Psi(\vec{r}, t)}{dt} dV \quad (2.15)$$

Daraus ergibt sich die differentielle Form von Gleichung 2.14.

$$\frac{\partial(\rho \vec{u})}{\partial t} + \rho \vec{u} \cdot \vec{\nabla} \vec{u} = \rho \vec{f}_a + \vec{\nabla} \cdot \sigma \quad (2.16)$$

Den Spannungstensor σ_{ij} , kann man in den Reibungstensor τ_{ij} und einen hydrostatischen Anteil $-\rho\delta_{ij}$ zerlegen, wobei δ_{ij} die Kroneker Delta Funktion darstellt.

$$\sigma_{ij} = -\rho\delta_{ij} + \tau_{ij} \quad (2.17)$$

Der Reibungstensor verschwindet in einem ruhenden Fluid und tritt nur zwischen Fluidelementen mit unterschiedlicher Geschwindigkeit auf. Er hängt somit alleine von den Ortsableitungen der Geschwindigkeitskomponenten ab (Charakteristikum newtonscher Fluide). Des Weiteren dürfen bei einem gleichmäßig rotierenden Fluid keine Reibungskräfte auftreten. Dies ergibt sich aus der Drehimpulserhaltung für das Fluid.

Unter der Einführung der Scherviskosität⁷ η_s und der Volumenviskosität⁸ ξ , erhält man damit für den Reibungstensor folgenden Zusammenhang:

$$\tau_{ij} = \eta_s \left(\frac{\partial u_j}{\partial x_i} + \frac{\partial u_i}{\partial x_j} - \frac{2}{3} \frac{\partial u_k}{\partial x_k} \delta_{ij} \right) + \xi \frac{\partial u_k}{\partial x_k} \delta_{ij} \quad (2.18)$$

Durch Einsetzung des Spannungstensors (Gleichung 2.17 und 2.18) in Gleichung 2.16 erhält man die differentielle Form der Navier-Stokes-Gleichung für Newtonsche Fluide.

$$\frac{\partial(\rho\vec{u})}{\partial t} + \rho\vec{u} \cdot \vec{\nabla}\vec{u} = \vec{f}_a - \vec{\nabla}p + \eta_s \Delta\vec{u} + \left(\frac{1}{3}\eta_s + \xi \right) \vec{\nabla}(\vec{\nabla} \cdot \vec{u}) \quad (2.19)$$

Impulsänderung = äußere Kraft – Druckkraft + Oberflächenkraft / molekulare Wechselwirkungen

Bei einer vernachlässigbaren Volumenviskosität ($\xi = 0$) und bei inkompressiblen Fluiden vereinfacht sich die Navier-Stokes-Gleichung weiter zu:

$$\rho \left(\frac{\partial(\vec{u})}{\partial t} + (\vec{u} \cdot \vec{\nabla})\vec{u} \right) = \vec{f}_a - \vec{\nabla}p + \eta_s \Delta\vec{u} \quad (2.20)$$

Im Allgemeinen ist die Dichte ρ eine Funktion des Druckes und der Temperatur. Ein Temperatur- oder Stoffgradient im Fluid kann damit Dichteänderungen verursachen, welche wiederum in einer thermischen oder solutalen Konvektion resultieren können

Wenn die Dichteveränderungen nicht groß sind, kann die Dichte als konstante Größe in die Navier-Stokes-Gleichung, bis auf eine Ausnahme (dem Term der Gravitationskraft) eingesetzt werden. Für diesen Term kann man auf die so genannte **Boussinesq - Approximation** (Gleichung 2.21) zurückgreifen.

⁷ Scherviskosität ist der Widerstand, den ein Fluid der Wirkung von tangentialen Oberflächenkräften (Scherung) entgensetzt.

⁸ Volumenviskosität ist der Widerstand eines Fluides gegen Kompression.

Sie nimmt an, dass die Dichte ρ linear mit der Temperatur T und der Teilchenkonzentration C_i ansteigt

$$(\rho_0 - \rho)\vec{g} = \rho_0\vec{g}\left(\beta_T[T - T_0] + \sum_i \beta_s C_i [C_i - C_{i0}]\right) \quad (2.21)$$

mit ρ_0 als Referenzdichte bei der Temperatur T_0 und der Konzentration C_{i0} und β_T und β_s als thermischen und solutalen Volumenausdehnungskoeffizienten. Bei geringen Verunreinigungskonzentrationen sind die Auftriebskräfte, welche durch die konzentrationsbedingten Dichteunterschiede entstehen, vernachlässigbar gegenüber den thermisch bedingten Dichteunterschieden. Da diese Voraussetzung für die betrachteten Halbleiterschmelzen zutrifft, wird der 2. Term der Gleichung 2.21 in allen weiteren Betrachtungen vernachlässigt.

Die Navier-Stokes-Gleichung mit Boussinesq-Approximation lautet dann wie folgt:

$$\frac{\partial(\vec{u})}{\partial t} + (\vec{u} \cdot \vec{\nabla})\vec{u} = \frac{1}{\rho} \vec{f}_a - \frac{1}{\rho} \vec{\nabla} p + \nu \Delta \vec{u} + \vec{g}\beta(T - T_0) \quad (2.22)$$

2.2.2 Grundgleichungen der Elektrodynamik

Ausgangspunkt sind die **Maxwellgleichungen**, welche die magnetische Flussdichte \vec{B} , die elektrische Feldstärke \vec{E} , die magnetische Feldstärke \vec{H} , die elektrische Flussdichte \vec{D} und die elektrische Ladungsdichte q sowie die Stromdichte \vec{j} unabhängig von den Materialeigenschaften in Verbindung setzen. In den Maxwellgleichungen gehen des Weiteren die Ladungsträgerdichte ρ_e , die Dielektrizitätskonstante ϵ_0 und die magnetische Feldkonstante μ_0 im Vakuum ein.

$$\text{Coulomb'sches Gesetz } \vec{\nabla} \cdot \vec{D} = \rho_e \quad (2.23)$$

Das Coulomb'sche Gesetz besagt, dass eine Ladungsträgerdichte Quelle des elektrischen Feldes ist.

$$\text{Faraday'sches Gesetz } \vec{\nabla} \times \vec{E} = -\frac{\delta \vec{B}}{\delta t} \quad (2.24)$$

Die physikalische Bedeutung des Faraday'schem Gesetzes liegt darin, dass ein elektromagnetisches Feld durch ein zeitabhängiges magnetisches Feld oder durch die Bewegung eines leitfähigen Mediums im magnetischen Feld erzeugt werden kann.

$$\text{Ampere-Maxwell'sches Gesetz} \quad \vec{\nabla} \times \vec{B} = \mu_0 \left(\vec{j} + \varepsilon_0 \frac{\delta \vec{E}}{\delta t} \right) \quad (2.25)$$

Das Ampere-Maxwell'sche Gesetz gibt das magnetische Feld basierend auf einer elektrischen Stromdichteverteilung an.

$$\text{Quellenfreiheit des } \vec{B}\text{-Feldes} \quad \vec{\nabla} \cdot \vec{B} = 0 \quad (2.26)$$

Die Quellenfreiheit des magnetischen \vec{B} -Feldes bedeutet, dass es keine magnetischen Monopole gibt.

Die elektrische- und magnetische Flussdichte sind mit der elektrischen- und magnetischen Feldstärke über die Dielektrizitätskonstante und magnetische Feldkonstante verbunden.

$$\vec{D} = \varepsilon_0 \vec{E} \quad \vec{B} = \mu_0 \vec{H} \quad (2.27 \text{ und } 2.28)$$

Das **Ohm'sche Gesetz** (Gleichung 2.29) ist ein empirisches Gesetz, welches die elektrische Stromdichte mit dem elektrischen Feld in einem bewegten, leitfähigen Medium (elektrische Leitfähigkeit σ) verbindet.

$$\vec{j} = \sigma (\vec{E} + \vec{u} \times \vec{B}) \quad (2.29)$$

Als weitere Grundgleichung für die Elektrodynamik gilt die **Ladungserhaltung** (Gleichung 2.30), welche sich aus der zeitlichen Ableitung des Coulomb'schen Gesetzes zusammen mit der Divergenz des Ampere'schen Gesetzes ergibt.

$$\vec{\nabla} \cdot \vec{j} = -\frac{\delta \rho_e}{\delta t} \quad (2.30)$$

Aus den Gleichungen 2.23 – 2.26 kann man \vec{E} , \vec{D} und \vec{H} eliminieren um die **magnetische Induktionsgleichung** 2.31 zu erhalten.

$$\frac{\delta \vec{B}}{\delta t} = \vec{\nabla} \times (\vec{u} \times \vec{B}) - \frac{1}{\mu_0 \sigma} \vec{\nabla}^2 \vec{B} \quad (2.31)$$

Die Gleichung beschreibt die zeitliche Variation des magnetischen Feldes in Folge magnetischer Konvektion (1. Term rechte Seite) und magnetischer Diffusion (2. Term rechte Seite).

Die Hydrodynamik und die Elektrodynamik sind durch den Kraftquellenterm \vec{f}_a in der Navier-Stokes-Gleichung gekoppelt. Die **Lorentzkraft** \vec{f}_L ist die Kraft, die ein elektromagnetisches Feld auf eine Ladungsträgerdichte ausübt.

$$\vec{f}_L = \rho_e \vec{E} + \vec{j} \times \vec{B} \quad (2.32)$$

2.3 Kristallzuchtung unter dem Einfluss zeitabhängiger Magnetfelder

In der Kristallzuchtung werden sowohl statische Magnetfelder (DC) als auch magnetische Wechselfelder, z.B. traveling magnetic field (TMF) bzw. rotating magnetic field (RMF), zur kontaktlosen Strömungskontrolle von elektrisch leitenden Halbleiterschmelzen eingesetzt [RU08]. Auf der einen Seite kann dabei das Ziel sein, während der Erstarrung die Strömung in der Schmelze bzw. deren Fluktuationen zu dämpfen oder in einen stabilen laminaren Zustand zu überführen [FRAR09]. Auf der anderen Seite kann der gegenteilige Effekt aber gewünscht sein, d.h. dass die Schmelzströmung während der Homogenisierungsphase des Kristallzuchtungsprozesses möglichst intensiviert werden soll, um eine optimale Durchmischung der Schmelze zu erreichen [DRO12c].

Die Erzeugung der oben genannten Magnetfelder erfolgt in der Regel durch Elektromagnete, in Form von konventionellen Spulen oder Spulensystemen, welche entweder als externes Spulensystem [LA07] bzw. als Heizer-Magnet-Modul [RU08] direkt im Ofen angeordnet sind.

2.3.1 Magneto hydrodynamik eines TMF's

Die am Institut für NE-Metallurgie und Reinststoffe vorhandenen TMF-Spulen (vgl. Kapitel 3.2) erzeugen ein vertikal auf- oder abwärts wanderndes Magnetfeld, das im Zentrum der Spulen als kontinuierliche, sinusförmige Welle aufgefasst werden kann (vgl. Bild 2.3). Die Richtung des Wanderfeldes wird durch die Fließrichtung des Spulenstromes vorgegeben. Unter idealen Bedingungen wächst die Lorentzkraft von der Zylinderachse zum Zylindermantel hin quadratisch mit dem Radius an. Sie erzeugt im geschlossenen Zylinder, wie in Bild 2.3 skizziert, eine torusförmige Grundströmung, die in der Nähe der Zylinderwand nach oben zeigt und in der Mitte des Zylinders zurückfließt (TMF up). Im Falle eines TMF down sind die Strömungsrichtungen genau umgekehrt [MA02].

Bild 2.3 zeigt Prinzipskizzen, welche die Wirkung eines TMF's auf eine zylindrische, elektrisch leitfähige Schmelze darstellen.

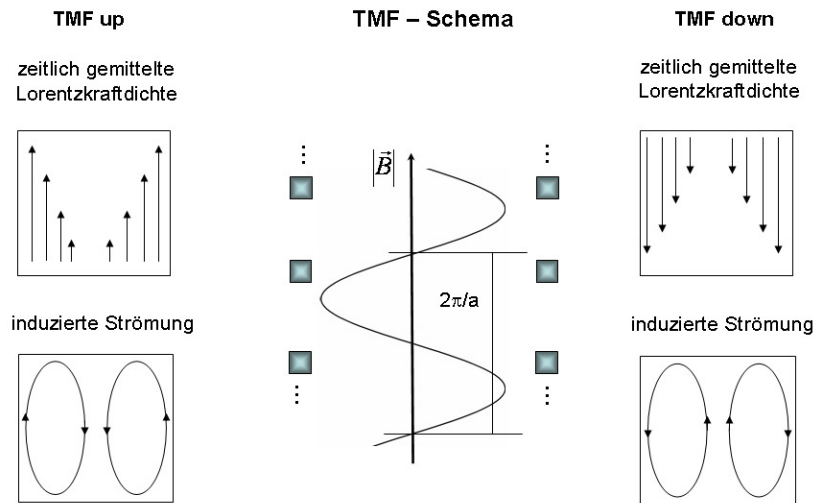


Bild 2.3 Prinzipskizzen, welche die Wirkung eines wandernden magnetischen Feldes (TMF) auf eine zylindrische, elektrisch leitfähige Schmelze beschreiben

Für die Berechnung der zeitlich gemittelten Lorentzkraftdichte $\langle f_{L, TMF} \rangle$ wird von einem räumlich homogenen Magnetfeld ausgegangen, bei dem die Einflüsse der einzelnen Ringspulen nicht nachweisbar sind. Des Weiteren werden folgende Annahmen getroffen:

- Die Spulenströme sind rein azimuthal.
- Die magnetische Induktion wird als kontinuierliche unendlich ausgedehnte Welle aufgefasst mit einer Wellenlänge λ_{TMF} , die viel größer ist als die typischerweise verwendeten Schmelzhöhen („long wave approximation“).
- Der Einfluss der Strömung auf die magnetische Induktion und auf die induzierten Ströme werden vernachlässigt („low frequency approximation“).
- Es tritt keine nennenswerte Abschirmung des äußeren Magnetfeldes durch in dem Fluid induzierte Magnetfelder auf (Skinneffekt ist vernachlässigbar).

In diesem Fall kann das magnetische Feld mit Hilfe des Vektorpotentials \vec{A} beschrieben werden. Das Vektorpotential hat keine allgemeine physikalische Bedeutung. Es kann auf Grund der Quellenfreiheit des B-Feldes (Gleichung 2.26) eingeführt werden und ist wie folgt definiert:

$$\vec{B} = \vec{\nabla} \times \vec{A} \quad (2.33)$$

Im konkreten Fall weist es nur eine azimuthale Komponente $\vec{A} = (0, A_\varphi, 0)^T$ auf. Diese kann als eine Sinusfunktion mit der Frequenz ω_{TMF} und dem Wellenvektor \vec{k} , welcher sich entlang der z-Richtung (Zylinderachse) ausbreitet, ausgedrückt werden.

Der Grund dafür ist, dass die magnetische Induktion als kontinuierliche unendlich ausgedehnte Welle aufgefasst wird.

$$A_\varphi = A(r) \sin(\omega_{TMF} t - kz) \quad (2.34)$$

Das Vektorpotential muss die Lorentzkonvention (Gleichung 2.35) im stationären Fall erfüllen.

$$\vec{\nabla} \cdot \vec{A} = 0 \quad (2.35)$$

Dies ergibt folgende Gleichung:

$$\frac{\delta^2 A_\varphi}{\delta r^2} + \frac{1}{r} \frac{\delta A_\varphi}{\delta r} - \frac{A_\varphi}{r^2} - k^2 A = 0 \quad (2.36)$$

Die Lösung der Gleichung 2.36 ergibt die modifizierte Besselfunktion 1. Ordnung I_1 .

$$A_\varphi = A_0 I_1(kr) \sin(\omega_{TMF} t - kz) \quad (2.37)$$

Aus dem Vektorpotential lässt sich die magnetische Induktion nach der Definitionsgleichung des Vektorpotentials (Gleichung 2.33), wie folgt bestimmen:

$$\vec{B}_{TMF} = \vec{\nabla} \times \vec{A}_\varphi = \begin{pmatrix} -\frac{\delta A_\varphi}{\delta z} \\ 0 \\ \frac{1}{r} \left(\frac{\delta(r A_\varphi)}{\delta r} \right) \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} k A_0 I_1(kr) \cos(\omega_{TMF} t - kz) \\ 0 \\ k A_0 I_0(kr) \sin(\omega_{TMF} t - kz) \end{pmatrix} \quad (2.38)$$

Da die magnetische Induktion B_{TMF} nur eine axiale- B_z und eine radiale Komponente B_r besitzt, welche 90° phasenverschoben zueinander sind, muss die Rotation $\nabla \times \vec{E}$ (vgl. Faraday'sches Gesetz Gleichung 2.24) zur Bestimmung des induzierten elektrischen Feldes ebenfalls in der r - z -Ebene erfolgen. Das induzierte elektrische Feld hat daraus folgend ausschließlich eine Komponente in Umfangsrichtung $\vec{E}_{TMF} = (0, E_{\varphi, TMF}, 0)^T$. Und die Phasenverschiebung des elektrischen Feldes gegenüber B_{TMF} beträgt genau $\pi/2$, da die maximale zeitliche Änderung des magnetischen Feldes gerade nach $t = t_0 + \pi/2$ auftritt.

Unter Verwendung des Faraday'schen Induktionsgesetzes (Gleichung 2.24) und der Definition des Vektorpotentials (Gleichung 2.33) ergibt sich für das in Umfangsrichtung gerichtete induzierte elektrische Feld $E_{\varphi, TMF}$ folgender Zusammenhang:

$$\vec{E}_{\varphi, TMF} = -\frac{\delta \vec{A}_\varphi}{\delta t} = -A_0 I_1(kr) \omega_{TMF} \cos(\omega_{TMF} t - kz) \quad (2.39)$$

Unter Verwendung des Ohmschen Gesetzes (vgl. Gleichung 2.29) und der getroffenen Annahmen ($\vec{u} \times \vec{B} = 0$ "low frequency approximation") ergibt sich aus dem induzierten elektrischen Feld eine induzierte Stromdichte \vec{j}_{TMF} , welche ebenfalls in Umfangsrichtung gerichtet ist.

$$\vec{j}_{TMF} = \sigma \vec{E}_{\varphi, TMF} = -A_0 I_1(kr) \omega_{TMF} \sigma \cos(\omega_{TMF} t - kz) \vec{e}_\varphi \quad (2.40)$$

Auf ein stromdurchflossenes Fluidelement wirkt demnach eine Lorentzkraft $\vec{f}_{L, TMF}$, welche sich aus dem Kreuzprodukt des induzierten Stroms und des äußeren Magnetfeldes ergibt:

$$\vec{f}_{L, TMF} = \vec{j}_{TMF} \times \vec{B}_{TMF} = \begin{pmatrix} -\sigma A_0^2 k I_1(kr) \omega_{TMF} \cos(\omega_{TMF} t - kz) \sin(\omega_{TMF} t - kz) \\ 0 \\ \sigma A_0^2 I_1^2(kr) \omega_{TMF} \cos^2(\omega_{TMF} t - kz) \end{pmatrix} \quad (2.41)$$

Da die Schmelze träge ist und der zeitlichen Änderung der Lorentzkraft nicht folgen kann, wirkt eine zeitlich gemittelte Lorentzkraftdichte $\langle \vec{f}_{L, TMF} \rangle$ auf die Schmelze ein. Die zeitlich gemittelte Lorentzkraft ist in axiale Richtung gerichtet, da die in radiale Richtung gerichtete Lorentzkraft im zeitlichen Mittel Null wird.

$$\langle \vec{f}_{L, TMF} \rangle = \frac{\omega_{RMF}}{2\pi} \int_0^{2\pi/\omega} \vec{f}_L dt = \pm \frac{1}{2} \sigma \omega_{TMF} k A_0^2 I_1^2(kr) \vec{e}_z = \pm \frac{1}{2} \sigma \omega_{TMF} B_0^2 I_1^2(kr) \vec{e}_z \quad (2.42)$$

Wenn die Wellenlänge des Magnetfeldes viel größer als die Schmelzhöhe ist, kann die Besselfunktion durch das erste Glied ersetzt werden („long wave approximation“). Dadurch vereinfacht sich die zeitlich gemittelte Lorentzkraft aus Gleichung 2.42 zu:

$$\langle \vec{f}_{L, TMF} \rangle = \pm \frac{1}{8} \sigma \omega_{TMF} B_0^2 k r^2 \vec{e}_z \quad (2.43)$$

2.3.2 Magneto hydrodynamik eines RMF's

Die Wirkungsweise eines rotierenden magnetischen Feldes ist in Bild 2.4 dargestellt. Die magnetischen Feldlinien rotieren mit der Frequenz ω_{RMF} in der horizontalen Ebene der zylindrischen Schmelze. Senkrecht zum magnetischen Feld wird ein Strom induziert, der wiederum die Erzeugung einer Lorentzkraft zur Folge hat. Die Lorentzkraft versetzt die Schmelze in azimuthale Rotation und erzeugt damit die primäre azimuthale Strömung. Deren Richtung ist von der Rotationsrichtung der magnetischen Feldlinien abhängig. Die so erzeugte Rotation der Schmelze ist mit einer Zentrifugalkraft verbunden, welche durch den Aufbau eines Druckgradienten kompensiert wird. Die Schmelze im Zentrum rotiert schneller als in den

Grenzflächen an den horizontalen Begrenzungswänden, da dort der Betrag der Zentrifugalkraft Null ist. Dieses Ungleichgewicht zwischen Zentrifugalkraft und radialen Druckgradienten in den horizontalen Grenzschichten (Bödewadt-Schichten) treibt eine sekundäre radiale Strömung in der meridionalen Ebene nach innen an („Ekman pumping“).

Die Schmelze strömt an den horizontalen Grenzflächen radial nach innen, weicht bei Erreichen der Symmetrieachse in axiale Richtung aus und strömt beim Erreichen der horizontalen Mittelebene wieder nach außen. Es bilden sich zwei, zur meridionalen Mittelebene symmetrische toridionale Strömungswirbel aus. Die Strömungsrichtung der Sekundärströmung ist unabhängig von der Rotationsrichtung der Primärströmung. Die Strömungsgeschwindigkeit der so erzeugten Sekundärströmung ist circa eine Größenordnung kleiner als die der Primärströmung [DO99].

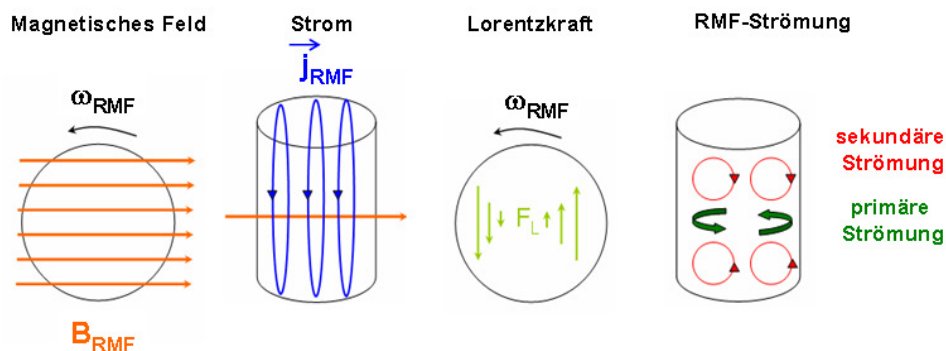


Bild 2.4: Prinzipskizzen, welche die Wirkung eines rotierenden magnetischen Feldes (RMF) auf eine zylindrische, elektrisch leitfähige Schmelze nach [DO99] beschreiben

Für die Ermittlung der zeitlich gemittelten Lorentzkraftdichte des RMF's $\langle f_{L,RMF} \rangle$ werden die gleichen Grundannahmen wie beim TMF getroffen.

- Die magnetische Induktion wird als kontinuierliche unendlich ausgedehnte Welle aufgefasst mit einer Wellenlänge λ_{TMF} , die viel größer ist als die typischerweise verwendeten Schmelzhöhen („long wave approximation“).
- Der Einfluss der Strömung auf die magnetische Induktion und auf die induzierten Ströme werden vernachlässigt („low frequency approximation“).
- Es tritt keine nennenswerte Abschirmung des äußeren Magnetfeldes durch in dem Fluid induzierte Magnetfelder auf (Skinneffekt ist vernachlässigbar).

Zusätzlich wird von einem unendlich langen abgeschlossenem zylindrischen Schmelzvolumens ausgegangen.

Ein homogenes horizontales rotierendes Magnetfeld \vec{B}_{RMF} der Polordnung 1, wie es auch durch das am Institut für NE-Metallurgie und Reinststoffe vorhandene Spulenystem erzeugbar ist (vgl. Kapitel 3.2), lässt sich dann wie folgt beschreiben:

$$\vec{B}_{RMF} = \begin{pmatrix} B_0 \sin(\varphi - \omega_{RMF} t) \\ B_0 \cos(\varphi - \omega_{RMF} t) \\ 0 \end{pmatrix} \quad (2.44)$$

Dieses Magnetfeld induziert nach dem Faraday'schen Gesetz (Gleichung 2.24) ein elektrisches Feld $\vec{E}_{z,RMF}$, welches aber nur in axiale Richtung z zeigt, da die radialen Komponenten sich gegenseitig kompensieren.

$$\vec{\nabla} \times \vec{E} = \vec{\nabla} \times \vec{E}_{z,RMF} = -\frac{\delta \vec{B}_{RMF}}{\delta t} = \begin{pmatrix} B_0 \omega_{RMF} \cos(\varphi - \omega_{RMF} t) \\ -B_0 \omega_{RMF} \sin(\varphi - \omega_{RMF} t) \\ 0 \end{pmatrix} \quad (2.45)$$

Für das Kreuzprodukt des Nableroperators mit dem elektrischen Feld $\vec{E}_{z,RMF}$ in Zylinderkoordinaten gilt:

$$\vec{\nabla} \times \vec{E}_{z,RMF} = \begin{pmatrix} \frac{\delta E_{z,RMF}}{r \delta \varphi} \\ -\frac{\delta E_{z,RMF}}{\delta r} \\ 0 \end{pmatrix} \quad (2.46)$$

Nach dem Einsetzen der Gleichung 2.46 in Gleichung 2.45 ergibt sich für das axial gerichtete induzierte elektrische Feld:

$$\vec{E}_{z,RMF} = B_0 r \omega_{RMF} \sin(\varphi - \omega_{RMF} t) \vec{e}_z \quad (2.47)$$

Unter Verwendung des Ohmschen Gesetzes (Gleichung 2.29) und der getroffenen Annahmen („low frequency approximation“) ergibt sich aus dem induzierten elektrischen Feld eine induzierte Stromdichte \vec{j}_{RMF} , welche ebenfalls axial gerichtet ist.

$$\vec{j}_{RMF} = \sigma \vec{E}_{z,RMF} = B_0 r \omega_{RMF} \sigma \sin(\varphi - \omega_{RMF} t) \vec{e}_z \quad (2.48)$$

Auf ein stromdurchflossenes Fluidelement wirkt demnach folgende Lorentzkraft $\vec{f}_{L,RMF}$:

$$\vec{f}_{L,RMF} = \vec{j}_{RMF} \times \vec{B}_{RMF} = \begin{pmatrix} B_0^2 \sigma r \omega_{RMF} \sin(\varphi - \omega_{RMF} t) \cos(\varphi - \omega_{RMF} t) \\ B_0^2 \sigma r \omega_{RMF} \sin^2(\varphi - \omega_{RMF} t) \\ 0 \end{pmatrix} \quad (2.49)$$

Da die Schmelze träge ist und der zeitlichen Änderung der Lorentzkraft nicht folgen kann, wirkt eine zeitlich gemittelte Lorentzkraftdichte $\langle \vec{f}_{L, RMF} \rangle$ auf die Schmelze ein.

$$\langle \vec{f}_{L, RMF} \rangle = \frac{\omega_{RMF}}{2\pi} \int_0^{2\pi/\omega} \vec{f}_L dt = \begin{pmatrix} 0 \\ 0.5\sigma B_0^2 \omega_{RMF} r \\ 0 \end{pmatrix} \quad (2.50)$$

Die zeitlich gemittelte Lorentzkraftdichte weist nur eine azimuthale Komponente mit einer in radiale Richtung r linear ansteigenden Kraftdichte auf. Die radiale Komponente der zeitlich gemittelten Lorentzkraftdichte wird dagegen im zeitlichen Mittel Null.

$$\langle \vec{f}_{L, RMF} \rangle = \frac{1}{2} B_0^2 \sigma \omega_{RMF} r \vec{e}_r \quad (2.51)$$

In einem endlichen Zylinder hängt die Lorentzkraftdichte dann sowohl vom Radius R als auch von der Höhe z ab.

$$\langle \vec{f}_{L, RMF} \rangle = \frac{1}{2} \sigma \omega_{RMF} R B_0^2 \left[\frac{r}{R} - \sum_{n=1}^{\infty} \alpha_n \beta_{1n} J_1(\beta_{1n} r) \cosh\left(\beta_{1n} \frac{z}{R}\right) \right] \vec{e}_z \quad (2.52)$$

mit α_n, β_{1n} als Entwicklungskoeffizienten und J_1 als erstes Glied der Besselfunktion 1. Art.

2.4 Dimensionslose Kennzahlen

Um Wärme- und Stofftransport verschiedener Materialsysteme, Kristallgrößen, geometrische Anordnungen und Magnetfeldeinstellungen miteinander vergleichen zu können, werden dimensionslose Kennzahlen der entsprechenden physikalischen Größen gebildet. Diese Kennzahlen beinhalten stoffspezifische Parameter und technologische Größen, die die typischen Merkmale des jeweiligen Untersuchungssystems beschreiben.

Die geometrischen Verhältnisse werden mit Hilfe des **Aspekt Verhältnisses** AR , welches den Quotient aus Höhe H und Durchmesser D_d des Fluids darstellt, charakterisiert.

$$AR = \frac{H}{D_d} \quad (2.53)$$

Des Weiteren gibt es dynamische Kennzahlen, die die jeweiligen Transportmechanismen in der Schmelze durch verschiedene Krafteinwirkungen charakterisieren.

Die thermischen Verhältnisse während der VGF-Züchtung werden über die **Grashofzahl** Gr vergleichbar dargestellt, welche die thermische Auftriebskraft des Fluids zu den Zähigkeitskräften des Fluids ins Verhältnis setzt.

$$Gr = \frac{\beta g \Delta T_{radial} R^3}{\nu^2} \quad (2.54)$$

Die beiden transportbestimmenden dimensionslosen Kennzahlen sind die **Prandtl-Zahl** Pr , welche den Impulstransport im Verhältnis zum Wärmetransport ausdrückt und die **Schmidt-Zahl** Sc , welche den Impulstransport im Verhältnis zum diffusiven Stofftransport ausdrückt.

$$Pr = \frac{\nu}{\kappa} \quad \text{und} \quad Sc = \frac{\nu}{D} \quad (2.55 \text{ und } 2.56)$$

Des Weiteren können externe magnetische Felder auf die Schmelzkonvektion einwirken. Der **Shielding Faktor** S beschreibt die Eindringtiefe des AC-Feldes in die Schmelze. Je größer S ist, desto weniger tief dringt das Magnetfeld in die Schmelze ein.

$$S = \mu_0 \sigma \omega_{AC-Feld} R^2 \quad (2.57)$$

Die Stärke des TMFs wird über die **magnetische Kraftzahl** F beschrieben, welche die strömungsantreibende Lorentzkraft in Verhältnis zu den dämpfenden Zähigkeitskräften der Schmelze setzt.

$$F = \frac{\sigma \omega_{TMF} k_\lambda B_{TMF}^2 R^5}{4\eta\nu} \quad (2.58)$$

Das rotierende Magnetfeld wird über die **magnetische Taylorzahl** Ta beschrieben. Ta ist der Quotient von Rotationskraft durch die magnetische Induktion erzeugt zu Reibungskraft im Fluid.

$$Ta = \frac{\sigma \overline{\omega}_{RMF} B_{RMF}^2 R^4}{2\rho\nu^2} \quad (2.59)$$

Die Auswirkung der strömungsbeeinflussenden Parameter auf das Geschwindigkeitsfeld lässt sich über die **Reynoldszahl** Re darstellen. Re setzt die Trägheits- zur Reibungskraft ins Verhältnis. u stellt dabei eine charakteristische Strömungsgeschwindigkeit dar.

$$Re = \frac{uR}{\nu} \quad (2.60)$$

2.5 Modelle für die numerischen Berechnungen von instationären Strömungen

Generell gibt es verschiedene Ansätze, eine instationäre Strömung zu berechnen. Ziel dieses Kapitels ist es, das Hauptprinzip von den drei wesentlichen Herangehensweisen (DNS – direct numerical simulation, LES – large eddy simulation und RANS – Reynolds averaged Navier Stokes) kurz vorzustellen. Für eine detaillierte Betrachtung wird auf gängige Lehrbücher z.B. Wilcox „Turbulence Modeling for CFD“ [WIL04] oder Fröhlich „Large Eddy Simulation turbulenter Strömung“ [FRÖ06] verwiesen.

Generell sind für eine instationäre Strömung folgende Aspekte wichtig nach [FRÖ06]:

- Regellosigkeit - die momentane Strömung ist ungeordnet und chaotisch und daher empfindlich für kleine Änderungen der Anfangs- und Randbedingungen.
- dreidimensionale instationäre Wirbelbewegung
- Dissipation – die kinetische Energie in einem abgeschlossenen System sinkt, wenn nicht durch äußere Anregung wieder Bewegungsenergie zugeführt wird.
- Diffusivität – der Austausch zwischen Impulsen und skalaren Größen (z.B. Temperatur) im Raum erfolgt nicht durch einen molekularen Diffusionsterm in der Navier-Stokes-Gleichung sondern durch turbulente Fluktuationen.
- Mehrskaligkeit – die instationäre Bewegung findet auf vielen räumlichen und zeitlichen Skalen gleichzeitig statt. Es kommt zu einem Energieaustausch zwischen den Bewegungen auf unterschiedlichen Skalen.

Die Ausprägung der einzelnen Eigenschaften hängt stark von der konkreten instationären Strömung ab. Das Hauptaugenmerk bei einer instationären Strömung liegt auf dem Energietransfer von großen Skalen (Energieproduktion durch äußere Kräfte) hin zu kleinen (Energiedissipation). Die kleinste Skale dieser Energiekaskade lässt sich durch die Mikroskalen von Kolgomorov beschreiben [WIL04].

Die Mikroskalen, welche sich in eine Längen-, Zeit- und Geschwindigkeitsskala aufteilen, beschreiben den Dissipationsbereich der Energie, der nur von der Dissipationsrate ε und der kinematischen Viskosität ν des Fluides abhängt.

$$\text{Kolmogorov - Längenskala } \eta_k = \left(\frac{\nu^3}{\varepsilon} \right)^{1/4} \quad (2.61)$$

$$\text{Kolmogorov - Zeitskala } \tau_k = \left(\frac{\nu}{\varepsilon} \right)^{1/2} \quad (2.62)$$

$$\text{Kolmogorov - Geschwindigkeitsskala } u_k = (\nu\varepsilon)^{1/4} \quad (2.63)$$

Direkte numerische Simulation (DNS)

Bei einer direkten numerischen Simulation [ORS72] wird die Navier-Stokes-Gleichung zusammen mit den nötigen Anfangs-/Randbedingungen numerisch gelöst. Die dreidimensionale instationäre Wirbelbewegung wird direkt berechnet. Es wird kein Turbulenzmodell und damit keine Näherung verwendet. Die Diskretisierung in Zeit und Raum muss fein genug sein, um auch die kleinskaligen Anteile der Strömung aufzulösen. Der numerische Fehler ist dadurch vernachlässigbar und die Lösung wird gitterunabhängig. Auf Grund des hohen Rechenaufwands für die Berechnung der dreidimensionalen instationären Strömung wird DNS grundsätzlich nur für Strömung mit niedriger Reynoldszahl angewendet, und um z.B. Turbulenzmodellannahmen direkt und separat voneinander zu überprüfen bzw. neue Modelle zu entwickeln. Die meisten Strömungen in der Praxis lassen sich auf Grund des hohen Rechenaufwandes nicht mit DNS berechnen. Es ist nötig auf Näherungen zurück zu greifen und so den Rechenaufwand zu minimieren.

Reynolds averaged Navier Stokes (RANS)

Bei RANS-Berechnungen [REY95] wird die Turbulenz statistisch auf Grundlage der Reynolds-gemittelten Navier-Stokes-Gleichung betrachtet. Dabei werden alle zeitlichen Schwankungen durch einen Mittelungsprozess entfernt, so dass nur noch stationäre Gleichungen für die so erhaltenen Werte zu lösen sind. Die gängigste Mittelungsmethode ist eine zeitliche Mittelung der untersuchten physikalischen Größe. Dies ist möglich, wenn die betrachtete Turbulenz stationär ist, d.h. der Mittelwert der turbulenten Strömung variiert nicht mit der Zeit. Daneben gibt es auch noch eine räumliche Mittelung für eine homogene Turbulenz, d.h. die turbulente Strömung ist im Mittel in allen Richtungen gleich.

Bei den weiteren Betrachtungen soll nur auf die zeitliche Mittelung eingegangen werden, da sie für die RANS-Berechnungen in Kapitel 4 eingesetzt wird.

Bei der zeitlichen Mittelung werden die betrachteten Strömungsgeschwindigkeit u_i in einen Mittelwert \bar{u}_i und in eine Fluktuationskomponente u_i' aufgeteilt.

$$u_i = \bar{u}_i + u_i'. \quad (2.64)$$

Der Mittelwert wird dabei so gewählt, dass die Fluktuationskomponenten den Mittelwert Null haben. Die Gleichung 2.64 wird in die Navier-Stokes-Gleichung Gleichung 2.20 eingesetzt, um die Reynolds-gemittelte Navier-Stokes-Gleichung Gleichung 2.65 zu erhalten.

$$\rho \frac{\partial \bar{u}_i}{\partial t} + \rho \bar{u}_j \frac{\partial \bar{u}_i}{\partial x_j} = \bar{f}_a - \frac{\partial p}{\partial x_i} + \frac{\partial}{\partial x_j} \left(2\mu S_{ij} - \overline{p u_j' u_i'} \right) \quad (2.65)$$

Die Reynolds-gemittelte Navier-Stokes-Gleichung enthält im Vergleich zu normalen Navier-Stokes-Gleichung einen zusätzlichen Term auf der rechten Seite: $\tau_{ij} = -\overline{u_j' u_i'}$, welcher die Produkte der Fluktuationskomponente der Geschwindigkeiten u_i' beinhaltet und als spezifischer Reynoldsstresstensor τ_{ij} bezeichnet wird. Die zeitliche Ableitung der mittleren Strömungsgeschwindigkeit (1. Term auf der linken Seite Gleichung 2.65) kann erhalten bleiben, wenn die gewählten Randbedingungen zeitlich variieren, aber dies im Vergleich zur Turbulenz bedeutend langsamer geschieht.

Um die Gleichung 2.65 numerisch lösen zu können, muss für den Reynoldsstresstensor ein geeignetes Turbulenzmodell gefunden werden. Bei dem gängigen k - ω -Modell nach Wilcox [WIL04] werden zwei gekoppelte Transportgleichungen genutzt. Eine Gleichung 2.66 beschreibt die turbulente kinetische Energie k und bestimmt damit die Energie der Turbulenz. Eine weitere Gleichung 2.67 beschreibt die spezifische Dissipation ω der Energie und damit die Skala der Turbulenz.

$$\frac{\partial k}{\partial t} + u_j \frac{\partial k}{\partial x_j} = \tau_{ij} \frac{\partial u_i}{\partial x_j} - \beta^* k \omega + \frac{\partial}{\partial x_j} \left[(\nu + \sigma^* \nu_T) \frac{\partial k}{\partial x_j} \right] \quad (2.66)$$

$$\frac{\partial \omega}{\partial t} + u_j \frac{\partial \omega}{\partial x_j} = \alpha \frac{\omega}{k} \tau_{ij} \frac{\partial u_i}{\partial x_j} - \beta^* \omega^2 + \frac{\partial}{\partial x_j} \left[(\nu + \sigma^* \nu_T) \frac{\partial \omega}{\partial x_j} \right] \quad (2.67)$$

In die Gleichungen 2.66 und 2.67 gehen die Konstanten α , β^* , σ und σ^* und die turbulente Eddyviskosität $\nu_T = k/\omega$ ein. Die turbulente Eddyviskosität wurde von Boussinesq [BO77] eingeführt.

Eine Erweiterung des k - ω -Modells wurde von Menter [MEN94] eingeführt. Das SST- k - ω -Modell (SST = shear stress transport) weist Vorteile bei der Strömungsberechnung in wandfernen Gebieten auf und ermöglicht so Turbulenzberechnungen über einen weiten Geometriebereich hinweg.

Der Vorteil des RANS-Ansatzes liegt in der effizienten Turbulenzberechnung. Die Reynolds gemittelten Größen sind glatter als die instationären Turbulenzwerte. Daher sinkt der Diskretisierungsbedarf im Vergleich zu LES- oder DNS-Berechnungen. Der prinzipielle Nachteil des RANS-Ansatzes liegt in der Vielzahl der nötigen Modellannahmen. Des Weiteren ist es auf Grund der Mittlung nicht möglich, die zeitabhängigen Eigenschaften der Strömung zu analysieren.

Large eddy simulation (LES)

Bei LES-Simulationen werden die großen energietragenden Wirbelstrukturen explizit dreidimensional und zeitabhängig berechnet. Die großen Skalen sind individuell verschieden für die einzelnen Strömungssituationen. Sie sind stark geordnet, energiereich und werden von der mittleren Strömung erzeugt. Die weniger wichtigen kleinskaligen Anteile werden durch ein universelles Feinstrukturmodell dargestellt, dessen wichtigste Funktion die Beschreibung der Dissipation der turbulenten kinetischen Energie ist. Dies ist möglich, da die kleinen Skalen einen universellen Charakter haben und nur wenig zur Gesamtenergie des Systems beitragen. Sie erhalten ihre Energie durch den Zerfall der großen Skalen und sind für den Großteil der Energiedissipation zuständig.

Wenn das numerische Gitter viel feiner als die energietragenden Strukturen ist, kann man für das Feinstrukturmodell ein einfaches Modell wählen, welches nur die Rate der dissipierenden Energie an sich betrachtet. Ein typisches Modell ist das Modell von Smagorinsky [SMA63]. Es basiert auf der turbulenten Eddyviskosität ν_t , welche alle Effekte der Turbulenz beinhaltet. Die kinetische Energie dissipiert dann auf einer kleinen Skala analog zur molekularen Diffusion. Beim Smagorinsky Modell wird zusätzlich angenommen, dass die Energieproduktion und Dissipation im kleinskaligen Bereich im Gleichgewicht sind.

$$\nu_t = C_s^2 \rho \Delta^2 \sqrt{\overline{S_{ij}} \cdot \overline{S_{ij}}} \quad \text{mit} \quad \overline{S_{ij}} = \frac{\partial \overline{u}_i}{\partial x_j} + \frac{\partial \overline{u}_j}{\partial x_i} \quad (2.68)$$

C_s ist die empirische Smagorinsky Konstante und Δ ist die verwendete Filterbreite zur Separation. Eine typische Filterbreite ist: $\Delta = (\text{Volume})^{1/3}$.

Die Grundlage für die Trennung in berechnete \bar{u}_i und modellierte Anteile u_i' ist eine zeitliche und räumliche Filterung. Es gibt generell homogene und inhomogene Filter, bei denen z.B. die Filterbreite im Gebietsinneren und am Gebietsrand variiert wird.

Ein typischer Filter für das Geschwindigkeitsfeld ist der lokale Mittelwert, welcher mit Hilfe der Filterfunktion G mit der Filterbreite Δ gebildet wird, d.h. die Funktion hat den Funktionswert Null außerhalb einer Box mit der Seitenlänge Δ .

$$\bar{u}_i(x, t) = \iiint G(x, x', \Delta) u_i(x', t) dx'_1 dx'_2 dx'_3 \quad (2.69)$$

Man kann zwei wichtige Grenzfälle unterscheiden. Wenn für eine feste Reynoldszahl die Filterbreite variiert wird, kann aus einer LES eine DNS Rechnung werden. Steigt für eine feste Filterbreite die Reynoldszahl an, sinkt die Kolmogorov-Länge und allein die Feinstruktur repräsentiert die turbulente Energiekaskade und damit die Dissipation. In diesem Fall wird es möglich, LES-Rechnungen für beliebig große Reynoldszahlen zu realisieren.

Generell kann auf einem gröberen Gitter als bei DNS-Rechnungen die Simulationen realisiert werden, aber die Rechnungen sind ebenfalls instationär und 3-dimensional. Für gesicherte statistische Bestimmung von Mittelwerten sind Simulationen über einen längeren Zeitraum nötig. Im Vergleich zu RANS-Berechnungen sinkt aber der Modellierungsbedarf durch den Einsatz eines universellen Feinstrukturmodells deutlich.

2.6 Stand der Literatur

In der Literatur sind eine Vielzahl von Veröffentlichungen zum Einfluss von zeitabhängigen Magnetfeldern auf die Kristalleigenschaften und Schmelzströmung bei der VGF-Kristallzucht bekannt. Die nachfolgende Zusammenfassung konzentriert sich auf aktuelle Literatur und unterscheidet auf der einen Seite zwischen numerischen Simulationen und Strömungsmessungen in überwiegend isothermalen Modellexperimenten zur Beeinflussung der Schmelzströmung mittels zeitabhängiger Magnetfelder auf der einen Seite und numerischen Simulationen und Züchtungsexperimenten zur Beeinflussung der Kristalleigenschaften, von hauptsächlich mittels VGF gezüchteten Germanium- und Galliumarsenidkristallen, auf der anderen Seite.

2.6.1 Isothermale Modellexperimente zur Strömungsuntersuchung

In der Literatur sind überwiegend Untersuchungen zur isothermalen magnetfeldinduzierten Strömung publiziert. Es gibt keine experimentellen oder numerischen Veröffentlichungen von anderen Arbeitsgruppen zur Überlagerung einer TMF- bzw. RMF-induzierten Strömung mit einer VGF-induzierten Strömung, welche durch radiale Temperaturgradienten erzeugt wird. Es sind lediglich in geringem Umfang Untersuchungen publiziert, welche sich mit der Überlagerung einer magnetfeldinduzierten Strömung mit einem stabilen axialen [GR09, GR10, NI11, DA13] bzw. instabilen axialen Temperaturgradienten [VO01, GR07, PAL09] bei moderaten Temperaturen beschäftigen. Beide axiale Temperaturgradienten stellen stark idealisierte Modelle für die Czochralski-Züchtung (instabiler axialer Temperaturgradient) und VGF-Züchtung (stabiler axialer Temperaturgradient) dar. Alle zitierten experimentellen Untersuchungen wurden mit der Hilfe von UDV-Messungen realisiert.

TMF-induzierte Strömung

Bis auf zwei Veröffentlichungen [DA11, DA13], welche sich mit der Beeinflussung der Schmelzströmung in viereckigen Schmelzbehältern als Modell für die gerichtete Erstarrung von multikristallinen Siliziumblöcken mittels TMF beschäftigen, erstrecken sich alle anderen Untersuchungen auf zylindrische Schmelzgeometrien, wie sie für die VGF-Züchtung typisch sind.

In Lantzsch et al. [LA07, LA08] wird die sich in zylindrischen, mit GaInSn gefüllten, im Spulensystem zentral positionierten Behältern (AR 0.5 – 2.0) ausbildende Strömung, in Abhängigkeit der Magnetfeldparameter untersucht. Bis zu einem Shieldingfaktor von $S = 10$ bleibt die toroidale Strömungsstruktur bestehen. Bei $S > 10$ bildet sich im oberen Teil der Schmelze ein zusätzlicher schwacher Wirbel aus und die Strömungsgeschwindigkeit sinkt signifikant ab [LA07]. Der Übergang zu einer zeitabhängigen oszillierenden Strömung wird mit $F_c = 4.3 \times 10^5$ bestimmt. Durch den Einsatz eines kombinierten TMF/DC-Feldes lässt sich der Übergang zu einer zeitabhängigen Strömung hin zu höheren Kraftzahlen verschieben. Bei $F = 3 \times 10^6$ und $Ha = 30$ lassen sich die Strömungsfluktuationen noch komplett dämpfen und es liegt eine laminare Strömung im Gefäß vor [LA08].

In Cramer et al. [CRA11] wird numerisch und experimentell die Sensitivität der Strömungsstruktur und –stabilität bezüglich kleiner Verschiebungen (bis zu einem 1mm) des zylindrischen Behälters (GaInSn, AR = 1.0, AR = 2.0, $F = 10^6$) aus dem Spulenzentrum untersucht. Bereits bei kleinen Verschiebungen von 0.5mm wird die toroidale Strömungsstruktur schwer deformiert. Bei 1mm Verschiebung kehrt sich die Strömungsstruktur in den oberen 2/3 des Behälters um und der Torus ist komplett zerstört.

In Grants et al. [GR09] wird die Stabilität einer TMF-Strömung in einem zylindrischen Gefäß (AR = 2.0) in Abhängigkeit einer stabilen thermischen Schichtung⁹ untersucht. Auf Grund der Anfangskonfiguration entsteht die thermische Auftriebsströmung nur als sekundäre Strömung durch die TMF induzierter Strömung. Trotzdem wird die Stabilität der TMF-Strömung durch die Auftriebsströmung beeinflusst. Wenn die magnetische Kraftzahl die gleiche Größenordnung wie die Grashofzahl hat, wird die Strömung instabil. Eine weitere Erhöhung der Grashofzahl resultiert in der Ausbildung von Geschwindigkeitsgrenzschichten am Behälterboden und der Schmelzoberfläche und in dreidimensionale Strömungsinstabilitäten.

In Dadzis et al. [DA11, DA13] wird zum ersten Mal die TMF-Strömung in Schmelzbehältern mit einer viereckigen Geometrie ($100 \times 100 \times 100 \text{mm}^3$) als Modell für die Bridgmanerstarrung von multikristallinen Silizium untersucht. Die Untersuchungen erfolgen sowohl unter isothermalen Bedingungen [DA11] als auch unter dem Einfluss eines axialen Temperaturfeldes [DA13]. Unter isothermalen Bedingungen wurde der Einfluss der Schmelzhöhe (AR = 0.25 – 0.75) und eine Verschiebung des Behälters 40mm aus der zentralen mittleren Position im Spulensystem untersucht. Die Magnetfeldparameter ($F = 10^8$, $S = 28$) werden konstant gehalten. In allen Fällen ergab sich eine instationäre Schmelzströmung, deren Struktur von der Schmelzhöhe und Behälterpositionierung abhing. Bei kleinen Schmelzhöhen

⁹ Die stabile thermische Schichtung stellt ein Idealmodell für die VGF-Züchtung ohne den Einfluss radialer Temperaturgradienten da.

($AR = 0.25$) dominierte einer zentrale horizontale Strömung. Bei dem verschobenen Behälter sind nur noch drei der vier Strömungstori vorhanden.

Bei den Untersuchungen zum Einfluss des axialen Temperaturfeldes [DA13] wurden die Magnetfeldparameter angepasst ($F = 1.3 \times 10^7$ S = 3). Wiederum zeigt die Schmelzhöhe einen signifikanten Einfluss auf die Strömungsstruktur. Bei kleinen ($AR = 0.25$) und mittleren ($AR = 0.5$) Höhen dominiert eine horizontale Strömung, welche aus acht Strömungswirbeln besteht. Bei großen Höhen ($AR = 1.0$) treten zusätzliche dreidimensionale Strömungsinstabilitäten auf.

RMF- induzierte Strömung

In der Literatur sind überwiegend Untersuchungen zur isothermalen magnetfeldinduzierten Strömung in Zylindergeometrien publiziert. Im Gegensatz zur TMF-induzierten Strömung muss man bei der RMF-induzierten Strömung zusätzlich zwischen verschiedenen Schmelzoberflächen (freie [TRA12], teilweise bedeckte [ZH11] und geschlossene [GR02, GR03, RÄ10, NI05]) unterscheiden, da die Sekundärströmung sich in Wechselwirkung mit der Schmelzoberfläche ausbildet. Je nach vorhandener Oberfläche ergeben sich daher unterschiedliche Stabilitätsbereiche und unterschiedlich stark ausgeprägte meridionale Sekundärströmung.

