

Innovative Geräte zur Vorbereitung und Durchführung von wissenschaftlichen Kristallzüchtungen

## Neuartige Technologien für innovative Materialien – Forschungsanlagen von SciDre

Komplexe Einkristalle weisen besondere Eigenschaften auf, die sie sowohl in der grundlagenorientierten Materialwissenschaft als auch in der industriellen Anwendung, z. B. Elektronik, zu begehrten Objekten machen. Weil die Natur diese Materialien nur sehr selten liefert, sind besondere Verfahren für ihre Herstellung notwendig. Die Scientific Instruments Dresden GmbH (SciDre) entwickelt Technologien und Geräte für diese Fragestellungen, die von der Probenvorbereitung über die Züchtung der Kristalle bis zur Analyse ihrer Eigenschaften reicht.



### Einkristallzüchtung

Die moderne Hochdruck-Kristallzüchtungsanlage (HKZ) der SciDre GmbH zählt zu den neuesten Entwicklungen des Dresdner Unternehmens. Mit ihr lassen sich hochschmelzende Einkristalle erstmalig bei einem Druck von 300 bar unter frei wähl-



Prozesskammer

Foto (1-3): Scientific Instruments Dresden GmbH (SciDre)

barer Gaszusammensetzung züchten. Die Anlage arbeitet nach dem optischen Zonenschmelzverfahren (optical floating zone), bei dem ein kleiner Teil der stabförmigen Materialprobe mit intensivem Licht aufgeschmolzen und aus der Schmelzzone heraus der Einkristall gezüchtet wird. Die erforderliche Lichtenergie liefert eine leistungsstarke Xenon-Kurzbogenlampe, mit der Schmelztemperaturen von mehr als 3000°C erreicht werden können. Der vertikale 2-Spiegel-Aufbau gewährleistet eine homogene und sehr gut kontrollierbare Energieverteilung in der Schmelzzone. Der Wachstumsprozess des Einkristalls wird von einem magnetisch gekoppelten Linear- und Rotationsvorschubsystem in höchster Präzision gesteuert und das Ausgangsmaterial dabei kontinuierlich in die Schmelzzone nachgeführt. Mit einem patentierten, berührungslosen Temperaturmesssystem können die Temperaturen der Zulaufstange, Schmelzzone und Kristall direkt während der Züchtung "in situ" gemessen und bei Bedarf nachgeregelt werden. Dazu stehen dem Kristallzüchter neben der üblichen

elektrischen Leistungsregelung der Lampe ein Blendensystem und eine Lampen-/Spiegelverstellung zur Verfügung. Mit Hilfe der Anlagensteuerung kann er so sehr komfortabel die Züchtungsbedingungen im laufenden Experiment optimieren, ohne den Prozess für die Nachjustierung der Optik unterbrechen zu müssen. Die Kombination aus hoher Schmelztemperatur, hohem Druck der Gasatmosphäre und hoher Präzision bei der Kontrolle des Züchtungsprozesses sind ein weltweites Alleinstellungsmerkmal der Kristallzüchtungsanlagen von SciDre.

Initiiert wurde die Entwicklung der neuen 300 bar-Anlage von der Johns Hopkins University in Baltimore, USA, die zu der Werkstoffinnovationsplattform PARADIM (Platform for the Accelerated Realization, Analysis and Discovery of Interface Materials) gehört.

Über das tiegelfreie Zonenschmelzen hinaus bietet SciDre weitere Kristallzüchtungsanlagen nach unterschiedlichen Verfahren an, ebenfalls unter frei wählbaren Gasatmosphären bei hohen Drücken. Dabei steht der Kundenwunsch stets im Vordergrund, so dass die individuellen Ausführungen und Sonderentwicklungen dieser Anlagen nach den Bedürfnissen der Experimentatoren gestaltet werden.

### Innovationen

Inspiziert von den Anforderungen ihrer Kunden entwickelt die SciDre GmbH ihre Produkte stetig weiter. So wird zur Zeit gemeinsam mit dem Leibniz-Institut für Kristallzüchtung (IKZ) in Berlin ein Nachheizer entwickelt, der die Rissbildung in den Einkristallen verhindert. Die magnetisch gekoppelten Präzisions-Ziehtriebe, unverzichtbare Schlüsselkomponenten des Zonenschmelzverfahrens, sind bereits für Drücke bis 1000 bar verfügbar. Schließlich arbeitet SciDre an einer von intensiver Laserstrahlung geheizten Kristallzüchtungsanlage. Dabei kommt ein neuartiges Belichtungsverfahren zum Einsatz, das bereits zum Patent angemeldet wurde. Diese Laser-Zonenschmelzanlage wird der Materialwissenschaft völlig neue Gebiete eröffnen.

### Prozesskette

Für die erfolgreiche Kristallzüchtung sind neben der Verfügbarkeit der geeigneten Züchtungsanlagen wohl definierte Ausgangsmaterialien

erforderlich. Starke Verunreinigungen oder Fehler in der Stöchiometrie lassen sich im Züchtungsvorgang selbst nur noch schwer korrigieren. Die reproduzierbare und unter hoher Qualität erfolgende Probenvorbereitung ist ein wesentlicher Bestandteil der Technologiekette.