Für die geschlossene Oberfläche haben z.B. Grants und Gerbeth [GR02] für $AR = 0.5 - 2$ die kritischen Taylorzahlen Ta_c bestimmt. Die Instabilitäten resultieren aus der Überlagerungen von horizontalen und vertikalen rotierenden Grenzschichten, welche Inertialwellen im Zentrum der Schmelze induzieren. Dieselben Autoren [GR03] haben die numerisch bestimmten kritischen Taylorzahlen experimentell mit Hilfe von Strömungsexperimenten an mit Quecksilber gefüllten zylindrischen Behältern nachvollzogen.

In Rübiger et al. [RÄ10] wurde für einem mit GaInSn gefüllten geschlossenen Zylinder mit $AR = 1$ das Spin-up Verhalten für $Ta = 1.2 \times 10^4 - 5.09 \times 10^7$ mit Hilfe von Ultraschallströmungsmessungen nachvollzogen. Die experimentell ermittelten Ergebnisse zum Spin-up Verhalten und Stabilität der RMF-Strömung decken sich mit den numerischen Untersuchungen von Nikrityuk et al. [NI05] und Grants und Gerbeth [GR02].

Der Einfluss einer partiell mit Oxid bedeckten GaInSn Oberfläche auf die sekundäre RMF-Strömung wurde von Zhang et al. [ZH11] im Taylorzahlbereich $Ta = 10^7 - 5 \times 10^8$ für $AR = 1/6 - 1$ untersucht. Durch das transiente Verhalten der Oxidschicht bzw. durch die Wechselwirkung der Oxidschicht mit der RMF-Strömung treten permanente Strömungoszillationen auf.

In Travnikov et al. [TRA12] wurde sowohl numerisch als auch experimentell der Einfluss einer freien Schmelzoberfläche auf die Strömung untersucht. Das Vorhandensein der freien Oberfläche resultiert in oszillatorischen Strömungsinstabilitäten, welche bei kleineren Taylorzahlen als Taylor-Görtler Wirbel¹⁰ auftreten. Die instabile Strömung wird nahe der freien Oberfläche durch eine Oszillation der Größe und Position des oberen Strömungswirbels der sekundären Strömung und aus einer horizontalen Oszillation der azimuthalen Geschwindigkeit an der freien Oberfläche erzeugt. Die kritische Taylorzahl für das oszillatorische Strömungsregime sinkt mit steigendem Aspektverhältnis ($AR = 0.5 \text{ Ta}_c = 6.0 \times 10^5$ auf $AR = 2 \text{ Ta}_c = 0.21 \times 10^5$).

Neben den isothermalen Strömungsuntersuchungen wurde für den Fall eines geschlossenen Zylinders sowohl numerische als auch experimentelle Untersuchungen publiziert, die sich mit der Kombination einer Rayleigh-Bénard Anordnung¹¹ [VO01, GR07] bzw. deren Modifikationen [GR10, NI11, PAL09] zusammen mit einem RMF beschäftigen. Es gibt keine experimentellen oder numerischen Veröffentlichungen von anderen Arbeitsgruppen zur Überlagerung einer RMF-induzierten Strömung mit einer VGF-induzierten Strömung, welche durch radiale Temperaturgradienten erzeugt wird.

In Grants und Gerbeth [GR10] wird die Stabilität einer RMF-Strömung in Kombination mit einer stabilen axialen Temperaturschichtung untersucht. Die stabile Schichtung unterdrückt die Sekundärströmung und verstärkt dadurch die Primärströmung. Die kritische Taylorzahl sinkt (z.B. bei $Gr = 1.47 \times 10^6$ von $\text{Ta}_{c,iso} = 1.46 \times 10^5$ zu $\text{Ta}_{c,Gr} = 1.03 \times 10^5$) und Taylor-Görtler Wirbel treten bei kleineren Taylorzahl im Vergleich zu isothermalen Untersuchungen auf.

In Nikrityuk [NI11] wird der spin-up Prozess unter dem Einfluss einer solch stabilen thermischen Schichtung für ein festes $AR = 1$ untersucht. Die stabile thermische Schichtung unterdrückt die sinusiodalen Oszillationen der meridionalen Strömung in der inertial Phase. Die meridionale Geschwindigkeit sinkt im Vergleich zum isothermalen Fall.

In Volz und Mazuruk [VO01] bzw. in Grants und Gerbeth [GR07] wird der Einfluss einer instabilen axialen Temperaturschichtung auf die Strömungsstabilität untersucht. In diesem Fall ist die RMF-Strömung stabiler (bis zum Faktor 10) und Temperaturfluktuationen werden um den Faktor 5 an den Seitenwänden und bis zu dem Faktor 50 im Zentrum gesenkt.

¹⁰ **Taylor-Görtler Wirbel** stellen zwei gegenläufige Wirbelelemente dar, welche nahe der Mittelebene an der Seitenwand des zylindrischen Schmelzbehälters gebildet werden und von der Sekundärströmung zu den horizontalen Schmelzgrenzflächen transportiert werden.

¹¹ **Rayleigh-Bénard** bedeutet, dass ein Zylinder mit adiabatischen Wänden von unten beheizt und von oben gekühlt wird. Die axiale Temperaturschichtung ist damit instabil und es bildet sich eine thermisch induzierte Schmelzströmung („Wind“) aus.

In Pal et al. [PAL09] wird eine modifizierte Rayleigh-Bénard-Anordnung (auf die Schmelzoberfläche wird nur ein Kühlfinger aufgesetzt) genutzt, mit dem Ziel eine Modellanordnung für die Cz-Züchtung zu realisieren. Durch den Einsatz eines RMF's ist es möglich, dass der Quotient aus horizontaler und vertikaler Temperaturdifferenz rund 1K beträgt, wenn die RMF-Strömung die thermische Strömung („Wind“¹²) komplett kompensiert.

2.6.2 Einfluss eines TMF's auf die Durchbiegung der Phasengrenze und den thermischen Stress bei der VGF-Züchtung

In der Literatur sind sowohl numerische Simulations- als auch Züchtungsbeispiele zum Einfluss der TMF-Parameter auf die Durchbiegung der Phasengrenze bzw. des v.Mises Stress bei verschiedenen Halbleitermaterialien bekannt. Als Erstes soll ein kurzer Überblick über die numerischen Simulationsergebnisse der verschiedenen Arbeitsgruppen gegeben werden.

In Schwesig et al. [SCHW04] und in Frank-Rotsch et al. [FRAR08] wurde mit Hilfe von globalen numerischen Simulationen der Einfluss von verschiedenen TMF-Parameter auf die Durchbiegung der Phasengrenze und den v.Mises Stress untersucht. In beiden Veröffentlichungen wurden die negativen Auswirkungen eines TMF up demonstriert. Schwesig hat sich auf 2''InP-Kristalle konzentriert und Frank-Rotsch auf industrierelevante Ge-Kristallgrößen (Durchmesser 110mm 6kg Ge-Einsatz). Für beide Fälle konnte gezeigt werden, dass eine signifikante Verbesserung der Durchbiegung der Phasengrenze bzw. des v.Mises Stress mit Hilfe eines TMF downs erreicht werden kann, aber die konkreten TMF-Parameter (Frequenz, Phase, Strom) dem gewählten Züchtungssystem angepasst werden müssen. Frank-Rotsch hat für optimale Ge-Kristalle (leicht konvexe Phasengrenze), bei Verwendung des am IKZ entwickelten Heizer-Magnet-Moduls¹³ [RU08a, RU08b], numerisch eine zeitlich gemittelte Lorentzkraftdichte von 25N/m³ bei einer Frequenz von 20Hz ermittelt. Bereits eine Erhöhung auf 50Hz bei einer zeitlich gemittelten Lorentzkraftdichte von 140N/m³ führt zu einer instabilen

¹² **Wind** bedeutet, dass die Schmelze mehr oder weniger nierenförmig auf der einen Seite des zylindrischen Schmelzcontainers aufsteigt, sich dann entlang der Schmelzoberfläche zur anderen Seite bewegt und dort absinkt. Da es sich um einen geschlossenen Kreislauf handelt, strömt die Schmelze am Boden des Containers zur Ausgangsseite zurück.

¹³ Das **Heizer-Magnet-Modul** besteht aus mehreren Spulen, welche im Inneren des Züchtungsofens angeordnet sind und Widerstandsheizern darstellen, welche gleichzeitig ein TMF erzeugen. Die magnetische Induktion, Frequenz und Phase des TMF's sind dabei frei wählbar und können den Halbleitermaterialien und Züchtungsbedingungen angepasst werden. Im Gegensatz zu einem externen Spulensystem ermöglicht das HMM die Magnetfelderzeugung direkt im Ofeninneren und damit treten keine Verluste und Abschirmungseffekte bei der erzeugten Magnetfeldstärke durch den Ofen auf.

Strömung. Bei einer Absenkung der Frequenz auf 10Hz besteht die Gefahr des Auftretens von instabilen Oberflächenströmungen.

Ebenfalls mit Hilfe von numerischen Simulationen wurde in Dropka et al. [DRO12a] untersucht, in wie weit man die Form der Phasengrenze mit Hilfe eines TMF's, welches mit dem Heizer-Magnet-Modul am IKZ erzeugt wird, in Abhängigkeit der elektrischen Leitfähigkeit der Schmelze ($\sigma = 50 - 1.7 \times 10^7 \text{ S/m}$) des zu züchteten Materials Ge, Si, CdTe, BaF₂ und YAG, beeinflussen kann. Es konnten für jedes Material Magnetfeldparameter gefunden werden, bei welchen zumindest die Durchbiegung der Phasengrenze im Vergleich zu einer reinen Auftriebsströmung, verringert wurde. Die Parameter variieren zum Beispiel zwischen 30°, 70A und 50Hz für Ge und 60°, 500A und 667Hz für BaF₂.

Neben den numerischen Untersuchungen zum Einfluss einer TMF-induzierten Schmelzströmung auf die Kristalleigenschaften sind in der Literatur auch verschiedene Veröffentlichungen zu Züchtungsexperimenten unter TMF-Einfluss bekannt.

Mit Hilfe des Heizer-Magnet-Moduls wurden 4''VGF-Ge- [FRA09], 3''LEC-GaAs- [RU09] und quadratische 6''Cz-Si-Kristalle [RU11, MI11] gezüchtet. Bei den Ge- und GaAs Kristallen wurden jeweils die TMF-Parameter bei identischen thermischen Bedingungen variiert. In Abhängigkeit dieser Magnetfeldparametervariation ergeben sich verschiedene Formen und Durchbiegungen der Phasengrenze. Bei optimal gewählten Parametern werden die radialen elektrischen Eigenschaften homogen. Die Phasengrenze hat eine leicht konvexe Form und ist nahezu flach. Im Kristall sind fast keine Striations nachweisbar. Für die Züchtung von quadratischen Cz-Si-Kristallen müssen kleine radiale Temperaturdifferenzen ($\Delta T_{\text{rad}} \approx 2\text{K}$) durch eine gezielte magnetfeldinduzierte Strömung stabilisiert werden. Dies ermöglicht die Züchtung von rechteckigen Kristallen mit vier identischen {110} Facetten.

In Lantzsch et al. wurden erste Untersuchungen [LA07, LA08, LA09] zum Einfluss einer TMF-Strömung auf die Durchbiegung der Phasengrenze, mit dem am Institut für NE-Metallurgie und Reinststoffe vorhandenen 3''VGF-Ofen und TMF-/DC-Spulensystem durchgeführt. Dabei wurde der Einfluss der beiden Magnetfeldrichtung untersucht. Es konnte bei 3''GaAs:Si- und 3''Ge:Ga-Kristallen gezeigt werden, dass ein TMF down die Durchbiegung der Phasengrenze im Vergleich zu Kristallen, welche ohne Magnetfeldeinfluss und unter gleichen thermischen Bedingungen gezüchtet wurden, senken kann und ein TMF up die Durchbiegung der Phasengrenze erhöht. Teilweise trat bei den Kristallen, welche unter dem Einfluss eines TMF up's gezüchtet wurden, polykristallines Wachstum im oberen Zylinderbereich auf.

2.6.3 Einfluss zeitabhängiger Magnetfelder auf die Schmelzdurchmischung

In der Literatur werden sowohl kontinuierliche als auch gepulste TMF- bzw. RMF-Felder, mit dem Ziel die Schmelzdurchmischung zu maximieren, eingesetzt. Die publizierten Untersuchungen beziehen sich immer auf die Durchmischung von zylindrischen Schmelzen, wobei die Zylinder horizontal oder vertikal in zwei Gebiete mit unterschiedlichen Schmidtzahlen oder Konzentrationen geteilt sind [NI11, KO09, KO10] oder auf Dotierstoffe bzw. Verunreinigungen, welche im Schmelzvolumen vorhanden sind [ECK08, DI11, Wi08, BE04, BE09, FRAR09, DRO10, DRO11, DRO12b, DRO12c].

In Frank-Rotsch [FRAR09] wurde gezeigt, dass bei der Verwendung eines TMF zur Intensivierung der Durchmischung von Halbleiterschmelzen mindestens ein magnetfeldbeeinflussender Parameter (TMF-Richtung, Phasenwinkel, Frequenz) periodisch oder aperiodisch variiert werden muss, um optimale Ergebnisse zu erreichen. Demonstriert wurde der Einfluss der periodischen TMF-Richtungsänderung auf Germaniumkristalle. Das Temperaturfeld wird nur wenig beeinflusst, die Form der Phasengrenze bleibt stabil, aber die Dicke der Diffusionsgrenzschicht nimmt ab und die Dotierstoffverteilung wird homogener.

Signifikant ist der Einfluss der Schmelzdurchmischung bei der Züchtung von mc-Siliziumblöcken. Je stärker die Kristallisationsrate steigt, desto konkaver wird die Phasengrenze, was zu einer Verunreinigungsanreicherung im Zentrum führen kann. In Dropka et al. wurde mit Hilfe von numerischen 3D Simulationen von industrierelevanten Tiegelgrößen der Einfluss verschiedener TMF- [DRO10, DRO11] bzw. Karussell-Magnetfelder [DRO12c] auf das Strömungsfeld in der Schmelze generell bzw. auf die Schmelzdurchmischung untersucht. Um eine komplette Durchmischung der Schmelze zu erreichen, muss die induzierte Lorentzkraft eines homogenen TMF's bedeutend größer sein als die maximale Auftriebskraft [DRO10]. Bessere Mischungsergebnisse erhält man bei der Überlagerung zweier entgegengerichteter TMF's (double frequency TMF [DRO12b]) mit unterschiedlicher Magnetfeldstärke, Frequenz und Phasenverschiebung. Dadurch ist es möglich, die Strömung im Schmelzzentrum zu intensivieren (Diffusionsgrenzschichtdicke an der Phasengrenze sinkt), ohne eine hohe Strömungsgeschwindigkeit nahe der Tiegelwand zu erzeugen. Dazu wird ein TMF up mit kleiner Frequenz und ein TMF down mit hoher Frequenz überlagert [DRO11, DRO12b]. Ein weiterer Ansatz ist die Erzeugung eines Karussell-Magnetfeldes [DRO12c] mit Hilfe eines geteilten Heizermagnetmoduls am Tiegelboden. Dies ermöglicht die Erhöhung der Strömungsgeschwindigkeit vor der Phasengrenze bei gleichzeitiger Verstärkung der axialen Strömung parallel zur Wachstumsrichtung, ohne die Strömung in der Nähe der Tiegel-

wände zu erhöhen. Die konkrete Verteilung der Lorentzkraftdichte und die Strömungsmikrostruktur hängen signifikant von der Phasenverschiebung ab. Die Höhe des magnetfelderzeugenden Stroms muss der erstarrten Fraktion angepasst werden, kann aber nicht beliebig erhöht werden, da sonst die Gefahr der Dotierstoffanreicherung im Zentrum besteht [DRO12c].

Eine weitere Möglichkeit, die Durchmischung der Schmelze zu intensivieren, ist der Einsatz eines RMF's. In Bellmann et al. wurde der Einfluss eines RMF's auf die axiale- [BE04] und radiale- [BE09] Makrosegregation untersucht. Dazu erfolgten numerische Simulationen [BE07] und VGF-Züchtungen [BE04, BE07, BE09] von 60mm langen Gallium dotierten Ge-Kristallen. Es konnte sowohl experimentell als auch numerisch gezeigt werden, dass die Durchmischung der Schmelze intensiviert wird und der effektive Verteilungskoeffizient sich dem Gleichgewichtsverteilungskoeffizienten annähert. Gleichzeitig konnte in radialen Dotierstoffprofilen nachgewiesen werden, dass der Dotierstoffpeak von Gallium nahe der Schmelzsachse durch die Nutzung eines RMF's und damit Erhöhung der Strömungsgeschwindigkeit signifikant reduziert wird. Der Dotierstoffpeak tritt auf Grund der geringen Strömungsgeschwindigkeit der VGF-Auftriebsströmung in diesem Bereich auf. Die experimentellen Ergebnisse wurden numerisch in Nikrityuk [NI11] bestätigt.

In Nikrityuk [NI11] wurde numerisch das Mischungsverhalten eines kontinuierlichen RMF's unter isothermalen Bedingungen untersucht und mit dem Mischungsverhalten eines RMF's beim Vorhandensein einer stabilen thermischen Schichtung verglichen. Die Modellanordnung bestand aus einer Zylindergeometrie mit $AR = 1$, wo in der oberen Zylinderhälfte sich ein Fluid mit $Sc = 100$ und in der unteren Hälfte ein Fluid mit $Sc = 200$ befindet. Der untersuchte Taylorzahlbereich erstreckte sich vom laminaren bis hin zum turbulenten Bereich. Um beim Vorhandensein einer stabilen thermischen Schichtung eine signifikante Durchmischung der beiden Schmelzen, vergleichbar mit dem isothermalen Fall, zu erreichen, muss die Taylorzahl einen kritischen Wert überschreiten. Der Wert ist proportional zu $Gr^{3/4}$.

In Eckert et al. [ECK08] wurde mit Hilfe von numerischen Simulationen und Strömungsmessungen (mittels UDV) an isothermalen GaInSn-Modellanordnungen [ECK08, DI11] und mittels Al-7 wt pct Si-Erstarrungsexperimenten [WI08] der Einfluss eines gepulsten RMF's auf die Schmelzdurchmischung untersucht. Die RMF-Pulse hatten entweder gleiche- oder alternierender Richtung. Ziel der Untersuchungen ist es, die Durchmischung der Schmelze bei möglichst kleinem Energieeintrag zu intensivieren. Für die Erstarrungsexperimente wurde, an Hand der Ergebnisse der isothermalen Modellexperimente, ein gepulstes RMF mit alternierender Richtung ausgewählt und die Pulsdauer wiederum systematisch variiert. Bei optimal gewählten Parametern kam es zu einer Kornverfeinerung und das kolumnare Wachstum ging

über in eine gleichachsige Mikrostruktur. Des Weiteren konnte kein Segregationsmuster in den erstarrten Kristallen nachgewiesen werden.

In Koal et al. [KO09, KO11] wurde mit Hilfe von numerischen Simulationen für einen Zylinder ($AR=1$) und einer in der Zylinderhälfte horizontal bzw. vertikal geteilten Dotierstoffkonzentration als Ausgangszustand die Mischungseffizienz von einem leicht überkritischen RMF bzw. TMF ($Ta = F = 10^5$) und einem achtfach überkritischem RMF bzw. TMF ($Ta = F = 10^6$) miteinander verglichen. Das TMF mischt immer besser als das RMF. Die Ursache liegt in der Doppelwirbelstruktur des RMF's. Auch im turbulenten Fall wird die Misch-effizienz beim RMF kaum erhöht, da sich die Taylor-Görtler-Wirbel nur am Zylinderrand bilden. Im Gegensatz dazu erstrecken sich beim turbulenten TMF die Wirbel über die gesamte Zylinderhöhe.

3 Versuchsdurchführung und numerische Simulationen

3.1 Aufbau des 3'' VGF-Züchtungsofens

Für die Realisierung der Züchtungsexperimente stand ein 3'' VGF-Ofen mit kombinierten DC-/TMF-Spulensystem zur Verfügung. In Bild 3.1 ist der Ofenaufbau schematisch (links) und fotografisch (rechts) dargestellt.

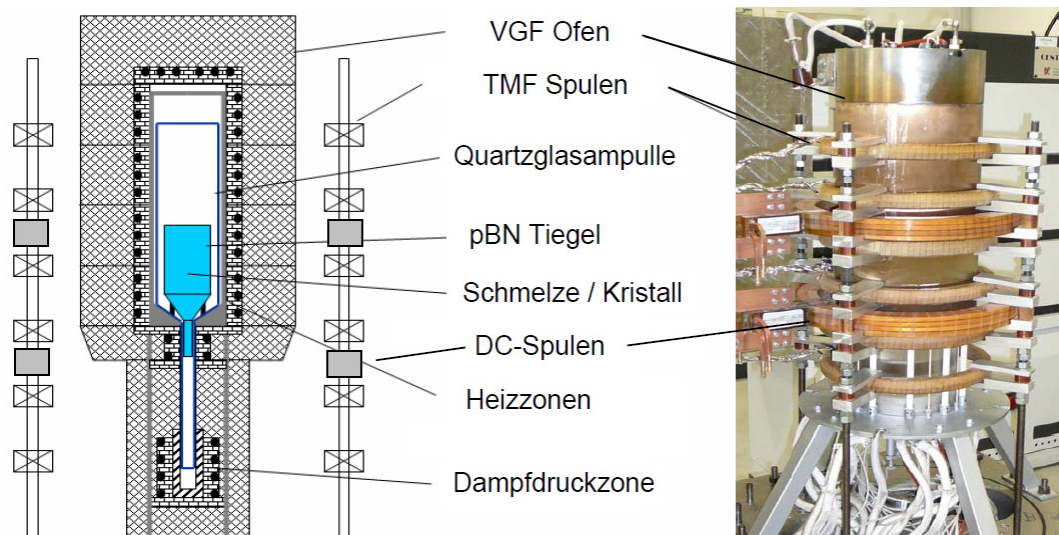


Bild 3.1: Skizze (links) und Bild (rechts) des 3''VGF-Ofens mit kombinierten DC-/TMF-Spulensystem und eingesetzter Quarzglasampulle

Der Ofen besteht aus sieben vertikal angeordneten Heizzonen, welche separat voneinander ansteuerbar sind. Die Heizzonen sind unterteilt in eine Deckel-, vier Mantel- und eine Keimheizzone. Zusätzlich existiert eine Heizzone (Dampfdruckzone) um einen definierten Dampfdruck in der verschlossenen Quarzglasampulle erzeugen zu können. Die maximal erreichbare Temperatur im Züchtungsraum beträgt 1300°C mit einer Regelgenauigkeit von 0.1K. In der Dampfdruckzone lässt sich eine maximale Temperatur von 615°C mit der gleichen

Regelgenauigkeit erreichen. Die Heizer bestehen aus Kanthaldraht (FeCrAl-Legierung, Durchmesser 3mm), welcher um einen Formkörper als Al_2O_3 -Sinterkeramik gewickelt sind. Zur Wärmedämmung des Ofens wird KVS 164 Dämmstoff eingesetzt. Der Ofenmantel besteht aus 0.8mm dickem Edelstahlblech, welches das extern erzeugte Magnetfeld (TMF) nur geringfügig abschirmt. Die Kanthalheizer können nach Überschreiten der Curietemperatur ebenfalls als gering abschirmend eingestuft werden [LA09].

Für die Temperaturreglung des Ofens sind in jede Heizzone ein Regel- und ein Sicherheitsthermoelement des Typs B (PtRH-Pt18) eingebaut. Die Thermoelemente werden isothermal aus dem Ofen zu Smartlinks (KNM-TC42-RS485-C) herausgeführt. Die Smartlinks verstärken und digitalisieren die ausgelesene Thermospannung, welche im drei Sekundentakt an den PC übermittelt wird. Der Rechner enthält für jede Zone einen PID-Softwareregler mit je zwei Entkopplungsreglern zu den Nachbarzonen. Durch Kalibrierung der ohmschen Widerstände der Heizzonen wird die Ofenleistung über die Ausgabe einer Sollspannung geregelt. Diese Sollspannung wird über Analog/Digital Wandler an die DC-Stromversorgung (Statron 740700 18.5V DC 27A) der einzelnen Heizzonen weiter gegeben. Die Stromversorgung passt die Leistung der Heizzonen an und sendet die Werte der Ist-Spannung und des Ist-Strom zur Kontrolle an den PC zurück.

Entsprechend der in Kapitel 3.4 beschriebenen chemischen Präparation zur Vorbereitung der Züchtungsexperimente wird das zu züchtende Halbleitermaterial zusammen mit dem einkristallinen Keim der gewünschten Kristallorientierung in einen pBN-Tiegel gefüllt, welcher sich in einer evakuierten Quarzglasampulle befindet und in den Ofen eingesetzt. Die Halterung des Tiegels in der Ampulle geschieht über einer Quarzglastiegelstütze. In der linken Skizze des Bildes 3.1 ist die Quarzglasampulle inkl. des Tiegels im Ofen eingezeichnet.

3.2 Aufbau und Charakterisierung der Magnetfeld-Spulen-systeme

Die magnethydrodynamischen Grundlagen für die eingesetzten TMF- und RMF- Spulen-systeme sind in Kapitel 2.3 beschrieben. In diesem Kapitel soll das am Institut für NE-Metallurgie und Reinststoffe entwickelte zugehörige TMF-/DC- Spulensystem [LA09] und RMF-Spulensystem [WU06] mit den grundlegenden Parametern zusammengefasst dargestellt werden. Für eine ausführliche Charakterisierung wird auf die Dissertation von Lantzsch [LA09] (Entwicklung TMF-/DC-Spulensystem) und auf die Dissertation von Wunderwald [WU06] (Entwicklung RMF-Spulensystem) verwiesen.

3.2.1 TMF-/ DC- Spulensystem

Bild 3.2 zeigt ein Foto (links) und die schematische Spulenanordnung (rechts) des kombinierten TMF-/DC-Spulensystem. Das Spulensystem wurde so konzipiert, dass es sowohl beim 3''VGF-Ofen einsetzbar ist (vgl. Kapitel 5) als auch alleine für Modellexperimente zur Strömungskontrolle in der Halbleiterschmelze (vgl. Kapitel 4) zur Verfügung steht.

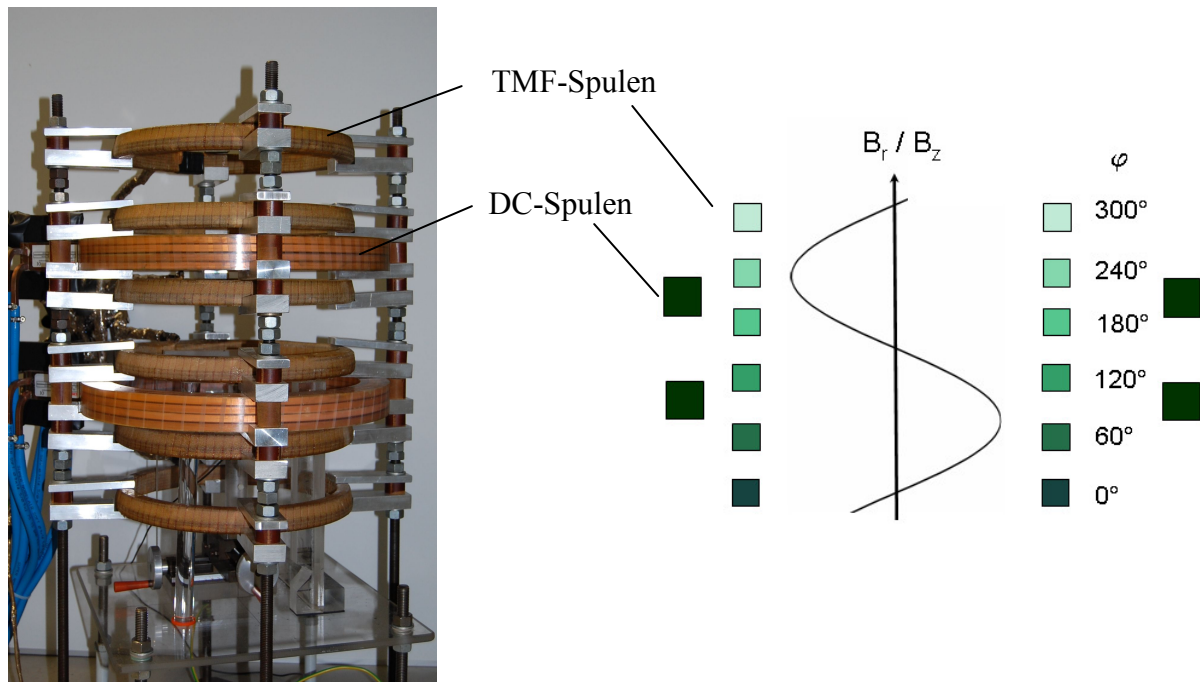


Bild 3.2: Foto des kombinierten TMF-/DC-Spulensystems (links) und schematische Anordnung der Spulen mit Phasenbeziehung (rechts)

Das TMF-Spulensystem besteht aus sechs Ringspulen zu je 36 Kupferwindungen. Jede Kupferspule hat einen Innendurchmesser von 0.15m, was einen minimalen Abstand zum 3''VGF-Ofen gewährleistet. Der maximale Spulenstrom pro Windung beträgt 20A, wobei die Spulen in Form einer Dreiecksschaltung mit je zwei zusammen geschalteten Spulen verdrahtet sind. Das System wird dafür von einer AC-Spannungsquelle (EAAT 3x240V AC / 25A) mit einer maximalen Leistung von 8kW gespeist. Die Phasenverschiebung zwischen benachbarten Spulen beträgt 60° und die resultierende Wellenlänge des Magnetfeldes ist 55cm und damit viel länger als die typischen Schmelzdimensionen, d.h. die „long wave approximation“ Kapitel 2.3 ist erfüllt. Die Frequenz kann zwischen 10-800Hz variiert werden, um in Abhängigkeit des Materials jeweils den Skineneffekt (vgl. Kapitel 2.3) in der Schmelze vernachlässigen zu können. Des Weiteren ergibt sich eine maximale magnetische Induktion von 3mT.

Das axiale DC-Feld wurde so konzipiert, dass eine effektive Dämpfung der Strömungsfluktuation möglich ist. Es besteht aus zwei wassergekühlten Hohlleiterspulen mit einem Innendurchmesser von 0.36m. Der maximale Strom pro Windung beträgt 1100A und wird von einer Gleichstromquelle (TLU 4792 20V / 1200A) mit einer maximalen Leistung von 24kW zur Verfügung gestellt. Die beiden Spulen sind in Reihe geschaltet. Es ergibt sich ein maximales magnetisches Feld von 84mT.

Die magnetische Induktion der beiden Magnetfelder wurde in Abhängigkeit der axialen bzw. radialen Messposition und in Abhängigkeit der Magnetfeldparameter mit Hilfe einer Hallsonde (Lakeshore 460, MMZ-2518-UH) bei Raumtemperatur bestimmt. Im Inneren des heißen 3''VGF-Ofens wurden die Magnetfelder bei Betriebstemperatur mit Hilfe einer Induktionsspule vermessen.

Die Magnetfelder können im Zentrum der Spule durch folgende Ausdrücke [LA09] bestimmt werden:

$$B_{TMF} [T] = 1.684 \times 10^{-4} I_{TMF} [A] \quad (\text{TMF ohne DC-Spulen}) \quad (3.1)$$

$$B_{TMF} [T] = 1.097 \times 10^{-4} I_{TMF} [A] \quad (\text{TMF mit DC-Spulen}) \quad (3.2)$$

$$B_{TMF} [T] = 1.554 \times 10^{-4} I_{TMF} [A] \quad (\text{TMF im heißen Ofen mit DC-Spulen}) \quad (3.3)$$

$$B_{DC} [T] = 7.669 \times 10^{-5} I_{DC} [A] \quad (\text{DC-Feld}) \quad (3.4)$$

Das TMF-Feld wurde sowohl mit angeschlossenen - als auch mit abgeklemmtem DC-Feld gemessen. Durch das DC-Feld erfolgte eine deutliche Schwächung des TMF-Feldes von ca. 35% im Zentrum. Die Schwächung resultiert aus der Induktion einer Spannung in der geschlossenen DC-Spule ausgehend vom TMF-Feld. Diese induzierte Spannung generiert ein Magnetfeld, welches dem TMF-Feld entgegengerichtet ist (Lenz'sche Regel).

Des Weiteren bewirkt die Abschirmung des heißen Ofens eine Verminderung des TMF-Feldes um ca. 8% im Vergleich zu dem TMF-Feld ohne VGF-Ofen [LA09].

Die DC-Spulen werden in der vorliegenden Arbeit nicht eingesetzt. Daher beziehen sich alle weiteren Betrachtungen immer nur noch auf die TMF-Spulen.

3.2.2 RMF-Spulensystem

Für die Erzeugung eines RMF-Magnetfeldes steht ein Induktor aus drei Spulenpaaren mit Polkappen aus gegenseitig isolierten Lamellen zur Verfügung (vgl. Bild 3.3). Mit Hilfe des Induktors ist es möglich, ein homogenes Magnetfeld mit der Polordnung $p = 1$ zu erzeugen. Der Innendurchmesser beträgt 245mm und die Höhe der Polschuhe beträgt 64mm. Einerseits ist es damit möglich, das Magnetfeld so am 2''VGF-Ofen zu positionieren, dass sich die Polschuhe auf Höhe der Schmelze befinden. Auf der anderen Seite kann das RMF-Spulensystem auch alleine für Modellexperimente zur Strömungskontrolle in Halbleiterschmelzen (vgl. Kapitel 4.4) eingesetzt werden.

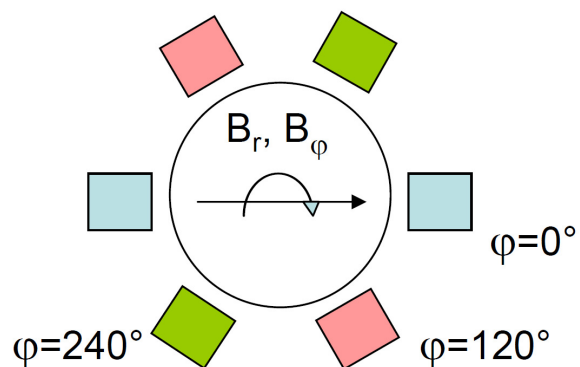
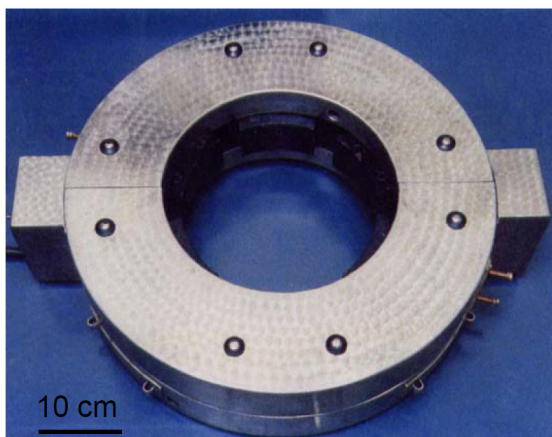


Bild 3.3: Foto des Induktors zur Erzeugung eines RMF-Feldes (links) und schematische Anordnung der Polschuhe mit Phasenbeziehung (rechts)

Die Spulen sind kreisförmig angeordnet und werden mit einem Dreiphasenwechselstrom mit 60° Phasenverschiebung angesteuert, welcher von einer Wechselspannungsquelle (Heiden Electronics 165V / 25A) zur Verfügung gestellt wird.

Die Drehrichtung des Magnetfeldes kann durch Phasenumkehr geändert werden. Die Frequenz ist im Bereich 10-400Hz variabel einstellbar und es ergibt sich eine maximale magnetische Induktion von 15mT.

Im Bereich von 0-3mT erfolgt die Steuerung des Induktors über die Spannung, da der Ausgangsstrom der verwendeten Wechselspannungsquelle bei niedrigen Werten relativ stark schwankt. Bei höheren Magnetfeldern erfolgt die Steuerung über den Strom.

Die magnetische Induktion wurde wiederum in Abhängigkeit der Messposition und der Magnetfeldparameter mit einer 3D-Hallsonde (Lakeshore 460, MMZ-2518-UH) bei Raumtemperatur bestimmt. In Bezug auf das Zentrum innerhalb des Induktors ergeben sich eine maximale axiale Abweichung von 10% und eine maximale radiale Abweichung von 8% am Rand.

Die Modellexperimente zur Strömungskontrolle (vgl. Kapitel 4.4) erfolgten bei einer RMF-Frequenz von 50Hz. In diesem Fall kann das Magnetfeld im Zentrum des Induktors mit folgenden Zusammenhängen beschrieben werden:

$$B_{RMF} [mT] = -0.13348 + 0.09072 * U[V] \quad (\text{für die Steuerung über die Spannung}) \quad (3.5)$$

$$B_{RMF} [mT] = -0.36406 + 1.22083 * I[A] \quad (\text{für die Steuerung über den Strom}) \quad (3.6)$$

Mit Hilfe eines Torsionspendels wurde die magnetische Induktion innerhalb des heißen Ofens (B_{eff}) und außerhalb des Ofens (B_0) bestimmt. Dort ergibt sich eine 10% Abschirmung des heißen Ofens im Fall einer RMF-Frequenz von 50Hz. Im Allgemeinen hängt die Dämpfung des heißen Ofens exponentiell von der Frequenz des RMFs ab [TE02].

$$\frac{B_{eff}}{B_0} = 1.0173 * \exp(-0.0026\omega) \quad (3.7)$$

3.3 Aufbau der Versuchsgeometrien für die Modellexperimente

Im Rahmen dieser Arbeit wurde ein Doppelmantelgefäß und ein Modellofen konzipiert und aufgebaut um die speziellen Anforderungen an die Niedrigtemperaturmodellexperimente für eine VGF-Auftriebsströmung (vgl. Kapitel 2.1) in Kombination mit einer magnetfeldinduzierten Strömung (vgl. Kapitel 2.3) in einer Zylindergeometrie zu erfüllen.

Die Anforderungen ergeben sich aus der Erzeugung einer züchtungstypischen VGF-Auftriebsströmung in einer Modellschmelze (GaInSn) bei moderaten Temperaturen unter 100°C , wie sie auch in den VGF-Öfen während der Kristallzüchtung vorherrscht. Dies bedeutet, dass es in den Versuchsgeometrien möglich sein muss, reproduzierbare thermische Felder mit definierten axialen und radialen Temperaturgradienten zu erzeugen. Der axiale Gradient charakterisiert die stabile thermische Schichtung, welche in der Schmelze vorherrscht und treibt damit keine Strömung an. Die radialen Temperaturgradienten wechseln ihr Vorzeichen in einer definierten Schmelzhöhe und treiben damit zwei gegenläufige, axialsymmetrische Strömungswirbel an. Damit entspricht der Verlauf der Wärmeströme in den Versuchsgeometrien denen im realen VGF-Züchtungssofen, wie sie in Kapitel 2.1 beschrieben werden. Nur sind die Absoluttemperaturen bedeutend niedriger als die typischen Züchtungstemperaturen. Dies ergibt sich aus den thermischen Restriktionen der vorhandenen Ultraschallsonden (vgl. Kapitel 3.5). Des Weiteren muss es natürlich möglich sein, beide Versuchsgeometrien zentrisch in allen Raumrichtungen im RMF- bzw. im TMF-/DC-Spulensystem zu positionieren, so dass alle magnetohydrodynamischen Annahmen aus Kapitel 2.3 erfüllt sind.

3.3.1 Doppelmantelgefäß

Das Doppelmantelgefäß aus Thermoglas wurde nach den gewünschten Spezifikationen als Sonderanfertigung von der Firma Technicon hergestellt. Das Gefäß hat einen Innendurchmesser von 64mm und eine Innenhöhe von 180mm. Der äußere Doppelmantel ist in der Mitte geteilt, so dass sich zwei verschiedene Temperaturzonen mit einer Höhe von jeweils 80mm ergeben. Zusätzlich ist es möglich, Teflondistanzstücke mit einer beliebigen Höhe in das Gefäß einzubringen und so die Stärke des Einfluss der beiden Temperaturzonen auf die Schmelze zu variieren. Die Aufteilung des Doppelmantels in zwei Temperaturzonen ermöglicht das Einstellen von VGF-typischen Temperaturprofilen in der Modellschmelze, d.h. es ist möglich,

auf die Schmelze einen radialen Temperaturgradienten mit wechselnden Vorzeichen aufzuprägen und gleichzeitig eine stabile axiale Temperaturschichtung zu realisieren. Bei den niedrigen Absoluttemperaturen ist es nötig, die Schmelze im oberen Teil zu heizen und im unteren Teil aktiv zu kühlen, um diesen Wechsel im Vorzeichen des radialen Temperaturgradientens zu erhalten.

Deshalb sind die beiden Zonen des geteilten Doppelmantels jeweils mit zwei separaten Anschlüssen versehen, an welche Thermostate angeschlossen werden können. An die obere Zone des Doppelmantels (Heizzone) wurde ein Thermostat der Firma Lauda (Ecoline Staredition E306) angeschlossen, welches die Thermostatflüssigkeit (Wasser) heizen kann. An die untere Zone des Doppelmantels (Kühlzone) wurde ein Kryostat der Firma Lauda (Ecoline RE104) angeschlossen, welcher die Thermostatflüssigkeit (Wasser) aktiv kühlen kann. Beide Geräte haben eine Regelgenauigkeit von $\pm 0.02\text{K}$ und ermöglichen es damit, definierte reproduzierbare thermische Randbedingungen und thermische Felder in der Modellschmelze GaInSn zu erzeugen. Der Deckel ist mit zwei Glasführungen (im Zentrum und am Rand) versehen, welche als Halterung für Temperaturelemente bzw. Ultraschallsonden dienen.

Der Aufbau des Gefäßes und die zentrische Positionierung im RMF-Spulensystem sind zusammengefasst in Bild 3.4 dargestellt.

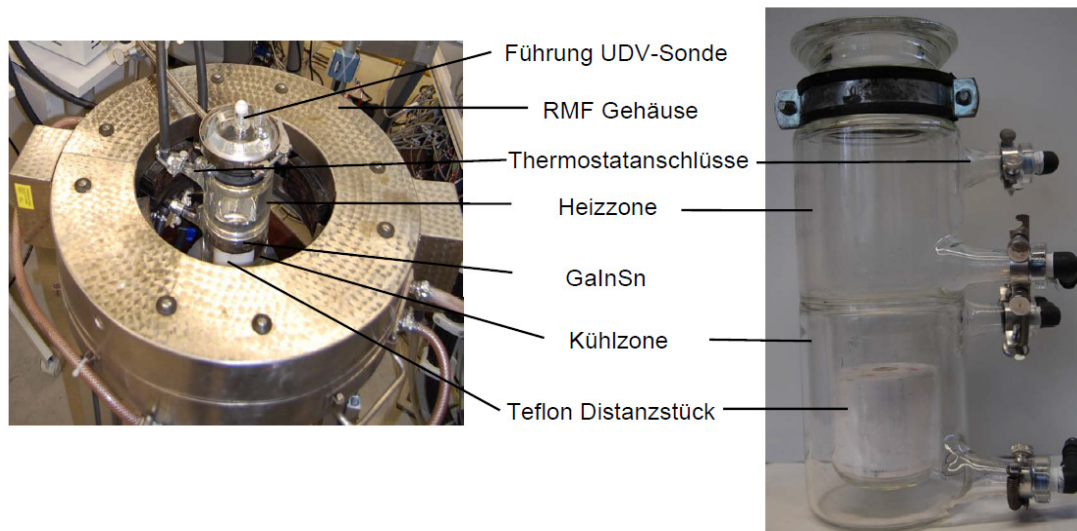


Bild 3.4: Fotos des speziellen Doppelmantelgefäßes für ultraschallbasierte Strömungsmessungen im Niedrigtemperaturbereich inklusive Positionierung im RMF-Spulensystem (links) und Aufbau des Gefäßes (rechts)

3.3.2 Modellofen

Neben dem Doppelmantelgefäß stand auch ein 3-Zonen Modellofen (vgl. Bild 3.5) für die Strömungsexperimente zur Verfügung. Der Ofen wurde am Institut für NE-Metallurgie und Reinststoffe konzipiert und aufgebaut. Er ist, wie das Doppelmantelgefäß, für Strömungsuntersuchungen bei niedrigen Temperaturen im Vergleich zu den Züchtungstemperaturen ausgelegt. Im Gegensatz zu dem Doppelmantelgefäß kann er aber auch für höher schmelzende Legierungen bzw. Materialien z.B. Woodsches Metall eingesetzt werden.

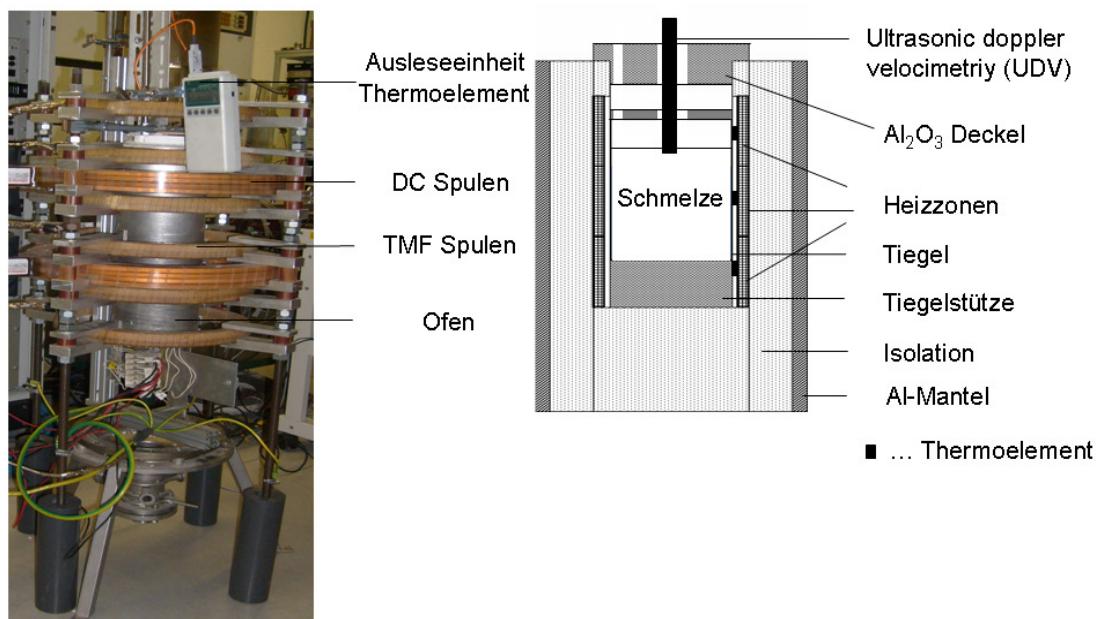


Bild 3.5: Foto des TMF-/DC-Spulensystems mit dem Modellofen (links) und Schema des VGF-Modellofens (rechts)

Der Modellofen besteht aus drei separat regelbaren, zentrischen Widerstandsheizelementen (Platinheizer). Jedes Heizelement ist an eine stufenlos regelbare Stromversorgung ($I = 0 \dots 25A$) der Firma Statron angeschlossen. Dies ermöglicht sowohl die Anzahl der angesteuerten Heizzonen, als auch die Heizleistung der einzelnen Zonen separat voneinander zu steuern. Die thermische Kontrolle der Heizelemente erfolgte über S-type Thermoelemente, welche an der inneren Oberfläche der Platinheizer fixiert sind und sich über Datenlogger der Firma Almemo auslesen lassen. Die Heizer sind nach außen von Dämmstoff KVS 164 umgeben. Der Ofenmantel selber besteht aus 0.8mm dicken Edelstahlblech, welches ein, von außen auf die Schmelze aufgeprägtes, Magnetfeld nur geringfügig abschirmt. Der Deckel besteht aus Aluminiumoxid und hat zwei Durchführungen (am Rand und im Zentrum). Diese Durchführungen ermöglichen es axiale Temperatur- und Strömungsprofile in der Schmelze zu messen, ohne den Ofen öffnen zu müssen und dadurch das Temperaturfeld im Ofeninnern zu beein-

flussen. Zusätzlich ist es möglich, einen weiteren Deckel aus z.B. Teflon direkt auf den Schmelzbehälter zu positionieren und dadurch die Reproduzierbarkeit der axialen Temperaturprofile in der Schmelze zu erhöhen. Durch diesen Aufbau und die damit erfolgte thermische Abschirmung lassen sich reproduzierbare thermische Felder für $T \geq 70^\circ\text{C}$ mit Temperaturfluktuationen $\leq 0.5\text{K}$ einstellen.

In den Ofen passen zylindrischen Schmelzbehälter mit einem maximalen Durchmesser von $D_d = 75\text{mm}$. Wobei die Position des Schmelzbehälters in Bezug auf die absolute Höhe im Ofen durch ein Set von Al_2O_3 -Tiegelstützen mit verschiedenen Höhen frei wählbar ist. Dadurch ist es möglich, den Einfluss der drei Heizzonen auf die Modellschmelze zu variieren.

3.4 Chemische Präparation

Die chemische Präparation umfasst sowohl die Vorbereitung der Züchtungsexperimente als auch die gezielte Präparation der Kristallscheiben aus den gezüchteten GaAs- und Ge-Kristallen für die verschiedenen Charakterisierungsmethoden, welche in Kapitel 3.5 beschrieben werden.

3.4.1 Vorbereitung der Züchtungsexperimente

Für die Präparation der Züchtungsampullen werden zunächst die Quarzglasampullen und Tiegelstützen (Ilmasil-Quarzglas Quarzschmelze Ilmenau GmbH) mit einer Tensidlösung entfettet, anschließend bis zu einer Leitfähigkeit $< 1 \mu\text{s}/\text{cm}$ des Spülwassers gespült und im Vakuumtrockenschrank bei 90°C getrocknet. Danach werden die Quarzglasteile im Rohofen unter Vakuum bei 900°C für drei Stunden ausgeglüht.

Die Tiegel aus pyrolytischem Bornitrid (Sintec Keramik GmbH / Shin-Etsu Chemical Co. Lt) werden zunächst in einem Gemisch aus $\text{HCl}(30\%) : \text{HNO}_3(65\%) = 3.5 : 1$ chemisch¹⁴ gereinigt und anschließend im Vakuumtrockenschrank getrocknet. Je nach zu züchtendem Material werden die Tiegel nach der chemischen Reinigung und Trocknung unterschiedlich im Rohofen ausgeglüht. Für die GaAs-Züchtung erfolgt eine dreistündige Oxidation der Tiegeloberfläche bei 1000°C im Sauerstoff/Stickstoff-Gegenstrom, d.h. der Sauerstoffstrom 10l/h ist direkt in den Tiegel hinein gerichtet und der Stickstoffstrom 80l/h geht am Tiegel vorbei. Ziel dieser Oxidation ist die Bildung von Boroxid auf der Tiegeloberfläche, welches die Oberflächenspannung zwischen Schmelze und Tiegel erhöhen soll [BOU91]. Des Weiteren soll durch den mit Boroxid beschichteten Tiegel polykristallines Wachstum und das Runterlaufen der Schmelze am Keim verhindert werden. Für die Ge-Züchtung werden die Tiegel drei Stunden im Vakuum bei 1000°C im Rohofen ausgeglüht.

Die einkristallinen Keime müssen, unabhängig von dem zu züchtendem Material, zuerst auf einer Spezialdrehbank an die leicht konische Form des Keimkanals (Steigungswinkel 1°) der Tiegel angepasst werden. Die GaAs-Keime ($<100>$) und das polykristalline GaAs-Ausgangsmaterial sind n-typ semiisolierendes VGF-/LEC-Material von der Firma FCM.

¹⁴ Die eingesetzten Chemikalien entsprechen generell der Reinheit suprapur.

Die Ge-Keime (<111>) sind nominell undotierte und das polykristalline Ge-Ausgangsmaterial ist undotiertes vertical Bridgman Material (Widerstand $\geq 48\Omega\text{cm}$) von der Firma VB-tec. Nach der geometrischen Anpassung der Keime an den Keimkanal des Tiegels erfolgt die chemische Reinigung der Ge- bzw. GaAs-Keime und des entsprechenden grobstückigen, polykristallinen Ausgangsmaterials nach den in Tabelle 3.1 zusammengefassten Ätzvorschriften. Anschließend werden sowohl das Ausgangsmaterial als auch die Keime säurefrei gespült und getrocknet.

Tabelle 3.1: Ätzvorschriften für die chemische Reinigung der Ge- bzw. GaAs-Keime und des entsprechenden Ausgangsmaterials [LA09, JE09]

Substanz		Ätzvorschrift
Ge	Keime	$\text{HNO}_3(65\%) : \text{CH}_3\text{COOH}(100\%) : \text{HF}(40\%) = 5 : 3 : 3$
	pk-Ausgangsmaterial	$\text{HNO}_3(65\%) : \text{CH}_3\text{COOH}(100\%) : \text{HF}(40\%) = 5 : 3 : 3$
GaAs	Keime	$\text{H}_2\text{O} : \text{H}_2\text{SO}_4(96\%) : \text{H}_2\text{O}_2(30\%) = 1 : 3 : 1$
	pk-Ausgangsmaterial	$\text{H}_2\text{O} : \text{HCl}(30\%) : \text{HNO}_3(65\%) = 1.5 : 3.5 : 1$

Als Dotierstoffe werden bei der GaAs-Züchtung Silizium und bei der Ge-Züchtung Gallium direkt in die Schmelze, d.h. in den Tiegel zugesetzt. Bei Germanium erfolgt außerdem eine alternative Dotierung mit Zink über die Gasphase in der geschlossenen Quarzglasampulle¹⁵. Dafür werden ca. 5g Zn in den Schnorchel der Quarzglasampulle eingebracht.

Bei den Züchtungsversuchen mit GaAs werden zusätzlich ca. 5g As (Reinheit 6N5), 100g B_2O_3 (Reinheit 5N5, Wassergehalt 500ppm) und ca. 5g Quarzglasstücke in die Ampulle zugesetzt. Das Arsen wird ebenfalls in den Schnorchel der Quarzglasampulle eingebracht, mit dem Ziel, ca. 1bar As-Dampfdruck in der geschlossenen Ampulle zu erzeugen und so dass Abdampfen der leichtflüchtigen As-Komponente aus der Galliumarsenidschmelze bzw. von dem warmen GaAs-Kristall zu verhindern (vgl. Kapitel 5.1) [FRA96]. Das Boroxid wird als Abdeckschmelze und als Flüssigkeitsfilm zwischen GaAs-Schmelze bzw. GaAs-Kristall und Tiegel benötigt. Es verhindert dadurch auf der einen Seite einen Kontakt GaAs-Schmelze / Tiegel und kompensiert auf der anderen Seite die unterschiedlichen thermischen Ausdehnungen vom Tiegelmateriale und GaAs. Da das Boroxid aber mit dem Dotierelement Silizium reagiert, müssen zusätzlich Quarzglasstücke in die Ampulle zugesetzt werden, um diese Reaktion zu unterbinden [SCHE08, BOU91].

Die Präparation der Züchtungsampulle, bei der alle Komponenten in die Quarzglasampulle eingesetzt werden, passiert unter Reinraumbedingungen (Reinraumklasse 100). Anschließend

¹⁵ Das Prinzip der Gasphasendotierung in der geschlossenen Quarzglasampulle ist in Kap. 5.2 näher beschrieben.

erfolgt eine Spülung mit Reinstgas (Argon/Stickstoff) und die Evakuierung der Ampulle bis zu einem Druck von $<10^{-6}$ mbar. Die verschlossene Ampulle wird vermessen und gewogen und in den VGF-Züchtungssofen eingebaut.

3.4.2 Präparation der Kristallscheiben

Nach der VGF-Züchtung wird die Quarzglasampulle aufgesägt und der Kristall entweder im Falle von Germanium direkt aus dem Tiegel gelöst oder im Falle von Galliumarsenid in einem mit Methanol gefüllten Druckgefäßes im Ultraschallbad. Bei Galliumarsenid ist es nötig, das feste Boroxid, welches den Kristall umgibt, mit Hilfe von Methanol unter der Einwirkung von Ultraschall zu lösen. Anschließend erfolgt die Präparation der gesägten Kristallscheiben für die jeweiligen Charakterisierungsmethoden. Bild 3.6 zeigt einen 3''Ge-Kristall und ein typisches Set gesägter Scheiben.

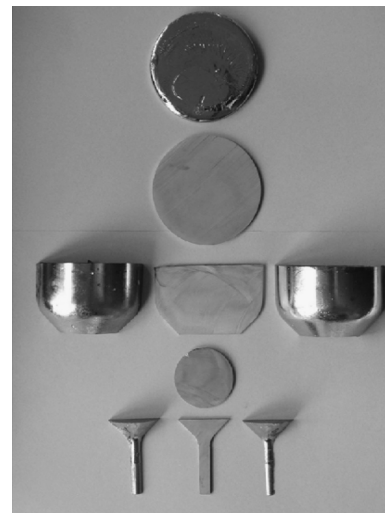
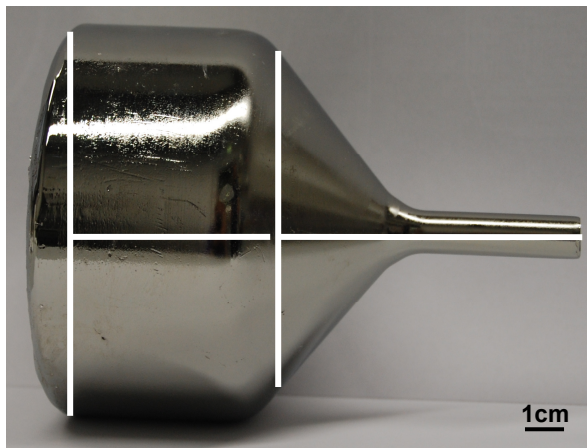


Bild 3.6: Foto eines 3''Ge-Kristalls (links) mit skizzierten Schnittpositionen und typisches Set gesägter Längs- und Querscheiben (rechts)

Die prinzipiellen Präparationsschritte für die Kristallscheiben sind z.B. in dem Lehrbuch von Ruge „Halbleiter-Technologie“ näher beschrieben [RUG91]. Zunächst werden mit einer Drahtsäge der Kopf des Kristalls und eine anschließende Querscheibe abgetrennt. Als nächstes werden mit einer Diamantkreissäge eine Längsscheibe des Keims, mehrere Längsscheiben aus dem Zylinder- und Konusbereich und eine Querscheibe am Konusende präpariert. Alle Scheiben werden anschließend geschliffen, geläppt und poliert. Für das Schleifen stehen zwei Stufen SiC-Schleifpapier mit 1000er und 500er Körnung zur Verfügung. Für den Läppschritt steht Al_2O_3 Läppmittel mit $9\mu\text{m}$ Körnung und anschließend Natriumhydrochlorid

für einen chemomechanischen Polierschritt zur Verfügung. Das Polieren erfolgt dreistufig mit MD-PAN, MD-MOC und Nap Tüchern, Schmiermittel und 9-; 1-; 0.25 µm Poliersuspension. Für die metallographischen Untersuchungen (vgl. Kapitel 3.5) werden die entsprechenden Scheiben anschließend noch chemisch geätzt, wobei zwischen Struktur- und Versetzungsätze unterschieden wird. In Tabelle 3.2 sind die verschiedenen Ätzrezepturen für GaAs- und Ge-Scheiben zusammen gefasst.

Tabelle 3.2: Ätzvorschriften für Struktur- und Versetzungsätze bei GaAs:Si- und Ge:Ga-Kristallscheiben

Substanz	Art der Ätzung	Ätzvorschrift	Quelle
GaAs:Si	Strukturätze	4min; 20°C; H ₂ O : H ₂ SO ₄ (96%) : H ₂ O ₂ (30%) = 1 : 3 : 1 35min; 20°C; direkte Lichteinstrahlung; H ₂ O : Cr ₂ O ₃ (gelöst) : HF(40%) = 6 : 5 : 1	[WEY83]
	Versetzungsätze	10min; 380°C; KOH-Schmelze	[NA81]
Ge:Ga	Strukturätze	25s; 20°C; HF(40%) : CH ₃ COOH(100%) : H ₂ O ₂ (30%) = 1.25 : 1 : 1	[HEI52]
	Versetzungsätze	8min; 90°C; KOH : K ₃ [Fe(CN) ₆] : H ₂ O = 72g : 48g : 600ml	[BIL56]

3.5 Eingesetzte Messmethoden

Je nach Untersuchungsschwerpunkt stehen verschiedene Messmethoden zur Verfügung. Die Strömungsmessungen für die Modellexperimente erfolgen mit Hilfe der Ultrasonic Doppler Velocimetry in GaInSn in den im Kapitel 3.3 vorgestellten Versuchsgeometrien. Die aus den gezüchteten Ge- und GaAs-Kristallen präparierten Scheiben werden sowohl metallographisch charakterisiert als auch die elektrischen Eigenschaften bestimmt. Die metallographische Charakterisierung dient der Bestimmung der Durchbiegung der Phasengrenze an strukturgeätzten Längsscheiben mit Hilfe eines Lichtmikroskopes. Als elektrische Eigenschaften werden der elektrische Widerstand und die Ladungsträgerkonzentration an doppelseitig polierten Längsscheiben mittels Vierspitzen- und Hallmessungen bestimmt.

3.5.1 Ultrasonic Doppler Velocimetry

Die Messung der Schmelzströmung in der Modellschmelze GaInSn in den entsprechenden Versuchsgeometrien erfolgt mit Hilfe der Ultrasound Doppler Velocimetry (UDV) [CRA04, TA90, TA12, BR01]. Die Messmethode ermöglicht die Strömungscharakterisierung in opaken Medien mit Hilfe von Ultraschall unabhängig von der Art der Strömungserzeugung. Der Fokus der Untersuchungen liegt auf der Strömungsstruktur, der Geschwindigkeit und der Stabilität der erzeugten Strömung.

Als UDV – Messgerät kommt ein DOP 2000 Modell 2125 der Firma Signal Processing S.A. mit einer 8 MHz Ultraschallsonde (TR0805LS) bis 60°C spezifiziert bzw. einer 8MHz Sonde bis 150°C (TR0805HS) spezifiziert zum Einsatz [SIG13]. Die UDV-Sonden können je nach Messanforderung am Boden bzw. seitlich am Gefäß positioniert werden und damit durch die Gefäßwand hindurch messen. Oder es ist möglich, sie in direkten Schmelzkontakt zu bringen und dann das Strömungsprofil direkt in der Schmelze zu messen. Die Strömungsmessungen im Niedrigtemperaturbereich (vgl. Kapitel 4) erfolgen in direkten Schmelzkontakt.

In Bild 3.7 ist der so realisierte Messaufbau prinzipiell dargestellt.

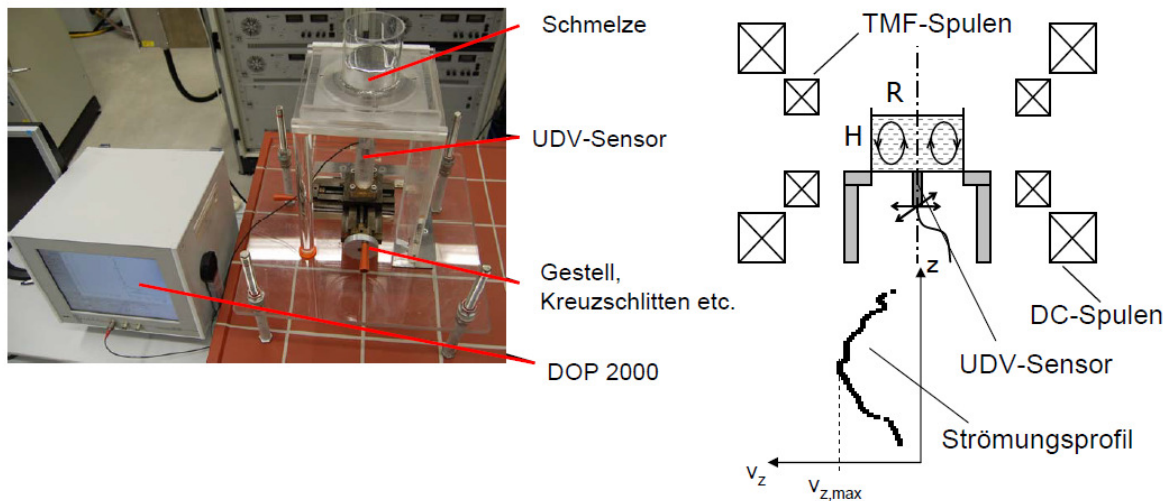


Bild 3.7: UDV-Messaufbau für isothermale Strömungsmessungen; Foto (links) und Skizze der zentralen Gefäßpositionierung im TMF-/DC-Spulensystem mit resultierendem Strömungsprofil (rechts)

Das für die Auswertung der eindimensionalen Geschwindigkeitsprofile verwendete Koordinatensystem wurde wie folgt definiert: der Koordinatenursprung liegt an der Ultraschallaustrittsfläche der UDV-Sonde, die r -Achse zeigt in Richtung Tiegelwand und die z -Achse zeigt in Richtung Tiegelboden. In Bild 3.8 ist die Lage des Koordinatensystems am Beispiel des Modellofens skizziert.

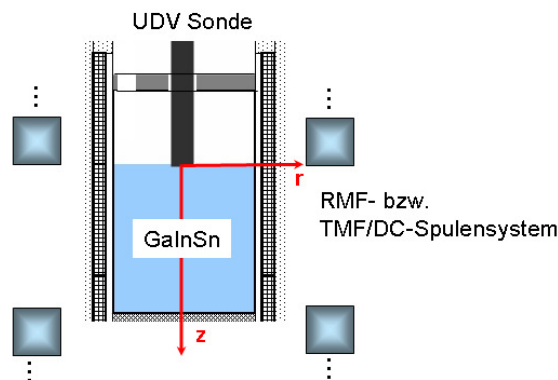


Bild 3.8: Definition des Koordinatensystems für Strömungsmessungen im direkten Schmelzkontakt am Beispiel des Modellofens

Per Definition charakterisiert eine positive Geschwindigkeit eine Strömung senkrecht von der Stirnfläche der Sonde weg und eine negative Geschwindigkeit eine Strömung zur Sonde hin.

Das verwendete Messprinzip beruht auf der Ultraschallreflexion an Partikeln, welche der Strömung folgen. Im Fall der GaInSn-Schmelze sind diese Partikel Oxidpartikel, welche durch Kontakt der Schmelzoberfläche mit dem Luftsauerstoff automatisch gebildet werden.

Die UDV-Sonde stellt gleichzeitig den Sender und Empfänger für das Ultraschallsignal dar, wobei die Laufzeit t_L eines ausgesendeten Ultraschallpulses gemessen wird.

Bei bekannter Ultraschallgeschwindigkeit c_s wird mit Hilfe eines ersten Ultraschallpulses die Position des Teilchens zum Sensor bestimmt x_{p1} . Mit Hilfe eines zweiten ausgesendeten Ultraschallpulses wird die Änderung der Position dieses Teilchens zum Sensor bestimmt x_{p2} . Aus dieser Positionsänderung und der Zeit für die Ultraschallpulswiederholung t_{prf} lässt sich die Geschwindigkeit des Teilchens u relativ zum Sensor bestimmen.

$$u = \frac{x_{p2} - x_{p1}}{t_{prf}} = \frac{c_s(t_{L2} - t_{L1})}{2t_{prf}} \quad (3.8)$$

Begrenzt wird die Messmethode durch das Nyquist Theorem, was besagt, dass ein Signal der Frequenz f zur zeitlichen Diskretisierung mindestens mit einer Frequenz von $2f$ abgetastet werden muss, damit es zu keinem Informationsverlust kommt. Daraus ergibt sich eine maximal messbare Strömungsgeschwindigkeit u_{max} .

$$u_{max} = \frac{c_s}{4f_e t_{prf}} \quad (3.9)$$

Zusätzlich ergibt sich für eine bestimmte Pulswiederholrate eine maximal messbare Tiefe x_{max} , so dass sich Signale zweier aufeinander folgender Ultraschallimpulse nicht überlagern.

$$x_{max} = \frac{t_{prf} c_s}{2} \quad (3.10)$$

Bei den typischerweise gewählten Messparametern ($t_{prf} = 190 - 500\text{Hz}$) ergaben sich folgende maximal messbaren Geschwindigkeiten: $u_{max} = 17 - 45\text{mm/s}$ und maximal messbare Tiefe: $x_{max} = 7 - 3\text{m}$. Die Pulswiederholrate wurde dabei stets so gewählt, dass die maximal auflösbare Geschwindigkeit deutlich höher ist als die maximal zu messende Geschwindigkeit. Da die Schmelzdurchmesser und -höhen in den Experimenten nur einige Zentimeter betragen, ist die maximal messbare Tiefe unkritisch.

Für die zeitlich gemittelten Strömungsprofile wurde eine Gesamtmesszeit von 10min gewählt, d.h. die dargestellten Geschwindigkeitsprofile über die Ortskoordinate sind das zeitliche Mittel von 10min Messzeit.

3.5.2 Metallographische Charakterisierung der Kristallscheiben

Mit Hilfe der metallographischen Charakterisierung der Kristalllängsscheiben wird sowohl die Ankeimposition als auch die Durchbiegung der Phasengrenze in Abhängigkeit der Kristallhöhe bestimmt. Durch die beiden Kenngrößen ist es möglich, aus einer Variation der Züchtungsparameter Rückschlüsse auf die strukturelle Kristallqualität zu ziehen.

Die strukturgeätzte Keimlängsscheibe dient zur Bestimmung des Ankeimpunktes. Um ein sicheres Ankeimverhalten zu garantieren, sollte die Position bei einem 40mm langen Keim bei ca. 20mm liegen.

Danach wird an Hand der strukturgeätzten Längsscheibe die Durchbiegung der Phasengrenze durch die vorhandenen Striations mit Hilfe eines Lichtmikroskopes der Firma Leica bestimmt. Die Durchbiegung ist gleich dem Quotienten $\Delta z/r$. In Bild 3.9 links sind an Hand einer Skizze die einzelnen geometrischen Einflussgrößen zur Bestimmung der Durchbiegung der Phasengrenze und der erstarrten Fraktion verzeichnet. Im rechten Teil des Bildes 3.9 sieht man eine typische lichtmikroskopische Aufnahme von mehreren Striations (Dotierstoffinhomogenitäten).

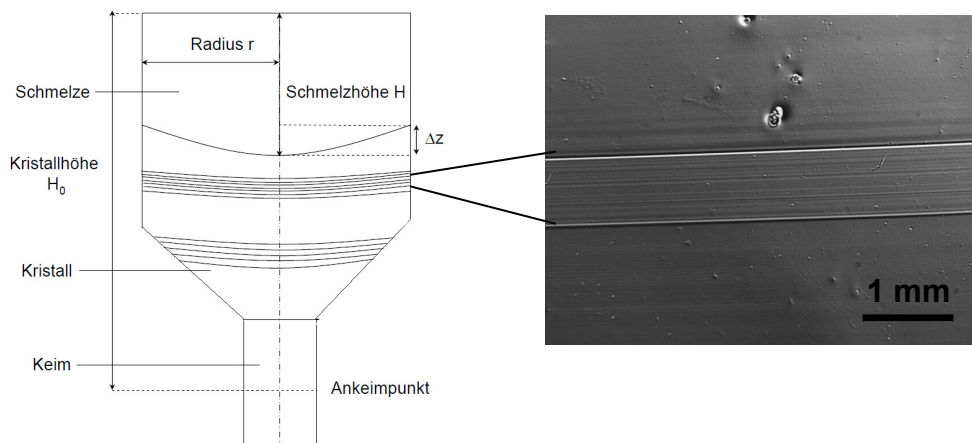


Bild 3.9: Skizze zur Bestimmung der Phasengrenzdurchbiegung zwischen Schmelze und Kristall an Hand einer geätzten Längsscheibe (links) und lichtmikroskopische Aufnahme von Striations (rechts)

Treten die Striations in unterschiedlichen Höhen auf der Längsscheibe auf, ist es möglich, die Durchbiegung der Phasengrenze zu verschiedenen Züchtungszeiten zu bestimmen. Des Weiteren ist es möglich, Striations gezielt zu definierten Zeitpunkten zu erzeugen, um die Kristallisationsgeschwindigkeit zu bestimmen. Dazu ist es nötig, die Schmelzströmung während der Züchtung zu diesen definierten Zeitpunkten zu ändern, da sich dadurch Striations im erstarrenden Kristall ausbilden. Das bedeutet, wenn der Kristall z.B. ohne den Einfluss eines zeitabhängigen Magnetfeldes gezüchtet wird, kommt es durch kurzzeitiges Zuschalten

(Dauer: ca. 10-15min) eines zeitabhängigen Magnetfeldes zu einer Fluktuation der Strömungsgeschwindigkeit, was wiederum in der Ausbildung von Striations resultiert (vgl. Bild 3.9 rechts). Eine weitere Möglichkeit ist deren thermische Erzeugung durch kurzzeitige Erhöhung bzw. Absenkung der Ofentemperatur, was sich wiederum auf die Strömungsgeschwindigkeit in der Schmelze auswirkt.

Um eine Vergleichbarkeit der Ergebnisse von unterschiedlichen Kristallen zu gewährleisten, wird der Abstand der Striations in Bezug auf einen mittleren axialen Abstand vom Ankeimpunkt angegeben. Dieser mittlere axiale Abstand wird als erstarrte Fraktion g angegeben. Die erstarrte Fraktion berechnet sich wie folgt: $g = (H_0 - H_s) / H_0$.

3.5.3 Messung der elektrischen Eigenschaften - Vierspitzenmethode

Die Bestimmung des elektrischen Widerstandes der Kristalle erfolgt an doppelseitig polierten Längsscheiben mittels der Vierspitzenmethode [SM58].

Der dafür verwendete Messkopf besteht aus vier in einer Reihe angeordneten Messspitzen, welche untereinander den gleichen Abstand s ($s = 0.2\text{mm}$) haben. Er wird auf die polierte Kristallscheibe aufgesetzt (vgl. Bild 3.10).

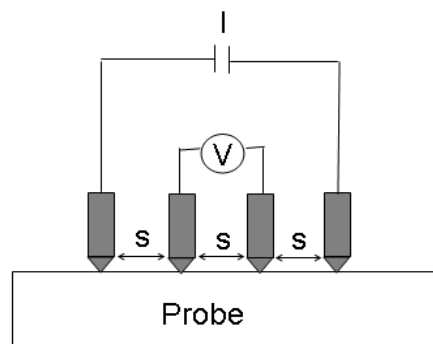


Bild 3.10: Skizze des Messprinzips der Vierspitzenmessung

Zwischen den beiden äußeren Spitzen wird ein definierter Strom I im Milliamperebereich angelegt und zwischen den beiden inneren Spitzen wird die resultierende Spannung U gemessen. Aus diesen beiden Größen lässt sich dann der spezifische Widerstand ρ_σ bestimmen.

$$\rho_\sigma = 2\pi s \frac{U}{I} \quad (3.11)$$

Der Messkopf kann frei auf der Oberfläche verschoben werden, so dass sowohl axiale – als auch radiale Widerstandsprofile gemessen werden können. Der Abstand zwischen zwei Messpositionen beträgt 1mm.

3.5.4 Messung der elektrischen Eigenschaften - Hallmethode

Die Bestimmung der Ladungsträgerkonzentration und Hallspannung erfolgt an geläpften ca. $5 \times 5 \text{ mm}^2$ großen ca. 1 mm dicken Probenstücken mittels Hallmessungen [RUG91]. Die Proben werden jeweils an den vier Ecken mit $50 \mu\text{m}$ dünnem Golddraht kontaktiert. Dazu wird der Golddraht an die Probe unter einem Mikroskop angeschweißt. Die Kontaktierung erfolgt nach der van der Pauw Methode [PA58].

Im linken Teil des Bildes 3.11 ist die kontaktierte Probe skizziert. Zusätzlich sind die Kontakte mit A-D gekennzeichnet, um sie bei den folgenden Betrachtungen voneinander unterscheiden zu können. Die Probendicke d wird mittels einer Mikrometeruhr bestimmt. Im rechten Teil der Bild 3.11 ist das Prinzip des Halleffektes skizziert.

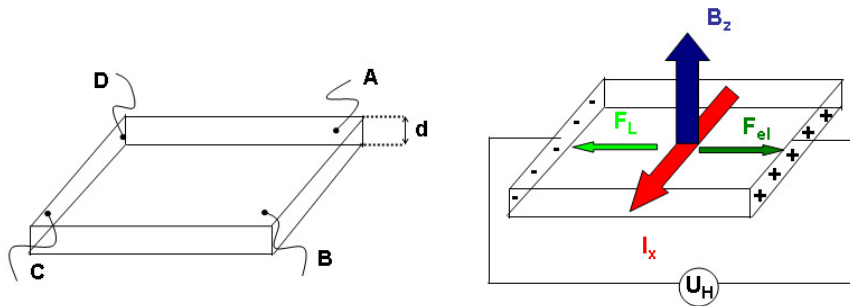


Bild 3.11: Probenskizze mit den eingezeichneten und gekennzeichneten Kontakten (links) und Prinzipskizze Halleffekt (rechts). Die Kontaktierung erfolgt nach der van der Pauw Methode [PA58].

Als erstes wird der spezifische Widerstand der Probe bestimmt. Dazu wird jeweils durch zwei benachbarte Kontakte ein Strom geleitet und der daraus resultierende Spannungsabfall zwischen den anderen beiden Kontakten gemessen.

Durch zyklisches Vertauschen der Kontakte ist es möglich aus den U, I -Messwerten zwei elektrische Widerstände R_A bzw. R_B zu berechnen.

$$R_A = \frac{1}{4} \left(\frac{U_{AB}}{I_{DC}} + \frac{U_{BC}}{I_{AD}} - \frac{U_{AB}}{I_{CD}} - \frac{U_{BC}}{I_{DA}} \right) \quad (3.12)$$

$$R_B = \frac{1}{4} \left(\frac{U_{CD}}{I_{BA}} + \frac{U_{DA}}{I_{CB}} - \frac{U_{CD}}{I_{AB}} - \frac{U_{DA}}{I_{BC}} \right) \quad (3.13)$$

Aus dem Mittelwert der beiden Widerstände R_A und R_B , einem Geometriefaktor f_{geom} , der die Probenform berücksichtigt und bei einer symmetrischen Kontaktanordnung gleich eins ist und der Probendicke d , lässt sich der spezifische Widerstand ρ_σ der Probe ermitteln.

$$\rho_\sigma = \frac{\pi d}{\ln 2} f_{geom} d \left(\frac{R_A + R_B}{2} \right) \quad (3.14)$$

Zur Bestimmung des Leitungstyps (n- oder p-Leitung), der Ladungsträgerkonzentration und -beweglichkeit wird zusätzlich zum elektrischen Strom ($I = 1\text{A}$), welcher durch zwei Kontakte fließt, ein statisches Magnetfeld ($B = 0.177\text{T}$) senkrecht zur Probenoberfläche aufgeprägt. Dadurch kommt es zum Auftreten des Halleffektes [RUG91], d.h. auf die Ladungsträger wirkt durch das äußere Magnetfeld eine zusätzliche Kraft (Lorentzkraft). Diese Lorentzkraft bewirkt eine Ladungsträgerverschiebung, d.h. Elektronen und Löcher werden voneinander separiert. Die Separation der Ladungsträger erzeugt ein elektrisches Feld, dessen elektrostatische Kraft der Lorentzkraft entgegengesetzt gerichtet ist. Zwischen den beiden Kräften bildet sich ein Kräftegleichgewicht aus und es kann die Hallspannung abgegriffen werden. In Bild 3.11 ist die Richtung der einzelnen auftretenden Kräfte skizziert.

Für die Messung der Hallspannung wird sowohl die Richtung des Magnetfelds getauscht. Zusätzlich werden auch die Probenkontakte zyklisch variiert.

$$R_c = \frac{1}{4} \left(\frac{U_{AC}^+}{I_{DB}} + \frac{U_{AC}^-}{I_{BD}} - \frac{U_{AC}^+}{I_{BD}} - \frac{U_{AC}^-}{I_{DB}} \right) \quad (3.15)$$

$$R_D = \frac{1}{4} \left(\frac{U_{DB}^-}{I_{AC}} + \frac{U_{DB}^+}{I_{AC}} - \frac{U_{DB}^-}{I_{AC}} - \frac{U_{DB}^+}{I_{CA}} \right) \quad (3.16)$$

Aus dem Mittelwert der beiden gemessenen Hallspannungen R_c und R_D , der Probendicke d und der Magnetfeldstärke B lässt sich der Hallkoeffizient A_H bestimmen. Das Vorzeichen des Hallkoeffizienten beschreibt den Leitungstyp in der Probe.

$$A_H = \frac{d}{B} \left(\frac{R_c + R_D}{2} \right) \quad (3.17)$$

Mit Hilfe des Hallkoeffizienten lässt sich sowohl die Ladungsträgerbeweglichkeit μ als auch die Ladungsträgerkonzentration n_n bestimmen.

$$\mu = \frac{A_H}{\rho_\sigma} \quad n_n = \frac{1}{\varepsilon_0 \rho_\sigma \mu} \quad (3.18 \text{ und } 3.19)$$

Mit Hilfe von Hallmessungen ist es möglich eine Kalibrierung des Widerstands, welcher mit Hilfe der Vierspitzenmessung erhalten wurde durchzuführen. Dazu ist in Bild 3.12 die Ladungsträgerbeweglichkeit von ^{27}Ge -Kristallen über den spezifischen elektrischen Widerstand aufgetragen.

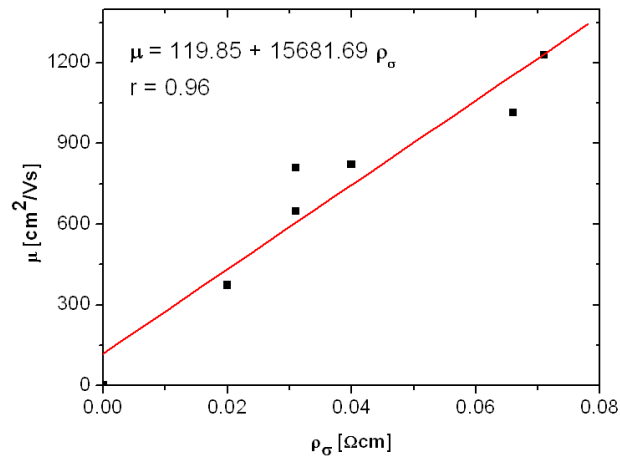


Bild 3.12: Hallkalibrierung der Ladungsträgerbeweglichkeit als Funktion des spezifischen elektrischen Widerstandes

Und man kann mit Hilfe der so erfolgten Hallkalibrierung über die Gleichung 3.20 aus den Widerstandsmessungen der Vierspitzenmessungen die Dotierstoffkonzentration entlang der Messlinie bestimmen.

$$n_n = \frac{1}{\varepsilon_0 \rho_\sigma (119.85 + 15681.69 \rho_\sigma)} \quad (3.20)$$

3.6 Für die numerische Simulationen eingesetzte Codes

Zur Planung und Validierung der durchgeführten Experimente wurden numerische Simulationen zur Berechnung der Temperatur-, Strömungs-, Magnet- und Spannungsfelder durchgeführt. Die Modellierung hat prinzipiell den Vorteil, dass z.B. der experimentelle Aufbau, die Prozessparameter oder die Materialeigenschaften schnell und effektiv geändert werden können, ohne z.B. kostenintensive Ofenumbauten realisieren zu müssen. Des Weiteren ist es möglich, experimentell schwer oder nicht zugängliche Effekte, wie z.B. die Strömungsbedingungen in der heißen Schmelze bei hohen Temperaturen, abzuschätzen und Prozessparameter z.B. Temperaturgradienten in der Schmelze bzw. Heizerleistungen zu berechnen.

Für diese Berechnungen stand das kommerziell erhältliche Programmpaket CrysMAS (Crystal Growth, Finite Volumene Method on Unstructured Grid) [IS13] zur Verfügung. CrysMAS wurde am Fraunhofer Institut für integrierte Schaltungen in Erlangen speziell zur globalen Simulation von Kristallzüchtungsprozessen entwickelt. Das Programmpaket CrysMAS ist auf axialgeometrische Geometrien ausgelegt und führt 2D Rechnungen aus. Diese Rechnungen liefern schnelle Ergebnisse und können auf handelsüblichen PC durchgeführt werden. Es ermöglicht vor allem die komplette Simulationen des Temperatur- und Magnetfeldes im Ofen. Die Strömungsberechnungen in der Schmelze sind aber auf stationäre Bedingungen begrenzt. Bei Fragestellungen bezüglich instationäre Strömungszustände bzw. Bestimmung des Überganges zwischen stationären und instationären Strömungen sind numerisch aufwändige 3D Simulationen nötig. Für diese Fragestellungen wurde daher auf die Software OpenFOAM (open source field operation and manipulation) [OP13] bzw. Semtex [BLAC04] zurückgegriffen. OpenFOAM und Semtex ermöglichen lokale zeitabhängige Simulation des Temperatur-, Strömungs-, und gegebenenfalls Magnetfeldes in der Schmelze, wobei Semtex ebenfalls auf Zylindergeometrien begrenzt ist und OpenFOAM komplette 3D Berechnungen in einer beliebigen Geometrie ermöglicht.

3.6.1 CrysMAS

CrysMAS [IS13] basiert auf der Finiten Element Methode zur direkten Approximation von partiellen Differentialgleichungen. Diese Methode ist flexibel bei komplexen Geometrien einsetzbar. Das Programm selbst besteht aus drei Bereichen: Konstruktionsmodus, Materialmodus und Simulationsmodus. Im Konstruktionsmodus wird die Geometrie erstellt. Im Materialmodus werden allen Regionen Materialparameter zugewiesen. Im Simulationsmodus wird das numerische Gitter erstellt, Randbedingungen, numerische- und Prozessparameter festgelegt. Des Weiteren werden die numerischen Simulationen durchgeführt und ausgewertet.

Bild 3.13 zeigt, dass in der Simulation benutzte Modell des 3''VGF-Ofens mit numerischem Gitter links und einem Beispieltemperaturfeld rechts.

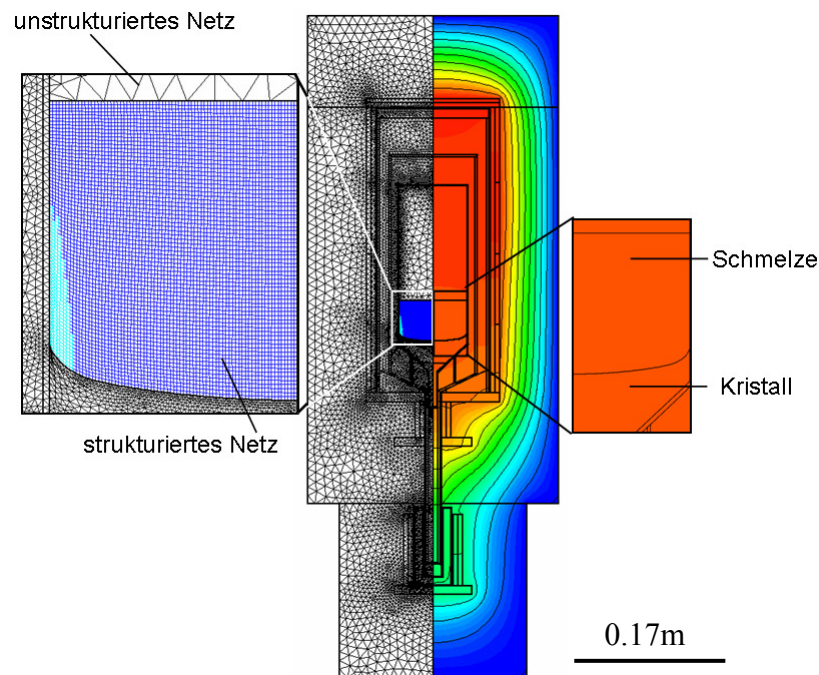


Bild 3.13: Globales Modell des 3''VGF-Ofens in CrysMAS erstellt mit einem Hybridgitter, welches aus einem strukturierten Gitter in der Schmelze und einem unstrukturierten Gitter im restlichen Ofenraum besteht (links) und einem Beispieltemperaturfeld (rechts)

Das numerische Gitter ist ein so genanntes Hybridgitter und besteht aus einem strukturierten (regelmäßige Vierecke) und einem unstrukturierten Gitter (unregelmäßige Dreiecke). Das unstrukturierte Gitter wird unter anderem zur Berechnung der Temperatur-, Spannungs-, und Magnetfelder benötigt. Das strukturierte Gitter wird zur Berechnung der Schmelzkonvektion benötigt. Durch die Teilung des numerischen Gitters kommt es zu einer deutlichen Zeiterparnis bei den Rechnungen gegenüber der Nutzung von nur einem numerischen Gitter.

Feine Gitter werden auf den Bereich der Schmelze bzw. des Kristalls beschränkt, um dort möglichst genaue Berechnungen der Temperatur- und Strömung zu ermöglichen. Entlang der Regionengrenzen werden die Gitter ebenfalls verfeinert, um Berechnungsfehler durch Änderung der Materialeigenschaften zu vermeiden. Für die restlichen Gebiete wird ein gröberes Gitter gewählt, um eine zeitnahe Kalkulation des gesamten Modells zu ermöglichen. Der fit slope gibt an, wie stark die Gitterelementgröße von der Mitte zum Rand hin verändert wird. In Tabelle 3.3 sind die für die verschiedenen Simulationen gewählten Gitterparameter zusammen gefasst.

Tabelle 3.3: Übersicht über die für die verschiedenen numerischen Simulationen ausgewählten Gitterparameter

	Gittertyp	Region	Gitterelement im Zentrum	Gitterelement auf Kante	fit slope
VGF-Züchtung	un-strukturiert	Schmelze/Kristall	0.01 m	0.1 m	0.1
		Rest	0.01-0.1 m	0.1 m	0.1-0.3
	strukturiert	Schmelze	0.01 m	0.0005 m (PHG ¹⁶)	-
Modell-experimente	un-strukturiert	alle	0.01-0.1 m	0.01 m	0.03-0.3
	strukturiert	Schmelze	0.001 m	0.001 m	-

Als Prozessparameter für die numerischen Simulationen können prinzipiell die Züchtungsgeschwindigkeit, der Druck im Ofenraum und die Gravitationskonstante vorgegeben werden. Bei den realisierten Simulationen wurde der Druck im Ofenraum (Normaldruck) und die Gravitationskonstante (Erdbeschleunigung) konstant gehalten. Lediglich die Züchtungsgeschwindigkeit wurde zwischen 3mm/h und 9mm/h variiert.

Des Weiteren müssen noch Temperatur- und Geschwindigkeitsrandbedingungen gewählt werden. Als Temperaturrandbedingung (Dirichlet Randbedingung) wurde an allen Aussenkanten des Ofens 300K als fester Temperaturwert vorgegeben. Als Geschwindigkeitsrandbedingung wurde an allen Schmelzgrenzflächen (Phasengrenze, Tiegelwände, Schmelzoberfläche) der feste Wert 0m/s vorgegeben. Dabei handelt es sich um eine so genannte „no slip“ Randbedingung.

Außerdem ist es möglich die Beeinflussung der Schmelzströmung mittels statische- und zeitabhängiger Magnetfelder bzw. einer Kombination aus verschiedenen Magnetfeldtypen zu simulieren. Bei den realisierten Simulationen spielt nur die Strömungsbeeinflussung mittels TMF eine Rolle, daher werden die Simulationsmöglichkeiten für die anderen Magnetfeldtypen an dieser Stelle vernachlässigt. Sie sind im Handbuch [IS13] detailliert nachlesbar. Für

¹⁶ PHG bedeutet Phasengrenze.

die Strömungssimulationen unter TMF-Einfluss wird das TMF als konstante Welle vorgeben. Für diese Vorgabe müssen die Annahmen: $\lambda, r_{\text{TMF}} \gg h, r_{\text{Schmelze}}$ und eine niedrige TMF-Frequenz („low frequency approximation“) erfüllt sein, was in allen Experimenten und Simulationen der Fall war.

Das Hauptaugenmerk des Programms liegt auf der globalen Berechnung des Temperaturfeldes des gesamten Ofens. Hierfür gibt es zwei Möglichkeiten: inverse- und direkte Berechnung des Temperaturfeldes. Bei der direkten Berechnung des Temperaturfeldes gibt man die Heizleistungen vor und die daraus resultierende Temperaturverteilung wird berechnet. Bei der inversen Berechnung gibt man an verschiedenen Kontrollpunkten z.B. in der Schmelze die Temperatur vor und die Heizleistungen werden dem entsprechend angepasst [BE10]. Das so berechnete Temperaturfeld lässt sich dann bezüglich der resultierenden Phasengrenzdurchbiegung und des resultierenden thermischen Stresses (v.Mises Stress) auswerten. Mit Hilfe des v.Mises Stresses sind qualitative Aussagen über die thermisch induzierten Versetzungen möglich.

Durch die Kombination des berechneten Temperatur- und Strömungsfeldes lassen sich Rückschlüsse über die thermischen und hydrodynamischen Verhältnisse während der Kristallzucht erlangen.

3.6.2 OpenFOAM

OpenFOAM [OP13] ist eine C++ Bibliothek, die dazu dient, Anwendungsdateien zu erzeugen. Sie deckt alles Nötige für das Preprocessing, Solving und Postprocessing ab. Das Preprocessing umfasst das Aufbereiten und Vorbereiten des eigentlichen Berechnungsfalls. Dazu gehört die Erzeugung des numerischen Gitters, die Festlegung der Rand- und Anfangsbedingungen und eventuell die Aufteilung der zu realisierenden Rechnungen auf mehrere parallel laufende Rechner. Beim Solving gibt es zwei Kategorien von Anwendungsdateien: Löser („Solver“), deren Zweck es ist, spezielle Probleme der Kontinuumsmechanik zu lösen, und Werkzeuge („utilities“), die dazu dienen, Aufgaben der Datenmanipulation zu bewältigen. Neue Löser und Werkzeuge können von dem Nutzer implementiert werden. Das Postprocessing dient dazu, die berechneten Daten zu visualisieren. Das Hauptaugenmerk liegt dabei insgesamt auf der Lösung von Strömungsproblemen. Turbulente Strömung kann mittels RANS, LES oder DNS berechnet werden.

Die lokalen OpenFOAM-Berechnungen des Temperatur-, Strömungs-, und Lorentzkraftfeldes in den Geometrien für die Modellexperimente (vgl. Kapitel 3.3) zur Untersuchungen der kombinierten VGF-Auftriebs- und magnetfeldinduzierten Strömung wurden in enger Kooperation und Zusammenarbeit mit dem Institut für Fluidodynamik des Helmholtzzentrums Dresden Rossendorf von Herrn V. Galindo durchgeführt. Für die Berechnung des Geschwindigkeits- und Temperaturfeldes ist es, wie bei den CrysMAS-Berechnungen, nötig, die entsprechenden Randbedingungen vorzugeben. Im Gegensatz zu den globalen Simulationen beziehen sich aber alle Randbedingungen auf die Schmelzränder. Für die Strömungsgeschwindigkeit wurde, wie bei den CrysMAS-Berechnungen, an allen Schmelzgrenzflächen für die Geschwindigkeit der feste Wert 0m/s vorgegeben („no-slip“ Randbedingung).

Für die Bestimmung der Temperaturrandbedingungen wurde von den Modellgeometrien globale Modelle mit CrysMAS erstellt und das Temperatur- und Geschwindigkeitsfeld, wie unter Punkt 3.6.1 beschrieben global berechnet. Aus den so ermittelten Temperaturfeldern werden die Wärmeflüsse an den vier Grenzflächen Schmelze Tiegel bzw. Schmelze Gasraum ermittelt und durch polynome Gleichungen 3.21 bis 3.23 approximiert [NIE11].

$$\text{Wärmefluss Schmelze Tiegelboden: } q(r) = q_1 + (q_2 - q_1) \left(\frac{r}{R} \right)^3 \quad (3.21)$$

$$\text{Wärmefluss Schmelze Seitenwand Tiegel: } q(z) = q_3 + (q_4 - q_3) \left(\frac{z}{H} \right)^3 \quad (3.22)$$

$$\text{Wärmefluss Schmelzoberfläche Gasraum: } q(r) = q_5 + (q_6 - q_5) \frac{r}{R} \quad (3.23)$$

Die Konstanten q_1 - q_5 werden durch die Approximation der aus CrysMAS exportierten Wärmeflüsse mit den entsprechenden Polynomen bestimmt. Die Konstante q_6 wird so gewählt, dass der Gesamtwärmefluss in Normalenrichtung zur Schmelzoberfläche Null wird. Die so bestimmten Polynome werden dann als Temperaturrandbedingungen (Neumann Randbedingung) für die lokale Simulationen des Temperaturfeldes in der Schmelze genutzt.

Für die Bestimmung der Lorentzkraftverteilung im Schmelzvolumen werden die gleichen Annahmen ($\lambda, \Gamma_{\text{TMF}} \gg h, r_{\text{Schmelze}}$, „low frequency approximation“) wie bei den globalen Simulation getroffen und dadurch wird das TMF als konstante Welle aufgefasst und berechnet.

Das numerische Netz beinhaltet rund $\frac{3}{4}$ Millionen Volumina. In Bild 3.14 ist das numerische Gitter mit $\frac{1}{4}$ Millionen Volumina gezeigt, um die Verfeinerung des Gitters in den wandnahen Grenzschichten sichtbar machen zu können. Des Weiteren sind in der Mitte bzw. im rechten Teil der Bild 3.14 ein exemplarisch berechnetes Temperaturfeld und die daraus resultierende Auftriebsströmung dargestellt.

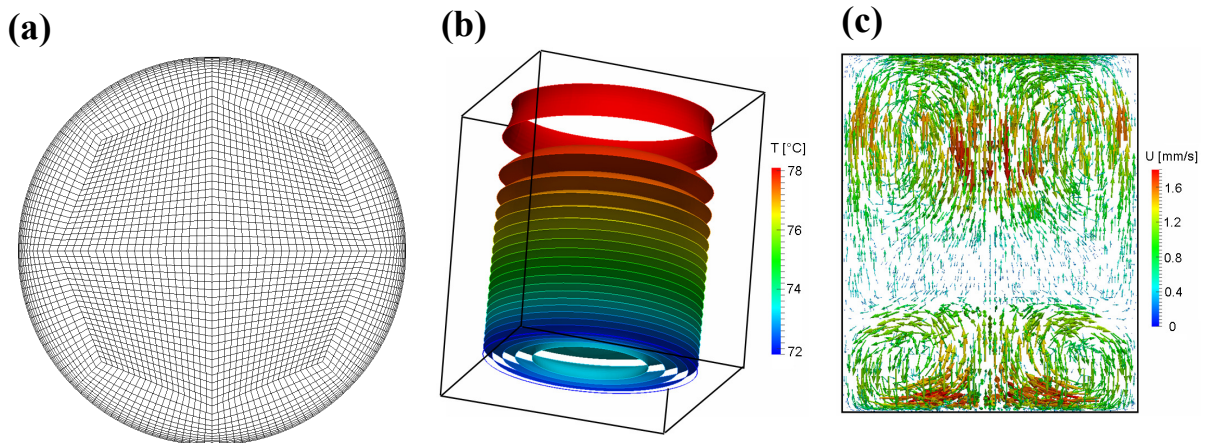


Bild 3.14: (a) Draufsicht auf das numerische Gitter mit $\frac{1}{4}$ Volumina; (b): beispielhaftes Temperaturfeld, welches in der unter (c) dargestellten VGF-Auftriebsströmung resultiert und mittels OpenFOAM und den im Text definierten Randbedingungen berechnet wurde [NIE11]

Das Temperaturfeld ist ein typisches Temperaturfeld, welches mit einer VGF-Auftriebsströmung bei moderaten Temperaturen verknüpft ist, wie es für die Modellexperimente (Kapitel 4) genutzt wird.

Das Hauptaugenmerk der lokalen numerischen Simulationen mittels OpenFOAM lag auf der Berechnung von instationären Strömungen, welche sich bei der Kombination einer VGF-Auftriebsströmung mit einer magnetfeldinduzierten Strömung ergeben. Je nach verwendetem Magnetfeldtypen wurden unterschiedliche Modellansätze für die instationären Berechnungen gewählt.

Bei der TMF-Strömung lässt sich für magnetische Kraftzahlen, welche größer sind als die kritische magnetische Kraftzahl, auf einen RANS-Simulationsansatz [WIL04] zurückgreifen. Da die mittlere Strömung stationär ist, ist es möglich, die Strömungsdaten zeitlich zu mitteln. Die Fluktuationen werden durch das k-w-SST-Turbulenzmodell [MEN94] erfasst. Bei der RMF-Strömung kann man für Taylorzahlen, welche größer sind als die kritische Taylorzahl, auf kein Turbulenzmodell zurückgreifen, da die mittlere Strömung sich nicht stationär verhält. Durch das Auftreten der Taylor-Görtler Wirbel [VOG12] fluktuiert die Strömung zu stark. Daher wurde die Strömung zeitabhängig mit Hilfe der direkten numerischen Simulation berechnet.

3.6.3 Semtex

Bei dem numerischen Code Semtex [BLAC04, KO11] handelt es sich um ein Verfahren höherer Ordnung, welches die Rotationssymmetrie der Zylindergeometrie ausnutzt. Es wird eine Fourierspektralmethode in Umfangsrichtung mit einer Spektralelementmethode in axialer und radialer Richtung kombiniert.

Bei rotationssymmetrischen dreidimensionalen Geometrien ist die Umfangsrichtung 2π periodisch, welches einen Fourier-Spektralansatz ermöglicht mit dem Ziel, dreidimensionale Strömungsprobleme in eine Folge von zweidimensionalen Problemen zu zerlegen, welche über eine schnelle Fouriertransformation gekoppelt sind. Dadurch sinkt die numerische Komplexibilität der Simulation. Die axiale und radiale Raumrichtung werden mittels der Galerkin-Spektralelementmethode [PAT84] diskretisiert. Die Galerkin-Spektralmethode basiert auf einer Näherungslösung des untersuchten Problems mit einem gewichteten Residuum, welches minimiert werden muss. Daraus ergibt sich ein numerisches Gitter (vgl. Bild 3.15) für die Zylindergeometrie mit acht meridionalen Halbebenen, wobei jede Halbebene in zweidimensionale Elemente zerlegt wird und für jedes Element ein Galerkin-Spektralsatz vom Polynomgrad P durchgeführt werden muss.

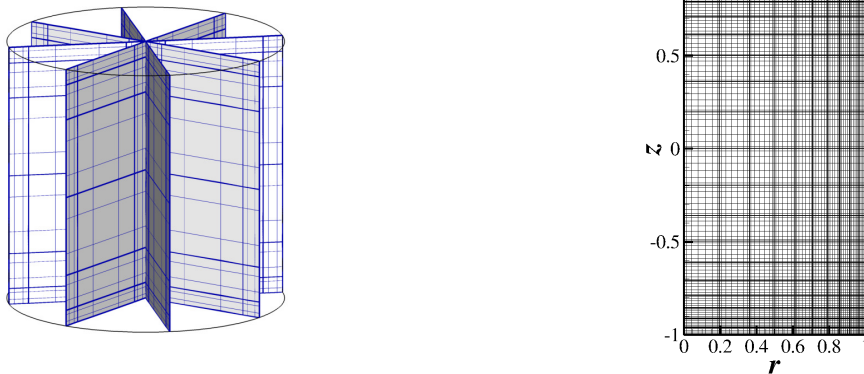


Bild 3.15: Schematische Darstellung des numerischen Gitters für Zylindergeometrien mit acht meridionalen Halbebenen (links) und Darstellung des numerischen Gitters einer Halbebene mit 20×10 Elementen, wie es bei den realisierten numerischen Simulationen eingesetzt wurde (rechts) [KO12]

Je nach Gitterauflösungen kann man die Gleichungen direkt oder iterativ lösen. Bei kleinen Gittern ist es möglich, sowohl die drei Geschwindigkeitskomponenten als auch den Druck direkt zu berechnen (Choleskyzerlegung [MEI05]). Bei größeren Gittern wächst der Speicherbedarf und die Rechenzeit zu stark an und es ist vorteilhaft, die Geschwindigkeit zum neuen Zeitpunkt iterativ zu berechnen (präkonditioniertes Verfahren der konjugierten Gradienten [KO11]) und nur die Druckgleichung direkt zu lösen, da auf Grund der Inkompressibili-

tätsannahme für das Fluid eine lokale Geschwindigkeitsänderung globale Auswirkungen auf den Druck hat.