SciDre bietet für die Probenvorbereitung eine Auswahl an Anlagen an, die für bestimmte Materialsysteme entwickelt und optimiert wurden. So können Metalle und intermetallische Verbindungen in einem tiegfremen Prozess geschmolzen und stabförmig, z. B. als Ausgangsmaterial für die Hochdruck-Zonenschmelze, abgegossen werden. Das elektromagnetische Levitieren und Heizen des Materials geschieht unter den Bedingungen des Hochvakuums oder reiner Gasatmosphären in der Schwebeschmelzanlage (KTS) von SciDre.

Bei sehr hohen Anforderungen an die Sauerstofffreiheit der Gasatmosphäre bietet SciDre das Hochdruck-Gasreinigungssystem (GRS) an. Damit lässt sich in der gesamten Prozesskette der Sauerstoff-Partialdruck hochrein auf  $10^{-12}$  Vol.-ppm reduzieren. Genau das andere Ende des Sauerstoff-Partial-



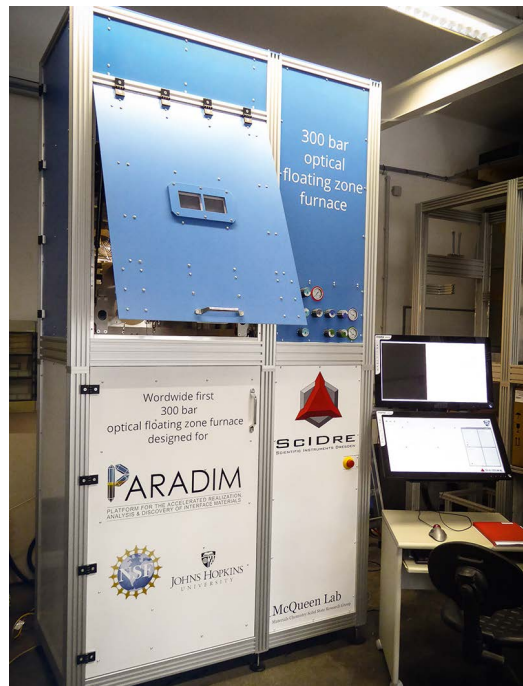
Hochdrucksauerstoffofen HSO

drucks gilt es bei der Behandlung oxidischer Materialien bereitzuhalten. Dazu bietet SciDre den Hochdruck-Sauerstoff-Sinterofen (HSO) an, in dem bei 1200 °C unter reinen Sauerstoffdrücken bis 200 bar Pulver zu Stäben gesintert werden kann. Der HSO gestattet zudem die Nachbehandlung von Einkristallen nach dem Züchtungsvorgang, um deren Stabilität gegen Rissbildung zu erhöhen. In einer Sonderausführung kann der Sinterofen auch für andere Gase ertüchtigt und zur Erzeugung metastabiler, polykristalliner Hochdruckphasen verwendet werden. Die besondere Struktur der in Sekundenbruchteilen aus der Schmelze abgekühlten Materialproben wird so stabil eingefroren und lässt sich bei Umgebungsbedingungen untersuchen.

Auf dem Gebiet der Materialanalyse hat SciDre mit dem PTM ein Mikroskop entwickelt, das kleine Probenmengen schnell und auf einfache Weise hinsichtlich ihrer Phasenübergangstemperaturen charakterisiert.

### Über SciDre:

Die Scientific Instruments Dresden GmbH (SciDre) ist ein international agierendes Technologieunternehmen und versteht sich als Partner der Wissenschaft. Ein Team aus Ingenieuren und Wissenschaftlern entwickelt Geräte und Technologien für den Einsatz in der physikalischen Grundlagenforschung und anwendungsorientierter Naturwissenschaft. SciDre entstand im Jahr 2009 als eine Ausgründung aus dem Leibniz-Institut für Festkörper- und Werkstoffforschung Dresden (IFW Dresden). Das Know-how zur Herstellung einer dort entwickelten Anlage zur Einkristallzüchtung im Zonenschmelzverfahren unter Gasdrücken bis



Kristallzüchtungsanlage HKZ

150 bar wurde als eines der ersten Produkte im Rahmen einer Lizenzvereinbarung an die junge Firma übergeben. SciDre führte die grundlegende Weiterentwicklung dieser Anlage durch und vermarktet sie seitdem erfolgreich weltweit. Dabei stehen die jeweiligen Kundenwünsche im Vordergrund. So werden heute Sonderausführungen wie beispielsweise die beschriebene 300 bar-Anlage (HKZ) aber auch eine Hochvakuum-Version, wie sie für die Technische Universität München entwickelt wurde, angeboten. Der modulare Aufbau der SciDre-Zonenschmelzanlagen erlaubt es dem Kunden, einige Features auch später in seiner Anlage nachzurüsten und damit sehr nachhaltig und wirtschaftlich seine Kristallzüchtung auf dem jeweils aktuellen Stand der Technik zu halten. So kann aus einer ursprünglich für den reinen Sauerstoffeinsatz beschafften HKZ jederzeit das Gasreinigungsmodul GRS nachgerüstet werden und so die Bandbreite der in der vorhandenen Anlage herstellbaren Einkristalle erheblich vergrößern. ■

### Kontakt

Scientific Instruments Dresden GmbH (SciDre)  
Forschungs- und Kooperationsprojekte

Robert Schöndube  
(Geschäftsführung)  
Dr. Paul Sass  
(Forschungs- und Kooperationsprojekte)

Gutzkowstraße 30  
01069 Dresden

Tel.: +49 351 82113-140  
Fax: +49 351 82113-149

info@scidre.de  
http://scidre.de