Um den Rechenaufwand weiter zu minimieren, ist eine Möglichkeit zu LES-Methoden überzugehen. Um bei Semtex den LES-Ansatz nutzen zu können, ist es notwendig, zusätzlich die Technik der spektral verschwindenden Viskosität [KO11] einzuführen. Dazu wird eine zusätzliche Viskosität definiert, die ihr Maximum für die höchst aufgelösten Wellenzahlen erreicht und für kleine Wellenzahlen einen Wert unterhalb eines vorgegeben Grenzwertes annimmt. Dadurch wird eine Stabilisierung der numerischen Berechnungen erreicht, ohne die Konvergenzeigenschaften des Diskretisierungsverfahrens zu zerstören. Diese zusätzliche Viskosität $\varepsilon_k \hat{Q}_k$ (mit ε_k als Konstante für die maximale Amplitude der spektralen Viskosität und \hat{Q}_k als modale stetige Formfunktion) wird beim Diffusionsterm der inkompressiblen Navier-Stokes-Gleichung in Zylinderkoordinaten eingeführt.

$$\nu \nabla^2 \vec{u} + \varepsilon_k \hat{Q}_k = \nu \Delta \vec{u} - \frac{\nu}{r^2} \begin{bmatrix} \nu \\ \nu + 2\delta_\varphi \omega \\ \omega - 2\delta_\varphi \nu \end{bmatrix} \quad (3.24)$$

Die für diese Arbeit realisierten lokalen Semtex-Berechnungen dienen dazu, das Temperatur-, Strömungs-, Konzentrations-, und Lorentzkraftfeld in einer 2''Ge-Schmelze zu bestimmen. Mit dem Ziel die Mischungseffizienz einer reinen VGF-Auftriebsströmung im Vergleich zu einer magnetfeldinduzierten Strömungen für den Fall der Schmelzdotierung über die Gasphase zu bestimmen. Die entsprechenden numerischen Berechnungen wurden in enger Kooperation und Zusammenarbeit am Institut für Strömungsmechanik der TU Dresden von Frau K. Koal durchgeführt.

Die Definition der Randbedingungen und Gitterparameter erfolgt analog zu den anderen numerischen Simulationscodes. Das Gitter besteht aus acht meridionalen Halbebenen, wobei jede Halbebene in zweidimensionale Ebenen zerlegt wird. Diese zweidimensionalen Ebenen bestehen wiederum aus 20 x 10 Elementen und für jedes Element wird ein Galerkin-Spektralsatz [KO11] vom Polynomgrad 7 gelöst.

Als Geschwindigkeitsrandbedingung wird, wie bei den CrysMAS- und Open FOAM Berechnung, der Geschwindigkeitswert 0m/s an allen Schmelzgrenzflächen gewählt.

Für die Bestimmung der Temperaturrandbedingungen wird ein globales Modell des 3''VGF-Ofens mit der 2''Ge-Ampulle erstellt und das globale Temperaturfeld unter der Berücksichtigung der Schmelzströmung berechnet. Das so simulierte Temperaturfeld entspricht dem „typischen“ VGF-Temperaturfeld, wie es auch während der entsprechenden Züchtungs-

versuche (vgl. Kapitel 5.2) vorherrscht. Für dieses Temperaturfeld werden die Randtemperaturen entlang aller Schmelzränder bestimmt und als fixe Temperaturen (Dirichlet Randbedingung) für die lokale Strömungssimulationen genutzt.

Im Vergleich zu den mit CrysMAS und Open FOAM untersuchten Fragestellungen sind für die Semtex-Berechnungen zusätzlich Randbedingungen für das Konzentrationsfeld zu definieren. Die Randbedingungen entsprechen den Bedingungen während der Gasphasendotierung. Am oberen Schmelzrand wird eine feste Konzentration $c = 1$ vorgegeben (Dirichlet Randbedingung) und allen anderen Schmelzrändern der Normalengradient des Massetransportes Null gesetzt (Neumann Randbedingung), d.h. der Dotierstoff wird von der Gasphase aus in die Schmelze eingetragen und verbleibt in der Schmelze. Er wird nicht abtransportiert. Da der Einfluss verschiedener Magnetfelder (RMF und TMF) auf die Schmelzdurchmischung untersucht wurde ist es nötig, die entsprechenden Lorentzkraftfelder in der Schmelze zu berechnen. Beide Magnetfelder erfüllen die Annahmen ($\lambda, r_{MF} \gg h, r_{Schmelze}$, „low frequency approximation“). Dadurch lassen sich die Lorentzkräfte mit den entsprechenden analytischen Ausdrücken, wie sie in Kapitel 2.3 hergeleitet wurden, beschreiben.

4 Strömungsuntersuchungen in der Modellschmelze GaInSn

Auf Grund der hohen Temperaturen im Züchtungssofen ist es nicht möglich, die Schmelzströmung direkt während der Kristallzüchtung in der Halbleiterschmelze zu messen. Ein weiteres Problem für die in-situ Strömungsmessungen ist die hohe Reinheit der eingesetzten Halbleiterschmelzen. Ultraschallmesstechnik basiert auf Tracerpartikeln, die der Strömung ungestört folgen können und den ausgesandten Ultraschall reflektieren. In einer Halbleiterschmelze sind solche Partikel nicht in situ vorhanden. Daher ist es notwendig, auf Modellanordnungen mit niedrigschmelzenden Legierungen (wie z.B. GaInSn) für die Strömungsmessung auszuweichen. Die nachfolgenden beschriebenen Untersuchungen erfolgen unter nicht isothermalen Bedingungen in zylindrischen Geometrien mit dem Ziel die reine VGF-Auftriebsströmung bzw. die VGF-Auftriebsströmung in Kombination mit einer magnetfeldinduzierten Strömung unter möglichst züchtungsnahe Bedingungen, bei Temperaturen kleiner 100°C zu untersuchen. Die runden zylindrischen Modellgeometrien entsprechen den typischen VGF-Schmelzgeometrien. Sie weisen die gleiche Symmetrie wie die VGF-Öfen auf. Die Durchbiegung der Phasengrenze (der Boden der Modellgeometrien ist eben) und die bei der Erstarrung frei werdende latente Wärme (es erfolgt keine Erstarrung der Modellschmelze) werden vernachlässigt. Die Positionierung der Modellgeometrien erfolgt analog zur Positionierung des VGF-Ofens zentrisch in allen drei Raumrichtungen in den entsprechenden Spulensystemen.

4.1 Thermische Charakterisierung der Modellgeometrien

Die thermische Charakterisierung der Modellgeometrien erfolgte mit Hilfe von Temperaturmessungen direkt im GaInSn. Es wurden jeweils mit k-Typ Thermoelementen zwei axiale Temperaturprofile im Schmelzzentrum und am Schmelzrand ($r = 0.95R$) gemessen.

Prinzipiell unterscheiden sich die beiden verwendeten Modellgeometrien hauptsächlich im Temperaturbereich, wo sie eingesetzt werden können. Das Doppelmantelgefäß kann für niedrigere Temperaturen als der Modellofen eingesetzt werden. Der Modellofen ist durch die Regelgenauigkeit der Platinheizer nach unten hin auf Temperaturen $\geq 70^\circ\text{C}$ begrenzt. Der erzeugbare Temperaturbereich im Doppelmantelgefäß ist durch den Gefrierpunkt und die Siedetemperatur von Wasser begrenzt, da bei allen Versuchen Wasser als Thermostatflüssigkeit eingesetzt wurde.

4.1.1 Doppelmantelgefäß

Die thermische Charakterisierung des Doppelmantelgefäßes erfolgte für verschiedene Temperaturfelder (verschiedene Kombinationen von Thermostat- und Kryostattemperaturen) für zwei Schmelzhöhen (64mm und 80mm). Die Schmelzhöhen wurden dabei den verwendeten Spulensystemen angepasst. Beim TMF-/DC-Spulensystem ist auf Grund der Dimensionen des Spulensystems eine höhere Schmelzhöhe möglich als im RMF-Spulensystem. In allen Fällen wurde ein Teflondistanzstück der Höhe 62mm verwendet, um den Einfluss der Kühlzone auf die Schmelze zu verringern.

Im linken Teil des Bildes 4.1 sind die beiden axialen Temperaturprofile und die daraus resultierenden radialen Temperaturgradienten für eine beispielhafte Kombination der Thermostateinstellungen (Wassertemperatur im Thermostat 60°C und Wassertemperatur im Kryostat 10°C) gezeigt. Im rechten Teil des Bildes 4.1 ist eine Skizze des Doppelmantelgefäßes mit der daraus resultierenden Schmelzströmung und der Definition des Koordinatensystems für die Temperaturmessungen gezeigt. Bei den so gewählten Thermostateinstellungen und einer Schmelzhöhe von 80mm ergibt sich eine axiale Temperaturdifferenz von 16.2K. Das Vorzeichen der radialen Temperaturdifferenz wechselt bei einer Schmelzhöhe von 45mm. Dadurch ist die Grundvoraussetzung erfüllt, um die in den am Institut für NE-Metallurgie und Reinstoffe zur Verfügung stehenden VGF-Öfen vorherrschende Schmelzströmung nachzubilden.

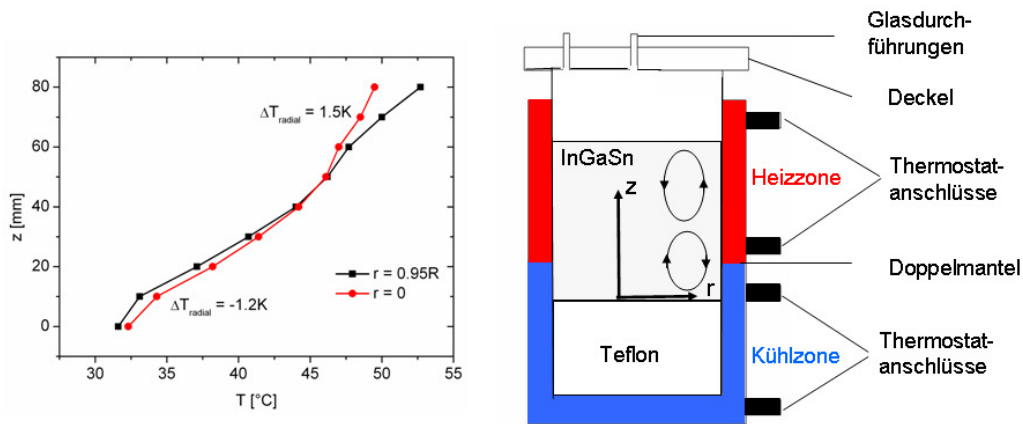


Bild 4.1: Axiales Temperaturprofil im Zentrum und am Rand der Modellschmelze (axiale Temperaturdifferenz von $\Delta T_{\text{axial}} = 16.2\text{K}$, $\text{Gr} = 3.6 \times 10^6$) (links) und skizziertes Koordinatensystem und skizzierte Schmelzströmung in der Modellschmelze (rechts)

Es ist möglich, analoge Temperaturprofile für andere Kombinationen der Wassertemperaturen in den Thermostaten und auch bei der gewählten Variation der Schmelzhöhe zu erhalten. Dadurch kann man systematisch den axialen und radialen Temperaturgradienten in Abhängigkeit der Schmelzhöhe variieren. In Tabelle 4.1 sind die Thermostatwassertemperaturen und die daraus resultierenden axialen und radialen Temperaturdifferenzen für eine Schmelzhöhe von 64mm zusammengefasst und in Tabelle 4.2 die entsprechenden Werte für eine Schmelzhöhe von 80mm.

Tabelle 4.1: Kombination der Wassertemperaturen im Thermostat und Kryostat für eine Schmelzhöhe von 64mm ($\text{AR} = 1$) und die daraus resultierenden radialen - und axialen Temperaturdifferenzen¹⁷ und Grashofzahlen

Wassertemperatur [°C]		Temperaturdifferenz [K]		Grashofzahl
Thermostat	Kryostat	axial	radial	
60	10	14.1	-0.3 / 0.7	5.85×10^6
35	17	6.3	-0.1 / 0.5	2.6×10^6
30	20	3.1	-0.1 / 0.2	2.6×10^6

Bei einer Schmelzhöhe von 64mm wurde die axiale Temperaturdifferenz systematisch erhöht. Dies ist automatisch mit einer leichten Erhöhung der radialen Temperaturdifferenz verbunden, was sich in den berechneten Grashofzahlen widerspiegelt.

¹⁷ Die axiale Temperaturdifferenz wird in der Schmelzachse bestimmt. Die radialen Temperaturdifferenzen werden jeweils 1cm über- und unterhalb des Bodens bzw. der Schmelzoberfläche bestimmt. Die Grashofzahl bezieht sich auf die radiale Temperaturdifferenz am Gefäßboden, d.h. sie entspricht der Grashofzahl, wie sie bei der VGF-Züchtung berechnet wird.

Tabelle 4.2: Kombination der Wassertemperaturen im Thermostat und Kryostat für eine Schmelzhöhe von 80 mm (AR = 1.25) und die daraus resultierenden radialen - und axialen Temperaturdifferenzen und Grashofzahlen

Wassertemperatur [°C]		Temperaturdifferenz [K]		Grashofzahl
Thermostat	Kryostat	axial	radial	
60	10	16.2	-1.2 / 1.5	33.3×10^6
38	13	8.3	-0.3 / 0.3	8.3×10^6
36	15	7	-0.2 / 0.4	5.5×10^6
35	17	6.6	-0.2 / 0.4	5.5×10^6
32	19	4.4	-0.3 / 0.1	8.3×10^6
30	20	3.2	-0.1 / 0.1	2.7×10^6

Auch in diesem Fall wurde die axiale Temperaturdifferenz systematisch, unter der Voraussetzung die radiale Temperaturdifferenz nahezu konstant zu lassen, erhöht. Eine Erhöhung der axialen Temperaturdifferenz um den Faktor 5 lässt sich aber auf Grund der Wärmeleitung im System aber nicht mehr von einer Erhöhung der radialen Temperaturdifferenz entkoppeln.

4.1.2 Modellofen

Für die Strömungsuntersuchungen zur kombinierten VGF-/TMF-Strömung im Modellofen wurde ein Schmelzbehälter mit einem Durchmesser von 75mm und einer Füllhöhe von 80mm gewählt. Der Behälter stand auf einer 40mm hohen Korundstütze. Dadurch wurde der Einfluss der Heizzone 1 und 3 auf die Schmelze reduziert und der Einfluss der Heizzone 2 maximiert. Die Heizerleistungen betragen:

- Heizer 1 (oben) Strom $I = 1.28\text{A}$ Leistung $P = 2.0\text{W}$
- Heizer 2 (Mitte) Strom $I = 0.8\text{A}$ Leistung $P = 2.2\text{W}$
- Heizer 3 (unten) Strom $I = 1.0\text{A}$ Leistung $P = 1.0\text{W}$

In Bild 4.2 sind die daraus resultierenden axialen Temperaturprofile (links) und die entsprechende mit CrysMAS simulierte resultierende Strömungsfunktion (rechts) dargestellt.

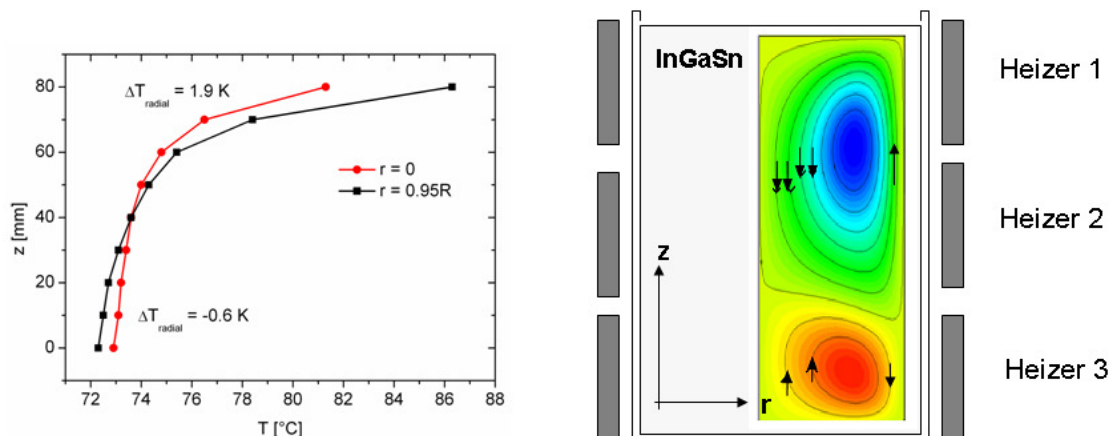


Bild 4.2: Axiales im Zentrum und am Rand der Modellschmelze gemessene Temperaturprofile mit einer axialen Temperaturdifferenz von $\Delta T_{\text{axial}} = 3.4 \text{ K}$, $Gr = 1.8 \times 10^6$ (links) und skizzierter Schmelzbehälter mit umliegenden radialen Heizern inklusive Definition des verwendeten Koordinatensystems zur Temperaturmessung und mittels CrysMAS simulierter Strömungsfunktion für die entsprechenden Heizereinstellungen (rechts)

Bei den so gewählten Heizereinstellungen ergibt sich eine axiale Temperaturdifferenz von 3.4K in der Schmelzachse. Das Vorzeichen der radialen Temperaturdifferenz wechselt bei einer Schmelzhöhe von 40mm von -0.6K auf +1.2K. Dadurch lässt sich die gewünschte VGF-Auftriebsströmung mit zwei gegenläufig rotierenden Wirbeln im System nachbilden. Die mittels CrysMAS simulierte Strömungsfunktion (Bild 4.2 rechts) weist die beiden symmetrischen gegenläufig rotierenden Wirbel auf, wobei der obere Wirbel stärker ausgeprägt ist als der Untere. Dies entspricht der Strömungssituation der VGF-Kristallzucht, wie sie bei den Züchtungsexperimenten in Kapitel 5 vorliegt.

4.2 Modellexperimente zur typischen VGF-Auftriebsströmung

Für die systematische Untersuchung der Überlagerung der VGF-typischen Auftriebsströmung mit einer magnetfelderzeugten Strömung wurde zuerst die VGF –Auftriebsströmung bei moderaten Temperaturen in den entsprechenden Modellanordnungen (Modellofen und Doppelmantelgefäß) nachgebildet. Der Aufbau des Modellofens und des Doppelmantelgefäßes ist im Detail in Kapitel 3.3. beschrieben und deren thermische Charakterisierung in Kapitel 4.1. Für die Nachbildung der VGF-typischen Auftriebsströmung kamen beiden Geometrien zum Einsatz. Die Schmelzhöhe betrug bei beiden Modellanordnungen jeweils 80mm. Auf Grund der unterschiedlichen Radien der Schmelzcontainer ergaben sich ein Aspekt Ratio von 1.1 im Modellofen ($D_d = 75\text{mm}$) und im Doppelmantelgefäß ($D_d = 64\text{mm}$) ergab sich auf Grund des kleineren Radius ein AR von 1.25.

Wie bereits im Detail in Kapitel 4.1 beschrieben war es möglich, in der Modellschmelze GaInSn jeweils in beiden Geometrien die gewünschten Temperaturfelder zu erzeugen. Die Temperaturfelder sind durch einen radialen Temperaturgradienten gekennzeichnet, dessen Vorzeichen auf Höhe der Schmelzmitte wechselt. Dadurch werden zwei axialsymmetrische gegenläufig rotierende Strömungswirbel in der Schmelze erzeugt. Dies entspricht der Schmelzströmungssituation (vgl Bild 4.3 links) in den am Institut für NE-Metallurgie und Reinststoffe vorhandenen VGF-Öfen während der Kristallzüchtung. In Bild 4.3 rechts ist das gemessene axiale Strömungsprofil (Symbole) zusammen mit dem numerisch simulierten axialen Strömungsprofil (Linie) dargestellt.

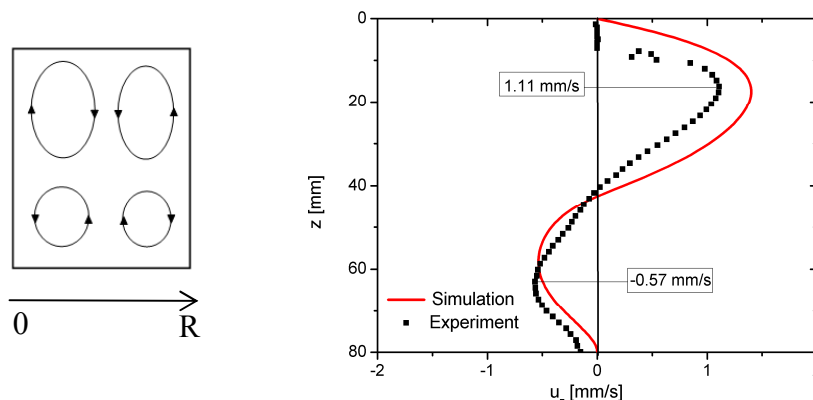


Bild 4.3: Nachbildung der VGF-typischen Auftriebsströmung in Modellexperimenten bei moderaten Temperaturen; links: Skizze der typischen VGF-Strömungswirbel und rechts: VGF-typische Auftriebsströmung mit gemessenem axialen Geschwindigkeitsprofil (Symbole) und OpenFOAM simuliertem Profil (Linie) [GA11] in der Schmelzachse

In Übereinstimmung mit dem stärkeren radialen Temperaturgradienten ($\Delta T_{\text{rad}} = 1.9\text{K}$) im oberen Teil der Schmelze zeigen auch axiale Strömungsprofilmessungen im Schmelzzentrum,

dass der obere Strömungswirbel intensiver als der Untere ist. Die maximale Strömungsgeschwindigkeit beträgt im gezeigten Beispiel im oberen Teil der Schmelze 1.11mm/s und im unteren Teil -0.57mm/s. Insgesamt handelt es sich um eine laminare Strömung.

Die gemessene Strömungsstruktur als auch die maximalen Geschwindigkeiten stimmen gut mit den numerischen Simulationen¹⁸ überein. Unterschiede können aus Messfehlern resultieren. Es ist z.B. nicht auszuschließen, dass sich die Benetzung des UDV-Sensors über die Messzeit hinweg ändert [CRA04b]. Des Weiteren könnten sich „größere“ bzw. zu viele Oxidpartikel bilden, die Ergebnisse verfälschen [BRI01]. Außerdem weist der Ultraschallstrahl eine Divergenz von ca. 1.2° [SIG13] auf, die in den Rechnungen nicht berücksichtigt wird. Des Weiteren werden bei den Simulationen von zeitlich konstanten Randbedingungen ausgegangen, d.h. die no-slip Randbedingung an allen Schmelzgrenzflächen ändert sich nicht. Dies kann bei den Experimenten nicht mit Sicherheit gewährleistet werden. Durch Anlagerung von Oxidpartikeln an die Gefäßwände bzw. Schmelzoberfläche können sich die Randbedingungen im Laufe des Experimentes ändern.

4.2.1 Einfluss des axialen Temperaturgradienten auf die Strömungsstruktur

Als weitere Einflussgröße auf die laminare VGF-Grundströmung wurde die axiale Temperaturdifferenz in der Schmelze untersucht (vgl. Bild 4.5). In dem Doppelmantelgefäß wurden bei 80mm Schmelzhöhe Temperaturdifferenzen in der Schmelzachse zwischen 3.2K und 16.2K realisiert, was Temperaturgradienten zwischen 0.4K/cm und 2.02K/cm entspricht.

Sowohl experimentell (vgl. Bild 4.4 links) als auch numerisch (vgl. Bild 4.4 rechts) konnte gezeigt werden, dass mit steigender axialer Temperaturdifferenz die beiden gegenläufig rotierenden VGF-Strömungswirbel sich auseinander bewegen, d.h. die Zentren der Wirbel verlagern sich in Richtung der Schmelzoberfläche bzw. Tiegelboden.

¹⁸ Alle OpenFOAM-Simulationen in dem Kapitel 4 wurden in enger Kooperation und Zusammenarbeit mit dem Institut für Fluidodynamik am Forschungszentrum Dresden Rossendorf von Herrn V. Galindo durchgeführt. Die Codeentwicklung, -pflege und -rechnungen erfolgten im Forschungszentrum Rossendorf. Die Auswahl der Rechenparameter, Randbedingungen und detaillierte Auswertung der Ergebnisse erfolgte im Rahmen dieser Arbeit. Die gewählten Temperatur- und Geschwindigkeitsrandbedingungen sind in Kapitel 3.6 zusammengefasst.

Zwischen den Wirbeln entsteht ein strömungsarmes Gebiet mit sehr geringen Strömungsgeschwindigkeiten. Dieses Auseinanderdriften der Strömungswirbel hat signifikante Auswirkung auf die Struktur und Stabilität der kombinierten VGF-/TMF-Strömung (vgl. Kapitel 4.3).

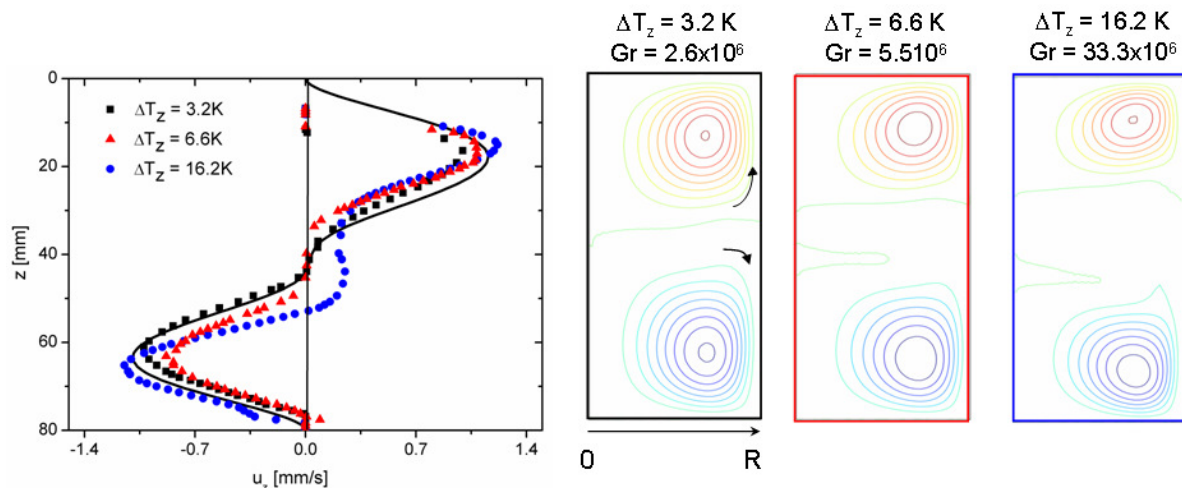


Bild 4.4: Einfluss der axialen Temperaturdifferenz auf die resultierende VGF typische Auftriebströmung; links: axiale gemessene Geschwindigkeitsprofile im Schmelzzentrum (Symbole) und mit OpenFOAM simuliertes Profil (Linie) für $\Delta T_z = 3.2\text{K}$, rechts: mit OpenFOAM simulierte Strömungsfunktionen für drei verschiedene axiale Temperaturdifferenzen [GA11]

Es ist aber nicht möglich, eine Erhöhung der axialen Temperaturdifferenz komplett von einer Erhöhung der radialen Temperaturdifferenz zu entkoppeln. Durch die Seitenheizer, welche sowohl in den VGF-Öfen als auch in den Modellanordnungen (Modellofen und Doppelmantelgefäß) vorhanden sind, sind die beiden Größen zwangsläufig miteinander verknüpft. Dies wird sowohl in der Erhöhung der Grashofzahl von 2.6×10^6 auf 33.3×10^6 deutlich, als auch in einer leichten Erhöhung der maximalen Geschwindigkeit der Strömungswirbel von 0.99mm/s auf 1.2mm/s bzw. von -1.0mm/s auf -1.14mm/s .

4.2.2 Vergleich mit der hydrodynamischen Situation während der VGF-Züchtung

Insgesamt repräsentieren die Modellexperimente die hydrodynamische Situation, wie sie im VGF-Ofen während der Züchtung vorliegt und aus globalen thermischen Simulationen des Erstarrungsprozesses bekannt ist [SCHW04]. Globale numerische Simulationen ergaben für die $3''\text{GaAs}$ - und $3''\text{Ge}$ -Züchtung radiale Temperaturgradienten vor der Phasengrenze im Bereich zwischen $0.08\text{K/cm} - 0.24\text{K/cm}$ (Ge) und $0.13\text{K/cm} - 0.18\text{K/cm}$ (GaAs) in Abhän-

gigkeit der erstarrten Fraktion ($g = 0.5 - 0.9$). Im Modellexperiment ergab sich dazu übereinstimmend radialer Temperaturgradient zwischen $0.08\text{K/cm} - 0.19\text{K/cm}$.

Die axialen Temperaturgradienten im Doppelmantelgefäß betragen zwischen 0.4K/cm und 2.02K/cm . Die Temperaturgradienten in der Modellgeometrie liegen damit im Bereich der Temperaturgradienten bei des $3''\text{Ge}$ - und $3''\text{GaAs}$ -VGF-Züchtungsprozesses. Mit Hilfe von numerischen CrysMAS Simulationen wurde für Germaniumschmelzen Gradienten in Abhängigkeit der erstarrten Fraktion ($g = 0.5 - 0.9$) zwischen 0.6K/cm und 0.5K/cm und bei GaAs-Schmelzen zwischen 1.9K/cm und 1.5K/cm bestimmt.

Zusammenfassend kann man sagen, dass es möglich ist, die typische VGF-Auftriebsströmung wie sie während der Züchtung von $3''\text{Ge}$ - und $3''\text{GaAs}$ -Kristallen auftritt bei moderaten Temperaturen in den entsprechenden Modellgeometrien nachzubilden. Eine Erhöhung der axialen Temperaturdifferenz hat einen signifikanten Einfluss auf die Strömungsstruktur, d.h. mit steigender Temperaturdifferenz bewegen sich die Wirbelzentren zunehmend auseinander.

4.3 Kombinierte VGF/TMF-Strömung

Die Grundlage für die Untersuchungen der kombinierten Schmelzströmung (Kombination VGF-Auftriebsströmung mit magnetfeldinduzierte Strömung) sind die Modellexperimente zur VGF-Auftriebsströmung in Kapitel 4.2. Die Modellexperimente wurden im Doppelmantelgefäß und im Modellofen durchgeführt. Die Schmelzhöhe betrug jeweils 80mm, so dass die „long wave Näherung“ aus den MHD-Grundlagen in den Experimenten erfüllt ist.

Das Doppelmantelgefäß hat gegenüber dem Modellofen den Vorteil, dass die axiale Temperaturdifferenz über einen großen Bereich hinweg bei sehr moderaten Temperaturen variiert werden kann, dadurch lässt sich der Einfluss der axialen Temperaturdifferenz auf die kombinierte VGF-/TMF-Strömung untersuchen.

Der Modellofen ermöglicht die Erzeugung einer VGF typischer Auftriebsströmung mit zwei unterschiedlich stark ausgeprägten axialsymmetrischen Strömungswirbeln (vgl. Kapitel 4.1 und 4.2). Dies entspricht der hydrodynamischen Situation in den VGF-Öfen während der Kristallzüchtung und eignet sich daher für die Modellexperimente zur Untersuchung der Strömungsstruktur und –stabilität der kombinierten VGF-/TMF-Strömung in Abhängigkeit der magnetischen Induktion und Magnetfeldrichtung (TMF up und down).

Alle Experimente erfolgten bei einer festen TMF Frequenz von 50Hz, so dass sich ein Shielding Faktor von $S \approx 1.6$ ergibt, welcher nahe eins liegt, so dass die „low frequency Näherung“ aus den MHD-Grundlagen in den Experimenten erfüllt ist. Die magnetische Induktion wurde für beide Magnetfeldrichtungen systematisch zwischen 0 und 3mT variiert.

4.3.1 Untersuchungen zur Strömungsstruktur

Zuerst wurde die Strömungsstruktur untersucht, welche sich in Abhängigkeit der magnetischen Kraftzahl F für ein festes Temperaturfeld ergibt (vgl. Bild 4.5). Das Temperaturfeld ist in Bild 4.2 dargestellt und in Kapitel 4.1 näher charakterisiert.

Die Überlagerung einer VGF-Auftriebsströmung mit einer TMF-induzierten Strömung führt unabhängig von der TMF-Richtung zu einer zunehmenden Kompensation der VGF-Strömung durch die TMF-Strömung.

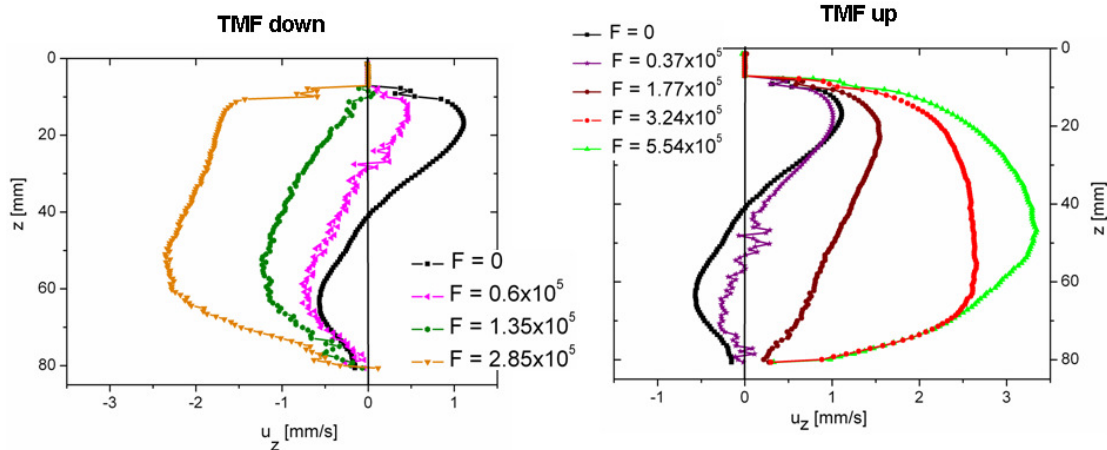


Bild 4.5: Axial gemessene Strömungsprofile im Zentrum der GaInSn-Modellschmelze in Abhängigkeit der magnetischen Kraftzahl F unter dem Einfluss einer kombinierten VGF-Auftriebs- und TMF-Strömung; links: VGF/TMF down, rechts: VGF/TMF up

Im Falle eines abwärts gerichteten TMF's (vgl. Bild 4.5 links) wird der untere Strömungswirbel (bei der VGF-Züchtung der Wirbel vor der Phasengrenze) verstärkt und der obere Wirbel kompensiert. Der obere Wirbel ist bei $F_{\text{comp}} = 1.48 \times 10^5$ vollständig kompensiert. Eine weitere Erhöhung der magnetischen Induktion führt lediglich noch zu einer Erhöhung der maximalen Strömungsgeschwindigkeit. Die Strömungsstruktur ändert sich nicht mehr signifikant und entspricht der einer typischen isothermalen TMF-Strömung. In diesem Fall kann die Auftriebsströmung vernachlässigt werden und die TMF-Strömung dominiert die hydrodynamische Gesamtsituation.

Im Falle eines aufwärts gerichteten TMF's (vgl. Bild 4.5 rechts) wird der obere Strömungswirbel (bei der VGF-Züchtung der Wirbel vor der Schmelzoberfläche) verstärkt und der Untere kompensiert. Der untere Wirbel ist bei $F_{\text{comp}} = 1.05 \times 10^5$ vollständig kompensiert. Im Vergleich zu einem TMF down erfolgt die Kompensation bei einer kleineren magnetischen Kraftzahl, da der untere Wirbel der VGF-Grundströmung schwächer ist als der obere. Analog zu der Strömungskombination mit einem TMF down führt eine weitere Erhöhung der magnetischen Induktion nur zu einer Erhöhung der maximalen Strömungsgeschwindigkeit. Die VGF-Auftriebsströmung wird vernachlässigbar und die TMF-Strömung dominiert die Gesamtströmung in der Schmelze.

Die experimentellen Ergebnisse wurden durch lokale numerische Simulationen mit OpenFOAM bestätigt. Für verschiedene Strömungszustände wurde das lokale Temperatur- und Strömungsfeld in der Schmelze berechnet. In Bild 4.6 sind die Strömungsfelder der kombinierten VGF-/TMF-Strömung für drei verschiedene Kraftzahlen gezeigt: $F = 0$ reine VGF-Auftriebsströmung, $F = 0.8 \times 10^5$ kombinierte VGF-/TMF-Strömung und $F = 1.6 \times 10^6$ TMF up-Strömung.

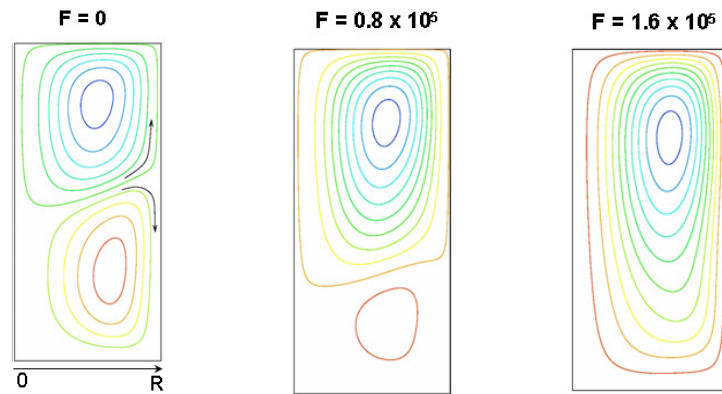


Bild 4.6: Mittels OpenFOAM [GA11] berechnete Strömungsfunktionen für eine kombinierte VGF-Auftriebsströmung und TMF up in Abhängigkeit der magnetischen Kraftzahl; links: reine VGF-Auftriebsströmung, Mitte: kombinierte VGF-/TMF-up Strömung für $F = 0.8 \times 10^5$, rechts: kombinierte VGF-/TMF-up Strömung für $F = 1.6 \times 10^5$

Mit steigender magnetischer Feldstärke werden, wie im Experiment, die gegenläufig rotierenden Wirbel der VGF-Auftriebsströmung durch TMF-Strömungswirbel kompensiert. In Bild 4.6 werden exemplarisch die Ergebnisse für die Überlagerung einer VGF-Auftriebsströmung mit TMF up-Strömung gezeigt. Mit steigender magnetischer Kraftzahl wird der untere Strömungswirbel kompensiert und der obere Strömungswirbel verstärkt.

Die gleichen numerischen Simulationen wurden auch für die Überlagerung der VGF-Strömung mit einer TMF down-Strömung durchgeführt. Auch in diesem Fall lassen sich die experimentellen Ergebnisse numerisch bestätigen. In der Tabelle 4.3 sind die experimentell und numerisch ermittelten Kraftzahlen F_{comp} zusammengefasst, welche nötig sind, um die VGF-Strömung durch die TMF-Strömung zu kompensieren. Es ergibt sich eine gute Übereinstimmung zwischen Experiment und Simulation.

Tabelle 4.3: Experimentell und numerisch bestimmte [GA11] Kraftzahlen F_{comp} in Abhängigkeit der Magnetfeldrichtung, welche nötig sind um die VGF-Auftriebsströmung zu kompensieren

	$F_{comp, exp}$	$F_{comp, sim}$
TMF down	1.48×10^5	2×10^5
TMF up	1.05×10^5	1.2×10^5

4.3.2 Untersuchungen zur Strömungsstabilität

Ein weiteres wichtiges Kriterium für die Charakterisierung der kombinierten VGF-/TMF-Strömung ist die Strömungsstabilität, d.h. die Bestimmung der kritischen magnetischen Kraftzahl F_C , welche den Übergang von einer laminaren zu einer zeitabhängigen, oszillierenden Strömung charakterisiert. Eine weitere Erhöhung der Kraftzahl ($F > F_C$) resultiert in irregulären Fluktuationen der Strömungsgeschwindigkeit. Für die experimentelle Bestimmung der Kenngröße $F_{c,exp}$ wird die maximale gemessene Strömungsgeschwindigkeit über die Messzeit ausgewertet und $F_{c,exp}$ charakterisiert die Kraftzahl, bei der die maximale Strömungsgeschwindigkeit anfängt zu oszillieren. Bild 4.7 zeigt den Verlauf der maximalen Strömungsgeschwindigkeit für jeweils drei charakteristische Kraftzahlen in Abhängigkeit der Messzeit für zwei verschiedene Strömungskombinationen. Im linken Teilbild der Bild 4.7 ist der Verlauf der maximalen Strömungsgeschwindigkeit für die kombinierten VGF-/TMF up – Strömung und im rechten Teilbild für die isothermale TMF up Strömung dargestellt.

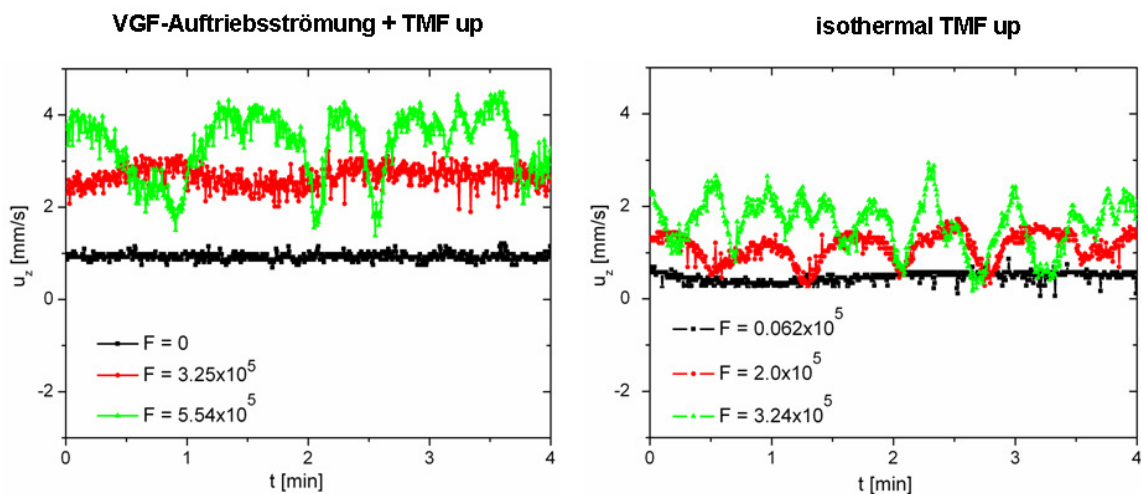


Bild 4.7: Zeitliche Verläufe der gemessenen maximalen Geschwindigkeit beim Übergang von laminarer zu zeitabhängiger Strömung; links: kombinierte VGF-/TMF up - Strömung, rechts: isothermale TMF up - Strömung

Im isothermalen Fall (Bild 4.7 rechts) liegt der Übergang zu einer zeitabhängigen Strömung zwischen $F_{c,exp} = 1.5 \times 10^5$ (TMF down) und $F_{c,exp} = 2.0 \times 10^5$ (TMF up). Die Unterschiede in der kritischen Kraftzahl für die beiden Magnetfeldrichtungen resultiert aus kleinen Unsymmetrien in der Strömungsstruktur, welche dem experimentellen Aufbau geschuldet sind. Die zentrale Positionierung des Schmelzcontainers im Spulensystem ist im Millimeterbereich genau möglich. Eine genauere Positionierung wäre mit erheblichem Aufwand verbunden und ist in einem nicht ortsfest installierten Spulensystem nur schwer realisierbar. Da sich die experimentell bestimmten Werte für den Übergang zu einer zeitabhängigen Strömung

unter isothermalen Bedingungen mit der Literaturangaben $F_{c,Lit} = 1.1 \times 10^5$ [GR04] decken, wird die erfolgte Schmelzcontainerpositionierung als ausreichend genau eingeschätzt.

Bei der kombinierten VGF- / TMF-Strömung steigt der Wert für F_c signifikant an. Im Fall der Kombination mit einem aufwärts gerichteten Magnetfeld (vgl. Bild 4.7 links) erhöht sich der Wert auf $F_{c,exp} = 3.24 \times 10^5$ und im Falle eines abwärts gerichteten Magnetfelds auf $F_{c,exp} = 4.0 \times 10^5$. Die Unterschiede resultieren aus den unterschiedlichen Ausprägungen der gegenläufig rotierenden VGF-Strömungswirbel. Eine weitere Erhöhung der magnetischen Induktion ($F > F_c$) resultiert, wie im Fall der isothermalen TMF-Strömung, in größeren Fluktuationen der Strömungsgeschwindigkeit. Die entsprechenden Werte der experimentell bestimmten kritischen magnetischen Kraftzahl sind in Tabelle 4.4 zusammengefasst.

Tabelle 4.4: Experimentell bestimmte kritische magnetische Kraftzahl $F_{c,exp}$ für den Übergang von laminarer zu zeitabhängiger Strömung unter isothermalen - und VGF-Auftriebsströmungsbedingungen

thermische Strömung	TMF induzierte Strömung	$F_{c,exp}$
isothermal	TMF down / up	$1.5 \dots 2.0 \times 10^5$
VGF-typisch	TMF down	4.0×10^5
VGF-typisch	TMF up	3.24×10^5

Insgesamt kann man sagen, dass eine VGF typische Auftriebsströmung die TMF-Strömung stabilisiert, d.h. die kombinierte VGF-/TMF-Strömung ist stabiler als die reine TMF-Strömung. Dem entsprechend erhöht sich die kritische magnetische Kraftzahl für die kombinierte Strömung signifikant.

Begleitend zu den experimentellen Untersuchungen wurden numerische Simulationen mittels OpenFOAM für zwei verschiedene Strömungszustände (isothermal TMF up Strömung und kombinierte VGF-/TMF-up Strömung) für eine feste Kraftzahl $F = 4.0 \times 10^5 > F_{c,exp}$ durchgeführt. In Bild 4.8 sind die entsprechenden Geschwindigkeitsverteilungen und turbulenten kinetischen Energien dargestellt.

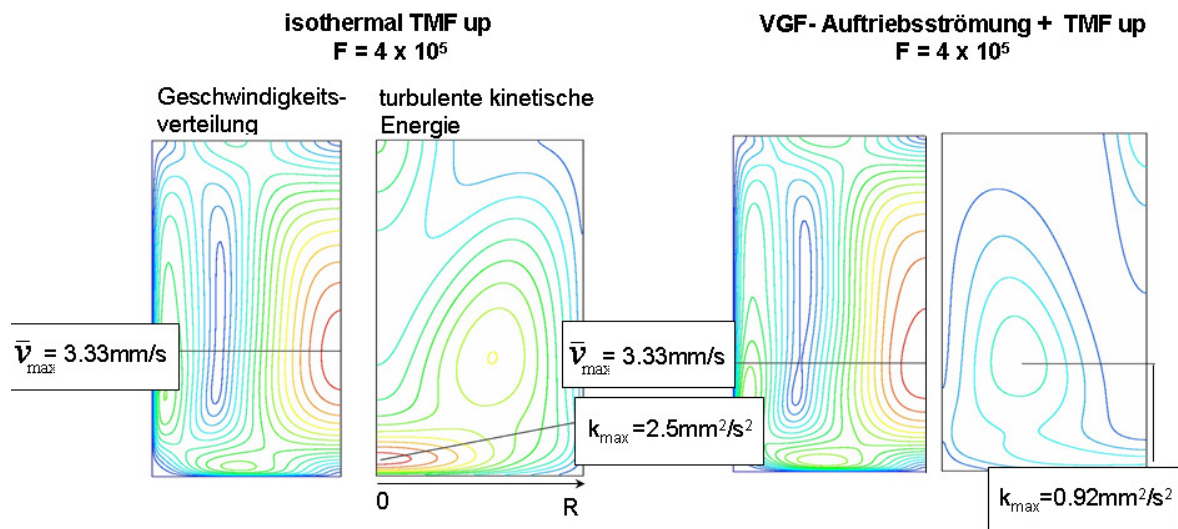


Bild 4.8: Mittels OpenFOAM berechnete Geschwindigkeitsverteilungen und turbulente kinetische Energien für eine feste Kraftzahl $F = 4 \times 10^5$; links: im Falle einer isothermalen TMF up Strömung, rechts: im Falle einer kombinierten VGF-Auftriebsströmung und TMF up [GA11]

Aus den Konturen der Geschwindigkeitsverteilung in der Schmelze lässt sich schlussfolgern, dass die Strömungsstruktur der TMF-Strömung (Bild 4.8 links), von dem Vorhandensein einer VGF-Auftriebsströmung (Bild 4.8 rechts) nicht beeinflusst wird. Die maximale Geschwindigkeit beträgt in beiden Fällen $v_{max} = 3.33 \text{ mm/s}$. Auf der anderen Seite werden aber die Amplitude und Verteilung der turbulenten kinetischen Energie, als Maß für die Strömungsfluktuationen, signifikant beeinflusst. Das Maximum der turbulenten kinetischen Energie k_{max} nimmt um mehr als 60% im Falle einer kombinierten VGF/TMF – Strömung von $k_{max} = 2.5 \text{ mm}^2/\text{s}^2$ auf $k_{max} = 0.92 \text{ mm}^2/\text{s}^2$ ab, was zu einer Halbierung der Fluktuationen der gemessenen Geschwindigkeitskomponente führt und damit zu einer Stabilisierung der Schmelzströmung.

4.3.3 Einfluss des axialen Temperaturgradientens

Eine weitere Stabilisierung der kombinierten VGF/TMF – Strömung lässt sich durch eine Erhöhung der axialen Temperaturdifferenz bei der VGF-Grundströmung erreichen. Dafür wurde sowohl die Strömungsstruktur (vgl. Bild 4.9a) als auch die Strömungsstabilität (vgl. Bild 4.9b) für zwei feste magnetische Kraftzahlen $F = 4.12 \times 10^5$ und $F = 7.23 \times 10^5$ in Abhängigkeit von zwei verschiedenen Temperaturfeldern experimentell und numerisch untersucht. Die numerischen Ergebnisse sind in Bild 4.9c zusammengefasst.

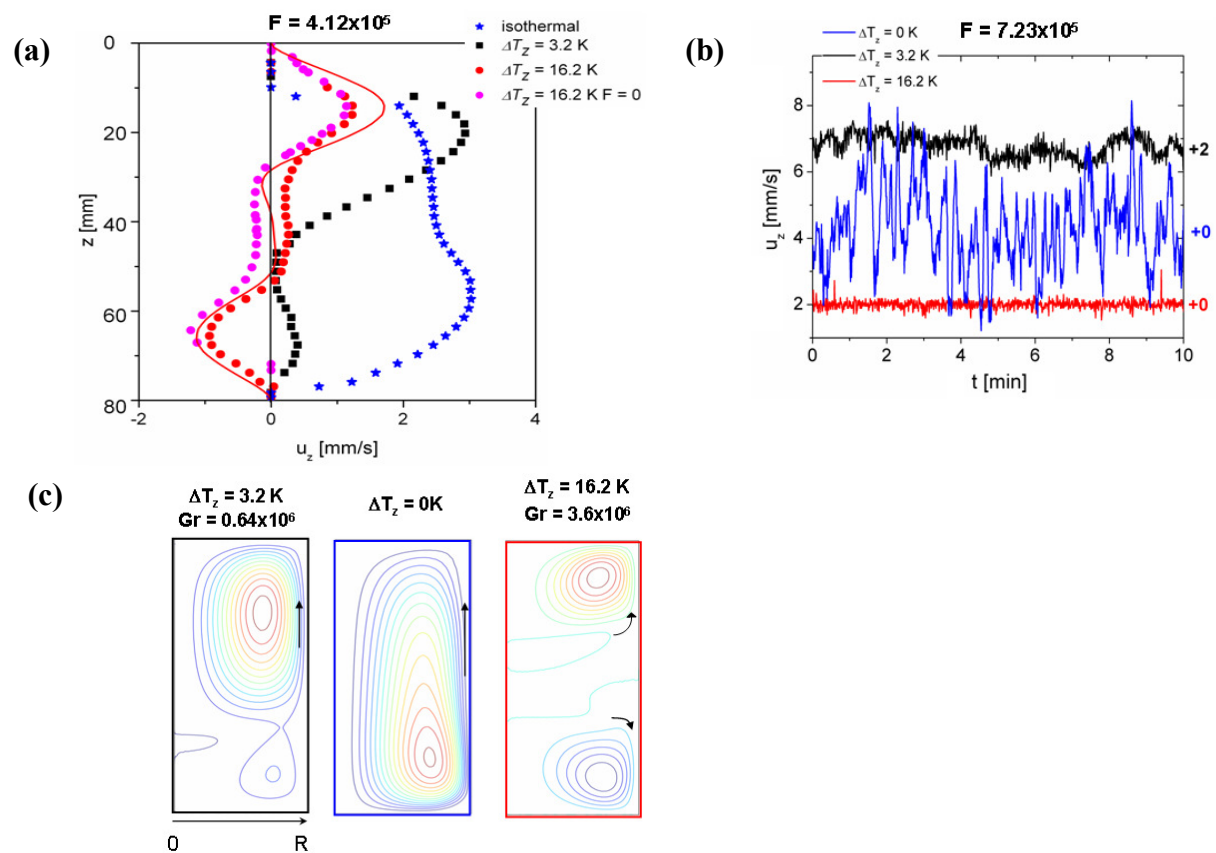


Bild 4.9: Experimentelle und numerische Ergebnisse zu der TMF-up induzierten Strömung unter dem Einfluss verschiedener Temperaturfelder; (a): zeitlich gemittelte axiale Strömungsprofile, wobei Symbole Messdaten repräsentieren und die Linie entsprechende numerische Simulationsergebnisse für $\Delta T_z = 16.2$ K, (b): zeitlicher Verlauf der zugehörigen maximalen axialen Geschwindigkeiten, (c): mittels OpenFOAM berechnete Strömungsfunktionen [GA11]

Die beiden Temperaturfelder unterscheiden sich in der axialen Temperaturdifferenz ($\Delta T_z = 3.2$ K und $\Delta T_z = 16.2$ K) bei nahezu gleicher radialer Temperaturdifferenz. Die aus den Temperaturfeldern resultierende VGF-Auftriebsströmung ohne TMF-Einfluss wurde bereits in Kapitel 4.2 näher analysiert. Daher soll an dieser Stelle nur noch auf die kombinierte VGF-/TMF-Strömung eingegangen werden. Der isothermale Fall ist durch die typische Strömungsstruktur einer TMF up-Strömung (vgl. blaue Sterne in Bild 4.9a bzw. blau umrandete Strömungsfunktion in Bild 4.9c) gekennzeichnet. Mit steigender axialer Temperaturdifferenz

bei gleicher magnetischer Induktion dominiert aber zunehmend die VGF-Auftriebsströmung. Im Falle einer axialen Temperaturdifferenz von 16.2K bleibt die VGF-Auftriebsströmung sogar quasi erhalten, die induzierte TMF-Strömung hat keinen signifikanten Einfluss auf die Gesamtschmelzströmung (vgl. rote und magentafarbene Punkte in Bild 4.9a bzw. rot umrandete Strömungsfunktion in Bild 4.9c). Im Gegensatz dazu wird bei kleineren axialen Temperaturdifferenzen ($\Delta T_z = 3.2\text{K}$) die VGF-Strömung kompensiert und es bildet sich ein TMF-Strömungswirbel aus, der aber asymmetrisch ist und sich nicht gleichmäßig über das ganze Schmelzvolumen erstreckt (vgl. schwarze Vierecke in Bild 4.9a bzw. schwarz umrandete Strömungsfunktion in Bild 4.9c). Für eine feste magnetische Kraftzahl $F = 7.23 \times 10^5$ wurde ausserdem die Strömungsstabilität in Abhängigkeit von ΔT_z untersucht (vgl. Bild 4.9b). Es ergeben sich sehr unterschiedliche Stabilitätszustände: Im isothermalen Fall (blaue Linie) treten starke irreguläre Fluktuationen der Geschwindigkeit ($\bar{u}_z = 8.14 \pm 1.24 \text{ mm/s}$) auf. Bei einer axialen Temperaturdifferenz von 3.2K (schwarze Linie) sinken die Fluktuationen bereits merklich und es liegt eine mehr oszillierende Strömung ($\bar{u}_z = 4.33 \pm 0.33 \text{ mm/s}$) vor. Für $\Delta T_z = 16.2\text{K}$ (rote Linie) ist die Strömung laminar und es treten keine Fluktuationen auf. Damit zeigen die experimentellen Untersuchung des Strömungsüberganges von einer laminaren hin zu einer zeitabhängigen Strömung, dass die Erhöhung der axialen Temperaturdifferenz in der Schmelze nicht nur einen Einfluss hat auf die Strömungsstruktur sondern auch zu einer weiteren Stabilisierung der kombinierten VGF/TMF-Strömung beiträgt. Die kritische magnetische Kraftzahl steigt signifikant mit steigender axialer Temperaturdifferenz annähernd linear von $F_{\text{comp,exp}} = 2.92 \times 10^5$ ($\Delta T_z = 3.2\text{K}$) auf $F_{\text{comp,exp}} = 11.04 \times 10^5$ ($\Delta T_z = 16.2\text{K}$) an. Die numerischen und experimentellen Ergebnisse für F_c und F_{comp} sind in Abhängigkeit der axialen Temperaturdifferenz in Tabelle 4.5 zusammengefasst.

Tabelle 4.5: Experimentelle und numerische bestimmte [GA11] magnetische Kraftzahl für die Kompensation der VGF-Grundströmung durch die TMF up-Strömung und Bestimmung der magnetischen Kraftzahl für den Übergang von laminar zu zeitabhängiger Strömung in Abhängigkeit der axialen Temperaturdifferenz

ΔT_z [K]	$F_{\text{comp,exp}}$	$F_{\text{comp,sim}}$	$F_{c,\text{exp}}$	$F_{c,\text{sim}}$
0	-	-	1.5×10^5	0.9×10^5
3.2	2.92×10^5	3.2×10^5	7.23×10^5	4×10^5
4.4	2.92×10^5		8.12×10^5	
6.6	4.31×10^5	5.4×10^5	10×10^5	7×10^5
7.0	5.54×10^5		11.12×10^5	
8.3	6.33×10^5		12.22×10^5	
16.2	11.04×10^5	16.0×10^5	$>13.41 \times 10^5$	18×10^5

Der Strömungsübergang von einer laminaren zu einer zeitabhängigen Strömung wurde experimentell und numerisch bestimmt. Experimentell wird der zeitliche Verlauf der maximalen Geschwindigkeit untersucht und $F_{c,exp}$ kennzeichnet den Übergang von einer laminaren Geschwindigkeit ohne Fluktuation zu einer oszillierenden Geschwindigkeit mit Fluktuationen. Numerisch kennzeichnet $F_{c,num}$ die magnetische Induktion, bei der die stationäre Navier-Stokes-Gleichungen nicht mehr konvergiert. Daher ist der Wert für $F_{c,num}$ höher als $F_{c,exp}$, aber beide steigen signifikant mit ΔT_z an. Für den Fall $\Delta T_z = 16.2\text{K}$ war es nicht mehr möglich ein $F_{c,exp}$ zu bestimmen, da der Wert größer ist als die maximale magnetische Induktion des am Institut für NE-Metallurgie und Reinststoffe vorhandenen Spulensystems.

4.3.4 Vergleich mit der hydrodynamischen Situation während der VGF-Züchtung unter TMF-Einfluss

Die Werte der magnetischen Kraftzahl, welche die Kompensation der VGF-Auftriebsströmung und den Übergang zu einer instationären Strömung (kritische magnetische Kraftzahl) kennzeichnen, geben die Grenzen des Magnetfeldparameterbereichs an innerhalb dessen bei gegeben axialen und radialen Temperaturgradientes ${}^3\text{Ge}$ - und ${}^3\text{GaAs}$ -Kristalle unter optimalen TMF-Einfluss sich züchten lassen. Optimaler TMF-Einfluss bedeutet, dass die VGF-Auftriebsströmung komplett kompensiert ist, aber die Gesamtströmung laminar ist, um z.B. die Bildung von Striations zu vermeiden. Die typischen axialen und radialen Temperaturgradienten der VGF-Grundströmung sind in Kapitel 4.2 zusammengefasst. Für die ${}^3\text{Ge}$ -Kristalle ergibt sich in Abhängigkeit des axialen Temperaturgradientens ein Kompensationsbereich von $F_{comp} = 2.92 \times 10^5$ bis $F_{comp} = 4.31 \times 10^5$. Die dazu gehörigen kritischen magnetischen Kraftzahlen betragen $F_c = 7.23 \times 10^5$ bzw. $F_c = 10 \times 10^5$. Für die ${}^3\text{GaAs}$ -Kristalle ergeben sich auf Grund des höheren axialen Temperaturgradientes höhere Kraftzahlen für die Kompensation $F_{comp} = 5.54 \times 10^5$ bis $F_{comp} = 6.33 \times 10^5$ und für die kritischen magnetischen Kraftzahlen $F_c = 11.12 \times 10^5$ bzw. $F_c = 12.22 \times 10^5$.

4.4 Kombinierte VGF/RMF-Strömung

Die Grundlage für die Untersuchungen der kombinierten VGF-/RMF-Schmelzströmung hinsichtlich ihrer Struktur und Stabilität der meridionalen Sekundärströmung sind, analog zur Überlagerung der VGF-Strömung mit einer TMF induzierten Strömung, die Modellexperimente zur VGF-typischen Auftriebsströmung in Kapitel 4.2.

Die Modellexperimente für die kombinierte VGF-/RMF-Strömung wurden alle im Doppelmantelgefäß durchgeführt. Die Schmelzhöhe wurde der Höhe der RMF-Polschuhe angepasst und betrug 64mm, so dass die „long wave Näherung“ aus den MHD-Grundlagen in den Experimenten zur Strömungsuntersuchungen erfüllt ist.

Für alle Untersuchungen wurde eine feste RMF Frequenz von 50 Hz ($S \approx 1.6$) gewählt, so dass die „low frequency Näherung“ aus den MHD-Grundlagen in den Experimenten erfüllt ist. Die Induktion wurde systematisch zwischen 0.24mT und 2.45mT für die verschiedenen Temperaturfelder variiert. Die Temperaturfelder unterscheiden sich in ihrer axialen und damit verknüpft radialen Temperaturdifferenzen.

4.4.1 Beschreibung des Spin-up Verhalten der isothermalen RMF-Strömung

Als erstes wurde der Einfluss der VGF-Grundströmung auf das Spin-up Verhalten der RMF-Strömung untersucht. Im Gegensatz zur TMF-Strömung handelt es sich bei der meridionalen RMF-Strömung um eine Sekundärströmung, die sich erst durch Interaktion der Primär- und Sekundärströmung untereinander und mit den Gefäßwänden ausbildet.

Den prinzipiellen Ablauf des Spin-up Verhaltens für einen geschlossenen Zylinder kann man nach [RÄ10, NI05, NI11] in drei Phasen unterteilen, welche durch verschiedene charakteristische Zeiten gekennzeichnet sind. In Bild 4.10 sind die entsprechenden Phasen und Zeiten beim zeitlichen Verlauf der quadratisch gemittelten vertikalen Geschwindigkeitskomponente eingezeichnet. Sie stellt ein Maß für die kinetische Energie der Sekundärströmung da.

$$\langle u_z^2 \rangle = \frac{1}{H} \int_0^H u_z^2 dz \quad (4.1)$$

Die Charakterisierung und Beschreibung des RMF Spin-ups erfolgt über $\langle u_z^2 \rangle$, um eine Vergleichbarkeit zwischen numerischen Simulations- und UDV Messergebnissen zu gewährleisten.

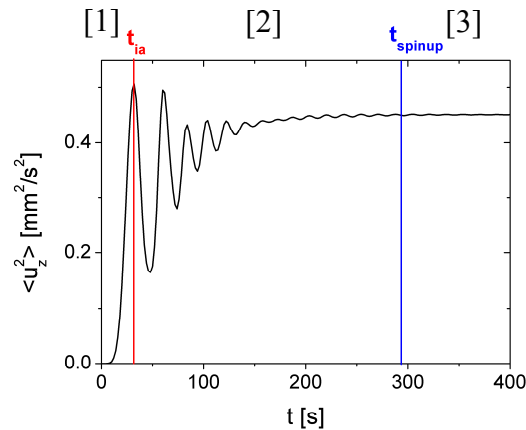


Bild 4.10: Prinzipskizze des Verlaufs der gemittelten vertikalen Geschwindigkeit u_z entlang der vertikalen Zylinderachse während des RMF Spin-ups zur Definition zweier charakteristischen Zeitkonstanten t_{ia} und t_{spinup} nach [RÄ10]

Die **erste Phase** [1] („initial adjustment phase“) erstreckt sich bis zum ersten Maximum von $\langle u_z^2 \rangle$. Die zugehörige Zeitspanne wird als initial Zeit t_{ia} bezeichnet. In dieser Zeit bildet sich die Sekundärströmung aus zwei, zur Mittelebene symmetrischen, toridionalen Wirbeln aus. Die Strömungsstruktur resultiert aus der Struktur der Lorentzkraft. Der Einfluss der Lorentzkraft ist in der Mittelebene am Größten und verschwindet an den horizontalen Grenzflächen (feste Zylinderwände). Die Zentrifugalkraft transportiert die Schmelze von der Mittelebene zu den Seitenwänden, von wo sie in zwei symmetrischen Wirbeln nahe den horizontalen Wänden zurück strömt. Viskose Effekte spielen damit eine untergeordnete Rolle.

In der **zweiten Phase** [2] („interial phase“) kommt es zur nichtlinearen Interaktion zwischen Primär- und Sekundärströmung. Die Bödewadt-Schichten (horizontale Grenzschichten) werden an den horizontalen Grenzflächen gebildet und beeinflussen die Strömung signifikant. Eine Intensivierung der radialen Strömung wird durch eine Beschleunigung der primären azimuthalen Strömung kompensiert. Wenn die azimuthale Geschwindigkeit größer ist als die Strömung im Zentrum der Schmelze, werden die beiden Wirbel der ersten Spin-up Phase zu den horizontalen Grenzflächen gedrängt und durch den Anstieg der azimuthalen Geschwindigkeit bildet sich ein, mit der Zeit stärker werdender, radialer Wandjet aus, der zur Schmelzachse gerichtet ist. Die Ausbildung des Wandjet resultiert in einem neuen Paar schwächeren torodialer Strömungswirbel im Zentrum, welche eine inverse Strömungsrichtung zu den Doppelwirbeln der ersten Spin-up Phase haben. Dieses Strömungsmuster entspricht den Minima der oszillierenden $\langle u_z^2 \rangle$ Kurve. Die beiden zusätzlichen inversen Strömungswirbel bilden

sich wieder zurück und die beiden ursprünglichen Sekundärströmungswirbel erstrecken sich wieder über das gesamte Schmelzvolumen, indem sich das Zentrum der Wirbel in Richtung der Zylinderwände verschiebt. Das Maximum der $\langle u_z^2 \rangle$ Kurve entspricht damit der Strömungssituation zum Zeitpunkt t_{ia} . Die für das Minima und Maxima der $\langle u_z^2 \rangle$ Kurve charakteristischen Strömungsmuster sind in Bild 4.11 schematisch dargestellt.

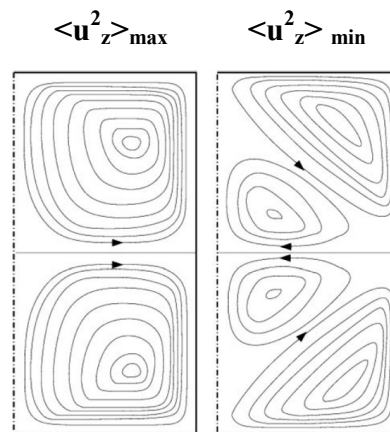


Bild 4.11: Schematische Darstellung der charakteristischen Strömungsmuster, wenn die $\langle u_z^2 \rangle$ Kurve ein Maximum (rechts) und Minimum (links) durchschreitet [RÄ10]

Die dabei auftretenden Geschwindigkeitsoszillationen werden viskos gedämpft. Die Zeitdauer der zweiten Phase wird durch die Zeit $t_{spin-up}$ charakterisiert.

In der **dritten Phase** [3] hat sich die RMF-Strömung vollständig ausgebildet. Wenn die Magnetfeldstärke unterhalb der kritischen Magnetfeldstärke liegt, tritt eine laminare RMF-Strömung auf. Wenn die Magnetfeldstärke über dem kritischen Wert liegt, wird die Strömung nach t_{spinup} instationär und es treten z.B. Taylor-Görtler Wirbel an den Seitenwänden der zylindrischen Schmelze auf. Diese Strömungswirbel werden von der Sekundärströmung von den Seitenwänden hin zu den horizontalen Grenzflächen transportiert, wo sie dissipieren können.

Einfluss der Schmelzoberfläche auf die Schmelzströmung

Bei der experimentellen Untersuchung des Spin-up Verhaltens der meridionalen RMF-Strömung mittels Geschwindigkeitsprofilmessungen muss man den Einfluss der Schmelzoberfläche auf die Strömungsgeschwindigkeiten berücksichtigen. Bei dem Doppelmantelgefäß handelt es sich um kein abgeschlossenes System. Im Gefäß ist Luft als Atmosphäre vorhanden und die GaInSn-Schmelze oxidiert teilweise. Die dabei gebildeten Oxidpartikel lagern sich an der Schmelzoberfläche an, stellen aber keine vollständig geschlossene Wand da, sondern interagieren mit der RMF-induzierten Schmelzströmung. Dadurch treten auch bei $Ta < Ta_{crit}$ Strömungsfluktuationen auf, welche aus der Wechselwirkung der RMF-Strömung mit der Oxidhaut auf der Schmelzoberfläche resultieren und nicht aus einer instationären Strömung an sich [ZH11].

In Bild 4.12 ist der Einfluss der Geschwindigkeitsrandbedingung („no-slip“ für feste Wand und „slip“ für freie Oberfläche) auf das Spin-up Verhalten simuliert. Die beiden Randbedingungen stellen die beiden idealisierten Grenzfälle da. Die GaInSn-Schmelze mit Oxidhaut ist ein Zwischenzustand, der sich mit zunehmender Oxidation der Schmelze die Oberfläche auch zeitlich ändert.

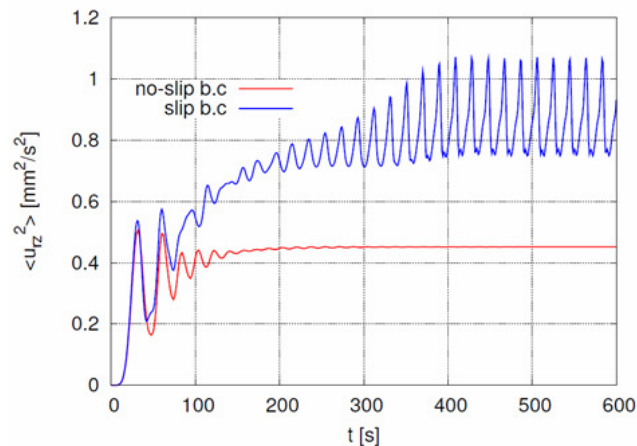


Bild 4.12: Numerisch mittels OpenFOAM bestimmter Einfluss der gewählten Randbedingungen („no-slip“ und „slip“) an der Schmelzoberfläche auf die Zeitkonstante t_{ia} und die Strömungsfluktuationen der gemittelten axialen Geschwindigkeit [GA11]

Es konnte gezeigt werden, dass kein Einfluss der gewählten Geschwindigkeitsrandbedingung auf die Zeitkonstante t_{ia} vorhanden ist. Es ist aber nicht möglich die Zeitkonstante $t_{spin-up}$ eindeutig zu bestimmen, da es zu Wechselwirkungen zwischen der Schmelzoberfläche und der Schmelzströmung auch für magnetische Induktionen kleiner als die kritische magnetische Taylorzahl kommt. Daher kann auf Grund der eben beschriebenen Interaktion zwischen Oxidhaut auf der Schmelzoberfläche und RMF-Strömung experimentell nur die Kenngröße initial Zeit t_{ia} bestimmt werden.

Experimentelle und numerische Bestimmung der Zeitkonstante t_{ia}

In Bild 4.13 ist das experimentell bestimmte Spin-up Verhalten für zwei verschiedene Strömungszustände (isothermale RMF-Strömung und VGF-/RMF-Strömung) dargestellt. Im linken Teil des Bildes 4.13 ist das Spin-up Verhalten der isothermalen RMF-Strömung dargestellt und dazu vergleichend im rechten Teil des Bildes 4.13 das Spin-up Verhalten der kombinierten VGF/RMF-Strömung für ein festes Temperaturfeld.

Für die experimentelle Bestimmung von t_{ia} wird die über das Messvolumen quadratisch gemittelte axial gemessene Geschwindigkeit $\langle u_z^2 \rangle$ in Abhängigkeit der Messzeit ausgewertet.

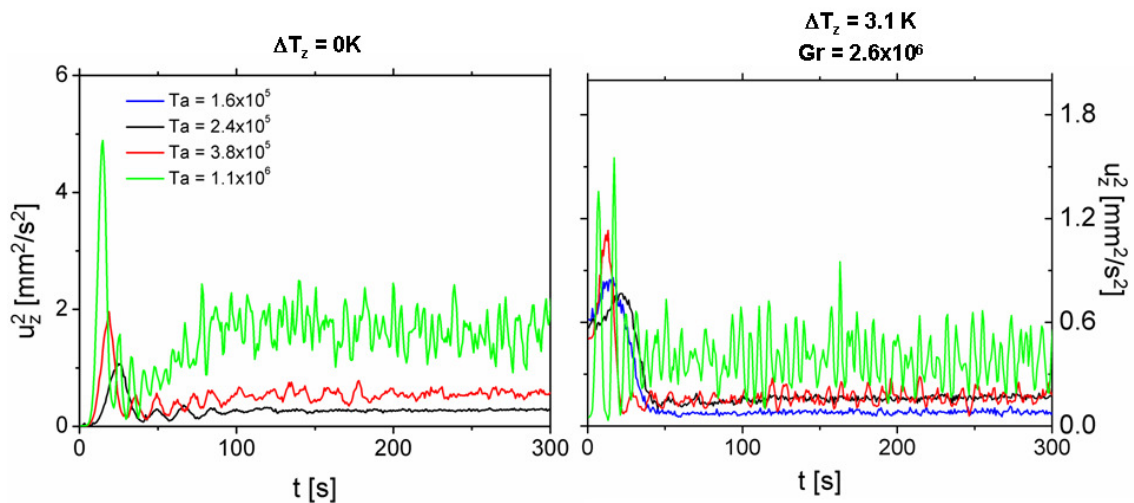


Bild 4.13: Experimentell ermitteltes Spin-up Verhalten der RMF-Strömung unter isothermalen Bedingungen (links) und im Falle der kombinierten VGF-/RMF-Strömung für eine feste axiale Temperaturdifferenz $\Delta T_z = 3.1\text{K}$ (rechts)

Prinzipiell lässt sich kein Unterschied im Spin-up Verhalten nachweisen. In beiden Fällen ist t_{ia} klar erkennbar und bei größeren Messzeiten treten Strömungsfluktuationen auf. Der Ursprung der Fluktuationen liegt sowohl in der Interaktion Schmelzoberfläche / Strömung als auch in einer instationären Strömung. Es ist nicht möglich, die beiden Ursachen der Fluktuationen voneinander zu separieren.

In Tabelle 4.6 sind die experimentell und numerisch bestimmten Werte für t_{ia} zusammengefasst. Für die isothermale RMF-Strömung sind Vergleichsdaten aus der Literatur [RÄ10] bekannt und ebenfalls in der Tabelle 4.6 mit vermerkt.

Auf Grund der vorhandenen Regelung der RMF-Ansteuerung ließen sich im Experiment nur Magnetfelder mit einer magnetischen Induktion $B_0 > 0.24\text{mT}$ erzeugen. Im Gegensatz dazu war es in den numerischen Simulationen möglich, kleinere magnetische Induktionen zu simulieren. Auf Grund des gewählten DNS-Simulationsansatzes war es aber nicht möglich, die Strömung für Taylorzahlen größer 2.4×10^5 zu simulieren, da die Strömung dann zu instationär

wird und die Rechenzeit überproportional ansteigt. Bei der kombinierten VGF-/RMF-Schmelzströmung wurde sowohl im Experiment als auch bei den numerischen Simulationen t_{ia} erst bei Taylorzahlen bestimmt, wo die RMF-Strömung sich über das gesamte Schmelzvolumen erstreckt und kein Einfluss der VGF-Grundströmung auf die Strömungsstruktur nachweisbar ist.

Tabelle 4.6: Zusammenfassung der experimentell und numerisch ermittelten [GA11] t_{ia} -Werte mit Vergleich von Literaturdaten [RÄ10], ¹...entnommen aus [RÄ10]

Ta	$\Delta T_z = 0\text{K}$		$\Delta T_z = 3.1\text{K}$		$\Delta T_z = 14.1\text{K}$	
	$t_{ia,sim}$ [s]	$t_{ia,exp}$ [s]	$t_{ia,sim}$ [s]	$t_{ia,exp}$ [s]	$t_{ia,sim}$ [s]	$t_{ia,exp}$ [s]
1.4×10^5	26.3	-	-	-	-	-
1.46×10^5	18.47 ¹	-	-	-	-	-
1.6×10^5	24.4	-	17.3	15.6	13	-
2.0×10^5	21.8	-	16.2	-	12.4	-
2.4×10^5	19.8	13.7	15.4	13	12.1	15.8
3.8×10^5	-	11.7	-	13.8	-	8.4
5.63×10^5	9.17	-	-	-	-	-
1.1×10^6	-	6.9	-	8.2	-	5.2
1.11×10^6	6.46 ¹	-	-	-	-	-
2.48×10^6	4.36 ¹	-	-	-	-	-
4.4×10^6	-	2.4	-	2.8	-	2.4
4.42×10^6	3.23 ¹	-	-	-	-	-

Insgesamt kann sowohl experimentell als auch numerisch gezeigt werden, dass die Zeitkonstanten t_{ia} für eine isothermale RMF-Strömung als auch für eine kombinierte VGF/RMF-Strömung in etwa gleich sind. Es lässt sich kein signifikanter Einfluss der VGF-Grundströmung auf das Spin-up Verhalten der RMF-Strömung nachweisen. Die im Rahmen dieser Arbeit ermittelten Werte für die Zeitkonstante t_{ia} der isothermalen RMF-Strömung decken sich mit den Literaturdaten [RÄ10].

4.4.2 Untersuchungen zur Strömungsstruktur

Es wurde die Strömungsstruktur der kombinierten VGF-/RMF-Strömung für verschiedene Temperaturfelder in Abhängigkeit der Taylorzahl untersucht. In Bild 4.14 sind die experimentellen und numerischen axialen Strömungsprofile für zwei Temperaturfelder ($\Delta T_z = 3.1\text{K}$ und $\Delta T_z = 14.2\text{K}$) dargestellt. Es werden exemplarisch Simulationsdaten für zwei Taylorzahlen ($Ta = 0.42 \times 10^5$ und $Ta = 1.68 \times 10^5$) bei einer festen axialen Temperaturdifferenz von 3.1K gezeigt.

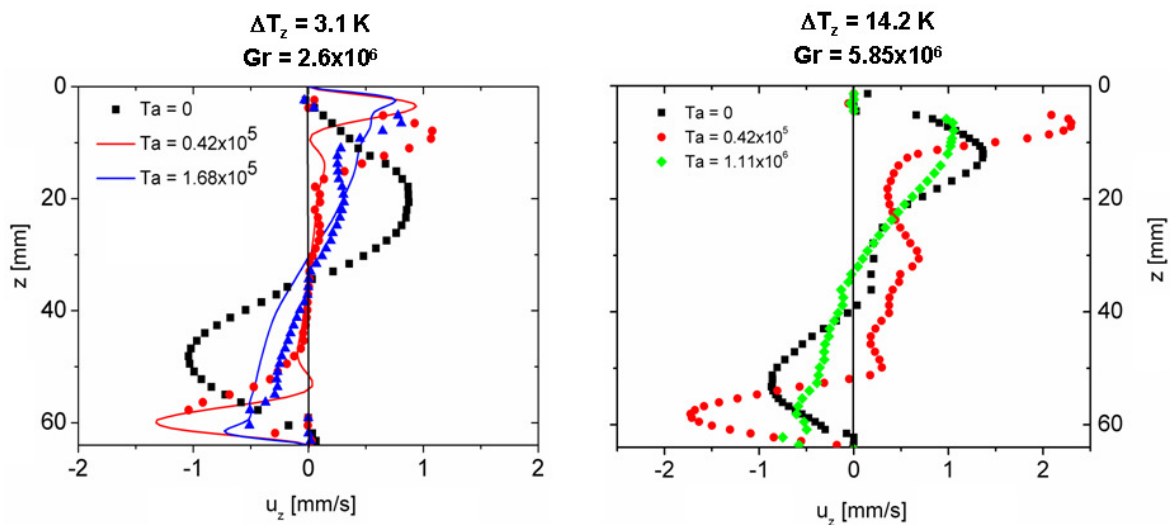


Bild 4.14: Axial gemessene - (Symbole) und mittels OpenFOAM berechnete (Linie) [GA11] Strömungsprofile im Zentrum der GaInSn Schmelze in Abhängigkeit der Taylorzahl Ta unter dem Einfluss einer kombinierten VGF/RMF-Strömung für verschiedene axiale Temperaturdifferenzen der VGF-Grundströmung; links: $\Delta T_z = 3.1\text{K}$, rechts: $\Delta T_z = 14.2\text{K}$

Im Gegensatz zu der kombinierten VGF/TMF-Strömung ändert sich die Strömungsstruktur bereits bei kleinen Taylorzahlen ($Ta = 0.42 \times 10^5$) deutlich. Es gibt keine kontinuierliche Änderung der Strömungsstruktur von der VGF-Strömungsstruktur hin zur Struktur der kombinierten Schmelzströmung bzw. der kompensierten VGF-Strömung. Bei kleinen Taylorzahlen konzentriert sich die Strömung auf die horizontalen Grenzflächen und im Schmelzvolumen bildet sich ein großes Gebiet mit sehr kleinen Strömungsgeschwindigkeiten aus. Solch ein Gebiet wirkt sich negativ auf die Schmelzdurchmischung aus und kann in inhomogenen elektrischen Kristalleigenschaften resultieren. Erst bei steigenden Taylorzahlen bildet sich die typische RMF-Strömung aus, welche sich über das gesamte Schmelzvolumen erstreckt. Dieser Effekt der Konzentration der Strömung auf die horizontalen Randbereiche bei kleinen Taylorzahlen und die Erstreckung der Schmelzströmung über den gesamten Schmelzbereich bei höheren Taylorzahlen ist unabhängig von den Temperaturfeldern und damit von

der axialen Temperaturdifferenz der VGF-Grundströmung (vgl. Bild 4.14 links und rechts). Generell lassen sich die experimentell erhaltenen Ergebnisse numerisch bestätigen.

4.4.3 Untersuchungen zur Strömungsstabilität

Als weiteres wichtiges Kriterium für die Charakterisierung der VGF/RMF-Strömung wurde die Strömungsstabilität in Abhängigkeit von verschiedenen Temperaturfeldern untersucht. Auf Grund der schon vorher dargelegten Interaktion von Strömung und Schmelzoberfläche erfolgte die Bestimmung der kritischen Taylorzahl T_c in Abhängigkeit der axialen Temperaturdifferenz numerisch mit Hilfe von OpenFOAM Simulationen. Die kritische Taylorzahl charakterisiert, analog zur kritischen magnetischen Kraftzahl, den Übergang von einer laminaren hin zu einer zeitlich fluktuierenden Strömungsgeschwindigkeit.

In Bild 4.15 wird die mittlere kinetische Energie $\langle u_{rz}^2 \rangle$ über die Zeit für ein exemplarisches Temperaturfeld $\Delta T_z = 3.1\text{K}$ rechts und isothermale Strömungsbedingungen links dargestellt.

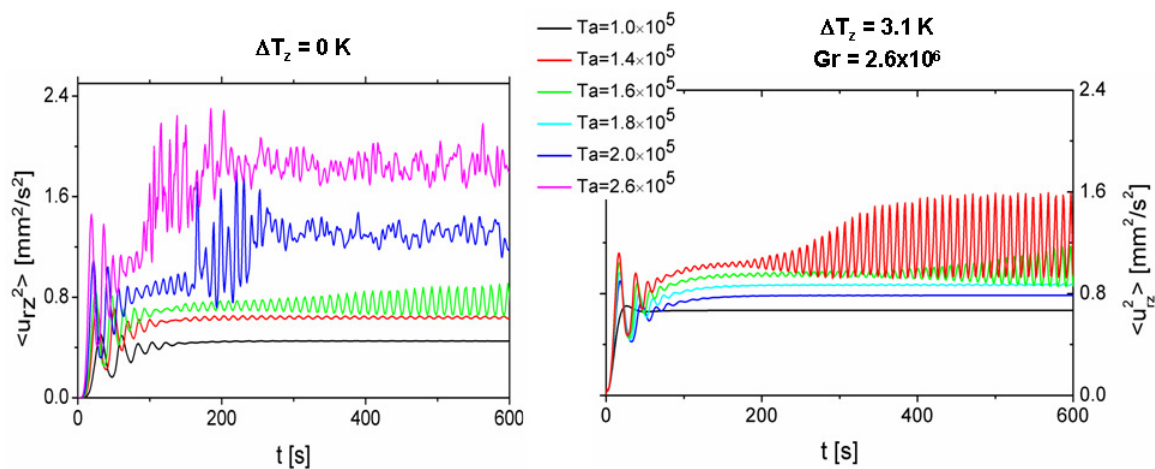


Bild 4.15: Numerisch mittels OpenFOAM bestimmte zeitliche Entwicklung der mittleren, meridionalen kinetischen Energie einer kombinierten VGF-/RMF-Strömung (rechts) im Vergleich zu einer isothermalen RMF-Strömung (links) [GA11]

Im linken Teil der Bild 4.15 wird die isothermale RMF-Strömung betrachtet und rechten Teil die kombinierte VGF/RMF-Strömung für ein festes Temperaturfeld ($\Delta T_z = 3.1\text{K}$). Im isothermalen Fall ergibt sich für den Übergang von einer laminaren hin zu eine instationären Strömung ein Wert für die kritische Taylorzahl von $Ta_c = 1.232 \times 10^5$. Der Wert entspricht der Literaturangabe [GR02]. Mit steigender Taylorzahl ($Ta > Ta_c$) nehmen die Strömungsfuktuationen der RMF induzierter Strömung zu.

Bei der kombinierten VGF/RMF-Strömung verschiebt sich der Übergang von einer laminaren hin zu einer instationären Strömung zu größeren Taylorzahlen. Analog zu der VGF/TMF-

Strömung wird die kombinierte VGF/RMF-Strömung durch die VGF-Grundströmung stabilisiert. In Tabelle 4.7 sind die für verschiedene Temperaturfelder bestimmten kritischen Taylorzahlen zusammen gefasst.

Tabelle 4.7: Numerisch bestimmte kritische Taylorzahl in Abhängigkeit verschiedener Temperaturfelder der VGF-Grundströmung [GA11]

ΔT_z [K]	$Ta_{c,num}$
0	1.232×10^5
3.1	1.4×10^5
6.3	1.6×10^5
14.1	2.1×10^5

Die stabilisierende Wirkung der laminaren VGF-Auftriebsströmung nimmt mit steigender axialer Temperaturdifferenz von $Ta_{c,num} = 1.4 \times 10^5$ bei $\Delta T_z = 3.1K$ bis auf $Ta_{c,num} = 2.1 \times 10^5$ bei $\Delta T_z = 14.1K$ analog zu der kombinierten VGF-/TMF-Strömung zu.

4.4.4 Vergleich mit der hydrodynamischen Situation während der VGF-Züchtung unter RMF-Einfluss

Bei der VGF-Züchtung unter RMF-Einfluss muss unabhängig vom axialen Temperaturgradienten eine mindest Taylorzahl ($Ta > 1.1 \times 10^5$) erreicht werden, um die gewünschte Beeinflussung der Schmelzströmung zu realisieren. Bei kleinen Taylorzahlen, unabhängig von der axialen Temperaturdifferenz, kommt es zu einer Konzentration der Strömungswirbel in dem unteren und oberen Bereich des Zylinders und erst bei höheren Taylorzahlen, wiederum unabhängig von der axialen Temperaturdifferenz erstrecken sich die Strömungswirbel über die gesamte Schmelzhöhe. Die Konzentration der Strömungswirbel im unteren und oberen Schmelzbereich ist unerwünscht, da in diesem Fall eine intensive Schmelzdurchmischung nicht gewährleistet werden kann.

Die obere Grenze der Taylorzahl für den RMF-Einsatz bei der VGF-Züchtung ergibt sich aus der kritischen Taylorzahl, die analog zur kombinierten TMF-/VGF-Strömung von dem axialen Temperaturgradienten abhängt. Für ${}^{76}\text{Ge}$ -Kristalle liegt die Grenze bei ca. $T_c = 1.5 \times 10^5$ und für ${}^{75}\text{GaAs}$ -Kristalle bei ca. $T_c = 2.1 \times 10^5$.

5 VGF-Züchtungsexperimente

5.1 Parameterstudie zum Einfluss eines magnetischen Wanderfeldes auf die Durchbiegung der Phasengrenze und den thermischen Stress

Der Einfluss von verschiedenen Magnetfeldparametern auf die Kristallqualität wird an Hand von VGF-Züchtungsexperimenten mit dotierten $^{3''}\text{Ge}$ - und $^{3''}\text{GaAs}$ -Einkristallen demonstriert. Da in früheren Arbeiten am Institut für NE-Metallurgie und Reinstoffe [LA07, LA08, LA09] bereits die negativen Einflüsse einer aufwärts gerichteten TMF induzierten Strömung auf die strukturellen Eigenschaften der gezüchteten Kristalle aufgezeigt wurden, werden in dieser Arbeit die Grenzen für den Einsatz eines abwärts gerichteten TMF's untersucht. Zur Optimierung der Parameter erfolgen begleitende numerische Simulationen mit Hilfe des Programmes CrysMAS. Die Simulationen liefern Aussagen über das Temperatur- und Strömungsfeld in der Schmelze, die Form der Phasengrenze sowie die thermischen Spannungen (v.Mises Stress) im Kristall. Eine Auswertung der Züchtungsexperimente erfolgt bezüglich der Durchbiegung der Phasengrenze. Des Weiteren erfolgt im Vorfeld der Versuche eine thermische Charakterisierung des $^{3''}\text{VGF}$ -Ofens, um stabile Temperaturfelder in der Schmelze während der Züchtung zu gewährleisten.

5.1.1 Thermische Prozessentwicklung für $^{3''}\text{Ge}$ - und $^{3''}\text{GaAs}$ -Kristalle

Die thermische Ofencharakterisierung erfolgte mit Hilfe von Temperaturmessungen in speziell präparierten Silizium- oder Graphitdummykörpern, die die Form eines $^{2''}$ - bzw. $^{3''}$ -Kristalls aufweisen und sich in einer Quarzglasampulle befinden. Die Dummies sind mit einer zentralen axialen Bohrung versehen, welche als Führung für ein Typ B Thermoelement dient.

Es wurden jeweils zwei verschiedene Start- und Endprofile für die $^{33}\text{GaAs}$ - und ^{33}Ge -Einkristallzüchtung realisiert. Zielsetzungen der Profilauswahl ist es, möglichst verschiedene thermische Profile in der Schmelze während der Züchtung zu erzeugen. Dabei sind die maximalen Heizerleistungen, des am Institut für NE-Metallurgie und Reinststoffe vorhandenen ^{33}VGF -Ofens zu berücksichtigen. Die so ermittelten Zieltemperaturen für die einzelnen Heizzonen sind in Tabelle 5.1 zusammengefasst.

Tabelle 5.1: Solltemperaturen der ^{33}VGF -Ofenzonen zu Beginn und Ende der ^{33}Ge - und $^{33}\text{GaAs}$ -Züchtung

	Dampfdruckzone	Keimzone	Heizzone 1	Heizzone 2	Heizzone 3	Heizzone 4	Deckelzone
$^{33}\text{GaAs}$ Startprofil I	612	1220	1255	1255	1255	1255	1255
$^{33}\text{GaAs}$ Endprofil I	615	1185	1259	1259	1259	1259	1259
$^{33}\text{GaAs}$ Startprofil II	612	1198	1250	1270	1265	1265	1265
$^{33}\text{GaAs}$ Endprofil II	615	1185	1215	1237	1248	1254	1250
^{33}Ge Startprofil I	400	912	945	960	950	950	950
^{33}Ge Endprofil I	400	900	915	945	940	940	940
^{33}Ge Startprofil II	400	910	955	955	955	955	955
^{33}Ge Endprofil II	400	855	970	970	970	970	970

In den Bildern 5.1 sind die gemessenen Profile graphisch dargestellt. Der Nullpunkt der z-Achse bezieht sich auf die untere Spitze der Ampulle. Zusätzlich ist in den Bildern 5.1 der Höhenbereich der ^{33}Ge -Kristalle markiert.

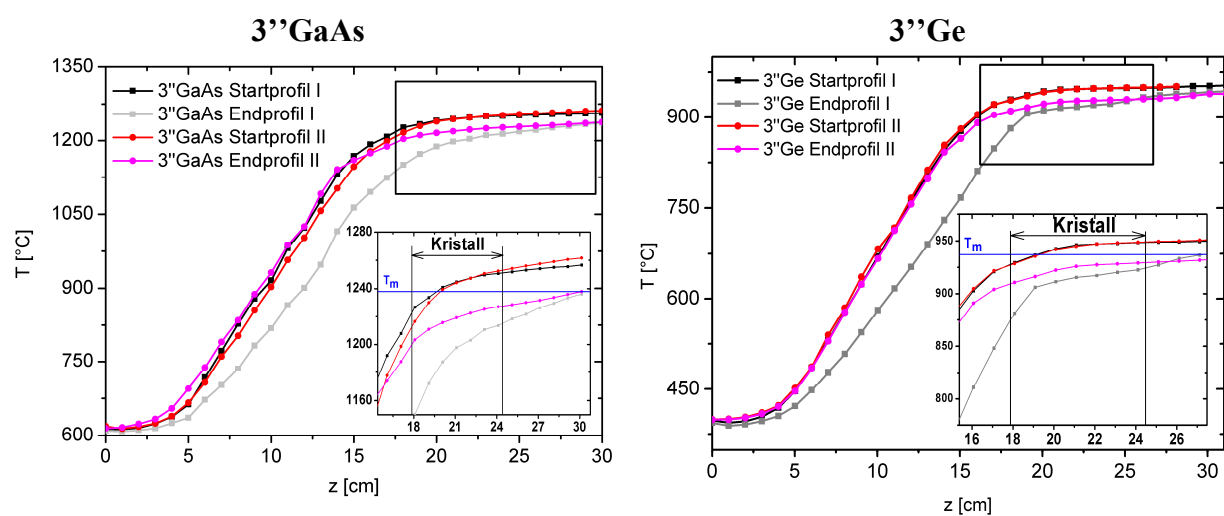


Bild 5.1: Axiale Temperaturprofile im ^{33}VGF -Ofens beim Start und beim Ende des Züchtungsprozesses von $^{33}\text{GaAs}$ -Kristallen (links) und ^{33}Ge -Kristallen (rechts). Die senkrechten Markierungen geben den Kristallbereich an.

Die Höhe der Ankeimpunkte im Kristall ergibt sich aus den gewählten Startprofilen bei beiden Temperaturfeldern bei ca. 20mm und liegt damit in der Mitte der Keime. Die Temperaturfelder unterscheiden sich aber in den axialen Temperaturgradienten an der Phasengrenze. Bei GaAs ergeben sich Temperaturgradienten an der Phasengrenze im Fall I von ca. 2.8K/cm bis ca. 0.8K/cm und im Fall II von ca. 3.8K/cm bis ca. 1.1K/cm.

Bei Ge ergeben sich im Fall I Temperaturgradienten an der Phasengrenze von ca. 3.3K/cm bis ca. 1.1K/cm und im Fall II von ca. 3.6K/cm bis ca. 2.0K/cm. Die Temperaturfelder I sind damit durch niedrigere Temperaturgradienten an der Phasengrenze gekennzeichnet.

Bei den GaAs-Kristallen ist es zusätzlich nötig einen leichten As-Überdruck (ca. 1 - 1.2bar) in der Ampulle zu realisieren, um das Ausdampfen von Arsen aus der Schmelze bzw. aus dem Kristall zu verhindern. Dies wird realisiert, indem reines Arsen in den Schnorchel der Quarzglasampulle gegeben wird und in der Dampfdruckzone des VGF-Ofens eine Temperatur zwischen 612 - 615°C eingestellt wird [WE91, FRA96].

In Bild 5.2 ist der As-Partialdruck von einer reinen Arsenquelle über die Quellentemperatur aufgetragen. Eine Quellentemperatur von 612°C entspricht 1bar Arsenpartialdruck und eine Quellentemperatur von 615°C entspricht 1.1bar Arsenpartialdruck.

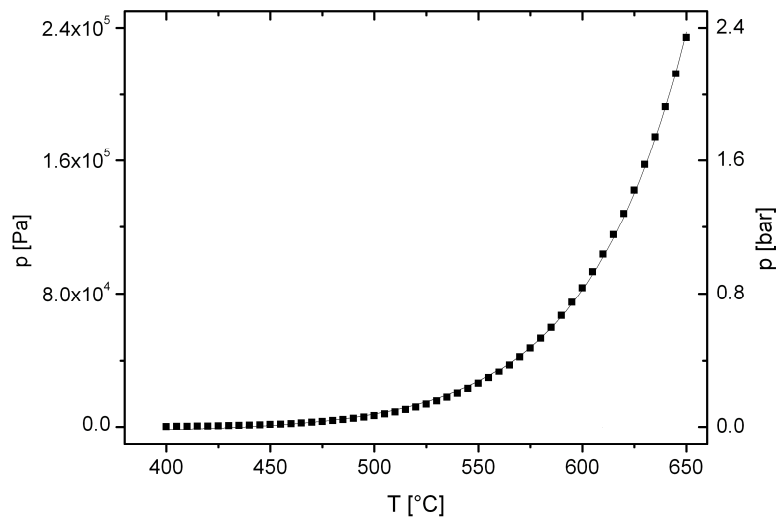


Bild 5.2: Arsendampfdruck in Abhängigkeit der Temperatur über einer reinen Arsenquelle

Die zeitlichen Verläufe der Temperaturen während des Züchtungsprozesses in den einzelnen Heizzonen sind für den Fall des Temperaturfeldes GaAs I mit zusätzlichen Markierungen der einzelnen VGF-Kristallzüchtungsschritte in der Bild 5.3 dargestellt. Analoge Verläufe ergeben sich für die anderen $3''$ Ge- und $3''$ GaAs-Temperaturfelder.

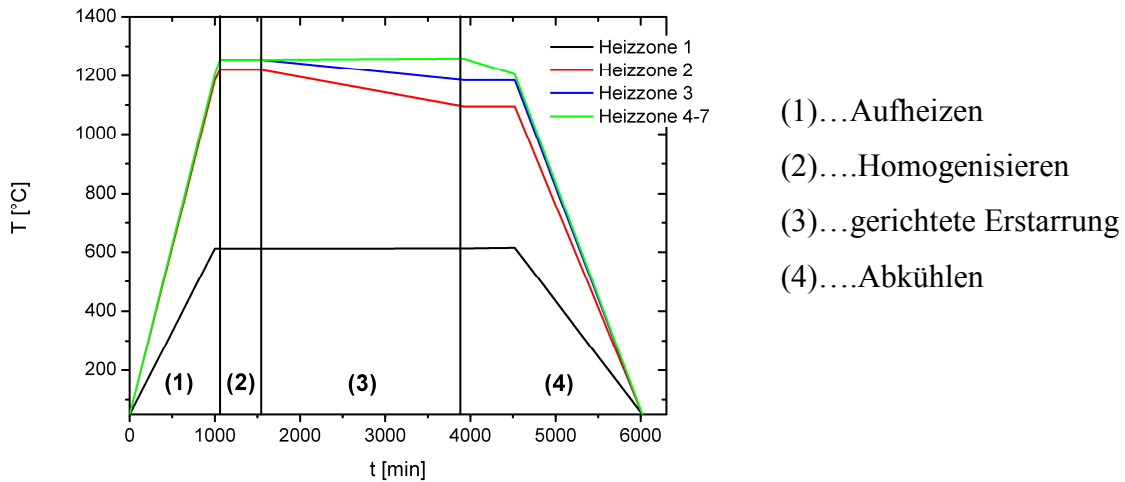


Bild 5.3: Temperaturverläufe in den Heizzonen des $3''$ Ofens über die gesamte Züchtungszeit am Beispiel von GaAs-Temperaturprofil I mit zusätzlichen Markierungen der einzelnen Zeitschritte

Das Aufheizen des Ofens erfolgt mit 70K/h bis 50K unterhalb des Startprofils. Danach wird die Aufheizgeschwindigkeit auf 50K/h verringert, so dass es nicht zum Überschwingen der Temperatur kommt. An das Aufheizen schließt sich eine achtstündige Homogenisierungsphase an. In dieser Phase soll das Ausgangsmaterial thermische homogenisiert werden und die gegebenenfalls enthaltenen Dotierstoffe sich gleichmäßig im Schmelzvolumen verteilen. Danach folgt der eigentliche Erstarrungsprozess mit der gewünschten Züchtungsrate. In der Regel wurden die Kristalle mit einer vorgegebenen Geschwindigkeit von 3mm/h gezüchtet. Bei einzelnen Experimenten wurde die Geschwindigkeit auf 9mm/h erhöht. Während der Erstarrung wird die Temperatur in der Dampfdruckzone konstant gehalten, so dass sich im Falle von GaAs der gewünschte As-Überdruck in der Ampulle einstellen kann. Die Temperatur in der Keim- und 1. Züchtungszone wird abgesenkt und in den oberen Züchtungszone leicht (in Bild 5.3 um 4K) erhöht, so dass der beabsichtigte axiale Temperaturgradient erhalten bleibt. Danach schließt sich die Abkühlung des Kristalls an. Ab einer Temperatur von 50K unterhalb des Endprofils wird der Ofen mit 70K/h bis auf Raumtemperatur abgekühlt.

5.1.2 Ergebnisse der numerischen Simulationen

Für eine systematische Untersuchung des Einflusses eines abwärts gerichteten TMF's auf die Eigenschaften der gezüchteten 3''Ge- und 3''GaAs-Kristalle wurde mit Hilfe von numerischen Simulationen der Einfluss der magnetischen Kraftzahl des TMF's auf den thermischen Stress bzw. auf die Durchbiegung der Phasengrenze simuliert:

- in Abhängigkeit der erstarrten Fraktion (vgl. Bild 5.4)
- in Abhängigkeit der Wachstumsgeschwindigkeit für eine exemplarisch ausgewählte feste erstarrte Fraktion (vgl. Bild 5.5 und Bild 5.6)

Sowohl der thermische Stress als auch die Durchbiegung der Phasengrenze lassen sich durch eine Optimierung der Schmelzströmung mittels einer TMF down induzierter Strömung beeinflussen. Ziel ist dabei, die Magnetfeldparameter so zu optimieren, dass die beiden untersuchten Größen bei gegebenen thermischen Bedingungen minimal werden.

Thermische Spannungen (v.Mises Stress) entstehen durch radiale Temperaturgradienten in der Schmelze vor der Phasengrenze. Sie können theoretisch Null werden, wenn das Temperaturfeld in der Schmelze radial homogen ist. Die Durchbiegung der Phasengrenze entsteht ebenfalls durch radiale Temperaturgradienten in der Schmelze vor der Phasengrenze und ist damit auch ein Kriterium für das v.Mises Stresslevel im Kristall. Im Gegensatz zum v.Mises Stress lässt sich aber die Durchbiegung der Phasengrenze an speziell präparierten Kristalllängsscheiben (Präparationsvorschrift siehe Kapitel 3.4) einfach mittels lichtmikroskopischer Untersuchungen bestimmen.

Einfluss des Magnetfeldes auf den thermischen Stress bzw. die Durchbiegung der Phasengrenze

Zur Bestimmung des thermischen Stressniveaus wurde der v.Mises Stress entlang der Phasengrenze gemittelt. Generell sind das thermische Stresslevel und die Durchbiegung der Phasengrenze für GaAs-Kristalle, bei vergleichbaren thermischen Bedingungen, eine Größenordnung höher als bei Ge-Kristallen. Dies resultiert aus den unterschiedlichen Materialparametern. Die Wärmeleitfähigkeit von festen Galliumarsenid ($\lambda_1 = 7.12\text{W/mK}$) ist schlechter als bei Germanium ($\lambda_1 = 18\text{W/mK}$), dadurch kann die bei der Kristallisation frei werdende latente Wärme nicht so effektiv über den wachsenden Kristall abgeführt werden. Dies wiederum resultiert in einem höheren radialen Temperaturgradienten vor der Phasengrenze und damit in einem höheren Stresslevel.

In Bild 5.4 ist die Abhängigkeit des v.Mises Stress und der Durchbiegung der Phasengrenze von der magnetischen Kraftzahl eines abwärts gerichteten TMF's für 3''GaAs und 3''Ge für ein festes Temperaturfeld und einer festen Züchtungsgeschwindigkeit von $v = 3\text{mm/h}$ bei zwei verschiedenen erstarrten Fraktionen ($g = 0.7$ und $g = 0.8$) gezeigt. Die Grashofzahl beschreibt das thermische Feld bei $F = 0$ an der Phasengrenze.

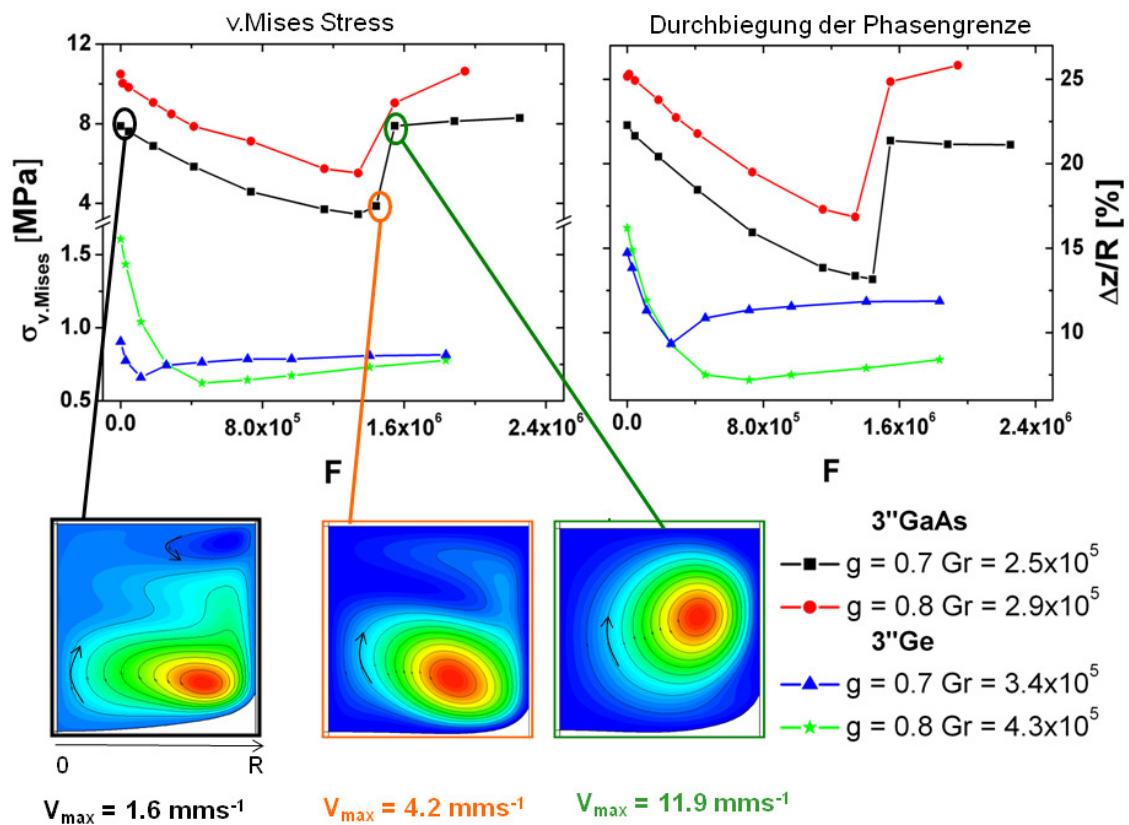


Bild 5.4: Numerische Simulation des mittleren v. Mises Stress entlang der Phasengrenze (links) und die Durchbiegung der Phasengrenze (rechts) für 3''Ge- und 3''GaAs-Kristalle in Abhängigkeit der erstarrten Fraktion und magnetischen Kraftzahl eines TMF down's. Im unteren Teil des Bildes sind zusätzlich typische Strömungsmuster für verschiedene Parameterfälle aufgezeigt.

Bei den beiden untersuchten Materialien lässt sich aber unabhängig vom erstarrten Anteil eine Verschlechterung des Stresslevels bzw. der Durchbiegung der Phasengrenze für hohe magnetische Kraftzahlen nachweisen, d.h. ein abwärts gerichtetes Magnetfeld führt nicht in jeden Fall zu einer Senkung des mittleren v.Mises Stress und zu einer Verminderung der Durchbiegung der Phasengrenze.

In der Tabelle 5.2 sind exemplarisch verschiedene Beispielwerte für das thermische Stressniveau und die Durchbiegung der Phasengrenze im Falle von Galliumarsenid und Germanium zusammengefasst.

Tabelle 5.2: Zusammenfassung des Einflusses eines TMF down's auf den v.Mises Stress und die Durchbiegung der Phasengrenze bei $3''\text{GaAs}$ - und $3''\text{Ge}$ -Kristallen

g	$3''\text{GaAs}$			$3''\text{Ge}$		
	F	$\sigma_{v.Mises}$ [MPa]	$\Delta z/R$ [%]	F	$\sigma_{v.Mises}$ [MPa]	$\Delta z/R$ [%]
0.7	1.4×10^6	3.45	13.4	0.52×10^6	0.74	9.3
	1.5×10^6	8.28	21.1	0.71×10^6	0.78	11.3
0.8	1.3×10^6	5.74	17.3	0.46×10^6	0.62	7.5
	1.5×10^6	10.61	25.8	1.8×10^6	0.78	8.4

Der deutliche Anstieg des Stresslevels (ca. Verdopplung des Wertes) und die Erhöhung der Durchbiegung der Phasengrenze bei GaAs-Kristallen (vgl. Tabelle 5.2) sind direkt mit einer Änderung des Strömungsmusters in der Schmelze (vgl. Bild 5.4) verbunden. Solange noch der Einfluss des thermischen Auftriebes auf die Gesamtströmung nachweisbar ist, hat er einen dämpfenden Einfluss, welcher ebenfalls in den Modellexperimenten zur kombinierten VGF-/TMF-Strömung (Kapitel 4) nachgewiesen wurde. Die Änderungen der Strömungsstruktur von einer reinen VGF-Auftriebsströmung hin zu einer reinen TMF induzierten Schmelzströmung erfolgt kontinuierlich über einen größeren magnetischen Kraftzahlbereich. In diesem Änderungsbereich steigt die maximale Strömungsgeschwindigkeit mit steigender magnetischer Kraftzahl nur moderat an und der mittlere v.Mises Stress bzw. die Durchbiegung der Phasengrenze sinkt mit steigender magnetischer Kraftzahl. Wenn die TMF induzierte Strömung die Gesamtströmung komplett dominiert, steigt die Strömungsgeschwindigkeit signifikant an und eine weitere Erhöhung der magnetischen Kraftzahl führt zu einer Verschlechterung des v.Mises Stress bzw. der Durchbiegung der Phasengrenze. Die Phasengrenze wird w-förmig, mit einer starken konvexen Durchbiegung im Zentrum und einer stark konkaven Durchbiegung am Tiegelrand. Eine w-förmige Phasengrenze ist in der Kristallzüchtung unerwünscht, da sich die Kristalleigenschaften z.B. Versetzungsdichte [SE01, SHI93] dadurch verschlechtern.

Die entsprechenden maximalen Strömungsgeschwindigkeiten, thermischen Spannungen und Durchbiegungen der Phasengrenze sind für das Beispiel ${}^3\text{GaAs}$ $g = 0.7$ in Tabelle 5.3 zusammengefasst.

Tabelle 5.3: Zusammenfassung des Einflusses eines TMF down's auf den v.Mises Stress, die Durchbiegung der Phasengrenze und die maximale Strömungsgeschwindigkeit bei ${}^3\text{GaAs}$ bei einer festen erstarrten Fraktion von $g = 0.7$

F	v_{\max} [mm/s]	$\sigma_{v.Mises}$ [MPa]	$\Delta z/R$ [%]
0	1.6	7.88	22.3
1.4×10^6	4.2	3.44	13.1
1.5×10^6	11.9	7.93	21.4

In Germaniumkristallen ist dieser Effekt der Verschlechterung des v.Mises Stress bzw. der Durchbiegung der Phasengrenze bei hohen magnetischen Kraftzahlen nicht so stark ausgeprägt (vgl. Tabelle 5.2). Der Einfluss der Schmelzströmung auf das Temperaturfeld ist bei Germanium kleiner als bei Galliumarsenid. Bei hohen Magnetfeldstärken bleibt die Phasengrenze konkav bzw. wird nur geringförmig w-förmig und dadurch steigt der thermische Stress im Kristall nicht so stark an.

Zusammenfassend kann man sagen, dass der Einsatz eines TMF down's nicht automatisch zu einer Reduktion der Durchbiegung der Phasengrenze bzw. zu einer Verminderung des v.Mises Stress führt. Es gibt eine maximale magnetische Kraftzahl, bis zu der die gewünschte Reduktion eintritt. Der konkrete Wert der magnetischen Kraftzahl hängt von dem zu züchtenden Material und dem gewählten thermischen Feld ab. Des Weiteren ist der Einfluss eine TMF induzierten Schmelzströmung auf die thermischen Spannungen bei dem gewählten Temperaturfeld und Züchtungsgeschwindigkeit auf Grund der Materialeigenschaften bei Galliumarsenid höher als bei Germanium.

Einfluss des Magnetfeldes bei unterschiedlichen Wachstumsgeschwindigkeiten auf den thermischen Stress bzw. die Durchbiegung der Phasengrenze

Neben dem Einfluss der Stärke der magnetischen Induktion eines TMF down's bei einem festen Temperaturfeld und einer festen Züchtungsgeschwindigkeit auf den thermischen Stress bzw. auf die Durchbiegung der Phasengrenze wurde auch der Einfluss eines TMF down's bei verschiedenen Wachstumsgeschwindigkeiten auf die genannten Größen untersucht.

Dazu wurde die Wachstumsgeschwindigkeit sukzessive von 3mm/h auf 6mm/h im Falle von ${}^3\text{''GaAs}$ -Kristallen bzw. bis auf 9mm/h im Falle von ${}^3\text{''Ge}$ -Kristallen erhöht. Die Ergebnisse werden beispielhaft für eine feste erstarrte Fraktion von $g = 0.7$ gezeigt.

In Bild 5.5 ist der Einfluss von fünf verschiedenen Erstarrungsgeschwindigkeiten in Abhängigkeit der magnetischen Kraftzahl eines TMF down's auf den thermischen Stress (links) und die Durchbiegung der Phasengrenze (rechts) für ${}^3\text{''GaAs}$ -Kristalle gezeigt. Der untersuchte Bereich der magnetischen Kraftzahl erstreckt sich über den für das am Institut für NE-Metallurgie und Reinstoffe vorhandene TMF-/DC-Spulensystem relevanten Bereich. Die Grashofzahl beschreibt das thermische Feld bei $F = 0$ an der Phasengrenze.

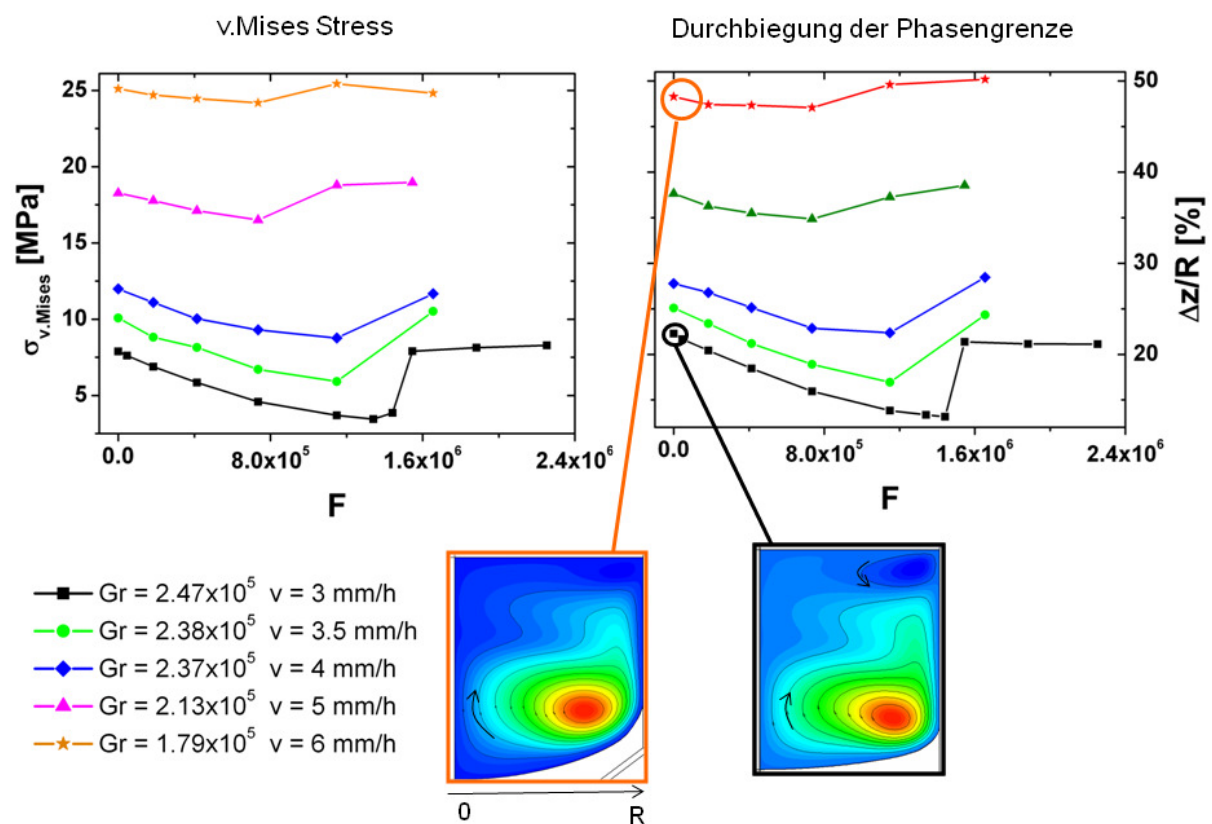


Bild 5.5: Numerische Simulation des mittleren v. Mises Stress entlang der Phasengrenze (links) und die Durchbiegung der Phasengrenze (rechts) in Abhängigkeit der magnetischen Kraftzahl für verschiedene Züchtungsgeschwindigkeit von ${}^3\text{''GaAs}$ -Kristallen bei einer festen erstarrten Fraktion von $g = 0.7$. Im unteren Teil des Bildes sind typische Strömungsmuster für verschiedene Parameterfälle aufgezeigt.

Wie erwartet steigt der mittlere v. Mises Stress mit wachsender Züchtungsgeschwindigkeit für den Referenzfall ($F = 0$) systematisch an. Da die bei der Kristallisation frei werdende latente Wärme kann in der kürzeren Erstarrungszeit nicht mehr vollständig über den Kristall abgeführt werden. Dadurch erhöht sich der radiale Temperaturgradient in der Schmelze vor der Phasengrenze und die Durchbiegung der Phasengrenze steigt ebenfalls an.

Die entsprechenden Werte sind in Tabelle 5.4 zusammengefasst.

Tabelle 5.4: Zusammenfassung des Einflusses eines TMF down's auf den v.Mises Stress und die Durchbiegung der Phasengrenze bei 3''GaAs bei einer festen erstarrten Fraktion von $g = 0.7$ in Abhängigkeit der Erstarrungsgeschwindigkeit

v [mm/s]	F	$\sigma_{v.Mises}$ [MPa]	$\Delta z/R$ [%]
3	0	7.88	22.3
	1.3×10^6	3.4	13.4
3.5	0	10	25.1
	1.1×10^6	5.9	16.9
4	0	11.9	27.8
	1.1×10^6	8.8	22.4
5	0	18.3	37.6
	0.72×10^6	16.5	34.8
6	0	25.1	48.3
	0.72×10^6	24.5	47.3

Des Weiteren ändert sich auch die Strömungsstruktur der VGF-Auftriebsströmung. Der obere VGF-Strömungswirbel (der Wirbel vor der Schmelzoberfläche) ist bei der Züchtungsgeschwindigkeit von 9mm/h bereits beim Referenzfall nicht mehr nachweisbar (vgl. Bild 5.5). Der untere Strömungswirbel (der Wirbel vor der Phasengrenze) dominiert die gesamte VGF-Auftriebsströmung und erstreckt sich über das ganze Schmelzvolumen. In diesem Fall kann durch die Verwendung eines TMF down's, bis zu einer magnetischen Kraftzahl von $F = 7.4 \times 10^6$, keine Verringerung des Stressniveaus und damit der Durchbiegung der Phasengrenze erreicht werden. Die VGF-Strömung dominiert in dem untersuchten magnetischen Kraftzahlbereich die Gesamtschmelzströmung. Die Stärke der induzierten TMF-Strömung ist zu gering, um die VGF-Strömung komplett zu kompensieren und damit das thermische Feld zu optimieren. Dadurch kann das thermische Stressniveau und die Durchbiegung der Phasengrenze nicht deutlich gesenkt werden (vgl. Tabelle 5.4). Bei niedrigeren Züchtungsgeschwindigkeiten lässt sich das Stressniveau durch den Einsatz eines optimalen TMF down's noch um den Faktor 1.7 ($v = 3.5 \text{ mm/h}$) bzw. 1.4 ($v = 4 \text{ mm/h}$) senken. Ebenso sinkt die Durchbiegung der Phasengrenze bei einem optimalen TMF down um 10% ($v = 3 \text{ mm/h}$) bis hin zu 5% ($v = 4 \text{ mm/h}$). Die TMF-induzierte Strömung dominiert die Gesamtschmelzströmung und transportiert die warme Schmelze von der Phasengrenze weg und senkt dadurch den radialen Temperaturgradienten vor der Phasengrenze bei einer Züchtungsgeschwindigkeit von

$v = 3\text{mm/h}$ z.B. von $\Delta T_{\text{rad}} = 0.55\text{ K/cm}$ auf 0.02K/cm bei $F = 5.97 \times 10^6$ deutlich. Dies resultiert in einer Reduzierung des thermischen Stresses (vgl. Tabelle 5.4).

In Bild 5.6 ist der Einfluss von drei verschiedenen Wachstumsgeschwindigkeiten auf den v .Mises Stress bzw. auf die Durchbiegung der Phasengrenze für ${}^{73}\text{Ge}$ -Kristalle für eine feste erstarrte Fraktion von $g = 0.7$ gezeigt. Die Grashofzahl beschreibt das thermische Feld bei $F = 0$ an der Phasengrenze.

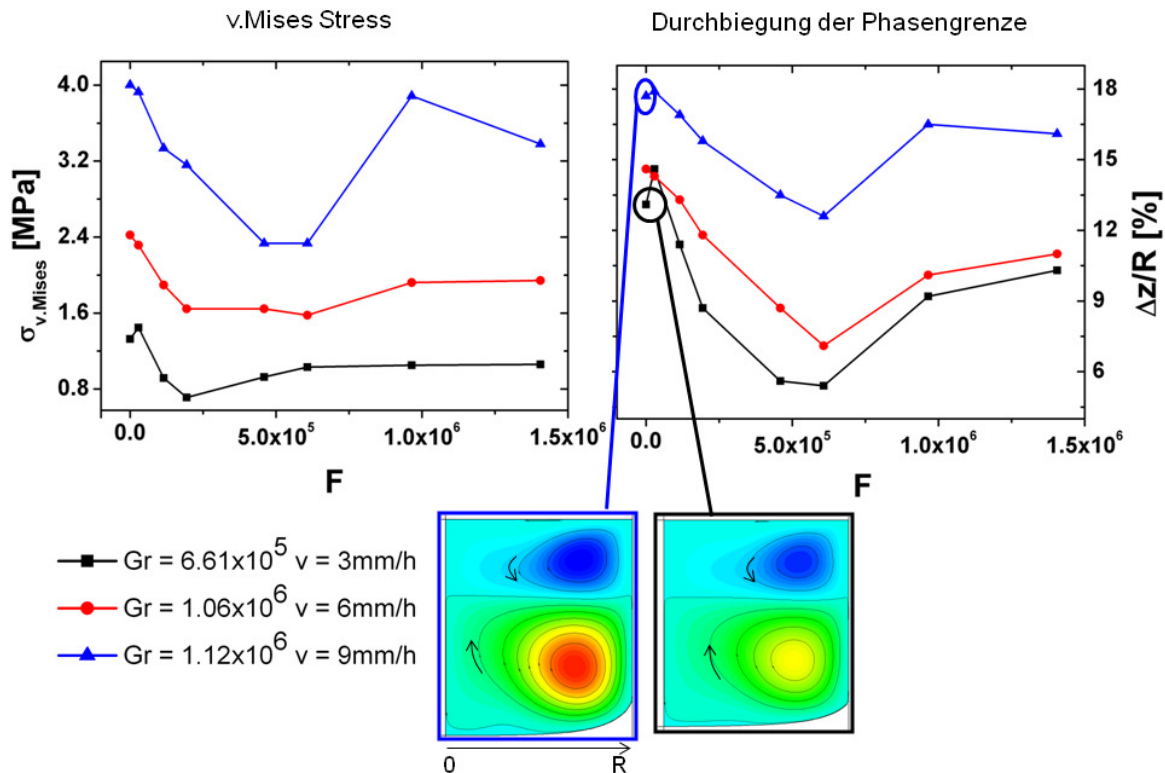


Bild 5.6: Numerische Simulation des mittleren v . Mises Stress entlang der Phasengrenze (links) und die Durchbiegung der Phasengrenze (rechts) in Abhängigkeit der magnetischen Kraftzahl für verschiedene Züchtungsgeschwindigkeit von ${}^{73}\text{Ge}$ -Kristallen bei einer festen erstarrten Fraktion von $g = 0.7$. Im unteren Teil des Bildes sind typische Strömungsmuster für verschiedene Parameterfälle aufgezeigt.

Wie erwartet, steigt der mittlere v .Mises Stress mit wachsender Züchtungsgeschwindigkeit ebenfalls für den Referenzfall ($F = 0$) systematisch an. Das Gleiche gilt für die Durchbiegung der Phasengrenze, welche sich systematisch erhöht. Die Steigerungen sind aber weniger stark ausgeprägt als bei Galliumarsenid. Da auf Grund der höheren Wärmeleitfähigkeit von Germanium und der geringeren Menge an freiwerdender latenter Wärme von Germanium, jeweils im Vergleich zu Galliumarsenid, die Wärme auch bei den hohen Züchtungsgeschwindigkeiten effektiv über den Kristall abgeführt werden kann.

Die entsprechenden Werte für die Durchbiegung der Phasengrenze und den v.Mises Stress in Abhängigkeit der Züchtungsgeschwindigkeit sind in Tabelle 5.5 zusammengefasst.

Tabelle 5.5: Zusammenfassung des Einflusses eines TMF down's auf den v.Mises Stress und die Durchbiegung der Phasengrenze bei ${}^3\text{Ge}$ bei einer festen erstarrten Fraktion von $g = 0.7$ in Abhängigkeit der Erstarrungsgeschwindigkeit

v [mm/s]	F	$\sigma_{v.Mises}$ [MPa]	$\Delta z/R$ [%]
3	0	1.3	13.1
	2.0×10^5	0.7	8.7
6	0	2.4	14.6
	6.1×10^5	1.57	7.1
9	0	4.0	17.1
	6.1×10^5	2.33	12.6

Im Gegensatz zu den GaAs-Simulationen bleiben beide gegenläufig rotierendem VGF-Strömungswirbel unabhängig von der Züchtungsgeschwindigkeit (vgl. Bild 5.6) erhalten. Es kann in allen untersuchten Fällen durch die Verwendung eines TMF down bis zu einer magnetischen Kraftzahl von $F = 1 \times 10^7$ eine Verringerung des thermischen Stressniveaus im Kristall erreicht werden. Das bedeutet, dass sowohl die Durchbiegung der Phasengrenze als auch der v.Mises Stress verringert wird (vgl. Tabelle 5.5). Die TMF down induzierte Schmelzströmung resultiert damit in einer effektiven Verbesserung des thermischen Feldes. Dies spiegelt sich im Wert des radialen Temperaturgradienten in der Schmelze vor der Phasengrenze wieder. Er wird um ca. den Faktor 4 unabhängig von der Züchtungsgeschwindigkeit gesenkt.

Zusammenfassend wird deutlich, dass bei einer Erhöhung der Züchtungsgeschwindigkeit auf $v > 4\text{mm/h}$ im Falle von Galliumarsenid keine signifikante Reduktion der Durchbiegung der Phasengrenze bzw. des v.Mises Stress durch eine TMF induzierte Strömung bis zu einer magnetischen Kraftzahl von $F = 7.4 \times 10^6$ erreicht werden kann. Im Gegensatz dazu ist es bei Germanium bei allen untersuchten Fällen möglich.

5.1.3 Experimentelle Züchtungsergebnisse

Die mit Hilfe numerischen Simulationen aufgezeigten Einsatzgrenzen eines TMF down's zur Verringerung der Durchbiegung der Phasengrenze werden auch beispielhaft in Züchtungsversuchen nachvollzogen. Es wurden 3''dotierte GaAs:Si- ($c_0 = 5 \times 10^{19} \text{cm}^{-3}$) und 3''dotierte Ge:Ga-Kristalle ($c_0 = 1 \times 10^{19} \text{cm}^{-3}$) mit folgenden Versuchsbedingungen gezüchtet:

- zwei unterschiedliche Start- und Endprofile (vgl. Tabelle 5.1) und eine feste Züchtungsgeschwindigkeit von 3mm/h
- eine festes Start- und Endprofil (Profile I in Tabelle 5.1) und zwei verschiedene Züchtungsgeschwindigkeiten ($v = 3 \text{mm/h}$ und $v = 9 \text{mm/h}$)

Die Variation der Züchtungsgeschwindigkeit bei identischen Start- und Endprofilen erfolgte über eine Anpassung der Zeitdauer des Züchtungsschrittes „gerichtete Erstarrung“.

Für die verschiedenen Start- und Endprofile bzw. Züchtungsgeschwindigkeiten wurde jeweils ein Referenzkristall ohne Magnetfeldeinfluss gezüchtet. Die Kristalle mit Magnetfeldeinfluss wurden unter dem Einfluss eines abwärts gerichteten TMF's gezüchtet. Für Germanium wurde bei allen Experimenten eine feste TMF-Frequenz von 50Hz und bei Galliumarsenid von 220 Hz gewählt, so dass sich für Ge ein Shieldingfaktor von $S = 1$ und für GaAs $S = 2$ ergibt. Die optimale Magnetfeldstärke wurde an Hand der numerischen CrysMAS-Simulationen bestimmt.

Für die 3''GaAs-Züchtungsexperimente mit dem Start- und Endprofil I bzw. II und einer Züchtungsgeschwindigkeit von 3mm/h wurde überprüft, ob die theoretisch bei dem Heizertemperatur-Zeit-Profil vorgegebene Abkühlgeschwindigkeit von 3mm/h auch als Züchtungsgeschwindigkeit im Experiment erreicht wird. An Hand von Längsscheiben mit gezielt erzeugten Striations¹⁹ konnte im Zylinderbereich der Kristalle eine Züchtungsgeschwindigkeit von 2mm/h bis 3mm/h nachgewiesen werden und im Keim- und Konusbereich eine höhere Geschwindigkeit von 5mm/h bis 6mm/h. Da die Auswertung der Kristalleigenschaften im Zylinderbereich erfolgt, kann man davon ausgehen, dass die vorgegebene Abkühlgeschwindigkeit auch der praktisch erreichten Züchtungsgeschwindigkeit entspricht.

¹⁹ Die Phasengrenze wurden in definierten zeitlichen Abständen gezielt markiert, d.h. bei Kristallen, welche unter Magnetfeldeinfluss gezüchtet wurden, wurde das Magnetfeld für 15min ausgeschaltet bzw. bei den Referenzkristallen für 15min eingeschaltet. Es wurde jeweils die Durchbiegung der als erstes erzeugten Striations ausgewertet.

Einfluss des Magnetfeldes auf die Durchbiegung der Phasengrenze bei einer festen Züchtungsgeschwindigkeit

Es wurden ${}^{3''}\text{Ge}$ - und ${}^{3''}\text{GaAs}$ – Kristalle mit einer festen Züchtungsgeschwindigkeit von $v = 3\text{mm/h}$ und unter dem Einfluss der beiden verschiedenen Start- und Endprofile I und II gezüchtet. An Hand der künstlich erzeugten Striations konnte mikroskopisch die Durchbiegung der Phasengrenze für verschiedene erstarrte Fraktionen g bestimmt werden.

Bei den ${}^{3''}\text{GaAs}$ -Referenzkristallen weisen die Kristalle, welche mit Hilfe des Start- und Endprofils II gezüchtet wurden, unabhängig von der erstarrten Fraktion höhere Durchbiegungen der Phasengrenze (im Mittel 30%) im Vergleich zu den Kristallen, welche mit den Start- und Endprofilen I (im Mittel 18%) gezüchtet wurden, auf. Dies resultiert aus den während der Erstarrung auftretenden thermischen Gradienten, welche bei den Start- und Endprofilen II größer sind als bei den Start- und Endprofilen I. Im Falle der Start- und Endprofile I kann die Durchbiegung der Phasengrenze durch den Einsatz eines TMF down's um ca. 3% verringert werden. Im Gegensatz dazu wird im Falle der Start- und Endprofile II durch den Einsatz des TMF down's die Durchbiegung der Phasengrenze um ca. 9% verschlechtert. Beide Kombinationen von Temperaturprofilen weisen eine unterschiedliche Strömungsstruktur bei der VGF-Auftriebsströmung auf. In Bild 5.7 sind daher exemplarisch die numerisch berechneten Strömungsfunktionen für GaAs für eine feste erstarrte Fraktion von $g = 0.6$ und einer magnetischen Induktion von $F = 1.2 \times 10^6$ dargestellt.

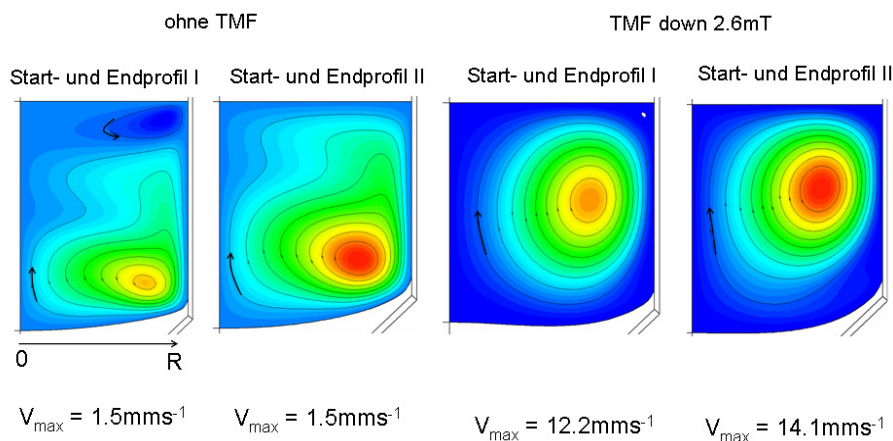


Bild 5.7: Numerische Simulationen der Strömungsfunktion für ${}^{3''}\text{GaAs}$ bei einer festen erstarrten Fraktion von $g = 0.6$ und einer festen magnetischen Induktion von $F = 1.2 \times 10^6$ unter dem Einfluss der beiden verschiedenen Temperaturfelder

Bei den beiden Referenzfällen beobachtet man bei den Start- und Endprofilen I die beiden typischen gegenläufig rotierenden VGF-Auftriebswirbel. Bei den Start- und Endprofilen II er-

streckt sich der untere Wirbel über den gesamten Schmelzbereich, was analog zu den Züchtungsexperimenten in einer Erhöhung der Durchbiegung der Phasengrenze resultiert. Bei der Überlagerung der VGF-Auftriebsströmung mit der TMF induzierte Schmelzströmung bildet sich bei beiden Start- und Endprofilen eine magnetfeldinduzierte Strömung aus, welche aus einem Strömungswirbel besteht. Im Falle der Start- und Endprofile II bildet sich eine stark konkav gekrümmte Phasengrenze aus, wie sie auch in den Züchtungsexperimenten nachgewiesen wurde. Die experimentell ermittelten Werte für die Durchbiegungen der Phasengrenze sind in Tabelle 5.6 zusammengefasst. Vergleichend dazu sind in die gleiche Tabelle CrysMAS- Simulationsergebnisse eingetragen.

Tabelle 5.6: Durchbiegung der Phasengrenze von $^{33}\text{GaAs}$ -Kristallen ($v = 3\text{mm/h}$) in Abhängigkeit des thermischen Feldes, der erstarrten Fraktion und der Stärke des TMF's; grün sind die experimentell und orange die numerisch erhaltenen Ergebnisse hinterlegt

Start- u. Endprofil	TMF	Experiment		CrysMAS		F TMF down	Experiment		CrysMAS	
		g	$\Delta z / R$	g	$\Delta z / R$		g	$\Delta z / R$	g	$\Delta z / R$
$^{33}\text{GaAs:Si}$, $v = 3\text{mm/h}$										
I	ohne	0.41	19.7 %	-		1.2×10^6	0.46	12 %	-	
		0.51	16.9 %	0.5	10.4%		0.49	15 %	0.5	14.1%
		0.64	16.8 %	0.6	17.6%		0.7	12 %	0.7	13.1%
II	ohne	0.4	30 %	-		1.1×10^6	0.44	39 %	-	
		0.5	27.3 %	0.5	23.3%		0.57	38 %	0.6	30.1%
		0.66	31 %	0.65	30.3%		0.65	41 %	0.65	33.3%

Qualitativ stimmen die experimentellen und numerischen Ergebnisse überein. Quantitativ treten Abweichungen auf. Diese Abweichungen können aus Fehlern bei den Simulationen und Messungenauigkeiten bei der experimentellen Bestimmung der Durchbiegung der Phasengrenze resultieren. In den Simulationen wird von perfekten Züchtungsbedingungen ausgegangen. Es werden keine Alterungseffekte bei dem Züchtungssofen bzw. den Ofeneinbauten berücksichtigt, die Regelung des Temperatur- und Magnetfeldes wird als fehlerlos betrachtet und die Züchtungstiegel nutzen sich nicht ab. Dies ist bei realen Züchtungen nicht unbedingt gegeben. Die pBn-Tiegel nutzen sich ungleichmäßig bei jedem Züchtungsversuch ab. Es ist aus finanziellen Gründen aber nicht möglich bei jeder Züchtung einen neuen Tiegel einzusetzen. In [SCHE08] wurde der Einfluss einer leicht varrierenden Tiegeldicken auf die Durchbiegung der Phasengrenze und den thermischen Stress untersucht. Des Weiteren sind sämtliche verwendete Materialdaten aus der Literatur entnommen und gegebenenfalls nur als Schätzdaten verfügbar. Ebenfalls in [SCHE08] wurde der Einfluss leicht varrierender Materialdaten auf die Simulationsergebnisse untersucht.

Die Durchbiegung der Phasengrenze bei den $3''$ Germaniumkristallen ist auf Grund der Materialeigenschaften prinzipiell kleiner als bei den Galliumarsenidkristallen. Germanium weist eine höhere Wärmeleitfähigkeit der festen Phase eine niedrigere latente Wärme und einen besseren Wärmetransport in der Schmelze auf. Die experimentell ermittelten Werte für die Durchbiegungen der Phasengrenze sind in Tabelle 5.7 zusammengefasst. Vergleichend dazu sind in die gleiche Tabelle CrysMAS- Simulationsergebnisse eingetragen.

Tabelle 5.7: Durchbiegung der Phasengrenze von $3''$ Ge-Kristallen ($v = 3\text{mm/h}$) in Abhängigkeit des thermischen Feldes, der erstarrten Fraktion und der Stärke des TMF's; grün sind die experimentell und orange die numerisch erhaltenen Ergebnisse hinterlegt

		Experiment		CrysMAS		F	Experiment		CrysMAS	
Start- u. Endprofil	TMF	g	$\Delta z / R$	g	$\Delta z / R$	TMF down	g	$\Delta z / R$	g	$\Delta z / R$
$3''\text{Ge:Ga}$, $v = 3\text{mm/h}$										
I	ohne	0.47	3 %	0.5	3.6%	9.6×10^5	0.45	1.8 %	-	
		0.59	10 %	0.6	9.3%		0.55	3.5 %	0.6	3.7%
		0.8	5.6 %	0.8	9.9%		0.76	4.5 %	0.8	3.5%
II	ohne	0.59	9.9 %	0.6	10%	1.1×10^5	0.6	8.9 %	0.6	6.6%
		0.78	6.5 %	0.8	6.2%	4.6×10^5	0.8	7.1 %	0.8	7.5%

Bei den beiden Ge-Referenzkristallen sind die thermischen Gradienten der beiden Start- und Endprofile ähnlich, so dass auch keine signifikanten Unterschiede in der Durchbiegung der Phasengrenze festgestellt werden können. Die Maximalwerte der Durchbiegung betragen jeweils rund 10%. Im Falle der Start- und Endprofile I ist es möglich, durch den Einsatz eines abwärts gerichteten TMF's die Durchbiegung der Phasengrenze zu senken. Im Gegensatz dazu wird im Falle der Start- und Endprofilen II die Durchbiegung der Phasengrenze durch den Einsatz eines TMF down's nur geringfügig beeinflusst (vgl. Tabelle 5.8). Das Temperaturfeld in der Schmelze, was sich aus den gewählten Start- und Endprofilen II bei einer Züchtungsgeschwindigkeit von 3mm/h ergibt, ist offensichtlich schon bezüglich des thermischen Stresses im Kristall relativ optimal. Die thermischen Gradienten sind so minimal, dass durch den Einsatz einer TMF induzierte Schmelzströmung keine wesentliche Verbesserung mehr erzielt werden kann. Dieser Effekt ist unabhängig von der magnetischen Induktion bis zu einer Höhe von $F = 18.4 \times 10^5$ nachweisbar. In der Tabelle 5.8 sind numerische Simulationen zum Einfluss der magnetischen Induktion bei einer festen erstarrten Fraktion von $g = 0.8$ im Falle des Start- und Endprofile II zusammengefasst.

Tabelle 5.8: Numerische Simulationen zur Durchbiegung der Phasengrenze für Germanium bei einer festen erstarrten Fraktion von $g = 0.8$ und Start- und Endprofile II

F	$\Delta z/R$ [%]
0	6.2
2.5×10^5	9.3
4.6×10^5	7.5
7.2×10^5	7.2
9.6×10^5	7.5
14.1×10^5	7.9
18.4×10^5	8.4

Insgesamt kann mit Hilfe der Züchtungsversuche und numerischen Untersuchungen gezeigt werden, dass der Einsatz eines abwärts gerichteten TMF's zur Beeinflussung der Schmelzkonvektion nicht automatisch in einer niedrigeren Durchbiegung der Phasengrenze resultiert. Je nach gewähltem Temperaturfeld ergeben sich in Abhängigkeit der Materialparameter unterschiedliche Beeinflussungen der Durchbiegung der Phasengrenze. Bei den $3''$ GaAs-Kristallen erniedrigt die TMF induzierte Strömung die Durchbiegung der Phasengrenze im Falle der Start- und Endprofile I signifikant und im Falle der Start- und Endprofile II kommt es sogar zu einer leichten Erhöhung der Durchbiegung der Phasengrenze. Bei den $3''$ Ge-Kristallen tritt im Falle der Start- und Endprofile I der gleiche Effekt, wie bei den Galliumarsenidkristallen auf und im Falle der Start- und Endprofile II hat die TMF induzierte Strömung keinen deutlichen Einfluss auf die Durchbiegung der Phasengrenze, da das thermische Feld schon durch ein niedriges thermisches Stressniveau gekennzeichnet ist.

Einfluss des Magnetfeldes auf die Durchbiegung der Phasengrenze bei unterschiedlichen Züchtungsgeschwindigkeiten

Als weitere Einflussgröße auf die Durchbiegung der Phasengrenze wurde die Erhöhung der Züchtungsgeschwindigkeit auf $v = 9\text{mm/h}$ bei festen Start- und Endprofile I und festen TMF-Parametern ($f = 50\text{Hz}$ und $F_{\text{down}} = 9.6 \times 10^5$) für $3''$ Ga:Ge-Kristalle untersucht. Es wurden die Start- und Endprofile I gewählt, da bei den Start- und Endprofilen II keine signifikante Verbesserung der Durchbiegung der Phasengrenze durch den TMF-Einsatz nachgewiesen werden konnte. Neben den Kristallen mit TMF-Einfluss wurden auch Referenzkristalle ohne TMF-Einfluss gezüchtet.

Generell ist die Durchbiegung der Phasengrenze bei den Kristallen, welche mit einer Züchtungsgeschwindigkeit von 9mm/h erstarrt wurden, höher als bei den Kristallen, welche mit einer Züchtungsgeschwindigkeit von 3mm/h erstarrt wurden. Dies wird hervorgerufen durch die in der gleichen Zeit größeren Menge frei werdender latenter Wärme. Durch den Einsatz eines abwärts gerichteten TMF's ist es aber in beiden Fällen möglich, die Durchbiegung der Phasengrenze zu senken. Die Schmelzströmung wird durch den Einsatz eines TMF down's so optimiert, dass der radiale Temperaturgradient vor der Phasengrenze sinkt. Bei $g = 0.65$ sinkt er z.B. von $\Delta T_{\text{rad}} = 0.3\text{K}$ auf $\Delta T_{\text{rad}} = 0.08\text{K}$ und die Durchbiegung der Phasengrenze reduziert sich von $\Delta z/R = 15.9\%$ auf $\Delta z/R = 10.7\%$. Im Gegensatz zu den numerischen Simulationen der ${}^3\text{GaAs}$ -Kristalle mit einer Erstarrungsgeschwindigkeit, welche größer als 3mm/h ist, ist es bei den ${}^3\text{Ge}$ -Kristallen möglich, die Durchbiegung der Phasengrenze auch bei hohen Züchtungsgeschwindigkeiten zu senken. Die freiwerdende latente Wärme kann auf Grund der Materialeigenschaften im Vergleich zu Galliumarsenid besser über den Kristall abgeführt werden. Dadurch hat die TMF- induzierte Schmelzströmungen einen hinreichenden Effekt auf das Temperaturfeld in der Schmelze, um den radialen thermischen Gradienten vor der Phasengrenze zu senken und damit das thermische Stressniveau im Kristall zu reduzieren.

In Tabelle 5.9 sind die experimentell und mit Hilfe von CrysMAS-Simulationen bestimmten Durchbiegungen der Phasengrenze in Abhängigkeit der erstarrten Fraktionen zusammengefasst.

Tabelle 5.9: Durchbiegung der Phasengrenze von ${}^3\text{Ge}$ -Kristallen ($v = 3\text{mm/h}$) in Abhängigkeit des thermischen Feldes, der erstarrten Fraktion und der Stärke des TMF's ; grün sind die experimentell und orange die numerisch erhaltenen Ergebnisse hinterlegt

TMF	Experiment		CrysMAS		F TMF down	Experiment		CrysMAS	
	g	$\Delta z / R$	g	$\Delta z / R$		g	$\Delta z / R$	g	$\Delta z / R$
${}^3\text{Ge:Ga}$ $v = 3\text{mm/s}$, Start- und Endprofil I									
ohne	0.47	3 %	-		9.6×10^5	0.45	1.8 %	-	
	0.59	10 %	0.6	9.3%		0.55	3.5 %	0.6	3.7%
	0.8	5.6 %	0.8	5.9%		0.76	4.5 %	0.8	5.7%
${}^3\text{Ge:Ga}$ $v = 9\text{mm/s}$, Start- und Endprofil I									
ohne	0.58	19.4%	0.6	14.5%	9.6×10^5	0.57	9.05%	0.6	9.3%
	0.65	15.9 %	0.65	16.2%		0.65	10.7%	0.65	10.4%

Die Werte für die experimentelle und numerisch bestimmte Durchbiegung stimmen qualitativ überein. Ursachen für die Unterschiede wurden bereits im vorhergehenden Abschnitt diskutiert.

5.2 Einfluss zeitabhängiger Magnetfelder auf die Durchmischung der Schmelze bei der VGF-Züchtung mit Gasphasendotierung

Der Einfluss von verschiedenen zeitabhängigen Magnetfeldern auf die Durchmischung der Schmelze im Falle der Gasphasendotierung wird numerisch und experimentell untersucht. Die numerischen Simulationen erstrecken sich über den Einfluss der einzelnen zeitabhängigen Magnetfelder (TMF, RMF, gepulstes RMF) unter isothermalen Bedingungen bis zur kombinierten VGF-/magnetfeldinduzierten Strömung für verschiedene Schmidtzahlen. Es werden neben der Gesamtmischungszeit einzelne zeitabhängige Aufnahmen („Schnappschüsse“) zur Dotierstoffverteilung in der Schmelze ausgewertet.

Die Züchtungsexperimente beinhalten die Züchtung von $2''\text{Ge}$ -Kristallen, welche mit Zink über die Gasphase dotiert werden. Die Auswertung der Kristalle erfolgt bezüglich der Dotierstoffkonzentration, welche mit Hilfe von hallkalibrierten Vierspitzenmessungen (vgl. Kapitel 3.5) an Längsscheiben bestimmt wird. Des Weiteren erfolgt im Vorfeld der Versuche eine thermische Charakterisierung des $3''\text{VGF}$ -Ofens, um stabile thermische Bedingungen während der Züchtung zu gewährleisten.

5.2.1 Thermische Prozessentwicklung für $2''\text{Ge}$ -Kristalle

Es wurden $2''\text{Ge}$ -Kristalle im $3''\text{VGF}$ -Ofen gezüchtet. Ziel dieser Versuche ist es, die Germaniumkristalle über die Gasphase mit Zink zu dotieren, um den Einfluss der Schmelzströmung (d.h. die Durchmischung der Schmelze) auf die Verteilung der Dotierstoffe sichtbar zu machen. Dazu ist es nötig, in der geschlossenen Quarzglasampulle einen bestimmten Dampfdruck des Dotierelementes Zink aufzubauen.

Bestimmung der Zink-Quellentemperatur

Germanium und Zink bilden ein eutektisches System, wobei das Eutektikum bei 94.7% Zn liegt. In Bild 5.8 ist das mit Hilfe von FactSage® berechnete Zustandsdiagramm für das binäre Zn-Ge-Stoffsystem abgebildet.

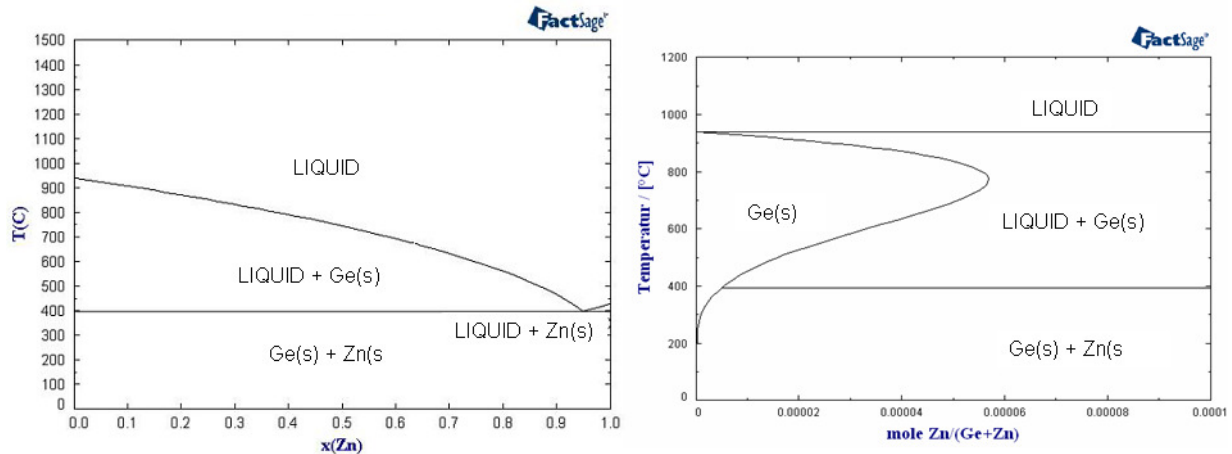


Bild 5.8: Mit FactSage® berechnetes Zustandsdiagramm des binären Ge-Zn-Stoffsystems; links: komplettes Phasendiagramm, rechts: Teilbereich für kleine molare Zn-Anteile [RA12, OLE85]

Oberhalb der Liquiduslinie sind die beiden Stoffe vollständig mischbar. Unterhalb der Liquiduslinie liegt ein Gemisch aus fester und flüssiger Phase vor. Im festen Zustand sind Germanium und Zink unmischbar. Laut Phasendiagramm ist es nur bis zu einem maximalen molaren Zn-Anteil von circa 5.5×10^{-5} bzw. 3.9×10^{18} Atome/cm³ möglich, Germanium ohne Zink-Ausscheidungen zu erstarren. Zink wirkt in diesem Bereich als p-Dotierelement in Germanium. Höhere Zinkkonzentrationen führen zu Zinkausscheidungen, welche polykristallines Germaniumwachstum auslösen können. In der Literatur [DU54] wird als Schätzwert für die maximale Löslichkeit von Zink in Germanium ca. 10^{17} Atome/cm³ angegeben. Dies entspricht einem molaren Zn-Anteil von ca. 1.5×10^{-6} . Der Wert ist um den Faktor 2.7 kleiner als der maximale Wert, der sich mit Hilfe von FactSage-Berechnungen ermitteln lässt.

Bei der Bestimmung der Zn-Quellentemperatur und damit des Dampfdruckes in der Ampulle muss neben der maximalen Löslichkeit von Zink in Germanium die Borhintergrunddotierung der Kristalle berücksichtigt werden. Die Germaniumkristalle werden in einem Tiegel aus pyrolytischen Bornitrid gezüchtet. Dadurch wird vermutlich Bor in der Schmelze gelöst und in den Kristall in der Größenordnung von 10^{15} Atome/cm³ ebenfalls als p-wirkendes Dotierelement eingebaut. Um Aussagen über die Zinkdotierung der Kristalle treffen zu können, muss die Dotierung also höher als die Hintergrunddotierung sein bei gleichzeitiger Vermeidung bzw. Minimierung der Bildung von Zinkausscheidungen.

In der Bild 5.9 ist der Zn-Partialdruck einer reinen Zn-Quelle über die Quellentemperatur aufgetragen.

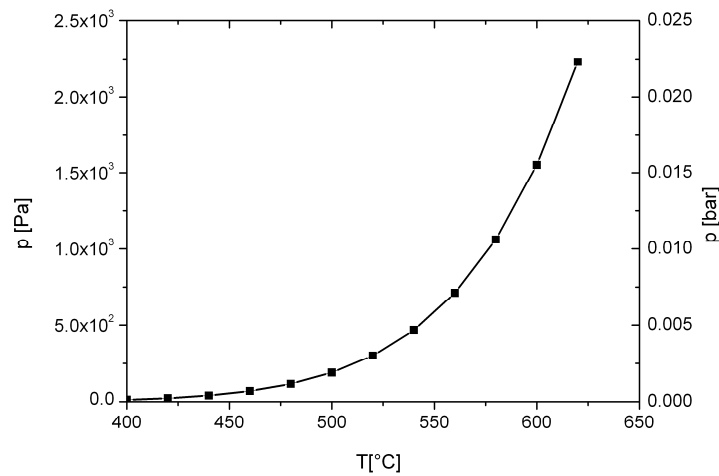


Bild 5.9: Zn-Dampfdruck in Abhängigkeit der Temperatur über einer reinen Zn-Quelle [DU54]

Für die Zinkquelle wird eine Quellentemperatur von 550°C gewählt, welche einem Zinkpartialdruck von 0.006bar in der Ampulle entspricht. Die gewählte Temperatur soll eine Vermeidung bzw. Minimierung von Zinkausscheidungen im Germanium gewährleisten bei gleichzeitiger Dotierung der gezüchteten Kristalle im Bereich von 6×10^{16} Atome/cm³ bis 10×10^{17} Atome/cm³, welche oberhalb der Borgrunddotierung liegt.

Festlegung des Start- und Endtemperaturprofils

Um den Einfluss der Schmelzströmung auf die Dotierstoffverteilung im Kristall deutlich zu machen, wurden die 3'' Germanium Start- und Endprofile (vgl. Kapitel 5.1) an die 2'' Kristalle angepasst und ein zusätzliches Zwischenprofil eingeführt, mit dem Ziel, den Kristall in zwei Bereiche (mit und ohne Gasphasendotierung) zu separieren. Die entsprechenden Profile sind in Tabelle 5.10 zusammengefasst.

Tabelle 5.10: Solltemperaturen der 3'' VGF-Ofenzonen bei der 2'' Ge-Züchtung mit Zn-Gasphasendotierung

	Dampfdruckzone	Keimzone	Heizzone 1	Heizzone 2	Heizzone 3	Heizzone 4	Deckelzone
2''Ge-Startprofil	380	920	955	955	955	955	955
2''Ge-Zwischenprofil	380	915	945	954	955	955	955
2''Ge-Endprofil	550	890	900	950	955	955	955

Die Höhe des Ankeimpunktes ergibt sich an Hand des Startprofils circa in der Mitte des Keimes und ermöglicht damit ein sicheres Ankeimen. An der Phasengrenze ergeben sich axiale Temperaturgradienten zwischen 5.5K/cm und 1.3K/cm. Die Temperatur in der Dampfdruck-

zone beträgt bis zum Erreichen des Zwischenprofils 380°C. Bei dieser Temperatur ist der Zinkpartialdruck in der Ampulle vernachlässigbar. Es soll dadurch ein sicheres Ankeimen ohne den Einfluss einer Gasphasendotierung ermöglicht werden und der Übergang zum dotierten Bereich soll im Konus- Zylinderbereich des Kristalls liegen.

Wahl des Temperatur-Zeit-Profiles des 3'' Ofens

Das eingeführte Zwischenprofil und damit der Wechsel von undotiertem hin zu dotiertem Kristall hat Auswirkungen auf die Wahl des Temperatur-Zeit-Profiles der Heizer im Vergleich zur Dotierung über die Schmelze bzw. zur Züchtung von undotiertem Material. In Bild 5.10 sind die zeitlichen Verläufe der Temperaturen der einzelnen Heizzonen bei der 2''Ge- Züchtung mit Zn-Gasphasendotierung dargestellt.

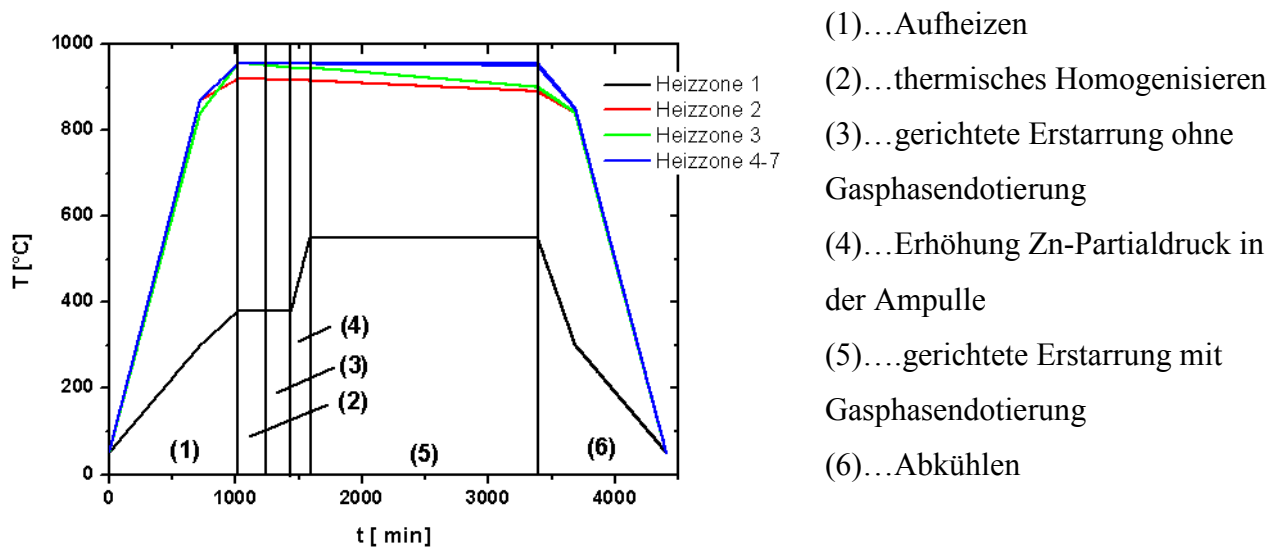


Bild 5.10: Temperaturverläufe in den Heizzonen des 3''Ofens über die gesamte Züchtungszeit für die 2''Ge-Züchtung mit Gasphasendotierung und mit zusätzlich markierten Züchtungsabschnitten

Die Aufheizphase des VGF-Ofens erfolgt analog zu den 3''Ge- und 3''GaAs-Züchtungsversuchen (vgl. Kapitel 5.1). Die Homogenisierungsphase wird aber von 8h auf 1h gekürzt, da sie im Gegensatz zu den 3''Kristallzüchtungsversuchen lediglich dazu dient ein thermisches Gleichgewicht im Ofen zu erzeugen. Es erfolgt keine Homogenisierung der Schmelze bezüglich ihrer Zusammensetzung, da es sonst nicht möglich wäre den Einfluss unterschiedlicher Schmelzströmungen auf die axialen und radialen Dotierprofile der gezüchteten Kristalle nachzuweisen. Nach der Aufheiz- und gekürzten Homogenisierungsphase werden ca. 3cm vom Kristall ohne Gasphasendotierung erstarrt, um ein optimales einkristallines Ankeimen zu ermöglichen und den Übergang zwischen undotiertem und dotiertem Kristallbereich in den Konusbereich des Kristalls zu verschieben. Hierfür wurde in Tabelle 5.10 das 2''Ge-Zwischenprofil eingeführt. Es markiert den Übergang vom undotierten hin zum dotierten

Kristallbereich. Nach der Erstarrungszeit für den undotierten Kristallbereich wird die Temperatur in der Heizzone 1 (Dampfdruckzone) mit 70K/h auf die gewünschte Zieltemperatur von 550°C erhöht und dadurch der für die Gasphasendotierung benötigte Zinkpartialdruck von 0.006bar in der Ampulle bereitgestellt. Während des Hochheizens der Dampfdruckzone wächst der Kristall nicht weiter, da die Temperaturen alle anderen Heizonen konstant gehalten werden. Nach der Temperaturerhöhung in der Dampfdruckzone wird die Erstarrung fortgesetzt. Die Dotierung des Kristalls erfolgt jetzt über die Gasphase. Es wird für alle Kristalle eine feste Züchtungsgeschwindigkeit von 3mm/h gewählt. Nach Beendigung der gerichteten Erstarrung erfolgt die Abkühlung des Ofens analog zu den 3''Ge- und GaAs-Züchtungsversuchen.

5.2.2 Numerische Simulationen zur Magnetfeldauswahl

Im Vorfeld der Züchtungsversuche wurden numerischen Simulationen mittels Semtex²⁰ durchgeführt, um ein für die Schmelzdurchmischung bei Gasphasendotierung optimales Magnetfeld auszuwählen. Die numerischen Untersuchungen erfolgen sowohl unter isothermalen Bedingungen, um das Mischungsvermögen der einzelnen zeitabhängigen Magnetfelder miteinander vergleichen zu können, als auch in Kombination mit einer VGF-typischen Auftriebsströmung, wie sie in den 2''- und 3''VGF-Züchtungsöfen am Institut für NE-Metallurgie und Reinstoffe realisierbar ist. Der Einfluss der Maragoniströmung²¹ auf die Verteilung der Dotierstoffe wurde bei allen untersuchten Fällen vernachlässigt. Die gewählten Temperatur-, Geschwindigkeit- und Konzentrationsrandbedingungen sind in Kapitel 3.6 zusammengefasst. Die magnetische Kraftzahl und Taylorzahl war bei allen Strömungskombinationen konstant und betrug $Ta = F = 1 \times 10^5$ und ist damit leicht überkritisch. Eine weitere Erhöhung der Kraftzahlen wäre mit einem größeren numerischen Rechenaufwand verbunden. Die Rechnungen könnten nur noch mittels zeit- und rechenintensiven DNS-Simulationen durchgeführt werden und nicht mehr mittels eines LES-Ansatzes. Außerdem konnte in K. Koal [KO11] für ein achtfach überkritisches RMF bzw. TMF ($Ta = F = 1 \times 10^6$) unter isothermalen Bedingungen keine signifikante Verbesserung der Mischungseffizienz nachgewiesen werden. Aus diesen

²⁰ Alle Semtex-Simulationen in dem Kapitel 5.2 wurden in enger Kooperation und Zusammenarbeit mit dem Institut für Strömungsmechanik an der TU Dresden von Frau K. Koal durchgeführt. Die Codeentwicklung, -pflege und -rechnungen erfolgten an der TU Dresden. Die Auswahl der Rechenparameter, der Randbedingungen und detaillierte Auswertung der Ergebnisse erfolgte im Rahmen dieser Arbeit.

²¹ Die Maragoniströmung ist eine oberflächennahe Strömung, welche durch die Temperaturabhängigkeit der Oberflächenspannung erzeugt wird [RO81].

Gründen wurde für die magnetischen Kraftzahlen nur ein leicht überkritischer Wert gewählt. Die untersuchten Schmidtzahlen wurden im Bereich zwischen 1 -50 variiert und damit der für die Ge- und GaAs- Züchtung relevante Bereich abgedeckt. In der Tabelle 5.11 sind die Schmidtzahlen für die Dotierelemente Zink und Gallium in Germanium bzw. Silizium in Galliumarsenid zusammengefasst.

Tabelle 5.11: Schmidtzahlen von möglichen Halbleiterdotierelementen in Ge und GaAs

Halbleiter	Dotierelement	Sc
Ge	Zn	1
Ge	Ga	10
GaAs	Si	49

Für die drei ausgewählten Schmidtzahlen ($Sc = 1, 10, 50$) wurden die Gesamtmischungszeiten unter isothermalen und nichtisothermalen Bedingungen für verschiedene zeitabhängige magnetische Felder bestimmt. Die dabei bestimmte Gesamtmischungszeiten t_{mix} stellt die Zeit dar, die benötigt wird, damit im gesamten Schmelzvolumen die Dotierstoffkonzentration größer gleich 0.95 ist. In diesem Fall ist die Schmelze vollständig durchmischt.

Mischungseffizienz verschiedener Magnetfelder unter isothermalen Bedingungen

Im isothermalen Fall wurde neben verschiedenen gepulsten und ungepulsten Magnetfeldern auch der rein diffusive Fall (vgl. Tabelle 5.12) betrachtet. Im diffusiven Fall steigt die Mischungsdauer wie erwartet mit steigender Schmidtzahl an. Durch eine Magnetfeldinduzierte Strömung ist es prinzipiell möglich, die Mischungszeiten deutlich zu reduzieren. Die Mischungszeiten für die ungepulsten Magnetfelder RMF bzw. TMF sind für alle untersuchten Schmidtzahlen in etwa gleich. Erst bei einer Schmidtzahl von 50 mischt das RMF durch das Vorhandensein des oberen Strömungswirbels geringfügig besser. Auch der Einsatz eines gepulsten RMF's mit Pulsen in gleicher oder alternierender Richtung, wie es aus der Literatur [ECK08, WI08] für die Schmelzdurchmischung ohne Gasphasendotierung bekannt ist, führt zu keiner weiteren signifikanten Reduktion der Gesamtmischungszeit. Durch das Pulsieren der magnetischen Felder ist es nicht möglich, den Dotierstoff effektiv von der Schmelzoberfläche ins Schmelzvolumen zu transportieren. Die Strömungswirbel bewegen sich hin und her und transportieren dadurch im Vergleich zu einem ungepulsten RMF weniger Dotierstoff von der Oberfläche weg ins Schmelzvolumen. Daher werden diese Art von Magnetfeldtypen bei den Untersuchungen mit VGF-Auftrieb nicht mehr berücksichtigt.

In Tabelle 5.12 sind die Gesamtmischungszeiten der verschiedenen Magnetfelder unter isothermalen Bedingungen in einer Übersicht zusammengefasst.

Tabelle 5.12: Auflistung der Mischungsdauern t_{mix} , d.h. die Zeit die benötigt wird, damit im gesamten Schmelzvolumen die Konzentration ≥ 0.95 ist, für verschiedene Strömungsbedingungen und Schmidtzahlen Sc unter isothermalen Bedingungen [KO12]

	Sc	t_{mix} [h]
Diffusion	1	6.97
	10	69.69
	50	696.93
RMF	1	1.54
	10	5.48
	50	14.87
TMF up	1	1.13
	10	5.95
	50	21.56
TMF down	1	0.7
	10	4.39
	50	17.6
p-RMF ²² mit $\Delta t = 25.1s$	1	1.85
	10	6.45
r-RMF ²³ mit $\Delta t = 50.2s$	1	1.61
	10	6.74

Mischungseffizienz verschiedener Magnetfelder in Kombination mit einer VGF-Auftriebsströmung

Bei den numerischen Untersuchungen des Mischungsverhältnisses mit VGF-Auftrieb wurde die rein thermische Auftriebsströmung, ungepulste TMF- und RMF-Felder und wechselseitig geschaltete RMF- und TMF up-Felder berücksichtigt.

Wie erwartet steigt in allen Fällen die Mischungsdauer mit steigender Schmidtzahl an. Je höher die Schmidtzahl wird, desto effektiver mischt die magnetfeldinduzierte Strömung im Vergleich zur thermischen Auftriebsströmung. Die Mischungseffizienz eines TMF's unabhängig von seiner Magnetfeldrichtung und eines RMF's ist in etwa gleich. Eine deutliche Verringerung der Mischungsdauer ist aber möglich durch das wechselseitige Schalten einer TMF up und RMF induzierten Schmelzströmung. Die Abfolge der Magnetfelder ist egal. Die Mischungsdauern sind für beide Reihenfolgen identisch.

²¹ p-RMF steht für ein gepulstes RMF mit gleich bleibender Pulsrichtung und einer Pulsdauer Δt analog [ECK08]

²³ r-RMF steht für ein gepulstes RMF mit alternierender Pulsrichtung und einer Pulsdauer Δt analog [ECK08]

In Bild 5.11 sind zeitliche Schnappschüsse der Dotierstoffverteilung in der Schmelze zu verschiedenen Zeiten zusammengefasst dargestellt. Im oberen Teil des Bildes 5.11 sind zeitliche Schnappschüsse von der Dotierstoffverteilung in der Schmelze bei einer kombinierten VGF-Auftriebsströmung mit einem TMF up und im unteren Teil des Bildes 5.11 sind zeitliche Schnappschüsse bei der Kombination einer VGF-Auftriebsströmung mit abwechselnd geschaltetem RMF und TMF up gezeigt. Die schwarzen Pfeile in den Abbildungen markieren jeweils die Ausbildung einer Dotierstoffbarriere, welche sich aus der Strömungsstruktur ergibt und nur diffusiv überwunden werden kann. Die Barriere resultiert daher in einer Erhöhung der Mischungsdauer.

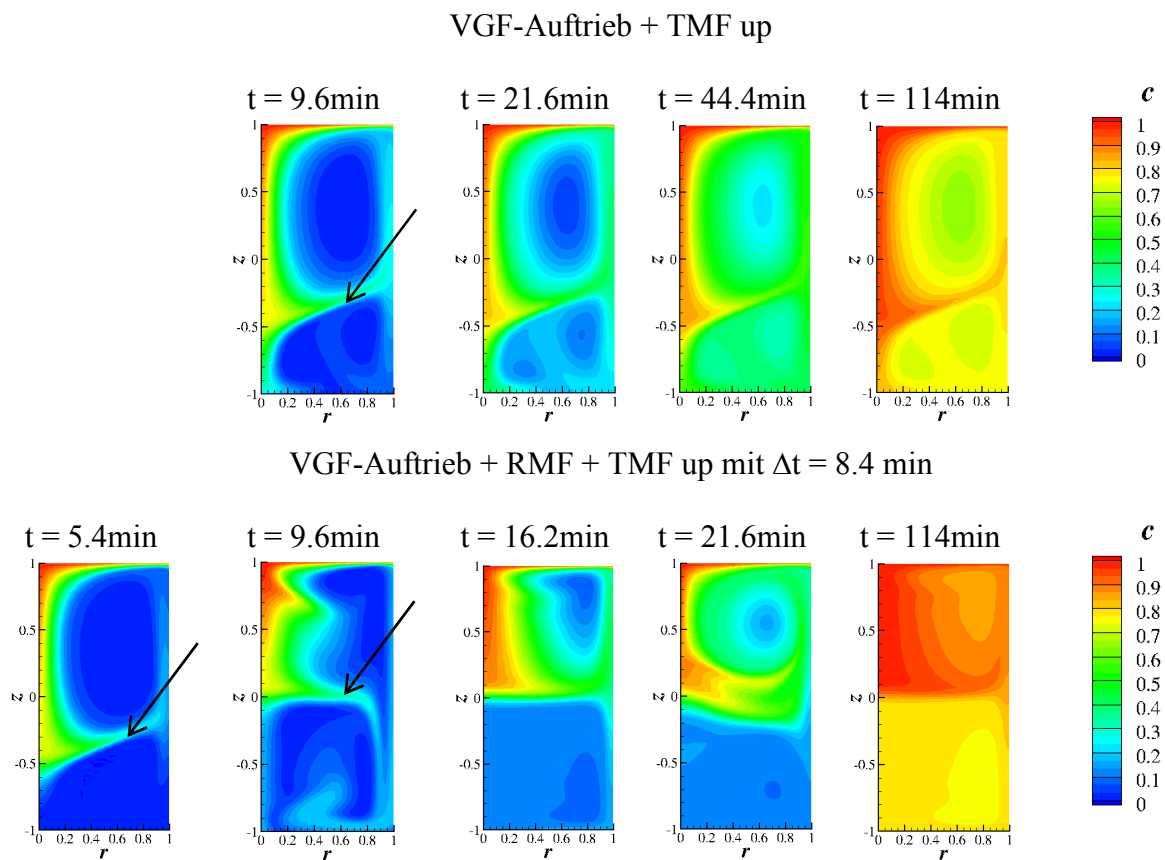


Bild 5.11: Zeitliche Schnappschüsse der Dotierstoffverteilung in der Schmelze für $Sc = 10$, $F = Ta = 1 \times 10^5$ in Abhängigkeit von verschiedenen Konvektionsbedingungen; oben: VGF-Auftrieb in Kombination mit TMF up, unten: VGF-Auftrieb in Kombination mit RMF / TMF up abwechselnd. Die schwarzen Pfeile in den Abbildungen markieren die Ausbildung einer Dotierstoffbarriere [KO12].

Um die Mischungsdauer effektiv zu senken, muss eine magnetfeldinduzierte Strömung gezielt diese Dotierstoffbarriere reduzieren. Ein möglicher Ansatz ist das abwechselnde Schalten von RMF und TMF up. Bei einer Kombination von einer VGF-Auftriebsströmung mit einer RMF-Strömung liegt die Barriere auf Höhe der Schmelzmitte. Bei der Kombination der VGF-Auftriebsströmung mit einer TMF up-Strömung liegt die Barriere im unteren Schmelzdrittel. Durch ein abwechselndes Schalten der beiden Magnetfelder wird diese Barriere jeweils deut-

lich verschoben und die Mischungseffizienz erhöht. Die Schaltzeit ergibt sich aus den Zeiten die benötigt werden, um die Barriere erstmalig auszubilden. Diese Zeit beträgt für beide Magnetfelder jeweils ca. 8.4min.

Die für die einzelnen Fälle numerisch bestimmten Mischungsdauer sind in Tabelle 5.13 zusammengefasst.

Tabelle 5.13: Auflistung der Mischungsdauern t_{mix} , d.h. die Zeit die benötigt wird, damit im gesamten Schmelzvolumen die Konzentration ≥ 0.95 ist, für verschiedene Strömungsbedingungen und Schmidtzahlen Sc in Kombination mit einer VGF-Auftriebsströmung [KO12]

	Sc	t_{mix} [h]
ohne MF	1	1.3
	10	5.58
	50	17.7
RMF	1	1.51
	10	5.36
	50	14.56
TMF up	1	1.08
	10	4.46
	50	16.71
TMF down	1	1.57
	10	6.9
	50	22.28
RMF + TMF up mit $\Delta t = 8.4\text{min}$	1	1.37
	10	3.74
	50	8.87
TMF up + RMF mit $\Delta t = 8.4\text{min}$	1	1.26
	10	3.68
	50	8.88

Insgesamt kann numerisch gezeigt werden, dass ein abwechselnd geschaltetes RMF und TMF up in Kombination mit einer VGF-Auftriebsströmung am besten mischt. Da die am Institut für NE-Metallurgie und Reinststoffe vorhandenen RMF- und TMF/DC- Spulensysteme aber für unterschiedliche VGF-Öfen konzipiert sind, ist es nicht möglich, die beiden Magnetfelder, analog zu den numerischen Simulationen, in einer Züchtung zu kombinieren. Daher wird an Hand der numerischen Simulationsergebnisse für die Züchtungsversuche eine abwärts gerichtete TMF-Magnetfeldströmung gewählt, um die Durchbiegung der Phasengrenze nicht zu erhöhen [LA09] und gleichzeitig die Schmelzdurchmischung zu intensivieren.

5.2.3 Züchtungsergebnisse zur Gasphasendotierung

Die in den numerischen Simulationen aufgezeigten Möglichkeiten zur Beeinflussung der Durchmischung der Schmelze mittels magnetfeldinduzierter Strömung werden exemplarisch mit Hilfe von Züchtungsversuchen belegt. Es wurden ^{76}Ge -Kristalle mit Zink als Gasphasendotierelement, mit und ohne TMF down Magnetfeldeinfluss im ^{76}Ge -VGF-Ofen gezüchtet. Es wurde eine feste TMF-Frequenz von 50Hz gewählt, so dass sich für Germanium ein Shieldingfaktor von $S \approx 1$ ergibt. Die magnetische Induktion wurde während des Versuches angepasst. Während des Zeitschrittes der Erhöhung der Zn-Quellentemperatur auf Zieltemperatur ohne Erstarrung wurde die maximal mögliche magnetische Induktion von 3mT ($F = 1.36 \times 10^6$) genutzt. Während der anschließenden Erstarrung wurde die magnetische Induktion auf 2mT ($F = 0.604 \times 10^6$) gesenkt, um bezüglich der Durchbiegung der Phasengrenze optimale Strömungsbedingungen zu gewährleisten. Die mit Hilfe des Heizer-Temperatur-Zeit-Profiles vorgegebene theoretische Erstarrungsgeschwindigkeit wurde in allen Versuchen mit $v = 3\text{mm/h}$ konstant gehalten. Im Zylinderbereich der Kristalle wird sie auch praktisch als Züchtungsgeschwindigkeit erreicht. Im Keim- und Konusbereich der Kristalle liegt eine leicht höhere Züchtungsgeschwindigkeit mit 5mm/h bis 6 mm/h vor.

Axialer Dotierstoffverlauf

Der axiale Dotierstoffverlauf wurde für den Referenzkristall ohne Magnetfeldeinfluss und den Kristall mit TMF-Einfluss in Abhängigkeit der erstarrten Fraktion in der Kristallachse untersucht. Die entsprechenden Dotierstoffprofile sind in Bild 5.12 dargestellt. Die senkrechte Markierung in Bild 5.12 kennzeichnet den Zeitpunkt, wo sowohl die Temperatur der Zinkquelle erhöht wurde, als auch im Falle des Kristalls mit TMF-Einfluss das Magnetfeld aktiviert wurde.

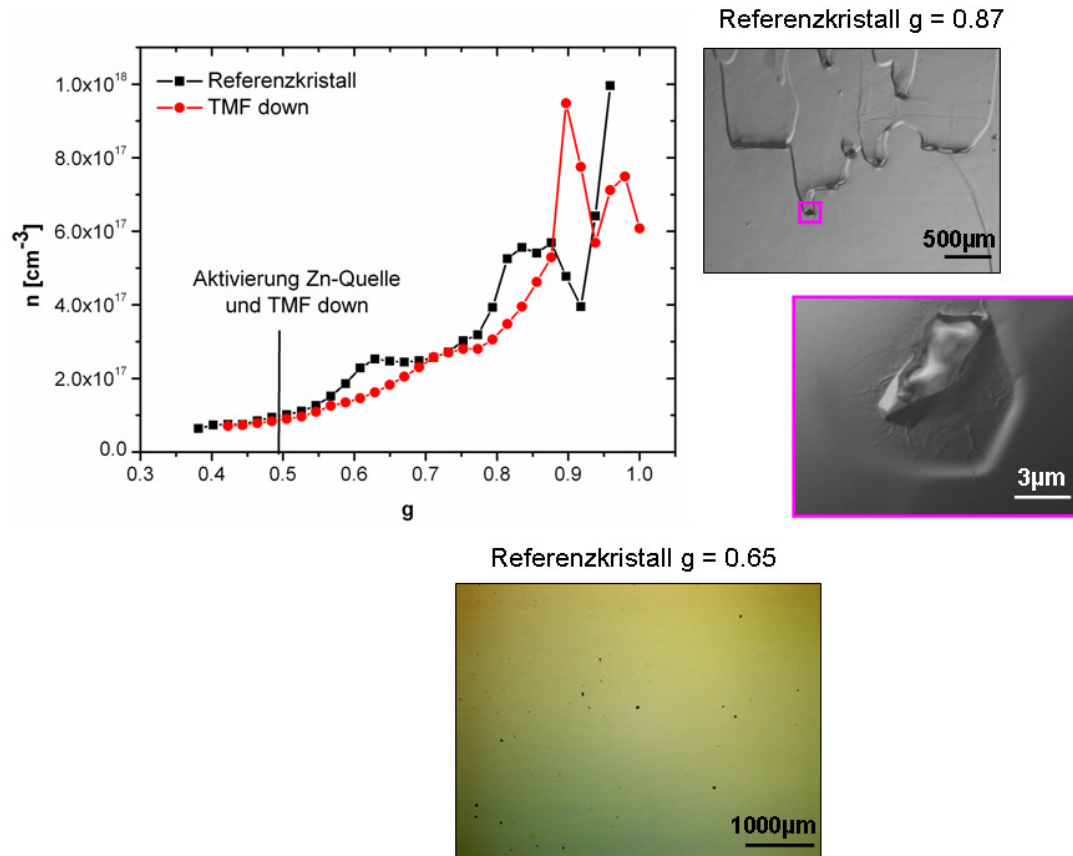


Bild 5.12: Axialer Dotierstoffverlauf in Abhängigkeit der Art der Schmelzströmung mit zusätzlichen lichtmikroskopischen Aufnahmen

Bei beiden Kristallen wurden die ersten drei Zentimeter ohne Gasphasendotierung erstarrt. Erst danach wurde die Zinkquelle aktiviert, d.h. die Quellentemperatur wurde bis zum Zinkpartialdruck von 0.006bar in der Ampulle erhöht. In den axialen Dotierstoffprofilen ist kein Einsatzpunkt der Zinkdotierung nachweisbar. Er ist nicht von der Borhintergrunddotierung separierbar. Im axialen Dotierstoffverlauf des Referenzkristalls bildet sich bei einer erstarrten Fraktion von 0.6 bis 0.7 ein Plateau aus. Es ergeben sich zwei mögliche Erklärungen für dieses Plateau. Es konnten mit Hilfe von lichtmikroskopischen Aufnahmen kleine Zinkauscheidungen in diesem Gebiet nachgewiesen werden (vgl. Bild 5.12). Auf der anderen Seite lässt sich mit dem Gleichgewichtsverteilungskoeffizienten $k_0 = 1 \times 10^{-2}$ [BU53b] die Größenordnung der Zinkkonzentration in der Schmelze mit $2 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ abschätzen. Sie ist in der gleichen Größenordnung wie die mit der idealen Gasgleichung abgeschätzte Zinkkonzentration im Gasraum der Ampulle mit $2.4 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$. Es könnte sich also auch ein Gleichgewicht zwischen der Zinkkonzentration in der Schmelze und im Gasraum ergeben.

Durch den Einsatz eines abwärts gerichteten TMF's wird die Schmelzdurchmischung intensiviert und das Plateau verschiebt sich zu höheren erstarrten Fraktionen. Der Dotierstoffverlauf

entspricht einem exponentiell ansteigenden Verlauf und deutet damit auf eine sehr gut durchmischte Schmelze hin.

Für eine erstarrte Fraktion größer als 0.85 schwanken die gemessenen Widerstandswerte und damit die Dotierstoffkonzentrationen beider Kristalle stark. In diesem Bereich wird die Löslichkeitsgrenze für Zink in Germanium überschritten und es bilden sich viele Zn-Ausscheidungen, welche deutlich mit lichtmikroskopischen Aufnahmen (vgl. Bild 5.12) nachweisbar sind. Die gleichen Ausscheidungen wurden bereits in früheren Experimenten [BUH00] gezeigt.

Radialer Dotierstoffverlauf

Der radiale Dotierstoffverlauf wurde bei dem Referenzkristall ohne Magnetfeldeinfluss und dem Kristall mit TMF-Einfluss in Abhängigkeit von der erstarrten Fraktion untersucht. In Bild 5.13 sind die entsprechenden Dotierstoffprofile über den Kristallradius für eine ausgewählte erstarrte Fraktion von $g = 0.52$ dargestellt.

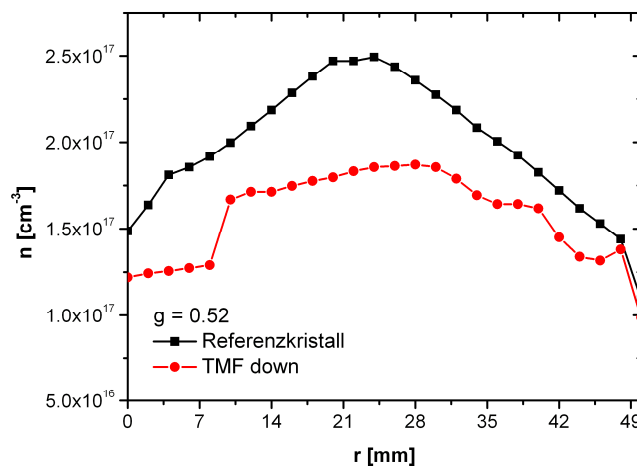


Bild 5.13: Radialer Dotierstoffverlauf für eine feste erstarrte Fraktion $g = 0.52$ in Abhängigkeit der Art der Schmelzströmung

Bei einer erstarrten Fraktion von $g = 0.52$ hat die Gasphasendotierung eingesetzt und der radiale Dotierstoffverlauf unterscheidet sich deutlich in Abhängigkeit der Schmelzströmung. Im Falle der reinen VGF-Aufriebsströmung (schwarze Kurve Bild 5.13) kommt es zu einer Anhäufung der Dotierstoffe in der Schmelzachse. Die Intensität der Schmelzströmung ist zu gering, um die Dotierstoffe effektiv abzutransportieren. Dieser Effekt deckt sich mit den theoretischen Betrachtungen von Priede et al. [PR07]. Durch den Einsatz einer TMF-down induzierten Schmelzströmung (rote Kurve Bild 5.13) ist es möglich, die Strömungsgeschwindigkeit vor der Phasengrenze zu erhöhen und die Anhäufung der Dotierstoffe in der Schmelzachse wird signifikant reduziert. Der Dotierstoffverlauf über den Kristallradius wird nahezu homogen. Man kann davon ausgehen, dass die Dicke der Diffusionsgrenzschicht vor der Phasen-

grenze abnimmt. Dieser Effekt deckt sich mit den theoretischen Betrachtungen von Abricka et al. [AB02] und praktischen Kristallzüchtungsversuchen von Bellmann et al. [BEL09] mittels RMF-induzierter Schmelzströmung und Frank-Rotsch et al. [FRAR09] mittels TMF-induzierter Schmelzströmung. In Bellmann et al. [BEL09] wurde der Effekt beim Einsatz eines RMF's bei der Züchtung von 60mm langen Germaniumkristallen und einer Dotierung mit Gallium über die Schmelze nachgewiesen. Bei der $4''\text{Ge}$ -Züchtung mittels Heizer-Magnet-Modul [FRAR09] wurden ebenfalls eine Homogenisierung der elektrischen Eigenschaften über den Kristallradius bei Einsatzes eines TMF downs nachgewiesen.

Zusammenfassung und Ausblick

Die vorliegende Arbeit beinhaltet die Kontrolle und Beeinflussung der Schmelzströmung beim Vertical Gradient Freeze- (VGF-) Verfahren durch magnetische Wechselfelder, wobei speziell der Einfluss von rotierenden (RMF) und wandernden (TMF) Magnetfeldern auf den Stoff- und Wärmetransport untersucht wird.

Ein Schwerpunkt der Arbeit war die Entwicklung von Modellexperimenten zur Charakterisierung der Schmelzströmung bezüglich ihrer Strömungsstruktur und Stabilität, da es mit Stand der Technik nicht möglich ist, die VGF-Auftriebsströmung, als auch die kombinierte VGF-/magnetfeldinduzierte Strömung im züchtungsrelevanten Parameterbereich (thermisch und Magnetfeld) direkt im Züchtungssofen zu messen. Es wurden dafür erstmals nichtisothermale Modellexperimente aufgebaut, mit denen folgende Parametereinflüsse auf die Strömungsstruktur und –stabilität der Schmelzströmung gezeigt werden konnten:

Die Struktur der laminaren VGF-Auftriebsströmungen hängt von dem axialen Temperaturgradienten ab. Mit steigendem axialen Temperaturgradienten bildet sich zwischen den gegenläufig rotierenden Strömungswirbeln ein strömungsarmes Gebiet mit einer sehr niedrigen Strömungsgeschwindigkeit aus.

Bei der kombinierten VGF-/TMF-Strömung bzw. VGF-/RMF-Strömung ändert sich die Struktur der Strömung unterschiedlich, je nach genutztem Magnetfeld. Eine TMF induzierte Magnetfeldströmung verstärkt systematisch mit steigender magnetischer Kraftzahl jeweils, den entsprechenden gleich gerichteten Strömungswirbel der VGF-Grundströmung. Und mit steigenden axialen Temperaturgradienten verschiebt sich die Kompensation, des entgegengesetzten VGF-Strömungswirbels zu höheren magnetischen Kraftzahlen. Im Gegensatz dazu ändert sich die Strömungsstruktur der kombinierten VGF-/RMF-Strömung bereits bei kleinen magnetischen Taylorzahlen deutlich im Vergleich zur reinen VGF-Strömung. Die Strömung konzentriert sich auf die horizontalen Grenzflächen und im Volumen bildet sich ein großer Schmelzbereich mit einer niedrigen Strömungsgeschwindigkeit aus. Bei steigenden Taylorzahlen bildet sich die typische Doppelwirbel-RMF-Strömungsstruktur aus. Insgesamt ist der Verlauf der Änderung der Strömungsstruktur nicht so kontinuierlich wie bei der kombinierten VGF-/TMF-Strömung.

Beide magnetfeldinduzierten Strömungen werden aber im Vergleich zu den entsprechenden isothermalen Strömungen durch eine laminare VGF-Strömung stabilisiert, d.h. die kritische magnetische Kraftzahl bzw. kritische Taylorzahl einer kombinierten VGF-/magnetfeldinduzierten-Strömung wird zu höheren Werten hin verschoben. Eine weitere Strömungsstabilisation ist mit einem steigenden axialen Temperaturgradienten bei nahezu gleich bleibenden radialen Temperaturgradienten der VGF-Grundströmung erreichbar.

Ein weiterer Untersuchungsschwerpunkt der Arbeit ist daran anschließend, die Züchtung von ${}^{76}\text{Ge}$ - und ${}^{76}\text{GaAs}$ -Kristalle in Abhängigkeit von verschiedenen thermischen – und TMF-Magnetfeldparametern unter Berücksichtigung der Ergebnisse der Modellexperimente und der numerischen Simulationen. Ziel dieser Untersuchungen ist es, Grenzen für den Einsatz eines abwärts gerichteten TMF's aufzuzeigen, d.h. unter welchen thermischen- und Magnetfeldbedingungen führt der Einsatz eines abwärts gerichteten TMF's zu keiner weiteren Verbesserung der strukturellen Eigenschaften der gezüchteten Kristalle. Mit Hilfe von numerischen Simulationen konnte bei einer Erhöhung der Züchtungsgeschwindigkeit im Falle der ${}^{76}\text{GaAs}$ -Züchtung gezeigt werden: je höher die Züchtungsgeschwindigkeit ist, desto geringer ist der Einfluss einer abwärts gerichteten TMF induzierten Schmelzströmung auf den v.Mises Stress entlang der Phasengrenze. Des Weiteren kann für ein festes thermisches Feld und eine konstante Züchtungsgeschwindigkeit für Ge und GaAs ein Optimum der Höhe der magnetischen Induktion bestimmt werden. Das bedeutet, höhere magnetische Induktionen führen zu keiner weiteren Reduktion der untersuchten Größe. Die Form der Phasengrenze wird zunehmend w-förmig.

Ausserdem wurde auch der Einfluss einer magnetfeldinduzierten Strömung auf das Mischungsverhalten von Dotierstoffen in der Schmelze im Falle der Gasphasendotierung von ${}^{76}\text{Ge}$ -Kristallen mit Zink untersucht. Die numerischen Simulationen zeigen prinzipiell, dass je höher die Schmidtzahl ist, desto stärker ist der Einfluss einer magnetfeldinduzierten Strömung auf die Mischungsdauer in der Schmelze. Optimale Ergebnisse erhält man mit einem abwechselnd geschalteten RMF mit einem aufwärts gerichteten TMF. Da dies aber mit den am Institut für NE-Metallurgie und Reinststoffe vorhandenen Spulensystemen nicht zu realisieren ist, wurden die Züchtungsversuche mit einem abwärts gerichteten TMF durchgeführt. Der Einsatz eines abwärts gerichteten TMF's führt zu einer besseren axialen und radialen Durchmischung der Schmelze im Falle der kombinierten Schmelzströmung im Vergleich zu reinen VGF-Auftriebsströmung.

Vor allem die Ergebnisse der nichtisothermalen Modellexperimente bilden eine gute Grundlage für weitergehende Untersuchungen. Als nächster Schritt bietet sich die Berücksichtigung der Erstarrung (Freisetzung der latenten Wärme) auf die Schmelzströmung an. Um dies zu realisieren müssen neben geeignete Modellgeometrien, Kopplungsmethoden des Ultraschallsensors an die Modellschmelze gefunden werden. Viel versprechende Wege sind der Einsatz von Wellenleitern in Kombination mit käuflich erhältlichen Ultraschallsonden [AZ10] oder die Entwicklung von Spezialsonden [ECK05]. Auftretende Probleme sind zum Einen die relativ hohen Temperaturen (größer 200°C) um eine Erstarrung von z.B. Zink als Modellschmelze zu gewährleisten und die typischen niedrigen Strömungsgeschwindigkeiten der VGF-Auftriebsströmung bzw. der kombinierten VGF-/magnetfeldinduzierten-Schmelzströmung.

Eine weitere Ansatzmöglichkeit ist die Erweiterung der Modellgeometrien auf rechteckige Geometrien als Modell für die Erstarrung von multikristallinen Siliziumblöcken. Erste Ergebnisse wurden bereits in [DA11, DA13] veröffentlicht. Es konnte gezeigt werden, dass die auftretenden Strömungsstrukturen einer kombinierten VGF-/TMF-Strömung sehr komplex werden können. Hier bietet sich die Weiterentwicklung der UDV-Messtechnik in Richtung einer Arraymesstechnik [FR10, NAU13] an, um diese komplexen Strömungen zeitlich und örtlich aufgelöst zu messen.

Anhang

A1 Materialeigenschaften der eingesetzten Materialien

Der Fokus dieser Arbeit lag auf der Züchtung von dotiertem (mit Si) und undotiertem GaAs sowie von dotiertem Ge (mit Ga oder mit Zn). Für Modellexperimente wurde GaInSn eingesetzt. Im folgenden Abschnitt werden kurz die physikalischen Eigenschaften dieser Stoffe zusammen gefasst.

Galliumarsenid

Die wichtigsten physikalischen Eigenschaften von Galliumarsenid sind im Reviewpaper von Blakemore [BLA82] dargestellt.

Galliumarsenid ist ein direkter Verbindungshalbleiter, welcher bei 1238°C schmilzt und bei dem bei der Kristallisation eine latente Wärme von 726kJ/kg frei gesetzt wird. Die Bandlücke bei Raumtemperatur beträgt $E_g = 1.42\text{eV}$. Des Weiteren zeichnet sich GaAs durch eine hohe Elektronenbeweglichkeit (undotiertes GaAs bei Raumtemperatur $\mu_e \geq 5 \times 10^3 \text{cm}^2/\text{Vs}$) aus. Die Einsatzgebiete des GaAs richten sich nach seinem spezifischen Widerstand. Es wird zwischen halbisolierendem (SI $\rho_\sigma > 10^6 \Omega\text{cm}$) und halbleitendem GaAs (SC $\rho_\sigma = 10^{-3} \dots 10^{-1} \Omega\text{cm}$) unterschieden. Für die Einstellung von halbisolierenden Eigenschaften muss das Fermi-niveau in der Mitte zwischen Leitungs- und Valenzbandkante liegen. Dies wird erreicht über die Kompensation der flachen Kohlenstoff-Akzeptoren durch den tiefen EL2 Donator²⁴ [SCHE08]. SI-GaAs wird in der Mikrowellen- und Telekommunikationstechnik eingesetzt. SC-GaAs wird für optoelektronische Bauelemente benötigt.

Die chemische Bindung hat zu 26% ionischen Charakter und zu 74% kovalenten Charakter. GaAs kristallisiert in der Zinkblendegitterstruktur mit einem kfz-Gitter mit Ga-Atomen besetzt und ein kfz-Gitter mit As-Atomen besetzt. Die As-Atome sitzen in den Tetraederlücken. Die Gitterkonstante beträgt bei Raumtemperatur $a = 0.5653\text{nm}$.

²⁴ Der EL2-Defekt ist Donator dessen Energieniveau sich in der Mitte der Bandlücke befindet. Er besteht aus einem As-Atom auf einem Ga-Gitterplatz [SCHE08].

In Bild A.1 ist das Phasendiagramm gezeigt. Der Bereich um den Schmelzpunkt ist im rechten Teil des Bildes vergrößert dargestellt.

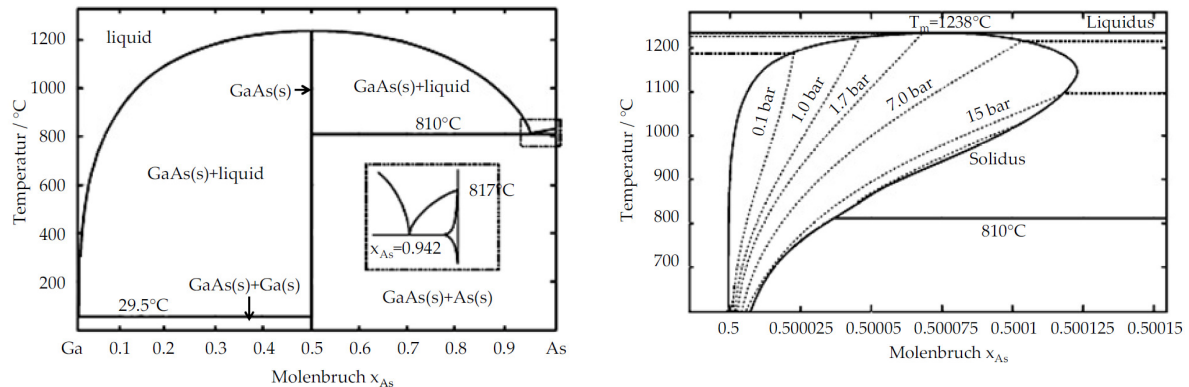


Bild A.1: Phasendiagramm von GaAs (links) mit vergrößerten Ausschnitt am Schmelzpunkt (rechts) [DR04]

Stöchiometrisches GaAs besteht zu jeweils 50Atom% aus Ga und As, was 48.2Masse% Ga und 51.8Masse% As entspricht. Die leichte Verschiebung des kongruenten Schmelzpunktes auf die As-reiche Seite des Phasendiagramms bewirkt, dass bei der Züchtung von GaAs mit stöchiometrischer Zusammensetzung in der Schmelze ein Ga-Überschuss von 3Atom% eingestellt werden muss. Eine hohe Ga-Konzentration resultiert aber in einer konstitutionellen Unterkühlung und damit in einer morphologisch instabilen Phasengrenze [SCHE08]. Daher wird GaAs bevorzugt aus As-reichen Schmelzen gezüchtet. Bei einer Züchtung aus As-reichen Schmelzen lässt sich die Konzentration des EL2-Defektes [TH84] besser kontrollieren, die Zwillingsbildung wird reduziert [HUR95] und die elektrischen Eigenschaften des gezüchteten Kristalls sind generell homogener [RU03]. Der Gleichgewichtsdampfdruck von Arsen über geschmolzenem GaAs beträgt bei der Schmelztemperatur $8.7 \times 10^4 \text{ Pa}$ [WE91].

Der Einbau von Si in GaAs erfolgt mit einem Gleichgewichtsverteilungskoeffizient von $k_0 = 0.11$ [FL91]. Si besitzt als Dotierelement amphoteren Charakter. Als Donator wird es auf Ga-Plätze eingebaut und als Akzeptor auf As-Plätzen. In einer stöchiometrischen Schmelze bei einer Si-Konzentration von $[\text{Si}] \leq 10^{16} \text{ at/cm}^3$ wird Si bevorzugt auf Ga-Plätze eingebaut und es entsteht n-leitendes GaAs. Ist die Schmelze im Gegensatz dazu Ga reich und / oder die Si-Konzentration ist höher, wird Si zunehmend auf As-Plätzen eingebaut. Es kommt zu einer zunehmenden Kompensation der freien Ladungsträger. Bei einer Si-Konzentration von $[\text{Si}] \approx 10^{19} \text{ at/cm}^3$ tritt ein Sättigungsverhalten der freien Ladungsträger auf. Bei einer Züchtung aus sehr Ga-reichen Schmelzen kann es sogar zu einem p-leitenden GaAs kommen [SCHE08].

Bei der Verwendung einer B_2O_3 -Abdeckschmelze während der Si:GaAs Züchtung kann es zur Reaktion von Si mit B_2O_3 kommen und damit zu einem verminderten effektiven Einbau von Si als Dotierelement in GaAs [BOU91, WE91].

Germanium

Die Eigenschaften und technischen Anwendungen von Germanium sind im Lehrbuch „Germanium-Based Technologies“ von Claeys und Simon [CLA07] zusammengefasst. Germanium ist ein indirekter Elementhalbleiter ($E_g = 0.67\text{eV}$ bei $T = 300\text{K}$) mit einem Schmelzpunkt von 937°C . Die bei der Erstarrung freiwerdende latente Wärme beträgt 465kJ/Kg . Die Ge-Atome sind kovalent mit einer Bindungsenergie von 1.6eV gebunden. Der Halbleiter kristallisiert in der Diamantgitterstruktur, wobei das Gitter aus zwei ineinander verschobenen kfz-Gittern besteht.

Es wurden sowohl Zink als auch Gallium als Dotierelement eingesetzt. Zink wird in Germanium mit einem Gleichgewichtsverteilungskoeffizient von $k_0 = 10^{-4}$ bis zu einer Löslichkeit von 10^{17}at/cm^3 auf Akzeptorplätze eingebaut [OLE85, DU54]. Der Einbau von Ga erfolgt mit einem Gleichgewichtsverteilungskoeffizient von $k_0 = 0.087$ [LAN13] ebenfalls als Dotierelement auf Akzeptorplätze. Es ist kein Kompensationsmechanismus von Gallium in Germanium bekannt.

Sowohl Gallium als auch Germanium haben am Ge-Schmelzpunkt einen so geringen Dampfdruck (Ge: $7.5 \times 10^{-5}\text{Pa}$ und Ga: 13.3Pa), dass keine Dampfdruckkontrolle bzw. Abdeckschmelze während der Züchtung nötig ist [HA90]. Daher eignet sich das Material als Modellsubstanz für die Untersuchung von Segregationsprozessen. Des Weiteren wird Germanium auf Grund seiner physikalischen Eigenschaften in der Hochfrequenz- und Detektortechnik eingesetzt.

In Tabelle A1 sind die wesentlichen physikalischen Parameter von Germanium und Galliumarsenid zusammengefasst.

Tabelle A1: Wesentliche physikalische Parameter von GaAs und Ge

Parameter		Einheit	GaAs	Ge	Quelle
Schmelzpunkt	T_m	°C	1238	937	[HA90]
molare Masse	M	g/mol	144.64	72.59	[PSE]
latente Wärme	q_m	J/kg	726000	465000	[HA90, LY04]
Flüssige Phase bei $T = T_m$					
Dichte	ρ	kg/m ³	5720	5510	[LY04, YOU97]
Wärmeleitfähigkeit	λ_l	W/mK	17.8	39	[HUR94]
spez. Wärmekapazität	c_p	J/kgK	434	380	[YOU97]
therm. Ausdehnungskoeff.	β	1/K	1.87×10^{-4}	1.11×10^{-4}	[HUR94, YOU97]
dyn. Viskosität	η	Pas	2.79×10^{-3}	7.44×10^{-4}	[HUR94]
kin. Viskosität	ν	m ² /s	4.88×10^{-7}	1.35×10^{-7}	[HUR94]
elektr. Leitfähigkeit	σ	1/Ωm	7.9×10^5	1.6×10^6	[LAN13]
Feste Phase bei $T = T_m$					
Spannungskoeff.	c11,c22,c33	Pa	1×10^{11}	1.15×10^{11}	[LAN13]
Spannungskoeff.	c12,c13,c23	Pa	4.9×10^{10}	4.6×10^{10}	[LAN13]
Spannungskoeff.	c44	Pa	5×10^{10}	6×10^{10}	[LAN13]
Dichte	ρ	kg/m ³	5170	5290	[YOU97, LY04]
spez. Wärmekapazität	c_p	J/kgK	420	390	[YOU97, LY04]
lin. Wärmeausdehnungskoeff.	γ	1/k	1.1×10^{-5}	9×10^{-6}	[YOU97]
Wärmeleitfähigkeit	λ	W/mK	7.12	18	[YOU97]

Galliumindiumzinn

GaInSn ist eine eutektische Legierung (am Eutektikum 67% Ga 20.5% In 12.5% Sn), welche auf Grund des niedrigen Schmelzpunktes 10.5°C sehr gut für die Durchführung von Modellexperimenten geeignet ist. Die viskosen und elektrischen Eigenschaften sind vergleichbar mit den Eigenschaften der betrachteten Halbleiterschmelzen (vgl. Tabelle A1). Des Weiteren bildet sich bei Luftkontakt eine Oxidschicht aus, wodurch eine für Ultraschallmessungen stets ausreichende Anzahl von Tracerpartikeln zur Verfügung steht.

Die wesentlichen physikalischen Eigenschaften von GaInSn sind in Tabelle A2 zusammengefasst.

Tabelle A2: Wesentliche physikalische Eigenschaften von GaInSn

Parameter		Einheit	GaInSn	Temp.-bereich	Quelle
Schallgeschwindigkeit	c_s	m/s	2860	-	[WA09]
Schmelzpunkt	T_m	°C	10.5	-	[WA09]
molare Masse	M	g/mol	303.2	-	[PSE]
Dichte	ρ	kg/m ³	6372-0.44T	25-200°C	[MÜ01]
dyn. Viskosität	η	Pas	2.2×10^{-3}	20°C	[ZH05]
kin. Viskosität	ν	m ² /s	$0.3853 - 1.926 \times 10^{-3}T + 3.2686 \times 10^{-6}T^2$	25-200°C	[MÜ01]
spez. Wärmekapazität	c_p	J/kgK	$368.01 - 0.11T + 6.6710^{-6}T^2$	25-200°C	[MÜ01]
therm. Ausdehnungskoeff.	β	1/K	7×10^{-5}	15-50°C	[KR04]
elektr. Leitfähigkeit	σ	1/Ωm	$3.4882 - 9.32 \times 10^{-3}T + 13.933 \times 10^{-6}T^2$	25-200°C	[MÜ01]

A2 Übersicht gezüchtete Kristalle

3''GaAs-Kristalle

Tabelle A3: Parameterübersicht gezüchteter 3''GaAs-Kristalle

Bezeichnung	v [mm/h]	Start- und Endprofil	c_0 [cm ⁻³]	TMF			Bemerkungen
				Richtung	I [A]	f [Hz]	
3''Ka_GaAs01	3	I	5x10 ⁻¹⁹	ohne	-	-	4x15min TMF down 23A 220Hz an
3''Ka_GaAs02	3	I	5x10 ⁻¹⁹	down	16.7	220	4x15min TMF down aus
3''Ka_GaAs03	3	II	5x10 ⁻¹⁹	ohne	-	-	4x15min TMF down 16.7A 220Hz an
3''Ka_GaAs04	3	II	5x10 ⁻¹⁹	ohne	-	-	4x15min TMF down 16.7A 220Hz an
3''Ka_GaAs05	3	II	5x10 ⁻¹⁹	down	15.4	220	4x15min TMF down aus
3''Ka_GaAs06a	3	I	0	down	16.7	220	
3''Ka_GaAs07a	3	I	0	ohne	-	-	
3''Ka_GaAs08	5	I	0	ohne	-	-	
3''Ka_GaAs09b	5	I	0	down	16.7	220	
3''Ka_GaAs10	5	II	0	ohne			
3''Ka_GaAs11a	5	II	0	down	16.7	220	

3''Ge-Kristalle

Tabelle A4: Parameterübersicht gezüchteter 3''Ge-Kristalle

Bezeichnung	v [mm/h]	Start- und Endprofil	c_0 [cm ⁻³]	TMF			Bemerkungen
				Richtung	I [A]	f [Hz]	
3''Ka_Ge01	3	II	1x10 ⁻¹⁹	ohne	-	-	4x15min TMF down 23A 50Hz an
3''Ka_Ge02	3	I	1x10 ⁻¹⁹	ohne	-	-	5x15min TMF down 23A 50Hz an
3''Ka_Ge03	3	I	1x10 ⁻¹⁹	down	6.4/12.8	50	6x15min TMF down aus
3''Ka_Ge04	3	II	1x10 ⁻¹⁹	down	22	50	

2''Ge-Kristalle

Tabelle A5: Parameterübersicht gezüchteter 2''Ge-Kristalle

Bezeichnung	v [mm/h]	Start- und Endprofil	c ₀ [cm ⁻³]	TMF			Bemerkungen
				Richtung	I [A]	f [Hz]	
2''Ka_Ge05	3	2''Ge-Profil	1x10 ⁻¹⁹	ohne	-	-	6x15min TMF down 17.5A, 50Hz an
2''Ka_Ge06	3	2''Ge-Profil	-	down	17.5	50	Gasphasendotierung mit Zn-Quelle 615°C
2''Ka_Ge07	3	2''Ge-Profil	-	ohne	-	-	Gasphasendotierung mit Zn-Quelle 615°C
2''Ka_Ge08	3	2''Ge-Profil	-	ohne	-	-	Gasphasendotierung mit Zn-Quelle 500°C
2''Ka_Ge09	3	2''Ge-Profil	-	ohne	-	-	Gasphasendotierung mit Zn-Quelle 550°C
2''Ka_Ge10	3	2''Ge-Profil	-	down	16.7	220	Gasphasendotierung mit As-Quelle 615°C
2''Ka_Ge11a	3	2''Ge-Profil	-	down	23/18	50	Gasphasendotierung mit Zn-Quelle 550°C

A3 Symbol- und Abkürzungsverzeichnis

Abkürzungen

a	Gitterkonstante
AC	alternating current
Al ₂ O ₃	Aluminiumoxid
As	Arsen
BaF ₂	Bariumfluorid
B ₂ O ₃	Boroxid
CH ₃ COOH	Essigsäure
CdTe	Cadmiumtellurid
Cr ₂ O ₃	Chromoxid
Cz	Czochralski
DC	direct current
DNS	direct numerical simulation
DRAM-chip	dynamic random access memory – chip
e-Funktion	Exponentialfunktion
FeCrAl	Eisenchromalluminiumlegierung
FCM	Freiberger Compound Materials
Ga	Gallium
GaInSn	Galliumindiumzinn
GB	Gigabyte
Ge	Germanium
GaAs	Galliumarsenid
GF	gradient freeze
H ₂ O	Wasser
H ₂ O ₂	Wasserstoffperoxid
H ₂ SO ₄	Schwefelsäure
HCl	Salzsäure
HF	Flußsäure
HNO ₃	Salpetersäure
IKZ	Leibniz-Institut für Kristallzüchtung
InP	Indiumphosphid
InSb	Indiumantimonid

KOH	Kaliumhydroxid
LEC	liquid encapsulated Czochralski
LES	large eddy simulation
MHD	Magnetohydrodynamik
pBN	pyrolytisches Bornitrid
PHG	Phasengrenze
RANS	Reynolds averaged Navier Stokes
RMF	rotating magnetic field
Si	Silizium
SC	halbleitend
SI	halbisolierend
SiC	Siliziumcarbid
Te	Tellur
TMF	traveling magnetic field
UDV	Ultrasound Doppler Velocimetric
VCz	vapour pressure controlled Czochralski
VGf	vertical gradient freeze
YAG	Neodym-dotierter Yttrium-Aluminium-Granat-Laser
Zn	Zink

Lateinische Symbole

A	Oberfläche
A_H	Hallkoeffizient
\vec{A}	Vektorpotentials
\vec{B}	magnetische Flussdichte
B_{TMF}	magnetische Induktion des TMF's
B_{RMF}	magnetische Induktion des RMF's
B_{eff}	magnetische Induktion innerhalb des heißen VGf-Ofens
B_0	magnetische Induktion ohne den heißen VGf-Ofen
B_z	axiale Komponente der magnetischen Induktion
B_r	radiale Komponente der magnetischen Induktion
c	Konzentration
c_s	Ultraschallgeschwindigkeit

C_i	Teilchenkonzentration
C_{i0}	Referenzkonzentration
c_l	Konzentration des Dotierstoffes in der flüssigen Phase
c_s	Konzentration des Dotierstoffes in der festen Phase
c_p	spezifische Wärmekapazität
C_s	empirische Smagorinsky Konstante
d	Probendicke
D	Diffusionskonstante
D_d	Durchmesser
\bar{D}	elektrische Flussdichte
\vec{E}	elektrische Feldstärke
E_g	Abstand der Bandlücke
$\vec{E}_{\varphi, TMF}$	elektrische Feldstärke des TMF's
$\vec{E}_{z, RMF}$	elektrische Feldstärke des RMF's
f	Frequenz
f_{geom}	Geometriefaktor
\vec{f}_a	Volumenkraft
\vec{f}_L	Lorentzkraft
$\vec{f}_{L, TMF}$	Lorentzkraft des TMF's
$\vec{f}_{L, RMF}$	Lorentzkraft des RMF's
$\langle f_{L, TMF} \rangle$	zeitlich gemittelten Lorentzkraftdichte eines TMF's
$\langle f_{L, RMF} \rangle$	zeitlich gemittelten Lorentzkraftdichte eines RMF's
g	Gravitationskonstante
G	Filterfunktion
H	Höhe
H_s	Schmelzhöhe
H_0	Kristallhöhe
\vec{H}	magnetische Feldstärke
I	Strom
I_1	Besselfunktion 1.Ordnung
\vec{j}	Stromdichte
\vec{J}_{TMF}	Stromdichte des TMF's

\vec{j}_{RMF}	Stromdichte des RMF's
\vec{j}_P	Netto-Massestrom
\vec{k}	Wellenvektor
k	turbulente kinetische Energie
k_{max}	Maximum der turbulenten kinetischen Energie
k_0	Gleichgewichtsverteilungskoeffizienten
k_{eff}	effektiver Verteilungskoeffizient
m	Masse
M	molare Masse
n	Normalenrichtung
n_n	Ladungsträgerkonzentration
P	elektrische Leistung
q	Wärmefluss
Q_m	Kristallisationswärme
q_m	spezifischen Kristallisationswärme
\hat{Q}_k	modale stetige Formfunktion der spektralen Viskosität
R	Radius
r	radial
$R_{A,B,C,D}$	elektrischer Widerstand
s	Abstand
T	Temperatur
T_0	Referenztemperatur
T_α	Referenztemperatur
T_m	Schmelztemperatur
T_w	Wandtemperatur
t	Zeit
t_{ia}	initial Zeit
t_L	Laufzeit eines Ultraschallpulses
t_{mix}	Mischungsdauer
t_{prf}	Zeit für die Ultraschallpulswiederholung
$t_{spin-up}$	Zeitkonstante Spin-up Prozess RMF
\vec{u}	Strömungsgeschwindigkeit
u_i	Strömungsgeschwindigkeit

\bar{u}_i	Mittelwert der Strömungsgeschwindigkeit
u_i'	Fluktuationskomponente der Strömungsgeschwindigkeit
u_K	Kolmogorov – Geschwindigkeitsskala
u_{\max}	maximale Strömungsgeschwindigkeit
$\langle u_z^2 \rangle$	quadratisch gemittelte vertikale Geschwindigkeitskomponente
U	Spannung
V	Volumen
v	Züchtungsgeschwindigkeit
\bar{v}_k	Züchtungsgeschwindigkeit
$\bar{v}_{k,\max}$	Wachstumsgeschwindigkeit
x_{p1}	1. Position des Teilchens zum Ultraschallsensor
x_{p2}	2. Position des Teilchens zum Ultraschallsensor
x_{\max}	maximale Tiefe
z	axial

Griechische Symbole

α	Wärmeübergangskoeffizient
α_n	Entwicklungskoeffizienten der Besselfunktion 1. Art
β	thermische Ausdehnungskoeffizient
β_s	solutalen Volumenausdehnungskoeffizienten
β_{1n}	Entwicklungskoeffizienten der Besselfunktion 1. Art
β_T	thermischen Volumenausdehnungskoeffizienten
Δ	Filterbreite
ΔT_{radial}	radialer Temperaturgradient
ΔT_z	axiale Temperaturdifferenz
Δt	Pulsdauer
δ	Diffusionsgrenzschichtdicke vor der Phasengrenze
δ_{ij}	Kronecker Delta Funktion
δ_{BPS}	numerischer Anpassungsparameter
ε	Dissipationsrate
ε_k	Konstante für die maximale Amplitude der spektralen Viskosität

ε_0	Dielektrizitätskonstante
γ	linearer Wärmeausdehnungskoeffizient
η_s	Scherviskosität
η	dynamische Viskosität
η_K	Kolmogorov - Längenskala
κ	Wärmeleitwert
λ_l	Wärmeleitfähigkeit
λ_{TMF}	Wellenlänge TMF
μ	Ladungsträgerbeweglichkeit
μ_0	magnetische Feldkonstante im Vakuum
ρ_σ	spezifischer Widerstand
ρ	Dichte
ρ_0	Referenzdichte
ρ_e	Ladungsträgerdichte
σ	elektrische Leitfähigkeit
$\sigma_{v.Mises}$	v.mises Stress
σ_{ij}	Spannungstensor
τ_{ij}	Reibungstensor
τ_{ij}	spezifischer Reynoldsstresstensor
τ_K	Kolmogorov – Zeitskala
ν	kinematische Viskosität
ν_T	turbulente Eddyviskosität
ω	spezifische Dissipation der Energie
ω_{TMF}	Frequenz des TMF's
ω_{RMF}	Frequenz des RMF's
$\omega_{AC-Feld}$	Frequenz eines zeitabhängigen Magnetfeldes
ξ	Volumenviskosität
Ψ	beliebige physikalische Größe

Dimensionslose Größen

AR	Aspekt Verhältniss
$\Delta z/r$	Durchbiegung der Phasengrenze
F	magnetische Kraftzahl
F_c	kritische magnetische Kraftzahl
F_{comp}	magnetische Kompensationskraftzahl
Gr	Grashofzahl
Ha	Hartmannzahl
Pr	Prandtl-Zahl
Re	Reynoldszahl
S	Shielding Faktor
Sc	Schmidt-Zahl
Ta	magnetische Taylorzahl
Ta_c	kritische magnetische Taylorzahl

A4 Veröffentlichungsliste

Teile dieser Arbeit wurden bereits in Zeitschriften und auf Konferenzen veröffentlicht.

Zeitschrift mit Reviewprozess

- Niemietz, K., Pätzold, O., Galindo, V., Gerbeth, G., Stelter, M. (2011) *Flow Modelling with Relevance to Vertical Gradient Freeze Crystal Growth under the Influence of a Traveling Magnetic Field*. Journal of Crystal Growth 318:150-155.
- Galindo, V., Niemietz, K., Pätzold, O., Gerbeth, G. (2012) *Numerical and experimental modeling of VGF-type buoyant flow under the influence of traveling and rotating magnetic fields*. Journal of Crystal Growth 360:30-34.
- Pätzold, O., Niemietz, K., Lantzsich, R., Galindo, V., Grants, I., Bellmann, M., Gerbeth, G. (2013) *The use of magnetic fields in Vertical Bridgman / Gradient Freeze-type crystal growth*. European Physical Journal 220:243-257.

Konferenzproceedings

- Niemietz, K., Ehrig, J., Lantzsich, R., Pätzold, O., Stelter, M. (2009) *Vertical Gradient Freeze growth with a traveling magnetic field under optimized thermal conditions*. 6th International Conference on electromagnetic processing of materials Dresden, Germany 19. - 23. Oktober 2009:845-849.
- Galindo, V., Niemietz, K., Pätzold, O., Gerbeth, G., Stelter, M. (2011) *Numerical and experimental modeling of VGF-type buoyant flow under traveling and rotating magnetic fields*. 8th International Conference on Fundamental and Applied MHD Borgo, Corsica-France 05. - 09. September 2011:193-197.

Konferenzvortrag

- Niemietz, K., Ehrig, J., Lantzsich, R., Pätzold, O., Stelter, M.: *Vertical Gradient Freeze growth with a traveling magnetic field under optimized thermal conditions*. 6th International Conference on electromagnetic processing of materials, Dresden, Germany 19.- 23. Oktober 2009
- Niemietz, K., Pätzold, O., Galindo, V., Gerbeth, G., Stelter, M.: *Flow Modelling with Relevance to Vertical Gradient Freeze Crystal Growth under the Influence of a Traveling Magnetic Field*. 16th International Conference on Crystal Growth, Beijing, China 08. – 13. August 2010

- Niemietz, K., Ehrig, J., Lantzsch, R., Pätzold O., Stelter, M.: *Vertical Gradient Freeze Züchtung mit TMF*. DGKK-Arbeitskreis Herstellung und Charakterisierung von massiven Verbindungshalbleitern, Freiberg, Deutschland 07. - 08. Oktober 2009
- Niemietz, K., Galindo, V., Pätzold, O., Gerbeth, G.: *Flow Modelling with Relevance to Vertical Gradient Freeze Crystal Growth under the Influence of a Traveling Magnetic Field*. DGKK-Arbeitskreis Herstellung und Charakterisierung von massiven Halbleiterkristallen, Freiberg, Deutschland 06. - 07. Oktober 2010
- Niemietz, K., Galindo, V., Pätzold, O., Ehrig, J., Dadzis, K., Lantzsch, R.: *Strömungsuntersuchung zur VGF-Kristallzüchtung mit wandernden Magnetfeld*. eingeladener Vortrag TU-Dresden 2010
- Niemietz, K., Galindo, V., Pätzold, O., Gerbeth, G., Stelter, M.: *Strömungsuntersuchungen zur VGF-Kristallzüchtung mit externen Magnetfeldern*. DGKK-Arbeitskreis Herstellung und Charakterisierung von massiven Halbleiterkristallen, Erlangen, Deutschland 05. - 06. Oktober 2011

Konferenzposter

- Galindo, V., Niemietz, K., Pätzold, O., Gerbeth, G., Stelter, M.: *Numerical and experimental modeling of VGF-type buoyant flow under the influence of traveling and rotating magnetic fields*. 5th International Workshop on Crystal Growth Technology, Berlin, Deutschland, 26. -30. Juni 2011
- Galindo, V., Niemietz, K., Pätzold, O., Gerbeth, G., Stelter, M.: *Numerical and experimental modeling of VGF-type buoyant flow under the influence of traveling and rotating magnetic fields*. Deutsche Kristallzüchtungstagung, Freiberg, Deutschland, 07. – 09. März 2012
- Niemietz, K., Koal, K., Stiller, J., Pätzold, O., Stelter, M.: *Numerical and experimental study on melt mixing in germanium under the influence on time dependent magnetical fields*. 4th European Conference on Crystal Growth, Glasgow, Scotland, 17. – 20. Juni 2012

A5 Quellenangabe

- AB02** Abaricka, M., Gelfgat, Yu., Kruminis, J. (2002) *Influence of combined electromagnetic fields on the heat/mass transfer in the Bridgman process*. Energy Conversion and Management 43(3):327-333.
- AZ10** Azizi, M., Engelaar, E., Faber, A.J., Meissner, E., Friedrich, J. (2010) *Ultrasound measurement of the position of the growing interface during directional solidification of silicon*. Deutsche Kristallzüchtungstagung Freiberg, Germany 03.-05.März 2010
- BA97** Barz, R.U., Gerbeth, G., Wunderwald, U., Buhrig, E., Gelfgat, Y.M. (1997) *Modelling of the isothermal melt flow due to rotating magnetic fields in crystal growth*. Journal of crystal growth 180(3-4):410–421.
- BE04** Bellmann, M., Pätzold, O., Wunderwald, U., Cröll, A. (2004) *Axial macrosegregation in Ga-doped germanium grown by the vertical gradient freeze technique with a rotating magnetic field*. Crystal Research and Technology 39(3):195–199.
- BE07** Bellmann, M. (2007) *Optimierung des Wärme- und Stofftransports bei der Kristallisation von Halbleiterschmelzen*. Freiberg, TU Bergakademie Freiberg, Dissertation
- BE09** Bellmann, M., Pätzold, O., Gärtner, G., Möller, H.J., Stelter, M. (2009) *Radial segregation in VGF-RMF grown germanium*. Journal of crystal growth 311(6):1471–1474.
- BE10** Bellmann, M., Pätzold, O., Stelter, M., Möller, H.J. (2010) *Optimisation of the VGF growth process by inverse modelling*. Journal of crystal growth 312(15):2175–2178.
- BIL56** Billig, E. (1956) *Some defects in crystals grown from the melt. I. defects caused by thermal stress*. Proceedings of the Royal Society of London A235(1200):37–55.
- BIR00** Birkmann, B., Rasp, M., Stenzenberger, J., Müller, G. (2000) *Growth of 3" and 4" gallium arsenide crystals by the vertical gradient freeze (VGF) method*. Journal of crystal growth 211(1-4):157–162.
- BLAC04** Blackburn, H.M., Sherwin, S.J. (2004) *Formulation of a Galerkin spectral elemental Fourier method for three-dimensional incompressible flows in cylindrical geometries*. Journal of Computational Physics 197(2):759–778.
- BLA82** Blakemore, J.S. (1982) *Semiconducting and other major properties of gallium arsenide*. Journal of Applied Physics 53(10):R123-R181.
- BO77** Boussinesq, J. (1877) *Théorie de l'Écoulement Tourbillant*. Academic Scientific Institute France (23):46–50.

- BOU91** Bourret, E.D., Merk, E.C. (1991) *Effects of total liquid encapsulation on the characteristics of GaAs single crystals grown by the vertical gradient freeze technique*. Journal of crystal growth 110(3):395–404.
- BR04** Breitenstein, O., Rakotoniaina, J.P., Rifai, M.H., Werner, M. (2004) *Shunt types in crystalline silicon solar cells*. Progress in Photovoltaics: Research and Applications 12(7):529–538.
- BRIC86** Brice, J.C. (1986) *Crystal Growth Processes*. John Wiley & Sons, Ltd., Glasgow und London
- BRI01** Brito, D., Nataf, H., Cardin, P., Aubert, J., Masson J. (2001) *Ultrasonic Doppler velocimetry in liquid gallium*. Experiments in Fluids 31:653–663.
- BUH00** Buhrig, E., Schwichtenberg, G., Pätzold, O. (2000) *Growth of Zn-doped Germanium under microgravity*. Crystal Research Technology 35:911-919.
- BU53a** Burton, J.A., Prim, R.C., Slichter, W.P. (1953) *The distribution of solute in crystal grown from the melt Part. I. Theoretical*. The Journal of solute chemical physics 21(11):1987–1991.
- BU53b** Burton, J.A., Kolb, E.D., Slichter, W.P., Struthers, J.D. (1953) *Distribution of Solute in Crystals Grown from the Melt. Part II. Experimental*. The Journal of solute chemical physics 21(11):1991-1996.
- CH11** Chen, L., Yu, X., Chen, P., Wang, P., Gu, X., Lu, J., Yang, D. (2011) *Effect of oxygen precipitation on the performance of Czochralski silicon solar cells*. Solar Energy Materials and Solar Cells 95(11):3148–3151.
- CHT90** Chen, T.P., Guo, Y.D., Huang, T.S., Chen, L.J. (1990) *Characteristics of facets in Si-doped GaAs crystals grown by horizontal Bridgman technique*. Journal of crystal growth 103(1-4):243–250.
- CLA07** Claeys, C., Simon, E. (eds.) (2007) *Germanium-Based Technologies from Materials to Devices*. Elsevier. Amsterdam
- CR99** Cröll, A., Benz, K.W. (1999) *Static magnetic fields in semiconductor floating-zone growth*. Progress in Crystal Growth and Characterization of Materials 38(1-4):7–38.
- CRA04a** Cramer, A., Zhang, C., Eckert, S. (2004) *Local flow structures in liquid metals measured by ultrasonic Doppler velocimetry*. Flow Measurement and Instrumentation 15(3):145–153.
- CRA04b** Cramer, A., Eckert, S., Galindo, V., Gerbeth, G., Willers, B., Witke, W. (2004) *Liquid metal model experiments on casting and solidification processes*. Journal of Materials Science 39(24):7285–7294.

- CRA11** Cramer, A., Pal, J., Koal, K., Tschisgale, S., Stiller, J., Gerbeth, G. (2011) *The sensitivity of a traveling magnetic field driven flow to axial alignment*. Journal of crystal growth 321(1):142–150.
- CZ98** Czapelski, M. (1998) *Variable equilibrium partition coefficient*. Journal of crystal growth 187(1):138–139.
- DA11** Dadzis, K., Ehrig, J., Niemietz, K., Pätzold, O., Wunderwald, U., Friedrich, J. (2011) *Model experiments and numerical simulations for directional solidification of multicrystalline silicon in a traveling magnetic field*. Journal of crystal growth 333(1): 7–15.
- DA12** Dadzis, K. (2012) *Modeling of directional solidification of multicrystalline silicon in a traveling magnetic field*. Freiberg, TU Bergakademie, Dissertation
- DA13** Dadzis, K., Niemietz, K., Pätzold, O., Wunderwald, W., Friedrich, J. (2013) *Non-isothermal model experiments and numerical simulations for directional solidification of multicrystalline silicon in a traveling magnetic field*. Journal of crystal growth 372:145-156.
- DI11** Dirk, R., Sven, E., Gunter, G., Sven, F., Jürgen, C. (2011) *Flow Structures arising from melt stirring by means of modulated rotating magnetic fields*. 8th international Pamir Conference on Fundamental and Applied MHD Borgo Corsica-France 05. - 09. September 2011: 563–567.
- DO99** Dold, P., Benz, K.W. (1999) *Rotating magnetic fields, fluid flow and crystal growth applications*. Progress in crystal growth and characterization of materials 38(1-4): 39–58.
- DR04** Dreyer, W., Duderstadt, F. (2004) *On the modelling of semi-insulating GaAs including surface tension and bulk stresses*. Weierstraß-Institut für angewandte Analysis und Stochastik, Berlin Germany document number 995
- DRO10** Dropka, N., Miller, W., Menzel, R., Rehse, U. (2010) *Numerical study on transport phenomena in a directional solidification process in the presence of traveling magnetic fields*. Journal of crystal growth 312(8):1407–1410.
- DRO11** Dropka, N., Miller, W., Rehse, U., Rudolph, P., Büllersfeld, F., Sahr, U., Klein, O., Reinhardt D. (2011) *Numerical study on improved mixing in silicon melts by double-frequency TMF*. Journal of crystal growth 318(1):275–279.
- DRO12a** Dropka, N., Frank-Rotsch, Ch., Miller, W., Rudolph, P. (2012) *Influence of traveling magnetic fields on S-L interface shapes of materials with different electrical conductivities*. Journal of crystal growth 338(1):208–213.

- DRO12b** Dropka, N., Frank-Rotsch, Ch., Rudolph, P. (2012) *Numerical study on double-frequency TMF in Cz silicon growth*. Crystal Research and Technology 47(3): 299–306.
- DRO12c** Dropka, N., Frank-Rotsch, Ch., Rudolph, P. (2012) *Numerical study on stirring of large silicon melts by Carousel magnetic fields*. Journal of crystal growth 354(1):1–8.
- DU54** Dunlap, W.C. (1954) *Properties of Zinc-, Copper-, and Platinum-Doped Germanium*. Physical Review 96(1):40–45.
- ECK05** Eckert, S., Gerbeth, G., Gundrum, T., Stefanie, F. (2005) *Velocity measurements in metallic melts*. Fluids Engineering Division Summer Meeting and Exhibition Houston, USA 19. - 23. Juni 2005: 49-56.
- ECK08** Eckert, S., Nikrityuk, P., Rübiger, D., Eckert, K., Gerbeth, G. (2008) *Efficient Melt Stirring Using Pulse Sequences of a Rotating Magnetic Field. Part I. Flow Field in a Liquid Metal Column*. Metallurgical and Materials Transactions B 39(2):374–386.
- FI99** Fischer, B., Friedrich, J., Weimann, H., Müller, G. (1999) *The use of time-dependent magnetic fields for control of convective flows in melt growth configurations*. Journal of crystal growth 198-199(Part 1):170–175.
- FL91** Flat, A. (1991) *Silicon incorporation anomaly in LEC grown GaAs*. Journal of crystal growth 109(1-4):224–227.
- FR10** Franke, S., Büttner, L., Czarske, J., Rübiger, D., Eckert, S. (2010) *Ultrasound Doppler system for two-dimensional flow mapping in liquid metals*. Flow Measurement and Instrumentation 21:402-409.
- FRA96** Frank, C., Hein, K., Hannig, C., Gärtner, G. (1996) *Growth of GaAs Crystals by VGF at Different As-Source Temperatures*. Crystal Research and Technology 31(6): 753–761.
- FRAR08** Frank-Rotsch, Ch., Jockel, D., Ziem, M., Rudolph P. (2008) *Numerical optimization of the interface shape at the VGF growth of semiconductor crystals in a traveling magnetic field*. Journal of crystal growth 310(7-9):1505–1510.
- FRAR09** Frank-Rotsch, Ch., Rudolph, P. (2009) *Vertical gradient freeze of 4 inch Ge crystals in a heater-magnet module*. Journal of crystal growth 311(8):2294–2299.

- FRAR09** Frank-Rotsch, Ch., Rudolph, P., Ziem, M., Rehse, U., Miller, W. (2009) *Verfahren zur intensiven Durchmischung von elektrisch leitenden Schmelzen in Kristallisations- und Erstarrungsprozessen*. DE 10 2008 027 359 A1 2009.12.17(C30B30/04(2006.01))
- FRÖ06** Fröhlich, J. (2006) *Large Eddy Simulation turbulenter Strömung*. B. G. Teubner Verlag, Wiesbaden
- GA11** Galindo, V. (2011) Alle OpenFOAM-Simulationen in dem Kapitel 4 wurden in enger Kooperation und Zusammenarbeit mit dem Institut für Fluidodynamik am Forschungszentrum Dresden Rossendorf von Herrn V. Galindo durchgeführt. Die Codeentwicklung, -pflege und -rechnungen erfolgten im Forschungszentrum Rossendorf. Die Auswahl der Rechenparameter, Randbedingungen und detaillierte Auswertung der Ergebnisse erfolgte im Rahmen dieser Arbeit.
- GA12** Galindo, V., Niemietz, K., Pätzold, O., Gerbeth, G. (2012) *Numerical and experimental modeling of VGF-type buoyant flow under the influence of traveling and rotating magnetic fields*. Journal of crystal growth 360:30–34.
- GAU86** Gault, W.A., Monberg, E.M., Clemans, J.E. (1986) *A novel application of the vertical gradient freeze method to the growth of high quality III-V crystals*. Journal of crystal growth 74(3):491–506.
- GO47** Gorbachev, L.P., Nikitin, N.V., Ustinov, A.L. (1974) *Magnetohydrodynamik rotation of an electrically conductive liquid in a cylindrical vessel of finite dimensions*. Translation from Magnitnaya Gidrodinamika 4:32-42.
- GR02** Grants, I., Gerbeth, G. (2002) *Linear three-dimensional instability of a magnetically driven rotating flow*. Journal of fluid mechanics 463:229–239.
- GR03** Grants, I., Gerbeth, G. (2003) *Experimental study of non-normal nonlinear transition to turbulence in a rotating magnetic field driven flow*. Physics of Fluids 15(10): 2803–2809.
- GR04** Grants, I., Gerbeth, G. (2004) *Stability of melt flow due to a traveling magnetic field in a closed ampoule*. Journal of crystal growth 269(2-4):630–638.
- GR07** Grants, I., Gerbeth, G. (2007) *The suppression of temperature fluctuations by a rotating magnetic field in a high aspect ratio Czochralski configuration*. Journal of crystal growth 308(2):290–296.
- GR09** Grants, I., Klyukin, A., Gerbeth, G. (2009) *Instability of the melt flow in VGF growth with a traveling magnetic field*. Journal of crystal growth 311(17):4255–4264.
- GR10** Grants, I., Gerbeth, G. (2010) *Linear and nonlinear stability of a thermally stratified magnetically driven rotating flow in a cylinder*. Physical Review E 82:16314.

- HA90** Hadamovsky, H.F. (1990) *Werkstoffe der Halbleitertechnik*. VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig
- HEI52** Heidenreich, R.D., Madison, N.J. (1952) *Surface Treatment of Germanium circuit elements*. (2619414) US-Patent
- HU59** Hulme K.F., Mullin, J.B. (1959) *Facets and anomalous solute distributions in indium-antimonide crystals*. Philosophical Magazine 4(47):1286–1288.
- HUR94** Hurle, D.T.J. (ed) (1994) *Handbook of crystal growth. Growth mechanisms and dynamics*. 2B. Elsevier Science, Amsterdam
- HUR95** Hurle, D.T.J. (1995) *A mechanism for twin formation during Czochralski and encapsulated vertical Bridgman growth of III-V compound semiconductors*. Journal of crystal growth 147(3-4):239–250.
- IS13** ISSB Erlangen (2013). Crys-MAS. <http://www.cgl-erlangen.com/>
- ITRS11** ITRS (2011) International Technology Roadmap for Semiconductors
- IW09** Iwai, H. (2009) *Roadmap for 22 nm and beyond* (Invited Paper). Microelectronic Engineering 86(7-9):1520–1528.
- JE09** Jenkner, K. (2009) Ätzworschriften für das chemische Reinigen von Ge- und GaAs-Keimen bzw. dem entsprechenden polykristallinen Ausgangsmaterial
- KA08** Kaiser, T. (1998) *Magnetohydrodynamische Effekte bei der Halbleiterkristallzüchtung*. Shaker Verlag, Aachen
- KAS08** Kasjanowa, H., Nacke, B., Eichler, St. , Jockel, D., Frank-Rotsch, Ch., Lange, P., Kießling, F-M., Rudolph P. (2008) *Investigation of asymmetry effects in a heater-magnet module for TMF VGF and LEC growth by three-dimensional numerical modeling*. Journal of crystal growth 310(7-9):1540–1545.
- KE06** Keys, R. W. (2006) *The impact of Moore's Law*. IEEE Solid-State Circuits Society Newsletter 20(3):25–27.
- KIE12** Kiessling, F.-M., Bülesfeld, F., Dropka, N., Frank-Rotsch, Ch., Müller, M., Rudolph, P. (2012) *Characterization of mc-Si directionally solidified in traveling magnetic fields*. Journal of crystal growth 360:81–86.
- KO09** Koal, K., Gruenberg, T., Stiller, J. (2009) *Scalar transport in liquid metal flows driven by rotating and traveling magnetic fields*. 6th International Conference on electromagnetic processing of materials Dresden, Germany 19. – 23. Oktober 2009:57–61.
- KO11** Koal, K. (2011) *Strömungsbeeinflussung in Flüssigmetallen durch rotierende und wandernde Magnetfelder*. Dresden, Technischen Universität Dresden, Dissertation

- KO12** Koal, K. (2012) Alle Semtex-Simulationen in dem Kapitel 5.2 wurden in enger Kooperation und Zusammenarbeit mit dem Institut für Strömungsmechanik an der TU Dresden von Frau K. Koal durchgeführt. Die Codeentwicklung, -pflege und -rechnungen erfolgten an der TU Dresden. Die Auswahl der Rechenparameter, Bestimmung der Randbedingungen und detaillierte Auswertung der Ergebnisse erfolgte im Rahmen dieser Arbeit.
- KRA04** Krauze, A., Muiznieks, A., Mühlbauer, A., Wetzels, T., Ammon, W. (2004) *Numerical 3D modelling of turbulent melt flow in large CZ system with horizontal DC magnetic fields. I. flow structure analysis*. Journal of crystal growth 262:157–167.
- LA07** Lantzsch, R., Galindo, V., Grants, I., Zhang, C., Pätzold, O., Gerbeth, G., Stelter, M. (2007) *Experimental and numerical results on the fluid flow driven by a traveling magnetic field*. Journal of crystal growth 305:249–256.
- LA08** Lantzsch, R., Grants, I., Pätzold, O., Stelter, M., Gerbeth, G. (2008) *Vertical gradient freeze growth with external magnetic field*. Journal of crystal growth 310(7-9): 1518–1522.
- LA09** Lantzsch, R. (2009) *VGF-Kristallzüchtung unter dem Einfluss externer Magnetfelder*. Freiberg, TU Bergakademie Freiberg, Dissertation
- LAN13** Landolt Börnstein Database. 1/4 year. Accessed 2012
- LY04** Lyubimova, T.P., Croell, A., Dold, P., Khlybov, O.A., Fayzrakhmanova, I.S. (2004) *Time-dependent magnetic field influence on GaAs crystal growth by vertical Bridgman method*. Journal of crystal growth 266(1-3):404–503.
- MA02** Mazuruk, K. (2002) *Control of melt convection using traveling magnetic fields*. Advances in Space Research 29(4):541–548.
- MEI05** Meister A. (2005) *Numerik linearer Gleichungssysteme*, 2nd edn. Vieweg, Wiesbaden
- MEN94** Menter, F.R. (1994) *Two-Equation Eddy-Viscosity Turbulence Models for Engineering Applications*. AIAA Journal 32(8):1598–1605.
- MI11** Miller, W., Frank-Rotsch, Ch., Rudolph, P. (2011) *Numerical studies of flow patterns during Czochralski growth of square-shaped Si crystals*. Journal of crystal growth 318(1):244–248.
- MO90** Motakef, S. (1990) *Magnetic field elimination of convective interference with segregation during vertical-Bridgman growth of doped semiconductors*. Journal of crystal growth 104(4):833–850.
- MÜ01** Müller, U., Bühler, L. (2001) *Magnetofluidynamics in channels and containers*. Springer, Berlin

- MU11** Mullin, J.B. (2004) *Progress in the melt growth of III–V compounds*. Journal of crystal growth 264(4):578–592.
- NA81** Nagata, K., Komiya, S., Shibatomi, A., Ohkawa, S. (1981) *A New Anodic Etch for the Observation of Dislocations in n-GaAs*. Journal of Electrochemical Society 128(10):2247–2250.
- NAU13** Nauber, R., Niemietz, K., Burger, M., Neumann, M., Büttner, L., Dadzis, K., Pätzold, O., Czarske, J. (2013) *Dual-plane flow mapping in a model experiment for directional solidification of silicon*. Experiments in Fluids 54:1-11.
- NIE11** Niemietz, K., Galindo, V., Pätzold, O., Gerbeth, G., Stelter, M. (2011) *Flow modelling with relevance to vertical gradient freeze crystal growth under the influence of a traveling magnetic field*. Journal of crystal growth 318(1):150–155.
- NI05** Nikrityuk, P.A., Ungarish, M., Eckert, K., Grundmann, R. (2005) *Spin-up of a liquid metal flow driven by a rotating magnetic field in a finite cylinder. A numerical and an analytical study*. Physics of Fluids 17(6):67101
- NI11** Nikrityuk, P.A. (2011) *Computational Thermo-Fluid Dynamics in Material Science and Engineering*. Freiberg, TU Bergakademie Freiberg, Habilitationsschrift
- NO00** Nolting, W. (2000) *Grundkurs Theoretische Physik Band 3 Elektrodynamik*. Vieweg, Braunschweig/Wiesbaden
- OA98** Oates, W.A., Wenzl, H. (1998) *Foreign atom thermodynamics in liquid gallium arsenide*. Journal of crystal growth 191(3):303–312.
- OLE85** Olesinski, R., Abbaschian, G. (1985) *The Ge-Zn (Germanium-Zinc) system*. Journal of Phase Equilibria 6(6):540–543.
- ON97** Ono, N., Trapaga, G. (1997) *A Numerical Study of the Effects of Electromagnetic Stirring on the Distributions of Temperature and Oxygen Concentration in Silicon Double Crucible Czochralski Processing*. Journal of the Electrochemical Society 144(2): 64–772.
- OP13** OpenCFD Ltd (ESI Group (2013) <http://www.openfoam.com/>
- ORS72** Orszag, S.A., Patterson, G.S. (1972) *Numerical Simulation of Three-Dimensional Homogeneous Isotropic Turbulence*. Physical Review Letters 28(2):76–79.
- OS92** Ostrogorsky, A.G., Müller, G. (1992) *A model of effective segregation coefficient, accounting for convection in the solute layer at the growth interface*. Journal of crystal growth 121(4):587–598.
- PA58** Pauw, L.J. van der (1958) *A method for measuring the resistivity and hall coefficient on lamellae of arbitrary shape*. Philips technical review 13:1–9.

- PÄ04** Pätzold, O., Wunderwald, U., Bellmann, M., Gumprich, P., Buhrig, E., Cröll, A. (2004) *New Developments in Vertical Gradient Freeze Growth*. *Advanced Engineering Materials* 6(7):554–557.
- PÄ13** Pätzold, O., Niemietz, K., Lantsch, R., Galindo, V., Bellmann, M., Gerbeth, G. (2013) *The Use of Magnetic Fields in vertical Bridgman/Gradient Freeze-type Crystal Growth*. *European Physical Journal* 220:243-257.
- PAL09** Pal, J., Röder, M., Cramer, A., Gerbeth, G. (2009) *Electromagnetic control of local temperature gradients in a Czochralski crystal growth model*. 6th International Conference on Electromagnetic Processing of Materials Dresden Germany 19. - 23. Oktober 2009: 591–594.
- PAT84** Patera, A.T. (1984) *A spectral element method for fluid dynamics. Laminar flow in a channel expansion*. *Journal of Computational Physics* 54(3):468–488.
- PR07** Priede, J., Gerbeth, G. (2007) *Matched asymptotic solution for the solute boundary layer in a converging axisymmetric stagnation point flow*. *International Journal of Heat and Mass Transfer* 50:216-225.
- PSE** Periodensystem. <http://www.periodensystem.info/>
- RA12** Raabe, L. (2012) FactSage Berechnungen des Zustandsdiagramm Ge-Zn
- RÄ10** Rübiger, D., Eckert, S., Gerbeth, G. (2010) *Measurements of an unsteady liquid metal flow during spin-up driven by a rotating magnetic field*. *Experiments in Fluids* 48(2):233–244.
- RAM00** Ramachandran, N., Mazuruk, K., Volz, M.P. (2000) *Use of traveling magnetic fields to control melt convection*. *Journal of the Japan Society of Microgravity Application* 17(No. 2):98–103.
- REY95** Reynolds, O. (1895) *On the Dynamical Theory of Incompressible Viscous Fluids and the Determination of the Criterion*. *Philosophical Transactions of the Royal Society of London. (A.)* 186:123–164.
- RO81** Rosenberger, F. (1981) *Fundamentals of Crystal Growth I*. Springer-Verlag, Berlin Heidelberg
- RU03** Rudolph, P. (2003) *Non-stoichiometry related defects at the melt growth of semiconductor compound crystals – a review*. *Crystal Research and Technology* 38(7-8): 542–554.

- RU08a** Rudolph, P., Frank-Rotsch, Ch., Kiessling, F.-M., Miller, W., Rehse, U., Klein, O., Lechner, Ch., Sprekels, J., Nacke, B., Kasjanow, H., Lange, P., Ziem, M., Lux, B., Czupalla, M., Root, O., Trautmann, V., Bethin, G. (2008) *Crystal growth in heater-magnet modules - from concept to use*. International scientific colloquim modelling for electromagnetic processing Hannover, Germany 27.-29. Oktober 2008:79–84.
- RU08b** Rudolph, P. (2008) *Traveling magnetic fields applied to bulk crystal growth from the melt. The step from basic research to industrial scale*. Journal of crystal growth 310 (7-9):1298–1306.
- RU09** Rudolph, P., Czupalla, M., Lux, B. (2009) *LEC growth of semi-insulating GaAs crystals in traveling magnetic field generated in a heater-magnet module*. Journal of crystal growth 311(21):4543–4548.
- RU11** Rudolph, P., Czupalla, M., Lux, B., Kirscht, F., Frank-Rotsch, Ch., Miller, W., Albrecht, M. (2011) *The use of heater-magnet module for Czochralski growth of PV silicon crystals with quadratic cross section*. Journal of crystal growth 318(1): 249–254.
- RUG91** Ruge, I. (1991) *Halbleitertechnologie*. 3rd edn. Springer, Berlin Heidelberg
- SCHE08** Scheel, H.J., Capper, P. (eds) (2008) *Crystal Growth Technology*. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim, Germany
- SCHE142** Scheil, E. (1942) *Bemerkungen zur Schichtkristallbildung*. Zeitschrift für Metallkunde 34(3):70–72.
- SCHW04** Schwesig, P., Hainke, M., Friedrich, J., Mueller, G. (2004) *Comparative numerical study of the effects of rotating and traveling magnetic fields on the interface shape and thermal stress in the VGF growth of InP crystals*. Journal of crystal growth 266 (1-3):224–229.
- SE01** Seidl, A., Eichler, S., Flade, T., Jurisch, M., Köhler, A., Kretzer, U., Weinert, B. (2001) *200mm GaAs crystal growth by the temperature gradient controlled LEC method*. Journal of crystal growth 225:561-565.
- SH65** Shercliff, J.A. (1965) *A Textbook of Magnetohydrodynamics*. Pergamon Press, Oxford
- SHI93** Shibata, M., Suzuki, T., Kumo, S. (1993) *LEC growth of large GaAs single crystals*. Journal of crystal growth 128:439-443.
- SIG13** Signal Processing SA (2013). <http://www.signal-processing.com>
- SM58** Smits, F.M. (1958) *Measurement of Sheet Resistivities with the Four-Point Probe*. Bell System Technical Journal 37(3):711–718.

- SMA63** Smagorinsky, J. (1963) *General circulation experiments with the primitive equations*. Monthly Weather Review 91(3):99–164.
- TA90** Takeda, Y. (1990) *Development of an ultrasound velocity profile monitorstar*. Nuclear Engineering and Design 126(2):277–284.
- TA12** Takeda, Y. (ed) (2012) *Ultrasonic Doppler Velocity Profiler for Fluid Flow*. Springer Japan, Tokyo
- TE02** Teubel, E. (2002) *Optimierung des Temperaturfeldes in der Schmelze bei der VGF Züchtung von GaAs mit rotierendem Magnetfeld*. Freiberg, TU Bergakademie Freiberg, Diplomarbeit
- TH84** Thomas, R.N., Hobgood, H.M., Eldridge, G.W., Barrett, D.L., Braggins, T.T., Ta, L.B., Wang, S.K., Willardson, R.K., Albert, C.B. (1984) *High-Purity LEC Growth and Direct Implantation of GaAs for Monolithic Microwave Circuits*. Semiconductors and Semimetals 20:1–87.
- TI53** Tiller, W.A., Jackson, K.A., Rutter, J.W., Chalmers, B. (1953) *The redistribution of solute atoms during the solidification of metals*. Acta Metallurgica 1(4):428–437.
- TRA12** Travnikov, V., Eckert, K., Nikrityuk, P.A., Odenbach, S., Vogt, T., Eckert, S. (2012) *Flow oscillations driven by a rotating magnetic field in liquid metal columns with an upper free surface*. Journal of crystal growth 339(1):52–60.
- UT66** Utech, H.P., Flemings, M.C. (1966) *Elimination of Solute Banding in Indium Antimonide Crystals by Growth in a Magnetic Field*. Journal of Applied Physics 37(5): 2021–2024.
- VO01** Volz, M.P., Mazuruk, K. (2001) *An experimental study of the influence of a rotating magnetic field on Rayleigh–Bénard convection*. Journal of fluid mechanics 444(1): 79–98.
- VOG12** Vogt, T., Grants, I., Rübiger, D., Eckert, S., Gerbeth, G. (2012) *On the formation of Taylor–Görtler vortices in RMF-driven spin-up flows*. Experiments in Fluids 52(1): 1–10.
- WA09** Wang, X., Fautrelle, Y., Etay, J., Moreau, R. (2009) *A Periodically Reversed Flow Driven by a Modulated Traveling Magnetic Field. Part I. Experiments with GaInSn*. Metallurgical and Materials Transactions B 40(1):82–90.
- WE91** Wenzl, H., Dahlen, A., Fattah, A., Petersen, S., Mika, K., Henkel, D. (1991) *Phase relations in GaAs crystal growth*. Journal of crystal growth 109(1-4):191–204.

- WEY83** Weyher, J., Ven, van de J. (1983) *Selective etching and photoetching of {100} gallium arsenide in CrO₃-HF aqueous solutions. I. Influence of composition on etching behaviour.* Journal of crystal growth 63(2):285–291.
- WI08** Willers, B., Eckert, S., Nikrityuk, P.A., Rübiger, D., Dong, J., Eckert, K., Gerbeth, G. (2008) *Efficient Melt Stirring Using Pulse Sequences of a Rotating Magnetic Field. Part II. Application to Solidification of Al-Si Alloys.* Metallurgical and Materials Transactions B 39(2):304–316.
- WIL04** Wilcox, D.C. (2004) *Turbulence Modeling for CFD.* DCW Industries Inc., Palm Drive, California, USA
- WILK88** Wilke, K.T. (1988) *Kristallzüchtung.* VEB Deutscher Verlag der Wissenschaft, Berlin, Germany
- WU06** Wunderwald, U. (2006) *Beeinflussung des Wärme- und Stofftransports bei der Vertical Gradient Freeze-Kristallzüchtung durch ein rotierendes Magnetfeld.* Freiberg, TU Bergakademie, Dissertation
- YOU97** Young, G.L., McDonald, K.A., Palazoglu, A. (1997) *Thermal stress analysis of crystal growth in a horizontal Bridgman furnace.* Journal of crystal growth 171(3-4): 361–372.
- ZH05** Zhang, C., Eckert, S., Gerbeth, G. (2005) *Experimental study of single bubble motion in a liquid metal column exposed to a DC magnetic field.* International Journal of Multiphase Flow 31(7):824–842.
- ZH11** Zhang, C., Shatrov, V., Priede, J., Eckert, S., Gerbeth, G. (2011) *Intermittent Behavior Caused by Surface Oxidation in a Liquid Metal Flow Driven by a Rotating Magnetic Field.* Metallurgical and Materials Transactions B 42(6):1188–1200.

Versicherung

Hiermit versichere ich, dass ich die vorliegende Arbeit ohne unzulässige Hilfe Dritter und ohne Benutzung anderer als der angegebenen Hilfsmittel angefertigt habe; die aus fremden Quellen direkt oder indirekt übernommenen Gedanken sind als solche kenntlich gemacht.

Bei der Auswahl und Auswertung des Materials sowie bei der Herstellung des Manuskripts habe ich Unterstützungsleistungen von folgenden Personen erhalten:

keine

Weitere Personen waren an der Abfassung der vorliegenden Arbeit nicht beteiligt. Die Hilfe eines Promotionsberaters habe ich nicht in Anspruch genommen. Weitere Personen haben von mir keine geldwerten Leistungen für Arbeiten erhalten, die nicht als solche kenntlich gemacht worden sind.

Die Arbeit wurde bisher weder im Inland noch im Ausland in gleicher oder ähnlicher Form einer anderen Prüfungsbehörde vorgelegt.

Freiberg, den 07. Mai 2013

Dipl. Nat. Kathrin Niemiets

Danksagung

Ich möchte mich bei allen herzlich bedanken, die durch Ihre vielfältige Unterstützung zum Entstehen der vorliegenden Arbeit beigetragen haben.

Mein besonderer Dank gilt:

- Herrn Prof. Dr. M. Stelter für die Möglichkeit am Institut für NE-Metallurgie und Reinstoffe tätig sein zu können sowie die Übernahme der Betreuung und Begutachtung dieser Arbeit.
- Herrn Prof. Dr. P. Wellmann für die Begutachtung der Arbeit
- Herrn Dr. O. Pätzold für das wunderbare Arbeitsklima, die zahlreichen fachlichen und geduldigen Diskussionen sowie für die kritischen Hinweise, die wesentlich zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben.
- Den Mitarbeitern des Instituts für NE-Metallurgie und Reinstoffe, insbesondere Frau K. Jenkner, Herrn G. Uhlemann, Frau D. Coester für die ausgesprochen freundliche Zusammenarbeit und die tatkräftige Unterstützung bei der Vor- und Nachbereitung der Versuche
- Frau D. Coester und Herrn G. Uhleman für den Bau von den Versuchsanordnungen für die Modellexperimente
- Herrn Dr. R. Lantzsch dessen Arbeit mit eine Grundlage für die durchgeführten Untersuchungen war und für die Züchtung der Germaniumkristalle mit hohen Wachstumsgeschwindigkeiten
- Herrn Kunze und Herrn Häser, die im Rahmen ihrer Projektarbeit, erste Modellexperimente zur überlagerten VGF-/TMF-Strömung realisiert haben
- Den Mitarbeitern der MHD-Gruppe am Helmholtz Zentrum Dresden Rossendorf, speziell Herrn Dr. S. Eckert, Herrn Dr. V. Galindo, Herrn T. Gundrum, Herrn B. Willers, Herrn Dr. J. Pal für die angenehme Kooperation und die zahlreichen theoretischen und praktischen Hinweise zur Magnetohydrodynamik und zu den Strömungsmessungen mittels UDV-Messtechnik
- Herrn Dr. V. Galindo für die freundliche Zusammenarbeit und die zu den Modellexperimenten begleitend durchgeführten numerischen Simulationen

- Frau Dr. K. Koal und Herrn PD Dr. J. Stiller für die Diskussionen und numerischen Simulationen zur Mischungseffizienz von verschiedenen zeitabhängigen Magnetfeldern an der TU Dresden
- Herrn Dr. M. Wünscher für die Durchführung der Vierspitzenmessungen am Institut für Kristallzüchtung Berlin.
- Frau Dr. C. Funke für die realisierten Mikroskopmessungen am Institut für Experimentelle Physik der TU Bergakademie Freiberg
- Herrn R. Zierer für die Unterstützung bei den Hallmessungen am Institut für Experimentelle Physik der TU Bergakademie Freiberg
- Meiner lieben Familie und allen Freunden, die mich immer unterstützt haben

Die Arbeit wurde im Rahmen des von der Deutschen Forschungsgemeinschaft finanziell unterstützten Sonderforschungsbereiches 609 „Elektromagnetische Strömungsbeeinflussung in Metallurgie, Kristallzüchtung und Elektrochemie“ Teilprojekt B7 „VGF-Einkristallzüchtung unter dem Einfluss externer Magnetfelder“ angefertigt.